

**UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA**

**DIPARTIMENTO DI INGEGNERIA INDUSTRIALE**

**CORSO DI LAUREA MAGISTRALE IN INGEGNERIA MECCANICA**

**STUDIO DEI MECCANISMI DI FRATTURA DI DISCHI  
IN MATERIALE CERAMICO SOTTOPOSTI A GRADIENTI  
DI TEMPERATURA RADIALI**

*Relatore: Prof. Giovanni Meneghetti*

*Correlatori: Prof. Mattia Manzolaro*

*Dott. Michele Ballan*

*Dott. Stefano Corradetti*

*In collaborazione con l'Istituto Nazionale di Fisica Nucleare*

*Studente: Riccardo Salomoni*

**ANNO ACCADEMICO 2018-2019**







# SOMMARIO

Il seguente lavoro di tesi è stato sviluppato in collaborazione con l'Istituto Nazionale di Fisica Nucleare presso i Laboratori Nazionali di Legnaro. L'istituto fa parte di una famiglia di enti per la ricerca nucleare incentrato sulla produzione di fasci radioattivi per la ricerca di base in fisica nucleare nonché per applicazioni mediche ed industriali. Il progetto SPES (*Selective Production of Exotic Species*) ha come obiettivo la costruzione di una *facility* di tipo ISOL per la produzione di fasci radioattivi *neutron-rich*. Un fascio protonico generato da un ciclotrone con intensità di 200  $\mu\text{A}$  ed un'energia di 40 MeV andrà a bombardare un bersaglio in carburo di uranio generando specie radioattive. Gli isotopi prodotti verranno successivamente estratti ed accelerati per andare a formare un fascio di ioni radioattivi.

Il target di geometria innovativa è realizzato in un cilindro in grafite contenete sette dischi opportunamente distanziati, per garantire lo smaltimento della potenza termica generata durante l'irraggiamento con il fascio protonico. La deposizione di potenza sui dischi che compongono il target infatti genera un aumento di temperatura non omogenea che può portare problematiche legate alle tensioni interne generate.

È qui che si inserisce il seguente lavoro di tesi, sullo studio delle condizioni di utilizzo di un possibile materiale target quale il Carburo di Silicio. Lo scopo è l'analisi sia termica che strutturale per un utilizzo all'interno del progetto SPES. L'apparato sperimentale all'interno dei Laboratori Nazionali di Legnaro riproduce i gradienti termici che si generano durante l'utilizzo all'interno della *facility*, permettendo la caratterizzazione termica del materiale, ottenendo conducibilità ed emissività del Carburo di Silicio, necessarie per una completa analisi termica. Il modello numerico realizzato ai laboratori permette infine di ricavare i campi di temperatura presenti, e tramite la conoscenza delle proprietà meccaniche, le tensioni che si realizzano sul provino.

Sono stati dunque svolti una serie di test per la caratterizzazione termica del materiale d'interesse e sulla temperatura massima di utilizzo. Successivamente sono stati eseguiti i test di rottura del materiale, ottenendo tramite l'apposito apparato sperimentale ed il complementare modello agli elementi finiti le tensioni che hanno portato a rottura i provini. I dati relativi alle rotture sono stati infine analizzati tramite una statistica attraverso il modello di Weibull, ampiamente utilizzato per i materiali ceramici.

Per approfondire le modalità di rottura e la caratterizzazione meccanica è stata eseguita un'analisi frattografica sui provini portati a cedimento, soffermandosi sui difetti innescanti e le loro dimensioni.

Grazie alla Meccanica della Frattura Lineare Elastica ed alla valutazione dei coefficienti di forma dei difetti critici è stata realizzato il grafico rappresentante la relazione tra la dimensione dei difetti e la tensione a rottura, aspetto scarsamente sviluppato nell'ambito dei materiali ceramici.

Infine, a causa delle problematiche legate alle acquisizioni delle proprietà termoelastiche dei materiali ed alla necessità di un criterio per la progettazione meccanica in assenza di queste è stato proposto un approccio per la stima delle tensioni limiti di utilizzo del materiale. Aspetto interessante per il progetto SPES, soprattutto nel caso della creazione di possibili materiali target all'interno dei Laboratori Nazionali di Legnaro.

I sei capitoli che compongono il lavoro di tesi sono brevemente descritti di seguito:

## ***Capitolo 1: I laboratori Nazionali di Legnaro ed il progetto SPES***

In questo capitolo si introducono alcuni aspetti legati alla fisica nucleare, alla produzione di fasci ionici radiativi tramite la tecnica ISOL ed i principali aspetti del progetto SPES. Sempre all'interno del progetto SPES vengono riportate le principali applicazioni legate alla produzione dei fasci ionici per la fisica e la medicina nucleare

## ***Capitolo 2: I target ceramici per il progetto SPES***

In questo capitolo è descritta brevemente la struttura per la produzione dei fasci ionici, con l'introduzione della geometria innovativa del target SPES. In seguito vengono espone le caratteristiche dei materiali che compongono la box ed i dischi target. In particolare il carburo di silicio ed il carburo di uranio, materiali scelti come primo utilizzo per la produzione di ioni per il progetto SPES. Viene infine esposta la problematica dei gradienti termici causati dall'interazione con il fascio protonico.

### ***Capitolo 3: Caratterizzazione termica target in Carburo di Silicio***

In questo capitolo vengono studiate le proprietà per la caratterizzazione termica dei Carburi di Silicio selezionati. Si descrive l'apparato sperimentale, l'esecuzione dei test per l'acquisizione dei dati e la misura dell'emissività delle tre tipologie di SiC. Per la stima della conducibilità viene dapprima introdotto il modello numerico realizzato ai Laboratori Nazionali di Legnaro, esponendo il metodo della funzione ottima per il calcolo della conducibilità dei materiali testati.

Vengono infine descritti i test eseguiti sul forno Alta temperatura per la stima della temperatura massima di utilizzo del Carburo di Silicio, presentando i risultati ottenuti.

### ***Capitolo 4: Test di rottura di dischi target***

In questo capitolo viene descritta le modalità dei test di rottura, utilizzando l'apparato sperimentale già introdotto per il calcolo della conducibilità, per le tre tipologie di SiC analizzate. Viene in seguito proposta l'analisi teorica dello stato di tensione del provino, per poi passare all'introduzione del modello numerico con il passaggio termo-meccanico per il calcolo del campo di tensione associato ai gradienti di temperatura presenti. Riportati i risultati ottenuti viene eseguita l'analisi statistica con il modello di Weibull per le tipologie di SiC SA e SP.

### ***Capitolo 5: Analisi frattografica e valutazione dello Stress Intensity Factor-“SIF”***

In questo capitolo viene introdotta l'analisi frattografica dei frammenti ottenuti dalle prove di rottura del capitolo precedente, realizzata tramite l'utilizzo del SEM. Successivamente viene fatta una breve introduzione alla Meccanica della Frattura Lineare Elastica per la realizzazione della curva di El-Haddad, Smith, Topper. Viene infine descritta la modalità di misurazione dell'area dei difetti riscontrati tramite la frattografia, la di stima del fattore di forma sfruttando la letteratura e la realizzazione del grafico descrivente la relazione tra la dimensione del difetto e la tensione netta applicata.

### ***Capitolo 6: Approccio ai parametri virtuali***

In questo capitolo si descrive l'approccio proposto all'interno di questo lavoro di tesi per la determinazione di una tensione limite come linea guida per la progettazione in assenza delle proprietà termoelastiche del materiale. Viene descritta la necessità di un approccio che non richieda la piena caratterizzazione meccanica del materiale, introducendo le proprietà termoelastiche virtuali e le ipotesi dell'approccio. Viene infine applicato l'approccio ai parametri virtuali sul carburo di silicio SA, riportando i risultati e la tensione limite virtuale ottenuta come indicazione per la progettazione meccanica dei dischi realizzati.

# INDICE

<b>CAPITOLO 1</b>	<b>I LABORATORI NAZIONALI DI LEGNARO ED IL PROGETTO SPES</b>	<b>1</b>
1.1	Introduzione	1
1.2	Le specie esotiche	2
1.3	Il progetto SPES	3
1.4	La facility	4
1.5	La facility SPES	5
1.5.1	L'acceleratore primario	5
1.5.2	Il Front-End	6
1.5.3	Il target di produzione	7
1.5.4	Il processo di estrazione e ionizzazione degli isotopi	8
1.5.5	Separatori magnetici e post-accelerazione	10
1.5.6	Il sistema di movimentazione	10
1.6	Le applicazioni dei fasci esotici	11
1.6.1	Fisica nucleare	11
1.6.2	Fisica dello stato solido	11
1.6.3	Medicina nucleare	11
1.6.4	Astrofisica	12
1.7	Conclusioni	12
<b>CAPITOLO 2</b>	<b>I TARGET CERAMICI PER IL PROGETTO SPES</b>	<b>13</b>
2.1	Introduzione	13
2.2	L'area di produzione SPES	13
2.3	TIS l'unità Target-Ion Source	14
2.3.1	Il blocco target	14
2.3.2	La sorgente di ionizzazione	16
2.3.3	La camera da vuoto	16
2.4	IL Front-End	17
2.5	Requisiti e prestazioni dei target ISOL	18
2.6	I gradienti termici sui dischi target	21
2.6.1	I parametri del fascio protonico	21
2.6.2	Le caratteristiche del materiale target	23
2.7	Materiali per il target ISOL	23
2.7.1	Il Carburo di Uranio	24
2.7.2	Carburo di Silicio	25
2.7.3	Grafite	29

2.8 Conclusioni .....	31
<b>CAPITOLO 3 CARATTERIZZAZIONE TERMICA TARGET IN CARBURO DI SILICIO .....</b>	<b>33</b>
3.1 Introduzione .....	33
3.2 Emissività.....	34
3.3 Conducibilità termica .....	35
3.3.1 Scambio di calore per conducibilità .....	35
3.4 Apparato sperimentale ai LNL .....	37
3.4.1 Camera da vuoto .....	38
3.4.2 Sistema di riscaldamento.....	39
3.4.3 Sistema da vuoto .....	40
3.4.4 Strumenti di misura .....	40
3.5 Misura dell'emissività.....	41
3.6 Stima della conducibilità termica .....	42
3.6.1 Modello numerico .....	42
3.6.2 Modello CAD apparato sperimentale.....	42
3.6.3 Modello FEM apparato sperimentale .....	43
3.7 Calibrazione modello numerico .....	45
3.8 Metodo della Funzione Ottima.....	46
3.8.1 Acquisizione temperature.....	46
3.8.2 Analisi modello numerico .....	47
3.8.3 Relazione conducibilità termica .....	48
3.9 Caratterizzazione SiC SA.....	49
3.9.1 Dati sperimentali SiC SA .....	49
3.9.2 Valutazione emissività .....	51
3.9.3 Conducibilità attraverso il metodo della funzione ottima.....	51
3.10 Caratterizzazione SiC SE.....	54
3.10.1 Dati sperimentali SiC SE.....	54
3.10.2 Valutazione emissività .....	55
3.10.3 Conducibilità attraverso il metodo della funzione ottima.....	56
3.11 Caratterizzazione SiC SP .....	58
3.11.1 Dati sperimentali SiC SP .....	58
3.11.2 Valutazione emissività .....	60
3.11.3 Conducibilità attraverso il metodo della funzione ottima.....	60
3.12 Temperatura limite Carburo di Silicio .....	64
3.12.1 Forno di produzione ad alta temperatura.....	64
3.12.2 Test preliminari SiC .....	67
3.12.3 Test temperatura limite SiC.....	69
3.13 Conclusioni .....	71



<b>CAPITOLO 4 TEST DI ROTTURA DISCHI TARGET .....</b>	<b>73</b>
4.1 Introduzione .....	73
4.2 Procedura sperimentale .....	74
4.2.1 Riscaldamento .....	74
4.2.2 Misura della temperatura.....	75
4.2.3 Analisi frammenti provini .....	76
4.3 Analisi teorica dello stato tensionale.....	77
4.4 Modello analisi numerica.....	80
4.4.1 Analisi campo di temperatura.....	80
4.4.2 Analisi campo di Tensione.....	80
4.5 Risultati test di rottura.....	84
4.5.1 Test di rottura SiC SA .....	84
4.5.2 Test di rottura SiC SP.....	87
4.5.3 Test di rottura SiC SE.....	88
4.6 La statistica di Weibull nei materiali ceramici .....	89
4.6.1 Maximum Likelihood Method .....	90
4.6.2 Statistica di Weibull SiC SA .....	94
4.6.3 Statistica di Weibull SiC SP.....	96
4.7 Conclusioni .....	98
 <b>CAPITOLO 5 ANALISI FRATTOGRAFICA E VALUTAZIONE DELLO STRESS INTENSITY FACTOR-“SIF” .....</b>	 <b>99</b>
5.1 Introduzione .....	99
5.2 L’analisi frattografica.....	100
5.2.1 I difetti nei ceramici .....	102
5.2.2 Causa e modalità di rottura.....	105
5.3 Frattografia dischi ai Laboratori Nazionali di Legnaro .....	106
5.3.1 Il SEM ai LNL .....	107
5.3.2 Valutazioni distanze ed aree.....	107
5.3.3 Analisi superfici di frattura SiC SA .....	108
5.3.4 Analisi superfici di frattura SiC SP .....	112
5.3.5 Analisi superfici di frattura SiC SE.....	116
5.4 La Meccanica della Frattura Lineare Elastica “MFLE” .....	117
5.4.1 La tenacità a frattura.....	118
5.4.2 Relazione SIF e dimensione del difetto.....	120
5.5 Tenacità a frattura Carburo di Silicio Hexoloy® .....	121
5.5.1 Valutazione area difetti .....	123
5.5.2 Valutazione Tensione puntuale .....	125
5.5.3 Diagramma $O_{Rg}$ VS area effettiva .....	128

5.6 Conclusioni e sviluppi futuri .....	130
<b>CAPITOLO 6 APPROCCIO AI PARAMETRI TERMOELASTICI VIRTUALI.....</b>	<b>133</b>
6.1 Introduzione .....	133
6.2 Caratterizzazione termica e procedura sperimentale .....	136
6.3 Caratterizzazione strutturale e procedure sperimentali .....	138
6.3.1 Approccio ai Parametri Termoelastici Virtuali .....	139
6.3.2 Validazione dell'approccio VTP nel caso del SiC SA .....	143
6.4 Conclusioni e sviluppi futuri .....	145
<b>CONCLUSIONI .....</b>	<b>147</b>
<b>APPENDICE A ANALISI SEM DELLE SUPERFICI DI FRATTURA .....</b>	<b>149</b>
A.1 Diagramma di El-Haddad, Smith, Topper .....	149
A. 2 Aree difetti Carburo di Silicio SP .....	152
A.3 Aree difetti Carburo di Silicio SA.....	158
A. 4 Aree difetti Carburo di Silicio SE .....	160
<b>APPENDICE B APDL MODELLO NUMERICO .....</b>	<b>163</b>
B.1 Introduzione .....	163
B.2 APDL stima conducibilità termica .....	163
B.3 ADPL calcolo campo di temperatura e di tensione a rottura.....	173
<b>APPENDICE C MACRO DEI MATERIALI .....</b>	<b>181</b>
C.1 Introduzione .....	181
C.2 Macro Acciaio AISI 304 .....	181
C.3 Macro grafite POCO EDM-3® .....	185
C.4 Macro rame .....	189
C.5 Macro Carburo di Silicio SA.....	193
C.6 Macro Carburo di Silicio SE .....	196
C.7 Macro Carburo di Silicio SP .....	199
<b>BIBLIOGRAFIA.....</b>	<b>205</b>



## 1.2 Le specie esotiche

Per poter analizzare la materia è fondamentale conoscere le caratteristiche degli atomi. La fisica della struttura nucleare fornisce quindi gli strumenti per lo studio atomico. La massa dell'atomo è concentrata prevalentemente nel nucleo, dove sono presenti protoni e neutroni, generalmente denominati nucleoni. Le due particelle hanno massa simile, ma solamente i protoni sono caricati positivamente.

Per poter classificare i vari atomi all'interno della tavola periodica, viene definito il numero di massa  $A$  pari al numero di nucleoni di un atomo, mentre con  $Z$  ed  $N$  si identificano rispettivamente il numero di protoni e neutroni presenti. Sarà quindi valida la relazione  $A=Z+N$ .

Il numero di protoni consente il collocamento all'interno della tavola periodica, mentre i neutroni possono variare tra atomi dello stesso elemento. Vengono infatti chiamati isotopi, atomi dello stesso elemento aventi diverso numero di neutroni, il numero di massa andrà quindi ad identificare la tipologia dell'isotopo. Tutti gli isotopi attualmente conosciuti sono rappresentati nella carta dei nuclidi (fig. 1.2.), che fornisce inoltre informazioni circa la stabilità o meno degli isotopi. La stabilità di un nucleo è data dall'equilibrio tra due forze, cioè la repulsione elettrostatica tra i protoni, e la forza nucleare forte che intercorre tra protoni e neutroni. Di conseguenza, solo alcune tra le possibili configurazioni del nucleo che rispettano determinati rapporti tra  $Z$  e  $N$  risultano stabili, mentre tutte le altre comportano un disequilibrio tra le due interazioni fondamentali.

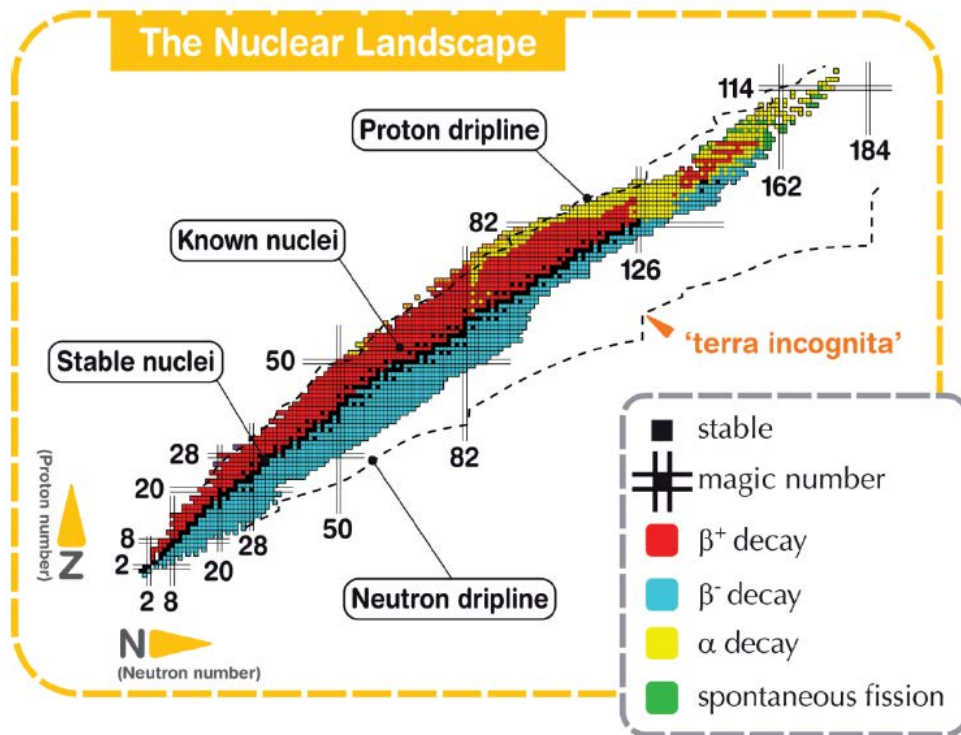


Figura 1.2: rappresentazione della carta dei nuclidi.

L'instabilità si traduce quindi in un eccesso di energia che può comportare o la variazione del numero di massa dell'atomo o la trasmutazione dei nucleoni, generando un'emissione di particelle ed onde elettromagnetiche, indicata come radioattività.

Gli atomi radioattivi vengono anche chiamati esotici. La carta dei nuclidi consente un rapido riconoscimento dei nuclei stabili: come è facilmente intuibile per atomi di dimensioni ridotte la stabilità si ha approssimativamente con lo stesso numero di neutroni e protoni ( $Z=N$ ), mentre per numeri di massa  $A$  maggiori di 40 il numero di neutroni necessario per la stabilità supera i protoni. [4]

I nuclei non all'interno della valle di stabilità vengono chiamati *proton-rich* o *neutron-rich* a seconda che abbiano un eccesso di protoni o di neutroni rispetto alla configurazione stabile, e la carta dei nuclidi fornisce per ciascuno di essi informazioni sulla tipologia di particelle e radiazioni elettromagnetiche emesse durante il fenomeno del decadimento radioattivo. La carta dei nuclidi mette in evidenza inoltre i cosiddetti numeri magici, ovvero delle determinate configurazioni di protoni e neutroni che generano maggiore stabilità all'atomo. Lo studio atomico, in particolare dei nuclei esotici, ha aperto nuovi campi della fisica nucleare trovando applicazione nella fisica dello stato solido, astrofisica e medicina nucleare.

### 1.3 Il progetto SPES

SPES (*Selective Production of Exotic Species*) è un progetto realizzato all'interno dell'Istituto Nazionale di Fisica Nucleare di Legnaro, il cui scopo principale è la realizzazione di un apparato sperimentale per la produzione di fasci di ioni radioattivi "RIB" (*Radioactive Ion Beam*). In dettaglio lo studio è realizzato per la creazione di nuclei radioattivi *neutron-rich* attraverso una fissione nucleare indotta in un target in carburo di uranio dall'interazione con un fascio di protoni di 40MeV a 200  $\mu$ A. [5]



Figura 1.3: logo del progetto SPES dei Laboratori Nazionali di Legnaro.

Lo scopo finale vede come primari impieghi lo studio della fisica nucleare ed applicazioni mediche legate alla produzione di nuclei radioattivi. Il progetto SPES sarà realizzato attraverso la divisione in quattro fasi, ogni una rappresentata da una foglia della fig. 1.4:



Figura 1.4: il quadrifoglio contenente le quattro fasi del progetto, simbolo di SPES.

- SPES- $\alpha$ : riguarda la costruzione dell'infrastruttura, delle aree sperimentali e dell'installazione di un ciclotrone ad alte prestazioni, con un'elevata corrente d'uscita (circa 0.7 mA) e ad alta energia (fino a 70 MeV). Il ciclotrone sarà provvisto di una doppia porta d'uscita per la generazione di due tipologie di fasci: uno dedicato alla *facility* di fisica nucleare ed il secondo per studi in fisica applicata;
- SPES- $\beta$ : è la prima produzione di fasci di ioni di specie *neutron-rich*. Tramite la collisione del fascio di protoni con il target verranno prodotti nuovi nuclei, simili a quelli delle fasi

finali di vita delle stelle, con la finalità di comprendere fenomeni legati all'evoluzione stellare;

- SPES- $\gamma$ : la fase concerne la produzione di radionuclidi di interesse medico, con obiettivo la produzione di radiofarmaci di nuova generazione, attraverso nuove modalità di utilizzo dell'acceleratore;
- SPES- $\delta$ : prevede la produzione di un'intensa sorgente neutronica, irraggiando opportuni convertitori con il fascio uscente dal ciclotrone, oppure tramite un acceleratore lineare basato sulla RFQ (*radio-frequency quadrupole technology*). Le applicazioni comprendono l'astrofisica nucleare e il trattamento sperimentale di tumori. [6]

## 1.4 La facility

Per la produzione dei fasci radioattivi RIBs (*Radioactive Ion Beams*) vengono utilizzate diverse tipologie di *facilities*, numerose sono quelle basate sul metodo ISOL (*Isotope Separation On-Line*) attraverso la separazione degli isotopi in linea. [7]

I componenti principali di una *facility ISOL* sono:

- Un acceleratore primario;
- Il complesso target e sistema di estrazione e ionizzazione;
- Dei separatori di massa ed isobari;
- Un post acceleratore.

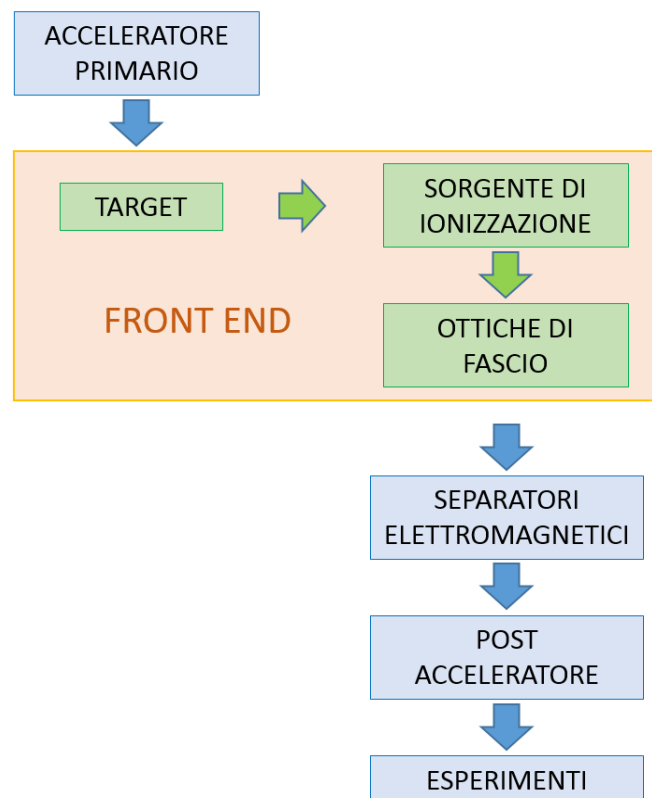


Figura 1.5: componenti principali di una facility ISOL.

L'intensità  $I$  del fascio radioattivo prodotto può essere espressa tramite l'equazione 1.1:

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

dove:

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

Grazie all'elevata sezione d'urto  $\sigma$  ed alla presenza di un fascio intenso, le *facilities* ISOL garantiscono una migliore qualità ed intensità del fascio prodotto. Lo svantaggio di questa tecnica è dato dalla lentezza dei processi di diffusione ed effusione alla base del rilascio dei nuclei dal target, che possono richiedere tempi complessivi superiori alla decina di millisecondi. Fasci di isotopi a emivita estremamente breve sono quindi molto difficili da produrre con questa tecnica.

## 1.5 La facility SPES

La *facility* SPES, attualmente in costruzione ai Laboratori Nazionali di Legnaro, si inserisce nel gruppo di *facilities* di "media generazione" facente parte di un progetto di *facilities* ISOL per giungere alla creazione di un'unica struttura europea chiamata EURISOL. La struttura si trova collocata all'interno dei laboratori a Legnaro, ed è rappresentata in figura 1.6:

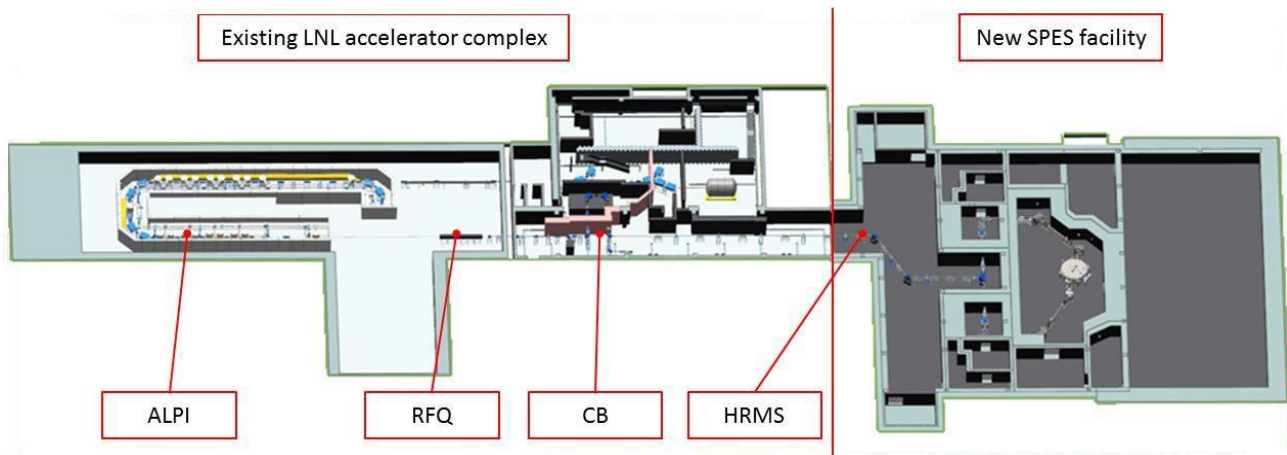


Figura 1.6: facility ISOL ai Laboratori Nazionali di Legnaro

i componenti principali sono:

- L'ALPI (*acceleratore LINAC superconduttore*);
- L'RFQ (*Radio-Frequency Quadruple*) la post-accelerazione.
- Il CB (*ChargeBreeder*) per espandere lo stato di carica del fascio;
- L'HRMS (*High-Resolution Mass Separator*) permette di selezionare isobaricamente il fascio stabilito;

### 1.5.1 L'acceleratore primario

L'acceleratore ha un ruolo primario per la produzione di fasci ionici esotici, ha infatti il compito della produzione di un fascio protonico che andrà a colpire il target in cui avviene la fissione nucleare. L'acceleratore impiegato nel progetto SPES è un ciclotrone in grado di accelerare fasci di particelle cariche e con la possibilità di generare due fasci protonici indipendenti tra loro. La deviazione delle particelle in traiettorie circolari, come riportata in fig. 1.7, è possibile grazie alla *forza di Lorentz*.

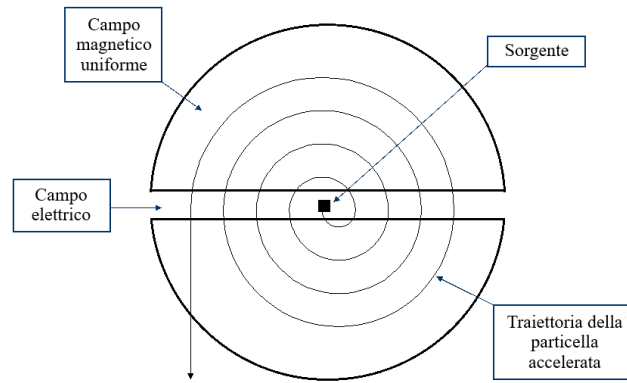


Figura 1.7 schema di funzionamento di un ciclotrone.

Il ciclotrone utilizzato è un BEST 70p realizzato dalla Best Cyclotron, ed è in grado di generare contemporaneamente due fasci protonici fino a 70 MeV con intensità complessiva 750  $\mu\text{A}$ .



Figura 1.8: fotografia del ciclotrone BEST 70p sviluppato dalla Best Cyclotron Systems, Inc. presente all'interno della facility SPES ai Laboratori Nazionali di Legnaro.

### 1.5.2 Il Front-End

Viene definito Front-End l'insieme finale di elementi che garantiscono il trasporto del fascio e la collisione con il target utilizzato.

Grazie proprio a questi importanti funzioni viene idealmente diviso in due sezioni: [8]

- La prima parte, chiamata Front-End protonico (FEP), garantisce il trasporto e l'allineamento del fascio protonico;
- Il Front-End radioattivo (FER), è la parte finale del sistema, va ad accelerare e ad a trasportare il fascio radioattivo creato.



Il Front-End è realizzato appositamente per agevolare la manutenzione dei vari sistemi: la camera target, essendo sottoposta ad elevate dosi di radioattività, è di facile sostituzione, mentre le parti fisse meno soggette al degradamento per radiazioni verranno sostituite tramite manutenzioni programmate.

Il sistema garantisce quindi sostegno e stabilità ai due canali di fascio (protonico e radioattivo), mantenendo in alto vuoto ( $10^{-5}$  mbar) le apparecchiature ed evitando anche l'ossidazione stessa dei componenti. Il vuoto è garantito tramite l'utilizzo di una serie di pompe volumetriche, mentre il passaggio in alto vuoto viene creato da pompe turbo-molecolari.

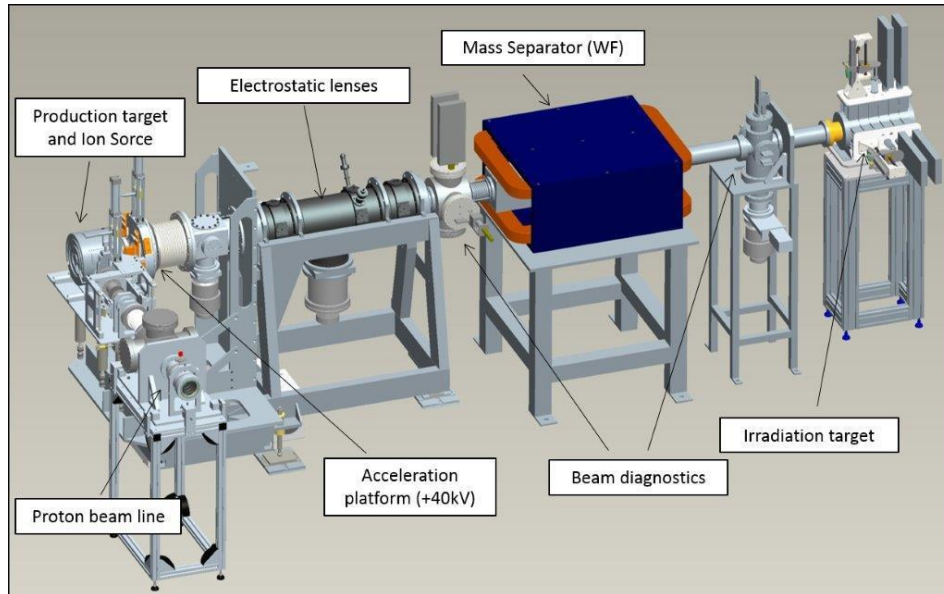


Figura 1.9: Front-End del progetto SPES.

### 1.5.3 Il target di produzione

Il sistema target per la produzione di radioisotopi è composto da una *box* contenente sette dischi in UC<sub>x</sub>, realizzata con un tubo cavo in grafite avente diametro esterno di 49 mm e larghezza di 200mm, Figura 1.10:

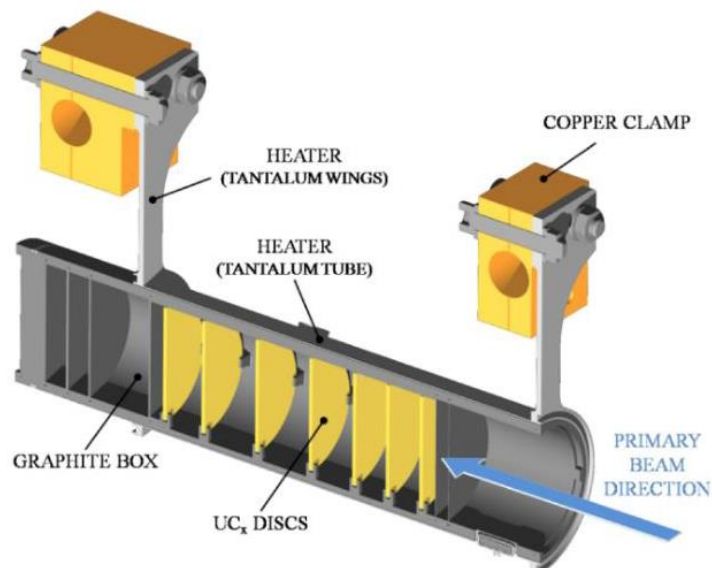


Figura 1.10: Rappresentazione target, connesso al sistema riscaldante

I dischi, aventi diametro di 40 mm e spessore di circa 1 mm, sono appositamente distanziati così da dissipare per irraggiamento la potenza depositata dal fascio protonico, mantenendo una temperatura sufficientemente omogenea.

Per evitare la contaminazione radioattiva del canale del fascio protonico, i nuclidi prodotti dalle reazioni nucleari sono confinati nel target grazie ad una sottile finestra in grafite, ciò crea una leggera attenuazione della potenza del fascio primario ma garantisce una zona attiva più circoscritta e mantiene l'intero sistema in temperatura. Infine il fascio, dopo l'interazione con i dischi target, va ad impattare su una serie di *dumper* che assorbono la potenza restante.

La potenza depositata attraverso i protoni è normalmente sufficiente per mantenere l'intera box a circa 2000 °C, tuttavia nelle fasi di conditioning del target, cioè preparazione alla ricezione del fascio primario, o in caso di una sua interruzione, la potenza riscaldante è fornita per effetto Joule da un dispositivo tubolare in tantalio, connesso a dei morsetti in rame all'interno della camera da vuoto. Tale riscaldatore in tantalio garantisce anche il supporto meccanico del target, nonché il suo allineamento con il fascio primario.

Va inoltre sottolineato che la collisione del fascio sul centro dei dischi crea un campo di temperatura non uniforme, e in alcuni casi le tensioni termiche generate dai gradienti di temperatura potrebbero portare a rottura i dischi stessi. Il riscaldatore può essere usato in aggiunta all'energia depositata dal fascio per mitigare i gradienti termici pericolosi e mantenere quindi l'intero sistema alle temperature corrette di esercizio.

#### 1.5.4 Il processo di estrazione e ionizzazione degli isotopi

L'estrazione degli isotopi prodotti dal target avviene attraverso la line di trasferimento (*transfer line*), composta da un tubo sottile in tantalio, saldato al riscaldatore ad una estremità, e collegato alla sorgente di ionizzazione all'estremità opposta. La transfer line è riscaldata per effetto Joule così da garantire temperature di esercizio attorno ai 2300°C, richieste affinché gli isotopi in uscita dal target possano effondere facilmente verso la sorgente di ionizzazione.

La sorgente viene scelta in base alla qualità ed intensità richiesta per il fascio radioattivo. A seconda del potenziale di prima ionizzazione dell'elemento di interesse, cioè l'energia per portare un elettrone dalla sua sfera di valenza ad una distanza infinita dall'atomo, vi sono numerosi metodi di ionizzazione. Vengono qui riportati quelli che possono essere utilizzati nel sistema *Front-End* del progetto SPES:

- Per bassi potenziali di ionizzazione viene utilizzata una sorgente di ionizzazione superficiale (*SIS-Surface Ionization Source*);
- Per valori intermedi di potenziale, la sorgente di ionizzazione laser (*RILIS-Resonant Ionization Laser Ion Source*) permette di ionizzare selettivamente gli elementi, in quanto la lunghezza d'onda del laser viene regolata appositamente sui livelli spettrali tipici dell'elemento chimico di interesse;
- Sorgente di ionizzazione al plasma (*PIS-Plasma Ionization Source*) in grado di conferire una carica anche gli elementi ad elevato potenziale di ionizzazione come i gas nobili, a discapito della selettività, in quanto tutti gli elementi volatili presenti nel target sono ionizzati.

In figura 1.11 è riportata la tavola periodica dove sono illustrate le varie tipologie di ionizzazione per i diversi elementi. A causa della loro bassa volatilità gli elementi con  $Z=40$  a  $Z=45$  possono essere prodotti dal target ma non sono estraibili.

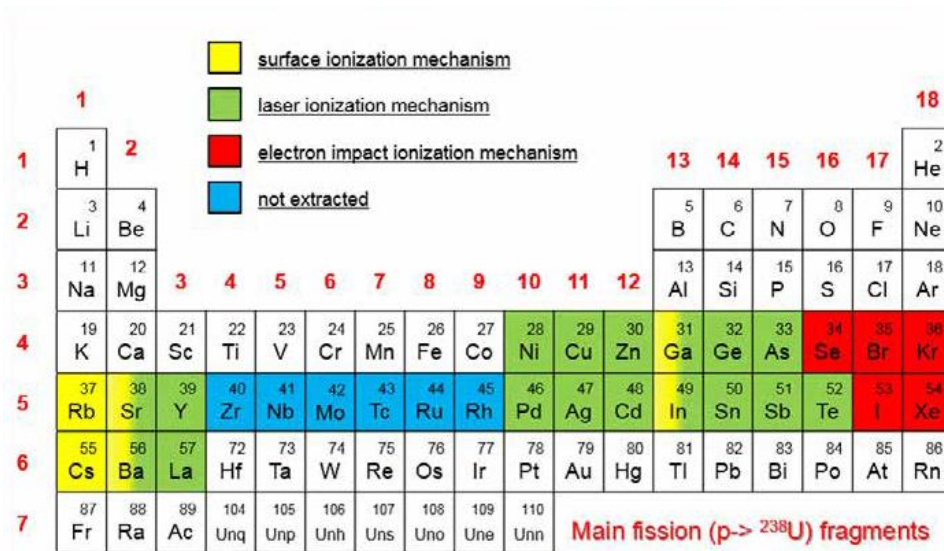


Figura 1.11: tavola periodica con i vari meccanismi di ionizzazione in base all'elemento

Tra la camera target collegata al Front-End radioattivo e opportunamente isolata, e il sistema di estrazione in esso ospitato, viene posta una differenza di potenziale fino a 40kV, che permette di accelerare gli ioni prodotti. Il sistema di estrazione è composto da un elettrodo in lega di Titanio mobile, che può essere avvicinato opportunamente alla camera target in alta tensione, per garantire un campo elettrico ottimale per il tipo di sorgente utilizzata. Il fascio di ioni creato dall'accelerazione passerà poi attraverso dei separatori elettromagnetici ed al post acceleratore, sarà quindi pronto per i test sperimentali.

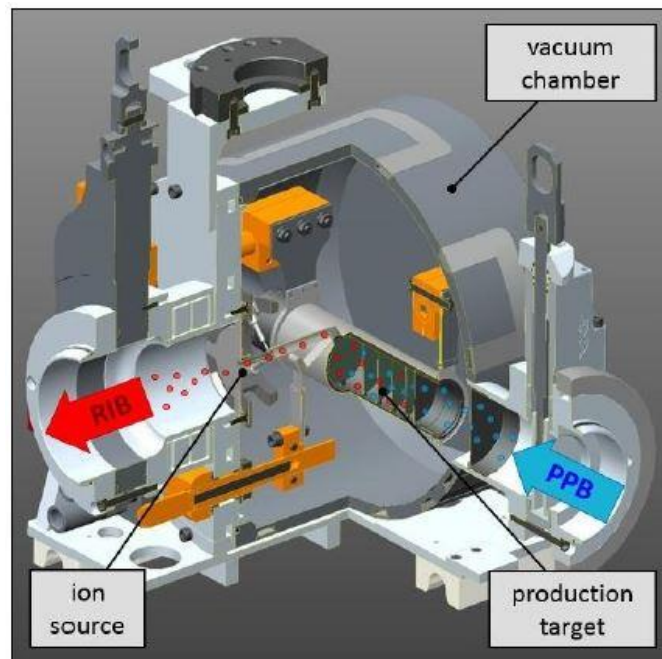


Figura 1.12: rappresentazione della camera target, del sistema di ionizzazione e di estrazione.

### 1.5.5 Separatori magnetici e post-accelerazione

Dopo il primo step di accelerazione nel Front End radioattivo, il fascio creato viene filtrato attraverso l'utilizzo di un separatore di massa (mass separator) dove vengono deviati e bloccati i contaminanti presenti. Segue quindi un separatore isobaro il cui compito è la divisione di isotopi tra loro isobari. Il fascio è poi pronto per l'utilizzo nei test sperimentali per fasci radioattivi a bassa energia, oppure può essere post-accelerato.

La fase di post-accelerazione è preceduta dal *Charge Breeder* che va ad incrementare la carica degli ioni prima dell'inserimento nel primo stadio di post-accelerazione in PIAVE prima dell'ingresso in ALPI.



Figura 1.13: post acceleratori già presenti all'istituto; PIAVE sulla sinistra ed ALPI sulla destra

### 1.5.6 Il sistema di movimentazione

La movimentazione della camera target è indispensabile per la sostituzione dei target fissili e per la manutenzione dei componenti a causa dell'elevata attività radioattiva. Proprio per quest'ultima ragione, l'intervento umano non è realizzabile, è quindi necessario un sistema di movimentazione automatico che permetta di compiere le operazioni richieste in autonomia.

Le fasi di movimentazione della camera target sono:

- Alloggiamento della camera target contenente un nuovo sistema bersaglio-sorgente di ionizzazione sulla tavola di ammaraggio, il dispositivo automatico che gestisce il movimento della camera sul Front End;
- Accoppiamento della camera con il canale radioattivo e il canale protonico, gestito dalla tavola di ammaraggio;
- Disaccoppiamento e prelievamento della camera irraggiata per depositarla all'interno del sarcofago schermato per permetterne la movimentazione fuori dal bunker;
- Stoccaggio della camera irraggiata in un deposito dedicato, dove rimarrà a fino a che non potrà essere disassemblata.

Due sistemi ridondanti, il Sistema di Movimentazione Orizzontale (SMO) ed il Sistema di Movimentazione Verticale (SMV) coordinano la fase di prelievo e deposito nella tavola di ammaraggio. Il sistema verticale è progettato come emergenza nel caso di problemi con il SMO.

Per la fase di stoccaggio è in fase di studio un sistema di movimentazione interno al deposito temporaneo.

## 1.6 Le applicazioni dei fasci esotici

Le applicazioni sono ampie e spaziano su più campi di studio, non solo in fisica nucleare, ma anche sulla fisica dello stato solido, sulla medicina e in astrofisica. Vengono qui riportati alcuni brevi esempi di applicazioni nei campi di ricerca.

### 1.6.1 Fisica nucleare

Le applicazioni dei fasci esotici sono molteplici nella fisica nucleare, nell'ambito dei Laboratori Nazionali di Legnaro i fasci ionici radioattivi verranno utilizzati:

- Miglioramento ed approfondimento del *modello standard*. Il modello si basa su tre interazioni fondamentali: l'interazione nucleare forte, l'interazione nucleare debole e l'interazione elettromagnetica; Esso descrive il funzionamento e le proprietà delle particelle della materia, basandosi su una serie di assunzioni che grazie a complessi esperimenti di fisica nucleare sui fasci esotici è possibile studiare e verificare;
- Produzione di elementi superpesanti: cioè elementi con elevato numero di massa, la cui repulsione coulombiana ha notevoli valori, con configurazione attorno all'*isola di stabilità*;
- Determinazione di atomi *neutron-rich* aventi distribuzioni di neutroni particolare, come i nuclei *halo*;
- Studio della struttura dei nuclei complessi, relativo alla fisica dell'interazione tra i quark, generando un modello per la rappresentazione dei nuclei esotici.

### 1.6.2 Fisica dello stato solido

Lo studio della fisica dello stato solido viene realizzato tramite la tecnica del *Radio Tracer Diffusion*, dove vengono inseriti dei nuclei radioattivi in un sistema solido, scelti in base alla tipologia dell'esperimento da eseguire. [9]

L'utilizzo della tecnica permette:

- L'osservazione tra il tipo di sonda utilizzata e la struttura;
- Studiare i processi diffusivi sonda-solido;
- Studiare la presenza e la distribuzione dei difetti nel reticolo cristallino del solido;
- Sviluppo di semiconduttori di piccole dimensioni, in base al controllo dei difetti presenti nel cristallino ed alla tipologia di sonda inserita.

### 1.6.3 Medicina nucleare

Un'interessante applicazione relativa ai fasci ionici è legata alla medicina nucleare, per applicazioni mediche sia per diagnosi che per la cura di patologie tumorali. La tomografia ed emissione positronica (*PET – Positron Emission Tomography*), è una tecnologia medica legata all'emissione positronica che va a creare mappe tridimensionali degli organi interni in osservazione, tramite un'iniezione endovena di isotopi traccianti e la scannerizzazione delle cariche positive emesse al decadimento del tracciante.

Una seconda attività legata alla medicina nucleare è la produzione di radiofarmaci. Nel progetto SPES saranno prodotti radioisotopi *neutron-rich  $\beta$ -emitters*, con applicazioni terapeutiche molto incoraggianti, data l'opportunità di realizzare radiofarmaci ad elevata purezza, quindi privi di contaminanti. Il ramo del Progetto SPES per lo studio e la realizzazione di radiofarmaci è stato chiamato ISOLPHARM, e vede la collaborazione con vari dipartimenti dell'Università di Padova, in particolare quello di Scienze Chimiche e di Scienze del Farmaco.

#### 1.6.4 Astrofisica

L'astrofisica studia il comportamento, le dinamiche e la composizione dell'universo. L'evoluzione delle stelle data dalle reazioni nucleari che coinvolgono nuclei stabili ed instabili, può essere compresa attraverso studi sulle reazioni nucleari tramite fasci radioattivi. I tempi di vita, le masse ed il decadimento di nuclei instabili sono le informazioni principali per la comprensione della formazione dell'universo.

#### 1.7 Conclusioni

Il progetto SPES, sviluppato presso i Laboratori Nazionali di Legnaro, è parte di un progetto europeo per la realizzazione di una *facility* di tipo ISOL ad elevate prestazioni (progetto EURISOL), ideata grazie al ruolo primario della ricerca sui fasci radioattivi assunto negli anni. La *facility* di dimensioni "intermedie" del progetto SPES sarà in grado di ottenere  $10^{13}$  fissioni al secondo attraverso un target realizzato con sette dischi in Carbuo di Uranio, colpiti da un fascio protonico a 40MeV ed a 0,2 mA. Il complesso sistema per la realizzazione di fasci radioattivi necessita di un'accurata progettazione, sia dal punto di vista termico che strutturale, di tutti i componenti, così da garantire la sicurezza in esercizio. Una particolare attenzione è riservata ai componenti della camera target, soprattutto ai dischi target: infatti i forti gradienti di temperatura creati dall'impatto con in fascio protonico vi generano delle tensioni termiche, da monitorare e valutare per l'utilizzo nei test. Sono quindi necessarie analisi termiche e strutturali in modelli che descrivano in maniera accurata l'impianto così da simulare le effettive tensioni in gioco ed utilizzare i risultati per un dimensionamento ed un utilizzo in sicurezza della *facility* SPES.

## CAPITOLO 2

# I target ceramici per il progetto SPES

### 2.1 Introduzione

L'edificio SPES presente ai Laboratori Nazionali di Legnaro conterrà la facility per la produzione di fasci ionici radioattivi neutron-rich. Un fascio protonico uscente dal ciclotrone con un'intensità di  $200 \mu\text{A}$  accelerato a  $40\text{MeV}$  impatterà su un target. Quest'ultimo, di innovativa geometria, sarà formato da una serie di dischi di diametro  $40 \text{ mm}$  in materiale fissile, in particolare carburo di uranio, posti all'interno di un cilindro in grafite connesso ad un sistema di riscaldamento in tantalio.

Per l'esecuzione dei primi test, l'intero impianto, attualmente sviluppato in una serie di laboratori autonomi, verrà assemblato per i primi collaudi. Proprio per questo l'iniziale target non sarà composto in Carburo di Uranio ( $\text{UC}_x$ ), ma in Carburo di Silicio ( $\text{SiC}$ ), poiché il  $\text{SiC}$  andrà a generare livelli di radioattività consistentemente più contenuti, permettendo così interventi tecnici sull'impianto. Sempre per questioni di sicurezza e collaudo, l'iniziale fascio protonico avrà energia pari a  $40 \text{ MeV}$  ma intensità di  $20 \mu\text{A}$  ed i dischi, in carburo di silicio, saranno ridotti ad un diametro di  $13 \text{ mm}$ .

Nella seconda fase di collaudi si passerà all'utilizzo di carburo di uranio, mantenendo le caratteristiche del fascio a minor intensità. Dopo questa serie di test, potrà partire la configurazione finale con un fascio a  $200 \mu\text{A}$  accelerato a  $40 \text{ MeV}$ , ed il target in Carburo di Uranio con dischi da  $40 \text{ mm}$ .

Nonostante la bassa radioattività l'utilizzo del Carburo di Silicio potrà continuare anche nelle fasi a pieno regime, poiché di interesse per la produzione di isotopi neutron-poor quali:  $^{26}\text{Al}$ ,  $^{21}\text{Na}$ ,  $^{22}\text{Na}$  e  $^7\text{Be}$ , che trovano ampi campi d'interesse nella fisica nucleare teorica ed applicata.

### 2.2 L'area di produzione SPES

Il cuore della facility è rappresentato dall'area di produzione (fig. 2.1), essendo infatti il centro della produzione degli isotopi radioattivi, dove il fascio di protoni PPP (*Primary Proton Beam*) collide con il target andando a generare il fascio di ioni radioattivo RIB (*Radioactive Ion Beam*).

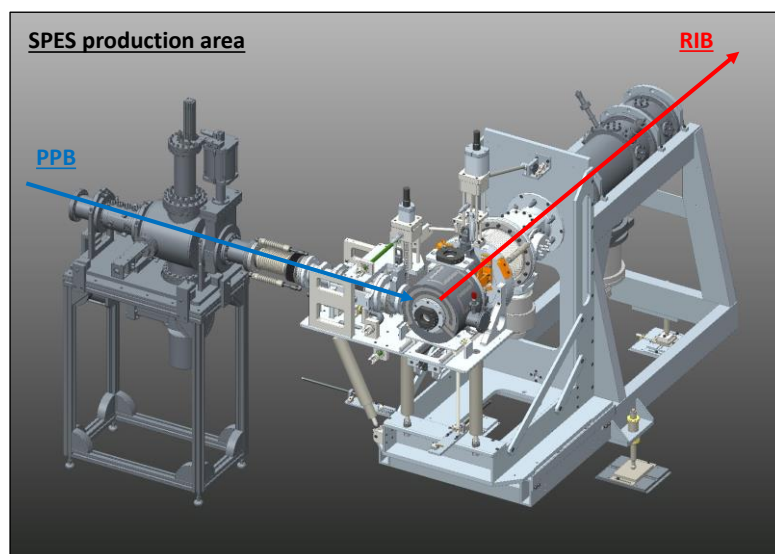


Figura 2.1: area di produzione SPES, con i fasci PPB (*Primary Proton Beam*) e RIB (*Radioactive Ion Beam*) [10].

Il sistema può essere diviso in due sezioni principali:

- L'unità TIS (*target-ion source*) costituita dal blocco target, sorgente di ionizzazione e camera da vuoto. Tale parte deve essere generalmente sostituita dopo ogni 15 giorni di irraggiamento.
- Il *Front-End* che garantisce il corretto funzionamento del gruppo target-sorgente, e l'accelerazione e il trasporto del fascio di ioni radioattivi prodotto.

## 2.3 TIS l'unità Target-Ion Source

L'unità TIS, come già descritto è composta da tre fondamentali elementi: blocco target, sorgente di ionizzazione e camera da vuoto (figura 2.2).

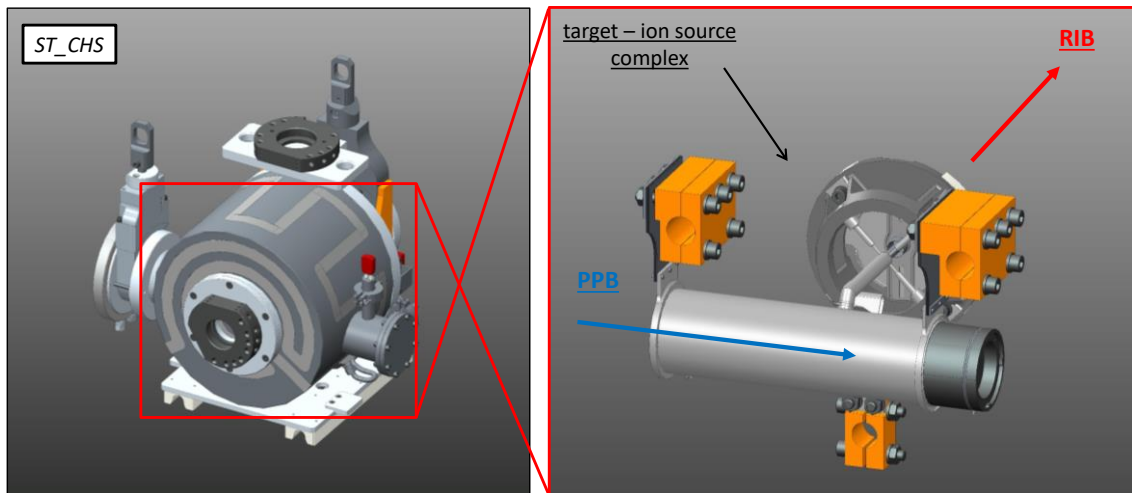


Figura 2.2: Camera da vuoto con l'unità target-ion source [10].

### 2.3.1 Il blocco target

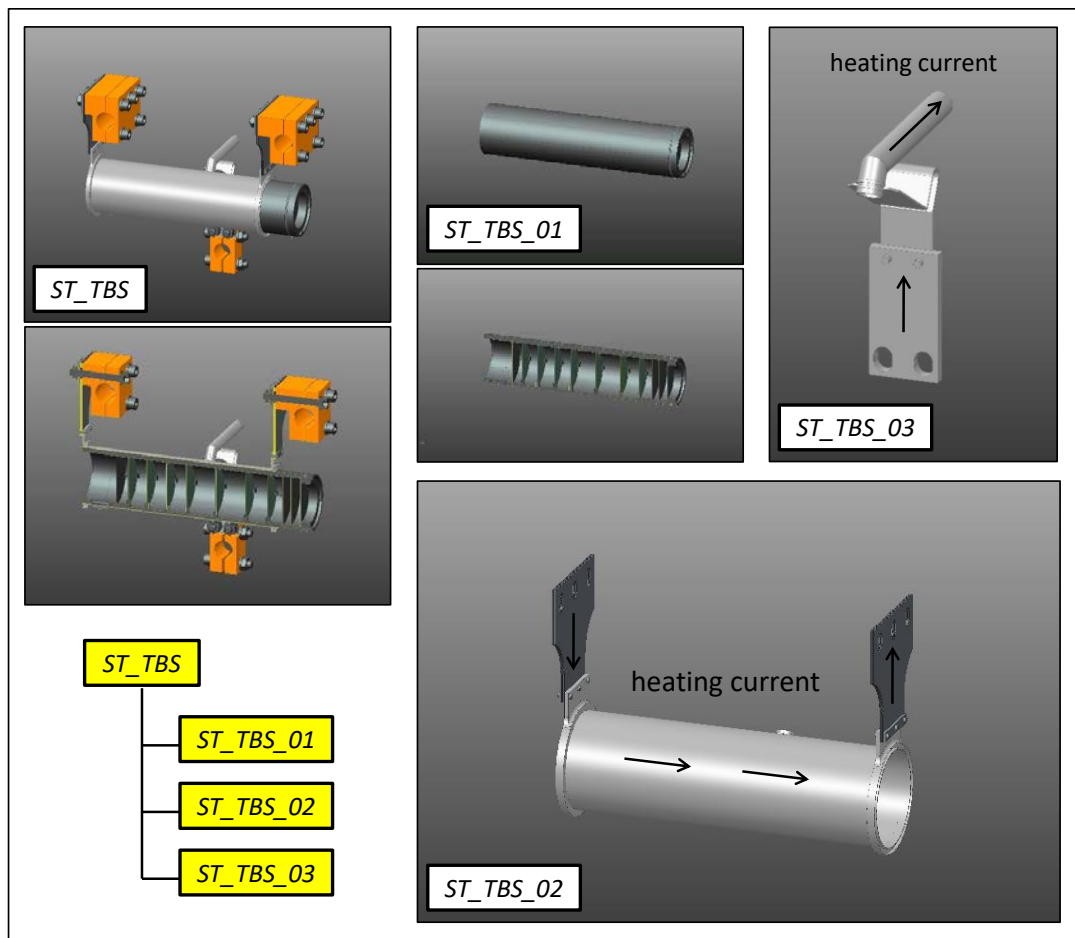
Il *blocco target* è il nucleo della facility SPES, dove vengono prodotti gli isotopi radioattivi, è stato progettato con tre sottoassiemi, ed è rappresentato in figura 2.3: [10]

- SIT\_TBS\_01 è il target, formato da un corpo cavo cilindrico di diametro esterno 49 mm, lunghezza 200 mm e spessore di circa 2 mm. Il cilindro è realizzato tramite due gusci semicilindrici in grafite EDM-3® fornita dall'azienda POCO. All'interno della geometria cava, vi è l'alloggiamento per sette dischi di diametro 40 mm e spessore 1 mm che in esercizio, a causa del fascio protonico, raggiungeranno temperature di circa 2000-2300 °C. I dischi verranno equi spazati in base alla potenza del raggio da utilizzare, andando a distanziarli maggiormente nel caso di forti deposizioni di potenza, mantenendo così un'uniformità termica nel target.  
La box in grafite, è mantenuta chiusa da una serie di dischi, dello stesso materiale, alle estremità. sul lato di ingresso del fascio protonico è inserito un disco molto sottile di 0,2 mm, così da limitare la perdita di potenza dei protoni. All'estremità opposta vi sono una serie di dischi *dumper* con spessore 0,8-1 mm per il completo assorbimento del fascio in ingresso. La chiusura della box è stata realizzata per il contenimento degli ioni radioattivi ed il mantenimento delle temperature di esercizio, garantendo come unica apertura il foro di estrazione degli isotopi prodotti avente diametro 10 mm.;
- ST\_TBS\_02 è un tubo in tantalio di spessore 0,2 mm utilizzato come riscaldatore della box target. I lati del riscaldatore sono provvisti di due alette collegate a dei morsetti in rame,



con lo scopo di alimentare il sistema e garantire il riscaldamento per effetto Joule. La corrente riscaldante, pari a 1300 A, viene utilizzata per portare il target ad una temperatura di esercizio di circa 2000°C, e verrà poi modulata in base alla potenza del fascio primario, così da assicurare le temperature ottimali per il sistema. Le ali, costituite in pacchetti di lamierini di spessore 0,1 mm, permettono di aumentare la flessibilità del riscaldatore: le tensioni termiche generate dall'espansione del materiale non raggiungono così livelli critici e prevengono l'incollaggio della box in grafite al riscaldatore stesso;

- ST\_TBS\_03 rappresenta la linea di trasferimento, dove gli atomi radioattivi prodotti nel target vengono convogliati verso la sorgente di ionizzazione grazie ad appositi processi di effusione. Il tubo in tantalio che costituisce la linea di trasferimento ha una seconda utilità, quella del trasporto dell'alimentazione elettrica della sorgente di ionizzazione. Il tubo di diametro esterno 8,8 mm e spessore 0,4 mm è dimensionato per garantire, assieme alla sorgente, la temperatura di utilizzo di circa 2000°C quando riscaldato per effetto Joule tramite correnti fino a 350A.



*Figura 2.3: Blocco target SPES ed i suoi tre sottoassiemi [10].*

Per la tipologia di target utilizzata per i test di collaudo iniziali con diametro dischi di 13 mm, è stata progettata una seconda finestra in grafite, per il contenimento degli isotopi radioattivi all'interno del target. Questo sistema di sicurezza è stato ideato a causa delle elevate temperature nel target di dimensioni inferiori, per prevenire l'uscita dei radioisotopi nel caso di rottura di una delle due finestre principali.

### 2.3.2 La sorgente di ionizzazione

Il sistema di ionizzazione descritto in dettaglio nel precedente capitolo prevede le tre diverse configurazioni:

- Sorgente di ionizzazione superficiale;
- Sorgente di ionizzazione laser;
- Sorgente di ionizzazione al plasma.

### 2.3.3 La camera da vuoto

La camera da vuoto contiene e sostiene la sorgente ed il target di produzione, mantenendo il sistema in alto vuoto (circa  $10^{-6}$  bar). Per consentire un corretto funzionamento della facility, la camera deve garantire, oltre alla corrente per il riscaldamento del target e della sorgente, lo smaltimento della potenza termica prodotta dai componenti ad elevata temperatura grazie al sistema di raffreddamento.

La camera svolge inoltre l'importante funzione di garantire il supporto meccanico ed il corretto allineamento con i due canali di fascio per i componenti al suo interno, è inoltre stata progettata per facilitare la rimozione della stessa grazie al sistema automatico di movimentazione dopo i 15 giorni di operatività. La camera da vuoto è realizzata in una lega in alluminio, materiale che oltre ad avere elevata conducibilità termica per facilitare l'asportazione del calore, tende a rimanere attivato (cioè radioattivo) per meno tempo rispetto all'acciaio.

La camera composta dai seguenti sottoelementi: [10]

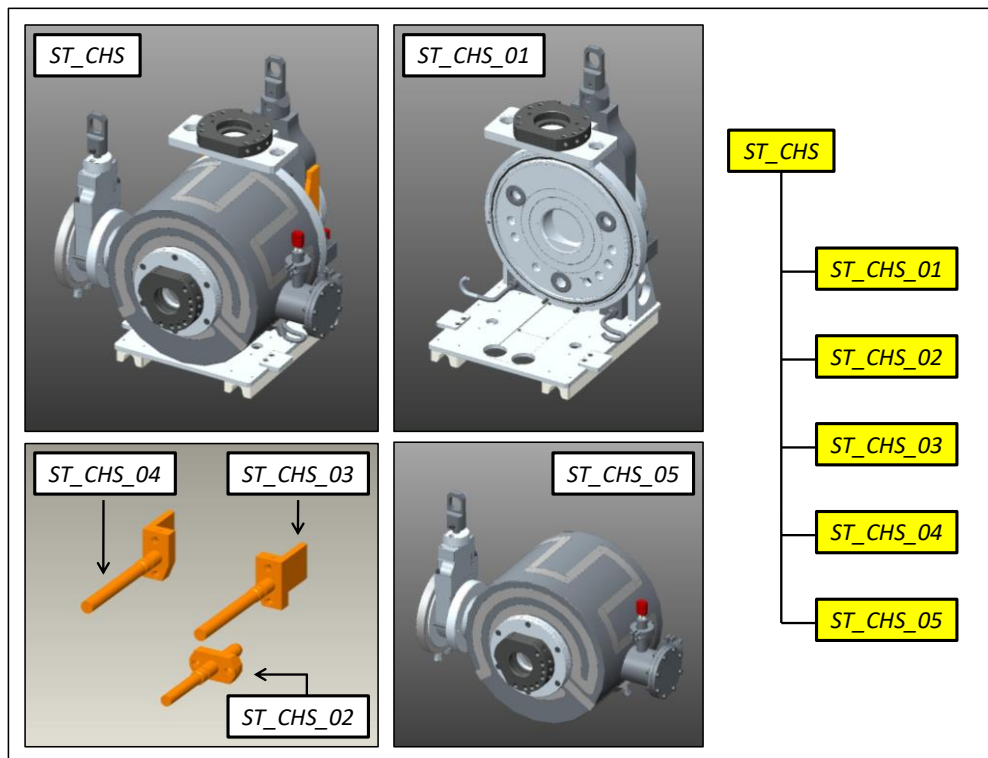


Figura 2.4: camera da vuoto ed i suoi sottoelementi [10].

- ST\_CHS\_01 è il piatto che funge da sostegno meccanico all'intera camera, avente un foro per l'uscita del fascio radioattivo. Durante la fase di rimozione, una valvola da vuoto sul retro garantisce la chiusura del foro. L'intero componente viene raffreddato tramite un impianto ad acqua. Sul piatto sono fissati anche gli altri componenti principali della camera da vuoto;

- ST\_CHS\_02, ST\_CHS\_03 e ST\_CHS\_04 sono i puntali in rame per il sostegno e l'alimentazione della sorgente e del blocco target. Per effetto Joule le elevate correnti mantengono i componenti sui 2000 °C. Proprio a causa delle elevate temperature generate, i puntali sono raffreddati internamente, condividendo lo stesso circuito dell'acqua del piatto;
- ST\_CHS\_05 rappresenta il coperchio che definisce il volume mantenuto in altovuo dal sistema. Le pareti vengono raffreddate da un impianto indipendente, garantendo così il corretto funzionamento degli organi di tenuta polimerici ed evitando il rischio di rilascio nell'ambiente di elementi radioattivi contaminanti.

## 2.4 IL Front-End

Il Front-End è stato sviluppato nell'ottica di svolgere le funzioni fondamentali per la creazione del fascio radioattivo e di limitare le manutenzioni degli elementi che lo compongono. Infatti, contrariamente alla camera da vuoto, il sistema non è pensato per essere sostituito frequentemente, e dovrà quindi sostenere un elevato numero di cicli di funzionamento in ambiente altamente radioattivo.

Le principali funzioni del Front-End sono:

- ST\_FRE** **high radiation dose**
- Garantire il sostegno meccanico ed il perfetto alloggiamento della camera da vuoto;
  - Provvedere all'alimentazione elettrica, alla sorgente di acqua per il raffreddamento ed all'alto vuoto dell'impianto;
  - Estrarre il fascio secondario radioattivo, fornire il primo step di accelerazione, e trasportarlo verso gli elementi successivi della facility;
  - Focalizzare e indirizzare il fascio primario verso la finestra di esposizione del target.

Come riportato in figura 2.1 è possibile schematizzare l'impianto in due canali di fascio, sopra descritti: il PPP (*Primary Proton Beam*) ed il RIB (*Radioactive Ion Beam*). All'intersezione dei due fasci è presente la camera contenente il target e la sorgente di ionizzazione.

Per andare a facilitare le operazioni di manutenzione, il Front-End è stato diviso in due parti: [10]

- ST\_FRE\_02 è la parte rimovibile, comprende la camera da vuoto ed i componenti ad essa collegati. Per garantire il corretto utilizzo dell'impianto a causa dell'elevata radioattività è stata progettata per una facile rimozione dopo un periodo di utilizzo previsto di 7 anni.
- ST\_FRE\_01 e ST\_FRE\_03 compongono la parte fissa, che essendo interessata a livello di radioattività drasticamente minori è stata progettata per il funzionamento fino a fine vita della facility, attraverso periodi di manutenzione stabiliti.

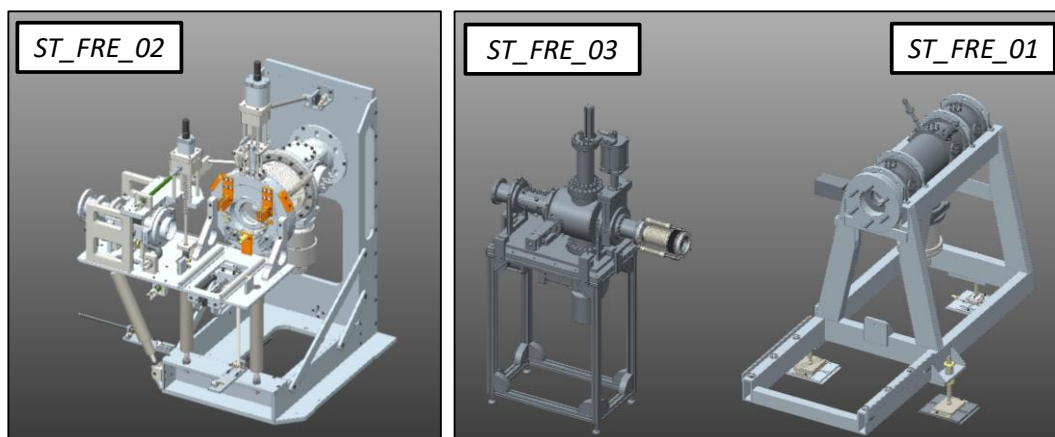


Figura 2.5: Front-End suddiviso in parte rimovibile (ST\_FRE\_02) e parte fissa (ST\_FRE\_01 e ST\_FRE\_03) [10].

## 2.5 Requisiti e prestazioni dei target ISOL

Le reazioni nucleari che avvengono all'interazione tra il fascio protonico ed il target generano gli isotopi radioattivi di interesse del progetto SPES. È quindi di facile comprensione la presenza di un legame stretto tra specie prodotte, caratteristiche del fascio utilizzato e tipologia di target.

L'intensità di produzione per ciascuno degli isotopi generati è descritta dalla relazione 2.1:

$$I_{\text{produzione}} = \Phi \cdot \sigma \cdot N_{\text{target}} \quad 2.1$$

Dove  $\Phi$  rappresenta l'intensità del fascio primario, tipicamente dell'ordine di mA o  $\mu\text{A}$ .  $\sigma$  è la sezione d'urto per la reazione nucleare che genera l'isotopo considerato, solitamente espressa in  $\text{cm}^2$  o in barns, e rappresenta la probabilità che una particella del fascio primario interagisca con un nucleo del target e generi quel particolare nuclide; infine,  $N_{\text{target}}$  è il numero di atomi target per unità di area in atomi/ $\text{cm}^2$ . In figura 2.6 sono riportati come esempio i prodotti del target SPES in carburo di uranio,  $\text{UC}_x$ .

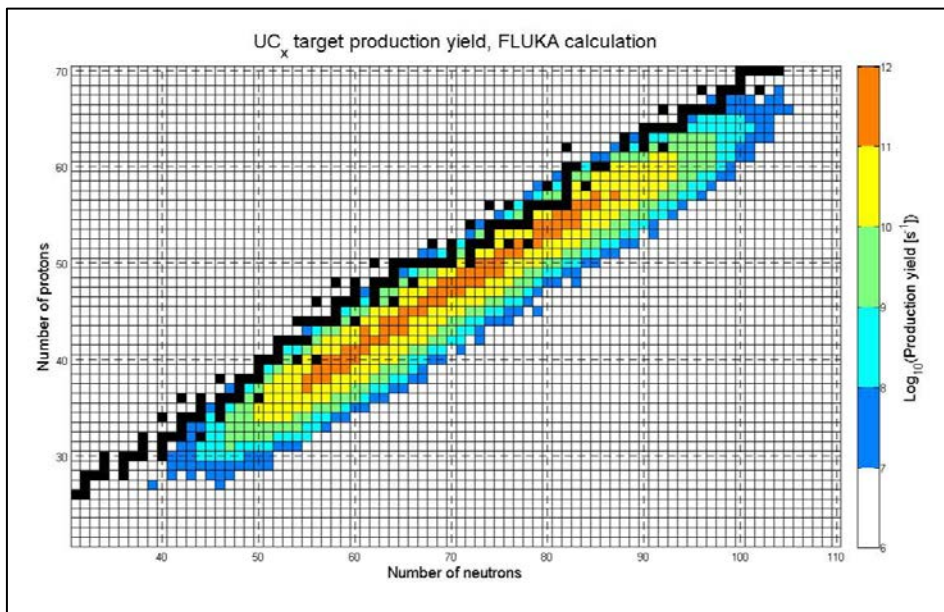


Figura 2.6: Isotopi prodotti dal target in Carburo di Uranio [10].

Per generare isotopi, ci sono quattro tipologie di reazioni nucleari che possono crearsi alla collisione del fascio:

- *Fissione*: è la generazione di atomi aventi numero atomico basso da un elemento chimico pesante attraverso l'emissione di una grande quantità di energia e radiazioni. Come può essere la fissione di un nucleo di uranio  $^{235}\text{U}$  in un nucleo di kripton  $^{91}\text{Kr}$  e di bario  $^{142}\text{Ba}$  (Fig. 2.7);

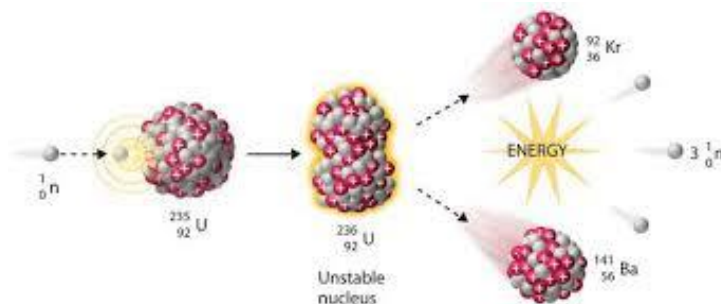


Figura 2.7: fissione di un nucleo di uranio  $^{235}\text{U}$  [11].

- *Spallazione*: un elevato numero di particelle, tra cui protoni e neutroni vengono espulsi dal target. Questa tipologia di reazione viene tipicamente impiegata per la produzione di isotopi proton-rich;
- *Frammentazione*: un fascio protonico ad alta energia impatta un target, generando dei frammenti detti *proiettili di frammentazione* che a loro volta impattano su un altro target stabile. Viene utilizzata per la creazione di isotopi con *tempi di dimezzamento* molto brevi;
- *Reazione diretta*: la reazione avviene senza l'utilizzo di materiale fissile, andando a generare un limitato numero di isotopi rispetto alle altre tipologie di reazioni descritte.

Gli isotopi prodotti dovranno poi essere rilasciati dal target: le temperature in gioco consentono infatti l'attivazione e la promozione dei processi di diffusione nel materiale solido, e di effusione nelle porosità e nel vuoto, alla base della migrazione delle specie prodotte verso la sorgente di ionizzazione. Simultaneamente il decadimento degli isotopi proseguirà, ognuno con il proprio *tempo di dimezzamento* caratteristico. Viene definito *tempo di dimezzamento* o *emivita* il tempo necessario perché una data quantità di un radionuclide si dimezzi per via del decadimento. Tutti questi processi comportano quindi che solo una frazione dei prodotti delle reazioni nucleari possa essere resa disponibile sotto forma di RIB agli utenti finali di una facility ISOL.

Il fascio RIB avrà un'intensità che può essere descritta dall'equazione 2.2:

$$I = I_{produzione} \cdot \varepsilon = \Phi \cdot \sigma \cdot N_{target} \cdot \varepsilon \quad 2.2$$

$\varepsilon$  rappresenta l'efficienza dell'intero processo ISOL che, come descritto, tiene conto delle efficienze di ogni singolo fenomeno fisico in gioco.  $\varepsilon$  può quindi essere calcolata come il prodotto delle seguenti efficienze:

$$\varepsilon = \varepsilon_{ritardo} \cdot \varepsilon_{ionizzazione} \cdot \varepsilon_{trasporto} \cdot \varepsilon_{raffreddamento} \cdot \varepsilon_{breeding} \cdot \varepsilon_{post-accelerazione} \quad 2.3$$

dove:

$\varepsilon_{rilascio}$  è la probabilità di sopravvivenza contro il decadimento radioattivo durante il tempo necessario al rilascio dal target. Rappresenta quindi il contributo di efficienza legato ai processi di diffusione ed effusione, sarà questo il punto critico del processo.

$\varepsilon_{ionizzazione}$  rappresenta l'efficienza della sorgente di ionizzazione ed è infatti legata ai meccanismi di ionizzazione del particolare elemento di interesse.

$\varepsilon_{trasporto} \cdot \varepsilon_{raffreddamento} \cdot \varepsilon_{breeding} \cdot \varepsilon_{post-accelerazione}$  tengono conto del trasporto e dalle trasformazioni che si realizzano dopo l'estrazione del fascio dall'unità target-ion source e possono essere quindi rappresentate da un'unica efficienza *post-target* ( $\varepsilon_{post-target}$ ).

Considerando corrente di ioni come una funzione del tempo, ed introducendo l'efficienza post-target l'equazione 2.2 diventa:

$$i(t) = \Phi \cdot \sigma \cdot N_{target} \cdot \varepsilon_{ionizzazione} \cdot \varepsilon_{post-target} \cdot p(t) \cdot e^{-\lambda t} \quad 2.4$$

- $p(t)$  è la *funzione di rilascio* e rappresenta la probabilità che un atomo generato all'istante  $t=0$  sia rilasciato dal target;
- $e^{-\lambda t}$  il contributo di decadimento per gli isotopi radioattivi;
- $\lambda$  è la *costante di decadimento*.

L'efficienza dipende quindi dalle condizioni di esercizio del sistema, dal materiale utilizzato e dalla microstruttura del target.

Una serie di parametri per l'aumento del rendimento vengono qui descritti: [12]

- Grana fine del materiale target;
- Materiale di utilizzo con bassa densità ed elevata emissività;
- Temperature più elevate il possibile;
- Materiale avente una bassa entalpia di assorbimento;
- Materiale con sufficiente densità dei nuclei target;

- Accurata progettazione del sistema e del numero di collisioni;
- Scelta del materiale in modo da avere un'elevata sezione trasversale per l'interazione tra nuclei e fascio primario;
- Evitare impurezze nel materiale che causerebbero una perdita di potenza del fascio.

La dimensione ottimale del grano è funzione del processo di sinterizzazione del materiale, poiché all'aumento delle dimensioni del grano si ha una diminuzione delle porosità presenti. Ciò crea un'inefficienza ed un rallentamento nel rilascio degli isotopi.

Il mantenimento delle temperature il più alte il possibile è cruciale per favorire la diffusione.

Infine la densità è una proprietà fondamentale, essendo direttamente collegata alle porosità del materiale. Basse densità promuovono l'uscita degli isotopi, mentre elevate densità creerebbero una vera e propria barriera andando ad intrappolare gli elementi. Allo stesso modo la tipologia delle porosità influisce [13], porosità interconnesse permettono il rapido raggiungimento della superficie riducendo quindi il tempo necessario al rilascio dei nuclidi prodotti.

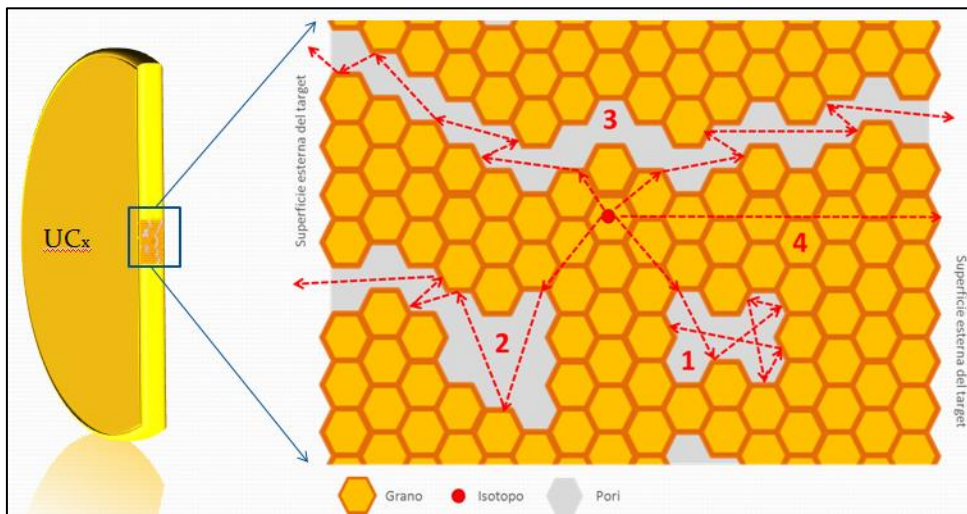


Figura 2.8: rappresentazione di porosità interconnesse all'interno di Carburo di Uranio.

## 2.6 I gradienti termici sui dischi target

In fase di operazione della facility, l'interazione tra il fascio protonico e il target genera una deposizione di potenza termica non omogenea nel volume del disco, che va a generare dei forti gradienti di temperatura, con un picco nella zona centrale dei dischi (figura 2.9). Per attenuare questa disomogeneità, viene utilizzato il riscaldatore in tantalio descritto nel paragrafo 2.3.1, che va ad innalzare la temperatura dell'intero sistema, non riuscendo però ad eliminare completamente il gradiente termico. Questo campo di temperatura non uniforme va a generare un campo di tensione: è importante quindi valutare i parametri del fascio, dei dischi e l'interazione tra i due valutando le conseguenti tensioni che si vengono a generare, così da non portare a rottura il materiale target.

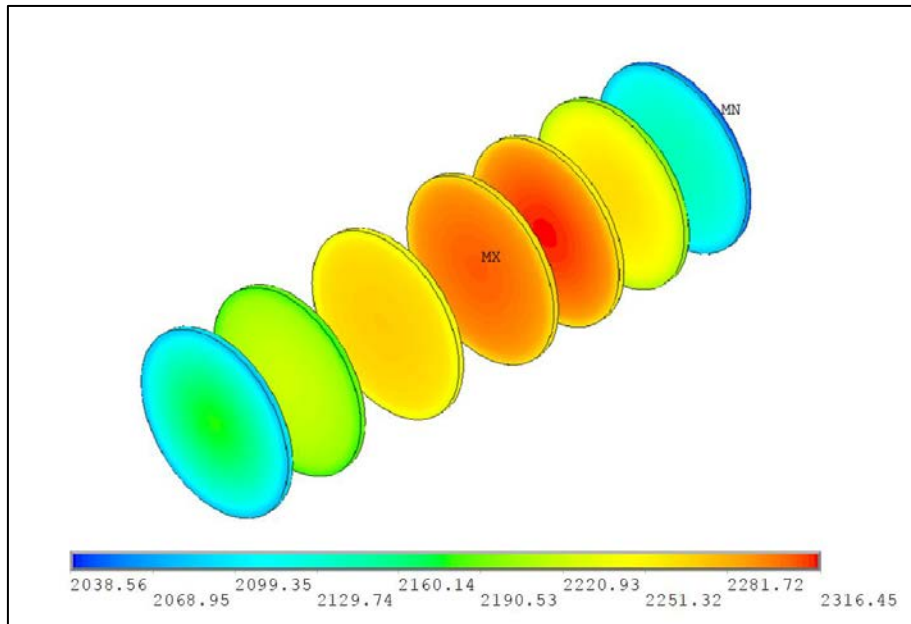


Figura 2.9: esempio di un campo di temperatura presente nei dischi in carburo di uranio soggetti ad un fascio protonico di 8 kW.

### 2.6.1 I parametri del fascio protonico

I parametri principali che descrivono il fascio protonico sono:

- *Corrente di fascio*: è la quantità elettrica che attraversa una superficie nell'unità di tempo, viene quindi misurata in  $\mu\text{A}$ . Maggiore sarà la corrente di fascio, più alta sarà la potenza depositata sul target. La configurazione per il progetto SPES prevede una corrente di 20  $\mu\text{A}$  per la configurazione iniziale a bassa potenza da 800W, mentre una corrente da 200  $\mu\text{A}$  per il caso a potenza massima da 8000W;
- *Energia di fascio*: misurata in MeV, è l'energia cinetica dei protoni che compongono il fascio che impatterà sul target. Come per la corrente di fascio, più elevata sarà l'energia maggiore sarà la potenza depositata. Nel progetto SPES l'energia di fascio sarà sempre impostata a 40 MeV;
- *Sigma di fascio*: la sigma di fascio, come nella statistica, rappresenta la dispersione dei protoni nella superficie di impatto del disco target. Viene calcolata in mm ed è la dispersione dello spot del fascio che contiene il 34% dei protoni, supponendo il fascio rappresentabile in uno spot di dimensioni finite e con distribuzione di protoni gaussiana. Quindi all'aumentare della sigma di fascio aumenterà anche la dispersione protonica, ciò equivale ad un fascio meno concentrato, con minor potenza depositata. Per la

configurazione iniziale a bassa potenza, il progetto SPES, prevede una sigma di 5 mm, su dischi da 13 mm. Mentre nel caso a potenza massima si avrà una sigma di fascio da 7 mm su dischi da 40 mm.

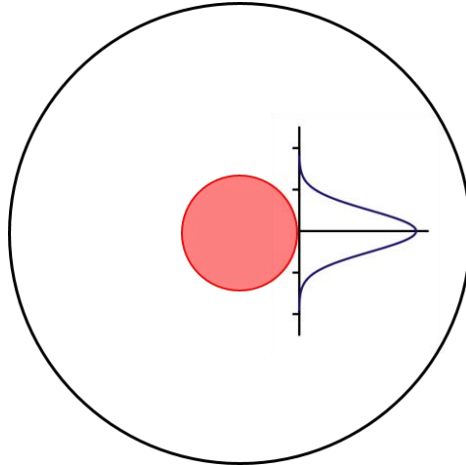


Figura 2.10: distribuzione del fascio protonico su un disco target.

Per garantire l'integrità strutturale dei dischi target e diminuire gli stress termici creati dal fascio, nella configurazione a massima potenza (8000 W) è previsto l'utilizzo di un *Wobbler*, inserito tra fort-end e ciclotrone, che permette di posizionare il fascio all'interno di una circonferenza, come riportato in figura 2.11.

Il fascio verrà spostato con una frequenza di 100 Hz e su un raggio di 11 mm così da ottenere una diminuzione di potenza fino al 50% sul picco centrale. Tramite l'utilizzo di questo macchinario, saranno quindi generati gradienti termici di minore intensità sui dischi target così da assicurare il corretto funzionamento del sistema [14].

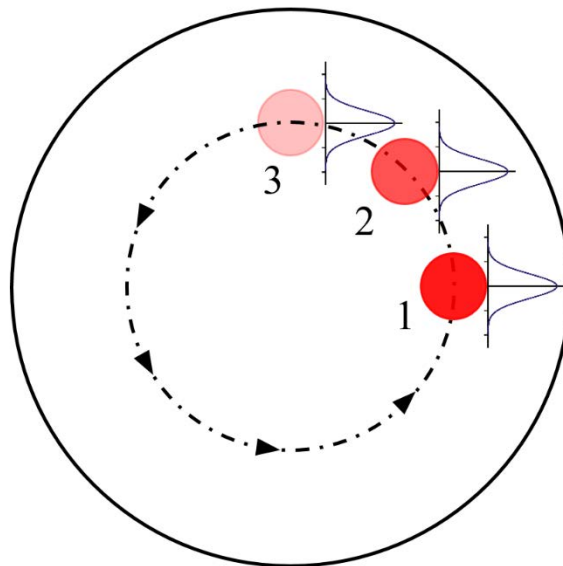


Figura 2.11: effetto del Wobbler sul posizionamento del fascio protonico.



## 2.6.2 Le caratteristiche del materiale target

Per poter garantire l'utilizzo della facility, i target devono sopportare le tensioni generate dal riscaldamento creato dal fascio protonico. Le principali caratteristiche per l'utilizzo in questo particolare settore sono:

- *Conducibilità* elevata, così da avere una veloce distribuzione di calore ed un campo di temperatura omogeneo evitando così gradienti di temperatura che vanno ad instaurare tensioni:

$$\lambda = \frac{\vec{q}}{\Delta T}$$

Dove  $\lambda$  è la conducibilità termica,  $\vec{q}$  il flusso di calore e  $\Delta T$  il gradiente di temperatura presente nel provino;

- *Coefficiente di dilatazione termica* basso, ciò va a creare meno deformazioni sul materiale generando quindi tensioni causate dalla differenza di temperatura minori. La deformazione generata da un gradiente termico può essere espressa come:

$$\varepsilon = \alpha \cdot \Delta T$$

dove  $\varepsilon$  è la deformazione generata da un gradiente termico  $\Delta T$ , mentre  $\alpha$  rappresenta il coefficiente di dilatazione termica. Per di più  $\alpha$  è funzione della temperatura, quindi se la temperatura aumenta può crescere anche il coefficiente di dilatazione termica creando quindi deformazioni maggiori;

- *Modulo elastico* basso, ricordando la legge di Hooke nel caso di deformazione puramente assiale:

$$\sigma = E \cdot \varepsilon$$

Dove  $E$  è il modulo elastico del materiale, che varia anch'esso in base alla temperatura,  $\varepsilon$  la deformazione e  $\sigma$  la tensione generata. Come nel caso del coefficiente di dilatazione termica, moduli elastici elevati generano tensioni maggiori a parità di deformazione;

- *Tensione di rottura* elevata, che possa quindi sostenere in sicurezza le tensioni generate dal campo termico. In particolare, la prima tensione principale sarà la più gravosa per i dischi target, aspetto che verrà approfondito nei capitoli seguenti.

## 2.7 Materiali per il target ISOL

La scelta del materiale di utilizzo per il target è dovuta al tipo di processo radioattivo che avviene all'interazione con il fascio primario. Più materiali sono indicati per la produzione di isotopi proton-rich, mentre nel caso di isotopi neutron-rich vi è un'unica tipologia utilizzabile.

Le classi di materiali utilizzati come target nelle facilities ISOL hanno le seguenti caratteristiche principali:

- *Ossidi*: grazie all'elevata purezza, ottenuta tramite polveri sinterizzate o film depositati, assicurano tempi molto brevi al massimo rilascio [15]. Lo svantaggio è dato dall'utilizzo ad elevate temperature, poiché si possono generare interazioni con altri componenti del target. Per evitare questo fenomeno vengono utilizzati dei rivestimenti in tungsteno o renio sulle parti in tantalio a contatto. Vengono utilizzati come target per la produzione di isotopi proton-rich;
- *Boruri*: a causa degli elevati tempi di rilascio il materiale non è solitamente usato nelle facilities. Una possibile soluzione è stata trovata nell'utilizzo di diversi tipi di boruri, come

il  $\text{CaB}_6$ , ciò comporta però livelli troppo elevati di impurità a causa dei malfunzionamenti della sorgente [16];

- *Solfiti*: alcuni solfiti sono sufficientemente rarefatti da poter essere utilizzati come target della facility. Trovano applicazione per la produzione di isotopi proton-rich per ricerca in astrofisica;
- *Metalli puri*: Vengono utilizzati soprattutto per il processo di spallazione. Trovano ampio uso come target ISOL i metalli appartenenti ai gruppi 4 e 5 della tavola periodica, grazie alla loro elevata temperatura di esercizio e ad un rilascio rapido degli isotopi prodotti. Alcuni metalli liquidi sono stati introdotti per la produzione di isotopi, sfruttando la possibilità di aumentare di alcuni ordini di grandezza la velocità di diffusione. L'utilizzo di questi metalli richiede però particolari accorgimenti legati principalmente alla possibilità di contaminazione, per questo motivo non verranno utilizzati come target ISOL per il progetto SPES.
- *Carburi*: largamente utilizzati come target ISOL per la loro facilità di rilascio degli isotopi a breve emivita [17]. In particolare, il carburo di uranio, unisce eccellenti proprietà termiche ad un vasto spettro di isotopi prodotti tramite fissione, così dà la possibilità di ottimizzare il processo di produzione. Per l'importanza all'intero del progetto SPES, tali materiali verranno approfonditi nei paragrafi seguenti.

### 2.7.1 Il Carburo di Uranio

Grazie alle sue proprietà il carburo di Uranio viene utilizzato in molti settori dell'industria moderna, e trova un impiego privilegiato come materiale fissile.

Il monocarburo di Uranio (UC) è la fase più stabile dalla temperatura ambiente fino a  $2500^\circ\text{C}$ , presenta una struttura cubica a facce centrate e grazie alla sua elevata densità, alto punto di fusione e buona conducibilità termica è largamente impiegato come combustibile nucleare.

Il dicarburo di uranio  $\text{UC}_2$  si forma a circa  $1480^\circ\text{C}$  e fino a  $2430^\circ\text{C}$ , prima stabile con la forma tetragonale a bassa temperatura  $\alpha\text{-UC}_2$ , poi con la forma cubica ad alta temperatura  $\beta\text{-UC}_2$ .

IL sesquicarburo di Uranio  $\text{U}_2\text{C}_3$  è una struttura a corpo centrato, metastabile a temperatura ambiente, trova stabilità tra i  $900^\circ\text{C}$  ed i  $1820^\circ\text{C}$ .

Le proprietà termiche, tabella 2.1, di notevole importanza per l'utilizzo come target ISOL, vengono qui commentate:

- La conducibilità termica ha un andamento praticamente stabile nel range di temperature elevato a cui viene utilizzato, viene quindi fornita con un intervallo di variazione contenuto.
- Il coefficiente di dilatazione termica viene riportato attraverso un valore intermedio, data la bassa variazione nella famiglia dei materiali ceramici.

	Densità teorica [g/cm <sup>3</sup> ]	Temperatura di fusione[°C]	Struttura cristallina	Conducibilità termica [W/mK]	Coefficiente di dilatazione termica [°C <sup>-1</sup> ]
UC	13,63	2507	CFC	20÷25 (1000÷2200 °C)	$1,2 \cdot 10^{-5}$ (20÷1000 °C)
UC <sub>2</sub>	11,28	2427	$\alpha$ : tetragonale $\beta$ CFC	$\alpha$ : 13÷20 (1500÷1880 °C) $\beta$ : 5÷8 (600÷2060°C)	$\alpha$ : $1,8 \cdot 10^{-5}$ (1000÷1765°C) $\beta$ : $2,5 \cdot 10^{-5}$ (1765÷2300 °C)
U <sub>2</sub> C <sub>3</sub>	12,70	1820	CCC	11÷16 (790÷1790 °C)	$1,2 \cdot 10^{-5}$ (20÷1700 °C)

Tabella 2.1: Carburo di Uranio, proprietà delle tre tipologie del progetto SPES.

La pressione di vapore, dato l'utilizzo in alto vuoto del materiale, è un parametro di primaria importanza per l'utilizzo come target, e può essere interpretata come la tendenza del passaggio dalla fase condensata a quella solida.

La preparazione del materiale in ambienti non completamente inerti provoca la presenza di impurità, che nonostante rendano più stabile il carburo di Uranio a temperature ambiente, possono però modificare la geometria. Per garantire la minor quantità di impurità viene utilizzata per la creazione del materiale target una glove box (figura 2.12).



*Figura 2.1: glove box presente ai Laboratori Nazionali di Legnaro.*

Il carburo di Uranio per il progetto SPES verrà prodotto ai Laboratori Nazionali di Legnaro, partendo dall'ossido di uranio  $UO_2$  e grafite. Attraverso il mescolamento in un mortaio di agata avverrà la reazione:



Infine dopo la pressatura ed il trattamento termico si otterranno i dischi dello spessore desiderato. Il carburo di uranio così eseguito è già stato testato dalla facility HRIBF degli Oak Ridge National Laboratory con risultati che confermano le prospettive del progetto SPES attraverso l'utilizzo della geometria innovativa del target [12].

### **2.7.2 Carburo di Silicio**

Il Carburo di Silicio, presente in natura sotto forma del rarissimo materiale *miossanite*, è un materiale ceramico composto da carbonio e silicio, generalmente ottenuto tramite sintesi, la cui prima produzione è avvenuta nel 1893 grazie allo statunitense Edward Goodrich Acheson. Attualmente prevede l'impiego in numerosi campi dell'industria: come materiale strutturale, ad esempio in turbine a gas, come semiconduttore nell'industria elettrica, come abrasivo per la considerevole durezza, nel settore automobilistico per teste di pistoni e cilindri, ed infine, come nel caso in esame, nell'ambito nucleare grazie alla sua notevole resistenza in ambienti ad elevata temperatura ed acidità.

Il carburo di silicio è un ceramico di tipo covalente, la nube elettronica formata dai due elettroni condivisi dal legame garantisce un'elevata conducibilità termica ed elettrica. Il SiC presenta un'elevata densità ed una durezza notevole, con un coefficiente di dilatazione basso ed un'alta resistenza agli shock termici. Esiste in oltre 250 forme cristalline [18], questo grazie ad un gran numero di strutture cristalline note come *politipi* dove le variazioni di struttura sono in un'unica direzione, a causa della forma data da una serie di strati impilati uno sull'altro.

Il carburo di silicio presenta due forme allotropiche, una cubica a facce centrate  $\beta$ -SiC, stabile fino a 2000°C ed una seconda esagonale  $\alpha$ -SiC stabile ad alte temperature, garantendo la fusione attorno ai 2800 °C.

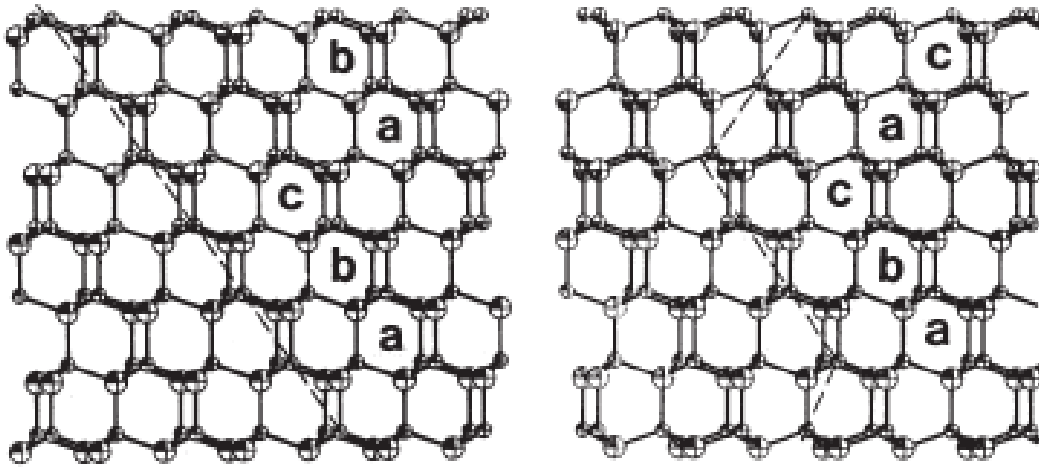


Figura 2.13: a sinistra rappresentazione dei piani del  $\beta$ -SiC, a destra dell' $\alpha$ -SiC [19].

Come target iniziale del progetto SPES sono stati selezionati tre tipologie di carburi di silicio prodotti dalla compagnia francese Saint-Gobain, sotto il marchio registrato Hexoloy®. Il materiale, in forma alfa, viene sinterizzato a partire da polveri ad oltre 2000 °C, creando un materiale autolegante di durezza e leggerezza notevoli. Vengono qui descritti i tre carburi di silicio:

- *Hexoloy® SiC SP*: Carburo di silicio in forma alfa con una frazione di pori nel volume fino al 6% aventi una dimensione media di 50  $\mu\text{m}$ . Queste porosità sferiche non interconnesse sono disperse omogeneamente nel materiale vengono aggiunte nel processo di sinterizzazione. Proprio grazie a queste sue proprietà, viene utilizzato come lubrificante in contatti striscianti quali giunzioni e cuscinetti. Infatti, le porosità sferiche vengono sfruttate come un serbatoio di lubrificante per garantire un film fluido nel caso di contatti striscianti. [20]

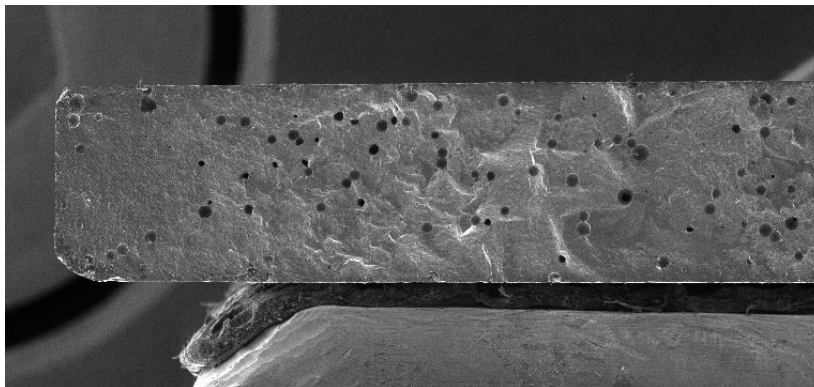


Figura 2.14: immagine SEM dell'area di frattura di un provino in SiC SP.

- *Hexoloy® SiC SE*: attraverso il processo di sinterizzazione, il materiale ottenuto ha una densità del 95% ed una dimensione del grano di 4-10  $\mu\text{m}$ . Trova applicazioni nella chimica di processo, un esempio sono i forni ad elevate temperature, grazie alla particolare resistenza in ambienti molto severi. L'utilizzo così stressante è garantito da un'elevata durezza, resistenza alla corrosione e meccanica, stabilità ad alte temperature ed alta conducibilità termica. [21]

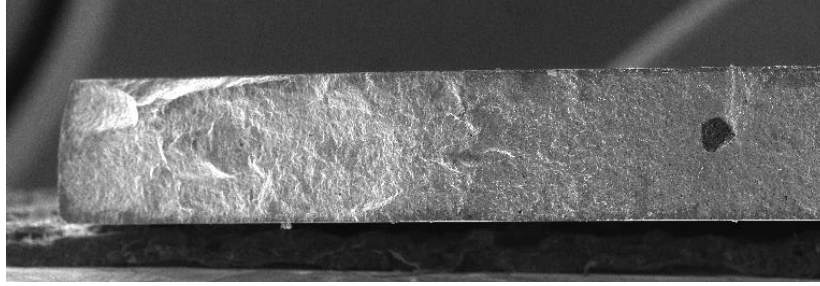


Figura 2.15: immagine SEM dell'area di frattura di un provino in SiC SE.

- *Hexoloy® SiC SA*: Sempre ottenuto tramite sinterizzazione, il carburo di silicio in forma alfa ha una densità del 98% e ridotta porosità grazie alla grana fine. È in grado quindi di sostenere corrosione, erosione, usura per strisciamento e resistenza ad elevate temperature e shock termici. [22]

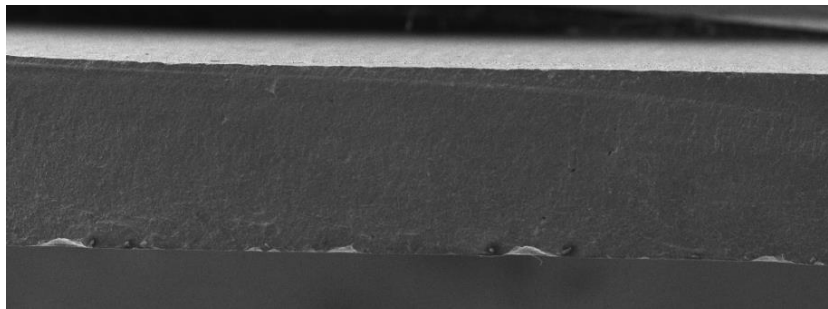


Figura 2.16: immagine SEM dell'area di frattura di un provino in SiC SA.

In tabella 2.2 sono riportate le proprietà delle tre tipologie scelte di carburo di silicio. Ciò garantisce una buona base di nozioni per l'utilizzo, questo non è però del tutto vero per il nostro ambiente di lavoro. Infatti, molte proprietà riportate sono note a temperature ambiente ed in aria, questo porta quindi la necessità di calcolo per alcune proprietà fondamentali tramite test sottovuoto ad alte temperature all'interno dei Laboratori Nazionali di Legnaro. Un esempio è la conducibilità termica che è nota da letteratura per il SiC SA per alte temperature [23] mentre per quanto riguarda gli altri due materiali la conducibilità sarà stimata attraverso l'uso del metodo della funzione ottima, che sarà approfondita in un prossimo capitolo.

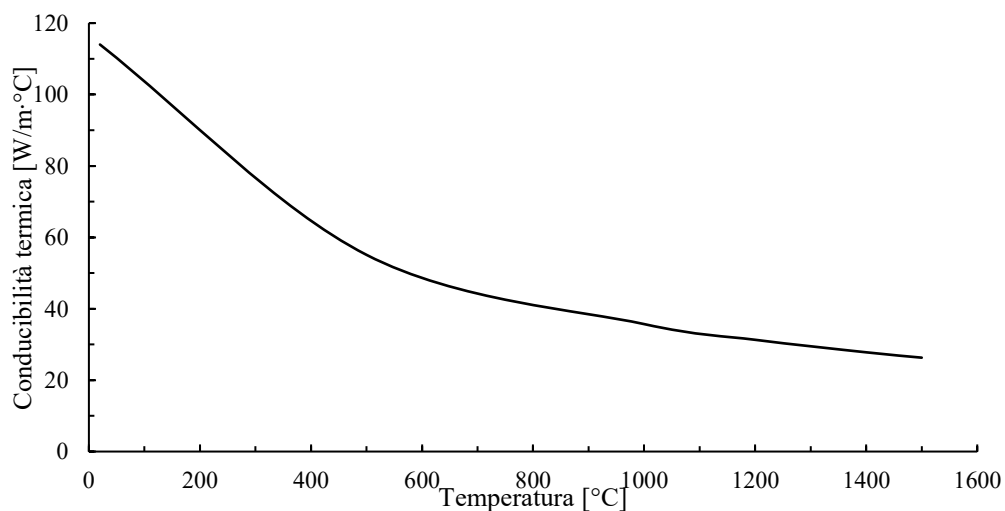


Figura 2.17: Conducibilità termica del carburo di silicio Hexoloy® SiC SA [23]

	Hexoloy® SiC SP	Hexoloy® SiC SE	Hexoloy® SiC SA
<b>Dimensione grano [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	4-10	4-10	4-10
<b>Densità [<math>\text{g}/\text{cm}^3</math>]</b>	3.04	3.05	3.1
<b>Durezza Knoop (carico 0.1 kg) [<math>\text{kg}/\text{mm}^2</math>]</b>	2800	2800	2800
<b>Resistenza a flessione 4 pt. @RT [MPa]</b>	240	280	380
<b>Resistenza a compressione @RT [MPa]</b>	-	-	3900
<b>Modulo elastico @RT [MPa]</b>	400	420	430
<b>Modulo di Weibull</b>	19	10	10
<b>Coeff. di Poisson</b>	0.14	0.14	0.14
<b>Tenacità a frattura [<math>\text{MPa} \times \text{m}^{1/2}</math>]</b>	4.3	4.6	4.6
<b>Coeff. di espansione termica da @RT a 700 °C [<math>^{\circ}\text{C}^{-1}</math>]</b>	4.2	4.02	4.02
<b>Calore specifico [<math>\text{J}/\text{gmK}</math>]</b>	0.59	0.67	0.67
<b>Conducibilità termica [<math>\text{W}/\text{mK}</math>]</b> @RT @100 °C @200 °C @400 °C	110 - - -	157.3 - 107.2 77.3	125.6 - 102.6 77.5
<b>Porosità apparente [%]</b>	-	5-10%	<2.0%

Tabella 2.2: Proprietà Carburi di Silicio Hexoloy® [20] [21] [22].

Nonostante la maggior densità e la minor presenza di porosità che vanno a ritardare l'uscita degli isotopi radioattivi, il SiC SA sarà il primo target del progetto SPES. L'elevata durezza e la resistenza a shock termici garantiscono una sicurezza per i primi test da eseguire. L'uscita ritardata degli isotopi, sarà un sintomo di inefficienza ma garantirà un'ulteriore tutela per i primi accertamenti dell'impianto. In figura 2.18 vengono riportati gli isotopi estraibili attraverso la sorgente di ionizzazione superficiale. Di importanza per la ricerca sono:  $^{26}\text{Al}$ ,  $^{21}\text{Na}$ ,  $^{22}\text{Na}$  e  $^7\text{Be}$ .

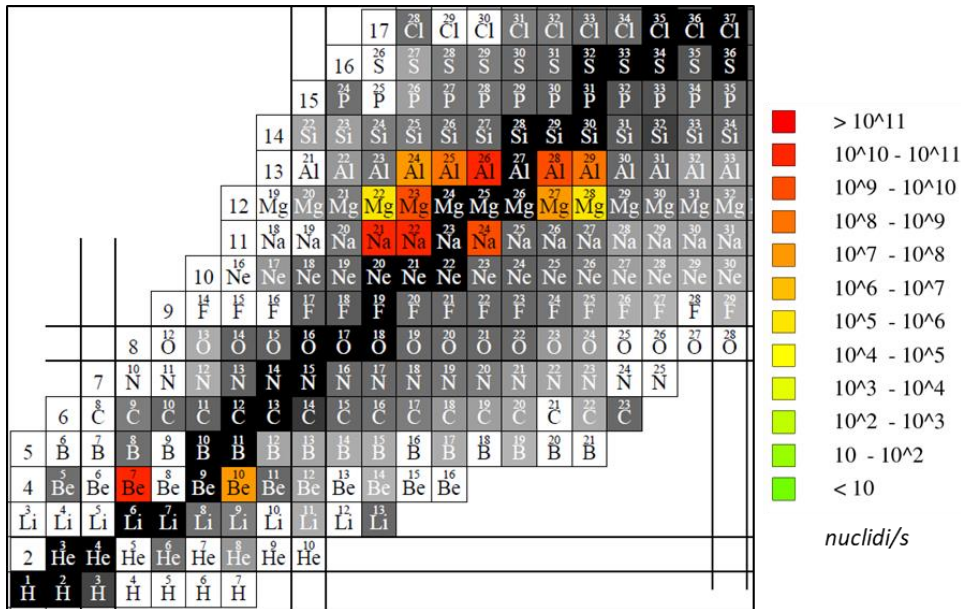


Figura 2.18: Mappa degli isotopi estraibili con un target in carburo di silicio

### 2.7.3 Grafite

La grafite è uno stato allotropico del carbonio, formato da una serie di strati di reticoli a simmetria esagonale [24]. All'interno di ogni strato gli atomi sono collegati tramite legami covalenti, mentre gli strati, notoriamente più deboli, sono uniti da legami di van der Waals. Uno schema della grafite è riportato in figura 2.19.

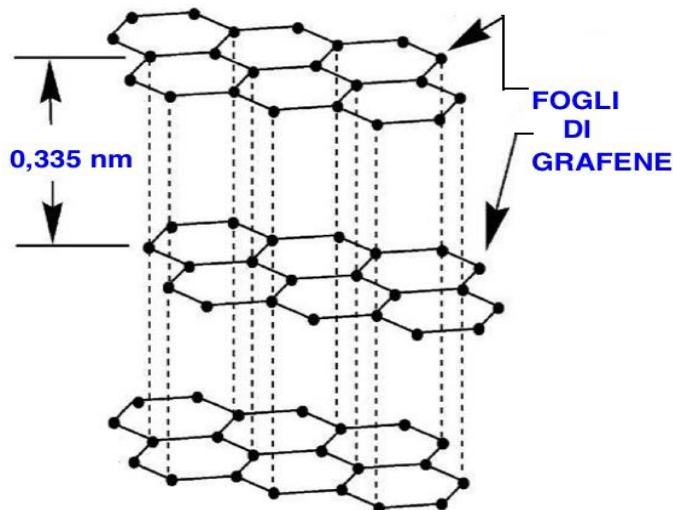


Figura 2.19: Schema a strati della grafite [25].

È proprio la struttura peculiare della grafite che le conferisce alta tenerezza e sfaldabilità, data dallo scorrimento dei piani, da cui si ha il noto utilizzo come lubrificante. La presenza dei piani dona però anche un'elevata conducibilità elettrica dovuta agli elettroni di interfaccia, che sarà anisotropa in base alla direzione dei piani stessi.

All'interno del progetto SPES la grafite ha un ruolo essenziale poiché utilizzata in più componenti della facility. I componenti principali sono: la box contenente i dischi target, i dischi all'ingresso del fascio ed i dumper per l'assorbimento finale del fascio.

È stato scelto questo materiale data l'elevata temperatura di fusione, attorno ai 3500 °C, la stabilità con i materiali target e l'alta conducibilità.

La grafite utilizzata è la EDM-3® della ditta POCO: la grana ultra fine, l'elevata resistenza meccanica che ne consegue e la facilità di lavorazione del materiale hanno portato alla scelta d'utilizzo.

La peculiarità della grafite EDM-3® è legata al comportamento delle proprietà meccaniche che all'aumentare della temperatura tendono ad aumentare, come riportato in tabella 2.3.

Proprietà	25 °C	2500 °C
Resistenza a compressione [MPa]	120	Fino al 50% superiore
Resistenza a flessione [MPa]	90	Fino al 50% superiore
Resistenza a trazione [MPa]	65	140
Modulo elastico	10	Fino al 25% superiore

Tabella 2.3: Proprietà grafite EDM-3® della ditta POCO [26]

Anche le proprietà elettriche e termiche sono fortemente variabili con la temperatura, vengono riportati gli andamenti forniti dall'azienda POCO:

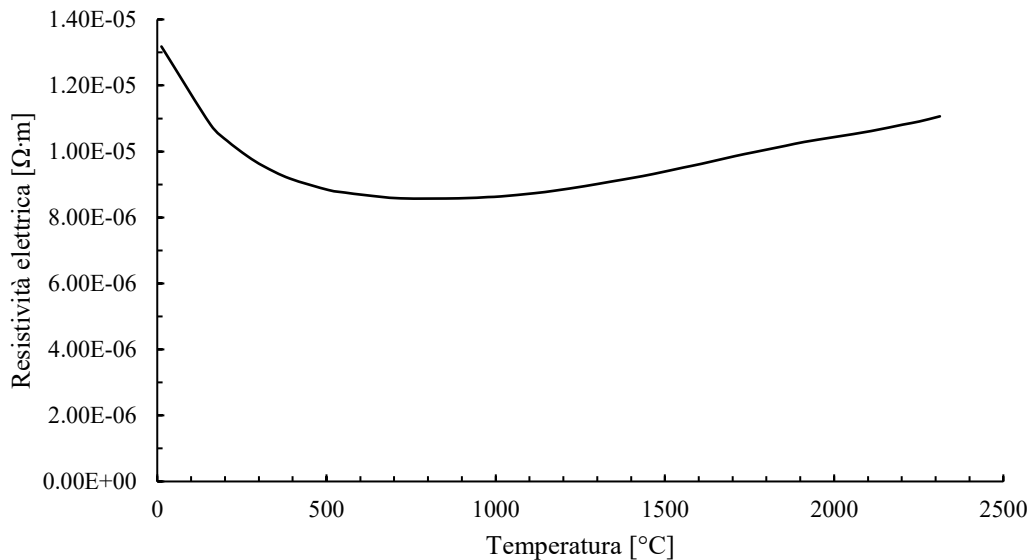
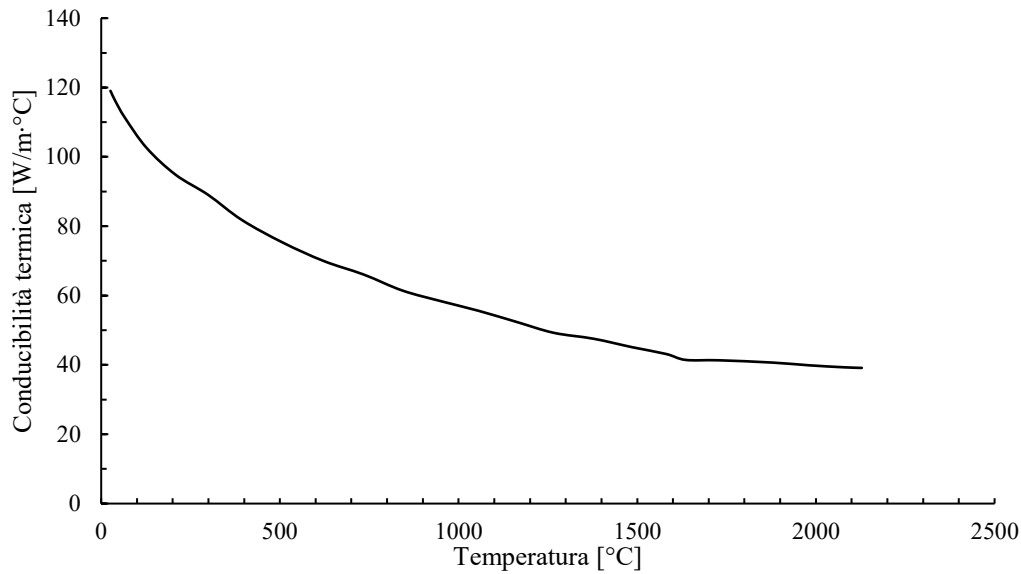


Figura 2.2: resistività elettrica grafite POCO EDM-3® al variare della temperatura.





*Figura 2.3: conducibilità termica grafite POCO EDM-3® al variare della temperatura.*

## 2.8 Conclusioni

Come primo aspetto del capitolo è stata analizzata la facility del progetto SPES ai Laboratori Nazionali di Legnaro, descrivendo i componenti principali ed analizzando la box target dove c'è il fulcro del lavoro per la produzione degli isotopi radioattivi. L'innovativa geometria del target deve essere relazionata al fascio protonico che la colpisce valutando quindi il materiale adatto per la sostenibilità dei test. Proprio per la scelta del materiale dei dischi della box sono state approfondite le problematiche dovute allo sviluppo di campi di temperatura non omogenei ed alla conseguente nascita di tensioni sui pezzi. Le proprietà principali legate a questi fenomeni hanno indirizzato la scelta dei materiali per l'utilizzo sia come target che come contenitore e dissipatore di potenza generata.

Per i dischi un altro aspetto fondamentale, se non il più importante, è legato alla produzione degli isotopi radioattivi, alla loro tipologia ed alla possibilità di diffondersi in tempi abbastanza brevi così da poter eseguire i test necessari. La scelta finale per il materiale target è ricaduta nel Carburo di Uranio, quando la facility sarà in piena funzione, mentre sarà utilizzato il Carburo di Silicio della ditta *Hexoloy®* per eseguire i test iniziali dell'impianto.



# CAPITOLO 3

## Caratterizzazione termica target in Carburo di Silicio

### 3.1 Introduzione

Come descritto nei capitoli precedenti, è importante garantire il corretto funzionamento del target della facility SPES, durante la collisione con il fascio protonico. I gradienti di temperatura generati dall'interazione con il fascio non devono portare alla rottura catastrofica dell'intero blocco target, in particolare dei dischi che lo compongono. Per valutare i campi di temperatura a cui sono soggetti i dischi e le tensioni che ne derivano è necessario eseguire uno studio sul materiale utilizzato come target, soffermandosi sulle proprietà termiche e successivamente su quelle meccaniche.

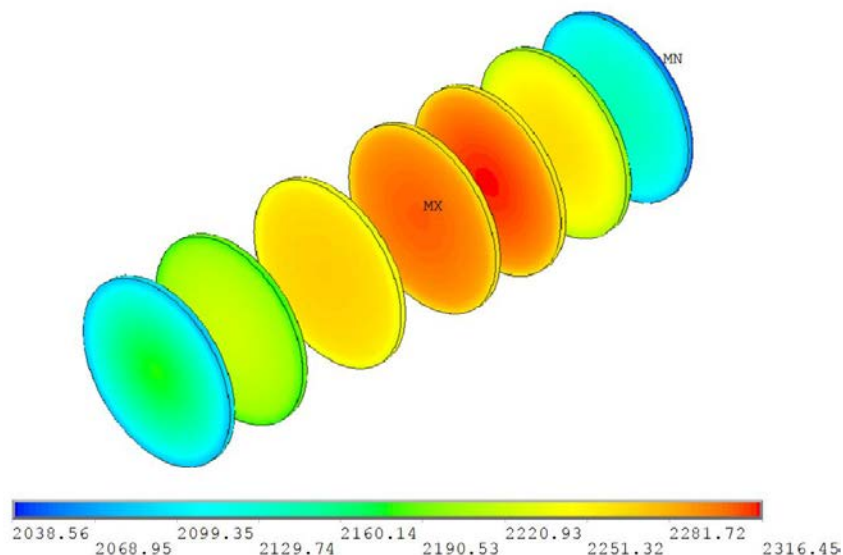


Figura 3.1: Campo di temperatura presente nei dischi in carburo di uranio.

La caratterizzazione termica ha come obiettivo la definizione delle proprietà fondamentali che regolano il campo di temperatura quando il target è irraggiato con il fascio di protoni. In particolare, poiché il target opera in condizioni di alto vuoto, non è presente il meccanismo di scambio termico per convezione, legato alla presenza di mezzi fluidi (aria) nel sistema, mentre devono essere studiati i flussi di calore scambiati per conduzione termica e per irraggiamento, dipendenti rispettivamente dalla conducibilità termica del materiale e dalla sua emissività.

L'emissività termica è definita come il rapporto tra l'energia irraggiata dal materiale e l'energia irraggiata da un corpo nero alla medesima temperatura. Essa può essere misurata in maniera diretta tramite particolari pirometri ad infrarossi, come quelli presenti presso i Laboratori Nazionali di Legnaro, in grado di fornire per alcuni classi di materiali come i Carburi l'andamento dell'emissività in funzione della temperatura del campione.

L'altra proprietà necessaria per la caratterizzazione termica cioè la conducibilità termica, è anch'essa una proprietà che varia al variare della temperatura ed è necessaria per descrivere il meccanismo di scambio termico per conduzione poiché esprime il rapporto tra il flusso di calore ed il gradiente di temperatura che ne provoca il passaggio attraverso un solido.

La misura della conducibilità in maniera diretta è possibile attraverso alcuni metodi, tra cui il laser flash, mentre per valutarne l'andamento al variare della temperatura all'interno dei Laboratori Nazionali di Legnaro è stato sviluppato un apparato sperimentale apposito. L'apparato sperimentale è poi affiancato da un modello numerico, tramite il programma Ansys®, che riproduce i fenomeni che governano lo scambio termico:

- Irraggiamento, dovuto alla diffusione delle onde elettromagnetiche., è l'unico fenomeno di scambio termico all'interno del target della facility.
- Convezione, trasporto di calore dovuto al movimento di un fluido, non presente nella box poiché il sistema è mantenuto in alto vuoto.
- Conduzione, scambio di calore causato dall'energia cinetica delle molecole in corpi liquidi, solidi o gassosi. Il fenomeno è presente all'interno della box target tra i dischi stessi e la box in grafite che li contiene. Poiché il sistema di contenimento è mantenuto ad una temperatura simile a quella dei dischi, per evitare shock termici, questa modalità di scambio di calore può essere trascurata rispetto alla componente data dall'irraggiamento

Uno studio attraverso un apparato sperimentale necessita però di semplificazioni, non essendo possibile valutare più proprietà al contempo. Viene quindi ipotizzato un regime stazionario, poiché l'unica proprietà che regola la distribuzione di temperatura è la conducibilità termica, mentre la diffusività in questo caso non influisce. L'ipotesi è resa possibile dall'apparato sperimentale, poiché i salti di temperatura a cui vengono portati i campioni avvengono tramite una rampa in controllo di corrente che permette quindi l'effettivo raggiungimento della condizione di stazionarietà prima di passare allo step successivo di tensione. Lo studio sulla conducibilità sarà quindi esente da influenze legate ad altre proprietà, permettendo così di focalizzare l'attenzione solamente su questa proprietà, la cui conoscenza è necessaria per valutare il campo di temperatura a cui è soggetto il provino per l'utilizzo all'interno della facility SPES.

## 3.2 Emissività

Prima di stimare la conducibilità, nel modello numerico ideato nei Laboratori Nazionali di Legnaro è necessario definire le proprietà che influenzano i fenomeni descritti dal modello.

L'unica che influisce lo scambio termico per irraggiamento, il solo presente in vuoto, è l'emissività del materiale d'interesse. Infatti nel caso di corpi grigi, quali i ceramici studiati, la legge di Stefan-Boltzmann descrive il fenomeno:

$$\dot{q} = \varepsilon \cdot \sigma \cdot T^4 \quad 3.1$$

Dove il flusso termico scambiato per irraggiamento  $\dot{q}$  è in funzione dell'emissività del corpo  $\varepsilon$ , della costante di Stefan-Boltzmann  $\sigma$  e della temperatura  $T$ .

L'emissività è definita come il rapporto tra l'energia irradiata dal materiale rispetto a quella di un corpo nero alla stessa temperatura. I suoi valori saranno quindi compresi tra uno e zero, e saranno influenzati dalla temperatura, lunghezza d'onda e finitura superficiale del corpo in esame.

Generalmente i materiali metallici hanno valori di emissività piuttosto bassi, che crescono con l'aumento della temperatura, al contrario i materiali non metallici vedono conducibilità tendenzialmente con valori elevati che diminuiscono all'aumentare della temperatura di acquisizione.

All'interno dei Laboratori Nazionali di Legnaro sarà possibile misurare l'emissività dei campioni dei Carburi di Silicio considerati attraverso l'utilizzo di un apposito pirometro durante il test di riscaldamento del provino, il passaggio è reso necessario per l'influenza della proprietà sulle condizioni di stima della conducibilità termica

### 3.3 Conducibilità termica

La conducibilità termica, generalmente descritta dalla lettera  $\lambda$ , è la proprietà da studiare per la valutazione dei campi di temperatura nei dischi target, poiché regola la distribuzione di temperatura in un corpo. Diverse temperature all'interno di un materiale portano a dilatazioni differenti ed alla nascita di tensioni interne che possono portare a rottura il componente. La conducibilità termica regola questo fenomeno e maggiore è, minor differenze di temperature ci saranno sul materiale, garantendo deformazioni omogenee e minori tensioni sul provino. Per valutare la conducibilità è stato utilizzato un apparato sperimentale all'interno dei Laboratori Nazionali di Legnaro, il materiale d'interesse non aveva dati relativi a tale proprietà ad alte temperature, in particolare alle temperature di utilizzo del target della facility SPES.

#### 3.3.1 Scambio di calore per conducibilità

Lo scambio di calore dovuto alla conducibilità termica non prevede il movimento di materia, ma solamente dell'energia tra zone a temperature differenti. Il modello utilizzato per la trattazione generale della conducibilità termica prevede una serie di ipotesi semplificative del sistema:

- Corpo uniforme, continuo ed isotropo;
- Caratteristiche del materiale costanti nel tempo ed indipendenti dalla variazione di temperatura.

Il tipico esempio per l'analisi della conducibilità termica è riportato in figura 3.2.

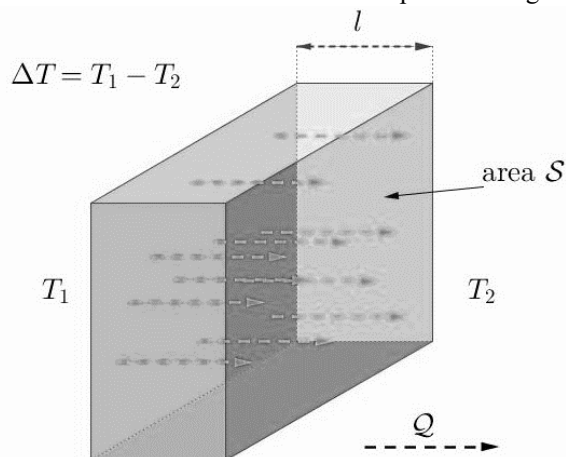


Figura 3.2: Lastra con superfici piane, raffigurante i parametri principali per la valutazione della conducibilità termica.

È possibile descrivere la relazione che regola la trasmissione del calore:

$$Q = \lambda S \frac{T_1 - T_2}{l} \Delta\tau \quad 3.2$$

I cui termini rappresentano:

- $Q$  è la quantità di calore;
- $\lambda$  è la conducibilità termica;
- $S$  è la superficie che interessa lo scambio termico;
- $l$  è lo spessore della lastra;
- $\Delta\tau$  è l'intervallo di tempo valutato.

Considerando le due superfici parallele a temperatura  $T$  e  $T+\Delta T$  ed avendo distanza  $x$  e  $x+\Delta x$  è possibile definire il flusso termico  $q$ :

$$q = \lim_{\Delta\tau \rightarrow 0} \frac{Q}{\Delta\tau} \quad 3.3$$

Ricordando l'ipotesi di proprietà costanti nel tempo e con la temperatura, è possibile inserire la 3.2 nella 3.3 e ricavare in forma differenziale:

$$q = -\lambda S \lim_{\Delta\tau \rightarrow 0} \frac{Q}{\Delta\tau} = -\lambda S \frac{\partial T}{\partial x} \quad 3.4$$

Sfruttando la 3.3 si ottiene attraverso la relazione 3.2 la definizione di conducibilità termica:

$$\lambda = \frac{q \cdot l}{S \cdot \Delta T} \quad \left[ \frac{W}{m \cdot ^\circ C} \right] \quad 3.5$$

È quindi il rapporto tra il flusso di calore e la differenza di temperatura che lo genera.

I meccanismi di trasporto di energia termica vengono divisi in due fenomeni principali, che formano la conducibilità termica:

- Il movimento libero degli elettroni
- Le vibrazioni degli atomi del reticolo cristallino, che porta grazie agli stretti legami tra gli atomi ad un aumento di vibrazioni ed equivalentemente ad un aumento di temperatura tra elementi adiacenti. Il fenomeno viene chiamato scambio fononico.

La conducibilità termica può essere quindi vista come la somma di queste due componenti: elettrica e fononica.

$$\lambda = \lambda_e + \lambda_f \quad 3.6$$

I valori raggiunti dalla conducibilità termica dividono i materiali essenzialmente in due gruppi principali:

- Conduttori, aventi elevata conducibilità;
- Isolanti, con valori di conducibilità inferiori a  $1 \left[ \frac{W}{m \cdot ^\circ C} \right]$

Come è facile immaginare per l'utilizzo come materiale target, si necessita di conduttori, in grado quindi di generare campi di temperatura più omogenei il possibile, abbassando così le tensioni interne a cui è sottoposto il materiale.

### 3.4 Apparato sperimentale ai LNL

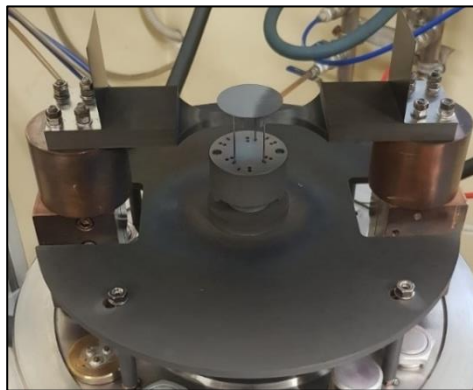
L'apparato sperimentale presente ai Laboratori Nazionali di Legnaro è stato ideato per riprodurre l'impatto del fascio protonico con i dischi target. Il sistema è nel reparto Alte Temperature e permette un ampio studio sul materiale da analizzare. L'apparato è costituito da una serie complessa di componenti, vengono qui descritti i principali.

- In figura 3.3 vi è una foto dell'impianto, con la camera di tenuta del vuoto avente le finestre di vista ed acquisizione dei dati, il riscaldatore in grafite alimentato dalla corrente passante per i due morsetti in rame.



*Figura 3.3: Impianto presso i Laboratori Nazionali di Legnaro per il calcolo dell'emissività dei materiali ed i test di riscaldamento.*

- In figura 3.4 vi è un ingrandimento verso il crogiolo riscaldante con i morsetti in rame, le astine di sostenimento del campione ed il campione da testare.



*Figura 3.4: Dettaglio crogiolo riscaldante, con morsetti in rame per il passaggio della corrente.*

- Il dettaglio del riscaldatore ohmico in funzione è riportato in figura 3.5. il crogiolo riscaldante è stato appositamente progettato per il raggiungimento delle temperature di utilizzo del box alla collisione con il fascio protonico, l'impianto riesce difatti a raggiungere i 2000 °C.

All'interno del sistema l'unico scambio di calore è dato dall'irraggiamento del crogiolo grazie al riscaldamento per effetto joule, le astine infatti sorreggono il provino evitando contatti con il riscaldatore. Il risultato è una serie di gradienti termici radiali sul provino, per il riscaldamento nella parte centrale del disco, come è possibile vedere in figura 3.5 dalla colorazione raggiunta dal disco riscaldato. Verranno descritti qui in dettaglio i componenti che permettono il funzionamento dell'intero impianto e l'acquisizione dei dati durante i test eseguiti.



Figura 3.5: Crogiolo in grafite POCO EDM-3 riscaldato per effetto Joule, con provino per la conducibilità SiC SA.

### 3.4.1 Camera da vuoto

La camera da vuoto permette il mantenimento dell'area al suo interno in alto vuoto (fino a  $10^{-5}$  bar) per ricreare le condizioni di funzionamento della box della facility SPES. La forma della camera è a campana, con una serpentina in rame per il raffreddamento delle pareti, l'acqua utilizzata è mantenuta a temperatura ambiente da un *chiller* posizionato all'esterno dell'edificio.

Come è possibile vedere da figura 3.7 la campana è stata ideata con due finestre aventi un vetro in borosilicato. La finestra laterale permette la visione dell'interno, per il controllo delle prove durante i test. La finestra in cima alla camera è adibita al posizionamento del pirometro, per l'acquisizione dei dati dei test effettuati. Durante l'apertura la campana viene sollevata in maniera manuale attraverso l'utilizzo di una carrucola posta sopra all'impianto.

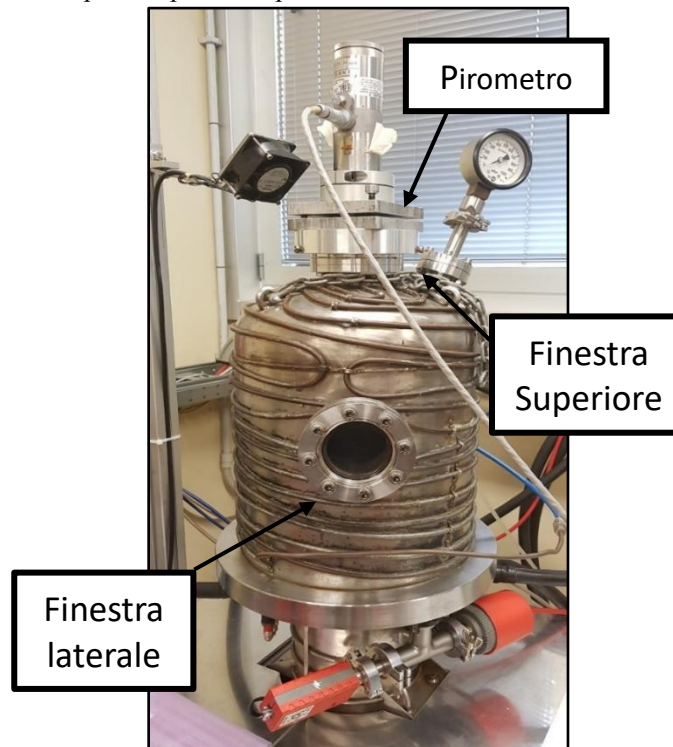


Figura 3.6: Immagine apparato sperimentale nel laboratorio Alte Temperature, con indicazione delle due finestre presenti e la presenza del pirometro.



### 3.4.2 Sistema di riscaldamento

Il riscaldamento, realizzato tramite due morsetti in rame collegati al crogiolo in grafite POCO EDM-3, grazie al passaggio di corrente si genera per effetto joule il riscaldamento della grafite e per irraggiamento il componente sovrastante da testare. La geometria del sistema è stata appositamente studiata per ricreare i gradienti termici causati dal fascio protonico, inserendo all'estremità del crogiolo delle alette per la riflessione dell'irraggiamento generato. I morsetti per il passaggio della corrente, prevedono al loro interno un impianto di raffreddamento per mantenere i componenti ad una temperatura di 50 °C.

La corrente viene fornita e controllata da un computer presente all'interno del laboratorio Alte Temperature. Per la gestione è stato ideato un programma apposito con il software *Labview*. Il programma permette il controllo della tensione a cui è sottoposto il crogiolo, tramite la realizzazione di apposite rampe. Le rampe figura 3.7, vedono i salti di corrente e la tensione che deve dare l'alimentatore durante il tempo di prova. Il controllo avviene andando a variare la corrente e mantenendo costante la differenza di potenziale di 10 V.

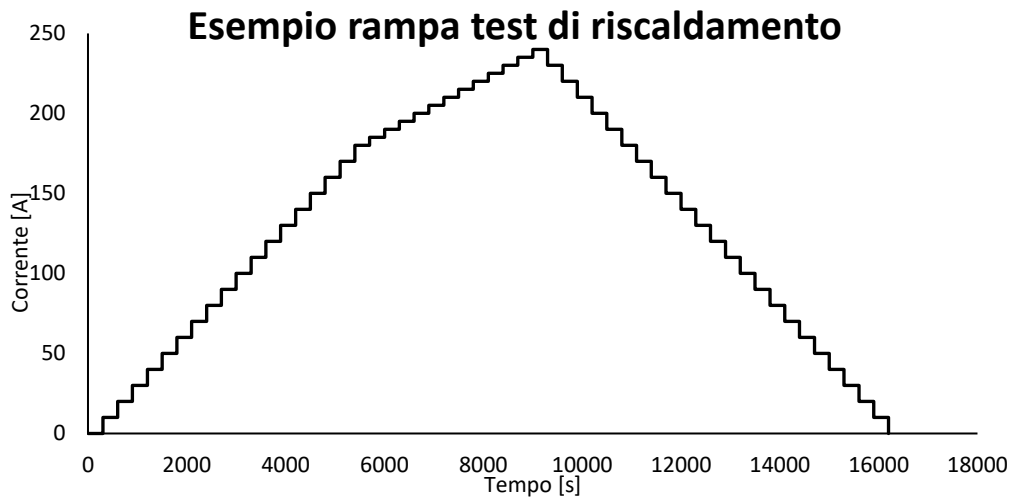


Figura 3.7: Esempio rampa test di riscaldamento provino SiC.

Durante i test sono state utilizzate varie rampe, con una corrente massima di 280 A e con la durata di ogni step di 300 s, tempo necessario per raggiungere la stabilità e quindi le condizioni di stazionarietà del sistema. Il software permette la visualizzazione di tutte le condizioni inserite per il test da effettuare, raccogliendo i dati forniti dall'apparato sperimentale durante la prova ed inserendoli in un file txt. La finestra del software mostra in tempo reale la corrente e le informazioni sullo step in corso durante il test (figura 3.8)



Figura 3.8: Finestra software Labview, per monitorare il passaggio dei parametri ed i tempi della rampa inserita.

### 3.4.3 Sistema da vuoto

Il sistema da vuoto consente di riprodurre le condizioni di pressione all'interno del box target. Per garantire ciò, un sistema composto da due tipologie di pompe e diversi sensori, giunti e valvole sono stati posizionati all'interno dell'apparato sperimentale, permettendo di monitorare i dati dal sistema di controllo dell'impianto.

I due elementi principali sono le due tipologie di pompe utilizzate, una rotativa che permette il raggiungimento di  $10^{-4}$  mbar, mentre per raggiungere l'alto vuoto è stata inserita una pompa turbomolecolare per ridurre la pressione fino a  $10^{-6}$  mbar.



Figura 3.9: Immagini delle pompe utilizzate nell'impianto sperimentale. A sinistra la pompa rotativa adixen ACP 28, mentre a destra è riportata la pompa turbomolecolare Agilent Varian Twis Torr 304 FS.

La pompa rotativa, grazie al suo funzionamento meccanico mette in comunicazione la camera dove si vuole creare il vuoto con un volume a bassa pressione, che si riempirà con l'aria da espellere della campana. Ciò procede ciclicamente, attraverso gli organi di tenuta della pompa fino al raggiungimento del vuoto massimo possibile ( $10^{-4}$  mbar).

Per incrementare il vuoto e passare a valori maggiori, intorno ai  $10^{-6}$  mbar si ricorre all'utilizzo di una pompa turbomolecolare. Le pompe turbomolecolari sono di tipo assiale con una serie di dischi aventi alette con specifiche geometrie che ruotando spingono le molecole dell'aria verso lo statore. Quest'ultimo è anch'esso provvisto di alette che fa passare l'aria verso il rotore successivo. Grazie a queste alette ed al loro posizionamento in serie si riescono ad ottenere vuoti maggiori rispetto alle pompe rotative.

### 3.4.4 Strumenti di misura

Il monitoraggio dei parametri durante i test è garantito da vari strumenti di misura. Per il controllo della pressione della camera e nei condotti collegati alle due tipologie di pompe, vi sono dei vacuometri che misurano la pressione e ne riportano i valori nel file txt a fine prova.

I pirometri, della tipologia *Ircon Modeline*<sup>®</sup> 5 Serie, posizionati sulla finestra superiore della camera da vuoto, vengono utilizzati per la misura della temperatura e dell'emissività durante i test. All'interno dei laboratori ci sono due tipologie di pirometri disponibili:

- Pirometro LT (Low Temperature) utilizzato per prove a basse temperature, ha un range di acquisizione dei dati dai 600°C fino ai 1400°C;
- Pirometro HT (High Temperature) utilizzato per prove dove si prevede la misurazione di elevate temperature, ha infatti un range di acquisizione dati dai 1000°C ai 3000°C.

### 3.5 Misura dell'emissività

Per la stima dell'emissività sono stati utilizzati i pirometri presenti ai Laboratori, che permettono sia la misura della temperatura che dell'emissività durante l'esecuzione dei test di riscaldamento. I pirometri utilizzati sono due pirometri bicolore nel campo degli infrarossi *Ircon Modeline® 5 Series 5R Sensor* dove la temperatura viene misurata tramite l'utilizzo di un sensore per l'energia irradiata dai materiali. La peculiarità di questi strumenti di misura è data dalle due modalità presenti nell'acquisizione:

- Modalità ad un colore, dove il pirometro necessita dell'emissività del materiale per valutarne la temperatura
- Modalità a due colori, il pirometro fornisce automaticamente l'emissività e temperatura misurati. In questa modalità come input necessario vi è un parametro chiamato E-slope cioè il rapporto dei valori di emissività delle due lunghezze d'onda di lavoro del pirometro. Nel caso di materiali non metallici il valore è unitario mentre per metalli non ossidati sale a 1.06.

Durante il test il sistema richiede automaticamente la tipologia di materiale da analizzare (metallo o non metallo) così da valutare il valore di E-slope e poter calcolare l'emissività del materiale durante gli step di prova. Grazie alle sue due modalità lo strumento legge la temperatura tramite la modalità tradizionale ad un colore, passa in seguito nella modalità di definizione dell'emissività e variandone il valore leggerà la temperatura acquisita fino al raggiungimento del valore letto nella condizione ad un colore.

Stimata la proprietà al variare della temperatura, verrà inserita nella macro delle proprietà del materiale d'interesse per poter procedere con la stima della conducibilità.



Figura 3.10: Lettura temperatura del pirometro presente ai Laboratori Nazionali di Legnaro.

## 3.6 Stima della conducibilità termica

Come già introdotto, la stima della conducibilità termica del materiale non può essere effettuata direttamente per via sperimentale, ma richiede una rielaborazione dei dati misurabili con opportuni apparati. Presso i Laboratori Nazionali di Legnaro è stato sviluppato un approccio semi-empirico, che combina i dati rilevabili presso il forno di caratterizzazione con un opportuno modello numerico.

Questo modello numerico, che dovrà riprodurre fedelmente l'apparato sperimentale utilizzato, riceve come input, sia l'andamento dell'emissività misurata al variare della temperatura, sia la potenza riscaldante impiegata nel test. L'unico parametro incognito per la descrizione del campo di temperatura del disco campione sarà la conducibilità termica del materiale. Attraverso un opportuno algoritmo di ottimizzazione, il modello numerico ipotizzerà un valore di conducibilità e confronterà le temperature rilevate sperimentalmente in alcuni punti di controllo del provino con i risultati numerici corrispondenti. Dopo un processo iterativo, la conducibilità termica del materiale sarà identificata quando il dato di temperatura calcolato per via numerica sarà coerente con quello sperimentale.

Questo permetterà la conoscenza del comportamento dei dischi target soggetti a forti gradienti termici, aspetto di primaria importanza sia per quanto riguarda l'ambito di ricerca, grazie allo studio delle proprietà al variare della temperatura, sia per quanto riguarda una futura applicazione come target per la facility SPES.

### 3.6.1 Modello numerico

Per ottenere un modello numerico che garantisca dei risultati rappresentativi della realtà è necessario studiare la geometria dei componenti dell'apparato sperimentale, i materiali che li costituiscono, il loro comportamento al variare della temperatura ed i fenomeni che si realizzano nell'apparato sperimentale. Noto tutto ciò, che può essere visto come la condizione al contorno del test, è possibile ricavare la conducibilità e studiare il campo di temperatura e come vedremo più avanti di tensione del disco testato grazie ai dati ottenuti dalla prova sperimentale inserendoli all'interno del modello numerico realizzato.

### 3.6.2 Modello CAD apparato sperimentale

Il primo passo per la realizzare un modello numerico è la definizione delle geometrie e la realizzazione di un modello 3D che rispecchi i componenti principali dell'apparato sperimentale. Sono stati quindi creati tramite il software *PTC CREO Parametric 2.0* le geometrie della campana da vuoto e degli elementi al suo interno: crogiolo, viti, aste, moretti ed elementi di supporto. (figura 3.11)

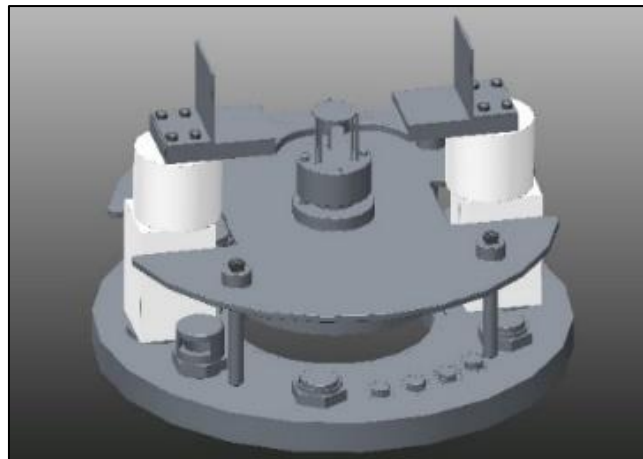


Figura 3.11: Modello CAD apparato sperimentale tramite il software *PTC CREO Parametric 2.0*

Nel realizzare i componenti si è tenuto da conto della complessità, anche computazionale, data dalla geometria particolare di elementi e la possibilità di semplificare alcuni componenti. Ne sono un esempio gli smussi ed i raccordi, che dove possibile, sono stati semplificati per permettere una geometria facilitata per la generazione degli elementi finiti (mesh). Un altro caso è dato dalla serpentina di raffreddamento della campana, che è stata volutamente eliminata imponendo un vincolo di temperatura sulla superficie esterna della camera da vuoto.

Sempre per alleggerire le simulazioni, i componenti trascurabili quali i dadi, bulloni, viti, le aste di sostegno del disco e le alette per schermare il calore del crogiolo sono stati eliminati data l'influenza trascurabile sul modello generale.

Infine tutti i componenti del modello 3D sono stati salvati in formato IGES così da garantire l'importazione delle geometrie nel software FEM Ansys®.

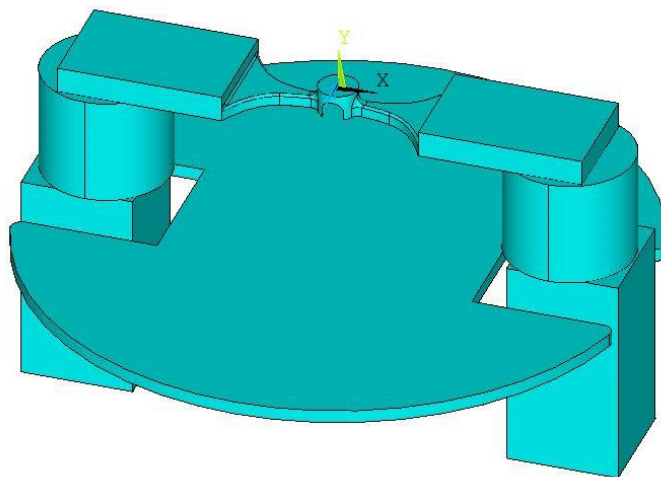


Figura 3.12: Modello CAD semplificato per l'utilizzo all'interno del software FEM Ansys®.

### 3.6.3 Modello FEM apparato sperimentale

Il passaggio successivo alla definizione dei volumi e delle geometrie del modello CAD è l'importazione dei file *IGES* all'interno del software FEM utilizzato: *Ansys Mechanical APDL* versioni 16.2, 18.2 e 19.2.

Inserite le geometrie, vanno collegate le superfici di contatto, così da poter avere una *mesh* continua grazie ad accoppiamento dei volumi. Il comando APDL utilizzato è il *VGLUE* che permette l'unione per le parti di contratto selezionate, l'APDL completo è riportato in appendice B.

È necessario adesso soffermarsi sulla tipologia di elemento da utilizzare nell'analisi, che devono essere scelti in base allo scopo della geometria a cui è associato:

- Per i componenti con il passaggio di corrente al suo interno, un esempio è il crogiolo riscaldante, è stato utilizzato l'elemento *SOLID226* che descrive le proprietà termo-elettriche;
- Per i restanti componenti l'elemento scelto è il *SOLID90* poiché l'unica variabile interessata è la temperatura.

Scelta la tipologia degli elementi è necessario definire la *mesh* per ogni componente dell'apparato. Anche qui si è cercato di semplificare ed alleggerire il tempo computazionale scegliendo la *mesh*, e quindi il numero di elementi, che garantisca per ogni componente la convergenza con un risultato con un errore accettabile contenendo il più possibile i tempi di elaborazione. Nella generazione della *mesh* sono state inserite anche le proprietà dei vari materiali, attraverso una macro specifica per ogni materiale utilizzato. La macro va a descrivere le proprietà necessarie per l'analisi di un materiale al variare della

temperatura e viene associata agli elementi durante la mesh. Un'immagine della mesh dei componenti all'interno della campana, e della campana stessa è riportata in figura 3.13.

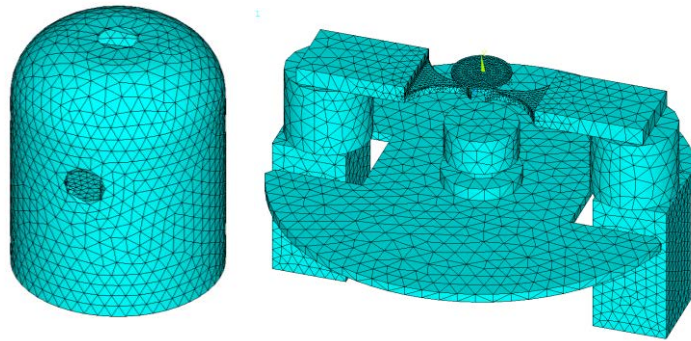


Figura 3.13: Mesh degli elementi dell'apparato sperimentale. A sinistra è riportata la campana ed a destra i componenti per il riscaldamento del disco.

Inserita la geometria e creata la mesh dell'apparato, bisogna generare le condizioni al contorno specifiche per il test eseguito ed inserire, come nel caso della serpentina di raffreddamento della campana, le condizioni che descrivono i componenti non riportati 3D per semplificare l'elaborazione:

- Temperatura superficie esterna campana impostata costante a 18 °C grazie alla serpentina ad acqua;
- Inserire il carico dovuto all'irraggiamento delle superfici che possono irraggiare il calore durante il test. Il fenomeno è comandato dall'emissività che è stata calcolata tramite l'utilizzo del pirometro;
- Temperatura iniziale uguale a quella ambientali pari a 20°C;
- Viene simulato il passaggio di corrente tra i due morsetti in rame imponendo la tensione nulla sulla superficie inferiore di un elettrodo mentre sull'altro, si inserisce il valore di corrente.

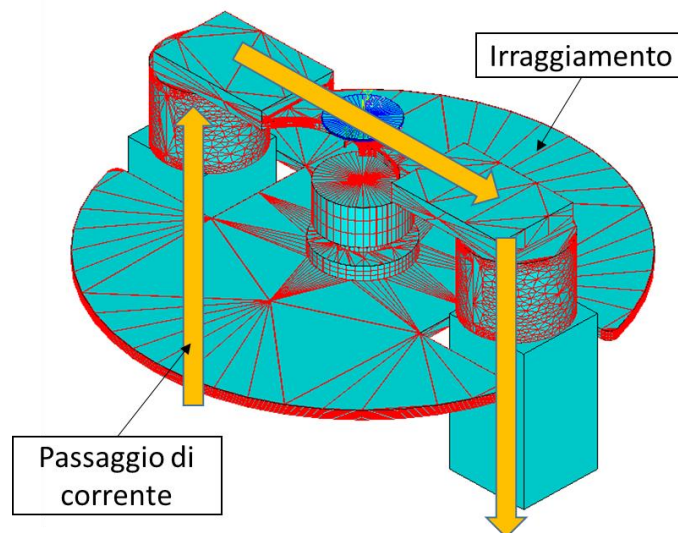


Figura 3.14: Carichi inseriti nel modello FEM con Ansys APDL.

Il modello, ora completo, può essere simulato valutando però la tipologia di soluzione da utilizzare. Per valutare la variazione del test nel tempo si è scelta la soluzione di tipo *transient*, che aumenta notevolmente i tempi computazionali ma consente di seguire la simulazione nel tempo. Per valutare lo

scambio di calore, soffermandosi sull'irraggiamento, è stata selezionata la simulazione transient con l'utilizzo del *Radiosity Solver Method*, metodo indicato per il fenomeno dell'irraggiamento.

### 3.7 Calibrazione modello numerico

Per poter utilizzare il modello numerico ed eseguire il metodo della funzione ottima è necessario verificarne la rappresentatività dell'apparato sperimentale. Il modello numerico, validato in lavori di tesi precedenti, è stato controllato attraverso un test di calibrazione prima di eseguire le misure per il calcolo della conducibilità.

Sono stati eseguiti tre test di calibrazione, sull'impianto privo di disco. Ciò ha permesso di misurare la temperatura del crogiolo in grafite, nella zona riscaldante a temperatura massima al variare della corrente. I risultati ottenuti sono stati infine confrontati con le temperature massime del crogiolo ricavate dal modello numerico.

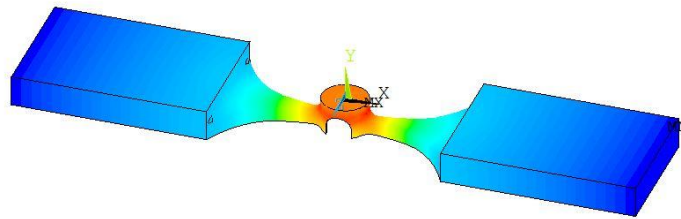


Figura 3.15: Risultati temperatura del crogiolo riscaldante nel modello FEM utilizzato.

I risultati numerici e sperimentali dell'apparato, sono riportati in figura 3.16

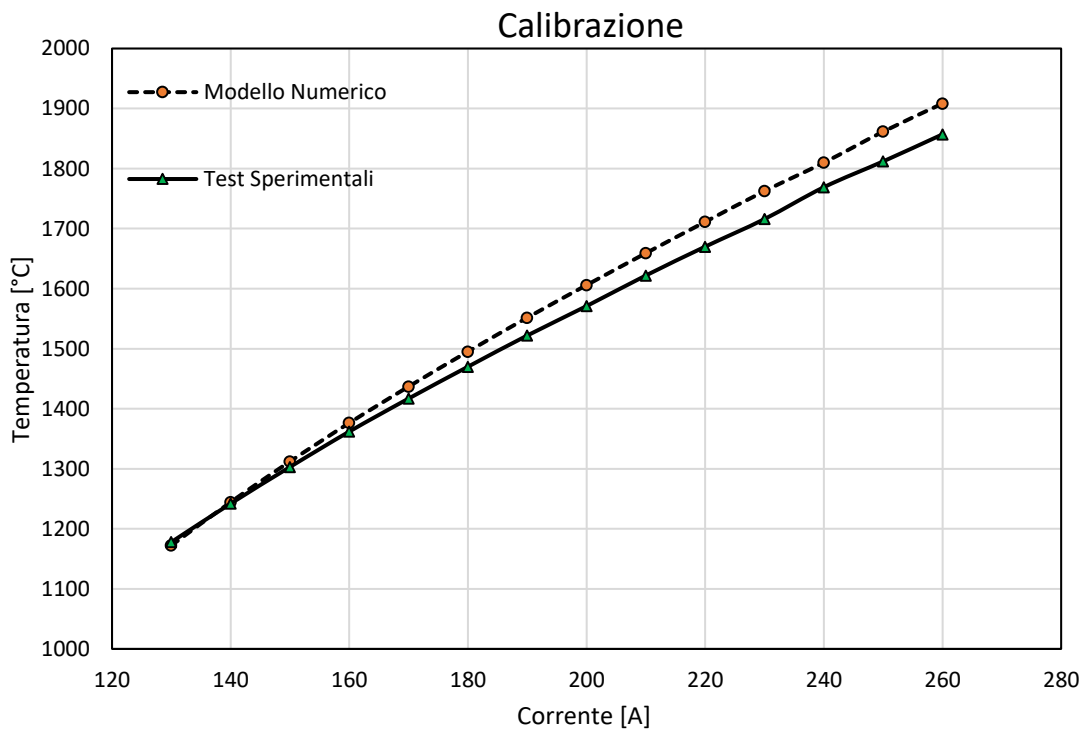


Figura 3.16: Andamento temperatura massima del crogiolo, nel caso dei test sperimentali eseguiti e del modello numerico in ANSYS®.

I risultati ottenuti tramite il modello numerico descrivono bene i dati sperimentali, l'errore massimo è relativo alle temperature maggiori, con una differenza di 50°C equivalente ad un errore massimo del 2,70 % alla corrente di 260 A.

### 3.8 Metodo della Funzione Ottima

Una volta verificata la validità del modello numerico, è possibile utilizzarlo per la stima della conducibilità termica a partire dai dati rilevati sperimentalmente. Per caratterizzare il materiale target, all'interno dei Laboratori Nazionali di Legnaro è stato realizzato il *metodo della funzione ottima*.

Il primo step per poterlo utilizzare è effettuare due test consecutivi nel laboratorio Alte Temperature: nel primo test il pirometro viene puntato in corrispondenza del centro del provino campione, mentre nel secondo viene rilevata la temperatura ad uno spot tangente alla periferia del disco perpendicolare al crogiolo.

In entrambi i test il riscaldamento è effettuato facendo passare corrente ad intensità crescente, attraverso una rampa pre-impostata con step di 5 A. Il crogiolo riscaldato per effetto Joule, irraggia il provino soprastante che andrà a formare gradienti termici, come in figura 3.17.

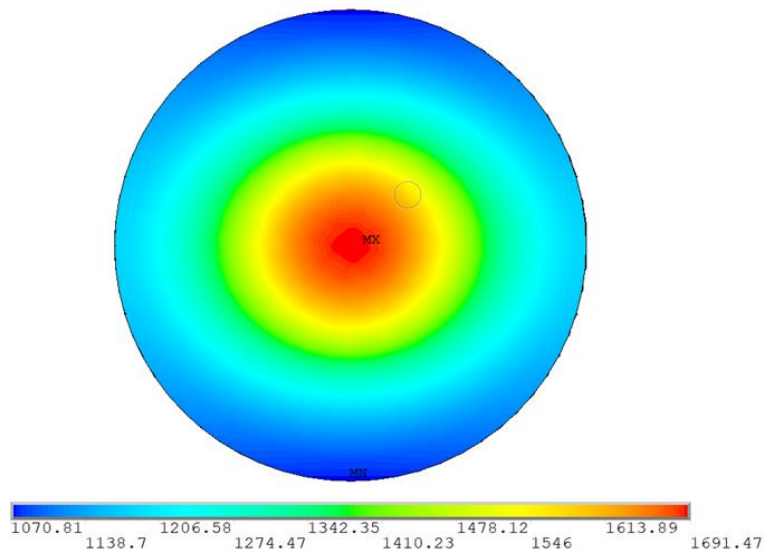


Figura 3.17: Campo di temperatura disco in Carburo di Silicio.

Eseguiti entrambi i test, i valori delle temperature durante i step di corrente, vengono inseriti all'interno del modello numerico che riproduce le esperienze eseguite.

Qui si inserisce il modello sviluppato che tramite un processo iterativo esegue le analisi tramite il modello numerico variandone la conducibilità. La convergenza prosegue valutando le temperature numeriche e confrontandole con quelle ottenute dai test in laboratorio.

#### 3.8.1 Acquisizione temperature

È importante soffermarsi sull'acquisizione delle temperature ed il loro impiego all'interno della funzione ottima.

Il primo passo è legato all'esecuzione di test per ottenere le temperature, vengono quindi eseguiti due test con le medesime condizioni e la stessa rampa di controllo della corrente. Il test dovrà essere non distruttivo, per permettere il riutilizzo del provino, e tramite il pirometro verranno lette le temperature durante la prova. Verranno effettuate le letture sul centro del provino in un test, mentre sulla periferia in direzione perpendicolare al crogiolo durante il secondo. La figura 3.18 descrive le zone di



misurazione della temperatura da parte del pirometro. È da puntualizzare la modalità di lettura dello strumento di misura: vengono infatti misurate le temperature di quattro punti su uno spot circolare.

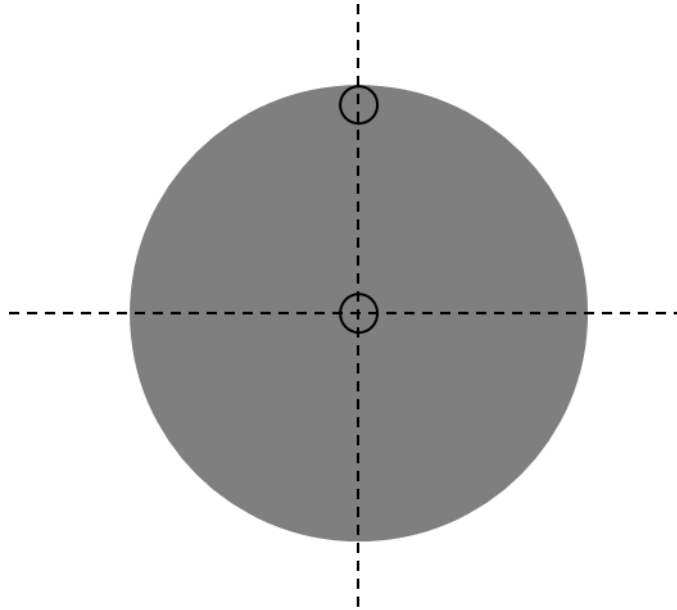


Figura 3.18: Esempio punti di lettura della temperatura da parte del pirometro [27].

È possibile adesso introdurre il gradiente termico  $\Delta T$ , che data la modalità di riscaldamento è anche quello massimo presente sul provino:

$$\Delta T = T_{\text{centro}} - T_{\text{periferia}} \quad 3.7$$

All'aumentare della corrente riscaldante, ci sarà un conseguente aumento del gradiente termico sul disco.

### 3.8.2 Analisi modello numerico

Le temperature note dai test effettuati vengono inserite nel modello di *ANSYS Mechanical APDL* dove sono già state generate tutte le geometrie, generate le mesh e poste le condizioni al contorno previste nel modello numerico. Il software tramite il *Design Optimization Tool* sfrutta le temperature in entrata lanciando un processo iterativo variando la conducibilità termica, fino a convergere verso i valori delle temperature sperimentali in ingresso con un errore inferiore al 4%. In ingresso va fornita nella macro del materiale da testare, oltre alle temperature acquisite, l'emissività ottenuta dal pirometro durante il test di misurazione della temperatura al centro del provino.

Il processo iterativo necessita di alcuni dati di input, forniti come valore di primo tentativo. Nel caso del SiC considerato in questo lavoro di tesi, sono stati fissati tre set di valori sulla di dati di conducibilità trovati in letteratura su carburi affini [28]. Il metodo andrà ad eseguire le analisi numeriche di ogni conducibilità inserita, iniziando il processo iterativo relativo ai dati aventi il minor scarto quadratico tra le temperature sperimentali acquisite e quelle numeriche. Sfruttando la relazione dei minimi quadrati:

$$RQ = \sum_{i=I_{\min}}^{I_{\max}} (TCS_i - TCN_i)^2 + (TPS_i - TPN_i)^2 \quad 3.8$$

Dove:

- $TCS_i$ : è la temperatura al centro del disco misurata sperimentalmente;
- $TPS_i$ : è la temperatura alla periferia del disco misurata sperimentalmente;

- $TCNi$ : è la temperatura al centro del disco da modello numerico;
- $TPNi$ : è la temperatura alla periferia del disco da modello numerico.

### 3.8.3 Relazione conducibilità termica

Il metodo della funzione ottima, utilizza una relazione polinomiale per il calcolo della conducibilità, in questo caso è stata utilizzata una polinomiale di forma quadratica:

$$\lambda = C_0 + C_1 \cdot T + C_2 \cdot T^2 \quad 3.9$$

Dove si ha:

- $\lambda$  la conducibilità termica;
- $C_0, C_1, C_2$  sono costanti che descrivono la curva della conducibilità;
- $T$  è la temperatura.

Come output dal metodo si avranno quindi le tre costanti descriventi la funzione della conducibilità in funzione della temperatura. Saranno utilizzate le costanti ottenute con l'errore RQ tra temperature numeriche e sperimentali più basso così da garantire il miglior dato possibile sulla valutazione della proprietà.

È possibile così stimare una delle proprietà più importanti dal punto di vista termico del materiale, essenziale per una piena caratterizzazione termica e per valutare l'utilizzo del materiale come elemento costituente i dischi target.

Il procedimento svolto dal processo iterativo del metodo della funzione ottima è riassunto nello schema a blocchi in figura 3.19:

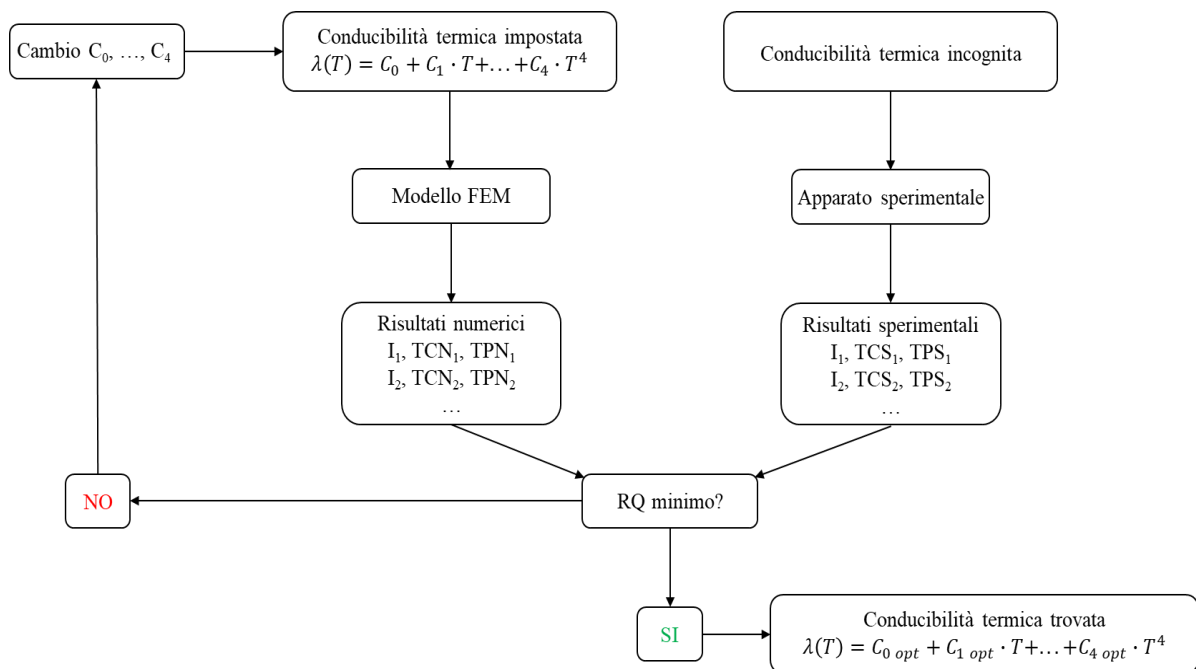


Figura 3.19: Schema del processo eseguito dal metodo della funzione ottima.

### 3.9 Caratterizzazione SiC SA

Per la stima della conducibilità termica del Carburo di Silicio Hexoloy SA è stato utilizzato il metodo della funzione ottima, attraverso il modello numerico realizzato, dopo l'acquisizione dei dati sperimentali tramite i test eseguiti sull'apparato sperimentale.

Per questa tipologia di SiC, la conducibilità era già nota a letteratura [23] viene riportato il grafico in figura 3.18:

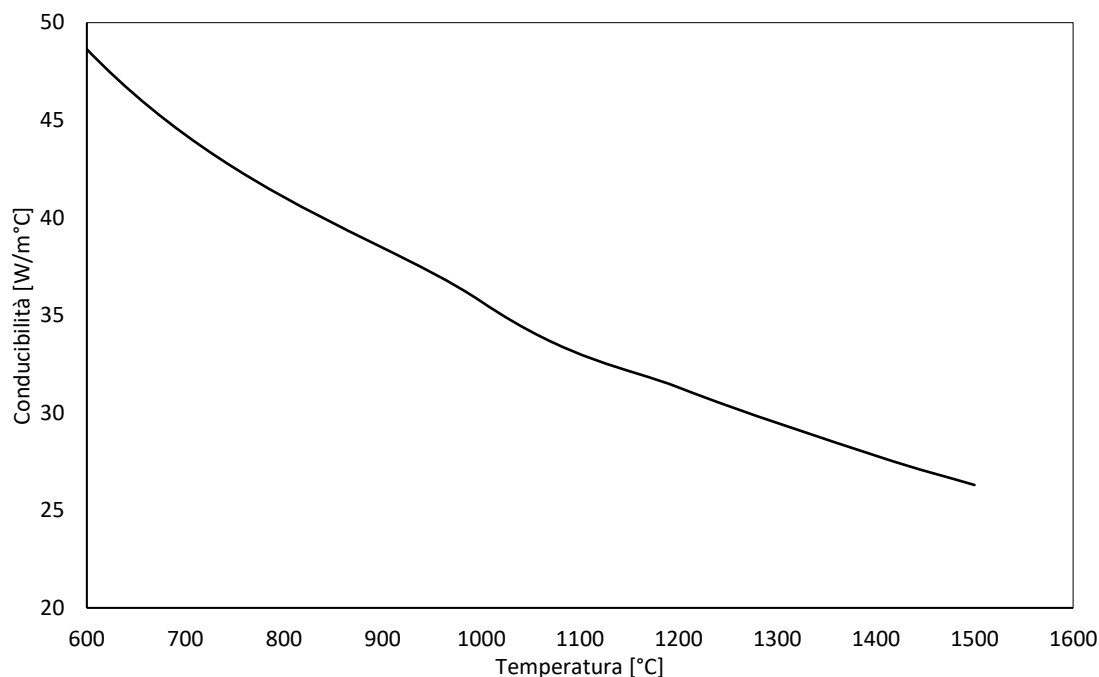


Figura 3.20: Andamento conducibilità del SiC SA secondo [23].

#### 3.9.1 Dati sperimentali SiC SA

Il primo passo per la stima della conducibilità è l'esecuzione dei test grazie all'apparato sperimentale presente nel laboratorio Alte Temperature. Come descritto nel paragrafo 3.5.1 è necessaria l'acquisizione della temperatura in due punti del provino: centro disco e periferia perpendicolarmente al crogiolo. Data la possibilità di misura della temperatura in un solo punto durante il test è stato necessario eseguire in tutto sei test sperimentali, tre dei quali hanno visto l'acquisizione della temperatura al centro del provino ed i restati tre alla periferia.

È stato utilizzato sempre il medesimo disco aventi le seguenti caratteristiche iniziali:

Materiale	Diametro [mm]	Spessore [mm]	Volume [mm <sup>3</sup> ]	Distanza dal crogiolo [mm]
SiC SA	30	1	706,86	2,5

Tabella 3.1: Dimensioni e caratteristiche principali provino SiC SA utilizzato.

Il provino è stato posto ad una distanza di 2,5 mm dal riscaldatore, con valori massimi di temperatura di 1295 °C ottenuti alla corrente massima di 230 A. Le condizioni di riscaldamento sono state garantite dalla rampa di riscaldamento utilizzata in tutti i test eseguiti, figura 3.19.

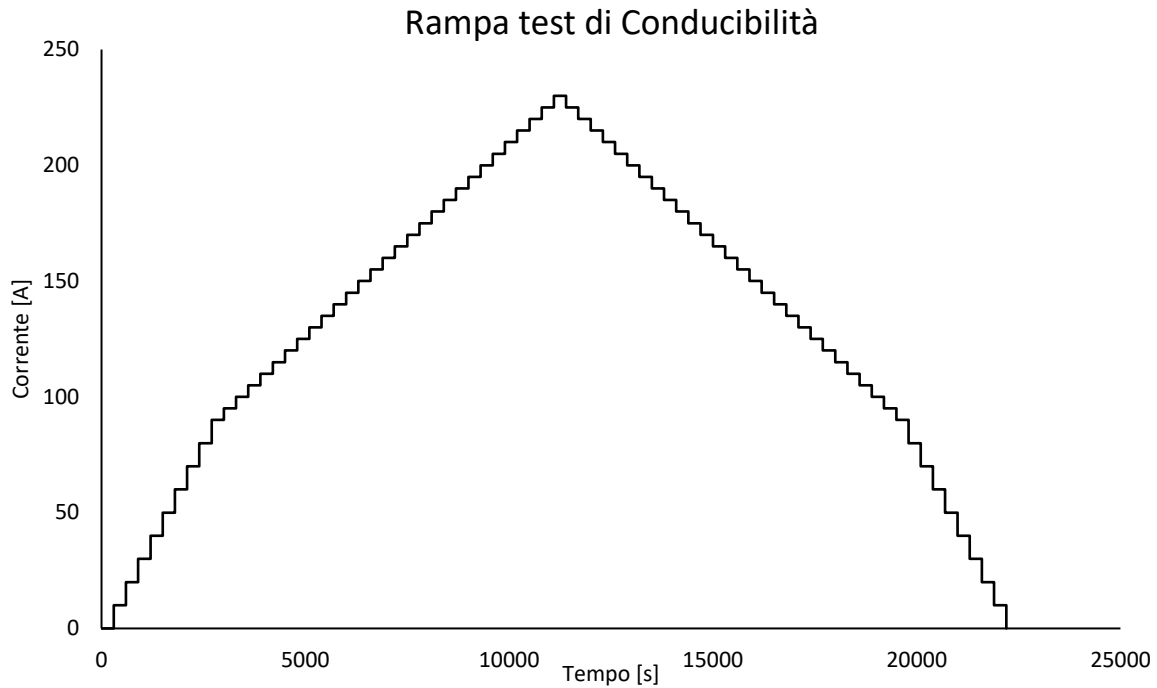


Figura 3.21: Rampa di riscaldamento per i test di conducibilità del SiC SA.

La corrente massima di riscaldamento della rampa è pari a 230 A, avente step con una variazione di corrente di 10 A, fino ai 90 A per poi aumentare di 5 A ogni gradino.

Questo permette di non stressare eccessivamente il crogiolo riscaldante durante gli step finali di salita della corrente, ed inoltre garantisce un controllo più minuzioso della temperatura sul disco nella rampa di salita finale. Ogni step ha durata di 300 s così da garantire il raggiungimento del regime stazionario del sistema e quindi l'acquisizione della temperatura massima alla corrente fornita. Il sistema di acquisizione riporterà la temperatura misurata una volta al minuto durante ogni step. I dati acquisiti sono stati infine manipolati e raccolti per l'inserimento nel modello numerico:

Corrente [A]	Temperatura periferia [°C]	Temperatura Centro [°C]
140	765	828
150	808	884
160	849	938
170	887	992
180	924	1046
190	959	1097
200	991	1147
210	1024	1195
220	1057	1244
230	1090	1295

Tabella 3.2: Temperature sperimentali in corrispondenza del centro e della periferia del disco al variare della corrente di alimentazione.

Questi valori di temperatura sono quelli che vengono dati in input al software ANSYS per eseguire la stima della conducibilità termica tramite il metodo della funzione ottima.

### 3.9.2 Valutazione emissività

All'interno del modello numerico sono state definite le proprietà note dei materiali costituenti l'apparato sperimentale, riportate in appendice D. nel caso del materiale da testare è invece necessaria una valutazione: le proprietà inserite nella Macro del SiC SA sono state fornite dalla ditta produttrice, o sono state analizzate tramite studi precedenti. Vi è un'unica eccezione data dall'emissività del materiale, il cui valore regola le leggi di irraggiamento e quindi influisce ampiamente sul modello creato. Proprio per questo, l'emissività è stata misurata tramite l'utilizzo del pirometro durante la prova, viene riportato l'andamento per il provino testato.

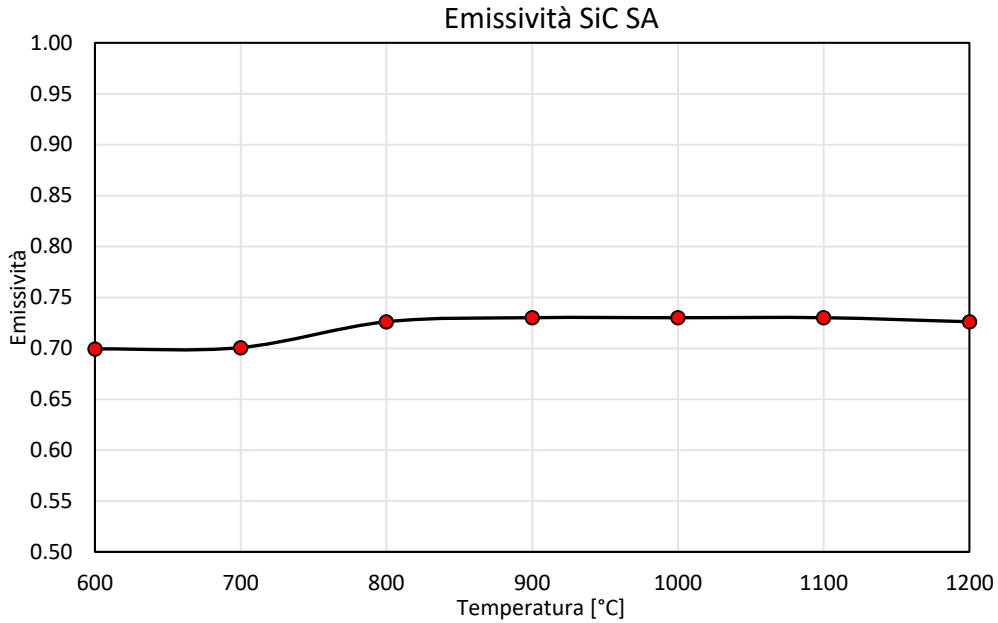


Figura 3.22: Andamento Emissività SiC SA al variare della temperatura di prova.

I risultati ottenuti sono stati inseriti all'interno della Macro del SiC SA, così da valutare l'irraggiamento in maniera appropriata all'interno del modello numerico in Ansys®.

### 3.9.3 Conducibilità attraverso il metodo della funzione ottima

Il metodo della funzione ottima viene quindi utilizzato per la stima della conducibilità del Carburo di Silicio SA.

Le temperature ricavate dalle prove sperimentali sono quindi state inserite nel modello utilizzato. Il modello iterativo varia l'andamento della conducibilità basandosi sulle temperature sperimentali. In output il metodo descrive l'andamento della conducibilità secondo una relazione quadratica fornendo le tre costanti del polinomio di secondo grado

$$\lambda = C_0 + C_1 \cdot T + C_2 \cdot T^2 \quad 3.10$$

Il risultato delle iterazioni avente il minor scarto quadratico viene riportato in tabella 3.3

	SiC SA
<b>C<sub>0</sub></b>	114,64
<b>C<sub>1</sub></b>	0,1384
<b>C<sub>2</sub></b>	0,000059
<b>RQ</b>	8210,65

Tabella 3.3: Valori delle costanti descriventi l'andamento della conducibilità del SiC SA al variare della temperatura, ottenute tramite il metodo della funzione ottima.

I risultati raggiunti, sono frutto di più simulazioni poiché i valori inseriti come primo tentativo in alcuni casi potevano non portare a convergenza il modello. In quei casi e nei casi in cui i dati del processo iterativo non arrivavano a soluzione è stato necessario rieseguire la simulazione, cambiando i valori iniziali. Vengono qui riportati gli andamenti dei valori principali durante le iterazioni:

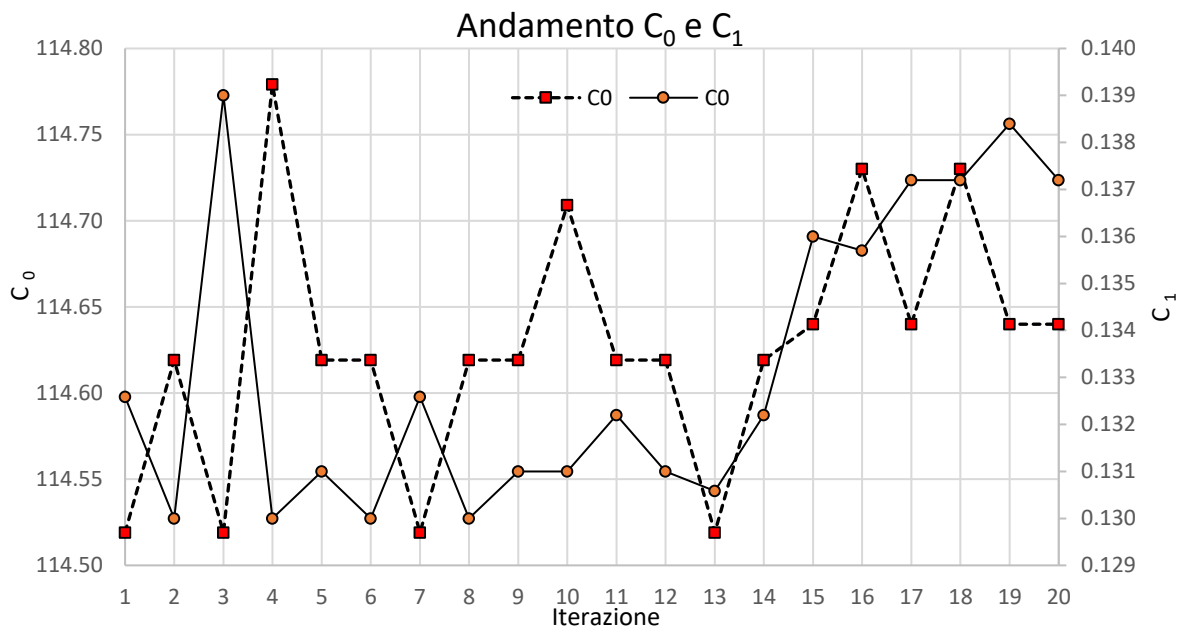


Figura 3.23: Andamento  $C_0$  e  $C_1$  durante le iterazioni eseguite con il metodo della funzione ottima per il calcolo della conducibilità del SiC SA.

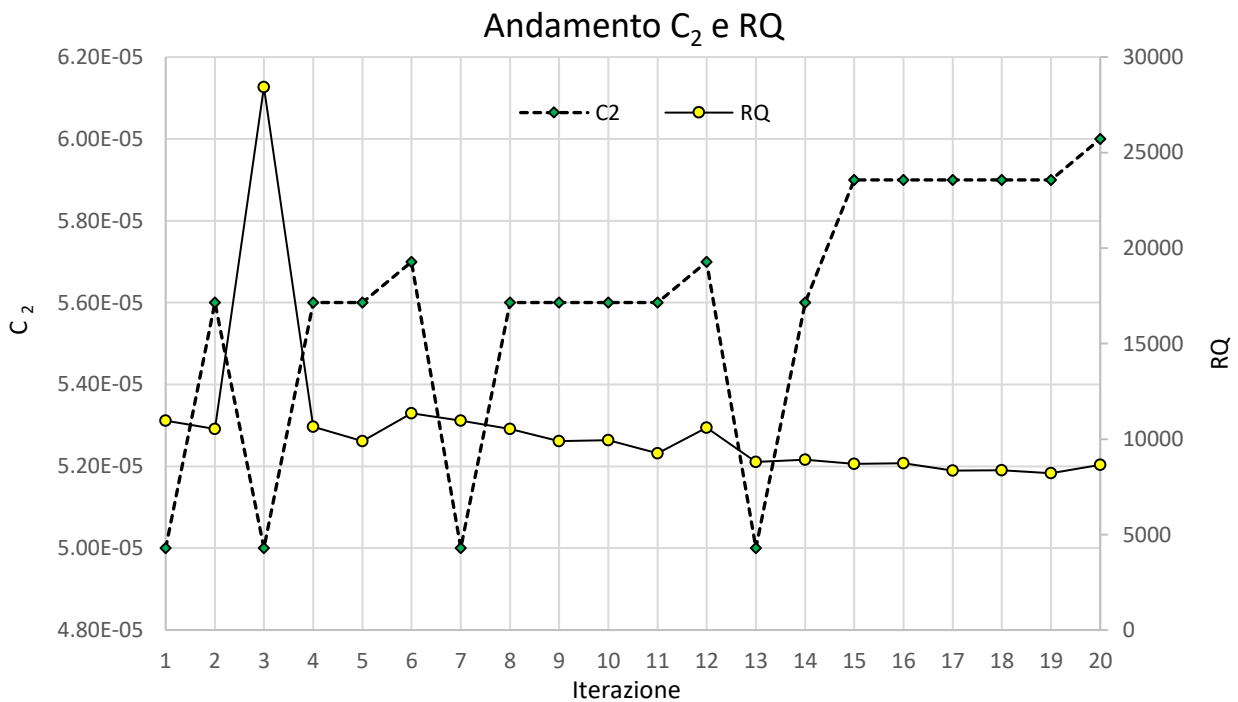


Figura 3.24: Andamento  $C_2$  e RQ durante le iterazioni eseguite con il metodo della funzione ottima per il calcolo della conducibilità del SiC SA.

Viene infine riportata la curva di conducibilità calcolata attraverso il metodo della funzione ottima e quella relativa ai dati presenti in letteratura [23]:

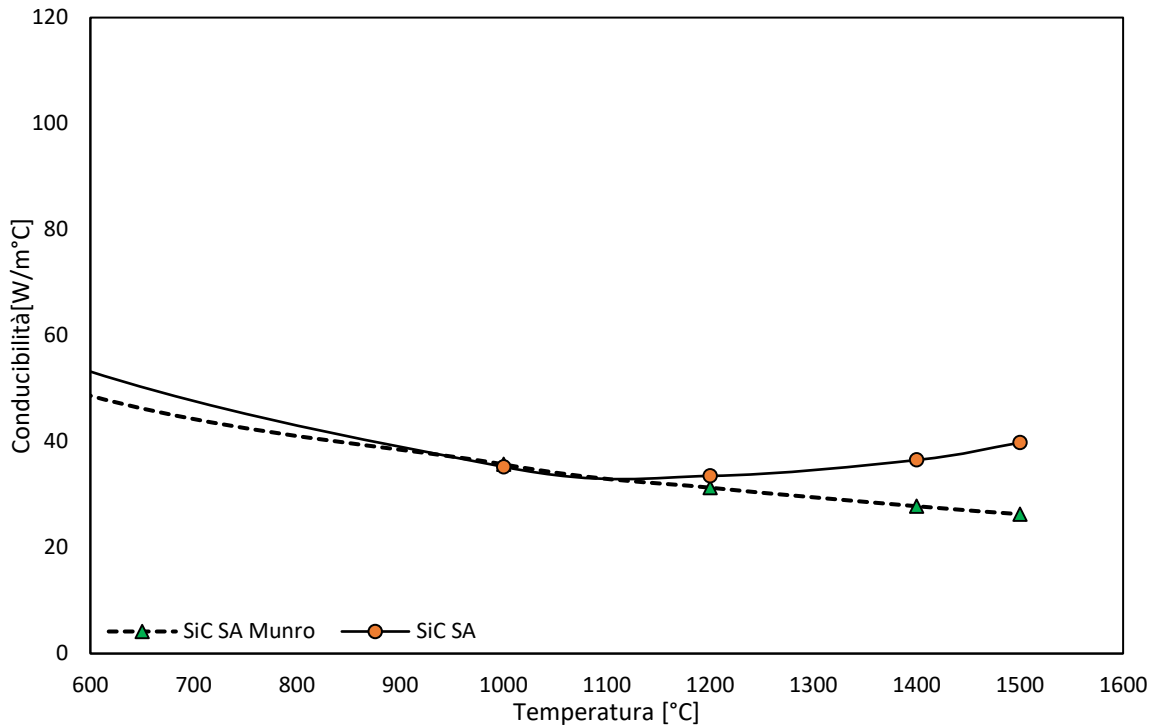


Figura 3.25: Andamento conducibilità termica del SiC presente da letteratura (Munro) e del Sic testato ai Laboratori Nazionali di Legnaro.

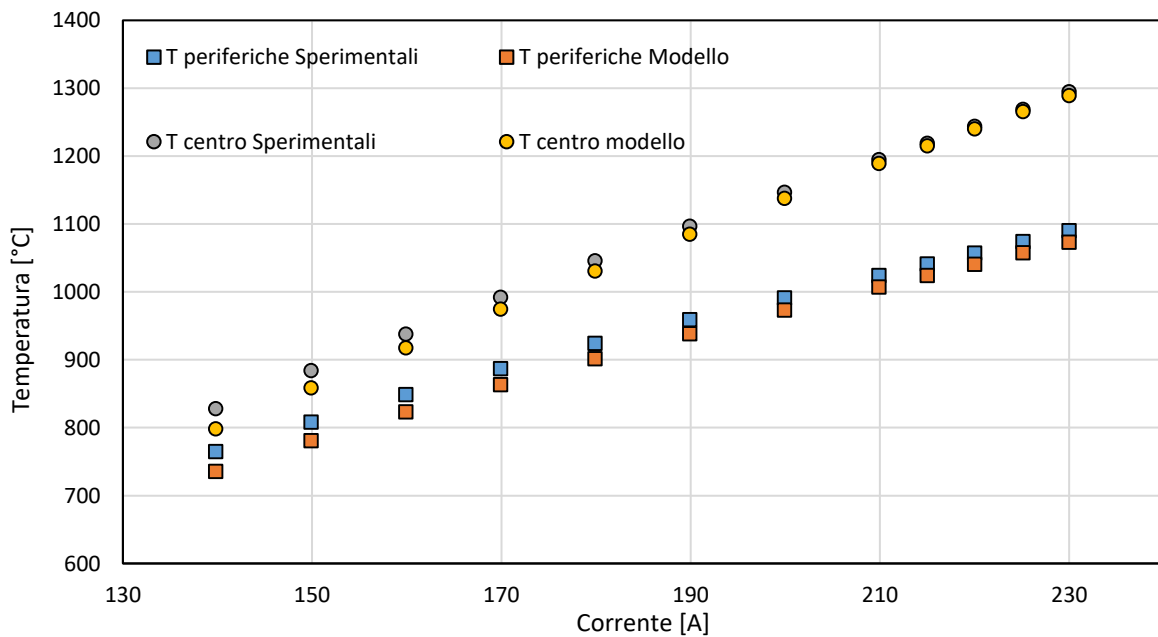


Figura 3.26: Confronto tra le temperature, centrali e lungo la periferia, ottenute dai test sperimentali e quelle relative alla conducibilità ricavata tramite il metodo della funzione ottima.

La differenza maggiore è relativa alla corrente minima, di 140 A, sia per la temperatura relativa al centro del provino che per quella periferica. In entrambi i casi la differenza con il modello è di 30 °C con un errore massimo, lungo la periferia, del 3,9%. Il modello garantisce qui una buona approssimazione dei dati acquisiti.

### 3.10 Caratterizzazione SiC SE

Per la stima della conducibilità termica del Carburo di Silicio Hexoloy SE è stato utilizzato il metodo della funzione ottima, come nel caso precedente, dopo aver acquisito i dati sperimentali tramite i test eseguiti sull'apparato sperimentale. Per questa tipologia di SiC non erano presenti dati in letteratura, ad aiutare l'analisi per la convergenza, sono state quindi necessarie un numero maggiore di iterazioni.

#### 3.10.1 Dati sperimentali SiC SE

Il primo passo per la stima della conducibilità è l'esecuzione dei test grazie all'apparato sperimentale presente nel laboratorio Alte Temperature per l'acquisizione della temperatura in due punti del provino: centro disco e periferia perpendicolarmente al crogiolo. Data la possibilità di misura della temperatura in un solo punto durante il test è stato necessario eseguire in tutto sei test sperimentali, tre per il centro del provino e tre per la periferia.

È stato utilizzato sempre il medesimo disco aventi le seguenti caratteristiche iniziali:

Materiale	Diametro [mm]	Spessore [mm]	Volume [mm <sup>3</sup> ]	Distanza dal crogiolo [mm]
SiC SA	40	0,6	753,98	3

Tabella 3.4: Dimensioni e caratteristiche principali provino SiC SE utilizzato.

Il provino a causa dello spessore minore è stato posto ad una distanza di 3 mm dal riscaldatore, così da non portare a rottura il materiale con valori massimi di temperatura di 1225 °C ottenuti alla corrente massima di 210 A. Le condizioni di riscaldamento sono state garantite dalla rampa di riscaldamento utilizzata in tutti i test eseguiti, figura 3.25.

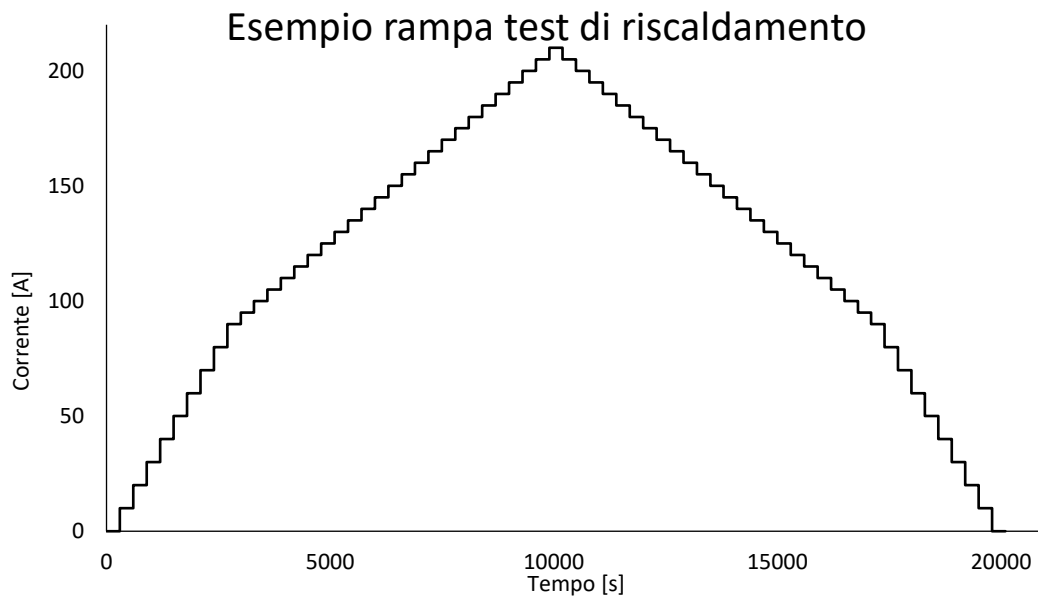


Figura 3.27: Rampa di riscaldamento per i test di conducibilità del SiC SE.

La corrente massima di riscaldamento della rampa è pari a 210 A, avente step con una variazione di corrente di 10 A, fino ai 90 A per poi aumentare di 5 A ogni gradino.



Ogni step ha durata di 300 s così da garantire il raggiungimento del regime stazionario del sistema e quindi l'acquisizione della temperatura massima alla corrente fornita. I dati acquisiti sono stati infine raccolti per l'inserimento nel modello numerico:

Corrente [A]	Temperatura periferia [°C ]	Temperatura Centro [°C ]
130	670,50	769,50
140	708,25	832,5
150	743,75	893,00
160	776,5	952,5
170	807,25	1009,5
180	835,25	1066,5
190	862,75	1120,5
200	888,25	1174,00
210	913,50	1225,00

Tabella 3.5: Temperature sperimentali in corrispondenza del centro e della periferia del disco al variare della corrente di alimentazione.

Questi valori di temperatura sono quelli che vengono dati in input al software ANSYS per eseguire la stima della conducibilità termica tramite il metodo della funzione ottima.

### 3.10.2 Valutazione emissività

All'interno del modello numerico sono state definite le proprietà note dei materiali costituenti l'apparato sperimentale, riportate in appendice D. Nel caso dell'emissività del materiale, il cui valore regola le leggi di irraggiamento e quindi influisce ampiamente sul modello creato è stata misurata tramite l'utilizzo del pirometro durante la prova.

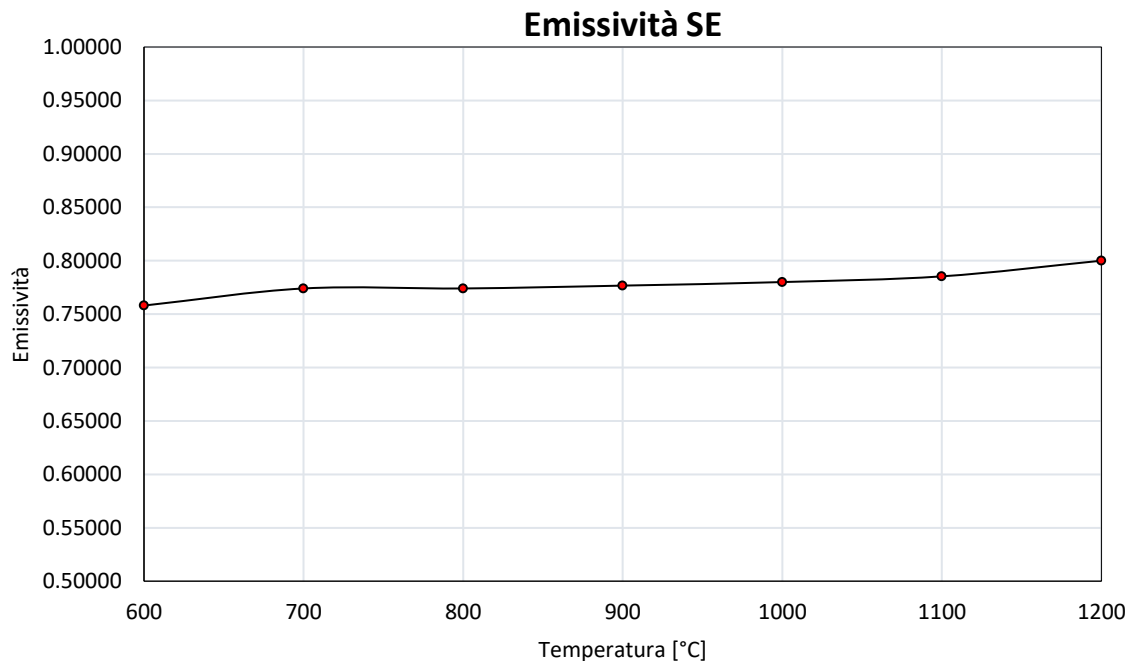


Figura 3.28: Andamento Emissività SiC SE al variare della temperatura di prova.

I risultati ottenuti sono stati inseriti all'interno della Macro del SiC SE, così da valutare l'irraggiamento in maniera appropriata all'interno del modello numerico in Ansys®.

### 3.10.3 Conducibilità attraverso il metodo della funzione ottima

Il metodo della funzione ottima viene quindi utilizzato per la stima della conducibilità del Carburo di Silicio SE.

Le temperature ricavate dalle prove sperimentali sono quindi state inserite nel modello utilizzato. Il modello iterativo varia l'andamento della conducibilità basandosi sulle temperature sperimentali. In output il metodo descrive l'andamento della conducibilità secondo una relazione quadratica fornendo le tre costanti del polinomio di secondo grado

$$\lambda = C_0 + C_1 \cdot T + C_2 \cdot T^2 \quad 3.10$$

Il risultato delle iterazioni avente il minor scarto quadratico viene riportato in tabella 3.3

SiC SE	
<b>C<sub>0</sub></b>	194,4569557
<b>C<sub>1</sub></b>	0,2567928
<b>C<sub>2</sub></b>	0,0001051
<b>RQ</b>	49552,107

Tabella 3.6: Valori delle costanti descriventi l'andamento della conducibilità del SiC SE al variare della temperatura, ottenute tramite il metodo della funzione ottima.

I risultati raggiunti, sono frutto di più simulazioni poiché i valori inseriti come primo tentativo in alcuni casi potevano non portare a convergenza il modello. In quei casi e nei casi in cui i dati del processo iterativo non arrivavano a soluzione è stato necessario rieseguire la simulazione, cambiando i valori iniziali. Vengono qui riportati gli andamenti dei valori principali durante le iterazioni:

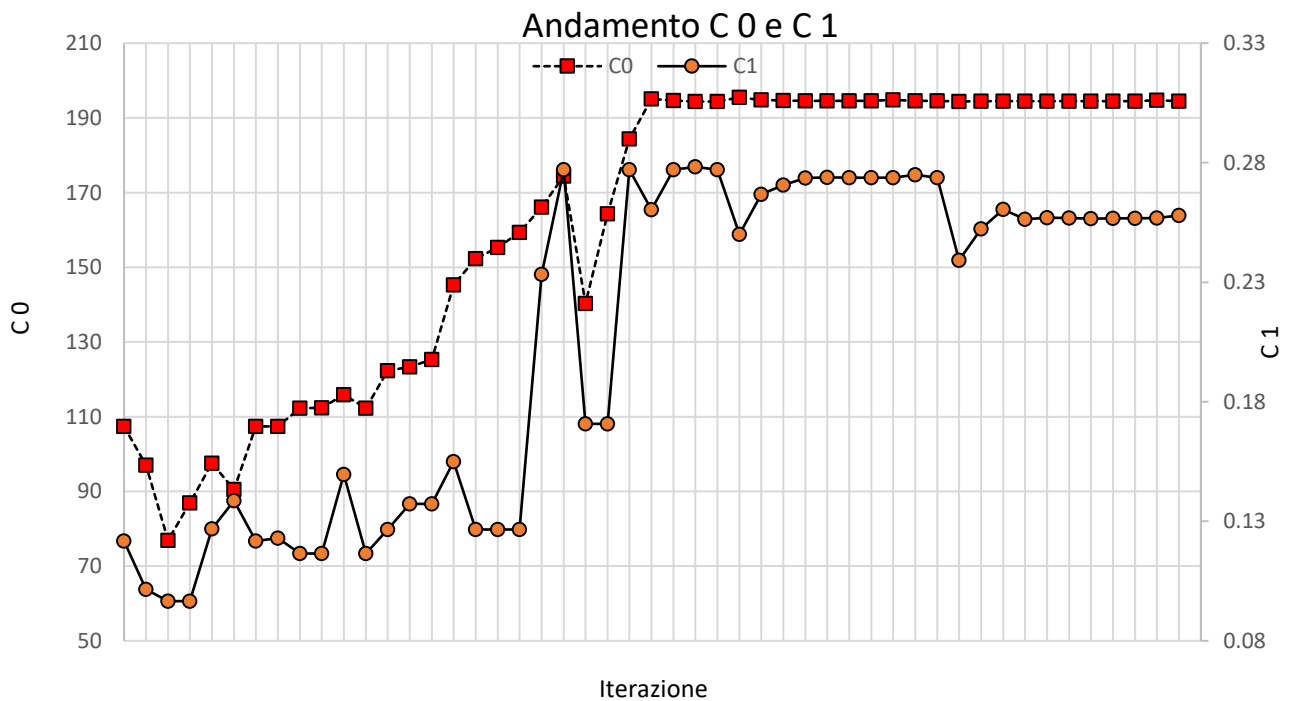


Figura 3.29: Andamento C<sub>0</sub> e C<sub>1</sub> durante le iterazioni eseguite con il metodo della funzione ottima per il calcolo della conducibilità del SiC SE.

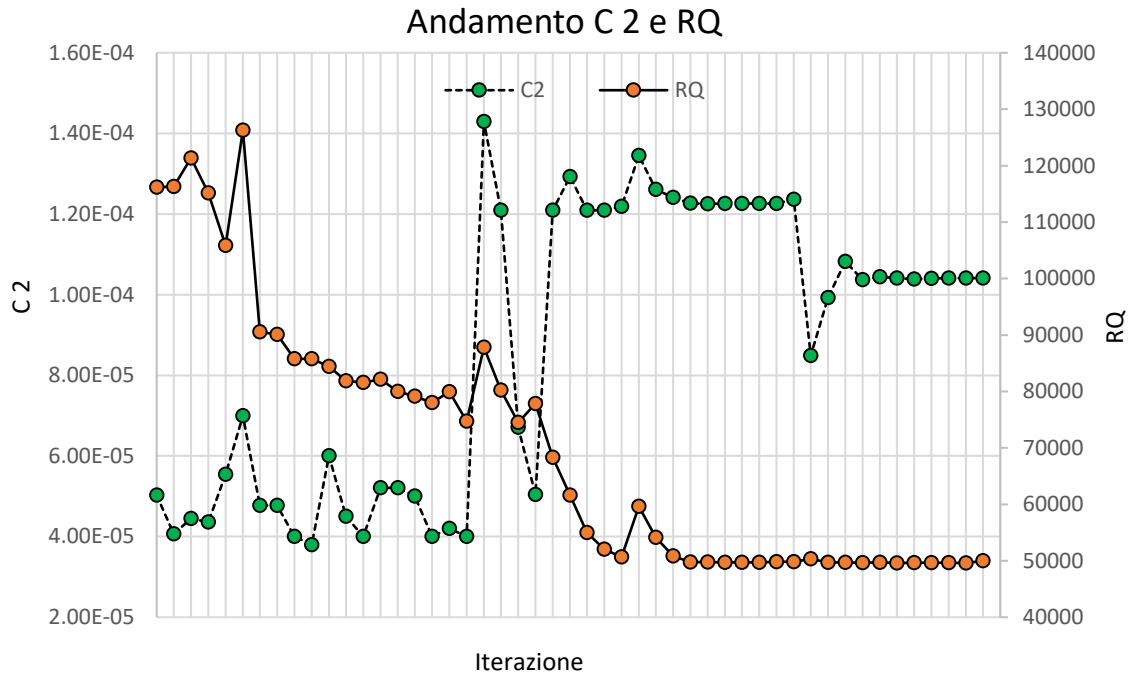


Figura 3.30: Andamento  $C_2$  e  $RQ$  durante le iterazioni eseguite con il metodo della funzione ottima per il calcolo della conducibilità del SiC SE.

Viene infine riportata la curva di conducibilità calcolata attraverso il metodo della funzione ottima:

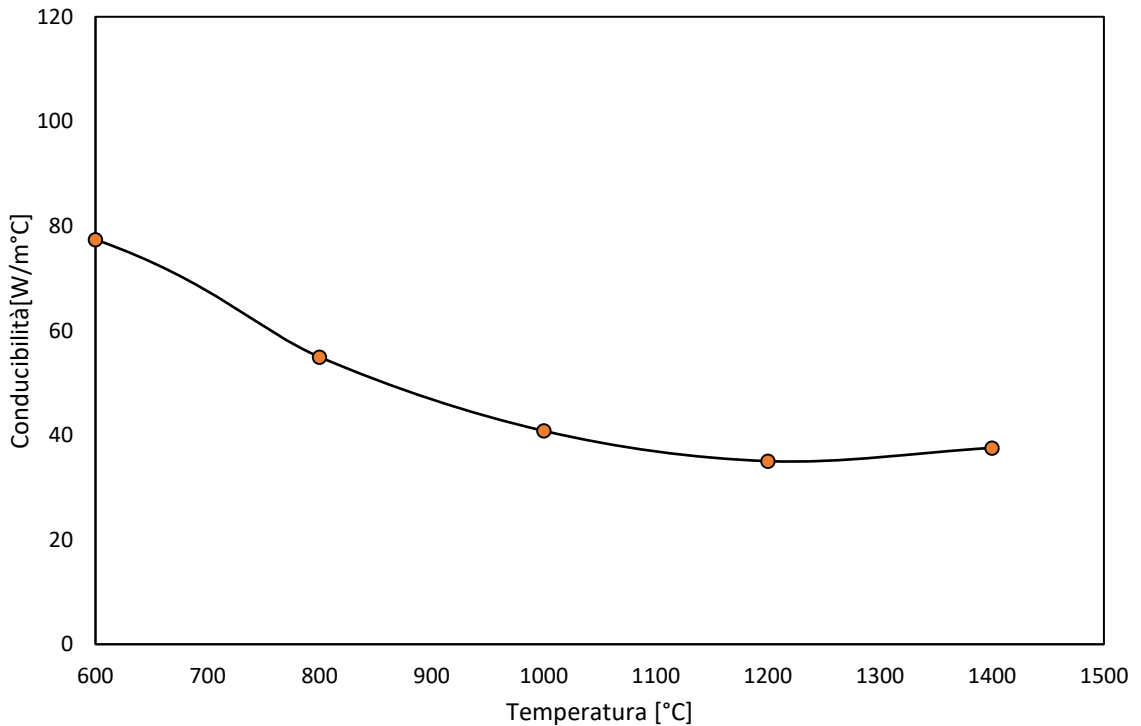


Figura 3.31: Andamento conducibilità termica del SiC SE testato ai Laboratori Nazionali di Legnaro.

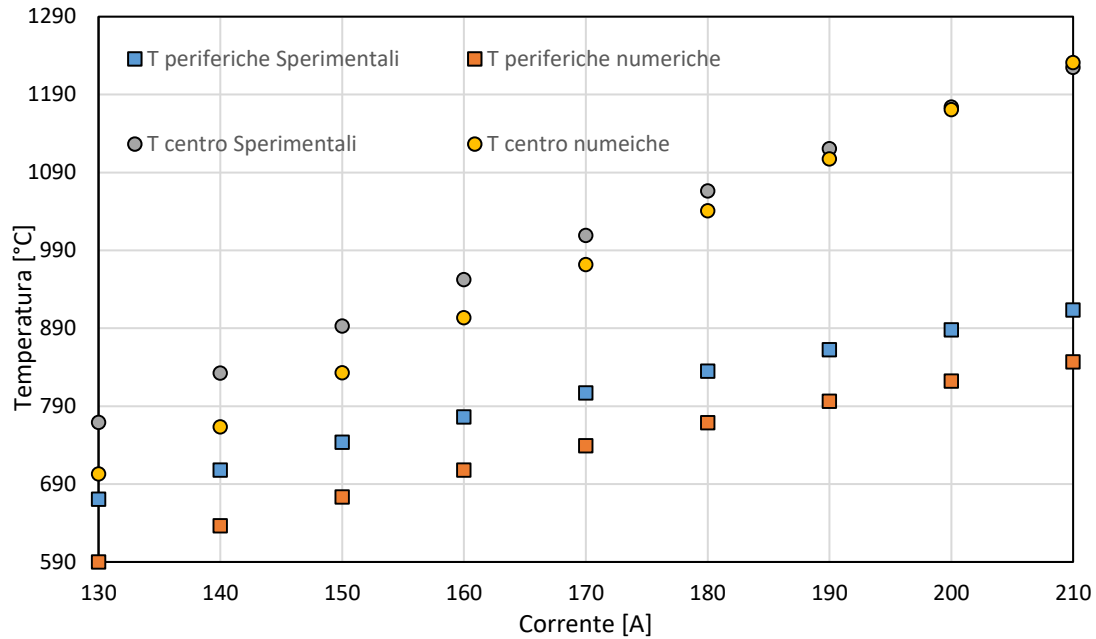


Figura 3.32: Confronto tra le temperature, centrali e lungo la periferia, ottenute dai test sperimentali e quelle relative alla conducibilità ricavata tramite il metodo della funzione ottima.

La differenza maggiore è relativa alla corrente minima, di 130 A, sia per la temperatura relativa al centro del provino che per quella periferica. Nel caso della temperatura periferica la differenza è maggiore, con un  $\Delta T$  di 81 °C con un errore massimo, del 12,09%. L'errore è dovuto sicuramente dalle temperature basse per il modello realizzato e dalla presenza di porosità che creano variazioni di densità rispetto al modello numerico.

### 3.11 Caratterizzazione SiC SP

Per la stima della conducibilità termica del Carburo di Silicio Hexoloy SP è stato utilizzato il metodo della funzione ottima, dopo l'acquisizione dei dati sperimentali tramite i test eseguiti sull'apparato sperimentale, come nei casi precedenti.

#### 3.11.1 Dati sperimentali SiC SP

Il primo passo per la stima della conducibilità è l'esecuzione dei test grazie all'apparato sperimentale presente nel laboratorio Alte Temperature. Dove è stata acquisita la temperatura in due punti del provino: centro disco e periferia perpendicolarmente al crogiolo. Data la possibilità di misura della temperatura in un solo punto durante il test è stato necessario eseguire in tutto sei test sperimentali, tre dei quali hanno visto l'acquisizione della temperatura al centro del provino ed i restati tre alla periferia.

È stato utilizzato sempre il medesimo disco aventi le seguenti caratteristiche iniziali:

Materiale	Diametro [mm]	Spessore [mm]	Volume [mm <sup>3</sup> ]	Distanza dal crogiolo [mm]
SiC SA	40	1,2	1507,96	2,5

Tabella 3.7: Dimensioni e caratteristiche principali provino SiC SP utilizzato.

Il provino è stato posto ad una distanza di 2,5 mm dal riscaldatore, con valori massimi di temperatura di 1295 °C ottenuti alla corrente massima di 220 A. Le condizioni di riscaldamento sono state garantite dalla rampa di riscaldamento utilizzata in tutti i test eseguiti, figura 3.30.

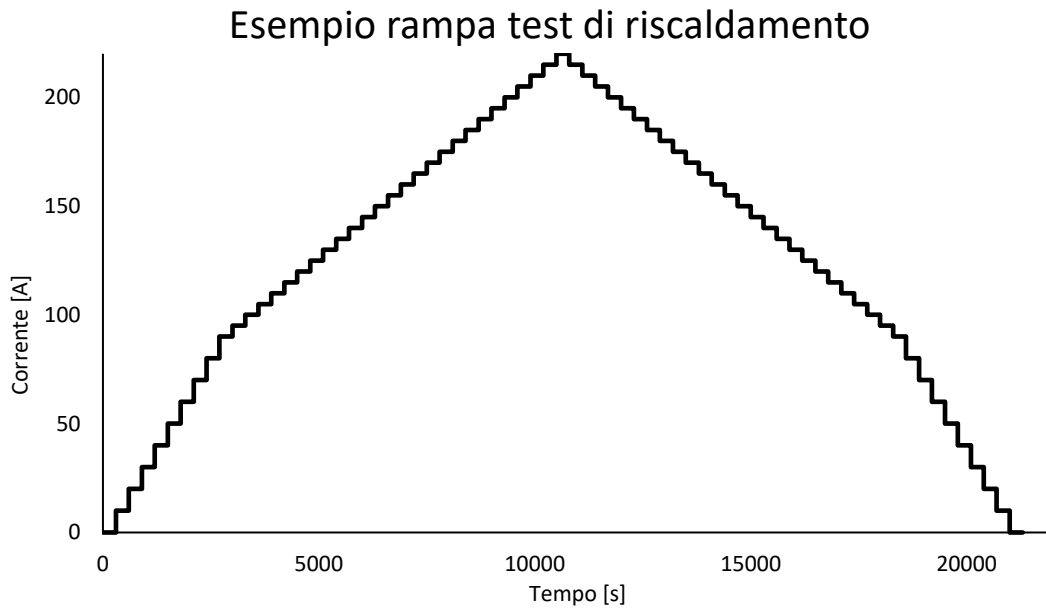


Figura 3.33: Rampa di riscaldamento per i test di conducibilità del SiC SP.

La corrente massima di riscaldamento della rampa è pari a 220 A, avente step con una variazione di corrente di 10 A, fino ai 90 A per poi aumentare di 5 A ogni gradino. Ogni step ha durata di 300 s così da garantire il raggiungimento del regime stazionario del sistema e quindi l'acquisizione della temperatura massima alla corrente fornita. Il sistema di acquisizione riporterà la temperatura misurata una volta al minuto durante ogni step. I dati acquisiti sono stati infine manipolati e raccolti per l'inserimento nel modello numerico:

Corrente [A]	Temperatura periferia [°C ]	Temperatura Centro [°C ]
140	671,50	728,50
150	710,25	784,25
160	747,25	837,75
170	781,75	892,50
180	814,00	946,50
190	845,00	1000,50
200	874,00	1058,25
210	901,75	1109,50
220	928,25	1157,00

Tabella 3.8: Temperature sperimentali in corrispondenza del centro e della periferia del disco al variare della corrente di alimentazione.

Questi valori di temperatura sono quelli che vengono dati in input al software ANSYS per eseguire la stima della conducibilità termica tramite il metodo della funzione ottima.

### 3.11.2 Valutazione emissività

All'interno del modello numerico sono state definite le proprietà note dei materiali costituenti l'apparato sperimentale, riportate in appendice D. nel caso del materiale da testare è invece necessaria una valutazione: le proprietà inserite nella Macro del SiC SP sono state fornite dalla ditta produttrice, o sono state analizzate tramite studi precedenti. L'emissività del materiale, che come è stato descritto regola le leggi di irraggiamento e quindi influisce ampiamente sul modello creato, è stata misurata tramite l'utilizzo del pirometro durante la prova, viene riportato l'andamento per il provino testato.

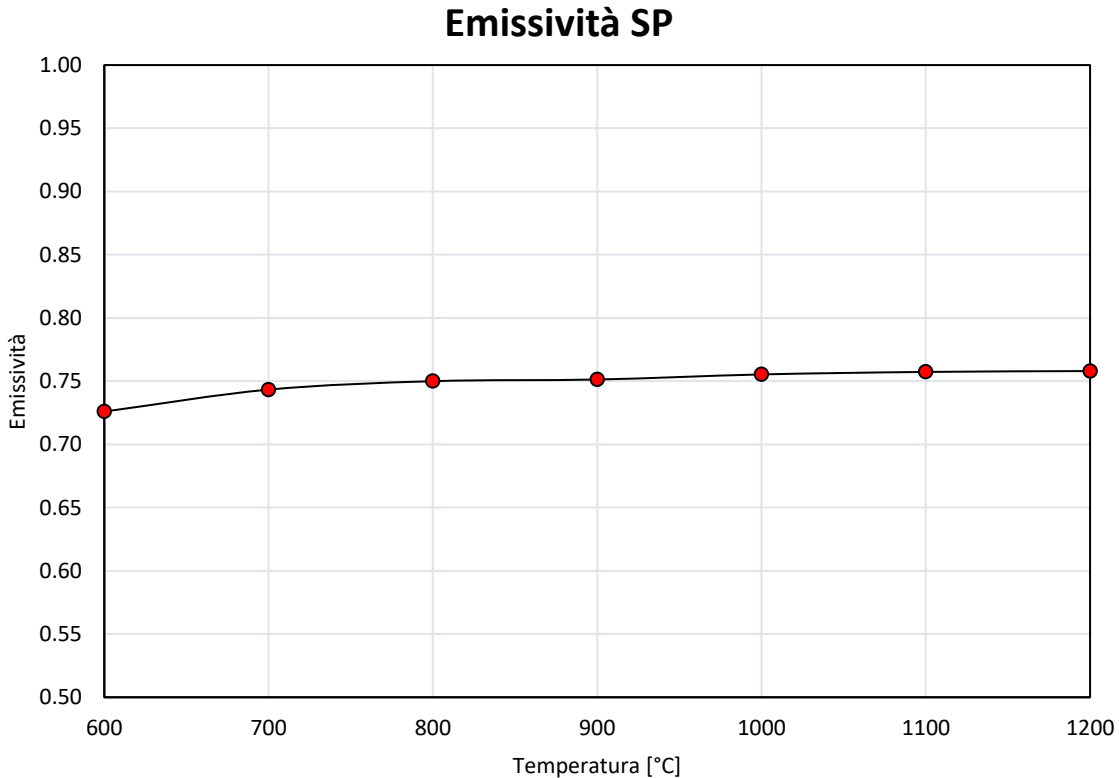


Figura 3.34: Andamento Emissività SiC SP al variare della temperatura di prova.

I risultati ottenuti sono stati inseriti all'interno della Macro del SiC SP, così da valutare l'irraggiamento in maniera appropriata all'interno del modello numerico in Ansys®.

### 3.11.3 Conducibilità attraverso il metodo della funzione ottima

Il metodo della funzione ottima viene quindi utilizzato per la stima della conducibilità del Carburo di Silicio SP.

Le temperature ricavate dalle prove sperimentali sono quindi state inserite nel modello utilizzato. Il modello iterativo varia l'andamento della conducibilità basandosi sulle temperature sperimentali. In output il metodo descrive l'andamento della conducibilità secondo una relazione quadratica fornendo le tre costanti del polinomio di secondo grado

$$\lambda = C_0 + C_1 \cdot T + C_2 \cdot T^2 \quad 3.10$$

Il risultato delle iterazioni avente il minor scarto quadratico viene riportato in tabella 3.3

SiC SP	
$C_0$	179,093093
$C_1$	0,2266522
$C_2$	0,0000889
RQ	35915,174

Tabella 3.9: Valori delle costanti descrittive l'andamento della conducibilità del SiC SP al variare della temperatura, ottenute tramite il metodo della funzione ottima.

I risultati raggiunti, sono frutto di più simulazioni poiché i valori inseriti come primo tentativo in alcuni casi potevano non portare a convergenza il modello. In quei casi e nei casi in cui i dati del processo iterativo non arrivavano a soluzione è stato necessario rieseguire la simulazione, cambiando i valori iniziali. Vengono qui riportati gli andamenti dei valori principali durante le iterazioni:

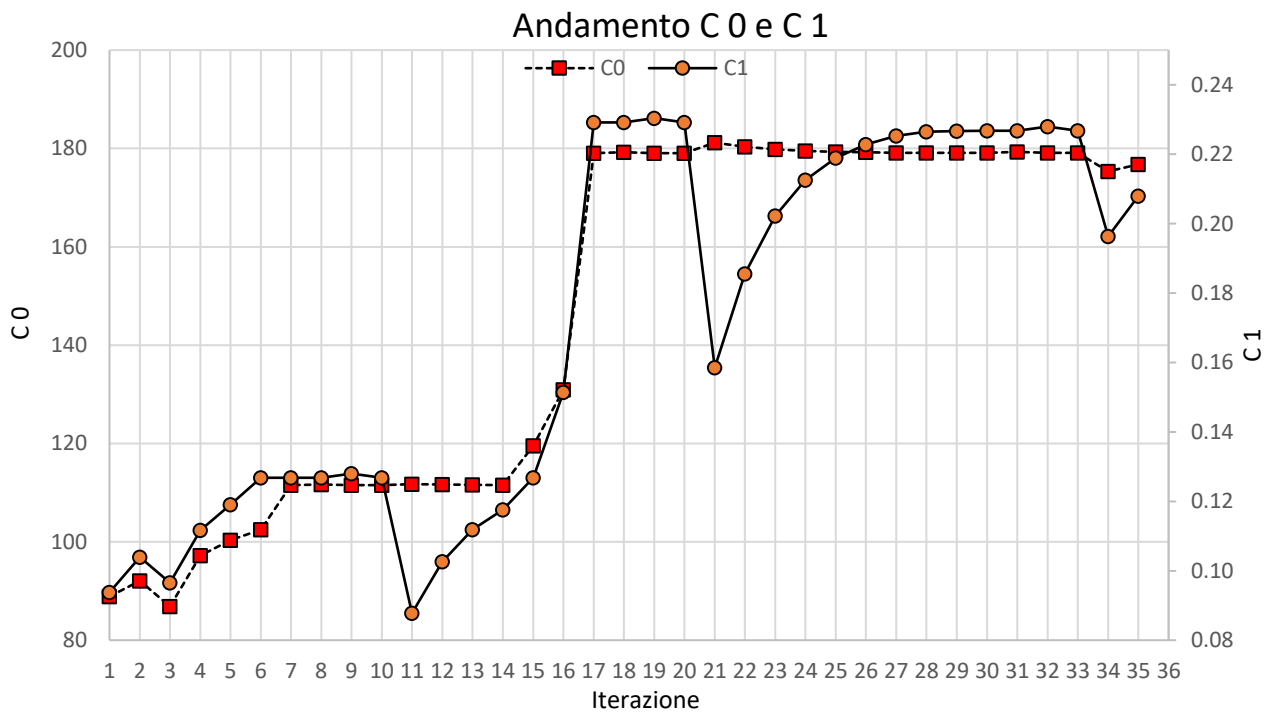


Figura 3.35: Andamento  $C_0$  e  $C_1$  durante le iterazioni eseguite con il metodo della funzione ottima per il calcolo della conducibilità del SiC SP.

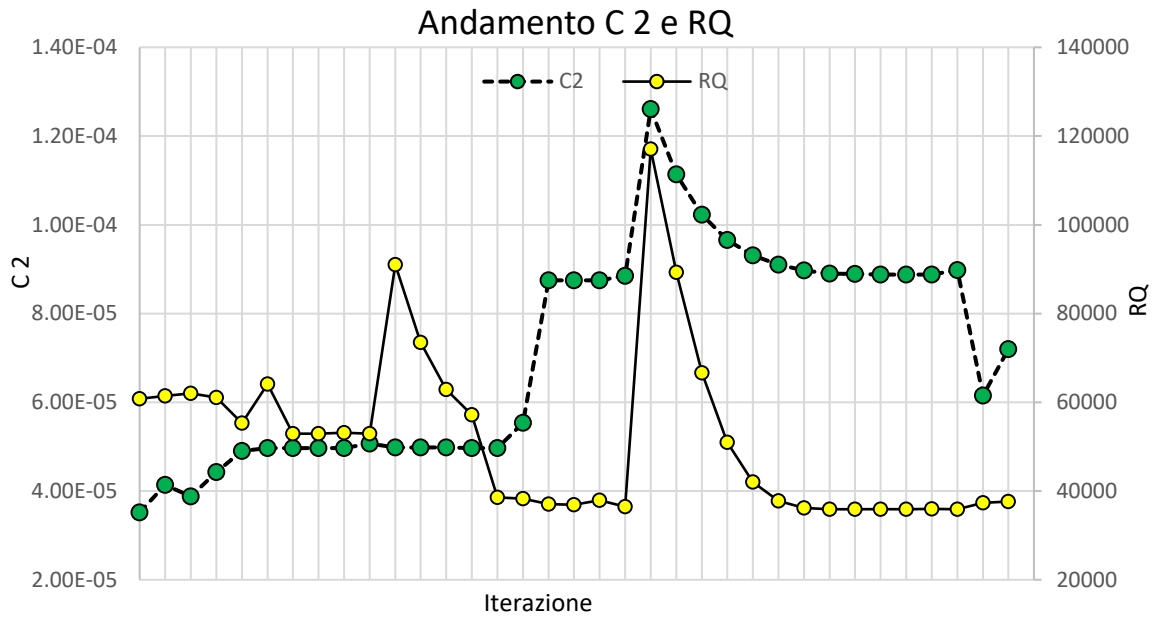


Figura 3.36: Andamento  $C_2$  e  $RQ$  durante le iterazioni eseguite con il metodo della funzione ottima per il calcolo della conducibilità del SiC SP.

Viene infine riportata la curva di conducibilità calcolata attraverso il metodo della funzione ottima.

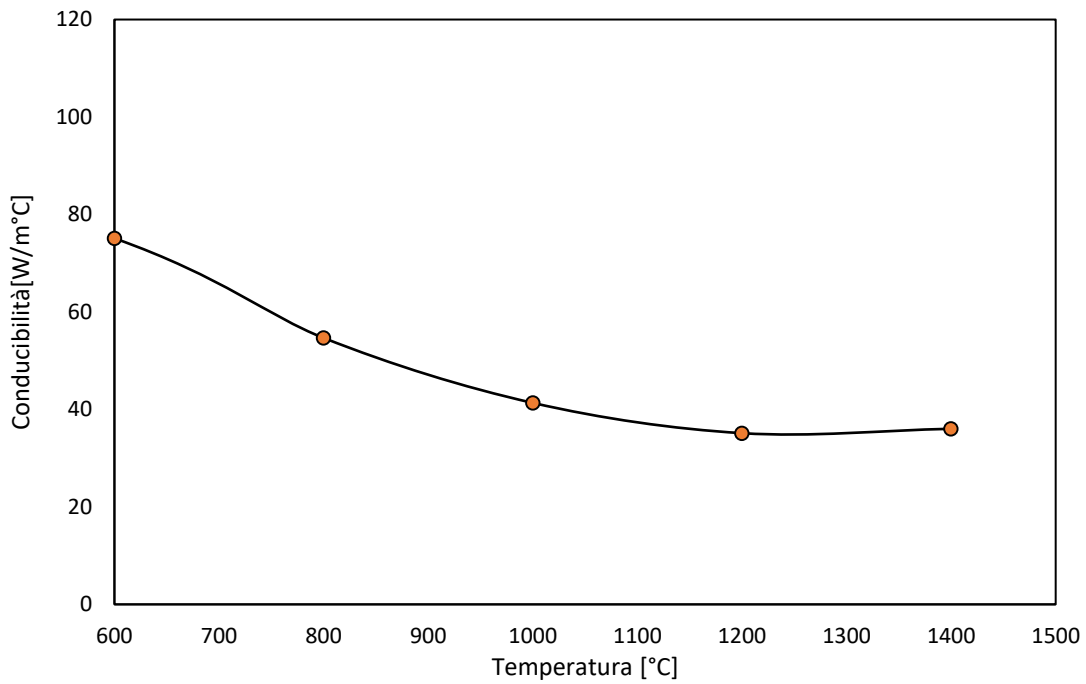


Figura 3.37: Andamento conducibilità termica del SiC testato ai Laboratori Nazionali di Legnaro.



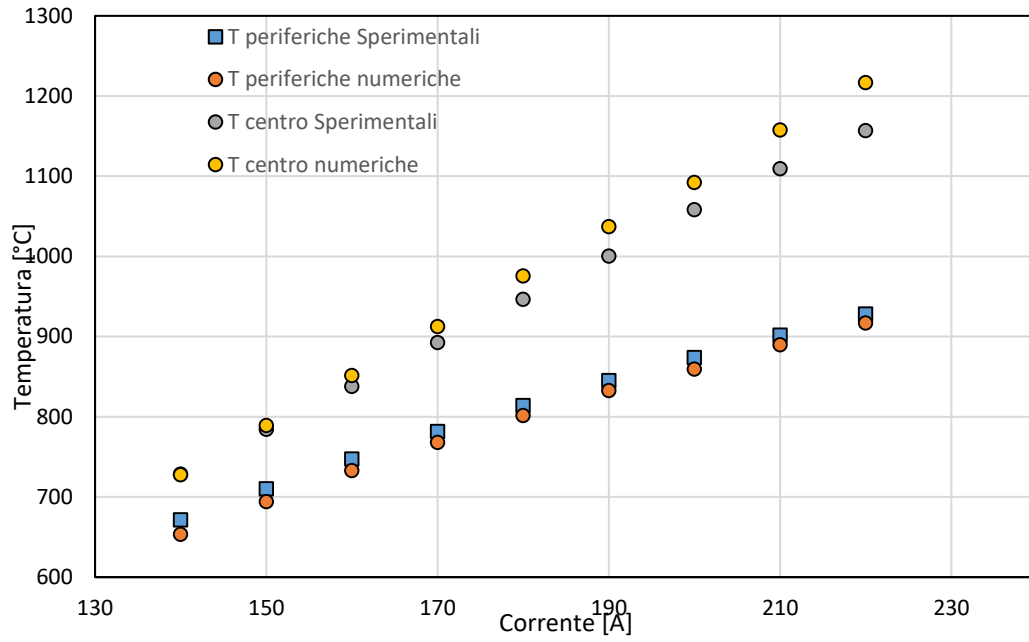


Figura 3.38: Confronto tra le temperature, centrali e lungo la periferia, ottenute dai test sperimentali e quelle relative alla conducibilità ricavata tramite il metodo della funzione ottima.

La differenza maggiore è relativa alla corrente massima, di 220 A, per la temperatura relativa al centro del provino. La differenza con il modello è di 60 °C con un errore massimo del 5,19%. Il modello garantisce qui una buona approssimazione dei dati acquisiti, nonostante le ampie porosità presenti.

### 3.12 Temperatura limite Carburo di Silicio

Il materiale target deve non solo garantire una resistenza meccanica alle tensioni termiche create, ma allo stesso tempo permettere l'utilizzo alle alte temperature a cui è target della facility. La box target raggiunge i 2000 °C per 24 ore, il materiale che compone i dischi deve quindi essere in grado di sostenere un utilizzo ad alte temperature senza cambi di fase o modifiche della composizione.

Una piena caratterizzazione del materiale passa anche per lo studio della temperatura limite che può sostenere correlata al tempo a determinate temperature. In questo lavoro di tesi sono stati eseguiti una serie di test per valutare il comportamento del Carburo di Silicio Hexoloy® all'aumentare della temperatura. Per eseguire questi test è stato utilizzato un apparato sperimentale differente dai test per la stima della conducibilità termica. Infatti, il forno ad alta temperatura, presente ai Laboratori Nazionali di Legnaro, permette una temperatura uniforme sulla zona riscaldata così da garantire il raggiungimento della temperatura massima su tutto il provino testato.

Per la scelta del materiale da testare non è stato necessario fare distinzione tra le tre tipologie di SiC disponibili, si sta infatti valutando la temperatura massima di utilizzo, parametro legato alla microstruttura del materiale e non alle differenti porosità presenti.

I provini testati sono di tipo SiC SA, dato che è il materiale che verrà utilizzato come target, ma i dati ottenuti rispecchiano le proprietà anche degli altri Carburi di Silicio, poiché tutti hanno struttura  $\alpha$ .

Prima di descrivere i test, viene fornita una rapida spiegazione dell'apparato sperimentale, per maggiori dettagli si rimanda a [29].

#### 3.12.1 Forno di produzione ad alta temperatura

Il forno utilizzato è stato costruito nel 2009 prevalentemente per la sinterizzazione di campioni come dischi target. In questo ambito viene impiegato per il raggiungimento di temperature scelte e lo studio dell'evoluzione dei provini durante i test. L'apparato è costituito dalla camera principale contenente il disco, il sistema da vuoto, un generatore di potenza elettrica ed un pirometro esterno a doppia frequenza per il controllo della temperatura, viene riportato in figura 3.39 una foto del forno utilizzato.

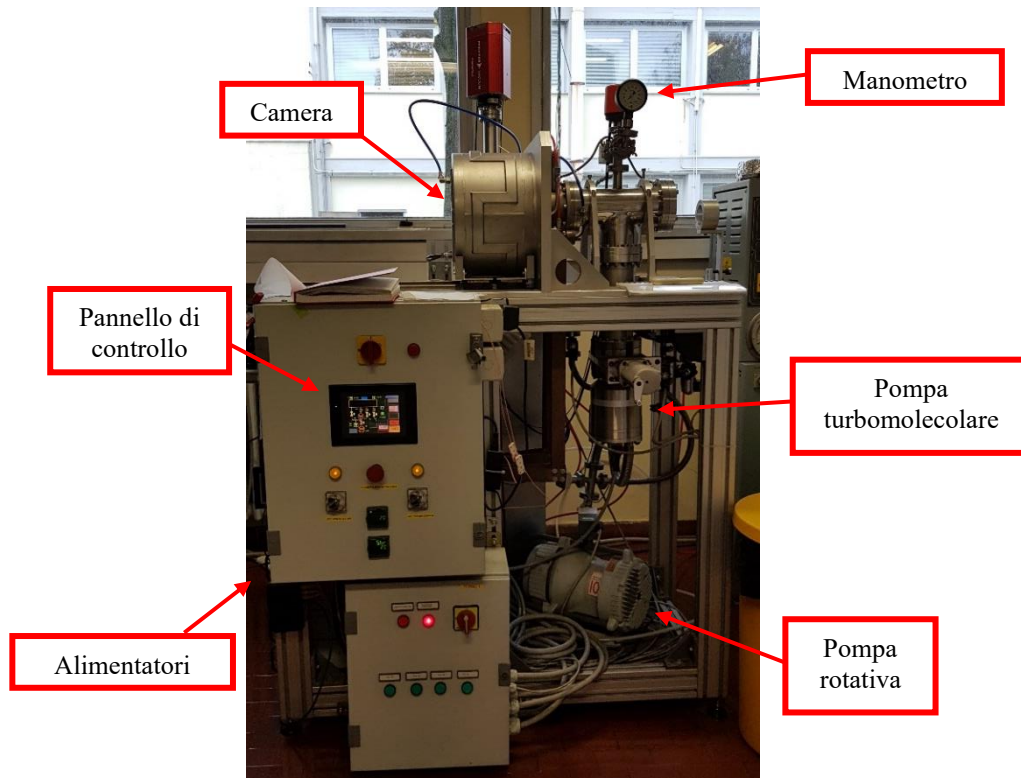


Figura 3.39: Immagine forno di produzione ad alta temperatura ai Laboratori Nazionali di Legnaro.

L'area principale è costituita dalla camera da vuoto composta da cilindro cavo in acciaio Inossidabile AISI316. Questa viene raffreddata da delle serpentine saldate all'esterno dove scorre acqua a temperatura ambiente. A sinistra della camera è presente la componentistica per la rilevazione della temperatura tramite l'uso di un pirometro, mentre la tenuta da vuoto è garantita da un o-ring sulla superficie di chiusura costituita da una flangia anch'essa raffreddata. Il vuoto è generato grazie all'ausilio di due pompe: una rotativa (Boc Edwards XDS 10) che porta la pressione a  $10^{-2}$  mbar ed una turbomolecolare (Adixen ATH300) che permette il raggiungimento dell'alto vuoto dell'ordine di  $10^{-6}$  mbar. Riportate in figura 3.40



Figura 3.40: Immagine pompa rotativa a sinistra e turbomolecolare a destra.

All'interno della camera si trova la hot zone, dove la corrente viene trasportata da due morsetti e dall'elemento riscaldante. A ricoprire la zona vi è poi un sistema schermante per mantenere le temperature richieste. Il riscaldatore in tantalio dissipa calore per effetto joule ed ha la stessa geometria del target SPES: un tubo di 162 mm con diametro 50 mm e spessore pari a 0.2 mm. L'elemento è poi saldato alle estremità ed unito agli elettrodi in rame. Attorno al riscaldatore si trovano gli 8 schermi semicircolari in tantalio, montati su dei supporti, anch'essi in tantalio. Due cerniere permettono il sollevamento dello schermo per l'inserimento del campione nel riscaldatore.

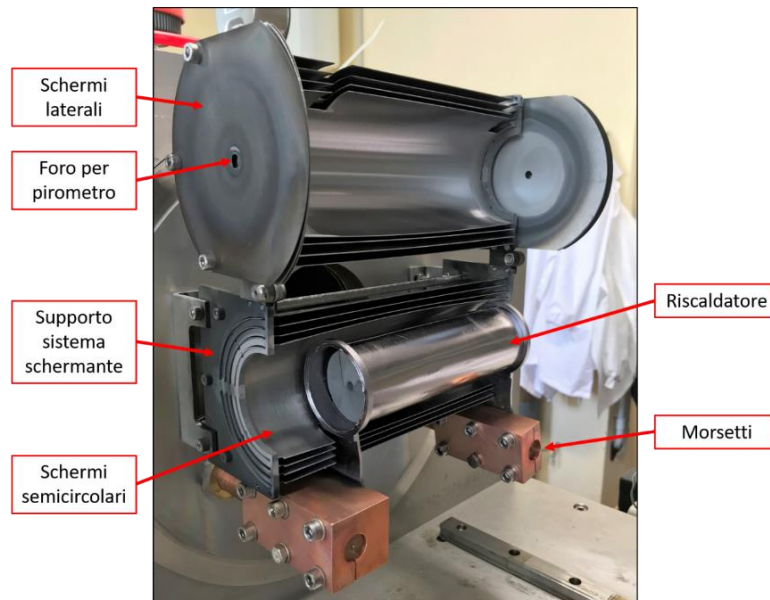


Figura 3.41: Immagine hot zone del forno alte temperature [29].

Il sistema di alimentazione è comandato dall'interfaccia LabVIEW tramite un computer, ciò consente di inserire le rampe di corrente per il riscaldamento e raffreddamento dell'impianto. Il software permette in oltre di seguire i valori di corrente e pressione durante la prova, controllando i parametri di funzionamento che a fine test verranno riportati su un file txt insieme ai valori di temperatura misurati. Il sistema non permette la regolazione della corrente di alimentazione in funzione delle temperature rilevate, non essendoci un controllo di retroazione della corrente.

La corrente sarà quindi erogata e tramite il riscaldatore si avrà la temperatura di processo. Per garantire il raggiungimento delle temperature volute e controllare i processi all'interno del forno è stata eseguita una taratura dell'apparato sperimentale tramite l'utilizzo di un modello numerico. Come nel caso dell'apparato per la conducibilità termica è necessario creare la geometria del sistema utilizzando il software PTC® Creo® 2.0. Anche qui alcuni elementi sono stati semplificati per non appesantire il modello.

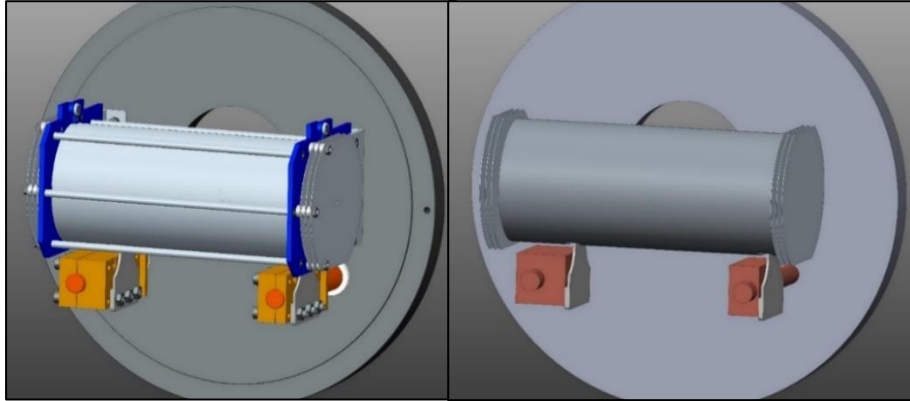


Figura 3.42: Immagine file CAD della hot zone.

Una volta creata la geometria del sistema, vengono inseriti i volumi nel software FEM, che come nel caso precedente è *Ansys® Mechanical APDL*. Anche in questo caso le geometrie semplificate sono state importate tramite il formato IGES. Dopo l'unione delle superfici di contatto, sono stati scelti le tipologie degli elementi, che data la somiglianza con l'apparato precedente sono i medesimi: *SOLID226* per i corpi in cui avviene il passaggio di corrente, negli altri componenti, si è optato per l'elemento *SOLID70* avendo solo il fenomeno dello scambio termico. Infine è stata generata la mesh valutandone la dimensione per ogni componente ed inserendo i carichi opportuni.

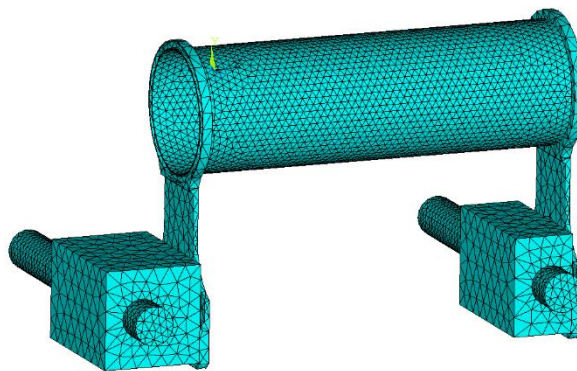


Figura 3.43: Immagine mesh attraverso il programma ANSYS® per la zona di riscaldamento del forno.

La risposta del forno è stata confrontata con quella ottenuta durante dal modello numerico [29]. La calibrazione è stata necessaria per conoscere la risposta del forno alle correnti fornite. L'ultima calibrazione è stata effettuata nel marzo 2019 e la temperatura in funzione della corrente da 1000°C ha espressione:

$$T = -3.5758 \cdot 10^{-9} \cdot I^4 + 1.2177 \cdot 10^{-5} \cdot I^3 - 0,01582 \cdot I^2 + 10.7605 \cdot I - 1437.9556 \quad 3.10$$

### 3.12.2 Test preliminari SiC

Per eseguire i test sul controllo della temperatura è bastato seguire la curva descritta dalla 3.10 ricavando la tensione necessaria per il raggiungimento della temperatura voluta. Data l'assenza di dati sulla temperatura massima d'utilizzo del Carburo di Silicio in condizioni di vuoto è stato necessario eseguire una prima tipologia di test atti ad ottenere i primi dati, seppur non pienamente rappresentativi, del materiale analizzato. Si è cominciato scegliendo un provino di Carburo di Silicio SA dalle dimensioni ridotte, così da garantire l'utilizzo all'interno della tipologia di forno presente.

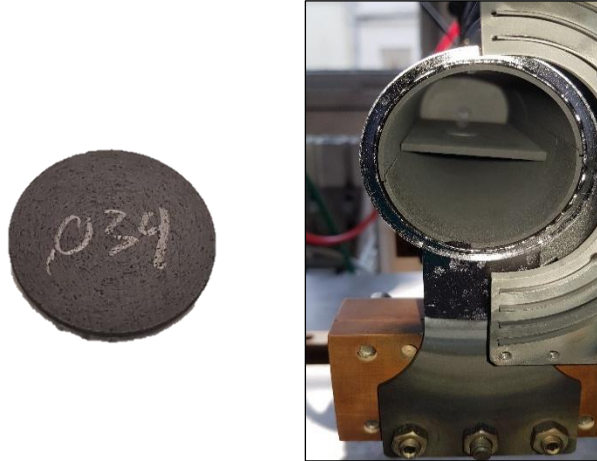


Figura 3.44: A sinistra è riportato il provino testato, a destra la Hot Zone dell'apparato sperimentale con all'interno il provino.

Il dischetto è stato dapprima misurato e pesato, così da valutare le caratteristiche iniziali:

Diametro [mm]	Spessore [mm]	Volume [mm <sup>3</sup> ]	Peso [g]	Densità [g/cm <sup>3</sup> ]
13,03	0,71	93,93	0,2770	2,95

Figura 3.10: Dimensioni e caratteristiche principali provino utilizzato.

Inserito il provino all'interno della hot zone e portato in alto vuoto la camera, attraverso l'utilizzo di rampe appositamente create (figura 3.45) è stata raggiunta la temperatura massima della prova.

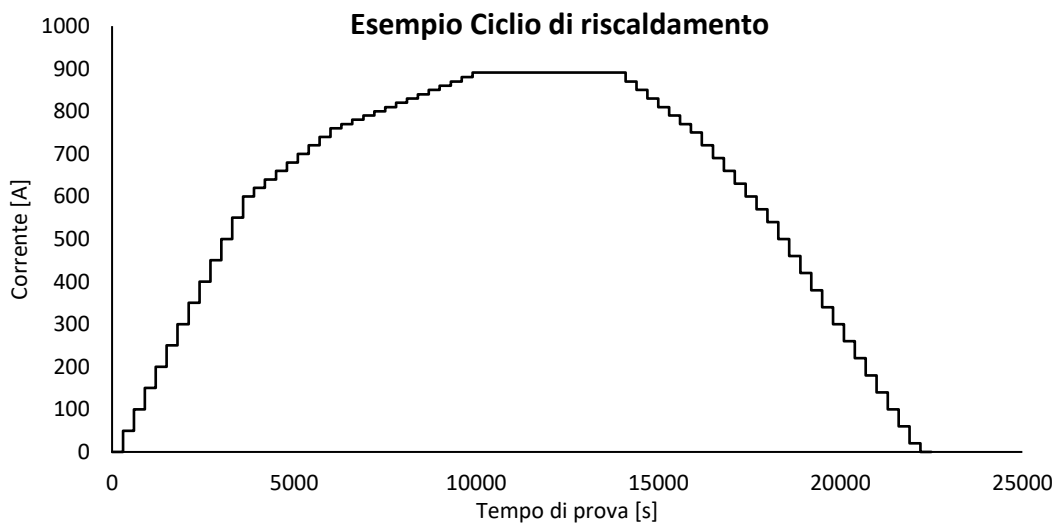


Figura 3.45: Esempio rampa test di riscaldamento, con corrente massima di 981 A equivalenti a 1950 °C, una volta raggiunta la temperatura massima la corrente è stata mantenuta costante per un'ora.

Le rampe, tutte simili all'esempio di figura 3.42, raggiungono la corrente massima attraverso una serie di step di ampiezza decrescente ogni 300 s. A raggiungimento della corrente massima, questa viene mantenuta costante per 3600 s per poi passare alla parte di raffreddamento.

Il medesimo provino è stato testato con rampe fino ad una temperatura massima di 1950 °C. dopo ogni ciclo di riscaldamento è stato pesato grazie alla bilancia presente ai laboratori per valutarne il peso. In tabella 3.11 vengono riportati i dati ottenuti dopo le prove effettuate:

TEST	Peso iniziale [g]	Peso Finale [g]	Differenza di peso	Variazione Cumulata%	Variazione relativa %	Corrente max [A]	T <sub>max</sub> [°C]
1	0,2770	0,2770	0,0000	0,00%	0,00%	600	1511
2	0,2770	0,2770	0,0000	0,00%	0,00%	660	1600
3	0,2770	0,2770	0,0000	0,00%	0,00%	695	1652
4	0,2770	0,2770	0,0000	0,00%	0,00%	725	1700
5	0,2770	0,2763	0,0007	0,25%	0,25%	757	1750
6	0,2763	0,2763	0,0000	0,25%	0,00%	774	1776
7	0,2763	0,2758	0,0005	0,43%	0,18%	790	1800
8	0,2758	0,2755	0,0003	0,54%	0,11%	806	1825
9	0,2755	0,2752	0,0003	0,65%	0,11%	823	1850
10	0,2752	0,2745	0,0007	0,90%	0,25%	840	1875
11	0,2745	0,2738	0,0007	1,16%	0,26%	857	1900
12	0,2738	0,2733	0,0005	1,34%	0,18%	874	1925
13	0,2733	0,27236	0,0009	1,68%	0,34%	891	1950

Figura 3.11: Dati ottenuti dai cicli di riscaldamento eseguiti sul medesimo provino.

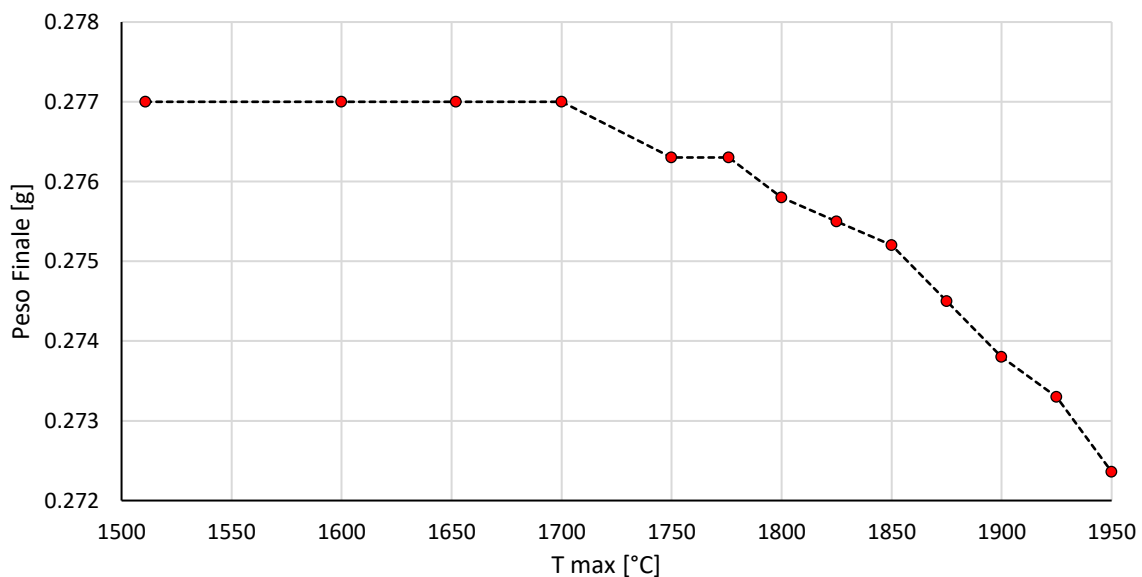


Figura 3.46: Peso finale del provino dopo un ciclo per 3600 s alle varie temperature massime a cui è stato portato.

I test preliminari hanno evidenziato come non ci sia variazione di peso del provino fino ad una temperatura massima di 1700 °C. Si nota dal grafico 3.46 come la variazione di peso aumenti all'aumentare della temperatura, grazie ai processi diffusivi generati sul provino ed all'evaporazione del silicio durante la prova.

### 3.12.3 Test temperatura limite SiC

Per un'accurata caratterizzazione termica, i test sopra eseguiti garantiscono una prima nozione sul comportamento del materiale, senza fenomeni di evaporazione fino a 1700 °C. Durante il riscaldamento i processi diffusivi all'interno del provino portano in superficie il Silicio, che andrà ad evaporare nel tempo. Il mantenimento del disco alla temperatura massima è quindi l'aspetto principale della prova, per valutare appieno il comportamento è allora necessario modificare la tipologia di test da eseguire, aumentando il tempo relativo al mantenimento del materiale alla temperatura massima. Definito questo concetto, è importante ricordare che il materiale target verrà mantenuto durante i test della facility SPES alle temperature di regime per un tempo di 24 ore.

Vista l'applicazione è quindi stato deciso di eseguire una serie di test su un altro provino di Carburo di Silicio SA, mantenendo la temperatura massima per un periodo di 24 ore.

Come nel caso precedente si è andati a valutare le caratteristiche principali del provino da testare:

Diametro [mm]	Spessore [mm]	Volume [mm <sup>3</sup> ]	Peso [g]	Silicio presente [g]	Carbonio presente [g]	Densità [g/cm <sup>3</sup> ]
13,06	0,99	132,8916658	0,41457	0,28759	0,12698	3,119608725

Tabella 3.12: Dimensioni e caratteristiche principali provino utilizzato nella seconda tipologia di test.

Il ciclo di riscaldamento è stato quindi modificato per ampliare la finestra a temperatura massima, mantenendo il provino per 24 ore alla temperatura fissata, un esempio è riportato in figura 3.47:

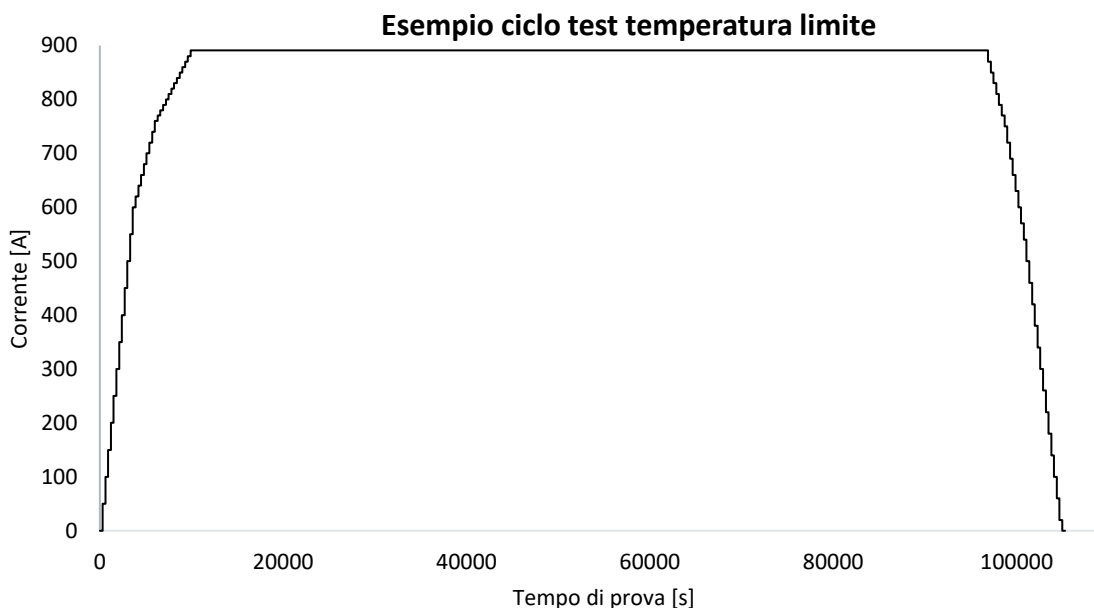


Figura 3.47: Esempio rampa test di riscaldamento, con corrente massima di 981 A equivalenti a 1950 °C, una volta raggiunta la temperatura massima la corrente è stata mantenuta costante per un giorno intero.

Data l'ampiezza della finestra a massima temperatura, rispetto all'intero ciclo è possibile assumere il peso perso dal provino, a causa dell'evaporazione del Silicio, interamente perso durante il periodo a temperatura massima. Con questa assunzione è stato calcolato il tasso di evaporazione medio del silicio durante le varie prove, non contando come superficie di scambio la faccia del disco a contatto con con il piatto in grafite per il posizionamento dei provini.

TEST 2									
Peso iniziale [g]	Peso Finale [g]	Silicio iniziale [g]	Silicio finale [g]	Differenza di peso [g]	Variazione cumulata Silicio %	Variazione relativa Silicio %	Tasso di evaporazione medio [g cm <sup>-2</sup> s <sup>-1</sup> ]	T <sub>max</sub> [°C]	Tempo a T <sub>max</sub> [h]
0,41457	0,41419	0,28759	0,28721	0,00038	0,13%	0,13%	2,52E-09	1700	24
0,41419	0,41350	0,28721	0,28652	0,00069	0,37%	0,24%	4,57E-09	1750	24
0,41350	0,41264	0,28652	0,28566	0,00086	0,67%	0,30%	5,70E-09	1800	24
0,41264	0,41112	0,28566	0,28414	0,00152	1,20%	0,53%	1,01E-08	1850	24
0,41112	0,40869	0,28414	0,28171	0,00243	2,04%	0,86%	1,61E-08	1900	24
0,40869	0,40470	0,28171	0,27772	0,00399	3,43%	1,42%	2,65E-08	1950	24
0,4047	0,39710	0,27772	0,27012	0,0076	6,07%	2,74%	5,04E-08	2000	24

Tabella 3.13: Dati relativi alle temperature massime nella seconda tipologia di test.

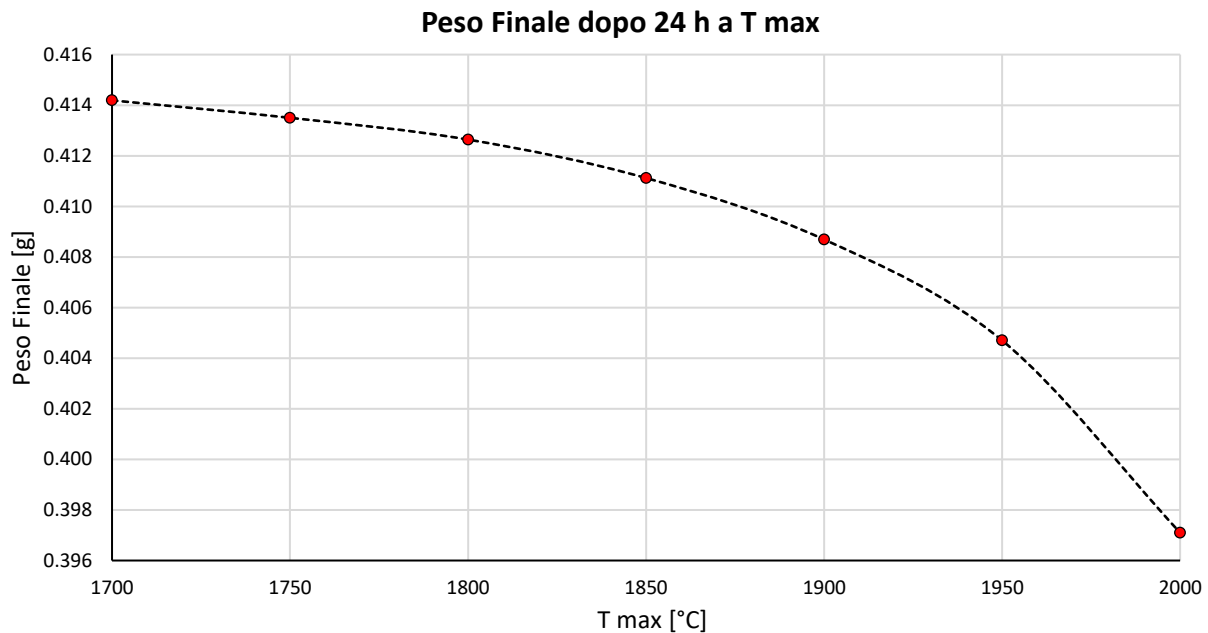


Figura 3.48: Peso finale del campione alle varie temperature massime raggiunte nei test.

Il tasso di evaporazione medio descrive in maniera completa il grafico di figura 3.48. il peso finale del provino testato diminuisce in modo continuo ed in maniera crescente con l'aumento della temperatura massima. Il fenomeno che guida l'evaporazione è la diffusione del silicio negli strati superficiali del provino che avviene durante i test e viene facilitato dall'aumento di temperatura. Ciò corrisponde ad un aumento della pendenza della curva 3.48 e ad un incremento del tasso di evaporazione medio riportato in tabella 3.13.



La variazione percentuale di peso, figura 3.49, è il risultato dovuto alla diffusione nel periodo a massima temperatura, dando variazioni anche importanti del Silicio presente nel provino.

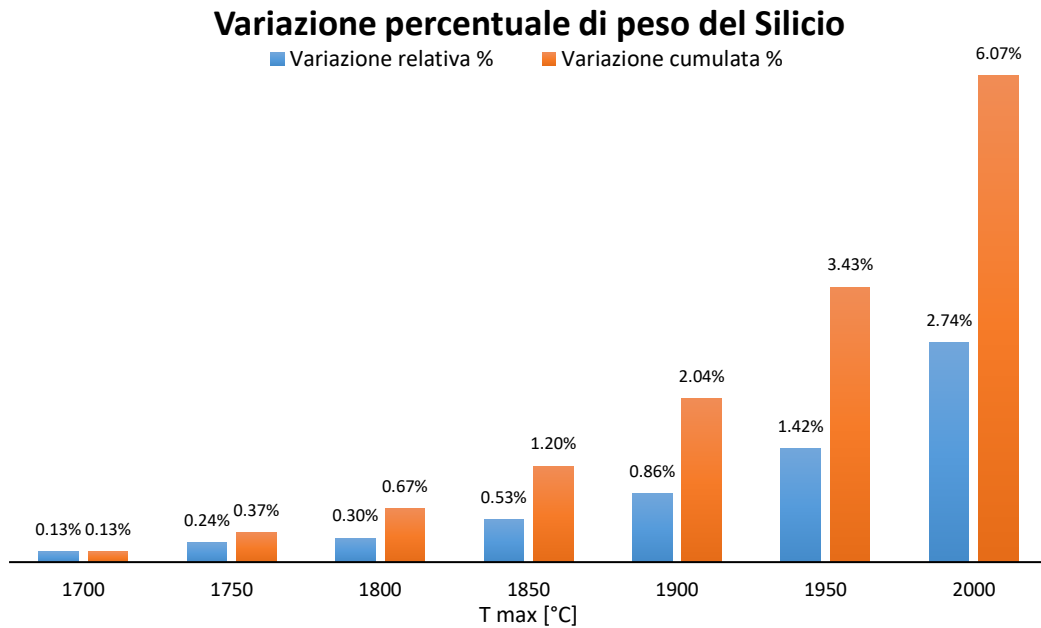


Figura 3.49: Variazione percentuale del silicio presente nel provino sottoposto alle prove di temperatura limite.

### 3.13 Conclusioni

Come descritto, la conoscenza del comportamento del materiale al variare della temperatura e l'andamento della conducibilità termica sono di primaria importanza per il progetto SPES. Il target soggetto ad elevati gradienti termici a causa dell'interazione con il fascio protonico deve garantire l'integrità strutturale ed un corretto utilizzo per la produzione degli ioni.

Per valutare queste condizioni ai Laboratori Nazionali di Legnaro è stato sviluppato un apposito apparato sperimentale per la piena caratterizzazione termica dei materiali. Durante le prove di riscaldamento è possibile misurare l'emissività del materiale d'interesse ed introdurla nel modello numerico che riproduce fedelmente il test eseguito. Quest'ultimo grazie al metodo della funzione ottima permette la stima della conducibilità del materiale, proprietà fondamentale per il calcolo del campo termico presente sui provini e le tensioni che questo genera.

Nel seguente lavoro di tesi sono stati eseguiti i test per la stima della conducibilità sulle tre tipologie di Carburo di Silicio della ditta Hexoloy® presenti ai laboratori, ne vengono qui riassunti i risultati:

	SiC SA	SiC SE	SiC SP
<b>C<sub>0</sub></b>	114,64	194,46	179,09
<b>C<sub>1</sub></b>	0,1384	0,2568	0,2267
<b>C<sub>2</sub></b>	0,000059	0,0001051	0,0000889
<b>RQ</b>	8210,65	49552,10	35915,17

Tabella 3.14: Riassunto parametri conducibilità del metodo della funzione ottima per le tre tipologie di Carburo di Silicio testate.

L'ultimo passo eseguito nel capitolo per ottenere un completo studio termico sul materiale è stato utilizzato il forno Alte Temperature, sempre all'interno dei Laboratori Nazionali di Legnaro, per

valutare il comportamento del Carburo di Silicio soggetto ad elevate temperature per tempi prolungati. Una prima serie di test è stata realizzata per esaminare il comportamento generale del materiale, ottenendo una temperatura di 1700 °C come limite di utilizzo senza i fenomeni diffusivi e di cambio di stato del silicio.

In una seconda tipologia di test si è prolungato il periodo di mantenimento del Carburo di Silicio alle temperature scelte, portando il provino alla temperatura massima per 24 ore, stesso tempo di utilizzo della box target durante un test di una facility ISOL. Come pronosticabile, vi è stato un aumento dei fenomeni diffusivi con un apporto maggiore di silicio verso la superficie del campione. L'incremento di silicio ha permesso un tasso di evaporazione elevato portando quindi il provino a variazioni di peso maggiori durante ogni ciclo di riscaldamento.

TEST 2									
Peso iniziale [g]	Peso Finale [g]	Silicio iniziale [g]	Silicio finale [g]	Differenza di peso [g]	Variazione cumulata Silicio %	Variazione relativa Silicio %	Tasso di evaporazione medio [g cm <sup>-2</sup> s <sup>-1</sup> ]	T <sub>max</sub> [°C]	Tempo a T <sub>max</sub> [h]
0,41457	0,41419	0,28759	0,28721	0,00038	0,13%	0,13%	2,52E-09	1700	24
0,41419	0,41350	0,28721	0,28652	0,00069	0,37%	0,24%	4,57E-09	1750	24
0,41350	0,41264	0,28652	0,28566	0,00086	0,67%	0,30%	5,70E-09	1800	24
0,41264	0,41112	0,28566	0,28414	0,00152	1,20%	0,53%	1,01E-08	1850	24
0,41112	0,40869	0,28414	0,28171	0,00243	2,04%	0,86%	1,61E-08	1900	24
0,40869	0,40470	0,28171	0,27772	0,00399	3,43%	1,42%	2,65E-08	1950	24
0,4047	0,39710	0,27772	0,27012	0,0076	6,07%	2,74%	5,04E-08	2000	24

Tabella 3.15: Dati relativi alle temperature massime nella seconda tipologia di test.

# CAPITOLO 4

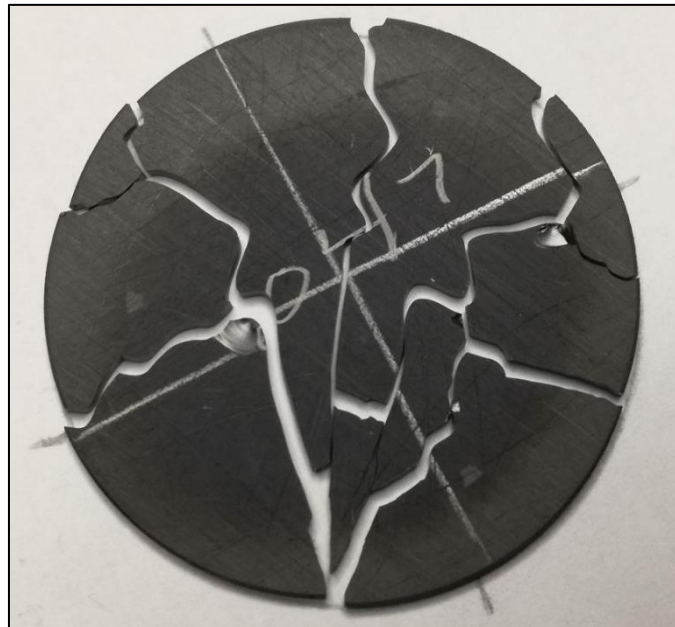
## Test di rottura dischi target

### 4.1 Introduzione

Nel capitolo precedente si è completata nel dettaglio la caratterizzazione termica dei Carburi di Silicio considerati come possibili materiali target per il progetto SPES. La conoscenza delle proprietà termiche rende possibile stimare con accuratezza il campo di temperatura presente sui dischi e consente il passaggio allo step successivo per la completa caratterizzazione dei ceramici in esame, cioè la stima delle tensioni di rottura del materiale generate dal campo di temperatura presente sul provino. Si è infatti osservato che l'applicazione di gradienti termici, può portare a rottura i componenti per gli stress interni generati dalla presenza di gradienti di temperatura nei componenti. Nel caso specifico del target di SPES, è di particolare importanza studiare l'effetto del fascio protonico sui dischi target in termini di tensioni termiche, in quanto, data la distribuzione non omogenea della potenza riscaldante depositata dai protoni, si generano intensi gradienti termici nei dischi. È necessario quindi valutare se le tensioni termiche che vanno ad insorgere rappresentano una criticità per l'integrità strutturale del bersaglio: si devono quindi individuare il limite di resistenza del materiale target.

Poiché le tensioni termiche non possono essere rilevate direttamente con opportuni test, sono essenziali le proprietà meccaniche del materiale al variare della temperatura, fornite dalla ditta produttrice dei Carburi di Silicio, che permettono così il passaggio da campo di temperatura a campo di tensione presente sul provino.

Per lo studio della modalità e della tensione di cedimento sono stati eseguiti dei test di rottura, per le varie tipologie di Carburo di Silicio presenti ai Laboratori Nazionali di Legnaro, tramite l'apparato sperimentale per la stima della conducibilità termica, attraverso l'applicazione di correnti elevate che portano a rottura i dischi.



*Figura 4.1: Provino SiC SA sottoposto a test di rottura.*

L'apposito modello FEM permette grazie alle proprietà note sia il calcolo del campo di temperatura presente, tramite le proprietà ottenute dalla caratterizzazione termica, che quello termo-strutturale con l'identificazione delle tensioni di rottura. I dati ottenuti possono infine essere valutati all'interno di

un'analisi statistica e fornire un aiuto nella progettazione e nella valutazione dell'utilizzo del materiale come componente target.

## 4.2 Procedura sperimentale

La procedura sperimentale eseguita presso il laboratorio di Alte Temperature di Legnaro permette la misura della corrente che ha portato a rottura il provino, sarà poi necessario l'utilizzo di un software FEM come Ansys®, attraverso un modello numerico, per il calcolo del campo di temperatura e di tensione che ha portato a rottura il provino testato. L'apparato sperimentale utilizzato è il medesimo del calcolo della conducibilità dei materiali del capitolo precedente, mentre, per la procedura si ha soltanto alcuni aspetti diversi, di facile comprensione, che saranno qui descritti.

### 4.2.1 Riscaldamento

Posizionato il disco sopra al crogiolo alla distanza voluta, si fornisce la corrente per il riscaldamento dell'apparato. Data la necessità della rottura del provino, nel caso del SiC SA è stato appoggiato al di sopra del disco uno schermo in grafite POCO EDM3 avente la forma di una corona circolare, di diametro esterno 30 mm ed interno di 5 mm, così da permettere la lettura della temperatura del disco in Carburo di Silicio, (Fig 4.2). L'utilizzo dello schermo per l'aumento del campo di temperatura è dovuto all'elevata resistenza del SiC SA poiché senza di questo non era possibile portare a rottura il provino.

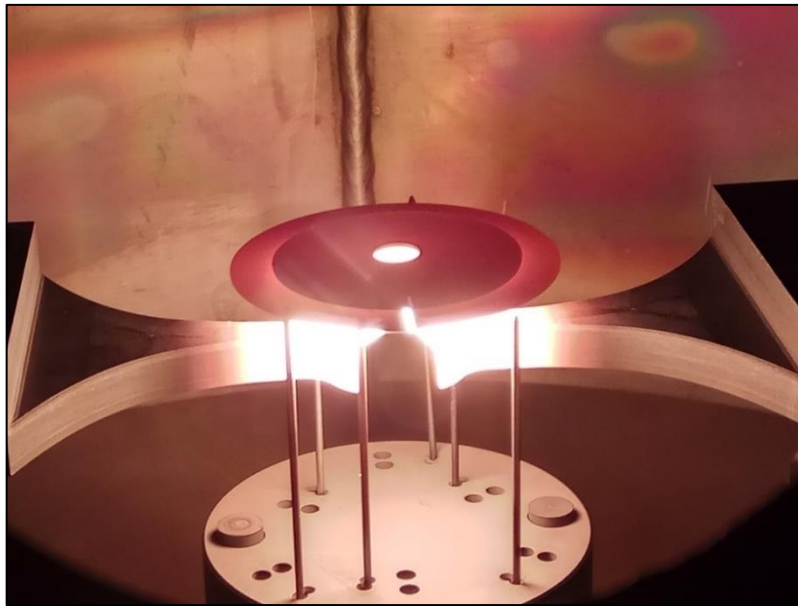


Figura 4.2: Test di rottura provino SiC SA con schermo in grafite POCO EDM3.

La campana viene dapprima portata in vuoto con una pompa rotativa, successivamente si raggiunge i livelli d'altovoto ( $10^{-5}$ mbar) attraverso l'azionamento di una pompa turbomolecolare. Il campo di temperatura, simile a quello generato dal fascio protonico, è stato realizzato per effetto Joule tramite un crogiolo percorso da corrente. Per provocare la rottura sono state utilizzate varie rampe di riscaldamento aventi steps di corrente sempre maggiori (Fig. 4.3) non avendo indicazioni sulla corrente di rottura del materiale.

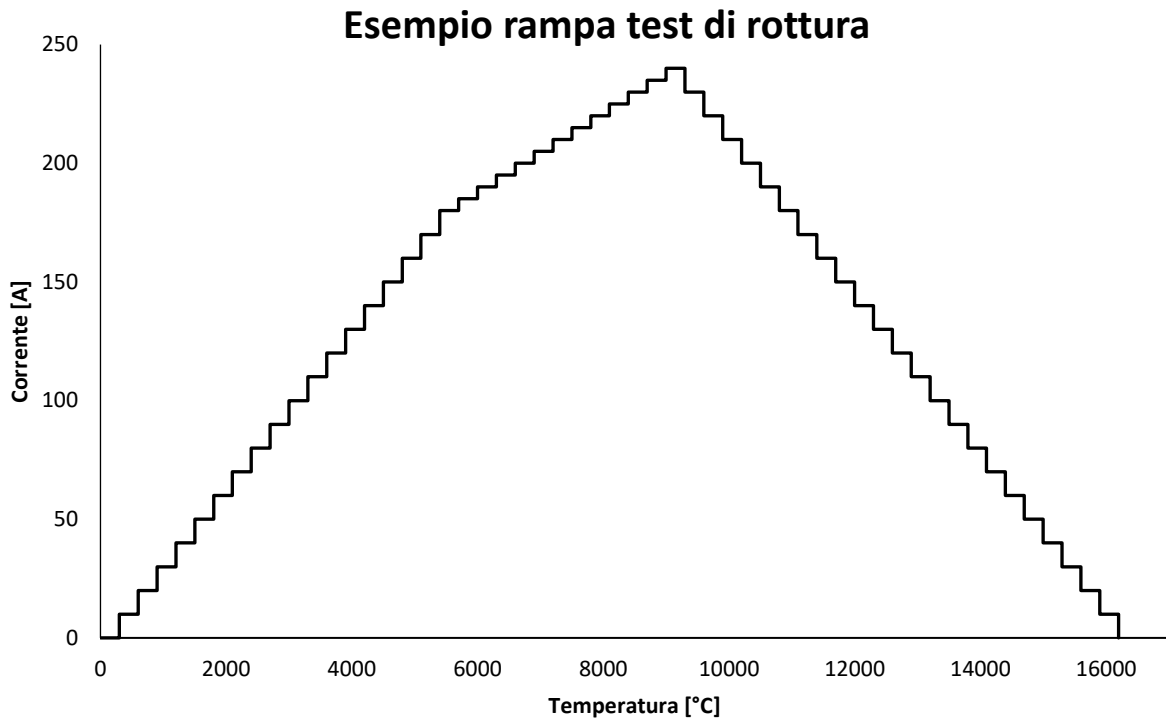


Figura 4.3: Esempio rampa di riscaldamento, con salti di corrente da 10 A fino a 180 A, poi con variazioni da 5 A, infine la rampa di discesa prevede gradini costanti da 10 A

#### 4.2.2 Misura della temperatura

Una volta lanciata la rampa, sull'apposita finestra di visione all'apice della campana viene posizionato un pirometro, delle tipologie LT (low temperature) o HT (high temperature) in base alle temperature raggiunte, puntante al centro del disco. Il sistema andrà quindi a registrare la tensione e la corrente della rampa di riscaldamento, mentre la temperatura verrà letta dal pirometro durante gli step della prova.



Figura 4.4: Immagine posizionamento pirometro sulla finestra di visione.

Grazie alla frantumazione dei provini nell'attimo di rottura, il file finale sarà di facile lettura, riuscendo così ad individuare la temperatura di rottura del disco in base al pirometro utilizzato:

- Con il pirometro LT, tra l'attimo di rottura del materiale e quello successivo, il pirometro andrà a misurare la temperatura del crogiolo, che essendo al di fuori del range di lettura dello strumento, non ci sarà alcuna temperatura riportata nei dati raccolti;
- Attraverso il pirometro HT ad avvenuta rottura, il pirometro leggerà la temperatura del crogiolo, molto maggiore di quella precedente del disco. Proprio questa differenza così elevata di temperatura è il segnale del momento di rottura del provino.

Identificato il tempo di rottura, è possibile risalire all'interno del file txt di output della prova ai valori di tensione e la corrente in quell'attimo. Attraverso il modello FEM presentato nel capitolo precedente è possibile stimare con il software ANSYS® il campo di temperatura al momento della rottura e identificare così il gradiente termico  $\Delta T$  prima del cedimento. Sarà proprio questo parametro che sarà poi utilizzato per determinare le tensioni termiche responsabili della rottura del provino.

### 4.2.3 Analisi frammenti provini

È possibile ricavare altre informazioni andando ad eseguire una attenta visione dei frammenti ottenuti dalla rottura, come indicazioni circa il meccanismo di frattura del disco e le possibili tensioni che hanno portato al cedimento.

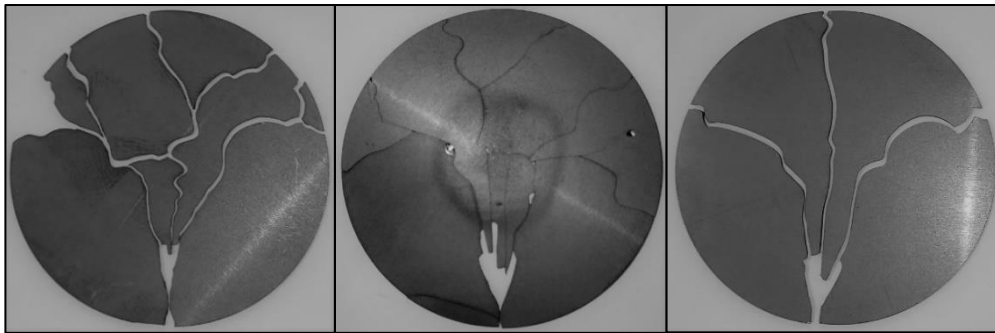


Figura 4.5: Immagini dischi in carburo di silicio rotti per le prove di resistenza del materiale.

Il tipico processo di frattura a *fontana*, nome dato da letteratura per la forma di propagazione della frattura che ricorda appunto la caduta dell'acqua da una fontana, è quindi di aiuto per cogliere alcune ipotesi sul cedimento.

L'innesco è in vicinanza della periferia del disco, quindi la tensione lungo la periferia è la prima indiziata come componente che porta a rottura il materiale. Ricordando poi la caratteristica dei materiali ceramici che vede la direzione di propagazione della cricca perpendicolare alla direzione della tensione che ha innescato la frattura è evidente il legame con la prima tensione principale. Sarà importante ricordare questa informazione nello studio delle tensioni ottenute tramite il modello numerico.

### 4.3 Analisi teorica dello stato tensionale

Come già introdotto, le tensioni strutturali causate dal campo termico nel caso in esame, vengono generate dal basso valore di conducibilità e la conseguente insorgenza di elevati gradienti di temperatura. Il fenomeno è legato alla creazione di vincoli tra strati all'interno del materiale, ostacolando la libera deformazione e realizzando la nascita quindi di tensioni interne. [30]

Per la stima delle tensioni all'interno del disco target è possibile utilizzare lo *Strain Suppression Method* [31] [32] mettendo in evidenza i limiti legati alle ipotesi di variazioni uniformi di temperatura e stress termici da vincoli esterni, che non rispecchiano il caso in esame.

Viene quindi considerato un modello piano, data la dimensione del raggio del disco molto maggiore rispetto allo spessore, sottoposto ad un campo di temperatura assialsimmetrico con picco massimo centrale e minimo in periferia. Trascurando la variazione di temperatura e lo stato tensionale in direzione assiale, il sistema è quindi soggetto ad uno stato piano di tensione e deformazione.

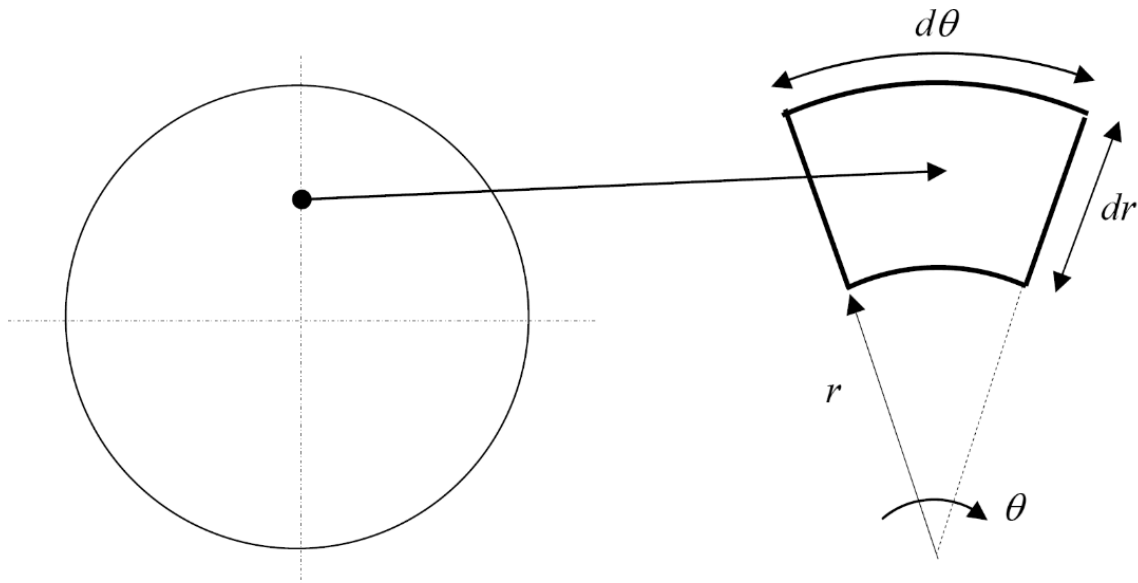


Figura 4.6: coordinate polari relative ad un elemento appartenente ad un disco target.

Considerando un elemento infinitesimo del disco avente materiale omogeneo, isotropo e lineare le deformazioni possono essere descritte attraverso la legge di Hooke in coordinate polari come:

$$\varepsilon_r = \frac{1}{E} \cdot [\sigma_r - \nu \cdot \sigma_\theta] + \alpha \cdot \Delta T \quad 4.1$$

$$\varepsilon_\theta = \frac{1}{E} \cdot [\sigma_\theta - \nu \cdot \sigma_r] + \alpha \cdot \Delta T \quad 4.2$$

Dove  $\alpha$  è il coefficiente di dilatazione termica,  $\Delta T$  la variazione di temperatura e  $\nu$  il modulo di Poisson. Ricordando l'ipotesi di stato piano di tensione si ha:  $\varepsilon_z = 0$ .

Passando ora ad isolare l'effetto delle tensioni agenti si ottiene:

$$\varepsilon_r - \alpha \cdot \Delta T = \frac{1}{E} \cdot [\sigma_r - \nu \cdot \sigma_\theta] \quad 4.3$$

$$\varepsilon_\theta - \alpha \cdot \Delta T = \frac{1}{E} \cdot [\sigma_\theta - \nu \cdot \sigma_r] \quad 4.4$$

Si avranno quindi le seguenti tensioni radiali e tangenziali:

$$\sigma_r = \frac{E}{(1 - \nu^2)} \cdot [\varepsilon_r + \nu \cdot \varepsilon_\theta - (1 + \nu)\alpha \cdot \Delta T] \quad 4.5$$

$$\sigma_{\theta} = \frac{E}{(1-\nu^2)} \cdot [\varepsilon_{\theta} + \nu \cdot \varepsilon_r - (1+\nu)\alpha \cdot \Delta T] \quad 4.6$$

Ponendo l'attenzione sulla direzione radiale, è possibile scriverne l'equilibrio come:

$$\frac{\delta\sigma_r}{\delta r} + \frac{\sigma_r - \sigma_{\theta}}{r} + \frac{1}{r} \cdot \frac{\delta\tau_{r\theta}}{\delta\theta} = 0 \quad 4.7$$

Sfruttando poi l'assialsimmetria del problema si ha la componente legata al taglio nulla:

$$\frac{\delta\sigma_r}{\delta r} + \frac{\sigma_r - \sigma_{\theta}}{r} = 0 \quad 4.8$$

La definizione di deformazione, cioè il rapporto tra la lunghezza istantanea e quella iniziale, ci permette di valutare lo spostamento radiale  $u$  di due punti  $r_1$  e  $r_2$  come in figura 4.7:

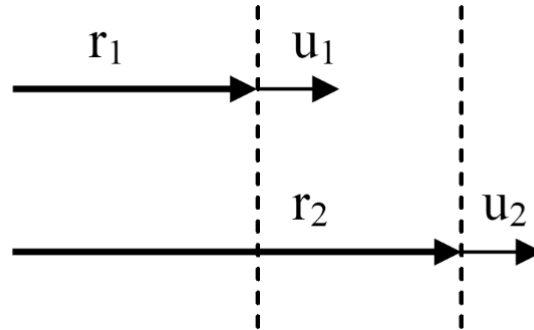


Figura 4.7: Spostamento radiale di due punti di riferimento.

Si avrà quindi:

$$\varepsilon_r = \frac{(r_2 + u_2) - (r_1 + u_1) - (r_2 - r_1)}{(r_2 - r_1)} = \frac{u_2 + u_1}{r_2 - r_1} = \frac{du}{dr} \quad 4.9$$

$$\varepsilon_{\theta} = \frac{2\pi \cdot (r + u) - 2\pi \cdot r}{2\pi \cdot r} = \frac{u}{r} \quad 4.10$$

Inserendo la 4.9 e 4.10 nelle tensioni delle equazioni 4.5 e 4.6 si ottiene:

$$\sigma_r = \frac{E}{(1-\nu^2)} \cdot \left[ \frac{du}{dr} + \nu \cdot \frac{u}{r} - (1+\nu)\alpha \cdot \Delta T \right] \quad 4.11$$

$$\sigma_{\theta} = \frac{E}{(1-\nu^2)} \cdot \left[ \frac{u}{r} + \nu \cdot \frac{du}{dr} - (1+\nu)\alpha \cdot \Delta T \right] \quad 4.12$$

È possibile ora inserire le espressioni ottenute all'interno dell'equazione descrivente l'equilibrio in direzione radiale 4.7:

$$\frac{d^2u}{dr^2} + \frac{1}{r} \cdot \frac{du}{dr} - \frac{1}{r^2} \cdot u = (1+\nu) \cdot \alpha \cdot \frac{dT}{dr} \quad 4.13$$

Per ricavare gli spostamenti radiali  $u$  dapprima si riorganizza la 4.13 poi si passa all'integrazione lungo il raggio  $r$ :

$$\frac{d}{dr} \left[ \frac{1}{r} \cdot \frac{d(r \cdot u)}{dr} \right] = (1+\nu) \cdot \alpha \cdot \frac{dT}{dr} \quad 4.14$$



$$\frac{d(r \cdot u)}{dr} = r \cdot (1 + \nu) \cdot \alpha \cdot T + C_1 \cdot r \quad 4.15$$

Infine attraverso una seconda integrazione si hanno gli spostamenti radiali:

$$u = (1 + \nu) \cdot \alpha \cdot \frac{1}{r} \cdot \int_0^r (T \cdot r) dr + C_1 \cdot r + \frac{C_2}{r} \quad 4.16$$

Le componenti tensionali radiali e tangenziali possono essere ottenute inserendo la 4.16 all'interno delle 4.5 e 4.6:

$$\sigma_r = -\alpha \cdot E \cdot \frac{1}{r^2} \cdot \int_0^r (T \cdot r) dr + \frac{E}{(1 - \nu^2)} \cdot \left[ C_1 \cdot (1 + \nu) - C_2 \cdot (1 - \nu) \cdot \frac{1}{r^2} \right] \quad 4.17$$

$$\sigma_\theta = \alpha \cdot E \cdot \frac{1}{r^2} \cdot \int_0^r (T \cdot r) dr - \alpha \cdot E \cdot T + \frac{E}{(1 - \nu^2)} \cdot \left[ C_1 \cdot (1 + \nu) - C_2 \cdot (1 - \nu) \cdot \frac{1}{r^2} \right] \quad 4.18$$

Dove  $C_1$  e  $C_2$  sono delle costanti da inserire in relazione alle condizioni al contorno del sistema:

- Spostamenti radiali nulli al centro del disco:  $u = 0$  a  $r = 0$
- Tensioni radiali nulle lungo il perimetro del disco:  $\sigma = 0$  a  $r = R$

Dalla prima condizione per  $r = 0$  si avrà:

$$\lim_{r \rightarrow 0} \frac{1}{r} \cdot \int_0^r (T \cdot r) dr = 0 \quad 4.19$$

È quindi direttamente conseguenza  $C_2 = 0$ , mentre tramite la seconda condizione al contorno si avrà:

$$C_1 = (1 - \nu) \cdot \frac{\alpha}{R^2} \cdot \int_0^R (T \cdot r) dr \quad 4.20$$

Adesso è possibile introdurre le due costanti all'interno delle equazioni delle componenti tensionali:

$$\sigma_r = \alpha \cdot E \cdot \left( \frac{1}{R^2} \cdot \int_0^R (T \cdot r) dr - \frac{1}{r^2} \cdot \int_0^r (T \cdot r) dr \right) \quad 4.21$$

$$\sigma_\theta = \alpha \cdot E \cdot \left( -T + \frac{1}{R^2} \cdot \int_0^R (T \cdot r) dr + \frac{1}{r^2} \cdot \int_0^r (T \cdot r) dr \right) \quad 4.22$$

Dove  $T$  descrive la distribuzione radiale di temperatura presente sui dischi.

Un aspetto da evidenziare è la presenza di tensioni radiali e tangenziali finite per  $r = 0$ , data la relazione:

$$\lim_{r \rightarrow 0} \frac{1}{r} \cdot \int_0^r (T \cdot r) dr = \frac{1}{2} \cdot T_0 \quad 4.23$$

Nota la distribuzione di temperatura è quindi possibile ricavare il campo di tensione sul disco. Ciò richiede però la conoscenza delle proprietà del materiale: modulo elastico e coefficiente di dilatazione termica. A loro volta le proprietà sono dipendenti dalla temperatura, creando quindi una complicazione non banale per il calcolo delle tensioni. Questo unito alla possibilità di avere un campo di temperatura non perfettamente assialsimmetrico, porta a far cadere le assunzioni eseguite generando semplificazioni troppo importanti sulla realtà.

È quindi necessario l'utilizzo di un software FEM evitando così le approssimazioni date dal metodo analitico che, nonostante le condizioni, garantisce comunque la possibilità di controllo affidabile.

## 4.4 Modello analisi numerica

Il modello agli elementi finiti utilizzato in Ansys® è il medesimo del capitolo precedente, sfruttando sempre la modalità di soluzione *transiented* utilizzando il metodo di calcolo noto come *Radiosity Solver Method*. Durante la modellazione geometrica è necessario porre attenzione sull'altezza della prova di rottura, cioè sulla distanza tra provino e crogiolo. Un altro aspetto da controllare è l'utilizzo della Macro del materiale testato. Dopo la generazione delle mesh dei vari elementi, analoghe al test di conducibilità, è possibile ottenere il campo di temperatura e le tensioni in gioco inserendo la corrente di rottura del provino. Un esempio dell'APDL utilizzato è riportato in appendice A.

### 4.4.1 Analisi campo di temperatura

La possibilità di valutare le temperature a rottura, o durante la prova di riscaldamento, del disco è possibile grazie alla piena caratterizzazione termica del materiale. Il metodo della funzione ottima fornisce la conducibilità termica, mentre l'emissività viene calcolata attraverso l'uso del pirometro. Con un passaggio elettro-termico tramite il modello Ansys® si ha quindi una stima del campo termico del provino. In figura 4.8 è riportato il plot termico a rottura di un provino SiC SA.

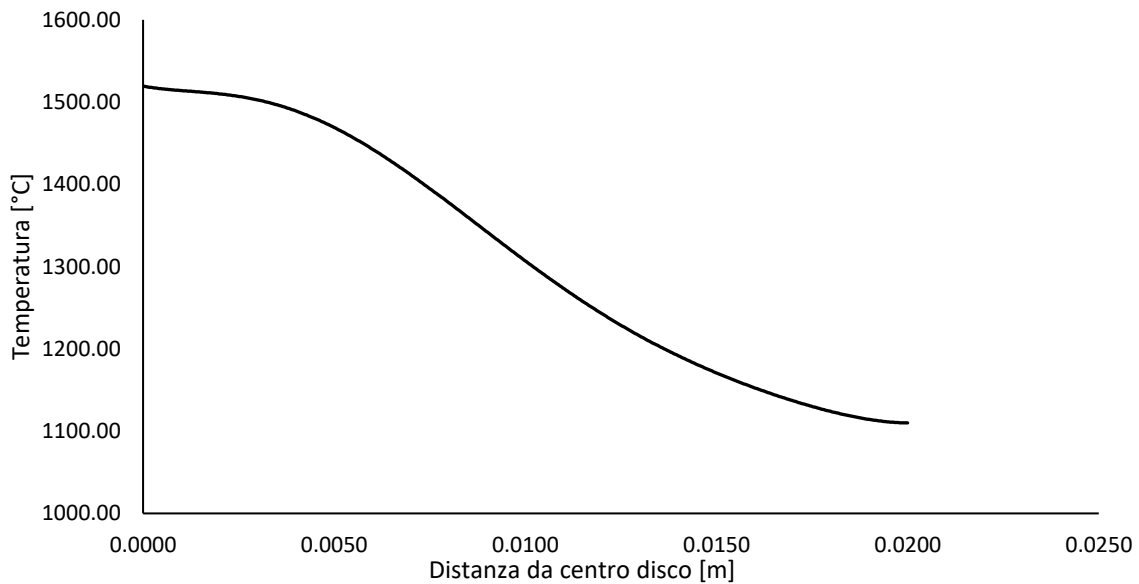


Figura 4.8: Profilo temperatura perpendicolare al crogiolo di un disco avente spessore 1.45 mm e diametro 40 mm con rottura a 250 A.

In figura 4.8 è riportato l'andamento di temperatura di un provino portato a rottura utilizzando il modello Ansys®, in direzione perpendicolare al crogiolo dove si ha il maggior gradiente termico. È necessario fare una precisazione, l'andamento più gravoso è dato nella direzione parallela all'elemento riscaldante e lungo la faccia inferiore del provino. L'andamento non è perfettamente a campana come sarà per il caso del fascio protonico, si avrà quindi una differenza tra il campo di tensione tramite il modello numerico e quello analitico sopra descritto.

### 4.4.2 Analisi campo di Tensione

Avendo la piena caratterizzazione del materiale, cioè conoscendo sia le proprietà termiche, elettriche e termoplastiche, è possibile ricavare il campo di tensione generato dai stress termici sul provino.

Il passaggio termico-strutturale è permesso previa la conoscenza del campo di temperatura, ottenuto dall'analisi termica effettuata. Sempre attraverso il programma ANSYS® gli elementi termici che

compongono il disco vengono convertiti in elementi strutturali, andando ad eliminare la restante geometria dell'apparato sperimentale, figura 4.9.

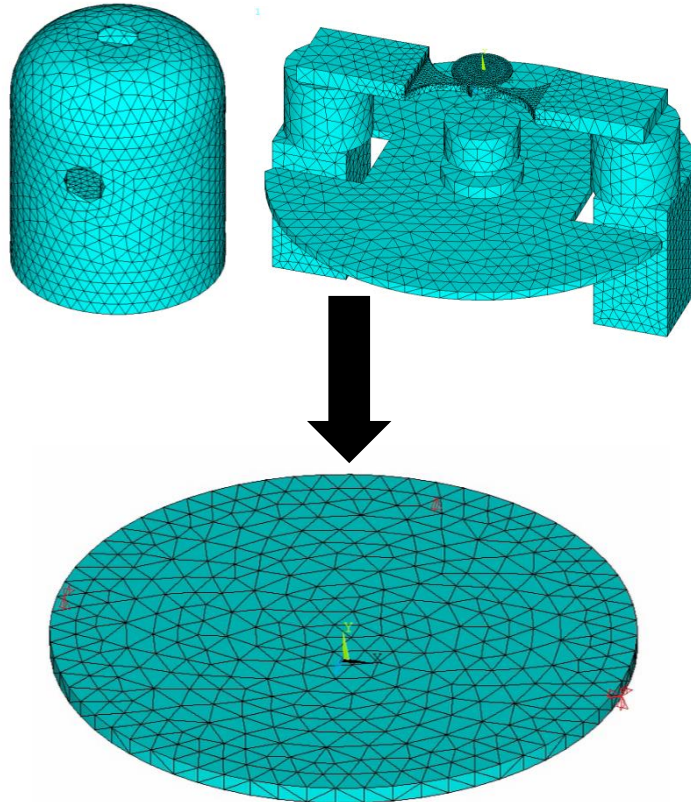


Figura 4.09: Passaggio modello FEM da termico a strutturale.

Al modello vengono infine applicati i vincoli fisici dati dalle astine di sostegno del provino ed inserite come condizione di carico le temperature ottenute dall'analisi precedente richiamando il file RST che racchiude le temperature calcolate.

Si otterrà così il campo di tensione a cui è soggetto il provino nelle condizioni di rottura, dove è possibile ricavare le tensioni principali ne vengono qui riportati i profili di SiC SA testato a rottura.

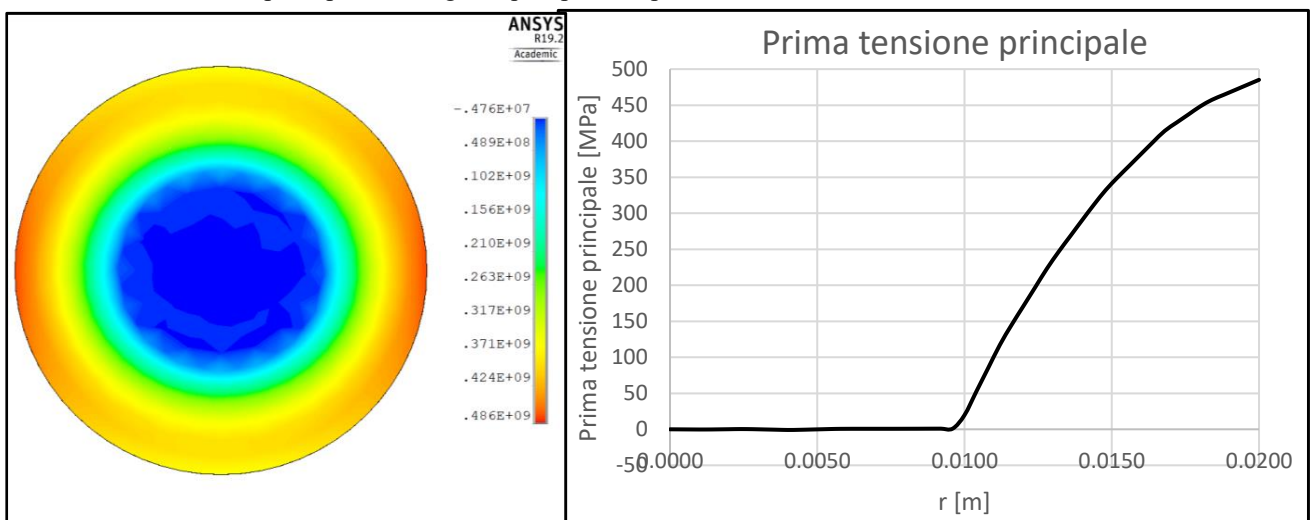


Figura 4.10: Prima tensione principale ed il suo profilo lungo il crogiolo.

- La prima tensione principale risulta nulla da centro fino a circa metà raggio del disco. Il valore massimo, evidenziato nell'immagine a sinistra di figura 4.8, è posizionato lungo la direzione del crogiolo riscaldante e sulla faccia inferiore del privino. La non perfetta simmetria del campo di temperatura va a creare una differenza tra gli andamenti lungo e perpendicolari al crogiolo. Sempre questa distribuzione non simmetrica è la causa della differenza tra la tensione calcolata attraverso il modello numerico con Ansys® e quella ottenuta tramite il modello analitico (fig. 4.11)

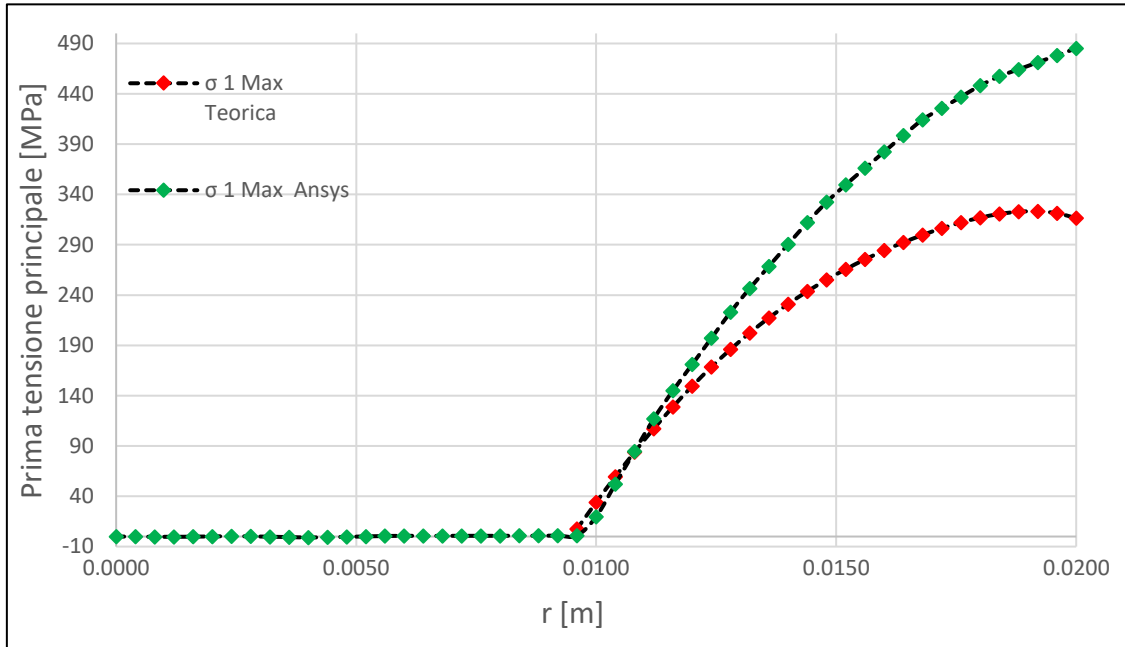


Figura 4.11: Confronto prima tensione principale calcolata attraverso il modello numerico (ANSYS) ed analitico.

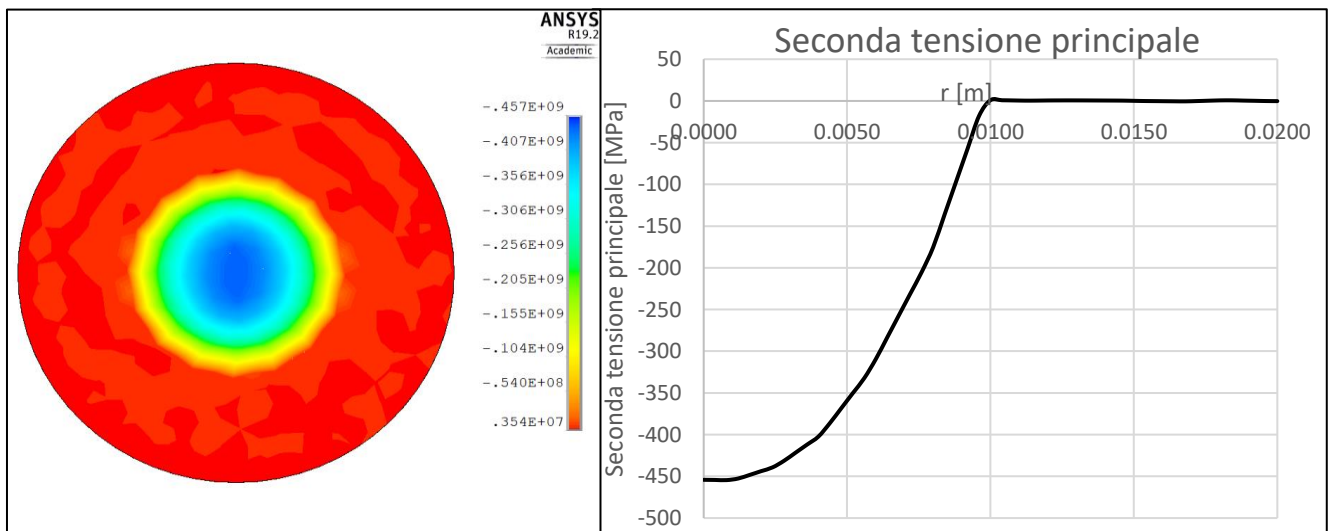


Figura 4.12: Seconda tensione principale ed il suo profilo lungo il crogiolo.

- La seconda tensione principale presenta un andamento completamente simmetrico, con valori nulli dalla periferia fino a metà raggio, per poi decrescere con un minimo al centro del disco.

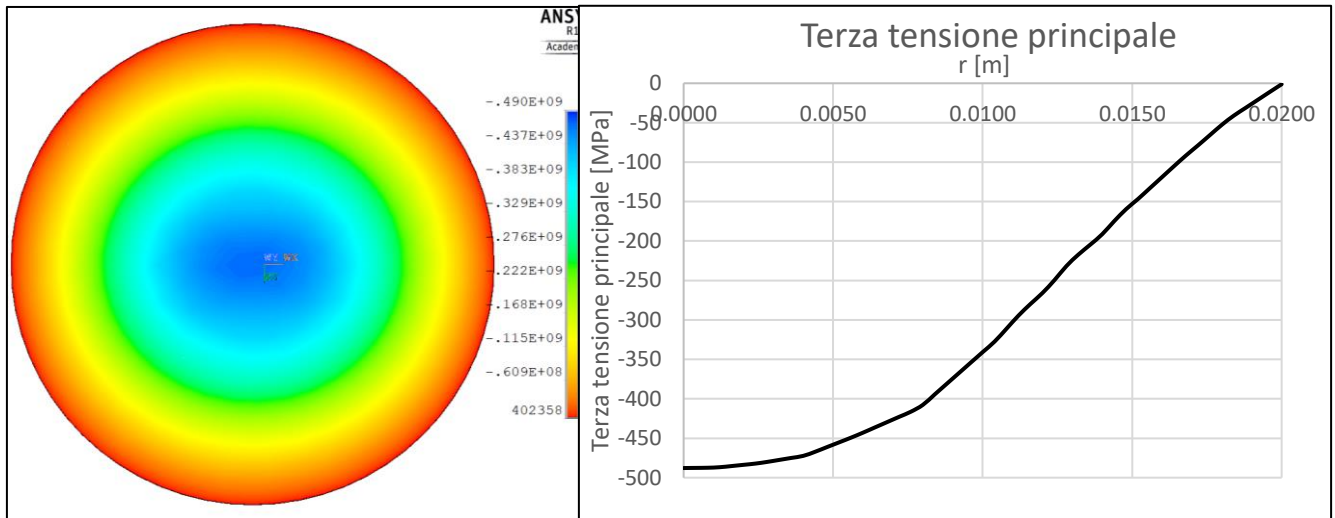


Figura 4.13: Terza tensione principale ed il suo profilo lungo il crogiolo.

- La terza tensione principale rimane sempre negativa con andamento decrescente verso il centro del disco, senza essere influenzata dalla non simmetria del sistema.

Data la natura delle tensioni ottenute dal campo termico e la modalità di rottura a fontana osservata tramite la visione dei frammenti dei provini rotti, la prima tensione principale è la tensione critica di rottura del provino. La rottura avviene sempre lungo la periferia del disco, plausibilmente in un punto dove vi è la presenza di un difetto critico. È proprio la prima tensione principale, con i suoi valori massimi in periferia ad eseguire un'azione di apertura in questi innesco ed a far nascere così la cricca che porta a cedimento il provino.

## 4.5 Risultati test di rottura

I test di rottura eseguiti in lavori precedenti sono stati quindi aggiornati con i valori di conducibilità calcolati attraverso la funzione ottima.

Tramite il modello numerico vengono dati come input la corrente di rottura, ricavata tramite l'utilizzo del pirometro, e le caratteristiche della prova: diametro disco, spessore e distanza dal crogiolo.

I risultati sono stati poi sfruttati per eseguire la statistica di Weibull dei materiali. Solamente il SiC SE non è stato analizzato statisticamente a causa del numero ridotto di provini disponibili per la prova di rottura, per completezza vengono comunque riportati i risultati di test a rottura e la modalità eseguita.

### 4.5.1 Test di rottura SiC SA

I test di rottura del carburo di silicio Hexoloy® SiC SA, eseguiti nell'impianto Alte temperature ai Laboratori Nazionali di Legnaro, sono stati svolti ad elevate temperature da portare il provino a rottura garantendo comunque un test di studio delle proprietà del materiale. Per ovviare all'elevata resistenza di questo carburo di silicio è stato utilizzato uno schermo in grafite EDM3 della ditta POCO, così da garantire il raggiungimento di temperature più elevate. Lo schermo come già descritto ha una forma a corona circolare per permettere la lettura delle temperature del disco, viene riportata in figura 4.4 l'immagine di un test di rottura durante il riscaldamento del gruppo disco, crogiolo e schermo utilizzato per i test.

I dischi testati hanno diametro da 30 o 40 mm con una distanza dal crogiolo tra 1 e 2.5 mm, gli spessori variano tra 0.5 e 1.3 ed in tutte le prove è stato utilizzato lo schermo in grafite. In tabella 4.1 è riportato un riassunto delle prove effettuate e delle tensioni ricavate dal modello FEM.

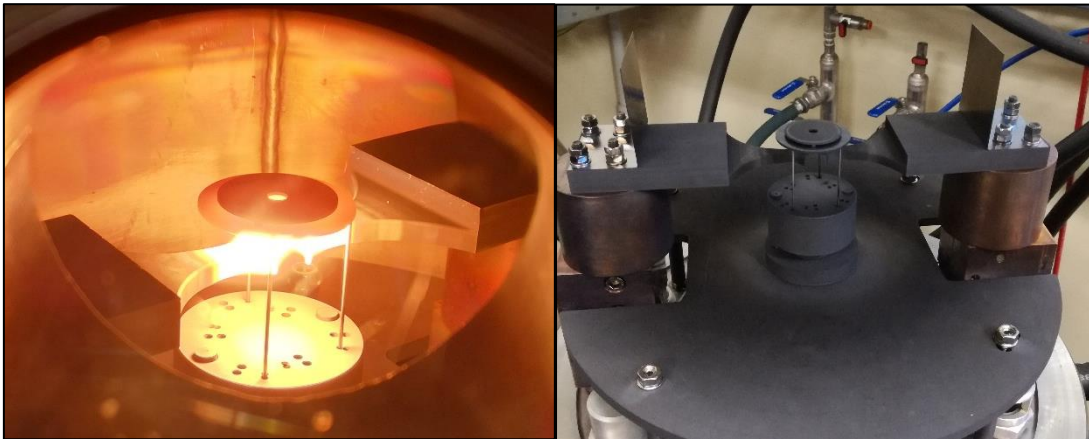
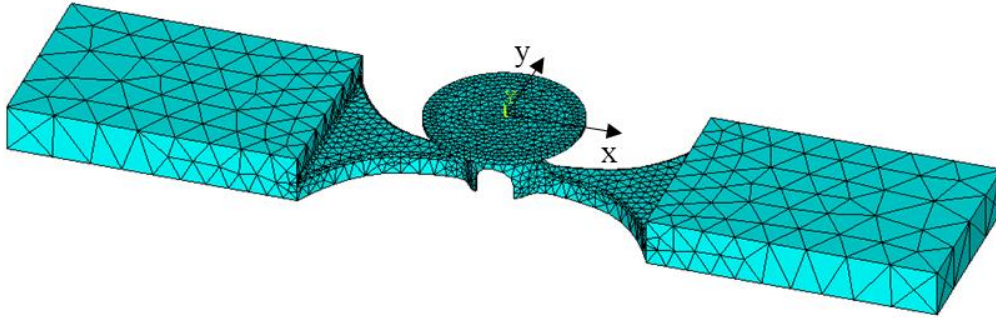


Figura 4.14: Mesh crogiolo, disco target e schermo in grafite.

Come è possibile vedere, nel caso di dischi con spessore maggiore la resistenza aumenta grazie alla diminuzione della resistenza termica, dove le temperature massime oscillano tra i 1300 ed i 1700 °C. Vengono riportate, ricordando l'importanza per l'innesco della rottura, sia la prima tensione principale lungo il crogiolo che quella perpendicolare alla direzione del crogiolo. È proprio la prima che viene imputata come tensione generante la frattura, la sua variabilità tra i 300 e i 500 MPa verrà approfondita all'interno del capitolo 5.



*Figura 4.15: Figura con assi di riferimento per l'acquisizione delle temperature e delle tensioni perpendicolarmente e lungo l'asse del crogiolo.*

Per alleggerire la scrittura, sono stati utilizzati come riferimento per le tensioni gli assi di figura 4.15. sia per le tensioni che le temperature si è scelto di nominare  $y$  l'asse perpendicolare alla direzione del crogiolo, mentre l'asse  $x$  sarà relativo ai dati ricavati dal modello numerico lungo la direzione dell'elemento riscaldante.

Diametro [mm]	Spessore [mm]	Distanza [mm]	Corrente di rottura [A]	T <sub>x max</sub> [°C]	T <sub>y max</sub> [°C]	T <sub>media</sub> [°C]	σ <sub>1,x Max</sub> [MPa]	σ <sub>1,y Max</sub> [MPa]
30	0,5	1	225	1535,5	1118,9	1327,2	376,54	326,4
30	0,5	1	225	1535,5	1118,9	1327,2	376,54	326,4
30	0,5	1	230	1564,5	1133,5	1349	391,69	338,88
40	0,5	1	210	1328,5	823,95	1076,225	353,58	298
40	0,5	1	215	1361,8	835,99	1098,895	373	312
40	0,5	1	215	1361,8	835,99	1098,895	373	312
40	0,5	1	200	1355,8	837,69	1096,745	373	301
40	0,5	2,5	210	1329,9	854,75	1092,325	340	277
40	0,5	2,5	240	1423,4	881,52	1152,46	371	279
40	0,6	1	210	1399,12	875,95	1137,535	381	305
40	0,6	1	215	1432,28	887,83	1160,055	401	319
40	0,6	1	215	1432,28	887,83	1160,055	401	319
40	0,6	2,5	265	1532	945,97	1238,985	412	303
40	0,6	2,5	235	1458,4	926,86	1192,63	392,96	314
40	0,8	1	210	1259	856,27	1057,635	278	237
40	0,8	1	215	1390,8	909,38	1150,09	349,8	283
40	0,8	1	265	1508,1	934,54	1221,32	401	308,55
40	1	1	215	1355,11	924,28	1139,695	311,11	272
40	1	1	220	1388,58	937	1162,79	327,63	264
40	1	1	240	1518,87	985,13	1252	400,02	316
40	1	1	245	1549,5	996,39	1272,945	418,1	327,9
40	1	1	240	1518,87	985,13	1252	400,02	316
40	1	1	255	1512	969,63	1240,815	385,68	287,6
40	1,2	1	250	1549,8	1020,9	1285,35	401	314,67
40	1,2	1	275	1690,9	1073,4	1382,15	482	367,17
40	1,2	1	260	1607,7	1042,5	1325,1	434,12	336,46
40	1,2	1	255	1579	1031,8	1305,4	417,63	325,59
40	1,3	1	270	1553,9	1030,2	1292,05	394,22	316,19
40	1,45	1	250	1517,32	1033,54	1275,43	365,2	288,49
40	1,27	1	270	1654,6	1067,7	1361,15	455,24	349,63
40	1,26	1	275	1683,24	1077,27	1380,255	472,59	360,34
40	1,18	1	260	1610,3	1041,3	1325,8	437,16	338,92
40	1,18	1	275	1693,4	1072,1	1382,75	485,16	369,62
30	0,5	1	225	1535,68	1118,87	1327,275	376,54	326,94
30	0,49	1	210	1447,2	1072,17	1259,685	329,3	288,94
30	1	1	250	1612,5	1226,77	1419,635	348,04	299,44
30	1	1	265	1691,2	1267	1479,1	381,39	325,03
40	1,45	1	270	1632,8	1077,2	1355	429,66	331,98

Tabella 4.1: riepilogo rotture Hexoloy ® SiC SA



#### 4.5.2 Test di rottura SiC SP

La tipologia di carburo di silicio più poroso della ditta Hexoloy® è stata testata attraverso la rottura di 27 provini. Grazie ai numerosi punti d'innesco creati dalle porosità presenti è facile ipotizzare il carburo di silicio SP come il materiale meno resistente, quindi in grado di resistere a temperature minori d'esercizio. Non è stato necessario, durante i test di rottura, l'utilizzo dello schermo in grafite come nel caso del materiale più denso qual è il SiC SA. L'unica differenza data dal modello riportato in appendice A è appunto l'assenza dello schermo e l'utilizzo della Macro relativa al materiale in interesse.

Come nei test precedenti, letta la tensione di rottura del materiale, è bastato introdurla nel modello numerico variando le geometrie e le distanze relative al test eseguito. In tabella 4.2 viene riportato un riassunto delle rotture:

Diametro [mm]	Spessore [mm]	Distanza [mm]	Corrente di rottura [A]	T <sub>x max</sub> [°C]	T <sub>y max</sub> [°C]	T <sub>media</sub> [°C]	σ <sub>1,x Max</sub> [MPa]	σ <sub>1,y Max</sub> [MPa]
40	0,97	1	180	1086,20	764,74	925,47	188,22	153,37
40	1,18	2,5	225	1273,40	874,68	1074,04	250,78	195,55
40	0,95	2,5	230	1329,20	873,26	1101,23	290,08	223,04
40	0,95	2,5	230	1329,20	873,26	1101,23	290,08	223,04
40	0,98	2,5	225	1297,30	864,07	1080,685	272,55	210,9
40	0,98	2,5	215	1239,60	841,15	1040,375	245,05	192,07
40	0,97	2,5	215	1239,60	841,15	1040,375	245,05	192,07
40	0,77	2,5	200	1179,9	792	985,95	229,91	183,18
40	0,78	2,5	180	1048,40	742,52	895,46	173,74	142,96
40	0,78	2,5	200	1179,9	792	985,95	229,91	183,18
40	0,76	2,5	200	1179,9	792	985,95	229,91	183,18
40	0,8	2,5	200	1179,9	792	985,95	229,91	183,18
40	0,78	2,5	205	1208,80	804,53	1006,665	242,42	191,71
40	0,6	2,5	195	1179,70	765,44	972,57	242,4	192,97
40	0,59	2,5	185	1115,70	741,38	928,54	213,76	173
40	0,6	2,5	185	1115,70	741,38	928,54	213,76	173
40	0,59	2,5	175	1050,00	715,08	882,54	187,09	154,31
40	0,63	2,5	185	1109,60	744,17	926,885	208,85	169,19
40	0,6	2,5	180	1082,20	728,86	905,53	199,46	162,82
40	0,5	2,5	175	1070,60	705,93	888,265	203,07	167,08
40	0,5	2,5	170	1035,70	692,97	864,335	188,5	156,47
40	0,5	2,5	170	1035,70	692,97	864,335	188,5	156,47
40	0,5	2,5	170	1035,70	692,97	864,335	188,5	156,47
40	0,5	2,5	170	1035,70	692,97	864,335	188,5	156,47
40	1,2	2,5	220	1242,30	863,90	1053,1	235,75	184,98
40	1,2	2,5	225	1271,20	875,59	1073,395	249,06	194,25
40	1,2	2,5	220	1242,30	863,90	1053,1	235,75	184,98
40	1,2	2,5	225	1271,20	875,59	1073,395	249,06	194,25

Tabella 4.2: riepilogo rotture Hexoloy® SiC SP

Come ipotizzato le temperature massime e tensioni principali hanno valori ben inferiori rispetto al SiC SA. Per le prove è bastata una distanza di 2.5 mm per portare a rottura il provino, altro aspetto che denota una minor resistenza termo-meccanica rispetto al materiale precedente. Come nel caso precedente sono stati utilizzati dischi con spessore variabile così da valutarne l'influenza sulla resistenza.

#### 4.5.3 Test di rottura SiC SE

Il carburo di silicio della ditta Hexoloy® denominato SE ha una porosità intermedia tra i due materiali già descritti, la resistenza meccanica sarà quindi a cavallo tra SA e SP. All'interno dei laboratori di Legnaro sono stati testati a rottura i 5 provini disponibili, non saranno utilizzati all'interno di una statistica, dato il numero ridotto, ma vengono comunque riportati in questo lavoro di tesi per completezza e per verifica della conducibilità calcolata nel capitolo precedente attraverso l'uso della funzione ottima.

Diametro [mm]	Spessore [mm]	Distanza [mm]	Corrente di rottura [A]	T <sub>x max</sub> [°C]	T <sub>y max</sub> [°C]	σ <sub>1,x Max</sub> [MPa]
40	5	2,5	180	1104,6	765,16	163,18
40	8	2,5	220	1293,6	839,35	287,64
40	7	2,5	190	1128,8	761,29	217,8
40	6	2,5	220	1325,80	820,69	321,31
40	6	2,5	175	1080,6	733,10	153,18

Tabella 4.3: riepilogo rotture Hexoloy® SiC SE

Le previsioni vengono in generale rispettate, vi è comunque un elevato range di rottura di temperatura e di tensione, aspetto legato alla dimensione dei difetti che portano a rottura il materiale come verrà approfondito nel capitolo successivo.

## 4.6 La statistica di Weibull nei materiali ceramici

I materiali ceramici, a differenza di quelli metallici, generano una rottura fragile senza la presenza di duttilità. La curva sforzo-deformazione è quindi una retta senza plasticizzazione finale. È qui che nasce la difficoltà nella caratterizzazione meccanica di questi materiali, la grande dispersione della tensione di rottura è dovuta ai difetti presenti nel materiale ed al comportamento fragile che presentano. La tensione di rottura va quindi correlata alla cricca più critica presente sul ceramico che porterà a cedimento. È qui infatti che entra in campo la statistica, unico mezzo per avere una stima della probabilità della presenza di una cricca sottoposta al livello di tensione che porta alla frattura. Il principale metodo utilizzato per lo studio dei ceramici è la statistica di Weibull, che necessita però di due ipotesi importanti:

- Comportamento lineare elastico, perfettamente rappresentato dai ceramici;
- Stessa tipologia di difetti critici, che come sarà approfondito nel capitolo successivo nel caso del SiC SA ed SP della Hexoloy® i difetti innescanti le cricche sono porosità del materiale.

La probabilità di sopravvivenza ( $P_s$ ) o in alternativa la probabilità di frattura ( $P_f$ ) sono date dalla 4.24:

$$P_s = 1 - P_f = \exp \left[ - \int \left( \frac{\sigma - \sigma_{min}}{\sigma_0} \right)^m dV \right] \quad 4.24$$

Dove i tre parametri principali sono:

- $m$  modulo di Weibull, descrive la dispersione dei valori attorno al valore principale stimato;
- $\sigma_0$  è la tensione caratteristica alla probabilità di sopravvivenza del 37%;
- $\sigma_{min}$  è il valore minimo di tensione, al di sotto la probabilità di sopravvivenza è del 100%.

Ponendo  $\sigma_{min}=0$  è possibile eseguire la statistica di Weibull a due parametri, solitamente utilizzata per lo studio dei materiali fragili.

Utilizzando quindi la statistica di Weibull a due parametri è possibile descrivere la densità di probabilità di sopravvivenza di una variabile continua randomica come:

$$f(x) = \left( \frac{m}{\beta} \right) \left( \frac{x}{\beta} \right)^{m-1} \exp \left[ - \left( \frac{x}{\beta} \right)^m \right] \quad 4.25$$

Da cui è possibile ricavare la distribuzione cumulata:

$$F(x) = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{x}{\beta} \right)^m \right] \quad 4.26$$

I cui parametri sono:

- $F(x)$  funzione di densità di probabilità;
- $x$  variabile continua randomica;
- $m$  modulo di Weibull;
- $\beta$  parametro di normalizzazione.

Nel caso d'interesse la variabile  $x$  è rappresentata dalla resistenza meccanica del materiale ceramico studiato. Quindi utilizzandola all'interno della 4.26 è possibile ricavare la probabilità di rottura del materiale ad una tensione nota:

$$P_f = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{\sigma_f}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad 4.27$$

Dove:

- $P_f$  probabilità di rottura (*failure*);
- $\sigma_f$  tensione di rottura;
- $\sigma_0$  tensione caratteristica;
- $m$  modulo di Weibull.

La distribuzione di Weibull garantisce l'utilizzo per la resistenza di un materiale grazie alla sua asimmetria rispetto al valore medio. Infatti, i valori di tensione di rottura, tutti maggiori di zero, non possono essere descritti da una distribuzione simmetrica quale è la gaussiana.

Come riferimento per i passaggi della statistica è stata utilizzata la normativa ASTM C1239-07 incentrata sulla distribuzione di resistenza dei materiali ceramici.

Come metodo di calcolo dei parametri di Weibull viene utilizzato il *Maximum Likelihood Method* suggerito nel caso di un ridotto numero di test eseguiti ipotizzando i campioni come rappresentativi della popolazione. Nonostante questo, è suggerito un numero minimo di 30 campioni per l'utilizzo del metodo, cosa non vera nel caso del SiC SP, raccomandando le stesse condizioni di esecuzione dei test.

#### 4.6.1 Maximum Likelihood Method

Il *Maximum Likelihood Method* (metodo della massima verosimiglianza), attraverso l'utilizzo della *Likelihood Function* porta alla stima dei parametri che descrivono il modello statistico utilizzato. La normativa ASTM C1239-07 ne prevede l'utilizzo per la caratterizzazione meccanica dei ceramici, poiché il metodo offre una buona stima della tensione di rottura del materiale.

Il metodo suggerisce un numero minimo di campioni, poiché le stime eseguite convergono al valore reale all'aumentare dei dati presenti, avvicinandosi ad una distribuzione gaussiana. I parametri calcolati, tendenzialmente costanti, sono indipendenti e garantiscono la minima varianza essendo unici per la distribuzione utilizzata.

La *Likelihood Function* rappresenta la distribuzione della cricca critica e viene descritta all'interno della normativa con l'espressione 4.28.

$$L = \prod_{j=1}^N \left( \frac{m}{\sigma_0} \right) \left( \frac{\sigma_{fj}}{\sigma_0} \right)^{m-1} \exp \left[ - \left( \frac{\sigma_{fj}}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad 4.28$$

Dove  $N$  rappresenta il numero di provini analizzati,  $m$  il modulo di Weibull,  $\sigma_{fj}$  la tensione di rottura del  $j$ -esimo provino e  $\sigma_0$  la tensione caratteristica.

Per ricavare i parametri della distribuzione di Weibull la funzione viene derivata rispetto ad  $m$  e  $\sigma_0$  cercandone il massimo:

$$\frac{\sum_{j=1}^N \sigma_{fj}^{\hat{m}} \ln \sigma_{fj}}{\sum_{j=1}^N \sigma_{fj}^{\hat{m}}} - \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N \ln \sigma_{fj} - \frac{1}{\hat{m}} = 0 \quad 4.29$$

$$\hat{\sigma}_0 = \left[ \left( \sum_{j=1}^N \sigma_{fj}^{\hat{m}} \right) \frac{1}{N} \right]^{1/\hat{m}} \quad 4.30$$

Attraverso un processo iterativo variando i valori di  $\hat{m}$  e  $\hat{\sigma}_0$  per il raggiungimento dello zero al massimo.

Il metodo fornisce dei dati per la valutazione del Unbiasing Factor attraverso un fattore correttivo  $b$  tabulato in funzione del numero di provini analizzati, viene riportato un esempio nella tabella 4.3.

Number of Specimens, $N$	Unbiasing Factor, $UF$	Number of Specimens, $N$	Unbiasing Factor, $UF$
5	0.700	42	0.968
6	0.752	44	0.970
7	0.792	46	0.971
8	0.820	48	0.972
9	0.842	50	0.973
10	0.859	52	0.974
11	0.872	54	0.975
12	0.883	56	0.976
13	0.893	58	0.977
14	0.901	60	0.978
15	0.908	62	0.979
16	0.914	64	0.980
18	0.923	66	0.980
20	0.931	68	0.981
22	0.938	70	0.981
24	0.943	72	0.982
26	0.947	74	0.982
28	0.951	76	0.983
30	0.955	78	0.983
32	0.958	80	0.984
34	0.960	85	0.985
36	0.962	90	0.986
38	0.964	100	0.987
40	0.966	120	0.990

Tabella 4.4: Valori del fattore di correzione  $b$  in funzione del numero di provini  $N$  ottenuti tramite analisi con il metodo di Monte Carlo.

Viene quindi corretto il valore di  $\hat{m}$ :

$$\hat{m}_{corr} = \hat{m} \cdot b \tag{4.31}$$

Mentre per quanto riguarda la tensione, l'errore è ritenuto trascurabile, quindi non viene indicata nessuna correzione da eseguire.

Per la valutazione dell'intervallo di confidenza, una volta scelta la confidenza da parte del progettista solitamente tra i 90-95%, i limiti della tensione  $\sigma_0$  vengono forniti da normativa come:

$$C_u = \hat{\sigma}_0 \cdot \exp\left(-\frac{t_u}{\hat{m}}\right) \tag{4.32}$$

$$C_l = \hat{\sigma}_0 \cdot \exp\left(-\frac{t_l}{\hat{m}}\right) \tag{4.33}$$

Dove:

- $\hat{m}$  è il valore del modulo senza l'utilizzo della correzione;
- $\hat{\sigma}_0$  è la resistenza caratteristica;
- $t_u$  parametro fornito da normativa, riportato in tabella 4.4, utilizzato per la definizione del limite superiore dell'intervallo di confidenza;

- $t_1$  parametro fornito da normativa, riportato in tabella 4.4, utilizzato per la definizione del limite inferiore dell'intervallo di confidenza.

Number of Specimens, $N$	$t_{0.05}$	$t_{0.95}$	Number of Specimens, $N$	$t_{0.05}$	$t_{0.95}$
5	-1.247	1.107	42	-0.280	0.278
6	-1.007	0.939	44	-0.273	0.271
7	-0.874	0.829	46	-0.266	0.264
8	-0.784	0.751	48	-0.260	0.258
9	-0.717	0.691	50	-0.254	0.253
10	-0.665	0.644	52	-0.249	0.247
11	-0.622	0.605	54	-0.244	0.243
12	-0.587	0.572	56	-0.239	0.238
13	-0.557	0.544	58	-0.234	0.233
14	-0.532	0.520	60	-0.230	0.229
15	-0.509	0.499	62	-0.226	0.225
16	-0.489	0.480	64	-0.222	0.221
17	-0.471	0.463	66	-0.218	0.218
18	-0.455	0.447	68	-0.215	0.214
19	-0.441	0.433	70	-0.211	0.211
20	-0.428	0.421	72	-0.208	0.208
22	-0.404	0.398	74	-0.205	0.205
24	-0.384	0.379	76	-0.202	0.202
26	-0.367	0.362	78	-0.199	0.199
28	-0.352	0.347	80	-0.197	0.197
30	-0.338	0.334	85	-0.190	0.190
32	-0.326	0.323	90	-0.184	0.185
34	-0.315	0.312	95	-0.179	0.179
36	-0.305	0.302	100	-0.174	0.175
38	-0.296	0.293	110	-0.165	0.166
40	-0.288	0.285	120	-0.158	0.159

Tabella 4.5: tabella contenente i valori per l'intervallo di confidenza al 90% ed in funzione del numero  $N$  di provini

Mentre per l'intervallo di confidenza relativo al modulo  $\hat{m}$  si utilizzano le espressioni:

$$D_u = \frac{\hat{m}}{l_u} \quad 4.34$$

$$D_l = \frac{\hat{m}}{l_l} \quad 4.35$$

Con:

- $\hat{m}$  è il valore del modulo senza l'utilizzo della correzione;
- $l_u$  parametro fornito da normativa, riportato in tabella 4.5, utilizzato per la definizione del limite superiore dell'intervallo di confidenza;
- $l_l$  parametro fornito da normativa, riportato in tabella 4.5, utilizzato per la definizione del limite inferiore dell'intervallo di confidenza.

Number of Specimens, $N$	$q_{0.05}$	$q_{0.95}$	Number of Specimens, $N$	$q_{0.05}$	$q_{0.95}$
5	0.683	2.779	42	0.842	1.265
6	0.697	2.436	44	0.845	1.256
7	0.709	2.183	46	0.847	1.249
8	0.720	2.015	48	0.850	1.242
9	0.729	1.896	50	0.852	1.235
10	0.738	1.807	52	0.854	1.229
11	0.745	1.738	54	0.857	1.224
12	0.752	1.682	56	0.859	1.218
13	0.759	1.636	58	0.861	1.213
14	0.764	1.597	60	0.863	1.208
15	0.770	1.564	62	0.864	1.204
16	0.775	1.535	64	0.866	1.200
17	0.779	1.510	66	0.868	1.196
18	0.784	1.487	68	0.869	1.192
19	0.788	1.467	70	0.871	1.188
20	0.791	1.449	72	0.872	1.185
22	0.798	1.418	74	0.874	1.182
24	0.805	1.392	76	0.875	1.179
26	0.810	1.370	78	0.876	1.176
28	0.815	1.351	80	0.878	1.173
30	0.820	1.334	85	0.881	1.166
32	0.824	1.319	90	0.883	1.160
34	0.828	1.306	95	0.886	1.155
36	0.832	1.294	100	0.888	1.150
38	0.835	1.283	110	0.893	1.141
40	0.839	1.273	120	0.897	1.133

Tabella 4.6: Valori per il calcolo dell'intervallo di confidenza al 90% del modulo di Weibull in funzione del numero di provini  $N$  e del livello di confidenza voluto

### 4.6.2 Statistica di Weibull SiC SA

Viene quindi utilizzato il *Maximum Likelihood Method* per la caratterizzazione meccanica del carburo di silicio SA della ditta Hexoloy® utilizzando le tensioni ottenute tramite il modello numerico con Ansys® dei test di rottura. Attraverso la relazione 4.29 qui riproposta utilizzando un processo iterativo, è stato calcolato il valore del modulo  $\hat{m}$ .

$$\frac{\sum_{j=1}^N \sigma_{fj}^{\hat{m}} \ln \sigma_{fj}}{\sum_{j=1}^N \sigma_{fj}^{\hat{m}}} - \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N \ln \sigma_{fj} - \frac{1}{\hat{m}} = 0 \quad 4.29$$

Vengono riportati i dati utilizzati dei 30 provini testati e il processo eseguito ottenendo un errore dello 0,011%.

$\sigma m^*$	$\ln \sigma$	$(\sigma m^*) \ln \sigma$	$m^*$	$\sum \sigma m^*$	$\sum ((\sigma m^*) \ln \sigma)$	N	$\sum \ln \sigma$
1,85E+23	5,86811	1,0869E+24	9,13	2,32211E+25	1,41085E+26	30	178,99
3,02E+23	5,921578	1,7871E+24					
3,02E+23	5,921578	1,7871E+24					
3,02E+23	5,921578	1,7871E+24					
1,3E+23	5,828946	7,5508E+23					
2,87E+23	5,916202	1,6999E+24					
3,66E+23	5,942799	2,1769E+24					
5,84E+23	5,993961	3,5029E+24					
5,84E+23	5,993961	3,5029E+24					
7,48E+23	6,021023	4,5049E+24					
4,86E+23	5,973708	2,9016E+24					
2,06E+22	5,627621	1,16E+23					
1,68E+23	5,857362	9,8351E+23					
5,84E+23	5,993961	3,5029E+24					
5,76E+22	5,740147	3,3054E+23					
9,24E+22	5,791885	5,349E+23					
5,71E+23	5,991515	3,4241E+24					
8,56E+23	6,035721	5,1644E+24					
5,71E+23	5,991515	3,4241E+24					
4,09E+23	5,955008	2,4386E+24					
1,29E+24	6,080299	7,8158E+24					
3,33E+24	6,184479	2,0579E+25					
5,84E+23	5,993961	3,5029E+24					
3,13E+24	6,177944	1,9367E+25					
1,21E+24	6,073321	7,3249E+24					
8,47E+23	6,034596	5,1107E+24					
5E+23	5,976909	2,9893E+24					
2,49E+23	5,900445	1,4682E+24					
1,86E+24	6,120825	1,1391E+25					
2,62E+24	6,158228	1,6125E+25					

Tabella 4.7: Tabella riassuntiva sul processo di iterazione del *Maximum Likelihood Method* per il SiC SA



Attraverso il modulo  $\hat{m}$  ottenuto e sfruttando la relazione 4.30 si ricava la tensione caratteristica del materiale per la  $P_s$  del 37%:

$$\hat{\sigma}_0 = \left[ \left( \sum_{j=1}^N \sigma_{fj}^{\hat{m}} \right) \frac{1}{N} \right]^{1/\hat{m}} = 413.54 \text{ MPa} \quad 4.36$$

Si passa quindi alla valutazione dell'Unbiasing Factor attraverso i valori da tabella 4.3, dove avendo  $N=30$  si ottiene un  $b=0,955$  che inserito nella 4.31 si ricava il modulo corretto:

$$\hat{m}_{corr} = \hat{m} \cdot b = 8,72 \quad 4.37$$

Senza valutare l'errore presente sulla tensione come da normativa.

Infine viene valutato l'intervallo di confidenza per entrambi i parametri tramite la tabella 4.4 e tabella 4.5 utilizzando come livello di confidenza il 95%:

$$t_u = -0,338$$

$$t_l = 0,334$$

$$l_u = 0,820$$

$$l_l = 1,334$$

$$C_u = \hat{\sigma}_0 \cdot \exp\left(-\frac{t_u}{\hat{m}}\right) = 429,13 \quad 4.38$$

$$C_l = \hat{\sigma}_0 \cdot \exp\left(-\frac{t_l}{\hat{m}}\right) = 398,68 \quad 4.39$$

$$D_u = \frac{\hat{m}}{l_u} = 11,13 \quad 4.40$$

$$D_l = \frac{\hat{m}}{l_l} = 6,84 \quad 4.41$$

L'intervallo di confidenza viene infine riassunto:

	Min	Meanvalue	Max
$\hat{m}$	6,84	9,13	11,13
$\hat{\sigma}_0$	398,68	413,54	429,13

Tabella 4.8: intervalli di confidenza e valori medi dei parametri della statistica di Weibull per il carburo di silicio Hexoloy® SA.

### 4.6.3 Statistica di Weibull SiC SP

Viene utilizzato il *Maximum Likelihood Method*, come nel caso precedente, per la caratterizzazione meccanica del carburo di silicio SP della ditta Hexoloy® utilizzando le tensioni ottenute tramite il modello numerico con Ansys® dei test di rottura. Attraverso la relazione 4.29 qui riproposta utilizzando un processo iterativo, è stato calcolato il valore del modulo  $\hat{m}$ .

$$\frac{\sum_{j=1}^N \sigma_{fj}^{\hat{m}} \ln \sigma_{fj}}{\sum_{j=1}^N \sigma_{fj}^{\hat{m}}} - \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N \ln \sigma_{fj} - \frac{1}{\hat{m}} = 0 \quad 4.29$$

Vengono ripostati i dati utilizzati dei 30 provini testati e il processo eseguito ottenendo un errore dello 0,001%.

$\sigma m^*$	$\ln \sigma$	$(\sigma m^*) \ln \sigma$	$m^*$	$\sum \sigma m^*$	$\sum ((\sigma m^*) \ln \sigma)$	N	$\sum \ln \sigma$
9,52E+16	5,15756	4,91E+17	7,58	2,89E+19	1,6E+20	27	145,99
1,67E+17	5,23159	8,73E+17					
1,75E+17	5,237611	9,14E+17					
1,77E+17	5,239098	9,25E+17					
1,77E+17	5,239098	9,25E+17					
1,77E+17	5,239098	9,25E+17					
1,77E+17	5,239098	9,25E+17					
2,71E+17	5,295614	1,43E+18					
3,1E+17	5,313551	1,65E+18					
3,84E+17	5,341616	2,05E+18					
4,58E+17	5,364854	2,46E+18					
4,58E+17	5,364854	2,46E+18					
7,95E+17	5,437688	4,33E+18					
7,95E+17	5,437688	4,33E+18					
7,95E+17	5,437688	4,33E+18					
9,62E+17	5,462772	5,26E+18					
9,62E+17	5,462772	5,26E+18					
1,19E+18	5,490589	6,52E+18					
1,19E+18	5,490672	6,53E+18					
1,29E+18	5,501462	7,1E+18					
1,29E+18	5,501462	7,1E+18					
1,46E+18	5,517694	8,05E+18					
1,46E+18	5,517694	8,05E+18					
1,54E+18	5,524576	8,49E+18					
2,89E+18	5,607822	1,62E+19					
4,63E+18	5,670157	2,63E+19					
4,63E+18	5,670157	2,63E+19					

Tabella 4.9: Tabella riassuntiva sul processo di iterazione del *Maximum Likelihood Method* per il SiC SP

Attraverso il modulo  $\hat{m}$  ottenuto e sfruttando la relazione 4.30 si ricava la tensione caratteristica del materiale per la  $P_s$  del 37%:

$$\hat{\sigma}_0 = \left[ \left( \sum_{j=1}^N \sigma_{fj}^{\hat{m}} \right) \frac{1}{N} \right]^{1/\hat{m}} = 239,09 \text{ MPa} \quad 4.42$$

Si passa quindi alla valutazione dell'Unbiasing Factor attraverso i valori da tabella 4.3, dove avendo N=27 si ottiene un b=0,949 che inserito nella 4.31 si ricava il modulo corretto:

$$\hat{m}_{corr} = \hat{m} \cdot b = 7,19 \quad 4.43$$

Senza valutare l'errore presente sulla tensione come da normativa.

Infine viene valutato l'intervallo di confidenza per entrambi i parametri tramite la tabella 4.4 e tabella 4.5 utilizzando come livello di confidenza il 95%:

$$t_u = -0,360 \quad t_l = 0,355$$

$$l_u = 0,818 \quad l_l = 1,343$$

$$C_u = \hat{\sigma}_0 \cdot \exp\left(-\frac{t_u}{\hat{m}}\right) = 250,72 \quad 4.44$$

$$C_l = \hat{\sigma}_0 \cdot \exp\left(-\frac{t_l}{\hat{m}}\right) = 228,15 \quad 4.45$$

$$D_u = \frac{\hat{m}}{l_u} = 9,27 \quad 4.46$$

$$D_l = \frac{\hat{m}}{l_l} = 5,64 \quad 4.47$$

L'intervallo di confidenza viene infine riassunto:

	Min	Meanvalue	Max
$\hat{m}$	228,15	239,09	250,72
$\hat{\sigma}_0$	5,65	7,19	9,27

Tabella 4.10: intervalli di confidenza e valori medi dei parametri della statistica di Weibull per il carburo di silicio Hexoloy® SP.

## 4.7 Conclusioni

Il metodo analitico nel caso di un disco soggetto a gradienti termici permette una stima iniziale per il calcolo delle tensioni nel target. L'utilizzo dell'apparato sperimentale all'interno dei Laboratori Nazionali di Legnaro offre la possibilità di una simulazione realistica del fascio impattante sui dischi e grazie al modello numerico in Ansys® un calcolo dettagliato delle tensioni in gioco. Per eseguire il passaggio termico-strutturale, è però necessaria una piena caratterizzazione termica del materiale ed un apparato collaudato e concordante col modello numerico.

I test di rottura effettuati nelle tre tipologie di Carburo di Silicio Hexoloy® consentono di analizzare i materiali sperimentati, per definirne una temperatura e tensione massima di utilizzo.

Il SiC SE nonostante le rotture effettuate non garantiva un numero minimo di dati da analizzare, per gli altri materiali è stato possibile eseguire un'analisi statistica di Weibull.

I materiali ceramici, data la fragilità dovuta ai difetti presenti, non è possibile prescindere da un criterio probabilistico per il calcolo della tensione massima. All'interno di questo lavoro di tesi si è scelto di seguire la normativa ASTM C139-07, indicata per i materiali ceramici e specifica per un numero di dati limitato.

I risultati ottenuti rispecchiano le proprietà dei materiali analizzati (tabella 4.11).

	<b>Modulo di Weibull</b>	<b>Resistenza Caratteristica <math>\sigma_0</math> [MPa]</b>
<b>SiC SA</b>	8,72	413,54
<b>SiC SP</b>	7,19	239,09

*Tabella 4.11: Riassunto distribuzione di Weibull dei materiali SiC SA ed SE tramite la normativa ASTM C139-0.*

Le diverse densità rispecchiano le caratteristiche della distribuzione di Weibull: il SiC SA, di elevata densità (3.1 g/cm<sup>3</sup>), è costituito da difetti dell'ordine di alcune migliaia di  $\mu\text{m}^2$  come avremo modo di approfondire nel capitolo seguente. Il SiC SP invece vede un'ampia porosità, sfruttata in ambito industriale come lubrificante, che in questo caso porta ad una dispersione maggiore dei dati raccolti e di conseguenza ad un crollo del modulo di Weibull e della resistenza caratteristica.

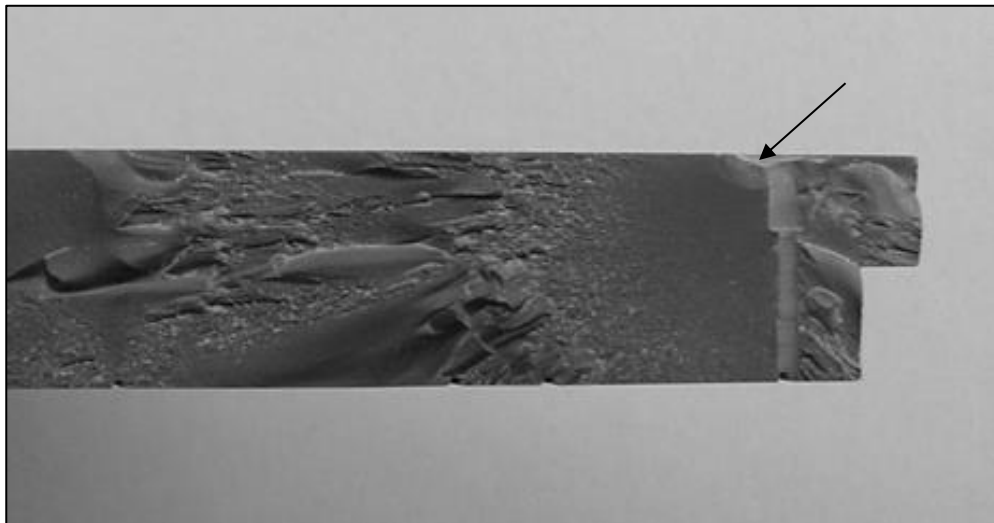
## CAPITOLO 5

# Analisi frattografica e valutazione dello Stress Intensity Factor-“SIF”

### 5.1 Introduzione

Il comportamento fragile dei materiali ceramici, causato dalla rottura in campo elastico, necessita di un ulteriore approfondimento. Data la piena caratterizzazione dei materiali studiati, è possibile eseguire un ulteriore studio sulla frattura dei provini, superando quindi l'approccio legato all'analisi statistica. La rottura catastrofica è strettamente legata alla dimensione dei difetti, si andrà infatti a valutare la zona più critica, cioè l'area dove si ha la peggior combinazione dello stato tensionale e della dimensione del difetto. Per realizzare questo studio saranno necessarie le analisi tramite il modello numerico con Ansys® eseguite sulle prove di rottura, in particolare i campi di tensione ricavati. La nota fragilità dei ceramici è causata dall'apertura dei difetti presenti nella zona soggetta a trazione del materiale, mentre durante la compressione si ha un effetto di chiusura, senza propagazione di cricche. Quest'ulteriore aspetto ci conferma la valutazione della prima tensione principale, come la componente critica di apertura dei difetti.

Un ulteriore strumento necessario è lo studio frattografico della zona di frattura dei frammenti risultanti dai test di rottura, un'attenta analisi permette la valutazione del difetto che ha portato a frattura, dello stato tensionale e del meccanismo di propagazione.



*Figura 5.1: Superficie di frattura di un piatto in SiC, con origine indicata dalla freccia [33].*

Il seguente capitolo vedrà dapprima alcuni aspetti della frattografia legati ai ceramici, poi lo studio nel caso in esame dei dischi in carburo di silicio con la valutazione dell'area del difetto e della tensione puntuale a rottura, infine i dati verranno sfruttati per la valutazione della relazione presente tra difetto e tensione di rottura.

## 5.2 L'analisi frattografica

Analizzare la superficie di frattura può essere un dato importante quanto la tensione che porta a cedimento e fornisce, attraverso un'attenta lettura, le caratteristiche di rottura del provino. Nell'ambito dei materiali ceramici, la natura catastrofica della frattura porta sia svantaggi che vantaggi nell'analisi delle superfici di frattura:

- La rottura genera un gran numero di frammenti da esaminare, con il rischio di perdita della zona con il difetto critico;
- La rottura fragile, senza plasticizzazione, crea segni ed elementi peculiari sulla zona di innesco, di facile individuazione anche ad occhio nudo dopo un breve periodo di esperienza.

È quindi necessaria una preliminare analisi visiva che, attraverso un po' di conoscenza del fenomeno della frattura nei ceramici, permette l'individuazione dei frammenti aventi l'innesco della cricca; sarà poi analizzato i frammenti selezionati tramite l'uso di strumenti quali il microscopio ottico o il più potente microscopio elettrico a scansione (SEM).

Attraverso questi strumenti è possibile individuare la zona di innesco frattura, anche tramite passaggi molto semplici, seguendo i segni peculiari sulla superficie che si manifestano nei ceramici.

Gli elementi caratteristici, di facile individuazione sono:

- *Le Hackle Lines* nervature superficiali facilmente visibili che convergono verso l'innesco rottura;
- *La Fracture Mirror* l'area che racchiude il difetto che ha portato a rottura, caratterizzata da una superficie molto liscia.

Esistono infatti altri dettagli, non immediatamente visibili o rilevabili, che descrivono il comportamento del materiale a rottura. Per eventuali approfondimenti viene suggerito il testo: *G. D. Quinn, Fractography of Ceramics and Glasses, National Institute of Standards and Technology, 2016.*

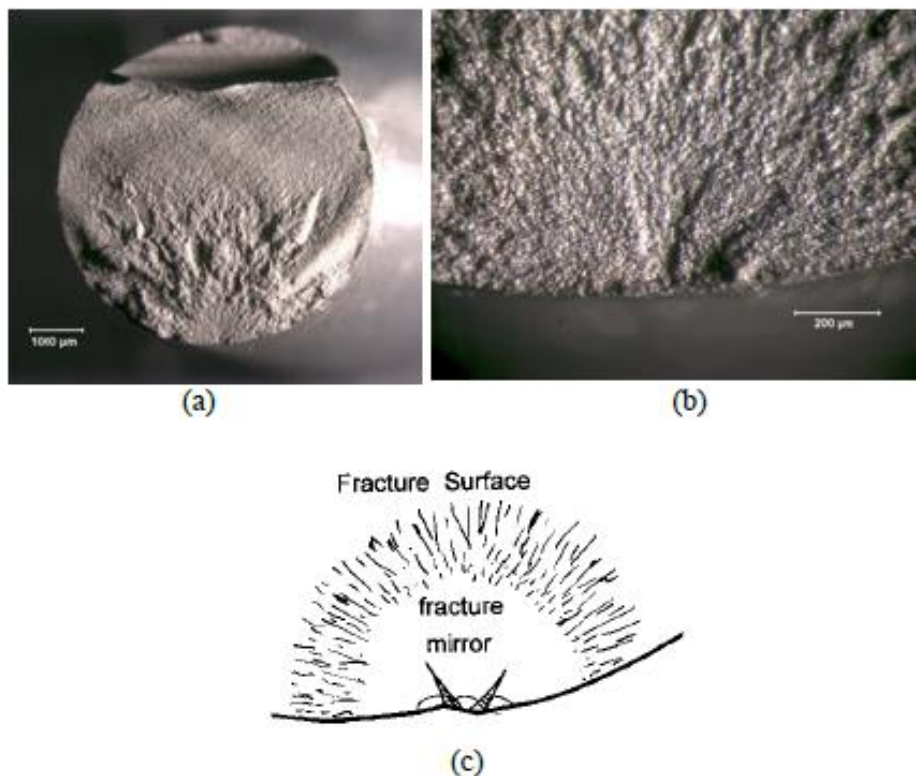


Figura 5.2: Zona di rottura componente in nistruro di silicio (a), ingrandimento del difetto innescante (b) e disegno riportante le Hackle Lines e la Fracture Mirror (c) [33].

Grazie alla ricchezza di particolari data dalla rottura in campo elastico, la valutazione della zona di rottura è di facile interpretazione, anche attraverso l'utilizzo di un semplice microscopio ottico. Il difetto, a volte di dimensioni molto piccole, necessita solitamente dell'utilizzo di strumenti più potenti quali l'analisi al SEM. la *Fracture Mirror* fornisce anche un'indicazione sulla velocità di propagazione della cricca, minore è la superficie liscia e maggiore è la velocità iniziale; nel caso dei vetri le velocità sono tra i 700 m/s ed i 2500 m/s, mentre per quanto riguarda i ceramici le velocità aumentano notevolmente.

Le inclinazioni generate dalle diverse velocità di propagazione della cricca vanno a generare delle aree, con segni caratteristici, che vengono riassunte in tre distinte regioni:

- Regione di Mirror: già in parte descritta, è l'area circolare a maggiore velocità di propagazione della cricca, contenente il difetto innescante. La peculiare superficie liscia viene creata dalla propagazione della frattura, grazie alle elevate accelerazioni in gioco;
- Regione di Mist: si generano delle deviazioni, causate principalmente da difetti o dallo stato tensionale del componente, la zona sarà quindi caratterizzata da una rugosità maggiore. Il passaggio Mirror-Mist non è di facile individuazione nel caso dei ceramici, mentre è ben visibile nei vetri;
- Regione di Hackle: zona con ramificazioni sempre più profonde e facilmente visibili. I segni caratteristici chiamati Hackle Lines descrivono la propagazione della cricca, essendo parallele alla direzione di avanzamento. È questa la regione che in alcuni casi è visibile ad occhio nudo e permette una prima selezione dei frammenti da analizzare.

Queste regioni ed i loro elementi individuano la zona di frattura e permettono una valutazione iniziale sulle cause di rottura e le modalità di propagazione della cricca. Insieme allo stato tensionale del componente garantiscono la piena conoscenza degli elementi che hanno portato a rottura il materiale.

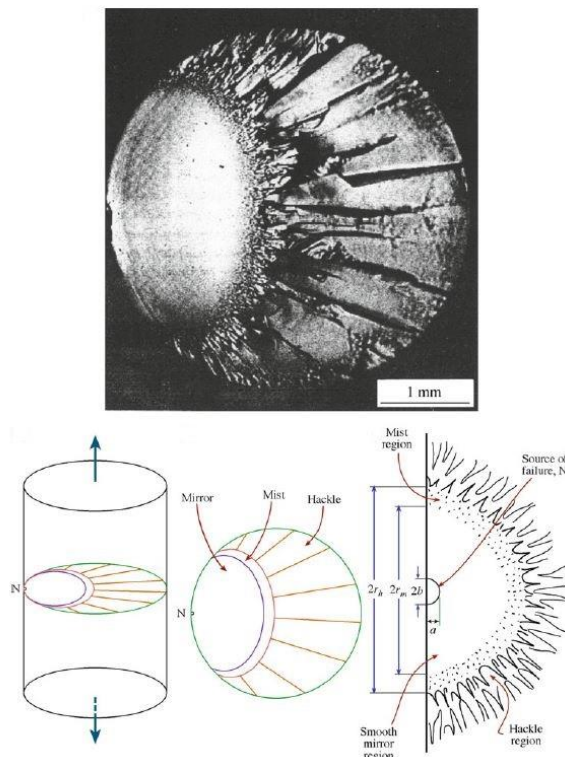


Figura 5.3: Foto della frattura di una barra in vetro. Le zone caratteristiche della frattura fragile sono sotto riportate tramite un disegno semplificato [33].

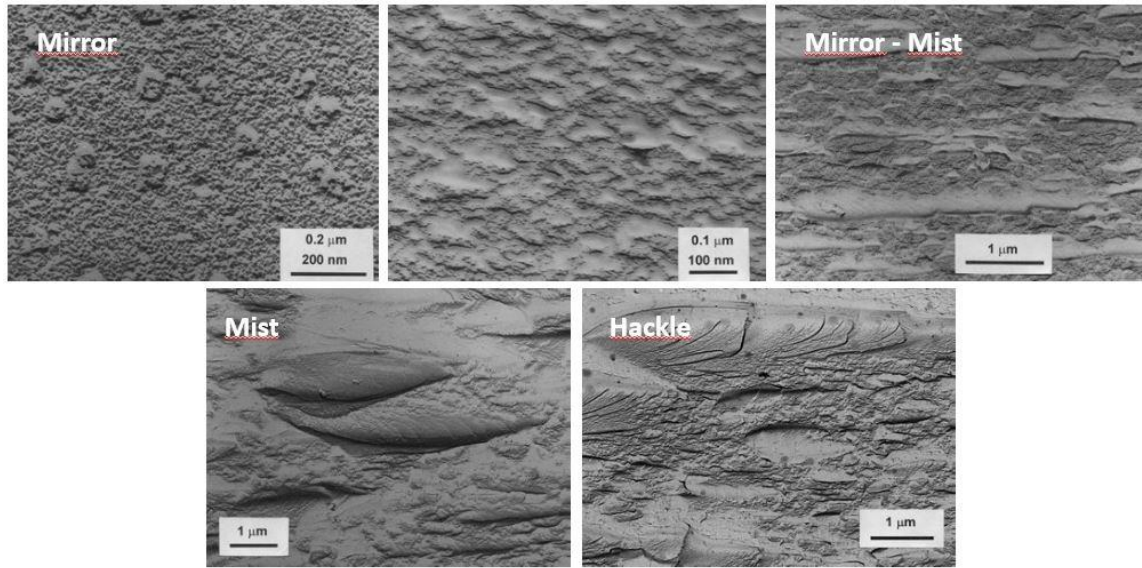
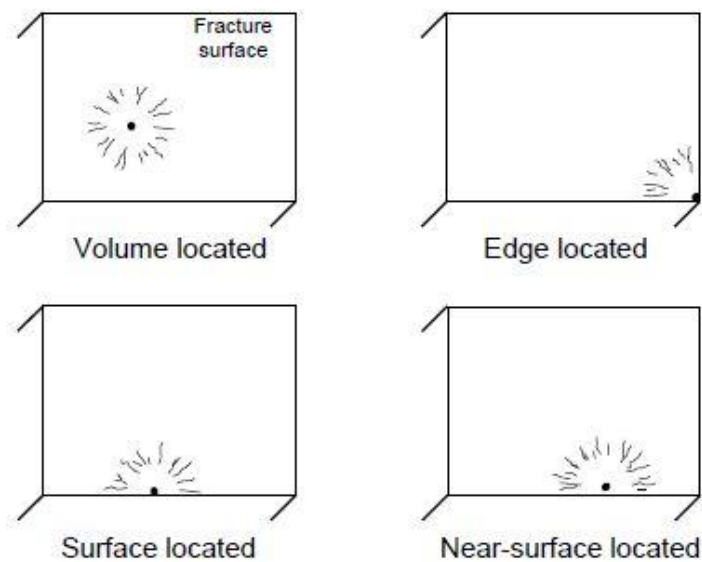


Figura 5.4: foto eseguite al microscopio delle zone di frattura per il caso di una lastra in vetro temprato. Viene come figura primaria riportata la zona di mirror, ed il resto delle immagini segue la propagazione eseguita dalla cricca [27].

### 5.2.1 I difetti nei ceramici

I difetti esistenti nei ceramici possono avere varia natura. Esistono infatti i difetti interni al volume, come sono tipicamente le inclusioni; in alternativa possono appartenere alla superficie dove un classico esempio è rappresentato dai difetti provenienti da lavorazioni meccaniche sul componente. Per l'analisi frattografica un difetto interno può essere all'interno del volume o parzialmente in superficie, mentre nel caso di difetti superficiali sono fisicamente sulla superficie o sul bordo del pezzo.

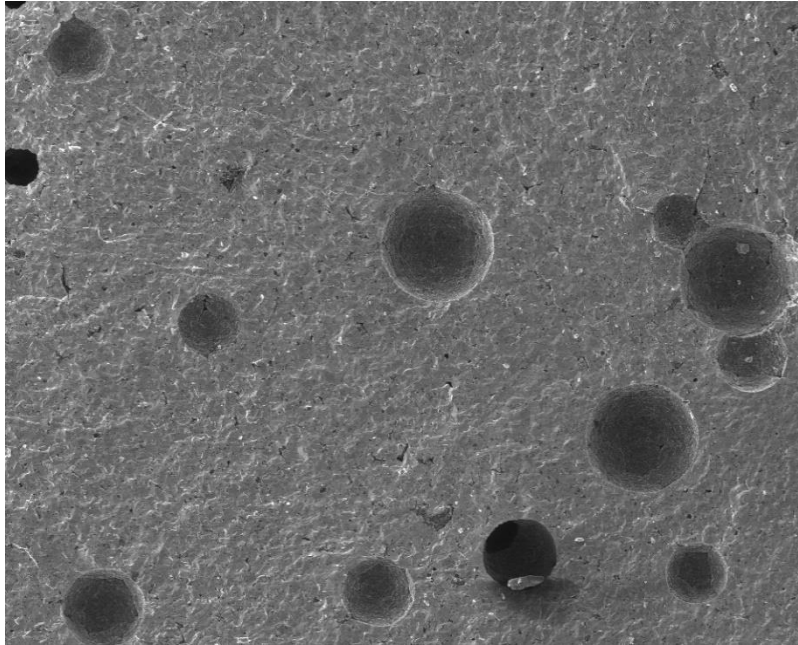
Figura 5.5: Distribuzione dei difetti all'interno del materiale.



Nei difetti di volume sono racchiuse varie tipologie, verranno qui elencate le più comuni:

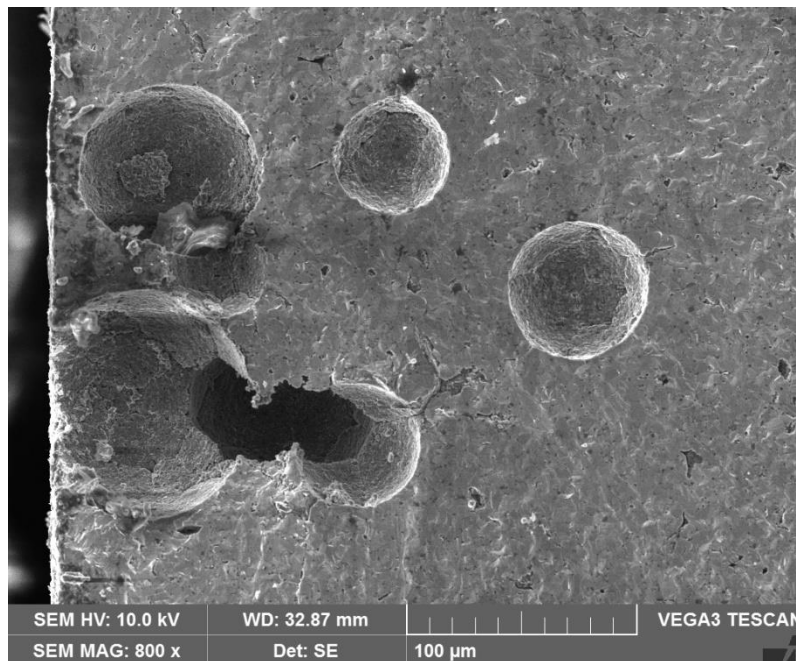


- I pori rappresentano la tipologia più comune di difetti. Nel caso dei ceramici sono spesso equiassici, ma possono generare forme particolari. Ne sono un esempio i pori dei campioni testati di SiC SP (Figura 5.6);



*Figura 5.6: immagine al SEM dei pori presenti all'interno del SiC SP della ditta Hexoloy®.*

- Regioni porose: porosità interconnesse, che vanno a formare zone tridimensionali che accrescono le concentrazioni di tensioni;



*Figura 5.7: immagine al SEM delle porosità interconnesse all'interno del SiC SP della ditta Hexoloy®.*

- Agglomerati, difetti generati durante la sinterizzazione, somiglianti ad un grappolo di grani;

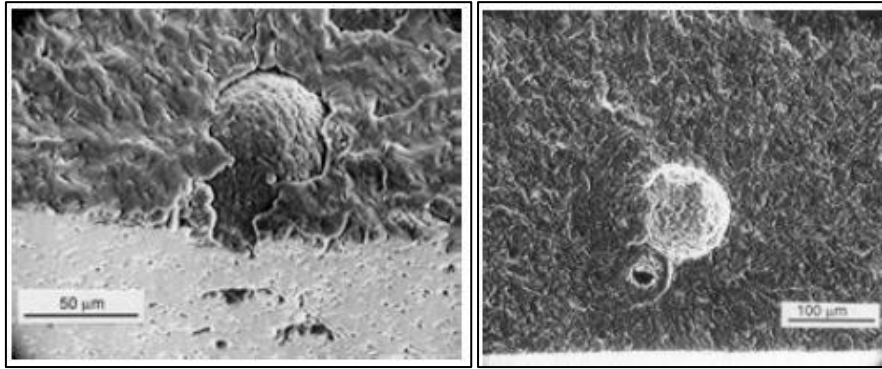


Figura 5.8: Esempio di agglomerati all'interno di campioni in Carburo di Silicio [33].

- Inclusioni con corpi estranei diversi dal materiale studiato, solitamente hanno diverso colore

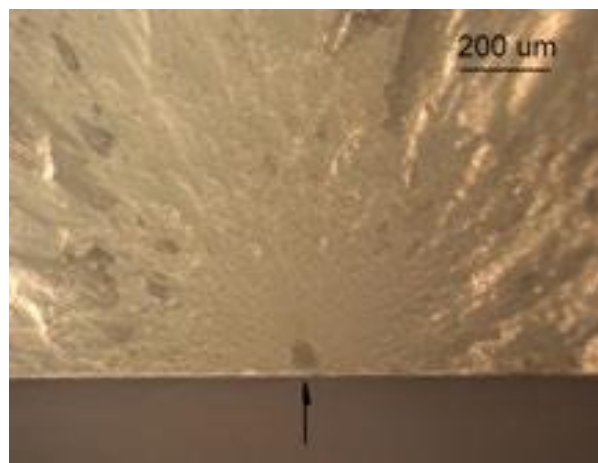


Figura 5.9: immagine di una inclusione di alluminio [33].

Mentre per i difetti superficiali, i più frequenti sono:

- I vuoti superficiali, dati dal processo di produzione del materiale o lavorazioni eseguite sul pezzo;

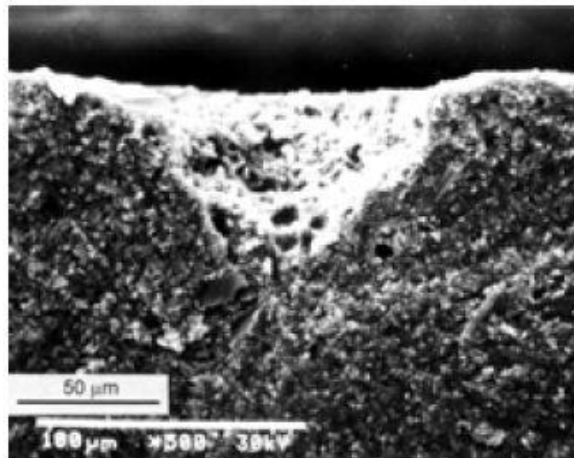


Figura 5.10: Difetto superficiale causato dalla lavorazione eseguita sul componente [33].

- Crateri, cioè cavità generate da reazioni chimiche quali corrosione o ossidazioni.

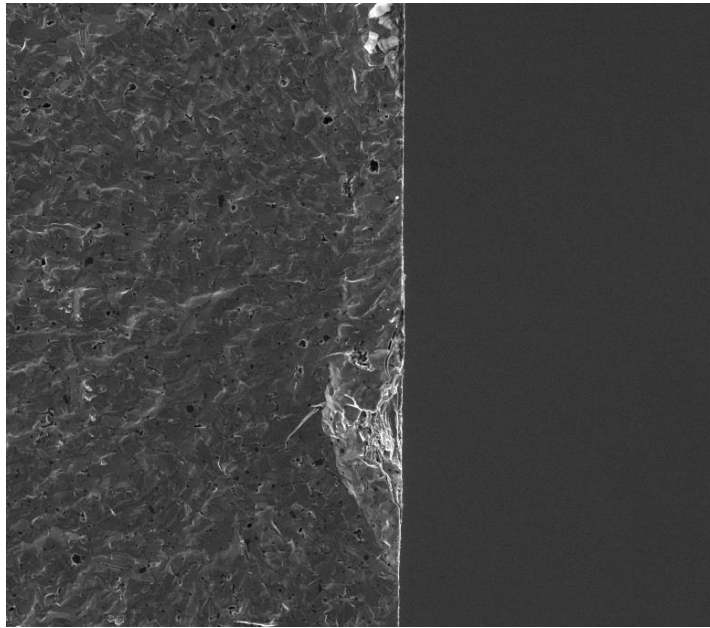


Figura 5.11: esempio cavità superficiale dei un provino SiC SA.

### 5.2.2 Causa e modalità di rottura

Le principali cause di rottura per i materiali ceramici sono numerose e relative alle condizioni al contorno cui è sottoposto il componente. Per brevità viene qui descritto il caso d'interesse all'interno dei Laboratori Nazionali di Legnaro, cioè quello legato agli stress termici. Le tensioni vengono generate dalle diverse deformazioni esistenti nel materiale, che a loro volta sono figlie di dilatazioni del pezzo per un campo di temperatura non omogeneo.



Figura 5.12: Elemento riscaldante per la prova a rottura dei provini utilizzati

Nell'ambito dei dischi in carburo di silicio testati, l'espansione della parte centrale non è bilanciata da un'equivalente espansione in periferia, causando così, nel bordo del provino, uno stato di trazione. La combinazione data dalla presenza di difetti sul materiale porta quindi alla propagazione di una cricca ed alla rottura catastrofica del provino. La cricca propaga quindi con un angolo di  $90^\circ$  rispetto al bordo, per poi rallentare e diramarsi nella tipica frattura a *fontana* nella zona di passaggio tra trazione e compressione. In figura 5.13 viene riportato un tipico caso di test a rottura.

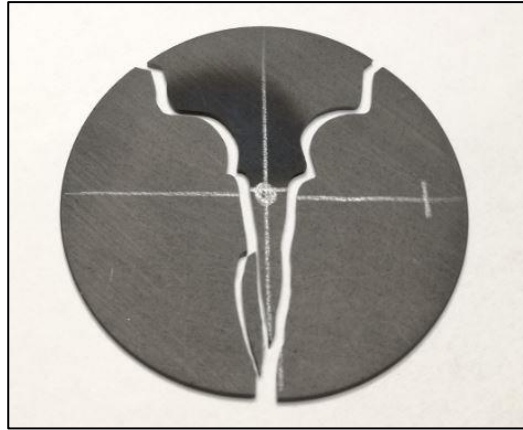


Figura 5.13: Disco in SiC SP testato a rottura nei Laboratori Nazionali di Legnaro. La ricostruzione dei frammenti rappresenta il tipico modello di frattura a "fontana".

La legge di propagazione normale della cricca è concorde con le deduzioni dall'analisi frattografica, essa infatti afferma che una cricca propaga in direzione perpendicolare alla direzione della massima tensione locale. Durante la propagazione la cricca genera le note *Hackle Lines* dovute alla presenza di difetti ed alle deviazioni date dallo stato tensionale. La deviazione dopo la decelerazione della cricca da informazioni importanti poiché l'angolo formato dalla *fontana* è direttamente correlato alla sollecitazione del componente.

Nel caso di flessione o pura trazione la frattura propaga con un angolo a  $45^\circ$ , dato però da valutare in base alla tipologia del componente trattato ed alla possibile presenza di difetti che possono variare l'apertura.

### 5.3 Frattografia dischi ai Laboratori Nazionali di Legnaro

I dischi in Carburo di Silicio di diametro 30 e 40 mm testati a rottura, nell'apparato sperimentale Alte Temperature di Legnaro, sono stati tutti analizzati frattograficamente attraverso l'utilizzo del SEM. Il riscaldamento, tramite effetto Joule, del crogiolo è stato progettato per replicare la collisione del fascio di protoni. Il campo di temperatura generato va a produrre, come già descritto, uno stato di tensione sul materiale portando a rottura il provino. Come visto è la prima tensione principale lungo la periferia che combinata con la presenza di difetti genera la frattura del materiale. L'innesco nella periferia, crea la tipica frattura a *fontana* dei materiali ceramici con una biforcazione della frattura e la formazione di numerosi frammenti. La frammentazione del provino è legata alla tensione di rottura, infatti più questa sarà alta maggiore saranno il numero di frammenti generati. Come è possibile vedere in figura 5.14 il SiC SA avente densità maggiore e quindi una presenza di porosità importanti crea durante la frattura un numero maggiore di frammenti rispetto al SiC SP.

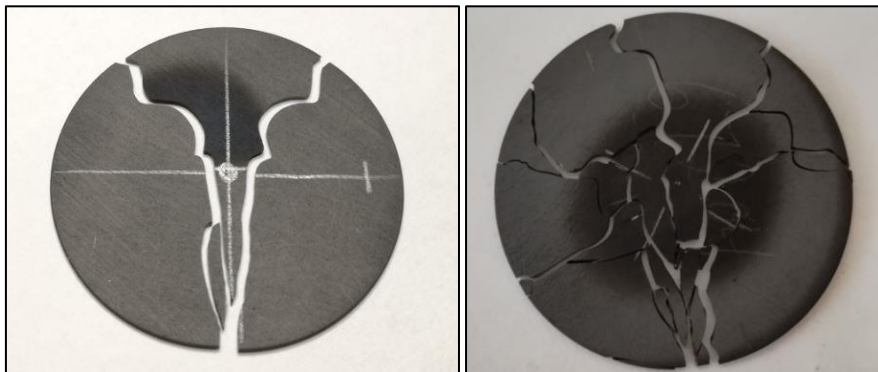


Figura 5.14: Esempio di frattura a fontana del SiC SP a sinistra. A destra è riportata la rottura con un numero di frammenti più elevato tipico del SiC SA [27].

### 5.3.1 Il SEM ai LNL

Per lo studio dei dischi testati a rottura all'interno del laboratorio Alte temperature, è stato utilizzato il microscopio elettrico a scansione SEM. un'immagine del microscopio utilizzato ai Laboratori Nazionali di Legnaro è riportata in figura 5.15.



Figura 5.15: Esempio SEM TESCAN VEGA3 dei Laboratori Nazionali di Legnaro [34].

Lo strumento è stato preferito rispetto al più semplice microscopio ottico, così da garantire una migliore risoluzione ed accuratezza dell'immagine ottenuta. Il programma che utilizza il microscopio a scansione è il TESCAN che permette il settaggio del fascio e le operazioni all'interno dell'immagine visualizzata. Per il bloccaggio del provino all'interno della camera a vuoto del dispositivo è stato utilizzato un blocchetto in acciaio su cui posizionare il frammento da analizzare, l'elemento viene poi fissato tramite una vite alla base della camera del SEM.

### 5.3.2 Valutazioni distanze ed aree

Le immagini ottenute attraverso il SEM sono state poi analizzate tramite il programma open source ImageJ, per permettere la valutazione delle aree e delle distanze dei difetti dal centro del disco. L'area è stata ottenuta andando ad utilizzare uno strumento del programma che va a calcolare direttamente l'area della zona racchiusa dall'operatore. È bastato quindi contornare il difetto critico per ottenerne l'area reale.

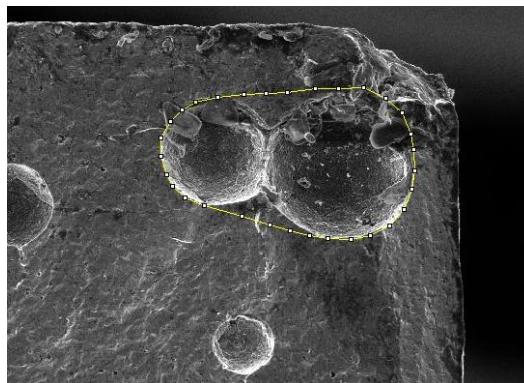


Figura 5.16: Valutazione area SiC SP tramite l'utilizzo del programma ImageJ.

Il medesimo procedimento è facilmente realizzabile per il calcolo delle lunghezze, con l'accortezza di utilizzare il tool linea.

### 5.3.3 Analisi superfici di frattura SiC SA

L'analisi frattografica dei provini in Carburo di Silicio SA è stata la prima effettuata all'interno di questo lavoro di tesi, ed ha richiesto un'accurata selezione e pulizia dei campioni analizzati. Infatti, i frammenti esaminati, provenienti da lavori precedenti, necessitavano di una prima pulizia con acetone ed un secondo intervento tramite l'immersione in etanolo e l'utilizzo della macchina ad ultrasuoni riportata in figura 5.16.



Figura 5.17: Macchina ad ultrasuoni ai Laboratori Nazionali di Legnaro per la pulizia di provini.

Questo particolare Carburo di Silicio della ditta Hexoloy® è la tipologia più densa e resistente che verrà utilizzata per i primi test nella facility SPES. Vengono qui riassunte le proprietà principali del SiC SA.

<b>Hexoloy® SiC SA</b>	
<b>Dimensione grano [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	4-10
<b>Densità [<math>\text{g}/\text{cm}^3</math>]</b>	3.1
<b>Durezza Knoop (carico 0.1 kg) [<math>\text{kg}/\text{mm}^2</math>]</b>	2800
<b>Resistenza a flessione 4 pt. @RT [MPa]</b>	380
<b>Resistenza a compressione @RT [MPa]</b>	3900
<b>Modulo elastico @RT [MPa]</b>	430
<b>Modulo di Weibull</b>	10
<b>Coeff. di Poisson</b>	0.14
<b>Tenacità a frattura [<math>\text{MPa} \times \text{m}^{1/2}</math>]</b>	4.6
<b>Coeff. di espansione termica da @RT a 700 °C [<math>^{\circ}\text{C}^{-1}</math>]</b>	4.02
<b>Calore specifico [<math>\text{J}/\text{gmK}</math>]</b>	0.67
<b>Conducibilità termica [<math>\text{W}/\text{mK}</math>]</b>	
@RT	125.6
@200 °C	102.6
@400 °C	77.5
<b>Porosità apparente [%]</b>	<2.0%

Tabella 5.1: Proprietà SiC SA Hexoloy® [22].

L'elevata densità del materiale riportata da data sheet, suggerisce la presenza di piccole porosità o difetti e come apparato da studi precedenti, l'utilizzo del microscopio ottico permette l'effettiva

individuazione dell'area di frattura e dei segni tipici dei ceramici, ma non è in grado di concentrarsi sul difetto innescante la rottura e sulle dimensioni di quest'ultimo.

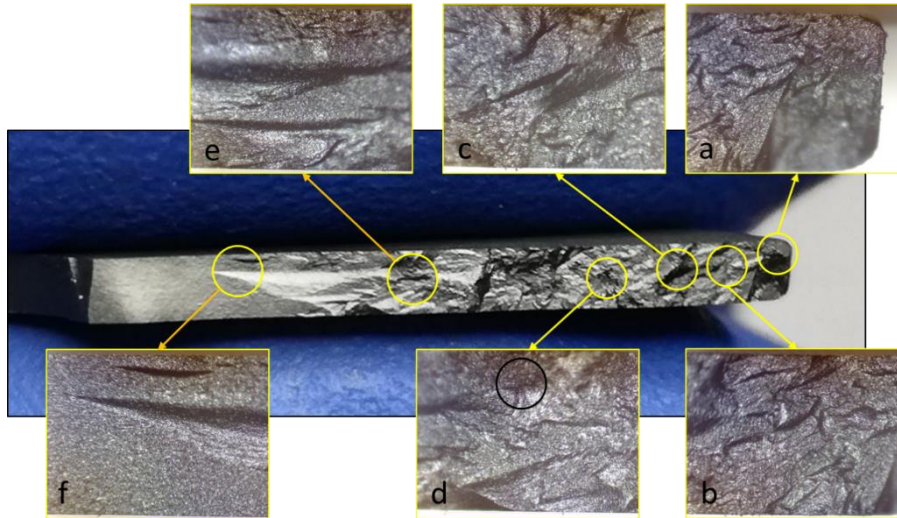
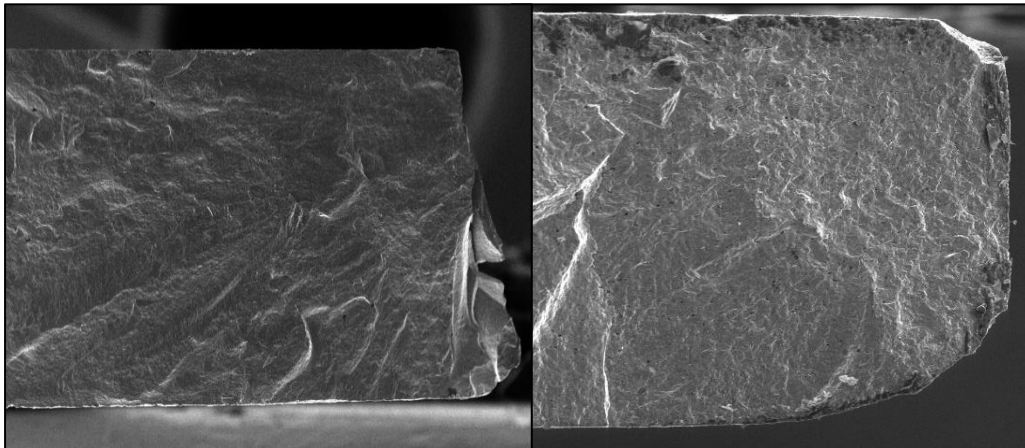


Figura 5.18: Esempio superficie di frattura di un provino in SiC SA, immagini ottenute attraverso il microscopio ottico presente ai Laboratori Nazionali di Legnaro [27].

L'utilizzo del SEM è quindi l'unica alternativa disponibile per la piena analisi frattografica del materiale e la misura degli elementi necessari per lo studio in esame. Sono stati analizzati tutti i provini portati a rottura negli anni all'interno del laboratorio Alte Temperature, e da subito si è notato un fenomeno relativo alla particolarità del SiC SA: tutte le rotture, come descritto nel meccanismo a fontana, si sono realizzate nella periferia del provino, ma data l'elevata durezza e le alte tensioni in gioco, la zona di *fracture mirror* e quindi il difetto contenuto all'interno si sono frammentati in schegge così minime, che in alcuni casi non sono state trovate ed in altri non permettevano un'analisi adeguata.

Figura 5.19: Esempio superfici di frattura di un provino in SiC SA. Le Hackle Lines sono facilmente individuabili, mentre è visibile soltanto una porzione della zona di mirror a causa



della frantumazione del difetto innescante la rottura.

Questo, nonostante il notevole numero di campioni disponibili (30), ha portato al ritrovamento di solamente 5 difetti innescanti ed alla possibilità di analisi di un numero limitato di dati.

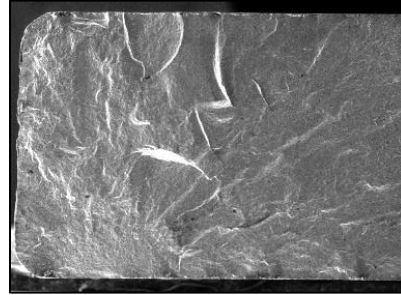
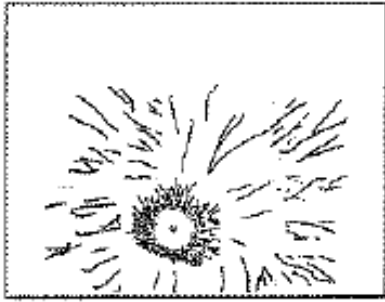
<b>Materiale</b>	<b>Diametro [mm]</b>	<b>Spessore [mm]</b>	<b>Corrente di rottura [A]</b>	<b>Distanza disco [mm]</b>	<b>Difetto</b>	<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>
SiC SA	40	1.45	250	1	Surface	1.85E-09
SiC SA	40	1.45	270	1	Surface	1.43E-09
SiC SA	40	0.8	215	1	Surface	2.63E-09
SiC SA	40	1.3	270	1	Surface	2.13E-09
SiC SA	30	0.5	230	1	Surface	9.29E-10

Tabella 5.2: Caratteristiche e dimensioni difetti SiC SA analizzati.

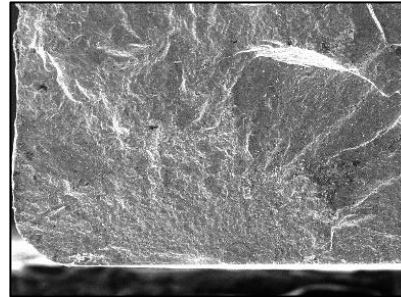
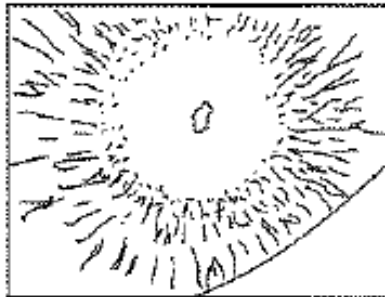
Nonostante le dimensioni molto esigue, nei casi in cui è stato possibile eseguire una completa analisi frattografica, la ricerca del difetto innescante è stata fattibile grazie alla presenza dei segni caratteristici nel materiale: seguendo le *Hackle Lines* è stato possibile identificare la zona di *mirror* e grazie alle venature presenti al suo interno, visibili attraverso una buona focalizzazione dell'immagine SEM, si è risaliti al difetto originario. Garantendo così la chiara identificazione e calcolo dell'area di difetto, per questa tipologia di materiale. Un esempio di analisi è descritto dalla figura 5.19.



### 1. Whole Fracture Surface



### 2. Fracture Mirror



### 3. Fracture Origin

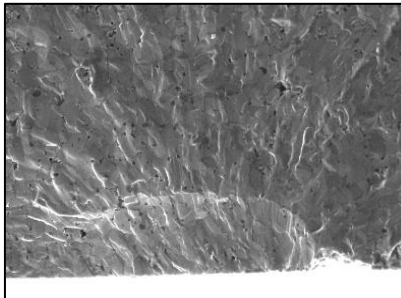


Figura 5.20: Esempio passaggi analisi frattografica SiC SA Hexoloy®.

Il Carburo di Silicio SA, data l'elevata densità, presenta una superficie di frattura avente poche porosità all'interno, con all'incirca le medesime dimensioni. La cricca è quindi innescata nella zona maggiormente stressata, cioè la periferia, ed il difetto innescante è superficiale a testimonianza del contributo maggiore dato da difetti in superficie per la concentrazione delle tensioni a cui è sottoposto il provino. In appendice xxx sono descritti tutti i provini SiC SA aventi il difetto innescante, la loro particolarità dovuta alla presenza di un difetto chiaramente identificabile ha permesso il calcolo dell'area senza ambiguità, dato essenziale per la valutazione della tenacità a frattura che verrà descritta nei paragrafi successivi.

### 5.3.4 Analisi superfici di frattura SiC SP

Il Carburo di Silicio SP è il materiale meno denso della famiglia SiC dell'Hexoloy®; Solitamente utilizzato come lubrificante, grazie alle porosità al suo interno, è stato in questo ambito testato a rottura nei laboratori nazionali di Legnaro. L'analisi frattografica ha permesso la visione di queste ampie porosità presenti, visibili in parte anche ad occhio nudo.

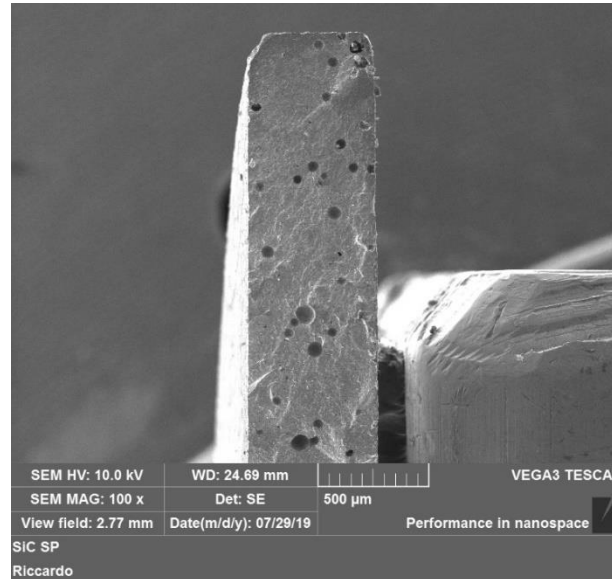


Figura 5.21: Immagine SEM porosità presenti in un provino SiC SP Hexoloy®.

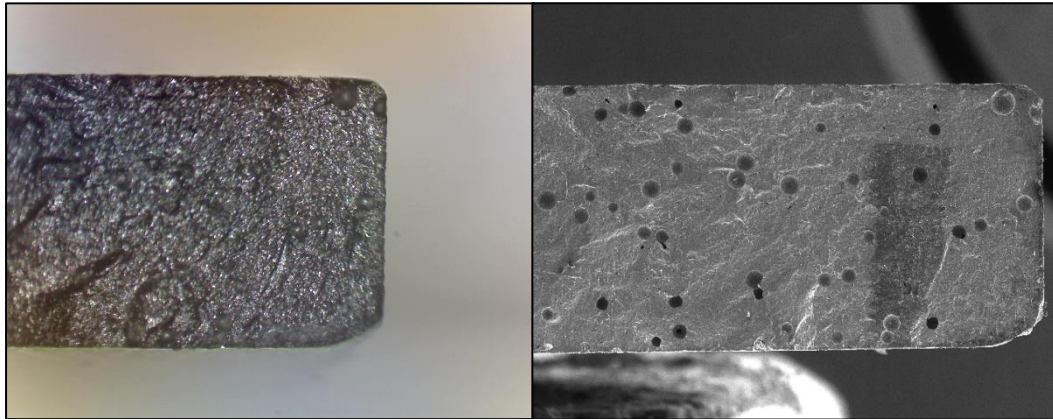
Queste porosità, generate durante la sinterizzazione del materiale, hanno tipicamente una forma circolare. Data la loro ampia presenza all'interno del materiale, sono solitamente interconnesse ed influenzano in modo importantw le proprietà principali del SiC SP.

<b>Hexoloy® SiC SP</b>	
<b>Dimensione grano [µm]</b>	4-10
<b>Densità [g/cm<sup>3</sup>]</b>	3.04
<b>Durezza Knoop (carico 0.1 kg) [kg/mm<sup>2</sup>]</b>	2800
<b>Resistenza a flessione 4 pt. @RT [MPa]</b>	240
<b>Resistenza a compressione @RT [MPa]</b>	-
<b>Modulo elastico @RT [MPa]</b>	400
<b>Modulo di Weibull</b>	19
<b>Coeff. di Poisson</b>	0.14
<b>Tenacità a frattura [MPa x m<sup>1/2</sup>]</b>	4.3
<b>Coeff. di espansione termica da @RT a 700 °C [°C<sup>-1</sup>]</b>	4.2
<b>Calore specifico [J/gmK]</b>	0.59
<b>Conducibilità termica [W/mK] @RT</b>	110
<b>Porosità apparente [%]</b>	-

Tabella 5.3: Proprietà SiC SP Hexoloy® [20].

L'analisi frattografica è stata dapprima eseguita all'interno di studi precedenti attraverso il microscopio ottico, strumento che nonostante le elevate dimensioni dei difetti contenuti all'interno del materiale, non garantiva una buona messa a fuoco adatta per identificare in maniera univoca il difetto innescante. È stato quindi necessario, durante questo lavoro, esaminare tutti i provini rotti nel laboratorio Alte Temperature tramite il SEM.

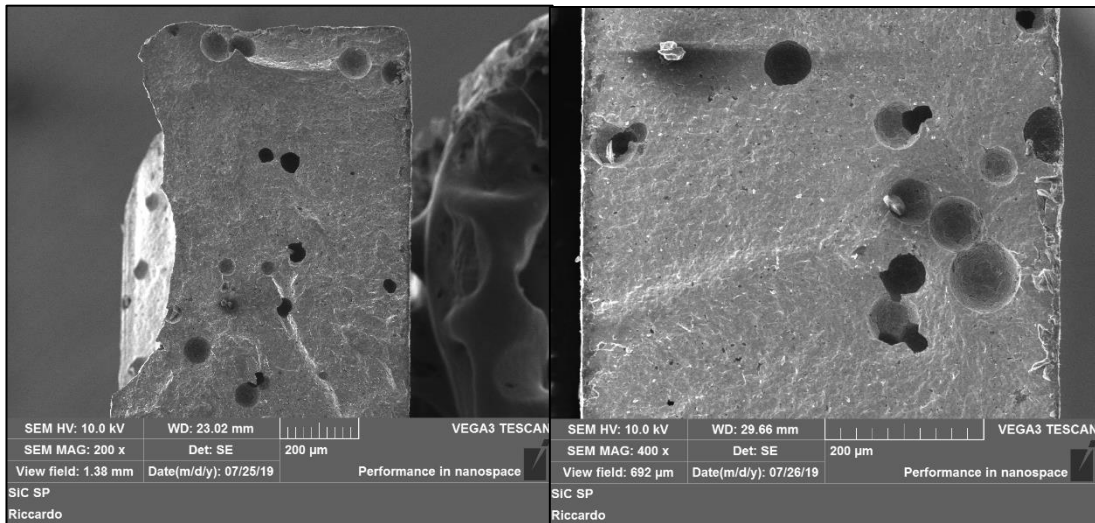
L'utilizzo di questo strumento ha permesso una chiara visione della superficie di frattura ed una miglior identificazione dei difetti presenti. Un esempio di frattografia del medesimo provino attraverso i due diversi strumenti è riportato in figura 5.22.



*Figura 5.22: A sinistra è riportata l'immagine tramite il microscopio ottico del SiC SP Hexoloy® a destra viene riportata l'immagine dello stesso provino eseguita attraverso il SEM.*

L'elevata presenza di porosità ha creato, in alcuni casi, problemi sull'identificazione del difetto innescante. Infatti, durante l'analisi al SEM, è stato abbastanza comune il ritrovamento di zone di frattura senza parte della *mirror zone* e del difetto contenuto, come nel caso del SiC SA.

Un altro fenomeno frequente è quello relativo alla presenza di più difetti interconnessi tra di loro, che, grazie alla reciproca influenza hanno portato alla rottura del materiale. Vengono riportati in figura 5.23 dei casi rappresentanti i due fenomeni descritti.



*Figura 5.23: nell'immagine a sinistra è riportato il caso di rottura della zona contenente il difetto e quindi l'impossibilità del calcolo di un'area di innesco. L'immagine a destra rappresenta un tipico caso della presenza di un gran numero di difetti che hanno influenzato la rottura del provino.*

La ricerca del difetto critico è stata sì facilitata dalla presenza dei segni tipici dei ceramici e dalle porosità, visibili anche ad occhio nudo, presenti. La stessa ampia presenza di porosità ha però creato qualche disturbo per una chiara identificazione del difetto principale. L'aiuto principale, in questi casi, è stato dato dalle vene all'interno della zona di *mirror*, puntanti verso l'innesco della cricca.

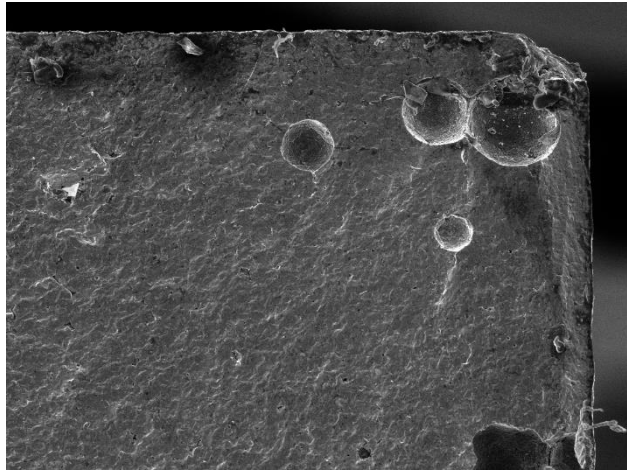


Figura 5.24: Immagine al SEM di un provino SP avente le venature identificanti il difetto principale di innesco.

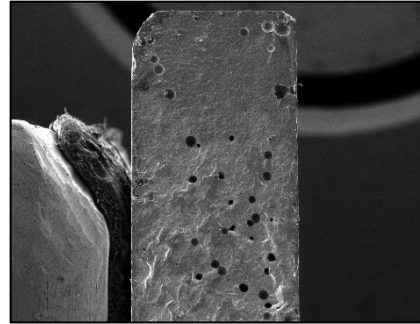
Sono stati quindi analizzati tutti i 28 provini presenti all'interno dei Laboratori Nazionali di Legnaro, ricavando l'area dei difetti di 19 elementi testati, grazie all'analisi frattografica eseguita.

Material e	Diametro [mm]	Spessore [mm]	Corrente di rottura [A]	Distanza disco [mm]	Difetto	Area [m <sup>2</sup> ]
SiC SP	40	0,97	180	1	Internal	1,47E-08
SiC SP	40	1,18	225	2,5	Internal	1,73E-08
SiC SP	40	0,95	230	2,5	Surface	1,39E-08
SiC SP	40	0,95	230	2,5	Surface	2,34E-08
SiC SP	40	0,98	225	2,5	Internal	6,9E-09
SiC SP	40	0,98	215	2,5	Internal	3,19E-08
SiC SP	40	0,77	200	2,5	Surface	7,56E-09
SiC SP	40	0,78	180	2,5	Internal	2,11E-08
SiC SP	40	0,76	200	2,5	Surface	5,1E-09
SiC SP	40	0,78	205	2,5	Internal	1,97E-08
SiC SP	40	0,6	195	2,5	Surface	5,45E-09
SiC SP	40	0,59	185	2,5	Internal	3,04E-08
SiC SP	40	0,6	185	2,5	Surface	1,77E-08
SiC SP	40	0,59	175	2,5	Surface	9,36E-09
SiC SP	40	0,63	185	2,5	Internal	8,95E-09
SiC SP	40	0,6	180	2,5	Surface	4,81E-09
SiC SP	40	1,2	225	2,5	Internal	8,38E-09
SiC SP	40	1,2	220	2,5	Surface	1,6E-08
SiC SP	40	1,2	225	2,5	Surface	8,37E-09

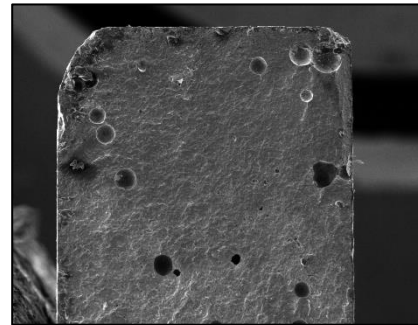
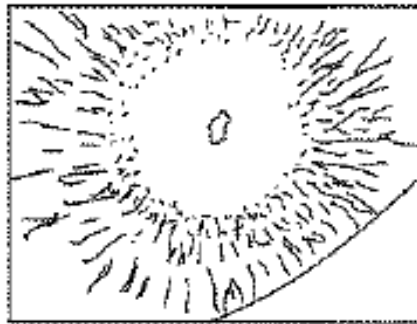
Tabella 5.4: Caratteristiche e dimensioni difetti SiC SP analizzati.

I passaggi eseguiti, simili a quelli del SiC SA, sono riassunti nell'immagine 5.25 relativa al caso di un campione SiC SP:

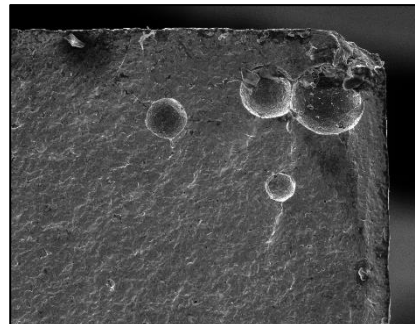
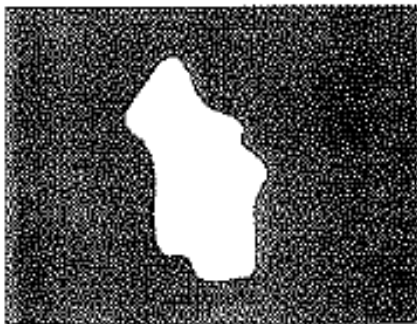
### **1. Whole Fracture Surface**



### **2. Fracture Mirror**



### **3. Fracture Origin**



*Figura 5.25: Esempio passaggi analisi frattografica SiC SP Hexoloy®.*

### 5.3.5 Analisi superfici di frattura SiC SE

Il Carburo di Silicio SE è stato analizzato frattograficamente per la prima volta. Nonostante il numero limitato di provini presenti ai laboratori i risultati ottenuti non solo ampliano i dati disponibili per i SiC di interesse, ma danno anche alcuni spunti interessanti da commentare.

Le proprietà fornite dalla ditta creatrice del materiale suggeriscono un SiC con struttura simile a quella riscontrata nel SiC SP:

Hexoloy® SiC SE	
Dimensione grano [ $\mu\text{m}$ ]	4-10
Densità [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]	3.05
Durezza Knoop (carico 0.1 kg) [ $\text{kg}/\text{mm}^2$ ]	2800
Resistenza a flessione 4 pt. @RT [MPa]	280
Resistenza a compressione @RT [MPa]	-
Modulo elastico @RT [MPa]	420
Modulo di Weibull	10
Coeff. di Poisson	0.14
Tenacità a frattura [ $\text{MPa} \times \text{m}^{1/2}$ ]	4.6
Coeff. di espansione termica da @RT a 700 °C [ $^{\circ}\text{C}^{-1}$ ]	4.02
Calore specifico [ $\text{J}/\text{gmK}$ ]	0.67
Conducibilità termica [ $\text{W}/\text{mK}$ ]	
@RT	157.3
@100 °C	-
@200 °C	107.2
@400 °C	77.3
Porosità apparente [%]	5-10%

Tabella 5.5: Proprietà SiC SE Hexoloy®

Dall'analisi frattografica si evince però che la struttura è molto più simile a quella del SiC SA avente alta densità, vi sono però presenti poche alcune grandi porosità che, come nel caso raffigurato nell'immagine 5.26, porta a rottura il componente.

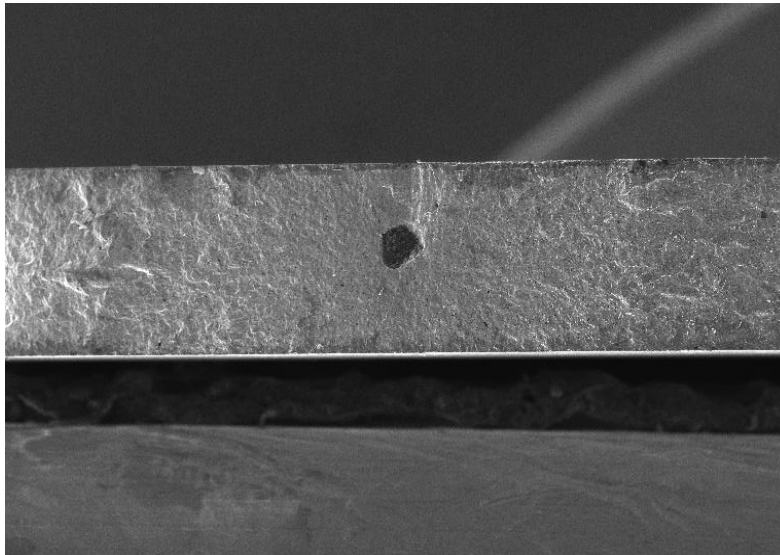


Figura 5.26: Immagine al SEM di un provino SE avente il difetto innescante all'interno del disco.

La rottura, sempre catastrofica e con la tipica forma a fontana, non avviene più necessariamente in periferia; infatti queste ampie porosità predominano rispetto alla tensione massima sul provino. La

dualità campo di tensione-dimensione difetto sarà sempre critica nelle vicinanze del difetto con elevate dimensioni, anche se non immediatamente vicino alla periferia.

I dati ottenuti, rappresentano quindi questo fenomeno, infatti le tensioni massime raggiunte a rottura sono relativamente basse che, associate alle dimensioni dei difetti, portano però a rottura il materiale.

Materiale	Diametro [mm]	Spessore [mm]	Corrente di rottura [A]	Distanza disco [mm]	Difetto	Area [m <sup>2</sup> ]
SiC SE	40	0,5	190	2,5	Internal	1,12E-08
SiC SE	40	0,8	220	2,5	Internal	9,94E-09
SiC SE	40	0,7	190	2,5	Internal	4,67E-09
SiC SE	40	0,6	220	2,5	Internal	5,75E-09

Tabella 5.6: Caratteristiche e dimensioni difetti SiC SE analizzati.

## 5.4 La Meccanica della Frattura Lineare Elastica “MFLE”

Valutata la frattografia dei materiali studiati, è ora possibile eseguire un’analisi sulla resistenza a rottura completa superando l’indagine statistica ricavata da Weibull. La piena caratterizzazione del materiale permette il calcolo del campo di temperatura e le tensioni nel momento di rottura del provino. La frattografia, invece, si focalizza sullo studio del difetto innescante la rottura e sulla natura delle tensioni critiche.

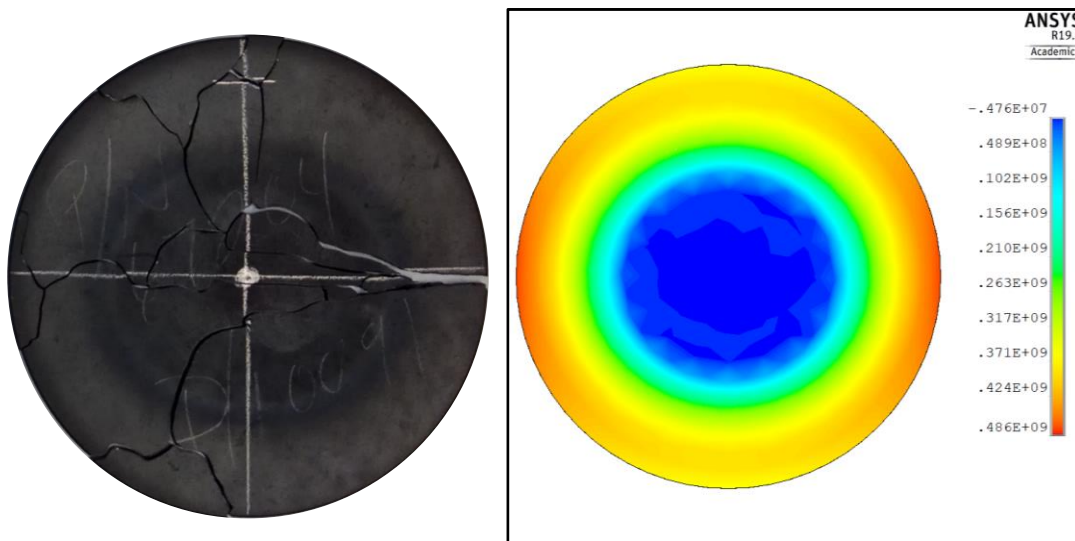


Figura 5.27: Rottura a fontana e prima tensione principale disco in SiC SA.

La presenza di difetti ed intagli è inevitabile in componenti meccanici, è quindi possibile analizzare e correlare la tensione di rottura nominale ed il difetto che ha innescato la frattura attraverso lo studio della *meccanica della frattura*. Dato il comportamento fragile dei ceramici, e come abbiamo visto il Carburo di Silicio non ne fa eccezione, è immediato riferirsi al criterio di campo della meccanica della frattura lineare elastica MFLE, che nel caso di stato di tensione piano, descrive il campo di tensioni presente attraverso l’utilizzo del fattore  $K_I$  noto come *fattore di intensificazione delle tensioni o Stress Intensity Factor “SIF”*.

### 5.4.1 La tenacità a frattura

La meccanica della frattura lineare elastica permette la valutazione del campo di tensione nelle discontinuità del materiale, dove il difetto o la cricca presente sono costituiti da raggi di raccordo così minimi da superare i limiti legati al fattore di concentrazione delle tensioni  $K_t$ . In ipotesi di comportamento lineare elastico del materiale, il campo di tensione all'avvicinarsi della cricca aumenta di intensità con un asintoto tendente all'infinito all'apice della cricca.

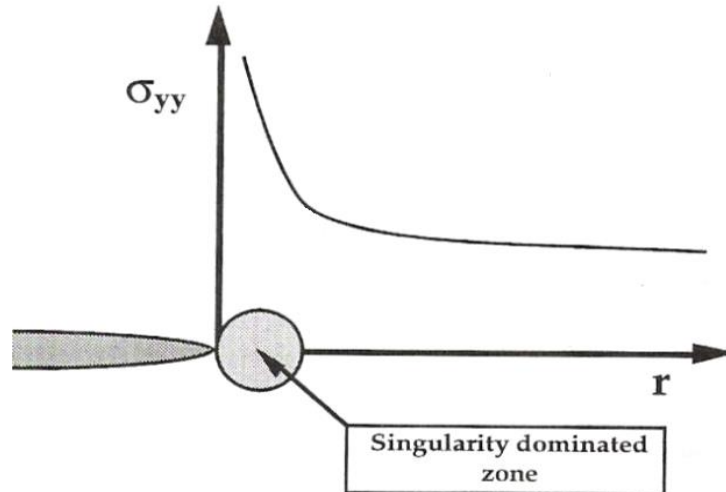


Figura 5.28: Rappresentazione campo di tensione lungo la direzione Y, con singolarità in prossimità della cricca.

Le distribuzioni tensionali possono quindi essere descritte tramite le relazioni di Irwin-Williams [35]:

$$\sigma_{xx}(r, \theta) = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cdot f(\theta) \quad 5.1$$

$$\sigma_{yy}(r, \theta) = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cdot f(\theta) \quad 5.2$$

$$\tau_{xy}(r, \theta) = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cdot f(\theta) \quad 5.3$$

Dove  $r$  e  $\theta$  descrivono la distanza puntuale dall'apice della cricca, come rappresentato in figura 5.29.

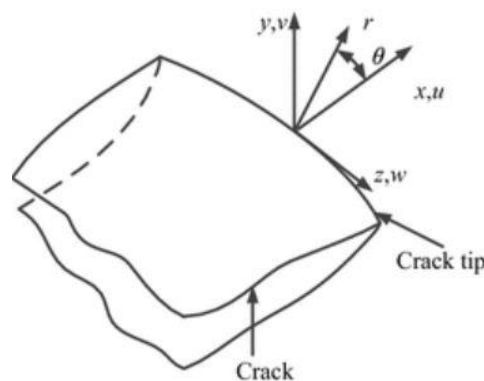


Figura 5.29: Rappresentazione apice cricca con sistemi di riferimento relativi alle relazioni di Irwin [27].



Il parametro principale delle relazioni sopra riportate è lo Stress Intensity Factor  $K_I$ . Esso descrive l'intensità del campo locale all'apice della cricca e varia omoteticamente con il campo esterno. La definizione di  $K_I$  viene qui riportata:

$$K_I = \sqrt{2\pi} \cdot \lim_{r \rightarrow 0} [\sigma_{yy}(r, 0) \cdot r^{1/2}] \quad 5.4$$

Dove:

- $r$  è la distanza dall'apice della cricca;
- $\sigma_{yy}(r, 0)$  è la distribuzione tensionale lungo la bisettrice della cricca;
- Il pedice I descrive il modo I di sollecitazione, cioè di apertura della cricca.

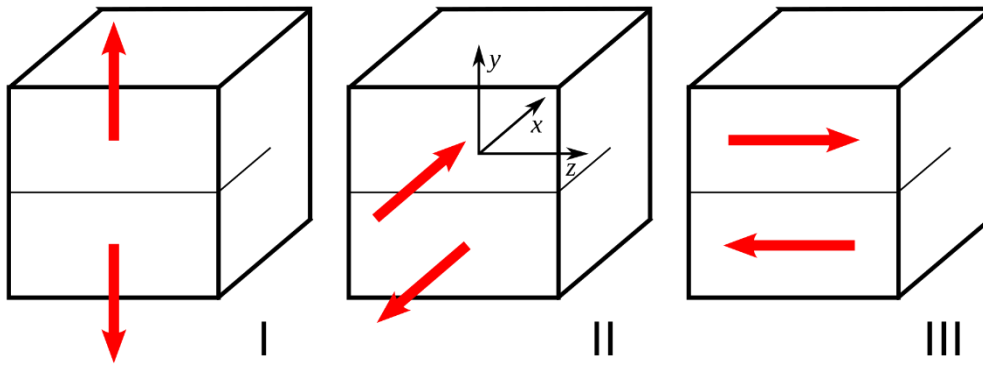


Figura 5.30: Modi di sollecitazione, rispettivamente di apertura cricca (I), scorrimento (II) e strappo (III).

Data la complessità della definizione del fattore di concentrazione delle tensioni, in ambito ingegneristico, si è preferito introdurre un'espressione semplificata legata ad un fattore introdotto per l'agevolazione del calcolo di  $K_I$ .

$$K_I = \alpha \sigma_g \sqrt{\pi a} \quad 5.5$$

Con:

- $\alpha$  fattore di forma, dipendente dalla forma del componente e dalle modalità di carico applicate;
- $\sigma_g$  è una tensione nominale, legata al fattore di forma utilizzato;
- $a$  è una dimensione della cricca, legata al fattore di forma utilizzato.

Per il caso tipico di una piastra infinita con cricca centrale sottoposta a modo I di sollecitazione, come in figura 5.31, il fattore di forma  $\alpha$  assume un valore unitario.

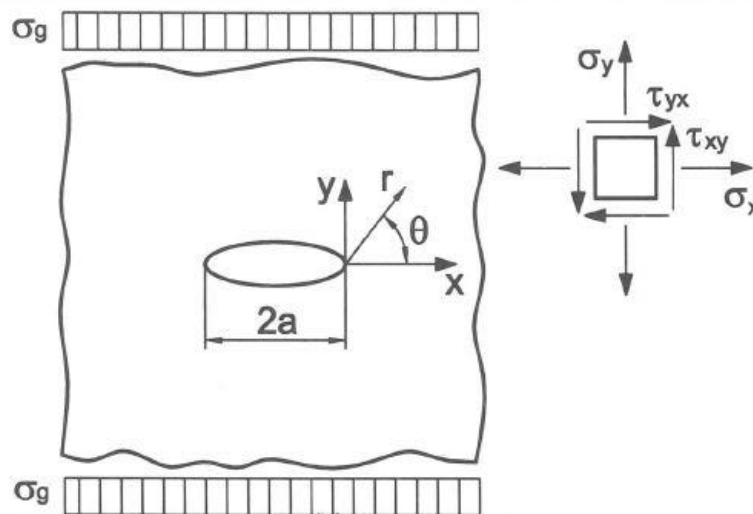


Figura 5.31: Cricca centrale su piastra infinita con modo I di sollecitazione [27].

L'espressione ingegneristica per lo Stress Intensity Factor sarà:

$$K_I = \sigma_g \sqrt{\pi a} \quad 5.6$$

Una volta noto il fattore di concentrazione delle tensioni è possibile relazionare il parametro, che descrive l'intensità del campo di tensione all'apice della cricca, con un valore  $K_{I \text{ limite}}$  del materiale oltre il quale si ha la propagazione della cricca e la rottura del componente.

Questo limite chiamato *tenacità a frattura del materiale* o *fracture toughness*  $K_C$  viene ricavato utilizzando provini pre-criccati e testati seguendo le specifiche delle normative di riferimento.

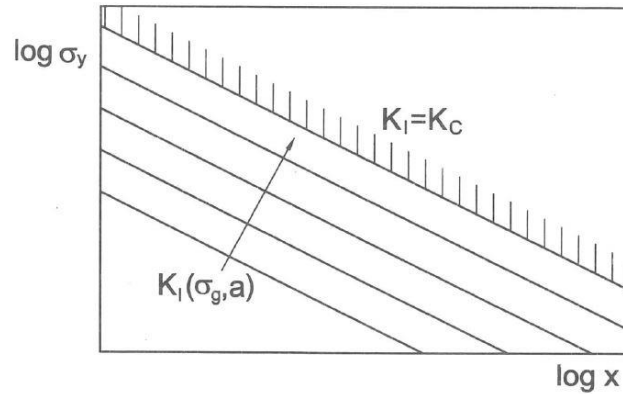


Figura 5.32: Grafico doppio logaritmico, descrivente la relazione del  $K_I$  ed il limite  $K_C$  nel caso di una piastra infinita.

#### 5.4.2 Relazione SIF e dimensione del difetto

Per stabilire un criterio di accettabilità dei difetti è importante soffermarsi sulla relazione tra lo Stress Intensity Factor e la dimensione del difetto che porta a rottura il materiale. Il diagramma di Kitagawa-Takahashi [36] può essere utilizzato come caso limite per componenti aventi cricche con raggio di raccordo tendente a zero. Il grafico, rappresentato dalle rette AB e BC in figura 5.33, vede nella retta orizzontale AB la resistenza del materiale privo di difetti rappresentante la meccanica classica, mentre la retta BC è l'asintoto figlio della meccanica della frattura lineare elastica. Il punto d'incrocio tra le due rette identifica la dimensione del difetto critico  $a_0$ , proprietà del materiale, dove inizia ad esserci la sensibilità ai difetti sul componente.

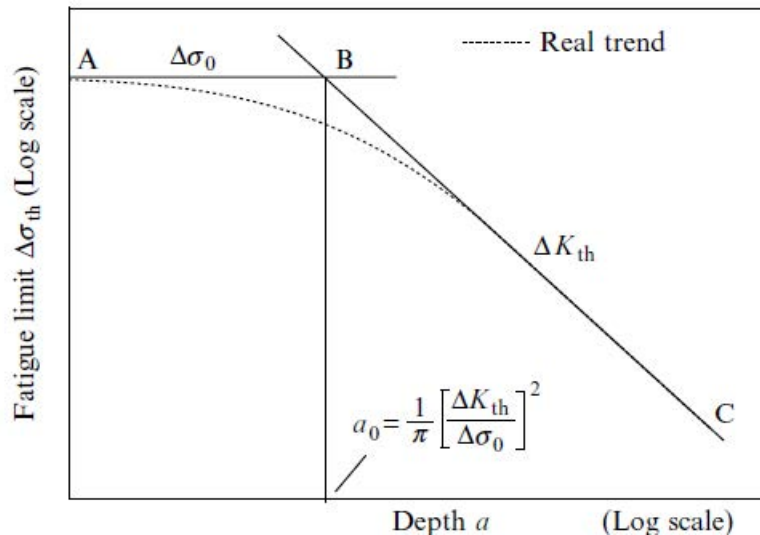


Figura 5.33: Resistenza a fatica tramite il diagramma di Kitagawa-Takahashi di una piastra infinita avente una cricca centrale ( $\alpha=1$ ) [37].

I dati sperimentali, non sono in perfetto accordo con il grafico costituito dalle rette AB e BC, il passaggio tra le due zone non è repentino, descritto solamente da un punto, è invece graduale come riportato dalla curva tratteggiata di figura 5.33. Per seguire questo andamento l'espressione dello stress intensity factor è stata modificata da El Haddad-Smith-Topper [38] introducendo la dimensione  $a_0$ :

$$K_I = \alpha \sigma_g \sqrt{\pi(a + a_0)} \quad 5.7$$

$a_0$  dimensione minima per la sensibilità del materiale ai difetti è descritta dall'equazione:

$$a_0 = \frac{1}{\pi} \cdot \left( \frac{K_C}{\alpha \cdot \sigma_g} \right)^2 \quad 5.8$$

L'espressione 5.xx descrive entrambi i casi della meccanica:

- MFLE  $a \gg a_0$  
$$\sigma_g = \frac{K_C}{\alpha \cdot \sqrt{\pi a}} \quad 5.9$$

- Meccanica classica  $a \ll a_0$  
$$\sigma_g = \frac{K_C}{\alpha \cdot \sqrt{\pi a_0}} \quad 5.10$$

## 5.5 Tenacità a frattura Carburo di Silicio Hexoloy®

La tenacità a frattura del Carburo di Silicio della ditta Hexoloy® può essere utilizzata come criterio di accettabilità per i dischi target della facility SPES. Avendo analizzato la frattografia dei provini testati a rottura ed individuato i difetti innescenti la cricca, è possibile ricavare il  $K_C$  grazie alla conoscenza della tensione puntuale dall'analisi Ansys®. Per il calcolo della tenacità a frattura sono state prese in considerazione tutte le tipologie di SiC testate ed analizzate, infatti nonostante i diversi nomi assegnati dall'azienda produttrice, la struttura è sempre SiC- $\alpha$ , mentre l'unica differenza nella produzione è data solamente dalla generazione delle diverse porosità che caratterizzano il SiC SA, SiC SE e SiC SP.

Poiché il  $K_C$  è una caratteristica solamente del materiale, è stato quindi possibile raggruppare i dati ricavati per le varie tipologie testate in un unico grafico di El Haddad-Smith-Topper. Per l'identificazione della tenacità a frattura il metodo proposto all'interno di questo lavoro di tesi si basa sulla teoria di Y. Murakami [39], molto utilizzata nell'ambito dei materiali metallici. Altri autori [40], [33], [41] utilizzano la stessa metodologia all'interno dello studio di materiali ceramici, sostenendo la possibilità di questo studio all'interno di questa famiglia di materiali fragili.

$K_C$  è stato quindi stimato modificando l'equazione 5.5, inserendo come grandezza rappresentante il difetto la radice dell'area misurata, mentre come fattore di forma sono stati scelti in base alla tipologia di difetti:

- $\alpha=0,5$  **difetti interni;**
- $\alpha=0,65$  **difetti superficiali.**

l'equazione 5.5 sarà nel caso di difetti interni:

$$K_C = 0,5 \cdot \sigma_g \sqrt{\pi \sqrt{\text{area}_{eff}}} \quad 5.11$$

Mentre per i difetti superficiali:

$$K_C = 0,65 \cdot \sigma_g \sqrt{\pi \sqrt{\text{area}_{eff}}} \quad 5.12$$

Dove:

- $\sigma_g$  è la tensione lorda sul provino in assenza di difetti, ricavabile dalla posizione del difetto innescente nel campo di tensione ottenuto dal modello numerico;
- $\text{area}_{eff}$  è l'area del difetto, calcolata grazie al metodo di Murakami.

Nel caso di difetti circolari, presenti in alcuni campioni di SiC SP, è stata presa in esame l'influenza sul fattore di forma legata alla vicinanza alla superficie di difetti interni, come descritto in figura 5.34.

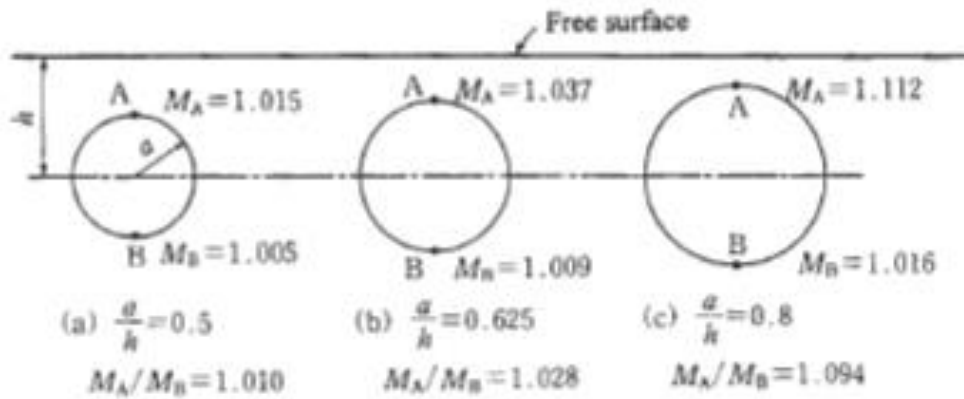


Figura 5.34: Influenza della vicinanza alla superficie di difetti sferici.

Data	Materiale	Diametro [mm]	Spessore [mm]	Corrente di Rottura [A]	Difetto	$\alpha$
30/10/2018	SiC SP	40	0,97	180	Internal	0,5
30/10/2018	SiC SP	40	1,18	225	Internal	0,5
05/11/2018	SiC SP	40	0,95	230	Surface	0,65
05/11/2018	SiC SP	40	0,95	230	Surface	0,65
06/11/2018	SiC SP	40	0,98	225	Internal	0,536
07/11/2018	SiC SP	40	0,98	215	Internal	0,5
28/11/2018	SiC SP	40	0,77	200	Surface	0,65
28/11/2018	SiC SP	40	0,78	180	Internal	0,5
30/11/2018	SiC SP	40	0,76	200	Surface	0,536
03/12/2018	SiC SP	40	0,78	205	Internal	0,5
04/12/2018	SiC SP	40	0,6	195	Surface	0,65
04/12/2018	SiC SP	40	0,59	185	Internal	0,5
05/12/2018	SiC SP	40	0,6	185	Surface	0,65
06/12/2018	SiC SP	40	0,59	175	Surface	0,65
07/12/2018	SiC SP	40	0,63	185	Internal	0,5
10/12/2018	SiC SP	40	0,6	180	Surface	0,536
15/01/2019	SiC SP	40	1,2	225	Internal	0,5
16/01/2019	SiC SP	40	1,2	220	Surface	0,65
17/01/2019	SiC SP	40	1,2	225	Surface	0,65
09/10/2018	SiC SA	40	1,45	250	Surface	0,65
27/11/2018	SiC SA	40	1,45	270	Surface	0,65
12/03/2018	SiC SA	40	0,8	215	Surface	0,65
29/01/2018	SiC SA	40	1,3	270	Surface	0,65
19/03/2018	SiC SA	30	0,5	230	Surface	0,65
29/05/2019	SiC SE	40	0,5	190	Internal	0,5
31/05/2019	SiC SE	40	0,8	220	Internal	0,5
04/06/2019	SiC SE	40	0,7	190	Internal	0,536
20/06/2019	SiC SE	40	0,6	220	Surface	0,65

Tabella 5.7: Riassunto tipologia di difetti individuati e relativo fattore di forma.

### 5.5.1 Valutazione area difetti

Dapprima è stato necessario valutare le modalità di misura dell'area dei difetti rinvenuti tramite l'analisi al SEM. La letteratura non ha fornito molte risposte per l'analisi dell'area utilizzata per il calcolo della tenacità a frattura. La pratica, per il caso dei materiali ceramici, non è chiara ed è stata poco sfruttata all'interno di studi precedenti.

L'area è stata stimata prendendo in considerazione il contorno che racchiude il difetto originale irregolare, come descritto da Murakami [39] in figura 5.31.



Figura 5.31: area irregolare del difetto critico con esempi della stima dell'area effettiva [39].

Tramite il programma open source ImageJ, sono state ricavate le aree dei difetti individuati, seguendo le indicazioni descritte.

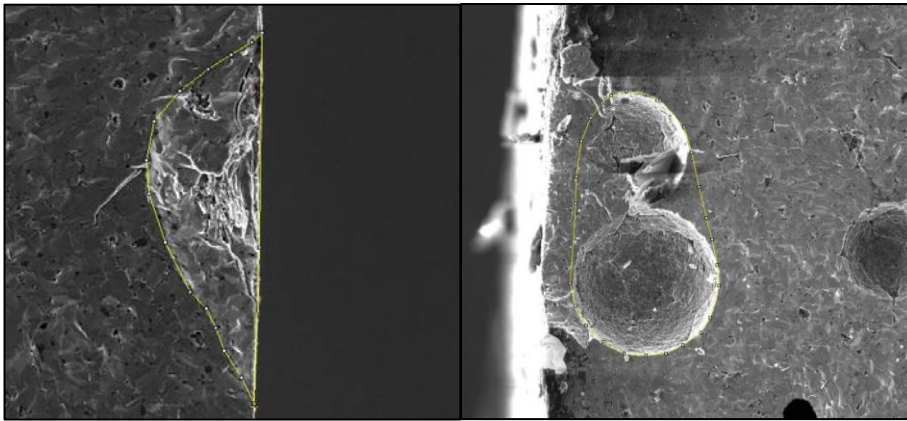


Figura 5.32: Esempi area irregolare del difetto critico calcolate tramite ImageJ.

Nonostante la stima dell'area effettiva del provino possa già dare alcune difficoltà, è necessario prendere in considerazione anche l'interazione tra difetti, fenomeno che va ad accrescere le tensioni locali sul materiale.

Sempre [39] fornisce un criterio per valutare l'influenza della vicinanza tra difetti, l'area totale è stata quindi stimata come la somma delle aree dei difetti presi in considerazione e dell'area circolare compresa tra essi. L'interazione non è stata tenuta da conto nel caso in cui il difetto secondario aveva dimensioni minori rispetto alla distanza tra i difetti in esame.

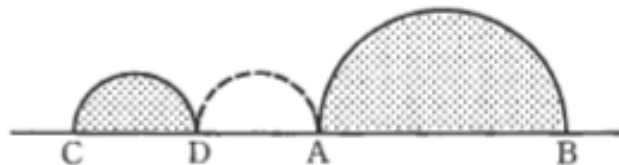


Figure 2.16 Interaction effect between adjacent cracks.

Figura 5.33: Illustrazione del calcolo dell'area effettiva nel caso di difetti vicini tra loro [39].

È stato necessario utilizzare questa metodologia solamente per i provini della famiglia SP, poiché la numerosa presenza di porosità all'interno del materiale ha spesso portato a rottura in zone con un elevato numero di cavità vicine tra loro. Vengono qui riportati due tipici esempi di provini SP analizzati.

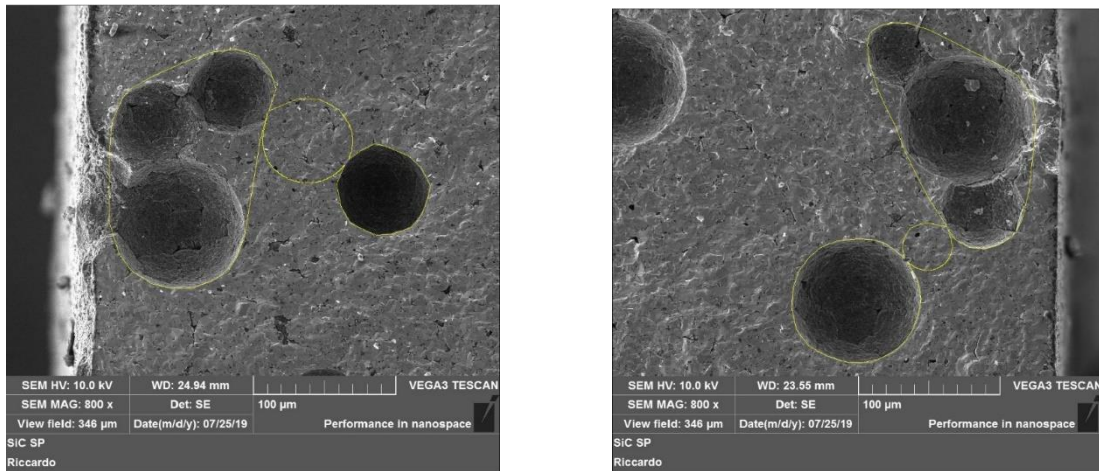


Figura 5.34: Illustrazione del calcolo dell'area effettiva nel caso di difetti vicini tra loro.

Material e	Diametro [mm]	Spessore [mm]	Corrente di rottura [A]	Difetto	Distanza a difetto [mm]	$\alpha$	Area [m <sup>2</sup> ]
SiC SP	40	0,97	180	Interna	0,0200	0,5	1,47E-08
SiC SP	40	1,18	225	Interna	0,0199	0,5	1,73E-08
SiC SP	40	0,95	230	Surface	0,0151	0,65	1,39E-08
SiC SP	40	0,95	230	Surface	0,0175	0,65	2,34E-08
SiC SP	40	0,98	225	Interna	0,0199	0,536	6,90E-09
SiC SP	40	0,98	215	Interna	0,0196	0,5	3,19E-08
SiC SP	40	0,77	200	Surface	0,0200	0,65	7,56E-09
SiC SP	40	0,78	180	Interna	0,0187	0,5	2,11E-08
SiC SP	40	0,76	200	Surface	0,0200	0,536	5,10E-09
SiC SP	40	0,78	205	Interna	0,0175	0,5	1,97E-08
SiC SP	40	0,6	195	Surface	0,0198	0,65	5,45E-09
SiC SP	40	0,59	185	Interna	0,0180	0,5	3,04E-08
SiC SP	40	0,6	185	Surface	0,0200	0,65	1,77E-08
SiC SP	40	0,59	175	Surface	0,0200	0,65	9,36E-09
SiC SP	40	0,63	185	Interna	0,0199	0,5	8,95E-09
SiC SP	40	0,6	180	Surface	0,0199	0,536	4,81E-09

SiC SP	40	1,2	225	Interna l	0,0195	0,5	8,38E-09
SiC SP	40	1,2	220	Surface	0,0184	0,65	1,60E-08
SiC SP	40	1,2	225	Surface	0,0194	0,65	8,37E-09
SiC SA	40	1,45	250	Surface	0,0200	0,65	1,85E-09
SiC SA	40	1,45	270	Surface	0,0195	0,65	1,43E-09
SiC SA	40	0,8	215	Surface	0,0200	0,65	2,63E-09
SiC SA	40	1,3	270	Surface	0,0200	0,65	2,13E-09
SiC SA	30	0,5	230	Surface	0,0200	0,65	9,29E-10
SiC SE	40	0,5	190	Interna l	0,0179	0,5	1,12E-08
SiC SE	40	0,8	220	Interna l	0,0187	0,5	9,94E-09
SiC SE	40	0,7	190	Interna l	0,0185	0,53 6	4,67E-09
SiC SE	40	0,6	220	Surface	0,0170	0,65	5,75E-09

Tabella 5.8: Riassunto tipologia di difetti individuati, relativo fattore di forma ed area effettiva calcolata.

### 5.5.2 Valutazione Tensione puntuale

Una volta stimata l'area effettiva del difetto, è necessario individuare la tensione lorda che ha portato a rottura il provino. Dopo aver individuato la posizione del difetto innescante è stato possibile ricavare la distanza del difetto dalla periferia del disco tramite il programma ImageJ (figura 5.35).

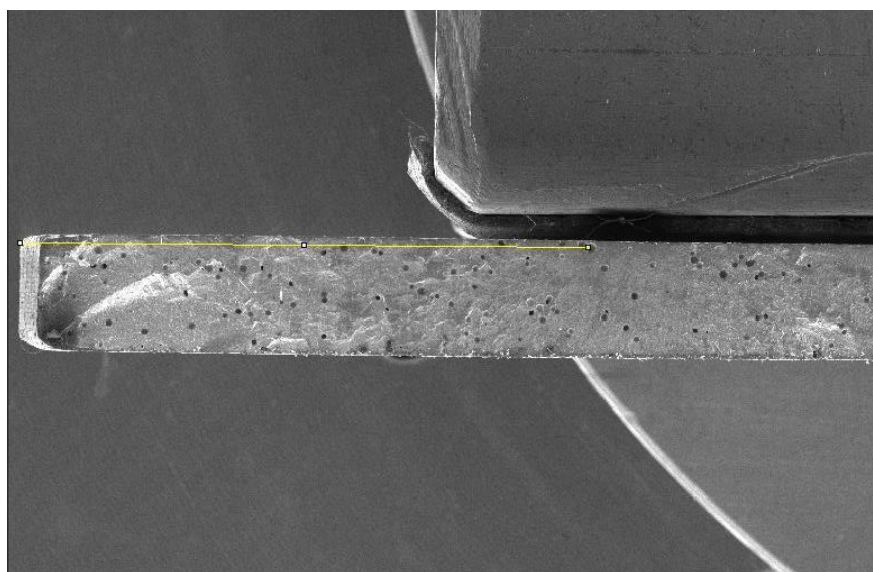


Figura 5.35: Immagine calcolo distanza difetto innescante dal bordo provino.

Nota questa, è immediato ricavare la tensione lorda in prossimità del difetto innescante avendo il profilo delle tensioni dal modello numerico di Ansys®.

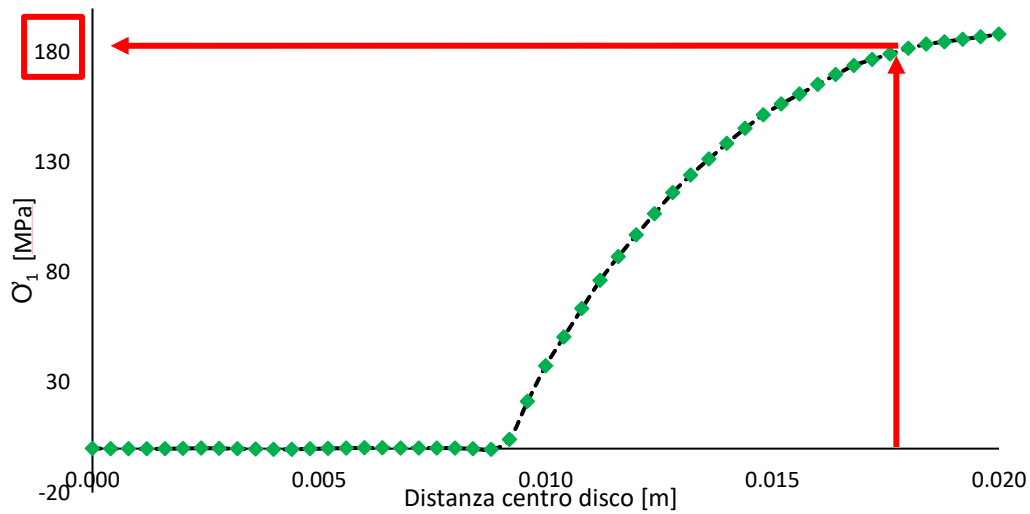


Figura 5.36: Esempio individuazione tensione lorda sul punto di innesco cricca.

Materiale	Diametro [mm]	Spessore [mm]	Corrente [A]	Difetto	Distanza difetto [mm]	$\alpha$	Area [m <sup>2</sup> ]	$\sigma_{rot}$ [MPa]
SiC SP	40	0,97	180	Internal	0,0200	0,5	1,47E-08	188
SiC SP	40	1,18	225	Internal	0,0199	0,5	1,73E-08	248
SiC SP	40	0,95	230	Surface	0,0151	0,65	1,39E-08	220
SiC SP	40	0,95	230	Surface	0,0175	0,65	2,34E-08	260
SiC SP	40	0,98	225	Internal	0,0199	0,536	6,90E-09	271
SiC SP	40	0,98	215	Internal	0,0196	0,5	3,19E-08	242
SiC SP	40	0,77	200	Surface	0,0200	0,65	7,56E-09	230
SiC SP	40	0,78	180	Internal	0,0187	0,5	2,11E-08	171
SiC SP	40	0,76	200	Surface	0,0200	0,536	5,10E-09	230
SiC SP	40	0,78	205	Internal	0,0175	0,5	1,97E-08	227
SiC SP	40	0,6	195	Surface	0,0198	0,65	5,45E-09	242
SiC SP	40	0,59	185	Internal	0,0180	0,5	3,04E-08	207
SiC SP	40	0,6	185	Surface	0,0200	0,65	1,77E-08	214
SiC SP	40	0,59	175	Surface	0,0200	0,65	9,36E-09	187
SiC SP	40	0,63	185	Internal	0,0199	0,5	8,95E-09	208
SiC SP	40	0,6	180	Surface	0,0199	0,536	4,81E-09	199
SiC SP	40	1,2	225	Internal	0,0195	0,5	8,38E-09	245
SiC SP	40	1,2	220	Surface	0,0184	0,65	1,60E-08	224
SiC SP	40	1,2	225	Surface	0,0194	0,65	8,37E-09	242
SiC SA	40	1,45	250	Surface	0,0200	0,65	1,85E-09	343
SiC SA	40	1,45	270	Surface	0,0195	0,65	1,43E-09	420



SiC SA	40	0,8	215	Surface	0,0200	0,65	2,63E-09	350
SiC SA	40	1,3	270	Surface	0,0200	0,65	2,13E-09	394
SiC SA	30	0,5	230	Surface	0,0200	0,65	9,29E-10	392
SiC SE	40	0,5	190	Internal	0,0179	0,5	1,12E-08	200
SiC SE	40	0,8	220	Internal	0,0187	0,5	9,94E-09	239
SiC SE	40	0,7	190	Internal	0,0185	0,536	4,67E-09	213
SiC SE	40	0,6	220	Surface	0,0170	0,65	5,75E-09	290

*Tabella 5.9: Riassunto tipologia di difetti individuati, relativo fattore di forma, area effettiva calcolata e tensione locale*

### 5.5.3 Diagramma $\sigma_{Rg}$ VS area effettiva

Come già descritto il diagramma doppiologaritmico di El Haddad-Smith-Topper dà la possibilità di fornire un criterio di accettazione sul materiale testato, in base alle dimensioni dei difetti presenti. Il diagramma fornisce inoltre la grandezza del difetto al disotto del quale non vi sono influenze sulla resistenza del materiale. L'asintoto verticale sarà quindi la resistenza teorica del SiC Hexoloy® in assenza di difetti nel campione.

Per realizzare la curva sono state fatte alcune ipotesi da sottolineare:

- è stata calcolata la tenacità a frattura come la media ottenuta dai provini studiati, tramite le equazioni 5.11 e 5.12, in base alla tipologia di difetto ed inserendo i dati ottenuti dall'analisi dell'area effettiva e della tensione lorda puntuale;
- Un altro dato necessario è la stima della tensione teorica del materiale privo di difetti, per il calcolo è venuta in aiuto la letteratura [41], dove in uno studio simile si otteneva  $\sigma_0$  tramite l'analisi statistica di Weibull.

Materiale	Diametro [mm]	Spessore [mm]	Corrente [A]	Difetto	Distanza difetto [mm]	$\alpha$	Area [m <sup>2</sup> ]	$\sigma_{rot}$ [MPa]	$K_c$ [MPa√m]
SiC SP	40	0.97	180	Internal	0.0200	0.5	1.47E-08	188	1.83
SiC SP	40	1.18	225	Internal	0.0199	0.5	1.73E-08	248	2.52
SiC SP	40	0.95	230	Surface	0.0151	0.65	1.39E-08	220	2.75
SiC SP	40	0.95	230	Surface	0.0175	0.65	2.34E-08	260	3.70
SiC SP	40	0.98	225	Internal	0.0199	0.536	6.90E-09	271	2.35
SiC SP	40	0.98	215	Internal	0.0196	0.5	3.19E-08	242	2.87
SiC SP	40	0.77	200	Surface	0.0200	0.65	7.56E-09	230	2.47
SiC SP	40	0.78	180	Internal	0.0187	0.5	2.11E-08	171	1.83
SiC SP	40	0.76	200	Surface	0.0200	0.536	5.10E-09	230	1.85
SiC SP	40	0.78	205	Internal	0.0175	0.5	1.97E-08	227	2.38
SiC SP	40	0.6	195	Surface	0.0198	0.65	5.45E-09	242	2.40
SiC SP	40	0.59	185	Internal	0.0180	0.5	3.04E-08	207	2.42
SiC SP	40	0.6	185	Surface	0.0200	0.65	1.77E-08	214	2.84
SiC SP	40	0.59	175	Surface	0.0200	0.65	9.36E-09	187	2.12
SiC SP	40	0.63	185	Internal	0.0199	0.5	8.95E-09	208	1.79
SiC SP	40	0.6	180	Surface	0.0199	0.536	4.81E-09	199	1.57
SiC SP	40	1.2	225	Internal	0.0195	0.5	8.38E-09	245	2.08
SiC SP	40	1.2	220	Surface	0.0184	0.65	1.60E-08	224	2.90
SiC SP	40	1.2	225	Surface	0.0194	0.65	8.37E-09	242	2.67
SiC SA	40	1.45	250	Surface	0.0200	0.65	1.85E-09	343	2.59
SiC SA	40	1.45	270	Surface	0.0195	0.65	1.43E-09	420	2.98
SiC SA	40	0.8	215	Surface	0.0200	0.65	2.63E-09	350	2.89
SiC SA	40	1.3	270	Surface	0.0200	0.65	2.13E-09	394	3.08
SiC SA	30	0.5	230	Surface	0.0200	0.65	9.29E-10	392	2.49
SiC SE	40	0.5	190	Internal	0.0179	0.5	1.12E-08	200	1.82
SiC SE	40	0.8	220	Internal	0.0187	0.5	9.94E-09	239	2.11
SiC SE	40	0.7	190	Internal	0.0185	0.536	4.67E-09	213	1.67
SiC SE	40	0.6	220	Surface	0.0170	0.65	5.75E-09	290	2.91

Tabella 5.10: Dati relativi ai provini testati ed analizzati.

È necessario soffermarsi sulla stima di  $\sigma_0$ , cioè la tensione del materiale ceramico in assenza di difetti, che è stata stimata tramite la tensione di rottura del SiC SA ottenuta con la distribuzione di Weibull con probabilità di sopravvivenza del del 0,01% pari a 538 MPa.

È stato preso come riferimento questo materiale, poiché la statistica di Weibull per il calcolo della tensione e del modulo, come visto nel capitolo precedente, è ampiamente influenzata dalla dimensione dei difetti del materiale; essendo il SiC SA il carburo di Silicio della ditta Hexoloy® a più alta densità e con la minor presenza di porosità è quindi la tipologia più indicata per ricavare la tensione di rottura del materiale privo di difetti.

In tabella 5.10 sono riportati i dati relativi alla distribuzione di Weibull per il SiC SA.

Materiale	Modulo di Weibull	Resistenza Caratteristica
Hexoloy SiC SA	8,593	416,58 MPa
<i>Con probabilità di sopravvivenza al 37%</i>		

Tabella 5.11: Riassunto distribuzione di Weibull del SiC SA tramite la normativa ASTM C139-07.

Introducendo i dati ottenuti è bastato variare  $a_0$  dell'equazione 5.7 fino ad ottenere la convergenza verso i due asintoti, quello verticale per la zona relativa alla meccanica classica e quello obliquo relativo alla meccanica della frattura lineare elastica

$$K_I = \alpha \sigma_g \sqrt{\pi(a + a_0)} \quad 5.7$$

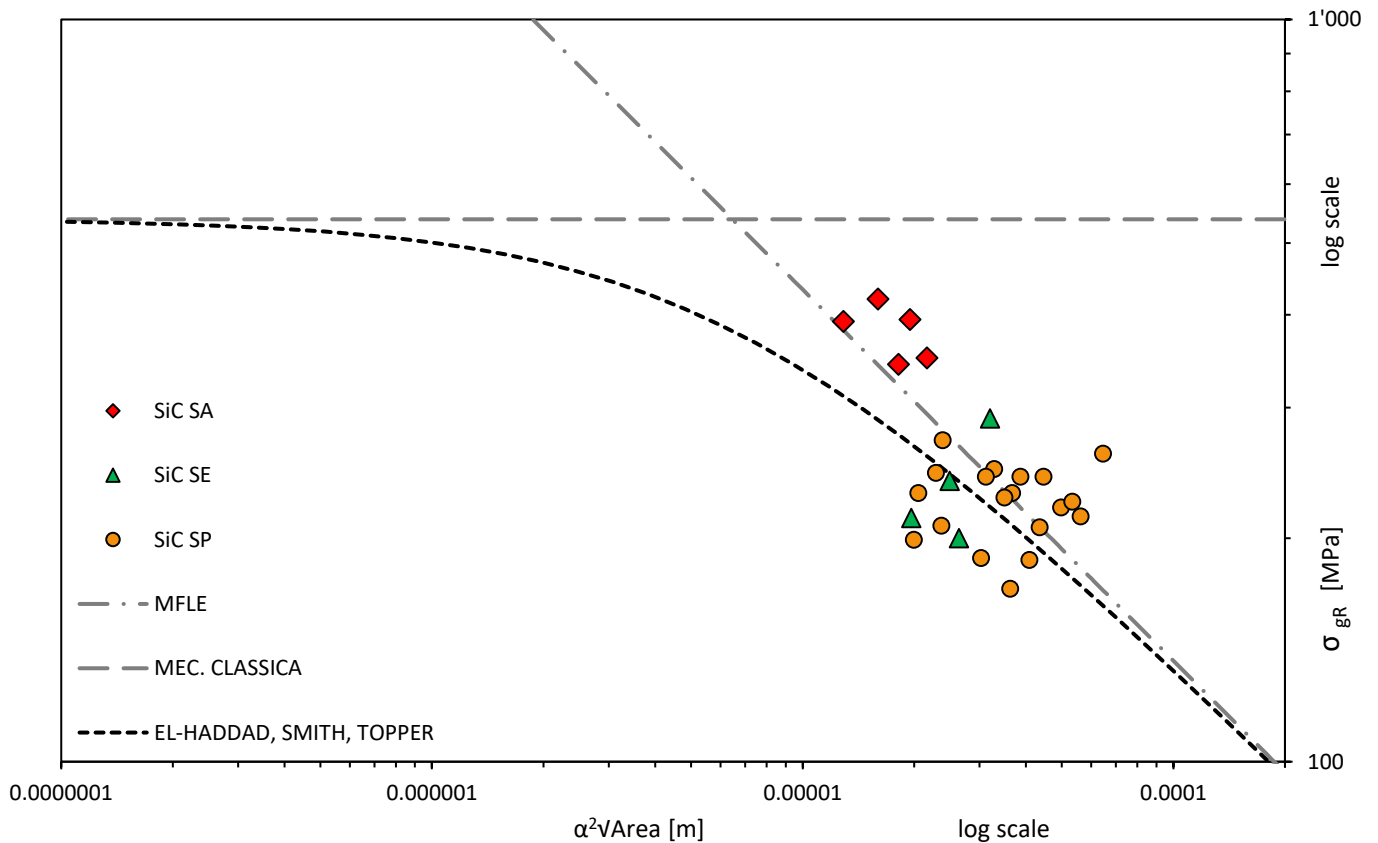


Figura 5.37: Grafico di El Haddad-Smith-Topper per il Carburo di Silicio Hexoloy®.

$K_c$ Medio	Modulo di Weibull	Resistenza Caratteristica [MPa]	$\sigma_{rot 0,01PS}$ [MPa]	$a_0$ [mm]
$2,42 \pm 0,50$	8,593	416,58	538	0,0065

Tabella 5.12: Riassunto dati relativi al SiC Hexoloy®.

## 5.6 Conclusioni e sviluppi futuri

L'analisi frattografica dei campioni testati, ha permesso una piena caratterizzazione strutturale del SiC Hexoloy® garantendo un criterio di accettabilità dei provini più raffinato rispetto alla distribuzione statistica di Weibull.

Si è visto, grazie all'utilizzo del microscopio elettrico a sanzione, le differenze di porosità e densità nelle tipologie di SiC esaminate

- Il SiC SA, già scelto come prima tipologia di target, garantisce prestazioni migliori dal punto di vista di resistenza meccanica e termica. Il materiale analizzato ha difetti di minor dimensione rispetto agli altri SiC studiati, un esempio è riportato in figura 5.38.
- La tipologia SE, di densità intermedia, nonostante la presenza di pochi difetti all'interno, vede però una bassa resistenza dovuta a poche porosità di grandi dimensioni che ne crollano le caratteristiche meccaniche.
- Il SiC SP, date le ampie porosità interconnesse tra loro, è il materiale a più scarsa resistenza meccanica e raggiunge quindi temperature di esercizio minori.

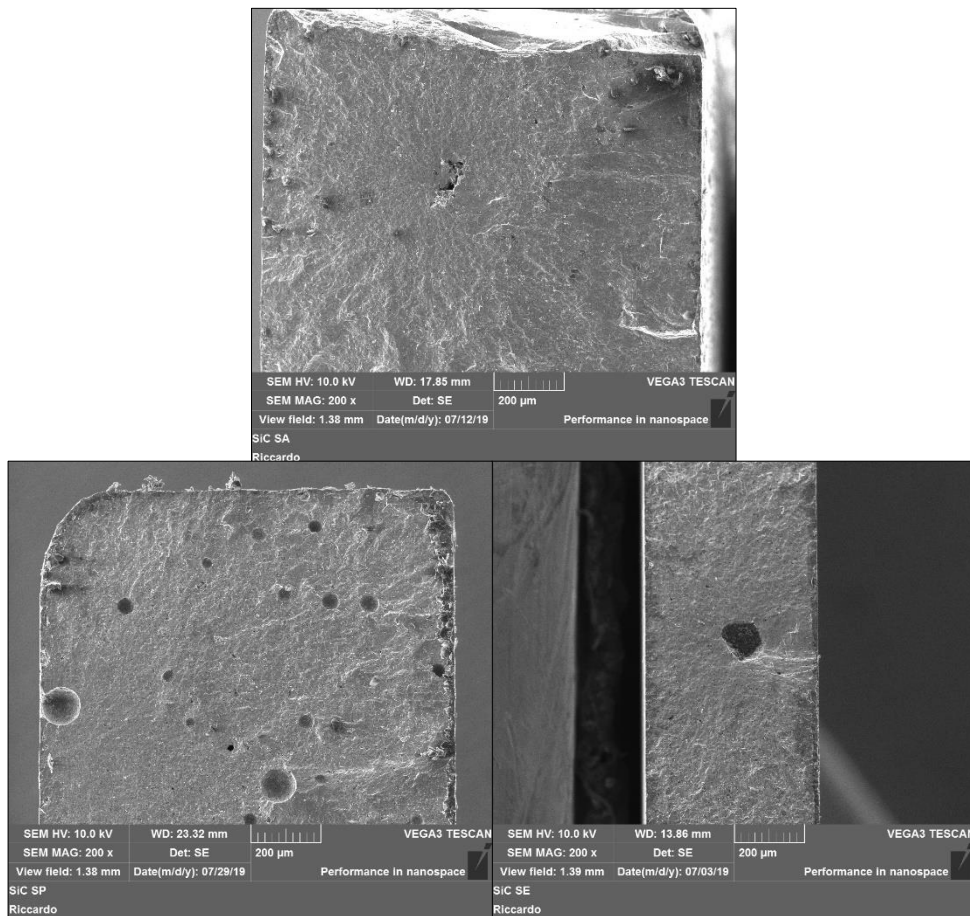


Figura 5.38: Esempio dimensioni difetti nei materiali testati. In alto il SiC SA, in basso a sinistra un caso di un SiC SP ed a destra di un SiC SE.

Il diagramma in figura 5.37, riporta I dati a rottura dei tre materiali e descrive appieno le caratteristiche sopracitate. La curva di El Haddad-Smith-Topper garantisce un buon metodo per l'accettabilità preliminare dei provini in base alle dimensioni dei difetti presenti, nonostante nel caso di studio del lavoro di tesi ci siano una serie di precisazioni da effettuare;

L'utilizzo della distribuzione di Weibull è parso un buon metodo per l'identificazione della tensione del materiale privo di difetti, ed è stato importante eseguire il calcolo sui dati relative al SiC SA, materiale che più si avvicina ad un provino esente difetti.

Per quanto riguarda l'identificazione del fattore di forma, nel caso del SiC SA garantisce una buona accuratezza date le dimensioni ridotte dei difetti critici. Per le altre tipologie di materiale, poiché i difetti presenti avevano dimensioni non trascurabili rispetto allo spessore dei provini vi è sicuramente un'influenza che non è stata possibile trattare a causa della geometria particolare dell'area dei difetti.

Sarebbe stato importante validare i dati tramite la rottura di un provino in Carburo di Silicio avente una cricca di geometria e dimensioni note, così da poter impostare la curva di accettabilità grazie alla conoscenza esatta della tenacità a frattura del materiale alle temperature di esercizio del forno.

Ciò non è stato possibile a causa della difficoltà di lavorazione del materiale studiato; infatti il SiC è caratterizzato da un'elevata durezza seconda solo al diamante ed al Nitrato di Boro. Il Carburo di Silicio vede anche un'impossibilità di lavorazione tramite elettroerosione dovuta alla bassa conducibilità del materiale.

Nel caso in futuro sia possibile eseguire dei test su provini intagliati, con lavorazioni interne ai Laboratori Nazionali di Legnaro o tramite aziende del settore, sarebbe interessante valutare la possibilità di validare i dati acquisiti ed in caso di differenze elevate, studiare le cause ed un approccio differente di ottenimento della curva in esame. È importante infine sottolineare che la famiglia dei ceramici non è molto studiata dal punto di vista meccanico per quanto riguarda l'analisi della dimensione dei difetti, proprio a causa della rottura fragile e spesso catastrofica legata a questi materiali. La letteratura, non ha fornito molti casi simili, sarebbe quindi importante eseguire analisi analoghe su altri ceramici per valutare una possibile applicazione nell'ambito meccanico del fenomeno studiato.



## CAPITOLO 6

### Approccio ai Parametri Termoelastici Virtuali

#### 6.1 Introduzione

Il crescente interesse della comunità scientifica per la produzione di fasci di ioni radioattivi ha permesso la nascita di nuove facility. L'Istituto Nazionale di Fisica Nucleare ed in particolare il progetto SPES ai Laboratori Nazionali di Legnaro ne sono una viva ed importante realtà, per la realizzazione di una facility ISOL facente parte del progetto europeo EURISOL.

I laboratori sono incentrati sulla produzione di isotopi *neutron-rich* attraverso la collisione di un fascio protonico, con intensità di 200  $\mu\text{A}$  ed un'energia di 40 MeV, su una serie di bersagli target in Carburo di Uranio.

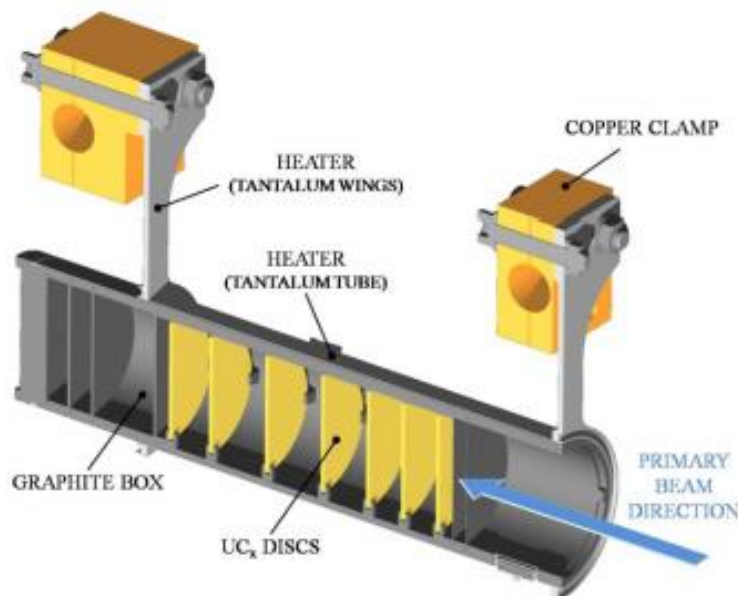


Figura 6.1: immagine modello box target e dei dischi che la compongono. Il fascio protonico è rappresentato in figura con la direzione di collisione con i dischi.

La geometria innovativa della box target, come visibile in figura 6.1, è realizzata tramite una serie di dischi distanziati, così da dissipare maggiormente il calore generato dall'interazione con il fascio protonico ed aumentare l'efficienza di diffusione degli isotopi prodotti. Inoltre per garantire una facile estrazione il target opera in un range di temperatura che va dai 1600 °C ai 2200°C.

Oltre alla tipologia costituita dal Carburo di Uranio, è prevista una prima applicazione a bassa energia tramite un target in Carburo di Silicio per la creazione di una tipologia di isotopi differente, a bassa radioattività, per i primi test di collaudo.

Grazie alla presenza dei dischi all'interno della box in grafite il fascio verrà completamente assorbito instaurando elevati gradienti termici sul materiale target, permettendo però di sfruttare tutta l'energia proveniente dal fascio protonico. Per garantire una corretta applicazione, all'interno del progetto SPES sono stati eseguiti degli importanti studi relativi al comportamento termico e strutturale dei Carburi di Silicio ad elevate prestazioni, in particolare sulla caratterizzazione termica e meccanica per l'utilizzo come dischi target. Si prevede in futuro di eseguire i medesimi studi su altre tipologie di materiali correlate alla produzione di isotopi radioattivi.

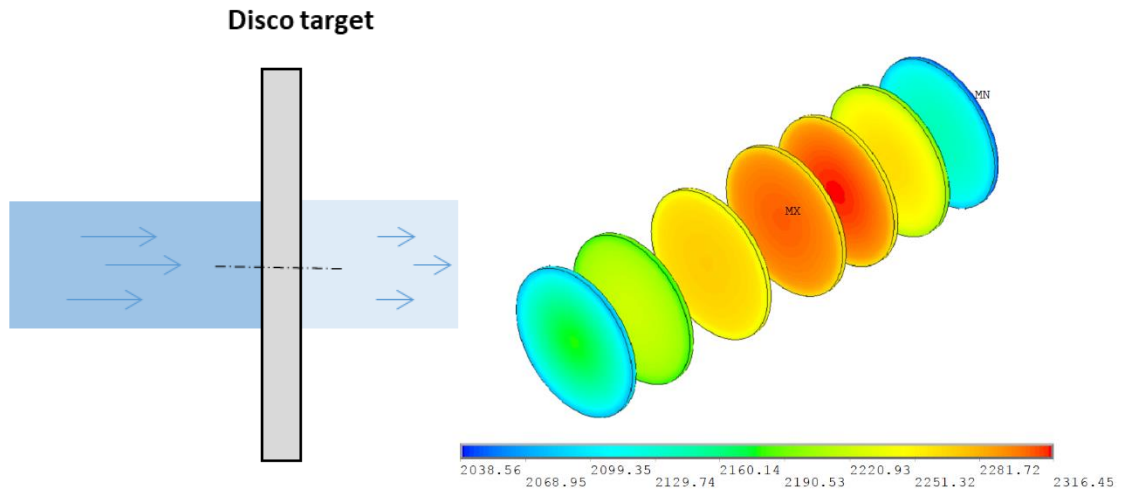


Figura 6.2: esempio di un campo di temperatura presente nei dischi in carburo di uranio soggetti ad un fascio protonico di 8 kW.

Valutando il carico termico attraverso un codice di Monte Carlo dedicato, è possibile ricavare il campo termico  $\{T\}$  tramite un apposito modello agli elementi finiti (figura 6.2) attraverso la conoscenza delle proprietà termiche del materiale (conducibilità termica  $\lambda$  ed emissività  $\epsilon$ ).

Una volta ottenuto il campo termico, sempre utilizzando un modello numerico in ANSYS® è possibile stimare il campo tensionale  $\{\sigma\}$ , instaurato dalle temperature generate, a cui è soggetto il target. Il passaggio termo-strutturale è possibile previa la conoscenza delle proprietà termoelastiche del materiale: Modulo Elastico  $E$ , Modulo di Poisson  $\nu$  e coefficiente di espansione termica  $\alpha$ . Tutte proprietà in funzione della temperatura e difficilmente misurabili soprattutto nel caso di materiali realizzati all'interno dei Laboratori Nazionali di Legnaro.

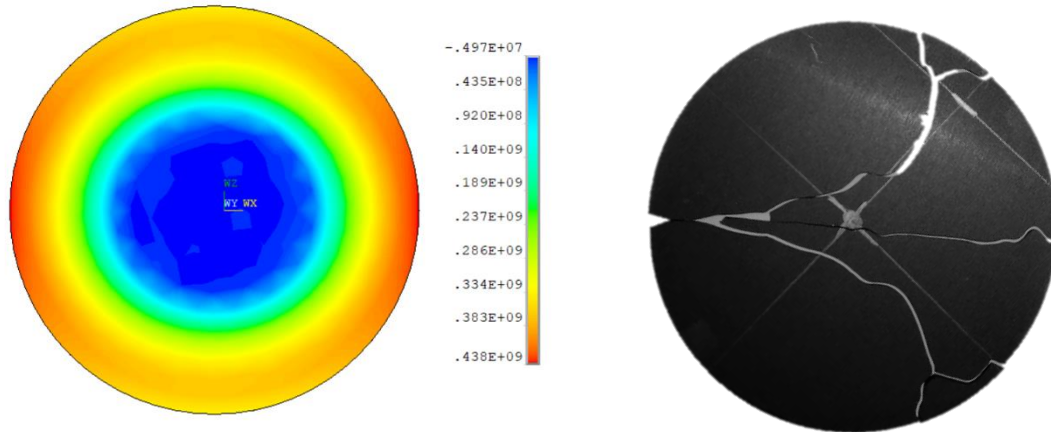


Figura 6.3: esempio di un campo di tensione presente in un test a rottura di un disco in Carburo di Silicio SA ed immagine a sinistra del provino fratturato.

Per garantire un corretto funzionamento del target ed un'efficienza nella produzione degli isotopi è quindi necessario definire dei limiti legati alle condizioni che si realizzano all'interno della box target:

- Determinare una temperatura massima di utilizzo del materiale  $T_{LIMITE}$ , per evitare il degradamento del materiale.
- Quantificare una  $\sigma_{LIMITE}$  del materiale che garantisca un utilizzo con sicurezza del target, evitando la rottura catastrofica dei dischi in esercizio (figura 6.3).



Nel caso di superamento dei valori massimi prestabiliti, sarà necessario eseguire delle modifiche delle condizioni di esercizio del target. In particolare, potranno essere variati i parametri legati alla potenza del fascio protonico, di più semplice implementazione rispetto a modifiche sulla geometria del target.

Una volta ottenuti i risultati dal modello numerico con i parametri modificati, i valori ottenuti saranno nuovamente confrontati con i parametri limite per la progettazione.

Il processo è schematizzato dalla figura 6.4:

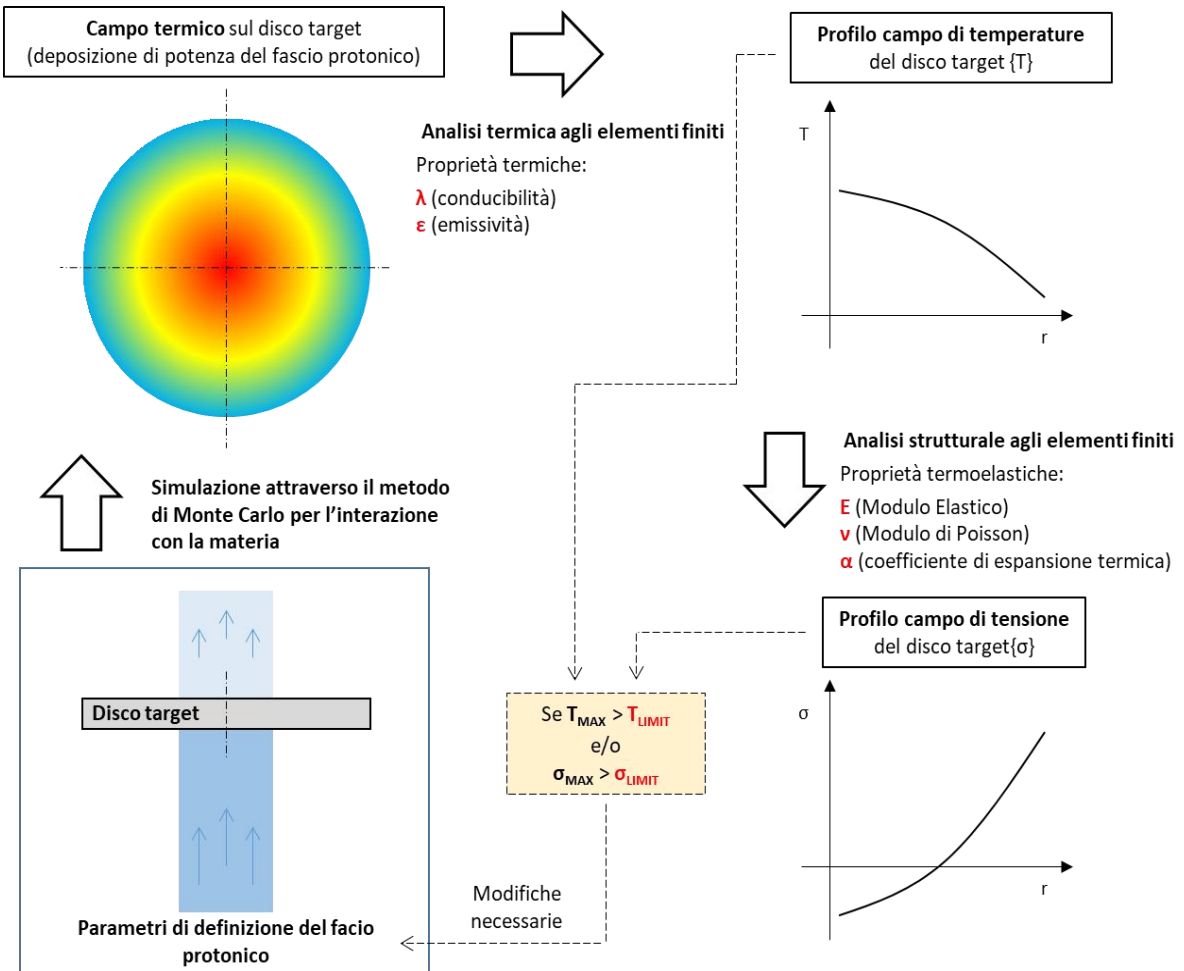


Figura 6.4: Schema dei passaggi necessari per la stima del campo di tensione sui dischi target.

## 6.2 Caratterizzazione termica e procedura sperimentale

La caratterizzazione termica, ampiamente descritta nel terzo capitolo di questo lavoro di tesi, ha come obiettivo la definizione delle proprietà fondamentali che governano la distribuzione di temperatura sul materiale target e la sua temperatura massima di utilizzo  $T_{LIMITE}$ .

Come descritto nel paragrafo precedente, il fascio protonico genera un campo di temperatura sul provino con gradienti termici critici che possono portare a rottura il materiale. Per poter valutare gli stress a cui i dischi sono sottoposti è necessaria una piena caratterizzazione termica dei dischi target. Per questo motivo, all'interno dei Laboratori Nazionali di Legnaro, è stato sviluppato un apparato sperimentale per la determinazione della conducibilità termica  $\lambda$  ed emissività  $\epsilon$  dei materiali di interesse per il progetto SPES.

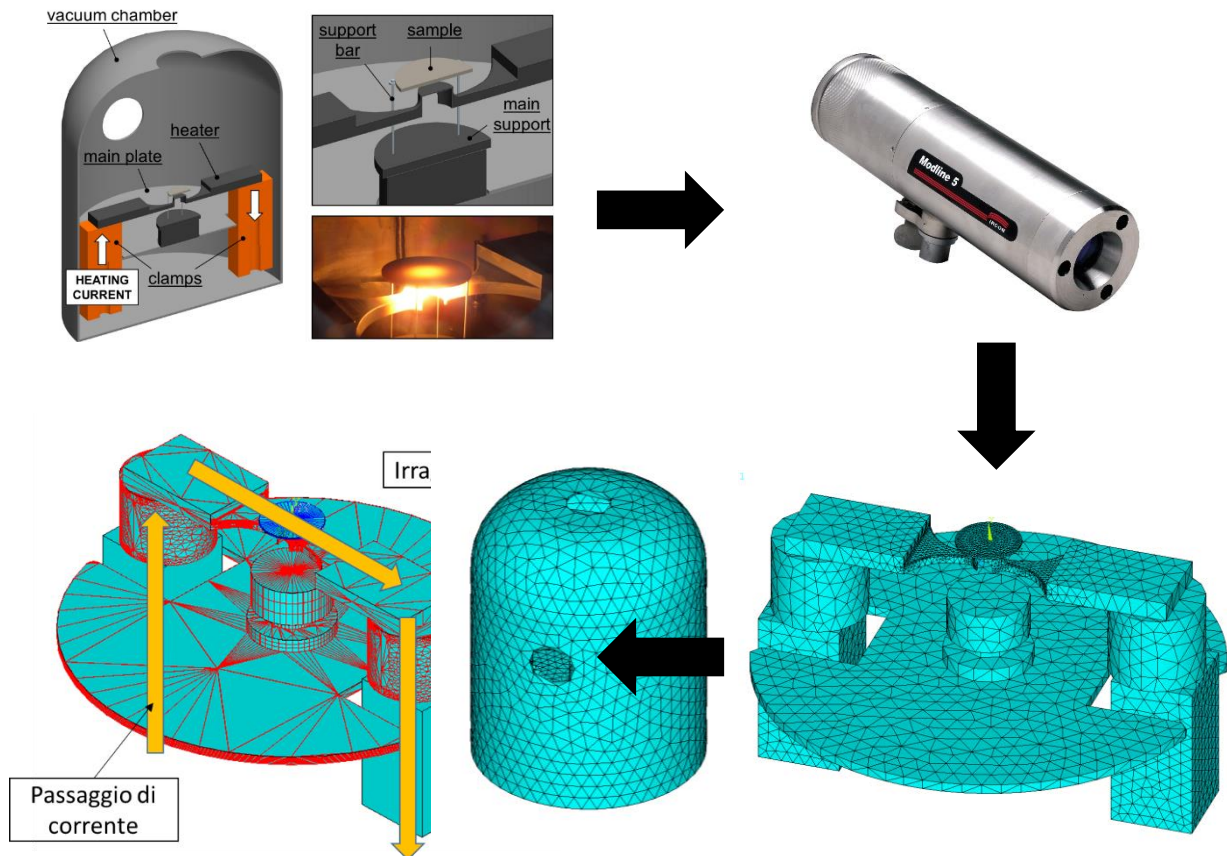
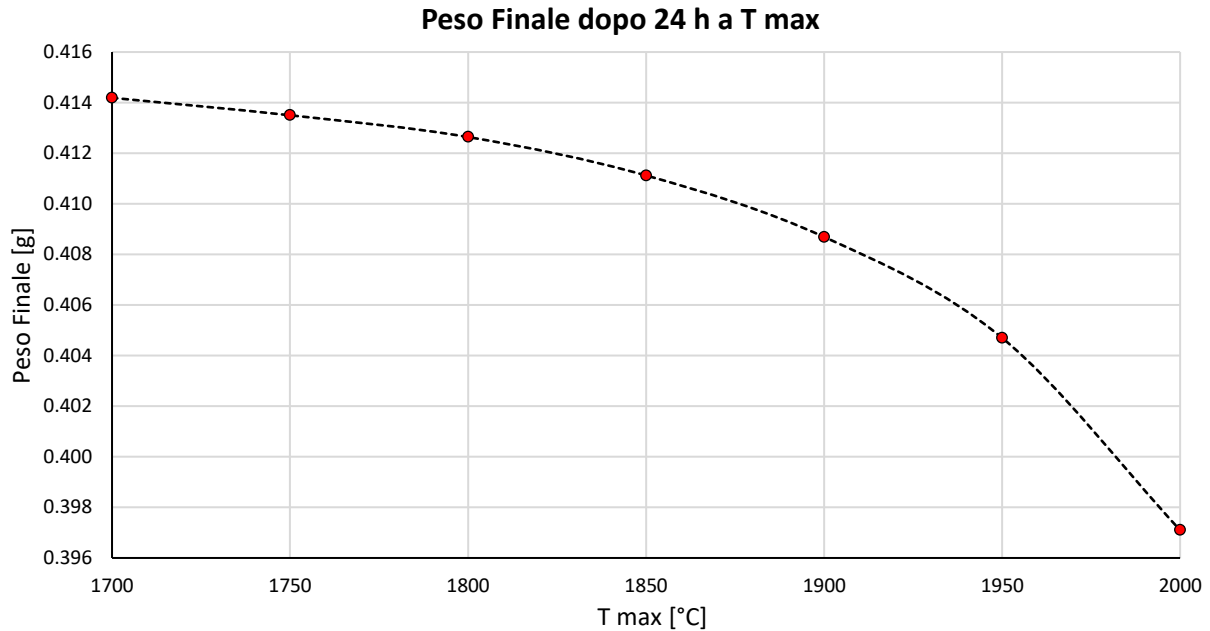


Figura 6.5: schema semplificato con i passaggi per la stima della conducibilità termica, dove vengono inizialmente eseguiti i test sperimentali, monitorando la temperatura e l'emissività tramite il pirometro. Infine tramite il modello numerico in ANSYS® viene stimata la conducibilità del provino.

I test di riscaldamento possono essere eseguiti sul materiale d'interesse, tramite l'apparato presente in Alte Temperature. Il pirometro andrà a misurare temperatura ed emissività del campione, parametri necessari per la stima della conducibilità termica. Infine i dati ottenuti saranno elaborati e forniti ad un idoneo modello numerico, che riproduce in maniera fedele l'apparato sperimentale. Essendo la conducibilità l'unica variabile presente sul sistema, un opportuno algoritmo di ottimizzazione, andrà a stimare la conducibilità variandone i valori e confrontando le temperature numeriche ottenute con quelle date in ingresso dai test sperimentali, lo schema è descritti in figura 6.5.

Sempre all'interno dei laboratori possono essere eseguiti i test per lo studio della temperatura limite del materiale. Il forno di produzione ad alta temperatura permette di mantenere un campione del materiale da testare ad elevate temperature e per tempi prolungati attraverso una rampa di riscaldamento e di mantenimento di temperatura realizzata dall'operatore. A fine ciclo di riscaldamento è possibile rimuovere il provino e valutarne le caratteristiche, soffermandosi sul peso del campione per misurare la perdita di peso realizzata.



*Figura 6.6: Esempio peso finale del campione di SiC testato tramite il forno alte temperature al variare della temperatura massima.*

È così possibile determinare il primo parametro limite per la progettazione, cioè la temperatura massima di utilizzo  $T_{LIMITE}$ . Temperatura di soglia sopra della quale si generano in maniera importante i processi diffusivi all'interno del materiale testato, che potrebbero corrompere le caratteristiche del materiale per la produzione degli isotopi durante l'utilizzo all'interno della facility SPES.

### 6.3 Caratterizzazione strutturale e procedure sperimentali

La caratterizzazione termica del paragrafo precedente, rende possibile una stima accurata del campo di temperatura a cui è sottoposto il materiale studiato. Il passaggio successivo, per una completa caratterizzazione, è la stima delle tensioni di rottura del materiale causate dal campo di temperatura ottenuto. Questo passo è necessario per la valutazione degli stress generati dal fascio protonico sui sette dischi all'interno della box target.

Per lo studio delle modalità di cedimento e la valutazione del campo di temperatura limite  $\{T_{LIMITE}\}$  che ha portato a rottura il provino, possono essere eseguiti i test di rottura attraverso il medesimo apparato sperimentale utilizzato per la stima della conducibilità, il quarto capitolo di questo lavoro di tesi espone in maniera esaustiva le modalità di esecuzione dei test e di raccolta dati. È poi necessario l'utilizzo di un software FEM come Ansys®, attraverso un modello numerico appositamente realizzato, per ottenere il campo di temperatura limite  $\{T_{LIMITE}\}$ .

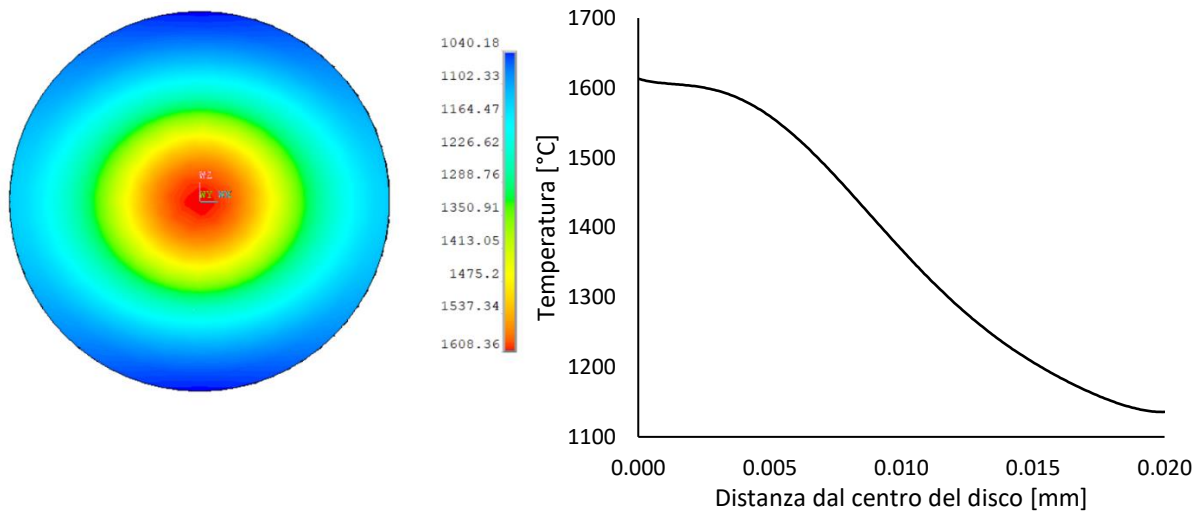


Figura 6.7: Esempio di campo di temperatura di un test a rottura del SiC SA. A sinistra è riportato il campo di temperatura critico ottenuto tramite ANSYS, a destra il profilo della temperatura lungo il crogiolo.

Il secondo passaggio vede la valutazione delle tensioni sul disco, attraverso un'analisi termo-strutturale: una volta ottenuto il campo di temperatura presente sul provino all'istante del cedimento è possibile stimare il campo tensionale a cui è soggetto sempre tramite il modello agli elementi finiti in ANSYS®.

Il passaggio termo-strutturale è realizzabile attraverso la conoscenza delle proprietà termoelastiche del materiale: Modulo Elastico  $E$ , Modulo di Poisson  $\nu$  e coefficiente di espansione termica  $\alpha$ . La valutazione di tali proprietà non è però di facile esecuzione: nel caso di materiali realizzati ai laboratori, situazione sempre più attuale nell'ambito del progetto SPES, non è possibile ottenere i dati richiesti a causa della necessità di apparati particolari, attualmente non presenti ai laboratori, che garantiscano dati alle temperature di utilizzo del target. Inoltre nel caso di materiali provenienti da ditte esterne, nella maggioranza dei casi i valori delle proprietà termoelastiche disponibili sono limitati a temperature notevolmente inferiori a quelle raggiunte dal target.

In figura 6.8 è riportato come esempio la prima tensione principale del provino corrispondente al campo termico di figura 6.7, nell'esempio del SiC SA, caso in cui le proprietà termoelastiche sono tutte note perché fornite dal datasheet del materiale.

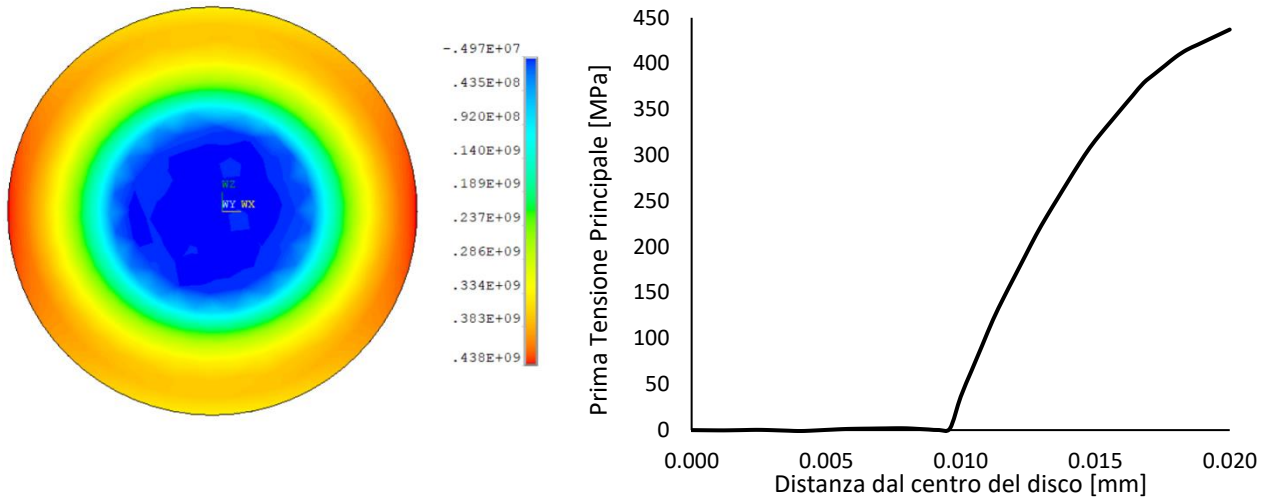


Figura 6.8: A sinistra campo è riportato il campo di tensione a rottura ottenuto tramite ANSYS per il disco SiC SA, a destra il profilo della prima tensione principale lungo il crogiolo.

L'ostacolo principale legato al processo descritto, è l'identificazione delle proprietà termoelastiche per il passaggio termico-strutturale ( $E, \nu, \alpha$ ) non immediatamente ricavabili, soprattutto nel range di temperatura richiesto dal progetto SPES.

L'approccio ai Parametri Termoelastici Virtuali (*Virtual Thermoelastic Parameters-VTP Approach*), proposto all'interno di questo lavori di tesi indica di assumere un set di proprietà termoelastiche fittizie per la stima numerica della tensione limite del materiale  $\sigma_{LIMIT}$  eliminando le problematiche legate alla determinazione delle proprietà termoelastiche reali.

### 6.3.1 Approccio ai Parametri Termoelastici Virtuali

L'approccio sviluppato durante il lavoro di tesi pone come obiettivo un criterio per la valutazione delle tensioni agenti sul provino, in assenza delle proprietà termoelastiche reali. All'interno dei laboratori si prevede infatti di realizzare materiali custom da impiegare come target del progetto SPES.



Figura 6.9: Esempio di due campioni in SiC realizzati ai Laboratori Nazionali di Legnaro.

Come già introdotto in precedenza, l'approccio di figura 6.5 permette la valutazione delle proprietà termiche del materiale ( $\lambda, \epsilon$ ), mentre le proprietà termoelastiche sono sempre difficilmente reperibili. Vista la necessità di caratterizzare comunque il materiale anche dal punto di vista strutturale, si propone un metodo numerico innovativo, denominato come approccio ai Parametri Termoelastici Virtuali

(*Virtual Thermoelastic Parameters-VTP Approach*). Questo prevede la stima numerica di una tensione limite di riferimento, basando il criterio di cedimento sul monitoraggio della prima tensione principale massima alla periferia del disco.

Il primo step è la piena caratterizzazione termica del materiale, in termini di emissività, conducibilità termica e temperatura limite, come visto nei paragrafi precedenti. Questa è sempre realizzabile tramite gli apparati sperimentali presenti a Legnaro seguendo le procedure illustrate nel capitolo terzo, ma non si esclude la possibilità di ricavare tali parametri anche con altri approcci (misure con altri apparati e datasheet).

Si eseguono successivamente test di rottura dei provini con l'apparato sperimentale e le metodologie presentate nel capitolo quarto. Come output da questa campagna sperimentale è possibile ricavare le condizioni di riscaldamento che hanno portato alla rottura dei campioni. Attraverso il modello numerico, sarà poi possibile ricavare il campo di temperatura presente sul disco al cedimento, eseguendo un'analisi elettro-termica che abbia come condizioni di carico le stesse rilevate durante le prove sperimentali.

Il modello numerico fornisce quindi il campo di temperatura a rottura  $\{T\}_{LIMITE}$ , che per essere tradotto nel campo di tensione a rottura  $\{\sigma\}_{LIMITE}$ , necessita delle proprietà termoelastiche, non sempre disponibili, come già anticipato.

Qui si inserisco alcune importanti ipotesi su cui si basa l'approccio:

- Il materiale in esame presenta un comportamento puramente lineare elastico, assunzione ragionevole nel caso dei materiali ceramici.
- La dipendenza dalla temperatura delle proprietà termoelastiche è trascurabile, come osservato nel caso del SiC, trattato in questo lavoro.

A questo punto è possibile assumere dei valori virtuali per  $E$ ,  $\nu$  e  $\alpha$ , costanti nel range di temperatura considerato, grazie ai quali è possibile il calcolo numerico del *campo di tensioni virtuale limite*  $\{\sigma\}_{LIM,VIRTUALE}$ , a partire dalla distribuzione di temperatura reale a rottura. A questo punto è immediato individuare la prima tensione principale massima alla periferia del disco, indicata come parametro di riferimento per il cedimento del campione  $\sigma_{LIM,VIRTUALE}$ .

Le tensioni ottenute potranno essere utilizzate per ottenere il parametro per la verifica di resistenza, realizzata tramite l'analisi di Weibull.

Per la scelta dei parametri termoelastici virtuali è necessario rispettare più il possibile le caratteristiche del materiale reale. Si propone perciò un'attenta analisi nella letteratura del materiale in esame o nel caso della realizzazione di materiali custom-made la verifica di dati su materiali simili o perlomeno della stessa famiglia. Questo permette quindi una stima, seppur approssimativa, delle proprietà termoelastiche.

I valori reperiti nelle modalità sopra descritte, vengono rimaneggiati nell'utilizzo dell'approccio ai parametri virtuali, dando valori unitari mantenendo però gli ordini di grandezza delle proprietà, poste costanti nel range di temperatura di utilizzo.

In tabella 6.1 viene riportato l'esempio della scelta dei parametri termoelastici virtuali eseguita per il SiC SA.

	Proprietà Reali SiC SA	Proprietà Virtuali
<b>Modulo Elastico [MPa] a 1000°C</b>	$3,92 \cdot 10^5$	$10^5$
<b>Modulo di Poisson a 20°C</b>	$1,60 \cdot 10^{-1}$	$10^{-1}$
<b>Coeff. di espansione termica <math>\alpha</math> [1/°C] a 1000°C</b>	$5,0 \cdot 10^{-6}$	$10^{-6}$

Tabella 6.1: Confronto tra proprietà reali del SiC SA e Virtuali.

Inserite le proprietà nella modello numerico termostrutturale del materiale è quindi possibile ottenere il campo di tensione virtuale alle condizioni di rottura  $\{\sigma\}_{LIM,VIRTUALE}$ .

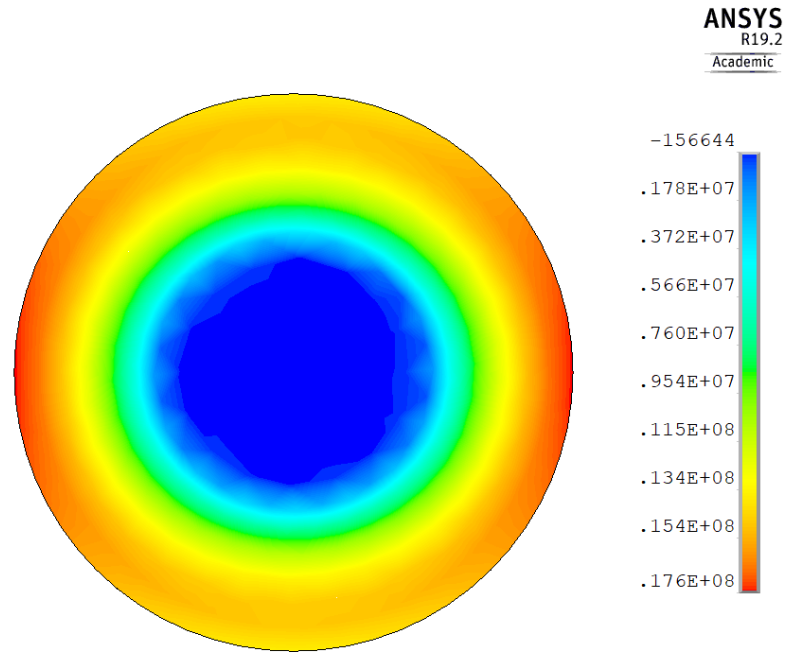


Figura 6.10: Campo di tensione della prima tensione principale ottenuto tramite l'utilizzo delle proprietà termoplastiche virtuali.

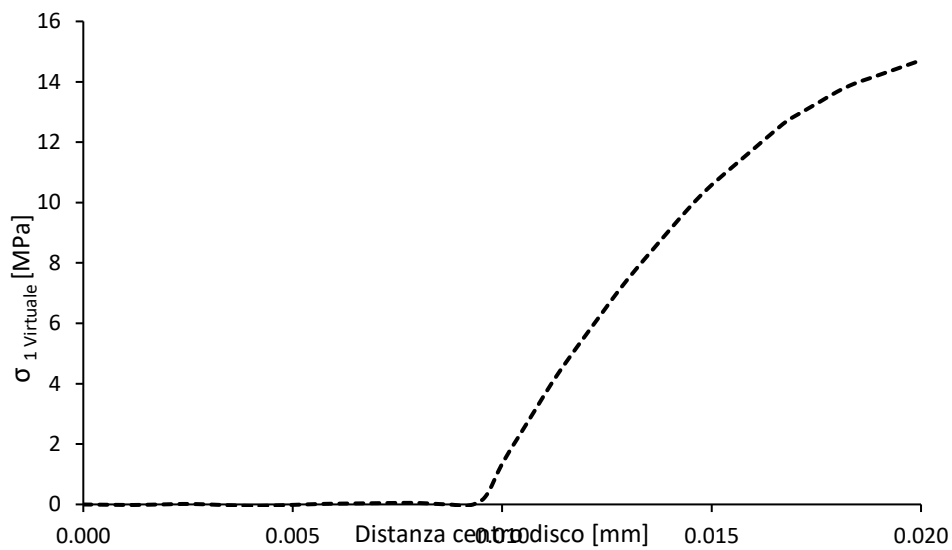


Figura 6.11: Esempio profilo della prima tensione principale virtuale lungo la direzione del crogiolo.

Andando ad eseguire le analisi FEM per tutti i provini SiC SA portati a rottura nel laboratorio Alte Temperature, si ottiene una serie di tensioni di rottura virtuali  $\sigma_{\text{LIM,VIRTUALE}}$  che, sotto la validità dell'ipotesi sulle proprietà termoelastiche, possono essere trattate con le stesse procedure delle tensioni reali del capitolo 4.

Materiale	Diametro [mm]	Spessore [mm]	Corrente [A]	Distanza disco [mm]	T max [°C]	T min [°C]	$\sigma_1$ Max virtuale [MPa]
SiC SA	40	1,45	250	1	1517,32	1033,54	14,71
SiC SA	40	1,27	270	1	1654,6	1067,7	18,263
SiC SA	40	1,26	275	1	1683,24	1077,27	18,971
SiC SA	40	1,18	260	1	1610,3	1041,3	17,566
SiC SA	40	1,18	275	1	1693,4	1072,1	19,498
SiC SA	40	1,45	270	1	1632,8	1077,2	17,201
SiC SA	30	0,5	225	1	1535,5	1118,9	14,909
SiC SA	30	0,5	225	1	1535,5	1118,9	14,909
SiC SA	30	0,5	230	1	1564,5	1133,5	15,505
SiC SA	40	0,5	210	1	1328,5	823,95	14,793
SiC SA	40	0,5	215	1	1361,8	835,99	15,54
SiC SA	40	0,5	215	1	1361,8	835,99	15,54
SiC SA	40	0,5	200	1	1355,8	837,69	15,53
SiC SA	40	0,5	210	2,5	1329,9	854,75	14,14
SiC SA	40	0,6	210	1	1399,12	875,95	15,76
SiC SA	40	0,6	215	1	1432,28	887,83	16,51
SiC SA	40	0,6	215	1	1432,28	887,83	16,51
SiC SA	40	0,6	235	2,5	1458,4	926,86	16,16
SiC SA	40	0,8	210	1	1259	856,27	11,65
SiC SA	40	0,8	215	1	1390,8	909,38	14,44
SiC SA	40	1	215	1	1355,11	924,28	12,87
SiC SA	40	1	220	1	1388,58	937	13,54
SiC SA	40	1	240	1	1518,87	985,13	16,24
SiC SA	40	1	245	1	1549,5	996,39	16,91
SiC SA	40	1	240	1	1518,87	985,13	13,54
SiC SA	40	1,2	250	1	1549,8	1020,9	16,15
SiC SA	40	1,2	275	1	1690,9	1073,4	19,37
SiC SA	40	1,2	260	1	1607,7	1042,5	17,439
SiC SA	40	1,2	255	1	1579	1031,8	16,80
SiC SA	40	1,3	270	1	1553,9	1030,2	15,88

Tabella 6.2: Riassunto dati SiC SA e tensioni ottenute tramite l'utilizzo dell'approccio ai Parametri Termoelastici Virtuali.

Come già presentato nel capitolo 4, data l'impossibilità di una piena caratterizzazione con un relativo studio sulla frattografia del materiale, lo strumento principale per una valutazione sulla resistenza resta l'analisi attraverso la distribuzione di Weibull, che mette in relazione la probabilità di sopravvivenza di un provino con la tensione a cui è avvenuto il cedimento. Si è quindi proceduti all'analisi della distribuzione di Weibull usando come tensioni quelle ottenute con l'approccio ai Parametri Termoelastici Virtuali.

Come illustrato nel capitolo 4, si è provveduto a seguire la normativa ASTM C1239-07, che consiglia il *Maximum Likelihood Method* (metodo della massima verosimiglianza), per i casi di materiali ceramici



e con un ristretto numero di dati. Si procede quindi senza descrivere in maniera dettagliata i passaggi essendo analoghi a quelli relativi ai casi già descritti nel capitolo quarto.

	Min	Meanvalue	Max
$\hat{m}$	6,84	9,13	11,13
$\hat{\sigma}_0$	16,10	16,70	17,33

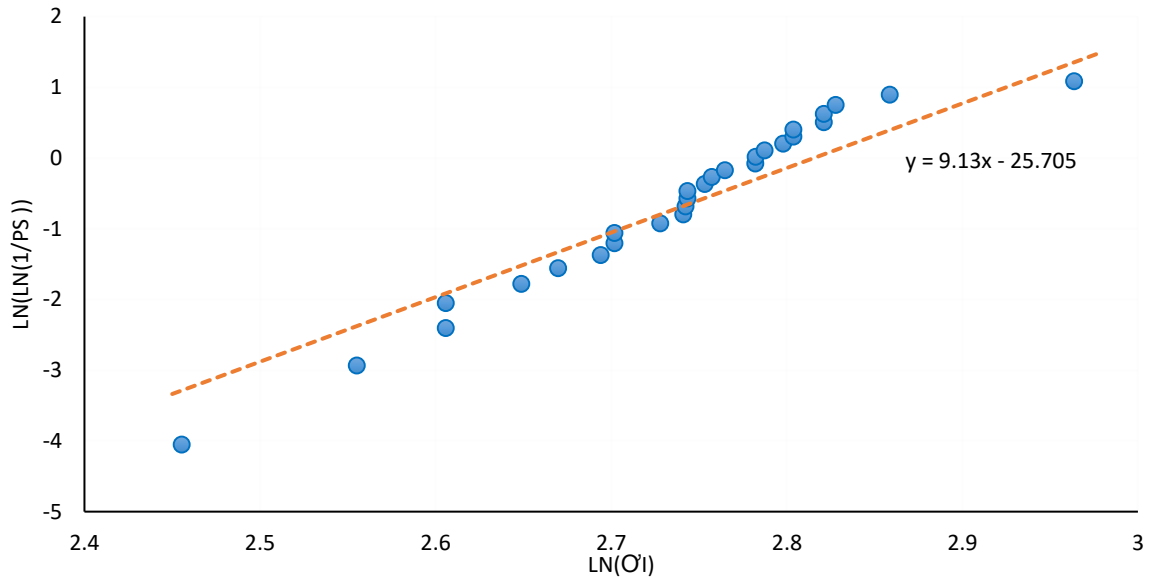


Figura 6.12: Parametri della statistica di Weibull per il carburo di silicio Hexoloy® SA analizzato tramite l'approccio ai Parametri Termoelastici Virtuali e relativo grafico.

L'utilizzo della distribuzione di Weibull ed i parametri ottenuti permettono di definire una tensione limite di utilizzo del materiale in funzione della probabilità di sopravvivenza scelta dal progettista. Poiché l'analisi è stata eseguita seguendo l'approccio ai Parametri Termoelastici virtuali, la tensione ricavata sarà definita come  $\sigma_{LIMIT,VIRTUALE}$ , nell'esempio del Carburo di Silicio SA si ottiene:

Probabilità di sopravvivenza	Tensione virtuale [MPa]
37%	16,70
99,9%	7,84

Tabella 6.3: probabilità di sopravvivenza e corrispondenti tensioni ottenuti dalla distribuzione di Weibull per il caso del SiC SA attraverso l'utilizzo dell'approccio ai Parametri Termoelastici Virtuali.

$\sigma_{LIMITE,VIRTUALE}$  alla probabilità di sopravvivenza del 99,9% può essere utilizzata come secondo parametro per la guida nella progettazione e verifica dei dischi della facility SPES. Basterà utilizzare all'interno della termo-meccanica dell'impatto del fascio protonico, le proprietà termoelastiche virtuali utilizzate nell'approccio ed accertarsi che le tensioni ottenute abbiano valori inferiori al limite virtuale identificato.

### 6.3.2 Validazione dell'approccio VTP nel caso del SiC SA

Come già introdotto nel capitolo 4, nel caso specifico del Carburo di Silicio SA è stata possibile una totale caratterizzazione del materiale poiché le proprietà termoelastiche erano disponibili sia da data sheet sia da fonti in letteratura.

Il metodo della funzione ottima fornisce la conducibilità termica, mentre l'emissività viene misurata attraverso l'uso del pirometro. Con una prima simulazione elettro-termica in Ansys® si ricava una stima del campo temperatura del provino, mentre un secondo step di simulazione termo-strutturale può essere usato per la stima del campo di tensione reale limite che ha portato a rottura  $\{\sigma\}_{LIMITE}$  (figura 6.13).

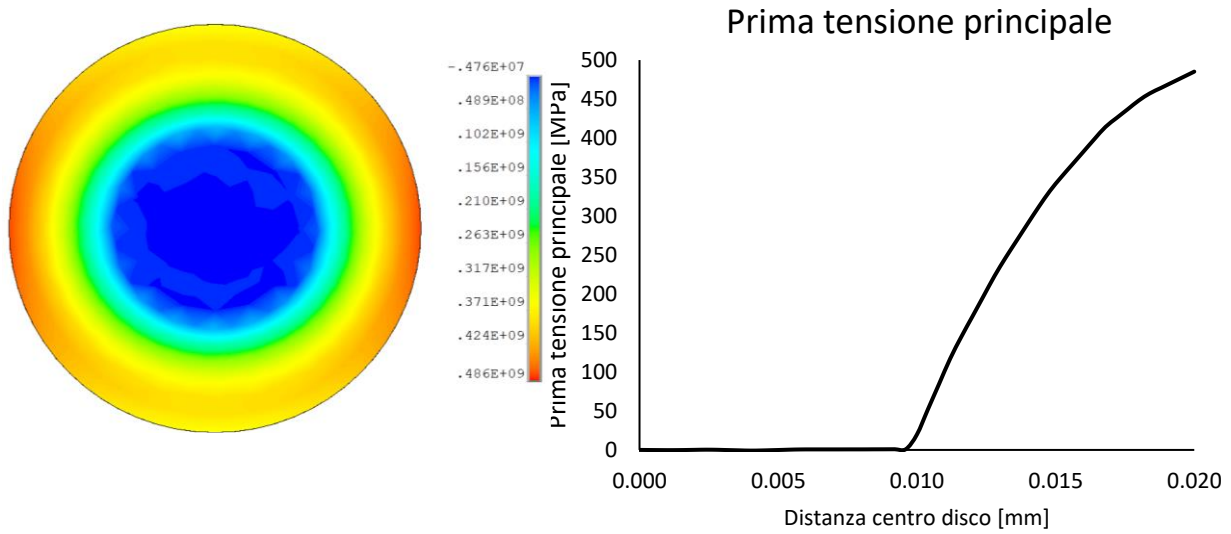


Figura 6.13: Prima tensione principale ed il suo profilo lungo il crogiolo durante un test di rottura del SiC SA.

Vengono qui riportati i risultati della tensione di rottura per i test eseguiti sul carburo di silicio SA Hexoloy®, discussi nel quarto capitolo.

Come descritto precedentemente eseguendo dei test di rottura, di un materiale le cui proprietà termiche e termoelastica sono note, tramite il modello numerico sono ricavabili le tensioni termiche critiche. Da queste è possibile analizzare sia la modalità di rottura, attraverso l'analisi frattografica, che valutare le tensioni che hanno portato a rottura il materiale. L'uso dell'analisi statistica, come può essere la distribuzione di Weibull, permette di valutare la tensione massima di utilizzo  $\sigma_{LIMITE}$  in base alla probabilità di sopravvivenza scelta per l'applicazione.

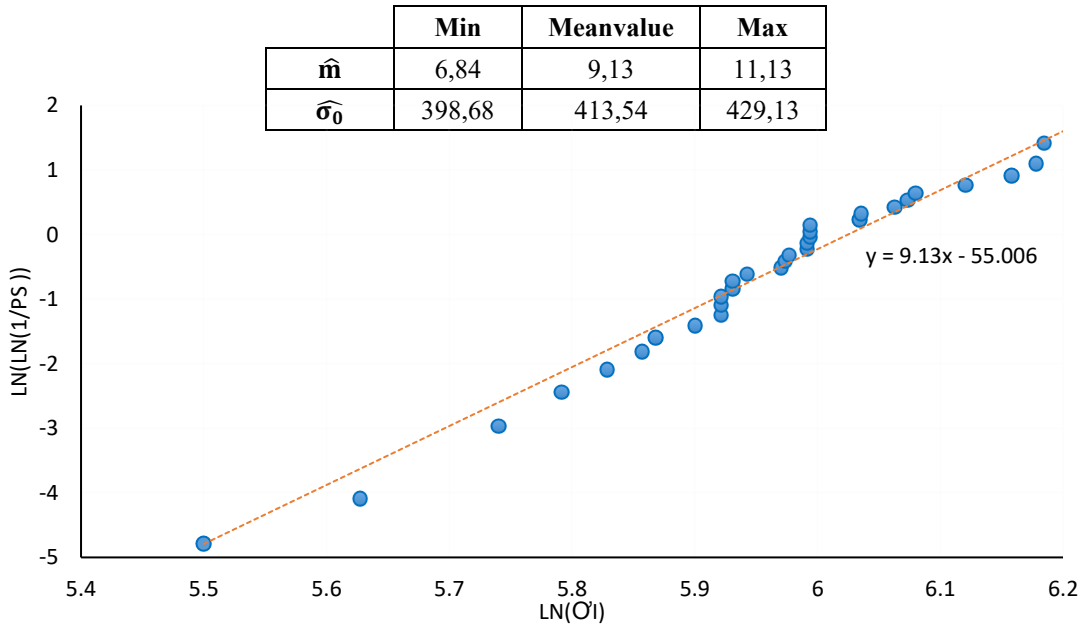


Figura 6.14: Parametri della statistica di Weibull per il carburo di silicio Hexoloy® SA utilizzando le proprietà reali del materiale.

L'utilizzo della distribuzione di Weibull ed i parametri ottenuti permettono di definire una tensione limite di utilizzo del materiale in funzione della probabilità di sopravvivenza scelta dal progettista.

Probabilità di sopravvivenza	$\sigma$ [MPa]
37%	413,54
99,9%	194,07

Tabella 6.4: probabilità di sopravvivenza e corrispondenti tensioni ottenuti dalla distribuzione di Weibull per il caso del SiC SA attraverso l'utilizzo dei parametri termoelastici reali.

La tensione limite  $\sigma_{\text{LIMITE}}$  come parametro di accettazione della progettazione meccanica può essere ottenuta come la tensione relativa alla distribuzione di Weibull con probabilità di sopravvivenza del 99,9% pari a 194,07 MPa.

Questi dati ottenuti con i parametri termoelastici reali possono essere utilizzati per verificare la validità dell'approccio VTP confrontando i parametri delle due distribuzioni di Weibull rappresentate nei grafici 6.12 e 6.14

	$\hat{m}$	$\hat{\sigma}_0$
Proprietà reali SiC SA	9,13	413,54
Proprietà virtuali SiC SA	9,13	16,70

Tabella 6.5: modulo elastico e tensione caratteristica della distribuzione di Weibull per il SiC SA attraverso l'utilizzo dei parametri termoelastici reali e quelli virtuali.

Come si può notare dalla tabella riassuntiva 6.5, il modulo di Weibull del SiC SA con le proprietà reali è il medesimo di quello con le proprietà virtuali.

Si osserva quindi che l'utilizzo delle proprietà termoelastiche virtuali genera una traslazione della retta reale di una quantità dipendente dalle proprietà termoelastiche effettive. Il fatto che il modulo della distribuzione di Weibull non vari significa che non perde di validità lo studio della distribuzione di Weibull, in quanto sarà sempre possibile ricavare una tensione, seppur virtuale, alla probabilità di sopravvivenza scelta.

Questo quindi permette all'approccio VTP di ricavare una tensione massima di utilizzo  $\sigma_{\text{LIMITE,VIRTUALE}}$  in base alle condizioni del materiale ed al campo di temperatura agente attraverso lo studio di una serie di test di rottura senza la necessità di una piena caratterizzazione meccanica del provino.

	$\sigma_{\text{LIMITE con P.S. al 99,9\%}}$
Proprietà reali SiC SA	194,07
Proprietà virtuali SiC SA	7,84

Tabella 6.6: tensioni limiti ottenute alla P.S. del 99,9 per il caso del SiC SA attraverso l'utilizzo dei parametri termoelastici reali e quelli virtuali.

## 6.4 Conclusioni e sviluppi futuri

I gradienti di temperatura dati dalla collisione tra il fascio ed i dischi target, generano la formazione di un campo di tensione che può portare a rottura il materiale. La conoscenza della tensione limite del materiale  $\sigma_{\text{LIMIT}}$  e della temperatura massima di utilizzo  $T_{\text{LIMIT}}$  sono necessarie per un corretto funzionamento come target SPES. Noti questi due parametri è possibile, attraverso simulazioni, valutare le condizioni di esercizio del target SPES quando questo è irraggiato dal fascio protonico. Sarà quindi possibile identificare se i parametri di fascio proposti assicurano l'esercizio in sicurezza del target o se

sono necessarie delle modifiche alle condizioni del fascio per poter mantenere i dischi sotto le condizioni di soglia.

Per l'analisi delle temperature e delle tensioni presenti è però necessario un'ampia conoscenza delle proprietà sia termiche, come è stato visto, sia termoelastiche. Quest'ultime, difficilmente reperibili, non possono essere stimate all'interno dei Laboratori di Legnaro, mentre lo studio delle caratteristiche termiche principali è possibile ad esempio attraverso gli approcci illustrati nel capitolo tre, e porta alla conoscenza del campo di temperatura reale presente nel campione.

Il passaggio successivo, cioè l'analisi termo-meccanica, è legato alla conoscenza delle proprietà termoelastiche non facilmente ricavabili, per questo motivo è stato ideato l'approccio ai Parametri Termoelastici Virtuali che si pone come obiettivo di fornire al progettista un parametro di riferimento sulla resistenza del materiale, bypassando la conoscenza delle proprietà termoelastiche, assumendo per esse dei valori virtuali.

È quindi possibile tradurre il campo di temperatura a rottura in una distribuzione di tensioni fittizie e assumendo che la rottura sia causata dalla prima tensione principale, massima alla periferia del disco, si identifica questo parametro come  $\sigma_{\text{VIRTUALE}}$  a rottura virtuale del provino. Si è visto, anche attraverso i capitoli precedenti, il profondo legame tra la prima tensione principale ed il difetto innescante. È infatti questa che porta a cedimento il provino ed è la tensione considerata nelle valutazioni sui dati a rottura.

Una volta che si ha testato a rottura una serie di provini, si potrà eseguire un'analisi statistica di Weibull utilizzando come tensioni di riferimento le tensioni virtuali calcolate per ciascun provino. Sarà possibile ottenere una  $\sigma_{\text{LIMIT,VIRTUALE}}$  valutando la probabilità di sopravvivenza che garantisca sicurezza nell'utilizzo.

La validità di questo approccio è stata anche verificata confrontando nel caso del SiC SA la statistica di Weibull ottenuta con le tensioni reali e quella ottenuta tramite gli stress virtuali. Ne è emersa una perfetta analogia, pertanto è stato possibile dimostrare che proiettare con un determinato livello di sopravvivenza con l'approccio VTP equivale a considerare lo stesso livello di sopravvivenza nel caso di proprietà termoelastiche note.

Saranno quindi  $\sigma_{\text{LIMITE,VIRTUALE}}$  e la  $T_{\text{LIMIT}}$ , ottenuta dalla caratterizzazione termica, a guidare il progettista nella valutazione delle condizioni di utilizzo dei componenti del target SPES. Basterà utilizzare per la simulazione termo-meccanica dell'impatto del fascio protonico le proprietà termoelastiche virtuali utilizzate nell'approccio VTP. Nel caso del superamento dei valori limite individuati, il progettista dovrà eseguire delle modifiche delle condizioni di esercizio del target, legate necessariamente alla variazione dei parametri del fascio protonico. Una volta ridefinite le condizioni di irraggiamento sui dischi target sarà necessario accertarsi dell'effettiva integrità strutturale e termica rieseguendo le analisi numeriche e confrontando nuovamente i parametri ottenuti con quelli limite.

## CONCLUSIONI

L'obiettivo del progetto SPES dei Laboratori Nazionali di Legnaro, è la costruzione di una facility ISOL, facente parte di un gruppo di strutture europeo denominato EURISOL, per la produzione di fasci di ioni radioattivi. Il complesso processo per la produzione degli ioni, prevede l'utilizzo di un ciclotrone per la generazione di un fascio protonico ad elevata energia. Il fascio andrà a colpire un target realizzato in una serie di dischi in carburo di Uranio, creando così gli isotopi radioattivi. L'interazione con il fascio protonico genera elevati gradienti di temperatura sui dischi, di entità tale da poter corrompere strutturalmente il target ed inficiare la produzione di isotopi.

Durante il progetto SPES si prevede di utilizzare vari materiali come dischi target, tra cui nelle fasi iniziali di collaudo il Carburo di Silicio,

Il presente lavoro di tesi si inserisce nel contesto della caratterizzazione dei materiali target con l'obiettivo di valutare i campi di temperatura e le tensioni attese in fase di esercizio su dischi realizzati in Carburo di Silicio. Le tre tipologie di SiC a disposizione, denominate dalla ditta produttrice Hexoloy® SA, SE e SP sono materiali realizzati con carburo di silicio in forma esagonale  $\alpha$ , la cui differenza si basa esclusivamente sulla porosità dei provini.

Per poter valutare le conduzioni di utilizzo sotto forti gradienti termici è stata prima effettuata un'importante caratterizzazione termica dei SiC forniti, resa possibile dall'apparato sperimentale presente ai Laboratori Nazionali di Legnaro. È stato infatti ideato dal gruppo SPES un complesso apparato sperimentale, formato da un riscaldatore ohmico per la generazione di elevate temperature e mantenuto in altovuoto tramite l'utilizzo di un sistema di pompe, per rappresentare al meglio i fenomeni a cui sono soggetti i dischi della facility di tipo ISOL.

I test eseguiti sono stati monitorati da un pirometro per la misura della temperatura raggiunta dai provini e per la misura dell'emissività dai materiali analizzati. Attraverso un apposito modello numerico, rappresentante in maniera fedele la realtà sperimentale è stata eseguita una stima della conducibilità termica per ciascuno dei tre carburi citati al variare della temperatura. Un altro apparato sperimentale è stato poi utilizzato per la definizione della temperatura massima di utilizzo del Carburo di Silicio, poiché un lungo mantenimento del materiale a temperature troppo elevate, può portare alla degradazione della struttura che lo compone ed alla perdita di silicio per diffusione ed evaporazione.

Svolta la caratterizzazione termica è stato possibile analizzare le tensioni instaurate nei provini. Il medesimo apparato sperimentale per la stima della conducibilità può essere infatti utilizzato per produrre intensi gradienti termici sui dischi in grado di comportarne la rottura. Sempre tramite il modello numerico in ANSYS® e grazie alla conoscenza della conducibilità stimata sono stati ricavati i campi di temperatura a rottura dei provini testati.

Attraverso le proprietà termoelastiche fornite dalla ditta produttrice dei materiali si è passati all'analisi termo-strutturale del materiale ottenendo le tensioni a rottura dei provini. Per valutare la tensione di rottura è stata eseguita un'analisi statistica attraverso il modello di Weibull, notoriamente utilizzato per i ceramici. Questo ha fornito un primo valore limite per la progettazione per i dischi in carburo di Silicio della famiglia SA ed SP.

Un'ulteriore passaggio per una piena caratterizzazione meccanica è stato svolto andando ad eseguire un'attenta analisi frattografica utilizzando il Microscopio Elettrico a Scansione (SEM) su tutti i provini di carburo di silicio rotti durante gli anni all'interno dei laboratori. Ciò ha permesso l'identificazione dei difetti critici che hanno portato alla nascita della cricca nella prova a rottura. La Meccanica della Frattura Lineare Elastica ha poi fornito le conoscenze per la definizione del grafico di El-Haddad, Smith, Topper dove viene descritta la relazione tra la dimensione del difetto e la tensione lorda a rottura.

Per il calcolo dell'area del difetto critico sono state sfruttate le immagini ottenute al SEM basandosi sulla teoria dei difetti descritta in letteratura. Il grafico così ottenuto permette la valutazione della tensione limite del materiale, nota la dimensione media dei difetti presenti al suo interno, dando la possibilità di ottenere un valore limite per la progettazione più accurato.

Nell'ottica di estendere il metodo di caratterizzazione presentato anche ad altri materiali target di interesse per il progetto SPES, si è pensato alla definizione di un approccio alternativo incentrato sulla possibilità di ottenere indicazioni sulle tensioni presenti senza una piena caratterizzazione nel materiale, attraverso l'utilizzo di parametri termoelastici virtuali. Data la crescente possibilità di utilizzare

## Conclusioni

materiali realizzati all'interno dei laboratori, non è sempre realizzabile una piena caratterizzazione del materiale ed ottenere le caratteristiche termoelastiche necessarie. L'approccio ai Parametri Virtuali sfrutta la possibilità di realizzare una piena caratterizzazione termica all'interno dei Laboratori Nazionali di Legnaro, così da ottenere il campo di temperatura reale del materiale utilizzato. Il passaggio alle tensioni è realizzato tramite alcune ipotesi per la definizione di proprietà termoelastiche virtuali. Grazie all'uso dell'approccio è poi possibile ricavare una distribuzione statistica di Weibull del materiale testato e ottenere una tensione limite in base al coefficiente di sicurezza adottato, similmente al caso come nei casi pienamente caratterizzati, con proprietà termoelastiche note.

La conoscenza della tensione limite e temperatura limite di impiego del materiale permette così di valutare le condizioni di esercizio dei materiali target studiati all'interno della facility. Il progettista, noti questi parametri, controllerà tramite l'uso di modelli numerici appositi i valori massimi di tensione e temperatura attesi e provvederà, in caso di superamento dei valori limite, a indicare diversi parametri di fascio per preservare i dischi target.

## APPENDICE A

### Analisi SEM delle superfici di frattura

Utilizzando come riferimento Y. Murakami, Metal Fatigue: Effects of Small Defects and Nonmetallic Inclusions, Kyushu University, Jaon: Elsevier, 2022 è stato calcolato il  $K_c$  prendendo come fattori di forma quelli suggeriti:

$\alpha=0,5$  difetti interni;  
 $\alpha=0,65$  difetti superficiali.

L'equazione per il calcolo della tenacità a frattura sarà nel caso di difetti interni:

$$K_C = 0,5 \cdot \sigma_g \sqrt{\pi \sqrt{\text{area}_{eff}}} \quad \text{A.1}$$

Mentre per i difetti superficiali:

$$K_C = 0,65 \cdot \sigma_g \sqrt{\pi \sqrt{\text{area}_{eff}}} \quad \text{A.2}$$

L'area è stata stimata prendendo in considerazione il contorno che racchiude il difetto originale irregolare, valutando l'interazione possibile tra difetti sempre seguendo il riferimento citato.

Nel caso di difetti circolari è stata presa in esame l'influenza legata alla vicinanza alla superficie di difetti interni, grazie alla possibilità da letteratura di valutare questa semplice geometria.

#### A.1 Diagramma di El-Haddad, Smith, Topper

Per il diagramma è stato utilizzato come  $K_c$  la media ottenuta dai provini studiati. Mentre  $O_0$ , cioè la tensione del materiale ceramico in assenza di difetti, è stata stimata tramite la tensione di rottura del SiC SA ottenuta con la distribuzione di Weibull con probabilità di ROTTURA del 99,99% pari a 538 MPa.

Materiale	Modulo di Weibull m	Resistenza Caratteristica $\sigma_0$
Hexoloy SiC SA	8,593	416,58 MPa
<i>Con probabilità di sopravvivenza al 37%</i>		

Tabella A.1: Parametri di Weibull del Carburo di Silicio SA..

$$K_C = \alpha \sigma_{gR} \sqrt{\pi(a + a_0)} \quad \text{A.3}$$

È stato preso come riferimento il SiC SA poiché la statistica di Weibull per il calcolo della tensione e del modulo è influenzata dalla dimensione dei difetti del materiale, ed avendo i difetti di minor dimensione è il più adatto per questa ipotesi.

<b>Materiale</b>	<b>Diametro [mm]</b>	<b>Spessore [mm]</b>	<b>Corrente [A]</b>	<b>Difetto</b>	<b>Distanza difetto [mm]</b>	<b><math>\alpha</math></b>	<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>
SiC SP	40	0,97	180	Internal	0,0200	0,5	1,47E-08	188
SiC SP	40	1,18	225	Internal	0,0199	0,5	1,73E-08	248
SiC SP	40	0,95	230	Surface	0,0151	0,65	1,39E-08	220
SiC SP	40	0,95	230	Surface	0,0175	0,65	2,34E-08	260
SiC SP	40	0,98	225	Internal	0,0199	0,536	6,90E-09	271
SiC SP	40	0,98	215	Internal	0,0196	0,5	3,19E-08	242
SiC SP	40	0,77	200	Surface	0,0200	0,65	7,56E-09	230
SiC SP	40	0,78	180	Internal	0,0187	0,5	2,11E-08	171
SiC SP	40	0,76	200	Surface	0,0200	0,536	5,10E-09	230
SiC SP	40	0,78	205	Internal	0,0175	0,5	1,97E-08	227
SiC SP	40	0,6	195	Surface	0,0198	0,65	5,45E-09	242
SiC SP	40	0,59	185	Internal	0,0180	0,5	3,04E-08	207
SiC SP	40	0,6	185	Surface	0,0200	0,65	1,77E-08	214
SiC SP	40	0,59	175	Surface	0,0200	0,65	9,36E-09	187
SiC SP	40	0,63	185	Internal	0,0199	0,5	8,95E-09	208
SiC SP	40	0,6	180	Surface	0,0199	0,536	4,81E-09	199
SiC SP	40	1,2	225	Internal	0,0195	0,5	8,38E-09	245
SiC SP	40	1,2	220	Surface	0,0184	0,65	1,60E-08	224
SiC SP	40	1,2	225	Surface	0,0194	0,65	8,37E-09	242
SiC SA	40	1,45	250	Surface	0,0200	0,65	1,85E-09	343
SiC SA	40	1,45	270	Surface	0,0195	0,65	1,43E-09	420
SiC SA	40	0,8	215	Surface	0,0200	0,65	2,63E-09	350
SiC SA	40	1,3	270	Surface	0,0200	0,65	2,13E-09	394
SiC SA	30	0,5	230	Surface	0,0200	0,65	9,29E-10	392
SiC SE	40	0,5	190	Internal	0,0179	0,5	1,12E-08	200
SiC SE	40	0,8	220	Internal	0,0187	0,5	9,94E-09	239
SiC SE	40	0,7	190	Internal	0,0185	0,536	4,67E-09	213
SiC SE	40	0,6	220	Surface	0,0170	0,65	5,75E-09	290

Tabella A.2: Riassunto risultati rottura provini analizzati frattograficamente.



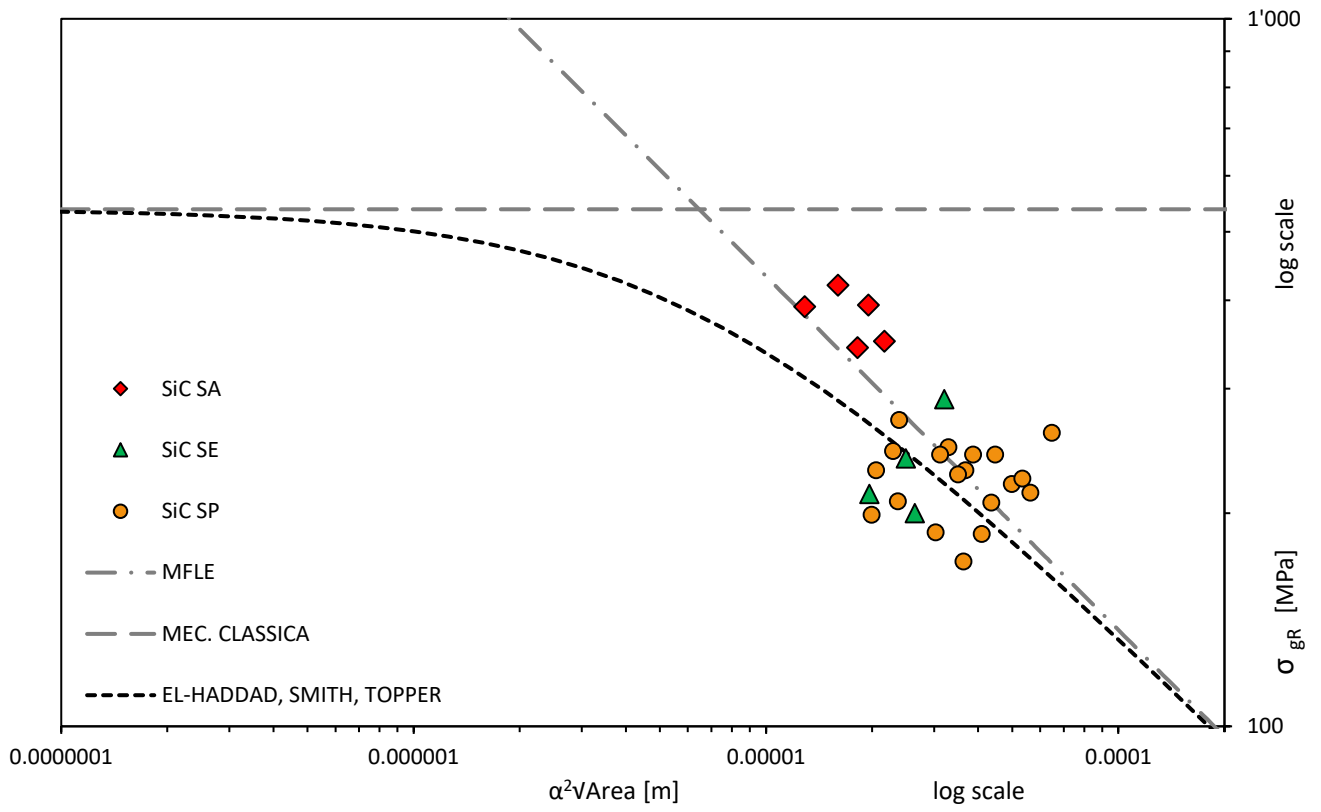
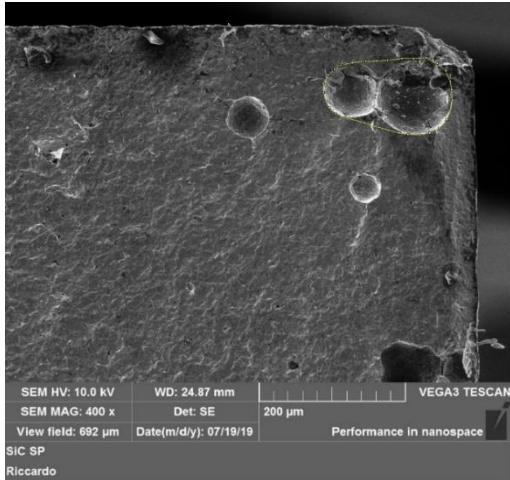


Figura A.1: Grafico di El-Haddad, Smith Topper.

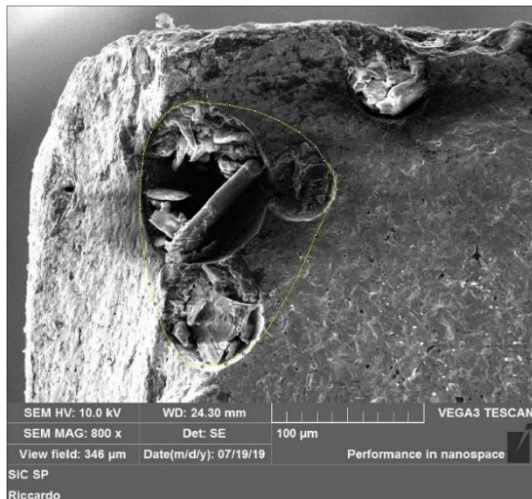
## A. 2 Aree difetti Carburo di Silicio SP

SiC SP D = 40 mm t = 1 mm del 30-10-18



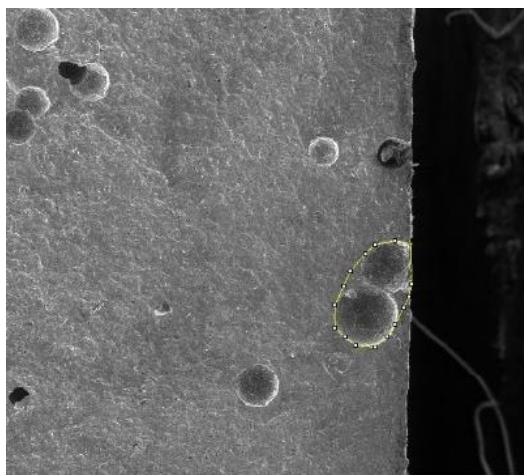
<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	1,47E-08
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	188
<b><math>\alpha</math></b>	0,5
<b><math>K_I</math> [MPa√m]</b>	1,83

SiC SP D = 40 mm t = 1,2 mm del 30-10-18



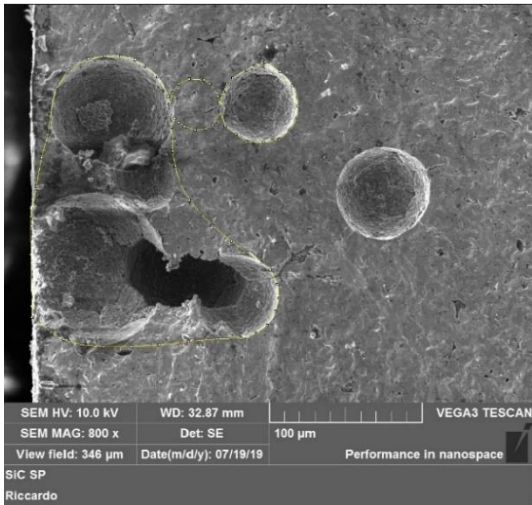
<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	1,73E-08
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	248
<b><math>\alpha</math></b>	0,5
<b><math>K_I</math> [MPa√m]</b>	2,52

SiC SP D = 40 mm t = 0,95 mm del 05-11-18



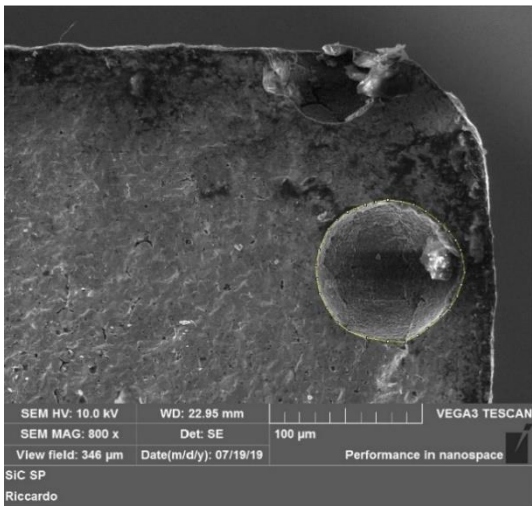
<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	1,39E-08
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	220
<b><math>\alpha</math></b>	0,65
<b><math>K_I</math> [MPa√m]</b>	2,75

SiC SP D = 40 mm t = 0,95 mm del 05-11-18



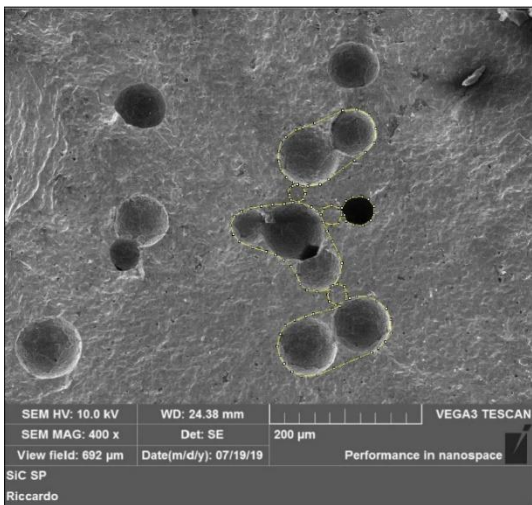
<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	2,34E-08
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	260
<b><math>\alpha</math></b>	0,65
<b>K<sub>I</sub> [MPa√m]</b>	3,70

SiC SP D = 40 mm t = 0,98 mm del 06-11-18



<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	6,90E-09
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	271
<b><math>\alpha</math></b>	0,536
<b>K<sub>I</sub> [MPa√m]</b>	2,35

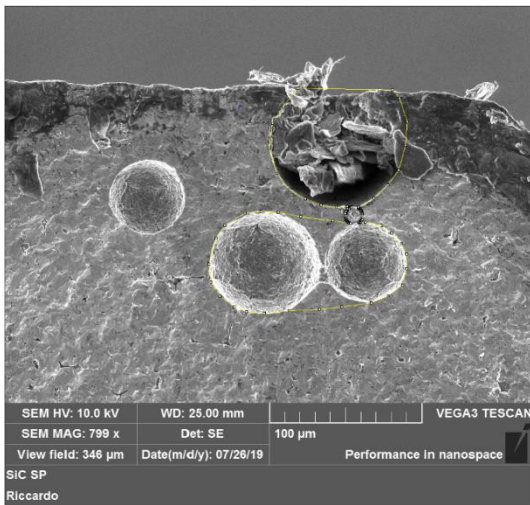
SiC SP D = 40 mm t = 0,98 mm del 07-11-18



<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	3,19E-08
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	242
<b><math>\alpha</math></b>	0,5
<b>K<sub>I</sub> [MPa√m]</b>	2,87

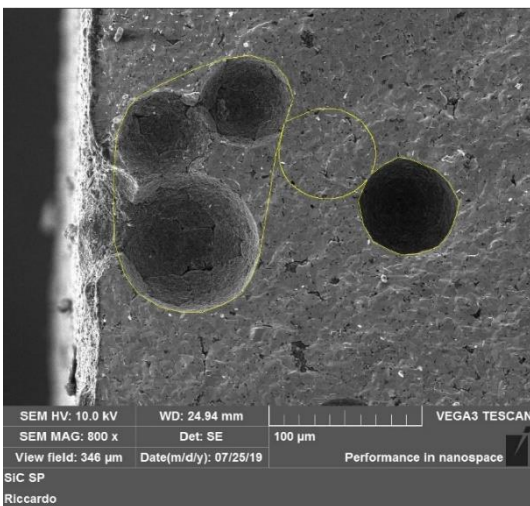
Appendice A

SiC SP D = 40 mm t = 0,77 mm del 29-11-18



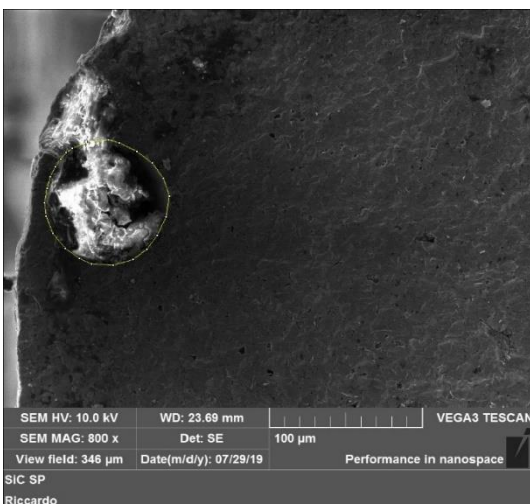
<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	7,56E-09
<b>σ<sub>rot</sub> [MPa]</b>	230
<b>α</b>	0,65
<b>K<sub>I</sub> [MPa√m]</b>	2,47

SiC SP D = 40 mm t = 0,78 mm del 28-11-18



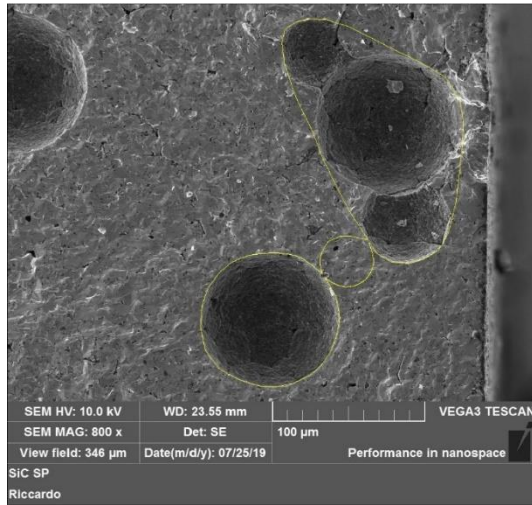
<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	2,11E-08
<b>σ<sub>rot</sub> [MPa]</b>	171
<b>α</b>	0,5
<b>K<sub>I</sub> [MPa√m]</b>	1,83

SiC SP D = 40 mm t = 0,76 mm del 30-11-18



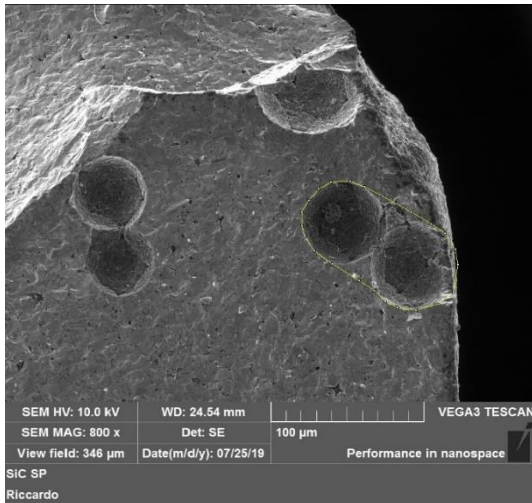
<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	5,10E-09
<b>σ<sub>rot</sub> [MPa]</b>	230
<b>α</b>	0,536
<b>K<sub>I</sub> [MPa√m]</b>	1,85

SiC SP D = 40 mm t = 0,78 mm del 03-11-18



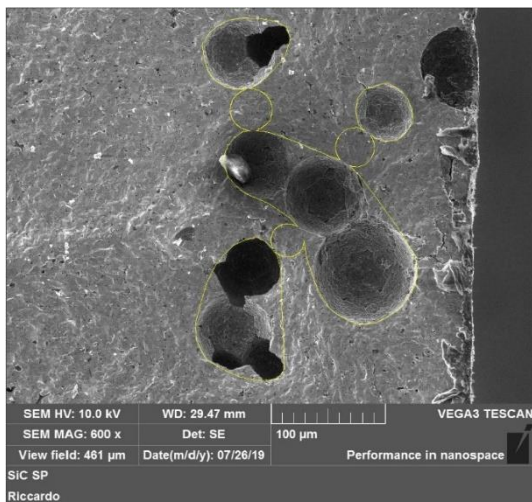
<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	1,97E-08
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	227
<b><math>\alpha</math></b>	0,5
<b>K<sub>I</sub> [MPa√m]</b>	2,38

SiC SP D = 40 mm t = 0,6 mm del 04-12-18



<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	5,45E-09
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	242
<b><math>\alpha</math></b>	0,65
<b>K<sub>I</sub> [MPa√m]</b>	2,40

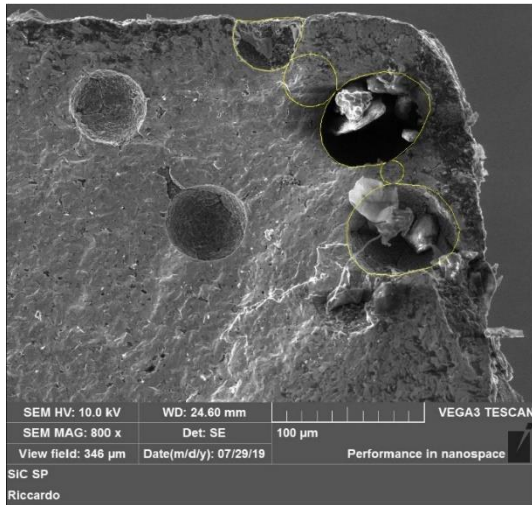
SiC SP D = 40 mm t = 0,59 mm del 04-12-18



<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	3,04E-08
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	207
<b><math>\alpha</math></b>	0,5
<b>K<sub>I</sub> [MPa√m]</b>	2,42

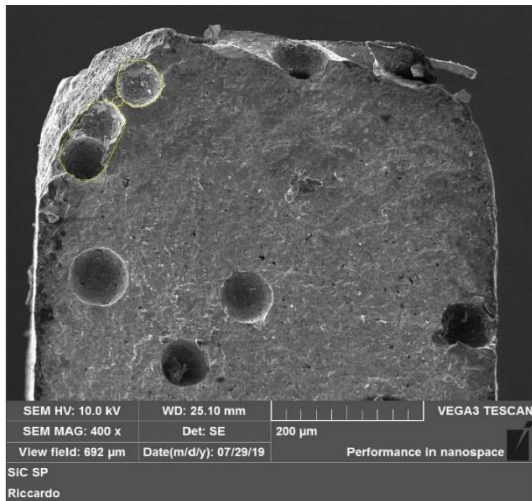
Appendice A

SiC SP D = 40 mm t = 0,59 mm del 06-12-18



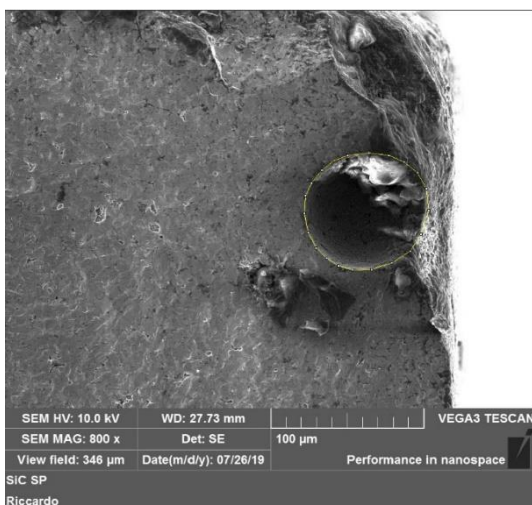
<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	9,36E-09
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	187
<b><math>\alpha</math></b>	0,65
<b>K<sub>I</sub> [MPa√m]</b>	2,12

SiC SP D = 40 mm t = 0,63 mm del 07-12-18



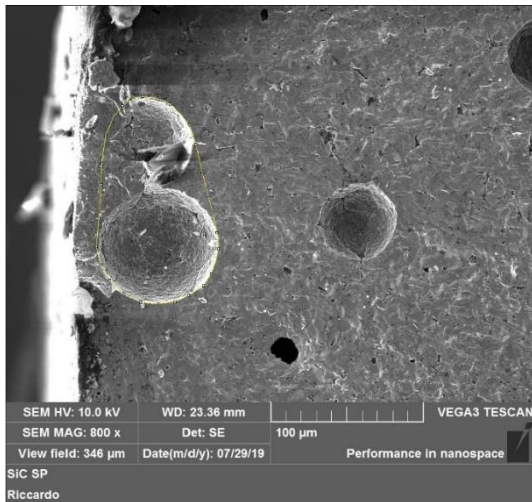
<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	8,95E-09
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	208
<b><math>\alpha</math></b>	0,5
<b>K<sub>I</sub> [MPa√m]</b>	1,79

SiC SP D = 40 mm t = 0,6 mm del 10-12-18



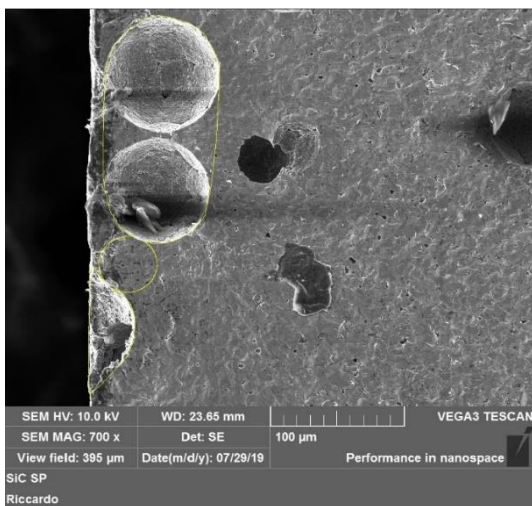
<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	4,81E-09
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	199
<b><math>\alpha</math></b>	0,536
<b>K<sub>I</sub> [MPa√m]</b>	1,57

SiC SP D = 40 mm t = 1,2 mm del 15-01-19



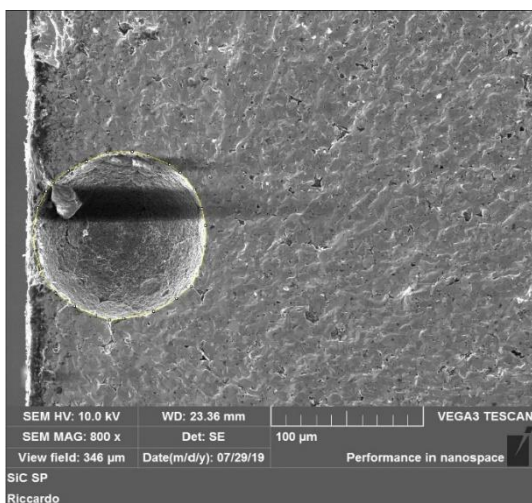
<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	8,38E-09
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	245
<b><math>\alpha</math></b>	0,5
<b><math>K_I</math> [MPa√m]</b>	2,08

SiC SP D = 40 mm t = 1,2 mm del 16-01-19



<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	1,60E-08
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	224
<b><math>\alpha</math></b>	0,65
<b><math>K_I</math> [MPa√m]</b>	2,90

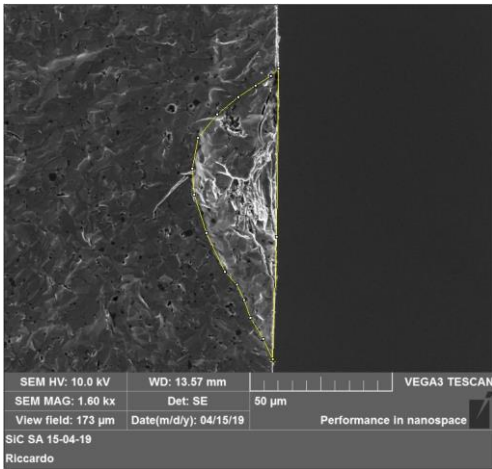
SiC SP D = 40 mm t = 1,2 mm del 17-01-19



<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	8,37E-09
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	242
<b><math>\alpha</math></b>	0,65
<b><math>K_I</math> [MPa√m]</b>	2,67

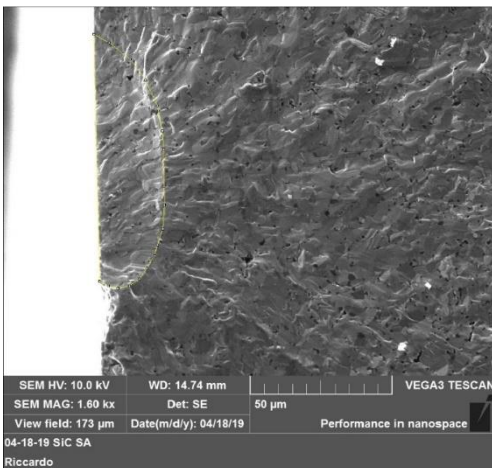
### A.3 Aree difetti Carbuuro di Silicio SA

SiC SA D = 40 mm t = 1,45 mm del 09-10-18



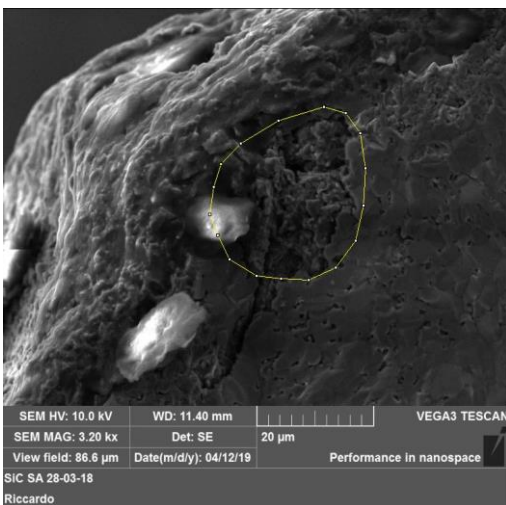
<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	1,85E-09
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	343
<b><math>\alpha</math></b>	0,65
<b>K<sub>I</sub> [MPa√m]</b>	2,59

SiC SA D = 40 mm t = 1,45 mm del 27-11-18



<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	1,43E-09
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	420
<b><math>\alpha</math></b>	0,65
<b>K<sub>I</sub> [MPa√m]</b>	2,98

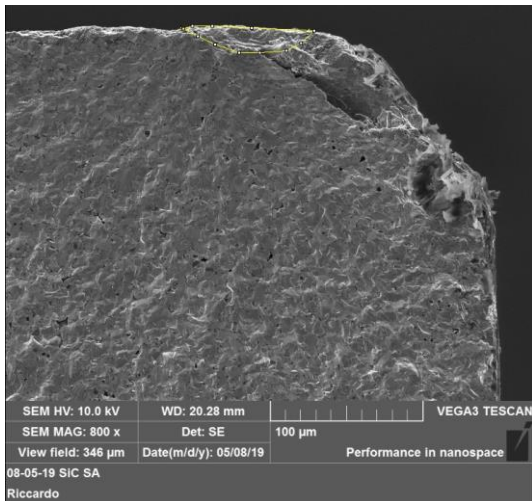
SiC SA D = 40 mm t = 0.8 mm del 12-03-18



<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	2,63E-09
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	350
<b><math>\alpha</math></b>	0,65
<b>K<sub>I</sub> [MPa√m]</b>	2,89

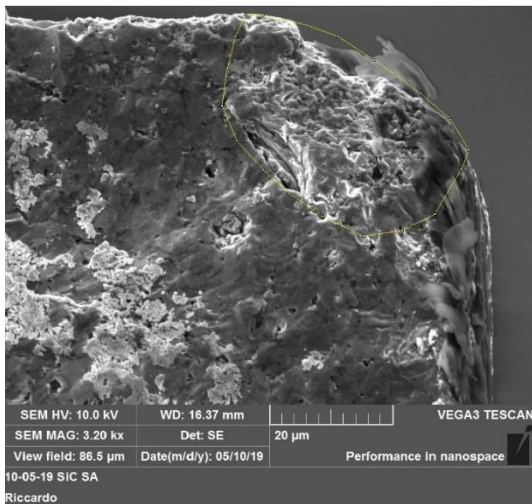


SiC SA D = 40 mm t = 1,3 mm del 29-01-18



<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	2,13E-09
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	394
<b><math>\alpha</math></b>	0,65
<b>K<sub>I</sub> [MPa√m]</b>	3,08

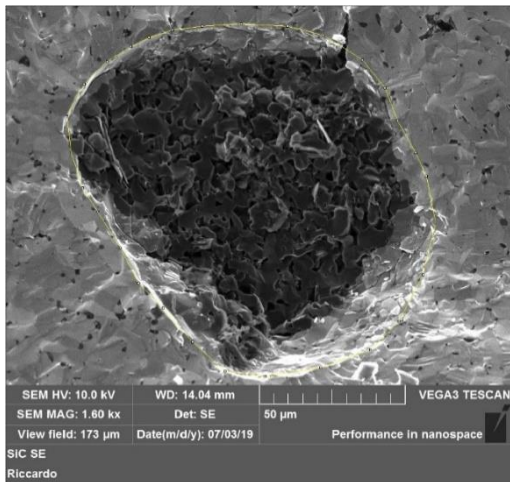
SiC SA D = 40 mm t = 0,5 mm del 19-03-18



<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	9,29E-10
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	392
<b><math>\alpha</math></b>	0,65
<b>K<sub>I</sub> [MPa√m]</b>	2,49

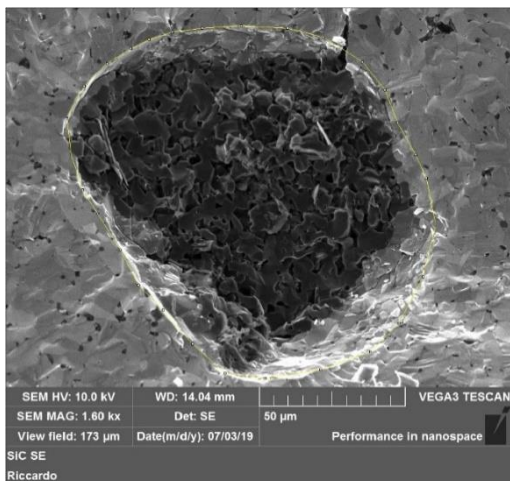
### A. 4 Aree difetti Carburo di Silicio SE

SiC SE D = 40 mm t = 0,5 mm del 29-05-19



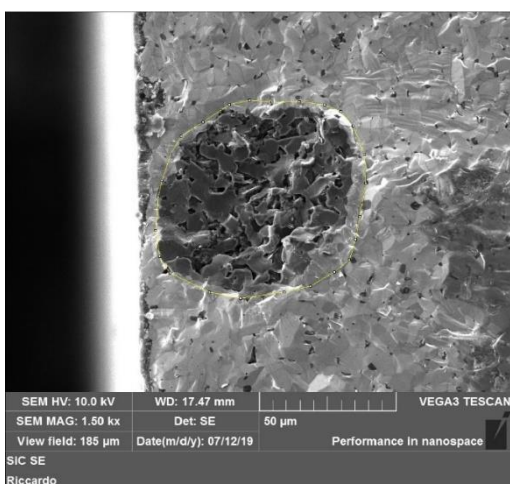
<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	1,12E-08
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	200
<b><math>\alpha</math></b>	0,5
<b><math>K_I</math> [MPa√m]</b>	1,82

SiC SE D = 40 mm t = 0,8 mm del 31-05-19



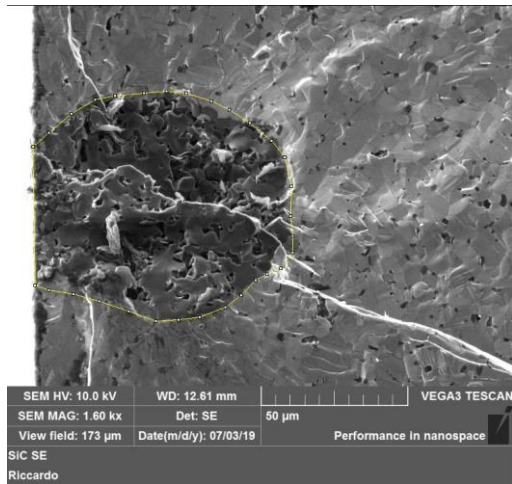
<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	9,94E-09
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	239
<b><math>\alpha</math></b>	0,5
<b><math>K_I</math> [MPa√m]</b>	2,11

SiC SE D = 40 mm t = 0,7 mm del 04-06-19



<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	4,67E-09
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	213
<b><math>\alpha</math></b>	0,536
<b><math>K_I</math> [MPa√m]</b>	1,67

SiC SE D = 40 mm t = 0,6 mm del 20-06-19



<b>Area [m<sup>2</sup>]</b>	5,75E-09
<b><math>\sigma_{rot}</math> [MPa]</b>	290
<b><math>\alpha</math></b>	0,65
<b>K<sub>I</sub> [MPa√m]</b>	2,91



# APPENDICE B

## APDL modello numerico

### B.1 Introduzione

Il modello descrive l'apparato sperimentale per le prove di conducibilità eseguite nel capitolo 3, valutando la distanza del disco dal crogiolo e l'emissività del materiale tramite la macro. Insieme ai dati sperimentali viene generata una soluzione della curva di conducibilità calcolando l'errore quadratico medio attraverso le equazioni descritte nel capitolo di riferimento.

Il medesimo modello descrive poi le prove di rottura dei dichi testati che, grazie alla conoscenza della tensione di rottura è possibile ricavare il campo di temperatura e le tensioni meccaniche presenti nel provino al momento della propagazione della cricca.

### B.2 APDL stima conducibilità termica

```

*create,OptFun,mac,
/PREP7
n=n+1
!*****
! INSERIMENTO DEL FILE CON I DATI SPERIMENTALI
!*****
!Scrivere il numero di righe del file di testo (escludendo quelle di intestazione) ovvero il numero di
righe contenenti numeri
ROW=12
!Scrivere il numero di colonne contenenti numeri
COLUMN=3
!DIM,TSper,ARRAY,ROW,COLUMN,,TCROG,TEMP                                !Definizione
della matrice, nome matrice, tipo, numero righe, numero colonne, numero piani,nome variabili righe,
nome variabili colonne, nome variabili piani
*VREAD,TSper(1,1),TSperimentali,txt,,JIK,COLUMN,ROW,1,1                !Lettura
vettore da file esterno,vettore e punto di partenza,nomefile,estensione,--,lettura del file scandagliando
prima J(colonne) poi I(righe) poi K(piani),N°colonne,N° righe, N°piani,N°righe saltate
(F12.7,4x,F12.7,4x,F12.7)                                             !Formato di testo e disposizione
dei numeri
!*****

LAMBDA MIN=C0-C1*TSper(ROW,COLUMN)+C2*(TSper(ROW,COLUMN))**2
*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND
*VWRITE,'n',n
(A8,9x,F12.7)
*VWRITE,'C0',C0
(A8,9x,F12.7)
*VWRITE,'C1',C1
(A8,9x,F12.7)
*VWRITE,'C2',C2
(A8,9x,F12.7)
*VWRITE,'lamb min',LAMBDA MIN
(A8,9x,F12.7)

```

Appendice B

\*CFCLOS

ET,1,SOLID226,110 !termo-elettrico 12 nodi per circuito principale  
ET,2,SOLID90 !termico 12 nodi per sistema di regolazione  
M27INOX !acciaio inox campana  
M28Cu !Rame elettrodo/cilindro  
M10C\_EDM3 !Graphite crogiolo/piastra/vite  
M33SiC !SiC Hexoloy SA  
FINISH

!+++++

!Emissività della superficie interna della camera (misura del 2012)  
EMISCAMERA=0.73

!+++++

!Posizione di default del disco: 0.005 [m] dal crogiolo(x,y,z=0)  
!Dimensione del dischetto

Diam=0.03 !diametro del disco [m]

Depth=0.001 !spessore del disco [m]

!+++++

!Coordinate in [m] per spostamento del disco dalla posizione di default (Y=0.005m)

XOffset=0

YOffset=-0.0025

ZOffset=0

!+++++

!\*\*\*\*\*

! INSERIMENTO DELLE GEOMETRIE

!\*\*\*\*\*

/AUX15

!Enters the IGES file transfer processor

!opzioni importazione .igs

IOPTN,IGES,SMOOTH

IOPTN,MERGE,YES

IOPTN,SOLID,YES

IOPTN,SMALL,YES

IOPTN,GTOLER,0.00001

!importazione .igs

IGESIN,'crogiolo','igs',''

VPLOT

IGESIN,'cilindro\_rame','igs',''

VPLOT

IGESIN,'cilindro\_rame\_cpy\_1','igs',''

VPLOT

IGESIN,'elettrodo','igs',''

VPLOT

IGESIN,'elettrodo\_cpy\_1','igs',''

VPLOT

IGESIN,'piastra\_v2','igs',''

VPLOT

IGESIN,'campana','igs',''

VPLOT

FINISH

VPLOT

FINISH

!Generazione dei volumi mancanti  
 WPSTYLE,,,,,,,,,1

/PREP7

!Creazione disco  
 WPRO,,-90.000000,  
 WPOFFS,0,0,5+YOffset\*1000  
 CYL4,0,0,Diam\*1000/2,,,,Depth\*1000  
 APLOT  
 WPCSYS,-1

!Creazione della base  
 WPRO,,-90.000000,  
 WPOFFS,0,0,-58+YOffset\*1000  
 CYL4,0,0,50/2,,,,,25  
 APLOT  
 WPCSYS,-1

!Creazione elemento cilindrico centro piastra  
 WPRO,,-90.000000,  
 WPOFFS,0,0,-77  
 CYL4,0,0,55/2,,,,,9  
 APLOT  
 WPCSYS,-1

!Creazione vite altezza cilindro dipende dalla posizione del disco  
 WPRO,,-90.000000,  
 WPOFFS,0,0,-68  
 CYL4,0,0,30/2, , , 10+YOffset\*1000  
 APLOT  
 WPCSYS,-1

ALLSEL,ALL  
 VPLOT

FINISH

!-----  
 !Scala dei volumi creati  
 /PREP7  
 VLSCALE,ALL,,0.001,0.001,0.001,,0,1 !scalare i volumi da [mm]

!a [m]

FINISH

!-----  
 !Unione volumi e compattazione numerazione

/PREP7  
 VGLUE,1,2,3,4,5 !Unione dei volumi del circuito primario  
 VPLOT  
 NUMCMP,VOLU !Comprime la numerazione dei volumi  
 NUMCMP,AREA !Comprime la numerazione delle aree  
 NUMCMP,LINE !Comprime la numerazione delle linee

VGLUE,1,4,5,6 !Unione dei volumi piastra, cilindro sopra  
 !piastra, vite e base della campana  
 VPLOT

Appendice B

NUMCMP,VOLU !Comprime la numerazione dei volumi  
NUMCMP,AREA !Comprime la numerazione delle aree  
NUMCMP,LINE !Comprime la numerazione delle linee  
FINISH

!-----  
!Mesh dei volumi con elementi solidi  
/PREP7

!MESH disco - volume 2  
ESIZE,DEFA  
DESIZE,DEFA  
TYPE,2  
MAT,SiC  
MSHAPE,1,3D  
MSHKEY,0  
VSEL,S,,,2  
ASLV,S  
AESIZE,ALL,0.002  
VMESH,2  
ALLSEL,ALL

!MESH Crogiolo - volume 8  
DIMEL=0.0025 !Dimensione dell'elemento sulla  
!superficie del crogiolo

ANGEL=DIMEL\*360/(ACOS(-1)\*0.018)  
ESIZE,DEFA  
DESIZE,DEFA  
TYPE,1  
MAT,C\_EDM3  
MSHAPE,1,3D  
MSHKEY,0  
DESIZE,1,1,9999,ANGEL,ANGEL,DIMEL,1,1,4,  
VMESH,8

FR=0.60

!MESH della piastra - volume 11  
ESIZE,DEFA  
DESIZE,DEFA  
TYPE,2  
MAT,C\_EDM3  
MSHAPE,1,3D  
MSHKEY,0  
ESIZE,0.020\*FR  
VMESH,11

!MESH base - volume 9  
ESIZE,DEFA  
DESIZE,DEFA  
TYPE,2  
MAT,C\_EDM3  
MSHAPE,1,3D  
MSHKEY,0  
ESIZE,0.020\*FR  
VMESH,9

!MESH vite - volume 3



ESIZE,DEFA  
DESIZE,DEFA  
TYPE,2  
MAT,C\_EDM3  
MSHAPE,1,3D  
MSHKEY,0  
ESIZE,0.020\*FR  
VSWEEP,3

!MESH cilindro sopra piastra - volume 10

ESIZE,DEFA  
DESIZE,DEFA  
TYPE,2  
MAT,C\_EDM3  
MSHAPE,1,3D  
MSHKEY,0  
ESIZE,0.020\*FR  
VMESH,10

!MESH cilindro\_rame - volume 4, 5

ESIZE,DEFA  
DESIZE,DEFA  
TYPE,1  
MAT,Cu  
MSHAPE,1,3D  
MSHKEY,0  
ESIZE,0.012  
VMESH,4,5

!MESH elettrodo - volume 6, 7

ESIZE,DEFA  
DESIZE,DEFA  
TYPE,1  
MAT,Cu  
MSHAPE,1,3D  
MSHKEY,0  
ESIZE,0.008  
VMESH,6,7

!Mesh campana - volume 1

TYPE,2  
MAT,INOX  
MSHAPE,1,3D  
MSHKEY,0  
ESIZE,0.020  
VMESH,1

!imposta la mesh su "free"  
!dimensione elementi

!\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*  
! CONDIZIONI TERMICHE AL CONTORNO  
!\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*

!Condizione iniziale di temperatura per tutti i nodi

ALLSEL,ALL  
TUNIF,20

!temperatura ambiente

!superfici raffreddate

Appendice B

```
!-----  
!Superfici esterne della campana  
ASEL,S,AREA,,36,41,1  
DA,ALL,TEMP,18 !temperatura in uscita dal chiller  
ALLSEL,ALL  
  
!Superfici interne degli elettrodi  
ASEL,S,AREA,,10,11,1  
ASEL,A,AREA,,14,15,1  
DA,ALL,TEMP,18 !temperatura in uscita dal chiller  
ALLSEL,ALL  
  
!Elementi irraggianti  
!-----  
!Elementi irraggianti  
!Superfici interne della campana  
ASEL,S,AREA,,98,103,1  
SFA,ALL,,RDSF,EMISCAMERA,1  
APLOT  
ALLSEL,ALL  
  
!Superfici della piastra  
VSEL,S,VOLU,,11  
ASLV,S  
ASEL,U,AREA,,16 !Deselezionare area comune con cilindro  
SFA,ALL,,RDSF,-C_EDM3,1  
APLOT  
ALLSEL,ALL  
  
!Superfici del cilindro sopra la piastra  
VSEL,S,VOLU,,10  
ASLV,S  
ASEL,U,AREA,,16 !Deselezionare area comune con piastra  
ASEL,U,AREA,,19 !Deselezionare area comune con vite  
SFA,ALL,,RDSF,-C_EDM3,1  
APLOT  
ALLSEL,ALL  
  
!Superfici della vite  
VSEL,S,VOLU,,3  
ASLV,S  
ASEL,U,AREA,,20 !Deselezionare area comune con base  
ASEL,U,AREA,,19 !Deselezionare area comune cilindro  
SFA,ALL,,RDSF,-C_EDM3,1  
APLOT  
ALLSEL,ALL  
  
!Superfici della base  
VSEL,S,VOLU,,9  
ASLV,S  
ASEL,U,AREA,,20 !Deselezionare area comune con vite  
SFA,ALL,,RDSF,-C_EDM3,1  
APLOT  
ALLSEL,ALL  
  
!Superfici del disco  
VSEL,S,VOLU,,2  
ASLV,S
```

```
SFA,ALL,,RDSF,-SiC,1
APLOT
ALLSEL,ALL
```

```
!Superfici del crogiolo
VSEL,S,VOLU,,8
ASLV,S
ASEL,U,AREA,,119           !Deselezionare area comune cilindro rame
ASEL,U,AREA,,110           !Deselezionare area comune cilindro rame
SFA,ALL,,RDSF,-C_EDM3,1
APLOT
ALLSEL,ALL
APLOT
```

```
!Superfici del cilindro in rame
VSEL,S,VOLU,,4,5,1
ASLV,S
ASEL,U,AREA,,119           !Deselezionare area comune crogiolo
ASEL,U,AREA,,110           !Deselezionare area comune crogiolo
ASEL,U,AREA,,114           !Deselezionare area comune elettrodo
ASEL,U,AREA,,123           !Deselezionare area comune elettrodo
ASEL,U,AREA,,107           !Deselezionare area comune elettrodo (circ)
ASEL,U,AREA,,115           !Deselezionare area comune elettrodo (circ)
SFA,ALL,,RDSF,-C_EDM3,1
APLOT
ALLSEL,ALL
APLOT
```

```
!*****
*****
!c: RADIOSITY SOLVER options
!*****
*****
```

```
!c: OPTIONS
```

```
!c: SPACE Temperature definition (open enclosure)
SPCTEMP,1,25               !defines a free-space ambient temperature for radiation using the
Radiosity method [°C], la camera è raffreddata a 50°C
```

```
!c: defining Solution Options
```

```
STEF,5.67e-8               !specifies Stefan-Boltzmann radiation constant [W/(m^2*K^4)]
RADOPT,,0.0001,0,20000,0.1,0.1 !specifies Gauss-Seidel Radiosity Solver options
TOFFST,273.15              !specifies the temperature offset from absolute zero to zero [°C]
```

```
!c: defining View Factor Options
```

```
HEMIOPT,100                !specifies options for Hemicube view factor calculation
VFOPT,OFF                  !specifies options for view factor file
```

```
FINISH                      !exits normally from a processor
```

```
!*****
*****
!c: ELECTRIC boundary conditions
!*****
*****
```

Appendice B

```
/prep7
!tensione
ASEL,S,AREA,,13
DA,ALL,VOLT,0
!area inferiore elettrodo di dx

!corrente
ASEL,S,AREA,,8
NSLA,S,1
CP,1,VOLT,ALL
ni=ndnext(0)
!area inferiore elettrodo di sx

*DIM,CORRENTE,TABLE,(2*ROW+1),1,1,TIME
CORRENTE(1,0)=0
CORRENTE(1,1)=0
K=0
*DO,I,3,(2*ROW+1),2
    K=K+1
    CORRENTE(I,0)=K*3000
    CORRENTE(I-1,0)=K*3000-2999
    CORRENTE(I,1)=TSper(K,1)
    CORRENTE(I-1,1)=TSper(K,1)
*ENDDO
F,ni,AMPS,%CORRENTE%

ALLSEL,ALL
MPTGEN,1,45,0,50
MP,KXX,SiC,C0,-C1,C2

VPLOT

*DO,I,1,ROW,1
    TIME,I*3000
    LSWRITE,I
*ENDDO
SAVE,,,ALL
FINISH

!*****
!*****
!c: START SOLUTION
!*****
!*****

/SOLU

ANTYPE,TRANS
!tipo di analisi

OUTRES,NSOL,ALL
!Controllo dei risultati scritti

SOLCONTROL,ON
and enhanced internal solution algorithms
!optimized nonlinear solution defaults

AUTOTS,ON
!timestepping automatico
```

```

DELTIM,0.05,0.05,500

*GET,Tinizio,ACTIVE,0,TIME,CPU
LSSOLVE,1,ROW,1                                !inizio soluzione per gli step
*GET,Tfine,ACTIVE,0,TIME,CPU
FINISH

/POST1
ALLSEL,ALL
*DIM,TNum,ARRAY,ROW,COLUMN,,CURRENT,TEMP
*DO,I,1,ROW,1
    SET,I,LAST,1                                !Defines the data set to be read from the
results file

    PATH,T_PER,2,6,20                            !Definisce il nome del Path, i punti, le serie di dati
associati al percorso, le divisioni della linea tra 2 punti
    PPATH,1,,XOffset,Depht+0.005+YOffset,ZOffset+Diam/2-0.004                !Fissa il
primo punto del path
    PPATH,2,,XOffset,Depht+0.005+YOffset,ZOffset+Diam/2                !Fissa il secondo punto
del path
    PDEF,T_PER,TEMP                                !Definisce i parametri da associare nel path definito
    PCALC,INTG,INT_T_PER,T_PER,S,0.004**(-1), !Crea una nuovo parametro calcolando
l'integrale della variabile lungo il path e lo moltiplica per 0.004**(-1)
    *GET,TPN,PATH,0,MAX,INT_T_PER                !Ottieni il valore massimo del
path T_INT_PER
    PATH,T_CEN,2,6,20
    PPATH,1,,XOffset,Depht+0.005+YOffset,ZOffset-0.002
    PPATH,2,,XOffset,Depht+0.005+YOffset,ZOffset+0.002
    PDEF,T_CEN,TEMP
    PCALC,INTG,INT_T_CEN,T_CEN,S,0.004**(-1),
    *GET,TCN,PATH,0,MAX,INT_T_CEN
    ALLSEL,ALL
    TNum(I,1)=TSper(I,1)
    TNum(I,2)=TPN
    TNum(I,3)=TCN
*ENDDO

RQ=0
*DO,I,1,ROW,1
    *DO,J,2,COLUMN,1
        RQ=RQ+(Tnum(I,J)-Tsper(I,J))**2
    *ENDDO
*ENDDO

FINISH
*CFOPEN,TNumeriche,txt,,APPEND
*VWRITE,'
(A8)
*VWRITE,'n',n
(A8,9x,F12.7)
*VWRITE,'I[A]','TPN','TCN'
(A8,8x,A8,8x,A8)
*VWRITE,TNum(1,1),TNum(1,2),TNum(1,3)
(F12.7,4x,F12.7,4x,F12.7)
*CFCLOSE
*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND
*VWRITE,'RQ',RQ

```

Appendice B

```
(A8,9x,F12.3)
*VWRITE,'Tempo ','lavoro ','CPU sec',(Tfine-Tinizio)
(A6,A7,A7,F8.2)
*VWRITE,' '
(A8)
*CFCLOS
save
*END

/opt
n=0
opclr
opanl,OptFun,mac
opvar,C0,dv,75,120,0.02      !se la variabile è indipendente (DV) tolleranza pari a (max-
min)*0.01
opvar,C1,dv,0,0.6,0.001
opvar,C2,dv,0,0.0005,0.000002
opvar,LAMBDAMIN,sv,0,120,0.002
opvar,RQ,obj,0,,
OPPRNT,on
opkeep,on
OPLOOP,,IGNORE,ALL

*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND
*VWRITE,'Single L','oop run'
(A8,A8)
*CFCLOS
C0=114.6400000
C1=0.1371978
C2=0.0000590
optype,run
opexe

!*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND
!*VWRITE,'Single L','oop run'
!(A8,A8)
!*CFCLOS
!C0=114.6191000
!C1=0.1321978
!C2=0.0000560
!opexe

!*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND
!*VWRITE,'Single L','oop run'
!(A8,A8)
!*CFCLOS
!C0=114.64000
!C1=0.1359990
!C2=0.0000590
!opexe

*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND
*VWRITE,'FIRST'
(A8)
*CFCLOS
opsave
oplist,all,,1
```

```

OPRESU,,,
OPSEL,-1

opanl,OptFun,mac

opvar,C0,dv,75,120,0.02      !se la variabile è indipendente (DV) tolleranza pari a (max-
min)*0.01
opvar,C1,dv,0,0.6,0.001
opvar,C2,dv,0,0.0005,0.000002
opvar,LAMBDA MIN,sv,0,120,0.002
opvar,RQ,obj,0,,1

OPPRNT,on
opkeep,on
OPLOOP,,IGNORE,ALL
optype,first
OPFRST,,50,
status
opexe
opsave
oplist,all,,,1
opsl,1

plvaropt,C0
plvaropt,C1
plvaropt,RQ
finish

```

### B.3 ADPL calcolo campo di temperatura e di tensione a rottura

```

/PREP7

!Posizione di default del disco: 0.005 [m] dal crogiolo(x,y,z=0)
!Dimensione del disco
Diam=0.04          !Dimensione del disco [m]
Depht=0.0005      !Spessore del disco [m]

!Coordinate in [m] per spostamento del disco dalla posizione di
!default (Y=0.005m)
XOffset=0
YOffset=-0.0025
ZOffset=0

Imax=240          !corrente massima prova

!-----

!Definizione degli elementi
ET,1,SOLID226,110 !Elemento termo-elettrico 12 nodi - per il
                  !circuitto principale
ET,2,SOLID90      !Elemento termico 2 nodi - tutti i
                  !componenti del sistema di regolazione

!Definizione dei materiali presenti
M27INOX           !Acciaio inox campana
M33SiC            !Sic SA 33 Sic SP 34

```

Appendice B

M10C\_EDM3 !Graphite crogiolo/piastra/vite  
M28Cu !Rame elettrodo/cilindro

FINISH

!-----  
!Emissività delle superfici interne della camera, misura del 2012  
EMISCAMERA=0.73

!-----

!Importazione dei file .igs  
/AUX15 !Enters the IGES file transfer processor

!opzioni importazione .igs  
IOPTN,IGES,SMOOTH  
IOPTN,MERGE,YES  
IOPTN,SOLID,YES  
IOPTN,SMALL,YES  
IOPTN,GTOLER,0.00001

!importazione .igs  
IGESIN,'crogiolo','igs',''  
VPLOT  
IGESIN,'cilindro\_rame','igs',''  
VPLOT  
IGESIN,'cilindro\_rame\_cpy\_1','igs',''  
VPLOT  
IGESIN,'elettrodo','igs',''  
VPLOT  
IGESIN,'elettrodo\_cpy\_1','igs',''  
VPLOT  
IGESIN,'piastra\_v2','igs',''  
VPLOT  
IGESIN,'campana','igs',''  
VPLOT  
FINISH

VPLOT  
FINISH

!-----

!Generazione dei volumi mancanti  
WPSTYLE,,,,,,,,,1

/PREP7

!Creazione disco  
WPRO,,-90.000000,  
WPOFFS,0,0,5+YOffset\*1000  
CYL4,0,0,Diam\*1000/2,,,,,Depht\*1000  
APLOT  
WPCSYS,-1

!Creazione della base  
WPRO,,-90.000000,



```
WPOFFS,0,0,-58+YOffset*1000
CYL4,0,0,50/2,,,,,25
APLOT
WPCSYS,-1
```

```
!Creazione elemento cilindrico centro piastra
WPRO,,-90.000000,
WPOFFS,0,0,-77
CYL4,0,0,55/2,,,,,9
APLOT
WPCSYS,-1
```

```
!Creazione vite altezza cilindro dipende dalla posizione del disco
WPRO,,-90.000000,
WPOFFS,0,0,-68
CYL4,0,0,30/2, , , ,10+YOffset*1000
APLOT
WPCSYS,-1
```

```
ALLSEL,ALL
VPLOT
```

```
FINISH
```

```
!-----
!Scala dei volumi creati
/PREP7
VLSCALE,ALL,,,,0.001,0.001,0.001,,0,1      !scalare i volumi da [mm]
!a [m]
```

```
FINISH
```

```
!-----
!Unione volumi e compattazione numerazione

/PREP7
VGLUE,1,2,3,4,5      !Unione dei volumi del circuito primario
VPLOT
NUMCMP,VOLU          !Comprime la numerazione dei volumi
NUMCMP,AREA          !Comprime la numerazione delle aree
NUMCMP,LINE          !Comprime la numerazione delle linee

VGLUE,1,4,5,6      !Unione dei volumi piastra, cilindro sopra
!piastra, vite e base della campana

VPLOT
NUMCMP,VOLU          !Comprime la numerazione dei volumi
NUMCMP,AREA          !Comprime la numerazione delle aree
NUMCMP,LINE          !Comprime la numerazione delle linee
FINISH
```

```
!-----
!Mesh dei volumi con elementi solidi
/PREP7

!MESH disco - volume 2
ESIZE,DEFA
DESIZE,DEFA
TYPE,2
MAT,SiC
```

Appendice B

MSHAPE,1,3D  
MSHKEY,0  
VSEL,S,,,2  
ASLV,S  
AESIZE,ALL,0.002  
VMESH,2  
ALLSEL,ALL

!MESH Crogiolo - volume 8  
DIMEL=0.0025

!Dimensione dell'elemento sulla  
!superficie del crogiolo

ANGEL=DIMEL\*360/(ACOS(-1)\*0.018)  
ESIZE,DEFA  
DESIZE,DEFA  
TYPE,1  
MAT,C\_EDM3  
MSHAPE,1,3D  
MSHKEY,0  
DESIZE,1,1,9999,ANGEL,ANGEL,DIMEL,1,1,4,  
VMESH,8

FR=0.60

!MESH della piastra - volume 11

ESIZE,DEFA  
DESIZE,DEFA  
TYPE,2  
MAT,C\_EDM3  
MSHAPE,1,3D  
MSHKEY,0  
ESIZE,0.020\*FR  
VMESH,11

!MESH base - volume 9

ESIZE,DEFA  
DESIZE,DEFA  
TYPE,2  
MAT,C\_EDM3  
MSHAPE,1,3D  
MSHKEY,0  
ESIZE,0.020\*FR  
VMESH,9

!MESH vite - volume 3

ESIZE,DEFA  
DESIZE,DEFA  
TYPE,2  
MAT,C\_EDM3  
MSHAPE,1,3D  
MSHKEY,0  
ESIZE,0.020\*FR  
VSWEEP,3

!MESH cilindro sopra piastra - volume 10

ESIZE,DEFA  
DESIZE,DEFA  
TYPE,2  
MAT,C\_EDM3

MSHAPE,1,3D  
 MSHKEY,0  
 ESIZE,0.020\*FR  
 VMESH,10

!MESH cilindro\_rame - volume 4, 5  
 ESIZE,DEFA  
 DESIZE,DEFA  
 TYPE,1  
 MAT,Cu  
 MSHAPE,1,3D  
 MSHKEY,0  
 ESIZE,0.012  
 VMESH,4,5

!MESH elettrodo - volume 6, 7  
 ESIZE,DEFA  
 DESIZE,DEFA  
 TYPE,1  
 MAT,Cu  
 MSHAPE,1,3D  
 MSHKEY,0  
 ESIZE,0.008  
 VMESH,6,7

!Mesh campana - volume 1  
 TYPE,2  
 MAT,INOX  
 MSHAPE,1,3D  
 MSHKEY,0  
 ESIZE,0.020  
 VMESH,1

!imposta la mesh su "free"  
 !dimensione elementi

!-----

!Vincoli e carichi

!Condizione iniziale di temperatura per tutti i nodi

ALLSEL,ALL  
 TUNIF,20

!temepratura ambiente

!Superfici raffreddate

!Superfici esterne della campana

ASEL,S,AREA,,36,41,1

DA,ALL,TEMP,18

ALLSEL,ALL

!temperatura in uscita dal chiller

!Superfici interne degli elettrodi

ASEL,S,AREA,,10,11,1

ASEL,A,AREA,,14,15,1

DA,ALL,TEMP,18

ALLSEL,ALL

!temperatura in uscita dal chiller

!Elementi irraggianti

!Superfici interne della campana

ASEL,S,AREA,,98,103,1

SFA,ALL,,RDSF,EMISCAMERA,1

APLOT

Appendice B

ALLSEL,ALL

!Superfici della piastra  
VSEL,S,VOLU,,11  
ASLV,S  
ASEL,U,AREA,,16  
SFA,ALL,,RDSF,-C\_EDM3,1  
APLOT  
ALLSEL,ALL

!Deselezionare area comune con cilindro

!Superfici del cilindro sopra la piastra  
VSEL,S,VOLU,,10  
ASLV,S  
ASEL,U,AREA,,16  
ASEL,U,AREA,,19  
SFA,ALL,,RDSF,-C\_EDM3,1  
APLOT  
ALLSEL,ALL

!Deselezionare area comune con piastra

!Deselezionare area comune con vite

!Superfici della vite  
VSEL,S,VOLU,,3  
ASLV,S  
ASEL,U,AREA,,20  
ASEL,U,AREA,,19  
SFA,ALL,,RDSF,-C\_EDM3,1  
APLOT  
ALLSEL,ALL

!Deselezionare area comune con base

!Deselezionare area comune cilindro

!Superfici della base  
VSEL,S,VOLU,,9  
ASLV,S  
ASEL,U,AREA,,20  
SFA,ALL,,RDSF,-C\_EDM3,1  
APLOT  
ALLSEL,ALL

!Deselezionare area comune con vite

!Superfici del disco  
VSEL,S,VOLU,,2  
ASLV,S  
SFA,ALL,,RDSF,-SiC,1  
APLOT  
ALLSEL,ALL

!Superfici del crogiolo  
VSEL,S,VOLU,,8  
ASLV,S  
ASEL,U,AREA,,119  
ASEL,U,AREA,,110  
SFA,ALL,,RDSF,-C\_EDM3,1  
APLOT  
ALLSEL,ALL  
APLOT

!Deselezionare area comune cilindro rame

!Deselezionare area comune cilindro rame

!Superfici del cilindro in rame  
VSEL,S,VOLU,,4,5,1  
ASLV,S  
ASEL,U,AREA,,119  
ASEL,U,AREA,,110

!Deselezionare area comune crogiolo

!Deselezionare area comune crogiolo

```

ASEL,U,AREA,,114           !Deselezionare area comune elettrodo
ASEL,U,AREA,,123           !Deselezionare area comune elettrodo
ASEL,U,AREA,,107           !Deselezionare area comune elettrodo (circ)
ASEL,U,AREA,,115           ! Deselezionare area comune elettrodo (circ)
SFA,ALL,,RDSF,-C_EDM3,1
APLOT
ALLSEL,ALL
APLOT

!Tensione e corrente
!Tensione
ASEL,S,AREA,,13           !area inferiore elettrodo di dx
DA,ALL,VOLT,0

!Start - Corrente
ASEL,S,AREA,,8           !area inferiore elettrodo di sx
NSLA,S,1
CP,1,VOLT,ALL
ni=ndnext(0)
F,ni,AMPS,Imax
!Finish - corrente

ALLSEL,ALL

!-----

!Opzioni

!SPACE Temperature definition (open enclosure)
SPCTEMP,1,25           !defines a free-space ambient
temperature for radiation using the           !Radiosity method
[°C]

!defining solution options
STEF,5.67e-8           !Definizione costante Stefan-Boltzmann [W/(m^2*K^4)]
RADOPT,,0.0001,0,20000,0.1,0.1           !Opzione Gauss-Seidel Radiosity Solver
TOFFST,273.15           !Offset di temperatura tra Celsius e Kelvin

!Definire opzioni view factor
HEMIOPT,100           !Opzioni per Hemicube view factor calculation
VFOPT,OFF           !Opzioni creazione .vf file

FINISH
!-----

!Solutore
/SOLU
SOLCONTROL,ON           !optimized nonlinear solution defaults e
!enhanced internal solution algorithms
ANTYPE,TRANS           !Tipo di analisi
AUTOTS,ON           !Time stepping automatico
KBC,1           !Carico a step o rampa nello step
DELTIM,0.0001,0.00005,10           !Time step per il singolo load step
OUTRES,NSOL,ALL           !Controllo dei risultati scritti nel
database
TIME,200           !Tempo del load step
SOLVE           !Inizio della soluzione

```

*Appendice B*

SAVE,,,,ALL  
FINISH

!Salvataggio di tutte le informazioni

# APPENDICE C

## Macro dei materiali

### C.1 Introduzione

I modelli numerici sviluppati necessitano delle proprietà principali dei materiali che compongono l'apparato sperimentale, sia per quanto riguarda il modello FEM per il calcolo della conducibilità che per quello relativo alle tensioni di rottura. Le proprietà assegnate ai materiali, che siano quelle stimate attraverso il modello numerico o meno, vengono riassunte all'interno delle *macro*, dei file di tipo txt che contengono i dati relativi alle varie proprietà del materiale in esame. Vengono qui riportate le macro dei materiali utilizzati all'interno degli APDL del capitolo 3 e del capitolo 4 del lavoro di tesi.

### C.2 Macro Acciaio AISI 304

```
!*****
!Stainless Steel AISI 304

!*****
!create by
!Nicola Baccini
!University of Padova
!Phone: +39 3289455733
!e-mail: nicola.baccini@yahoo.it
!*****
!
!Ver. 1.0 - 21 Sept 2009
!*****

!PREP7

INOX=27          !material number in the ANSYS library

!*****
!ELECTRICAL RESISTIVITY
!Composition: 73.9 Fe, 18 Cr, 8 Ni, 0.1 C (wt%)
!Note: Allegheny Ludlum Corp.
!Reference: Allegheny Ludlum Corp., product data sheet and A.F. Clark, G.E. Childs
!           and G.H. Wallace, Cryogenics, v10, p295 (1970)
!*****

!Temperature table [°C]
MPTEMP          !erase previous table
MPTEMP,        1,    0,    100,   200,
MPTEMP,        4,    300,  400,   500,
MPTEMP,        7,    600,  700,   800,
```

Appendice C

MPTEMP, 10, 900,

!Electrical resistivity table [ohm m]

MPDATA,RSVX,INOX,	1,	7.0073E-07,	7.7612E-07,	8.4801E-07,
MPDATA,RSVX,INOX,	4,	9.1640E-07,	9.8129E-07,	1.0427E-06,
MPDATA,RSVX,INOX,	7,	1.1006E-06,	1.1549E-06,	1.2058E-06,
MPDATA,RSVX,INOX,	10,	1.2531E-06,		

!\*\*\*\*\*

!THERMAL CONDUCTIVITY

!Composition: 73.9 Fe, 18 Cr, 8 Ni, 0.1 C (wt%)

!Note: 10% error below 100K, 5% at 300-800K, 10% above 1400K; Allegheny Ludlum Corp.

!Reference: Thermophysical Properties of Matter, v1, Y.S. Touloukian, R.W. Powell,

! C.Y. Ho & P.G. Klemens, 1970, IFI/Plenum, NY, NY

!\*\*\*\*\*

!Temperature table [°C]

MPTEMP !erase previous table

MPTEMP,	1,	0,	100,	200,
MPTEMP,	4,	300,	400,	500,
MPTEMP,	7,	600,	700,	800,
MPTEMP,	10,	900,	1000,	1100,
MPTEMP,	13,	1200,	1300,	

!Thermal conductivity table [W/m°C]

MPDATA,KXX,INOX,	1,	1.4735E+01,	1.6489E+01,	1.7968E+01,
MPDATA,KXX,INOX,	4,	1.9412E+01,	2.0827E+01,	2.2220E+01,
MPDATA,KXX,INOX,	7,	2.3597E+01,	2.4965E+01,	2.6331E+01,
MPDATA,KXX,INOX,	10,	2.7701E+01,	2.9080E+01,	3.0477E+01,
MPDATA,KXX,INOX,	13,	3.1897E+01,	3.3347E+01,	

!\*\*\*\*\*

!HEMISPHERICAL TOTAL EMISSIVITY

!Composition: 73.9 Fe, 18 Cr, 8 Ni, 0.1 C (wt%)

!Reference: C.R. Roger, S.H. Yen and K.G. Ramanathen, J Optical Soc of Amer., vol 10, p1384 (1979)

!\*\*\*\*\*

!Temperature table [°C]

MPTEMP !erase previous table

MPTEMP,	1,	70,	100,	200,
MPTEMP,	4,	300,	400,	500,
MPTEMP,	7,	600,	700,	800,

!Emissivity table

MPDATA,EMIS,INOX,	1,	1.0500E-01,	1.1001E-01,	1.2589E-01,
MPDATA,EMIS,INOX,	4,	1.4049E-01,	1.5380E-01,	1.6582E-01,



MPDATA,EMIS,INOX, 7, 1.7656E-01, 1.8602E-01, 1.9420E-01,

!\*\*\*\*\*

!DENSITY  
 !Composition: 73.9 Fe, 18 Cr, 8 Ni, 0.1 C (wt%)  
 !Note: Allegheny Ludlum Corp  
 !Reference: calculated from the linear expansion

!\*\*\*\*\*

!Temperature table [°C]  
 MPTEMP !erase previous table  
 MPTEMP, 1, 0, 100, 200,  
 MPTEMP, 4, 300, 400, 500,  
 MPTEMP, 7, 600, 700, 800,  
 MPTEMP, 10, 900, 1000, 1100,

!Density table [Kg/m^3]  
 MPDATA,DENS,INOX, 1, 7.8667E+03, 7.8310E+03, 7.7923E+03,  
 MPDATA,DENS,INOX, 4, 7.7509E+03, 7.7075E+03, 7.6624E+03,  
 MPDATA,DENS,INOX, 7, 7.6161E+03, 7.5690E+03, 7.5215E+03,  
 MPDATA,DENS,INOX, 10, 7.4742E+03, 7.4275E+03, 7.3817E+03,

!\*\*\*\*\*

!SPECIFIC HEAT  
 !Composition: 73.9 Fe, 18 Cr, 8 Ni, 0.1 C (wt%)  
 !Note: mill annealed; below 300K 5% error; data above 300K was multiplied by 1.5  
 ! to match the low temperature data; Allegheny Ludlum Corp.  
 !Reference: below 300K: NIST Cryogenic Technologies Group, Bolder CO; above 300K:  
 ! Venturi, R. and Seibel, R.D., DRI Rept. 1023, p1-31, 1959

!\*\*\*\*\*

!Temperature table [°C]  
 MPTEMP, 1, 0, 100, 200,  
 MPTEMP, 4, 300, 400, 500,  
 MPTEMP, 7, 600, 700, 800,  
 MPTEMP, 10, 900, 1000,

!Specific Heat table  
 MPDATA,C,INOX, 1, 4.6781E+02, 4.7751E+02, 4.8851E+02,  
 MPDATA,C,INOX, 4, 5.0226E+02, 5.1822E+02, 5.3586E+02,  
 MPDATA,C,INOX, 7, 5.5466E+02, 5.7407E+02, 5.9357E+02,  
 MPDATA,C,INOX, 10, 6.1262E+02, 6.3070E+02,

!\*\*\*\*\*

!COEFFICIENT OF THERMAL EXPANSION  
 !Composition: 73.9 Fe, 18 Cr, 8 Ni, 0.1 C (wt%)

Appendice C

!Note: this data is representative of well annealed stainless steels; 301, 302, 304,  
! 316, 321, 347, 18Cr-10Ni austenite; 7% error; Allegheny Ludlum Corp.  
!Reference: Thermophysical Properties of Matter, v12, Y.S. Touloukian, R.K. Kirby,  
! R.E. Taylor & P.D. Desai, 1975, IFI/Plenum, NY, NY  
!\*\*\*\*\*

!Temperature table [°C]  
MPTEMP !erase previous table  
MPTEMP, 1, 0, 100, 200,  
MPTEMP, 4, 300, 400, 500,  
MPTEMP, 7, 600, 700, 800,  
MPTEMP, 10, 900, 1000, 1100,

!Coefficient of thermal expansion table  
MPDATA,ALPX,INOX, 1, 1.4436E-05, 1.5916E-05, 1.7210E-05,  
MPDATA,ALPX,INOX, 4, 1.8323E-05, 1.9259E-05, 2.0019E-05,  
MPDATA,ALPX,INOX, 7, 2.0610E-05, 2.1033E-05, 2.1293E-05,  
MPDATA,ALPX,INOX, 10, 2.1394E-05, 2.1400E-05, 2.1400E-05,

!\*\*\*\*\*  
!ELASTIC MODULUS  
!Composition: 73.9 Fe, 18 Cr, 8 Ni, 0.1 C (wt%)  
!Note: dynamic method; Allegheny Ludlum Corp.  
!Reference: above 295K: S.S. Lee, U-S. Min, B. Ahn and S.H. Yoo, J. Materials Science, v33, p687  
(1998)  
! below 295K: H.M. Ledbetter, J. of Applied Physics, vol 52 no. 3, March (1981);

!\*\*\*\*\*  
!Temperature table [°C]  
MPTEMP !erase previous table  
MPTEMP, 1, 0, 100, 200,  
MPTEMP, 4, 300, 400, 500,  
MPTEMP, 7, 600, 700, 800,  
MPTEMP, 10, 900,

!Elastic modulus table  
MPDATA,EX,INOX, 1, 1.9984E+11, 1.9098E+11, 1.8205E+11,  
MPDATA,EX,INOX, 4, 1.7313E+11, 1.6420E+11, 1.5528E+11,  
MPDATA,EX,INOX, 7, 1.4635E+11, 1.3743E+11, 1.2850E+11,  
MPDATA,EX,INOX, 10, 1.1959E+11,

!\*\*\*\*\*  
!POISSON'S RATIO  
!Composition: 73.9 Fe, 18 Cr, 8 Ni, 0.1 C (wt%)  
!Note: calculated from E and G; errors may be large; Allegheny Ludlum Corp.  
!Reference: see E and G

!\*\*\*\*\*

```
!Temperature table [°C]
MPTEMP      !erase previous table
MPTEMP,    1,    0,    100,    200,
MPTEMP,    4,    300,    400,    500,
MPTEMP,    7,    600,    700,    800,
MPTEMP,   10,    900,
```

```
! Poisson's ratio table
MPDATA,PRXY,INOX,    1,    2.8834E-01,    2.9593E-01,    3.0416E-01,
MPDATA,PRXY,INOX,    4,    3.1238E-01,    3.2061E-01,    3.2883E-01,
MPDATA,PRXY,INOX,    7,    3.3705E-01,    3.4528E-01,    3.5350E-01,
MPDATA,PRXY,INOX,   10,    3.6171E-01,
```

### C.3 Macro grafite POCO EDM-3®

```
!EDM-3 graphite
!Composition: isotropic ultrafine grain graphite
!
!-----
!
!Version 2.2 (Mar. 2018) by
!Dott. Matteo Sturaro
!Istituto Nazionale di Fisica Nucleare
!Laboratori di Legnaro
!Viale dell'Universita' n. 2; 35020 Legnaro (PD) - Italy
!e-mail: matteo.sturaro@lnl.infn.it
!
!-----
```

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

```
!-----
!ELECTRICAL RESISTIVITY
!
!NOTE 1 - Data are taken from:
!Properties and Characteristics of Graphite for the EDM Industry, Poco Graphite, Decatur, 2002.
!Data extrapolated from EDM-3 and adapted for the correct density value
!
!NOTE 2 - The S.I. system of units is used.
!-----
```

```
!Temperature table [°C]
MPTEMP ! erase previous table
MPTEMP,    1,    20,    250,    500,
MPTEMP,    4,    750,    1000,    1250,
MPTEMP,    7,    1500,    1750,    2000,
```

MPTEMP, 10, 2250,

!Electrical resistivity table [ohm m]

MPDATA,RSVX , C\_EDM3 , 1, 1.633E-05, 1.116E-05, 9.924E-06,  
 MPDATA,RSVX , C\_EDM3 , 4, 9.521E-06, 9.648E-06, 1.006E-05,  
 MPDATA,RSVX , C\_EDM3 , 7, 1.053E-05, 1.106E-05, 1.171E-05,  
 MPDATA,RSVX , C\_EDM3 , 10, 1.212E-05,

!-----

!THERMAL DIFFUSIVITY

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

!Matteo Sturaro's measurements @CERN (February 2017), Laser Flash method

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

!

!-----

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP, 1, 25, 50, 100,  
 MPTEMP, 4, 200, 300, 400,  
 MPTEMP, 7, 600, 800, 1000,  
 MPTEMP, 10, 1200, 1400, 1600,  
 MPTEMP, 13, 1800, 1900,

!Thermal diffusivity table [W/m°C]

MPDATA,KXX , C\_EDM3 , 1, 5.966E-05, 5.452E-05, 4.611E-05,  
 MPDATA,KXX , C\_EDM3 , 4, 3.482E-05, 2.832E-05, 2.422E-05,  
 MPDATA,KXX , C\_EDM3 , 7, 1.937E-05, 1.642E-05, 1.427E-05,  
 MPDATA,KXX , C\_EDM3 , 10, 1.288E-05, 1.170E-05, 1.084E-05,  
 MPDATA,KXX , C\_EDM3 , 13, 1.015E-05, 9.870E-06,

!-----

!THERMAL CONDUCTIVITY

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

!Matteo Sturaro's measurements @CERN (February 2017), Laser Flash method

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

!

!-----

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP, 1, 25, 50, 100,  
 MPTEMP, 4, 200, 300, 400,  
 MPTEMP, 7, 600, 800, 1000,  
 MPTEMP, 10, 1200, 1400, 1600,  
 MPTEMP, 13, 1800, 1900,

!Thermal conductivity table [W/m°C]

MPDATA,KXX , C_EDM3	, 1,	72.96,	72.33,	70.69,
MPDATA,KXX , C_EDM3	, 4,	67.97,	64.53,	61.78,
MPDATA,KXX , C_EDM3	, 7,	56.45,	51.66,	47.50,
MPDATA,KXX , C_EDM3	, 10,	44.23,	41.09,	39.02,
MPDATA,KXX , C_EDM3	, 13,	36.84,	35.99,	

!-----

!EMISSIVITY (hemispherical total emittance)

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

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

!

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

!

!-----

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP,	1,	1426.85,	1526.85,	1626.85,
MPTEMP,	4,	1726.85,	1826.85,	1926.85,
MPTEMP,	7,	2026.85,	2126.85,	2226.85,
MPTEMP,	10,	2326.85,	2426.85,	2526.85,
MPTEMP,	13,	2626.85,		

!Emissivity table [-]

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

!-----

!DENSITY

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

!Matteo Sturaro's measurements @CERN (February 2017)

!

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

!-----

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP, 1, 20,

!Density table [kg/m^3]

MPDATA,DENS , C\_EDM3 , 1, 1720,

!-----

!SPECIFIC HEAT

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

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

!

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

!-----

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP,	1,	25.1,	128.0,	224.8,
MPTEMP,	4,	327.2,	423.5,	525.6,
MPTEMP,	7,	627.5,	729.3,	825.1,
MPTEMP,	10,	926.8,	1028.4,	1130.0,
MPTEMP,	13,	1225.6,	1327.2,	1428.7,
MPTEMP,	16,	1530.2,	1631.7,	1727.2,
MPTEMP,	19,	1828.7,	1930.2,	2031.6,
MPTEMP,	22,	2133.1,	2228.6,	2330.0,
MPTEMP,	25,	2431.5,	2527.0,	2628.4,
MPTEMP,	28,	2729.9,		

!Specific heat table [J/kg°C]

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

!-----

!COEFFICIENT OF THERMAL EXPANSION

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

!Matteo Sturaro's measurements @CERN (February 2017)

!

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

!-----

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP,	1,	40,	100,	200,
MPTEMP,	4,	400,	600,	800,
MPTEMP,	7,	1000,	1200,	1400,
MPTEMP,	10,	1600,	1800,	1928,

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

MPDATA,ALPX , C_EDM3	, 1,	6.80E-06,	6.86E-06,	6.94E-06,
MPDATA,ALPX , C_EDM3	, 4,	7.13E-06,	7.32E-06,	7.51E-06,
MPDATA,ALPX , C_EDM3	, 7,	7.69E-06,	7.88E-06,	8.05E-06,
MPDATA,ALPX , C_EDM3	, 10,	8.23E-06,	8.39E-06,	8.50E-06,

!-----

!ELASTIC MODULUS

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

!Matteo Sturaro's measurements @CERN (February 2017), Impact Excitation Technique

!

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

!-----

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP, 1, 20.,

!Elastic modulus [Pa]

MPDATA,EX , C\_EDM3 , 1, 1.20E+10,

!-----

!POISSON'S RATIO

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

!Matteo Sturaro's measurements @CERN (February 2017), Impact Excitation Tecnique

!

!-----

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP, 1, 20.,

!Poisson's ratio [-]

MPDATA,PRXY , C\_EDM3 , 1, 2.5E-01,

## C.4 Macro rame

!-----

!Copper

!Composition: purity 99.9% or higher

!-----

!Version 1.0 (Mar 08) by

!Ing. Mattia Manzolaro

!Istituto Nazionale di Fisica Nucleare

!Laboratori di Legnaro

!Viale dell'Universita' n. 2; 35020 Legnaro (PD) - Italy

!Phone: +39 049 8068423

!fax: +39 049 641925

!e-mail: Mattia.Manzolaro@lnl.infn.it

!-----

!

!Ver. 1.0 - 01 Apr 08

!-----

/prep7

Cu=28 !Material number in the ANSYS library

!-----

!ELECTRICAL RESISTIVITY

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

Appendice C

!R.A. Matula, J. Phys. Chem. Ref. Data, vol 8, no. 4, p 1147 (1979).

!

!NOTE 3 - the S.I. system of units is used.

!-----

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP,	1,	0.,	100.,	200.,
MPTEMP,	4,	300.,	400.,	500.,
MPTEMP,	7,	600.,	700.,	800.,
MPTEMP,	10,	900.,	1000.,	1085.,

!Electrical resistivity table [ohm m]

MPDATA,RSVX , Cu	, 1,	1.5327E-08,	2.2139E-08,	2.9003E-08,
MPDATA,RSVX , Cu	, 4,	3.5980E-08,	4.3132E-08,	5.0520E-08,
MPDATA,RSVX , Cu	, 7,	5.8206E-08,	6.6251E-08,	7.4717E-08,
MPDATA,RSVX , Cu	, 10,	8.3666E-08,	9.3160E-08,	1.0169E-07,

!-----

!THERMAL CONDUCTIVITY

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

!Thermophysical Properties of Matter, v1, Y.S. Touloukian, R.W. Powell,

!C.Y. Ho & P.G. Klemens, 1970, IFI/Plenum, NY, NY.

!

!NOTE 2 - thermal conductivity is strongly dependent on impurities.

!

!NOTE 3 - error is 3% near RT, 3-5% at others.

!

!NOTE 4 - the S.I. system of units is used.

!-----

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP,	1,	0.,	100.,	200.,
MPTEMP,	4,	300.,	400.,	500.,
MPTEMP,	7,	600.,	700.,	800.,
MPTEMP,	10,	900.,	1000.,	1083.,

!Thermal conductivity table [W/m°C]

MPDATA,KXX , Cu	, 1,	4.0253E+02,	3.9389E+02,	3.8911E+02,
MPDATA,KXX , Cu	, 4,	3.8393E+02,	3.7835E+02,	3.7237E+02,
MPDATA,KXX , Cu	, 7,	3.6598E+02,	3.5920E+02,	3.5201E+02,
MPDATA,KXX , Cu	, 10,	3.4442E+02,	3.3643E+02,	3.2950E+02,

!-----

!EMISSIVITY (hemispherical total emissivity)

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

!Thermophysical Properties of Matter, v7, Y.S. Touloukian & D.P. DeWitt,

!1970, IFI/Plenum, NY, NY.

!

!NOTE 2 - polished.

!-----

!Temperature table [°C]



MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP,	1,	0,	100,	200,
MPTEMP,	4,	300,	400,	500,
MPTEMP,	7,	600,	700,	800,
MPTEMP,	10,	900,		

!Emissivity table [-]

MPDATA,EMIS , Cu	, 1,	2.9484E-02,	3.0726E-02,	3.1491E-02,
MPDATA,EMIS , Cu	, 4,	3.2118E-02,	3.2949E-02,	3.4322E-02,
MPDATA,EMIS , Cu	, 7,	3.6578E-02,	4.0057E-02,	4.5099E-02,
MPDATA,EMIS , Cu	, 10,	5.2044E-02,		

!-----

!DENSITY

!

!NOTE 1 - Data are calculated from the linear expansion.

!

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

!-----

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP,	1,	0.,	100.,	200.,
MPTEMP,	4,	300.,	400.,	500.,
MPTEMP,	7,	600.,	700.,	800.,
MPTEMP,	10,	900.,	1000.,	

!Density table [kg/m<sup>3</sup>]

MPDATA,DENS , Cu	, 1,	8.9659E+03,	8.9226E+03,	8.8768E+03,
MPDATA,DENS , Cu	, 4,	8.8288E+03,	8.7787E+03,	8.7265E+03,
MPDATA,DENS , Cu	, 7,	8.6723E+03,	8.6163E+03,	8.5586E+03,
MPDATA,DENS , Cu	, 10,	8.4991E+03,	8.4382E+03,	

!-----

!SPECIFIC HEAT

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

!G.K. White and S.J. Collocott, J. Phys. Chem. Ref. Data, vol 13, no 4, p1251 (1984)

!

!NOTE 2 - error less than 2%

!

!NOTE 3 - the S.I. system of units is used.

!-----

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP,	1,	0.,	100.,	200.,
MPTEMP,	4,	300.,	400.,	500.,
MPTEMP,	7,	600.,	700.,	800.,
MPTEMP,	10,	900.,	1000.,	1027.,

!Specific heat table [J/kg°C]

MPDATA,C , Cu	, 1,	3.7967E+02,	3.9238E+02,	4.0332E+02,
MPDATA,C , Cu	, 4,	4.1285E+02,	4.2123E+02,	4.2899E+02,
MPDATA,C , Cu	, 7,	4.3691E+02,	4.4607E+02,	4.5781E+02,
MPDATA,C , Cu	, 10,	4.7376E+02,	4.9580E+02,	5.0303E+02,

```

!-----
!COEFFICIENT OF THERMAL EXPANSION
!
!NOTE 1 - Data are taken from:
!Thermophysical Properties of Matter, v12, Y.S. Touloukian, R.K. Kirby,
!R.E. Taylor & P.D. Desai, 1975, IFI/Plenum, NY, NY.
!
!NOTE 2 - 3% error.
!
!NOTE 3 - the S.I. system of units is used.
!-----

```

```

!Temperature table [°C]
MPTEMP ! erase previous table
MPTEMP, 1, 0., 100., 200.,
MPTEMP, 4, 300., 400., 500.,
MPTEMP, 7, 600., 700., 800.,
MPTEMP, 10, 900., 1000., 1027.,

```

```

!Secant coefficient of thermal expansion [1/°C]
MPDATA,ALPX , Cu , 1, 1.6312E-05, 1.7368E-05, 1.8131E-05,
MPDATA,ALPX , Cu , 4, 1.8737E-05, 1.9283E-05, 2.0036E-05,
MPDATA,ALPX , Cu , 7, 2.1019E-05, 2.2150E-05, 2.3343E-05,
MPDATA,ALPX , Cu , 10, 2.4515E-05, 2.5582E-05, 2.5840E-05,

```

```

!-----
!ELASTIC MODULUS
!
!NOTE 1 - Data are taken from:
!N.J. Simon, E.S. Drexler, R.P. Reed, NIST Monograph 177, Properties
!of Copper and Copper Alloys at Cryogenic Temperatures (1992).
!
!NOTE 2 - annealed; 2% error.
!
!NOTE 2 - the S.I. system of units is used.
!-----

```

```

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

!Elastic modulus [Pa]
MPDATA,EX , Cu , 1, 1.2632E+11,

```

```

!-----
!POISSON'S RATIO
!
!NOTE 1 - Data are taken from:
!calculated from Elastic modulus and Shear modulus: errors may be large.
!
!-----

```

```

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

```

!Poisson's ratio [-]  
MPDATA,PRXY , Cu , 1, 3.3507E-01,

## C.5 Macro Carburo di Silicio SA

```

!-----
!SiC Silicon Carbide Hexoloy SA
!-----
!
!Ver. 1.0 - 26.09.17
!-----

/prep7

SiC=33      !Material number in the ANSYS library
MPDELE,all,SiC

!-----
!ELECTRICAL RESISTIVITY
!
!NOTE 1 - Data are taken from:
!R.E. Taylor, F.E. Davis and R.W. Powell, High Temperatures-High Pressures, v1,
!p663 (1969).
!
!NOTE 2 - values over 2126.9°C are calculated by linear extrapolation.
!
!NOTE 3 - 5% error; National Carbon Co.
!
!NOTE 4 - the S.I. system of units is used.

!-----

!Temperature table [°C]
MPTEMP ! erase previous table
MPTEMP, 1, 727., 800., 900.,
MPTEMP, 4, 1000., 1100., 1200.,
MPTEMP, 7, 1300., 1400., 1500.,
MPTEMP, 10, 1600., 1700., 1800.,
MPTEMP, 13, 1900., 2000., 2100.,
MPTEMP, 16, 2126., 2200., 2300.,
MPTEMP, 19, 2400.,

!Electrical resistivity table [ohm m]
MPDATA,RSVX , EMISSCROG , 1, 6.6151E-06, 6.7224E-06, 6.8702E-06,
MPDATA,RSVX , EMISSCROG , 4, 7.0193E-06, 7.1698E-06, 7.3215E-06,
MPDATA,RSVX , EMISSCROG , 7, 7.4746E-06, 7.6290E-06, 7.7847E-06,
MPDATA,RSVX , EMISSCROG , 10, 7.9417E-06, 8.1001E-06, 8.2598E-06,
MPDATA,RSVX , EMISSCROG , 13, 8.4208E-06, 8.5831E-06, 8.7468E-06,
MPDATA,RSVX , EMISSCROG , 16, 8.7909E-06, 8.9105E-06, 9.0742E-06,
MPDATA,RSVX , EMISSCROG , 19, 9.2379E-06,

!-----
!THERMAL CONDUCTIVITY

```

Appendice C

!  
!NOTE 1 - Data are taken from:  
!R.G. Munro, Material Properties of a Sintered alfa-SiC  
!American Institute of Physics and American Chemical Society  
!J. Phys. Chem. Ref. Data, Vol.26, No.5, (1997)  
!  
!NOTE 2 - 8% error.  
!  
!NOTE 3 - the S.I. system of units is used.  
!  
!-----

!Temperature table [°C]  
MPTEMP ! erase previous table  
MPTEMP, 1, 20., 500., 1000.,  
MPTEMP, 4, 1200., 1400., 1500.,

!Thermal conductivity table [W/m°C]  
MPDATA,KXX , SiC , 1, 11.4E+01, 5.51E+01, 3.57E+01,  
MPDATA,KXX , SiC , 4, 3.13E+01, 2.78E+01, 2.63E+01,

!-----  
!EMISSIVITY (hemispherical total emissivity)  
!  
!NOTE 1 - Data are taken from:  
!Matteo Sturaro measurements (Sept. 2017).  
!  
!NOTE 2 - SiC as fired (unpolished)  
!  
!-----

!Temperature table [°C]  
MPTEMP ! erase previous table  
MPTEMP, 1, 600, 750, 1300,  
MPTEMP, 4, 1500,

!Emissivity table [-]  
MPDATA,EMIS , SiC , 1, 0.66, 0.72, 0.73,  
MPDATA,EMIS , SiC , 4, 0.73,

!-----  
!DENSITY  
!  
!NOTE 1 - Data are taken from:  
!R.G. Munro, Material Properties of a Sintered alfa-SiC  
!American Institute of Physics and American Chemical Society  
!J. Phys. Chem. Ref. Data, Vol.26, No.5, (1997)  
!  
!NOTE 2 - 1% error.  
!  
!NOTE 3 - the S.I. system of units is used.  
!-----

!Temperature table [°C]  
MPTEMP ! erase previous table  
MPTEMP, 1, 20., 500., 1000.,

MPTEMP, 4, 1200., 1400., 1500.,

!Density table [kg/m<sup>3</sup>]

MPDATA,DENS , SiC , 1, 3.16E+03, 3.14E+03, 3.11E+03,  
MPDATA,DENS , SiC , 4, 3.10E+03, 3.09E+03, 3.08E+03,

!-----

!SPECIFIC HEAT

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

!R.G. Munro, Material Properties of a Sintered alfa-SiC

!American Institute of Physics and American Chemical Society

!J. Phys. Chem. Ref. Data, Vol.26, No.5, (1997)

!

!NOTE 2 - 5% error.

!

!NOTE 3 - the S.I. system of units is used.

!-----

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP, 1, 20., 500., 1000.,  
MPTEMP, 4, 1200., 1400., 1500.,

!Specific heat table [J/kg°C]

MPDATA,C , SiC , 1, 715, 1086, 1240,  
MPDATA,C , SiC , 4, 1282, 1318, 1336,

!-----

!COEFFICIENT OF THERMAL EXPANSION

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

!R.G. Munro, Material Properties of a Sintered alfa-SiC

!American Institute of Physics and American Chemical Society

!J. Phys. Chem. Ref. Data, Vol.26, No.5, (1997)

!

!NOTE 2 - 10% error.

!

!NOTE 3 - the S.I. system of units is used.

!-----

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP, 1, 20., 500., 1000.,  
MPTEMP, 4, 1200., 1400., 1500.,

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

MPDATA,ALPX , SiC , 1, 1.1E-06, 4.4E-06, 5.0E-06,  
MPDATA,ALPX , SiC , 4, 5.2E-06, 5.4E-06, 5.5E-06,

!-----

!ELASTIC MODULUS

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

!R.G. Munro, Material Properties of a Sintered alfa-SiC

!American Institute of Physics and American Chemical Society  
!J. Phys. Chem. Ref. Data, Vol.26, No.5, (1997)  
!  
!NOTE 2 - 3% error.  
!  
!NOTE 3 - the S.I. system of units is used.  
!-----

!Temperature table [°C]  
MPTEMP ! erase previous table  
MPTEMP, 1, 20., 500., 1000.,  
MPTEMP, 4, 1200., 1400., 1500.,

!Elastic modulus table [Pa]  
MPDATA,EX , SiC , 1, 4.15E+11, 4.04E+11, 3.92E+11,  
MPDATA,EX , SiC , 4, 3.87E+11, 3.83E+11, 3.80E+11,

!-----  
!POISSON'S RATIO  
!  
!NOTE 1 - Data are taken from:  
!R.G. Munro, Material Properties of a Sintered alfa-SiC  
!American Institute of Physics and American Chemical Society  
!J. Phys. Chem. Ref. Data, Vol.26, No.5, (1997)  
!  
!NOTE 2 - 25% error.  
!  
!-----

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

!Poisson's ratio table [-]  
MPDATA,PRXY , SiC , 1, 1.60E-01,

## C.6 Macro Carburo di Silicio SE

!-----  
!SiC Silicon Carbide Hexoloy SE  
!-----

/prep7

SiC=33 !Material number in the ANSYS library  
MPDELE,all,SiC

!-----  
!  
!ELECTRICAL RESISTIVITY  
!  
!NOTE 1 - Data are taken from:  
!Saint-Gobain Ceramics, Structural Ceramics,  
!Typical Physical Properties (Sept. 2017).

```

!
!NOTE 2 - The S.I. system of units is used.
!
!NOTE 3 - Range of variation @RT : 1 - 1E6.
!
!NOTE 4 - Range of variation @1000°C : 1E-04 - 2E-03.
!
!-----

!Temperature table [°C]
MPTEMP ! erase previous table
MPTEMP,      1,      20.,      1000.,

!Electrical resistivity table [ohm m]
MPDATA,RSVX , SiC      , 1,      1000, 1.0E-01,

!-----
!
!THERMAL CONDUCTIVITY
!
!NOTE 1 - Data are taken from:
!Inverse analysis method with optimization in Ansys
!
!NOTE 2 - The S.I. system of units is used.
!
!-----

!Temperature table [°C]
MPTEMP ! erase previous table
MPTEMP,      1,      20.,      200.,      400.,
MPTEMP,      4,      600.,      700.,      800.,
MPTEMP,      7,      900.,      1000.,      1100.,
MPTEMP,     10,     1200.,

!Thermal conductivity table [W/m°C]
MPDATA,KXX , SiC      , 1, 11.2E+01, 8.78E+01, 6.53E+01,
MPDATA,KXX , SiC      , 4, 4.76E+01, 4.05E+01, 3.46E+01,
MPDATA,KXX , SiC      , 7, 2.99E+01, 2.63E+01, 2.39E+01,
MPDATA,KXX , SiC      , 10, 2.28E+01,

!-----
!
!EMISSIVITY (hemispherical total emissivity)
!
!NOTE 1 - Data are taken from:
!Matteo Sturaro measurements (Oct. 2017)
!with a dual-frequency pyrometer (LT).
!
!-----

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

!Emissivity table [-]
MPDATA,EMIS , SiC      , 1, 0.77

```

```
!-----
!  
!DENSITY  
!  
!NOTE 1 - Data are taken from:  
!Saint-Gobain Ceramics, Structural Ceramics,  
!Typical Physical Properties (Sept. 2017).  
!  
!NOTE 2 - The S.I. system of units is used.  
!  
!-----
```

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

```
!Density table [kg/m^3]  
MPDATA,DENS, SiC, 1, 3.05E+03,
```

```
!-----
!  
!SPECIFIC HEAT  
!  
!NOTE 1 - Data are taken from:  
!UCAR Data Sheet (file "UCAR_vol.2.pdf")  
!  
!NOTE 2 - The S.I. system of units is used.  
!  
!-----
```

```
MPTEMP ! erase previous table  
MPTEMP, 1, 0., 500., 1000.,  
MPTEMP, 4, 1500., 2000., 2500.,
```

```
!Specific heat table [J/kg°C]  
MPDATA,C, SiC, 1, 600, 1550, 1800,  
MPDATA,C, SiC, 4, 1900, 2000, 2000,
```

```
!-----
!  
!COEFFICIENT OF THERMAL EXPANSION  
!  
!NOTE 1 - Data are taken from:  
!Saint-Gobain Ceramics, Structural Ceramics,  
!Typical Physical Properties (Sept. 2017).  
!  
!NOTE 2 - The S.I. system of units is used.  
!  
!-----
```

```
!Temperature table [°C]  
MPTEMP ! erase previous table  
MPTEMP, 1, 20., 500., 1000.,
```



MPTEMP, 4, 1200., 1400., 1500.,

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

MPDATA,ALPX , SiC , 1, 1.1E-06, 4.3E-06, 4.9E-06,

MPDATA,ALPX , SiC , 4, 5.1E-06, 5.3E-06, 5.4E-06,

!-----

!

!ELASTIC MODULUS

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

!R.G. Munro, Material Properties of a Sintered alfa-SiC

!American Institute of Physics and American Chemical Society

!J. Phys. Chem. Ref. Data, Vol.26, No.5, (1997).

!

!NOTE 2 - 3% error.

!

!NOTE 3 - the S.I. system of units is used.

!

!-----

!Temperature table [°C] MODIFICATE DA VEDERE RICCARDO 2019

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP, 1, 20., 500., 1000.,

MPTEMP, 4, 1200., 1400., 1500.,

!Elastic modulus table [Pa]

MPDATA,EX , SiC , 1, 4.20E+11, 3.99E+11, 3.76E+11,

MPDATA,EX , SiC , 4, 3.67E+11, 3.59E+11, 3.54E+11,

!-----

!

!POISSON'S RATIO

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

!R.G. Munro, Material Properties of a Sintered alfa-SiC

!American Institute of Physics and American Chemical Society

!J. Phys. Chem. Ref. Data, Vol.26, No.5, (1997).

!

!NOTE 2 - 25% error.

!

!-----

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP, 1, 20.,

!Poisson's ratio table [-]

MPDATA,PRXY , SiC , 1, 1.40E-01,

## C.7 Macro Carburo di Silicio SP

!-----

Appendice C

!SiC Silicon Carbide Hexoloy SP

!-----  
!Ver. 1.0 - 22.01.19  
!-----

/prep7

SiC=33       !Material number in the ANSYS library  
MPDELE,all,SiC

!-----  
!ELECTRICAL RESISTIVITY

!  
!NOTE 1 - Data are taken from:  
!R.E. Taylor, F.E. Davis and R.W. Powell, High Temperatures-High Pressures, v1,  
!p663 (1969).

!  
!NOTE 2 - values over 2126.9°C are calculated by linear extrapolation.

!  
!NOTE 3 - 5% error; National Carbon Co.

!  
!NOTE 4 - the S.I. system of units is used.

!-----

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP,	1,	727.,	800.,	900.,
MPTEMP,	4,	1000.,	1100.,	1200.,
MPTEMP,	7,	1300.,	1400.,	1500.,
MPTEMP,	10,	1600.,	1700.,	1800.,
MPTEMP,	13,	1900.,	2000.,	2100.,
MPTEMP,	16,	2126.,	2200.,	2300.,
MPTEMP,	19,	2400.,		

!Electrical resistivity table [ohm m]

MPDATA,RSVX , SiC	, 1,	6.6151E-06,	6.7224E-06,	6.8702E-06,
MPDATA,RSVX , SiC	, 4,	7.0193E-06,	7.1698E-06,	7.3215E-06,
MPDATA,RSVX , SiC	, 7,	7.4746E-06,	7.6290E-06,	7.7847E-06,
MPDATA,RSVX , SiC	, 10,	7.9417E-06,	8.1001E-06,	8.2598E-06,
MPDATA,RSVX , SiC	, 13,	8.4208E-06,	8.5831E-06,	8.7468E-06,
MPDATA,RSVX , SiC	, 16,	8.7909E-06,	8.9105E-06,	9.0742E-06,
MPDATA,RSVX , SiC	, 19,	9.2379E-06,		

!-----  
!THERMAL CONDUCTIVITY

!  
!NOTE 1 - Data are taken from:  
!R.G. Munro, Material Properties of a Sintered alfa-SiC  
!American Institute of Physics and American Chemical Society  
!J. Phys. Chem. Ref. Data, Vol.26, No.5, (1997)

!  
!NOTE 2 - 8% error.

!  
!NOTE 3 - the S.I. system of units is used.

!  
!-----

```

!Temperature table [°C]
MPTEMP ! erase previous table
MPTEMP, 1, 20., 200., 400.,
MPTEMP, 4, 600., 700., 800.,
MPTEMP, 7, 900., 1000., 1100.,
MPTEMP, 10, 1200.,

!Thermal conductivity table [W/m°C]
MPDATA,KXX , SiC , 1, 11.2E+01, 8.78E+01, 6.53E+01,
MPDATA,KXX , SiC , 4, 4.76E+01, 4.05E+01, 3.46E+01,
MPDATA,KXX , SiC , 7, 2.99E+01, 2.63E+01, 2.39E+01,
MPDATA,KXX , SiC , 10, 2.28E+01,

!-----
!EMISSION (hemispherical total emissivity)
!
!NOTE 1 - Data are taken from:
!Matteo Sturaro measurements (Sept. 2017).
!
!NOTE 2 - SiC as fired (unpolished)
!
!-----

!Temperature table [°C]
MPTEMP ! erase previous table
MPTEMP, 1, 600, 750, 1300,
MPTEMP, 4, 1500,

!Emissivity table [-]
MPDATA,EMIS , SiC , 1, 0.75, 0.76, 0.77,
MPDATA,EMIS , SiC , 4, 0.78,

!-----
!DENSITY
!
!NOTE 1 - Data are taken from:
!R.G. Munro, Material Properties of a Sintered alfa-SiC
!American Institute of Physics and American Chemical Society
!J. Phys. Chem. Ref. Data, Vol.26, No.5, (1997)
!
!NOTE 2 - 1% error.
!
!NOTE 3 - the S.I. system of units is used.
!-----

!Temperature table [°C]
MPTEMP ! erase previous table
MPTEMP, 1, 20., 500., 1000.,
MPTEMP, 4, 1200., 1400., 1500.,

!Density table [kg/m^3]
MPDATA,DENS , SiC , 1, 3.04E+03, 3.02E+03, 2.99E+03,
MPDATA,DENS , SiC , 4, 2.98E+03, 2.97E+03, 2.96E+03,

!-----

```

Appendice C

!SPECIFIC HEAT

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

!R.G. Munro, Material Properties of a Sintered alfa-SiC

!American Institute of Physics and American Chemical Society

!J. Phys. Chem. Ref. Data, Vol.26, No.5, (1997)

!

!NOTE 2 - 5% error.

!

!NOTE 3 - the S.I. system of units is used.

!-----

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP, 1, 20., 500., 1000.,

MPTEMP, 4, 1200., 1400., 1500.,

!Specific heat table [J/kg°C]

MPDATA,C , SiC , 1, 590, 896, 1023,

MPDATA,C , SiC , 4, 1058, 1088, 1102,

!-----

!COEFFICIENT OF THERMAL EXPANSION

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

!R.G. Munro, Material Properties of a Sintered alfa-SiC

!American Institute of Physics and American Chemical Society

!J. Phys. Chem. Ref. Data, Vol.26, No.5, (1997)

!

!NOTE 2 - 10% error.

!

!NOTE 3 - the S.I. system of units is used.

!-----

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP, 1, 20., 500., 1000.,

MPTEMP, 4, 1200., 1400., 1500.,

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

MPDATA,ALPX , SiC , 1, 1.1E-06, 4.2E-06, 4.8E-06,

MPDATA,ALPX , SiC , 4, 5.0E-06, 5.2E-06, 5.3E-06,

!-----

!ELASTIC MODULUS

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

!R.G. Munro, Material Properties of a Sintered alfa-SiC

!American Institute of Physics and American Chemical Society

!J. Phys. Chem. Ref. Data, Vol.26, No.5, (1997)

!

!NOTE 2 - 3% error.

!

!NOTE 3 - the S.I. system of units is used.

!-----

```
!Temperature table [°C]
MPTEMP ! erase previous table
MPTEMP, 1, 20., 500., 1000.,
MPTEMP, 4, 1200., 1400., 1500.,

!Elastic modulus table [Pa]
MPDATA,EX , SiC , 1, 4.00E+11, 3.89E+11, 3.78E+11,
MPDATA,EX , SiC , 4, 3.73E+11, 3.69E+11, 3.66E+11,

!-----
!POISSON'S RATIO
!
!NOTE 1 - Data are taken from:
!R.G. Munro, Material Properties of a Sintered alfa-SiC
!American Institute of Physics and American Chemical Society
!J. Phys. Chem. Ref. Data, Vol.26, No.5, (1997)
!
!NOTE 2 - 25% error.
!
!-----

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

!Poisson's ratio table [-]
MPDATA,PRXY , SiC , 1, 1.40E-01,
```



## BIBLIOGRAFIA

- [1] INFN, «INFN - La missione e le sue origini,» [Online]. Available: <http://home.infn.it/it/istituto/la-missione-e-le-sue-origini..>
- [2] INFN, «L'INFN e la società italiana,» [Online]. Available: <http://home.infn.it/it/istituto/l-infn-e-la-societa-italiana..>
- [3] INFN, «INFN - Le strutture sul territorio,» [Online]. Available: <http://home.infn.it/it/la-struttura/le-strutture-sul-territorio>.
- [4] A. Minini, «La stabilità del nucleo atomico,» [Online]. Available: [http://www.andreaminini.org/fisica/atomo/stabilita-nucleo-atomico#il\\_significato\\_di\\_nucleo\\_stabile..](http://www.andreaminini.org/fisica/atomo/stabilita-nucleo-atomico#il_significato_di_nucleo_stabile..)
- [5] A. Andrighetto, «The SPES Project at LNL,» *AIP (American Institute of Physics)*, 2009.
- [6] M. Agostini, *Progettazione del sistema di controllo del deposito temporaneo dell'ambito del progetto SPES*, Università degli Studi di Padova: Tesi di Laurea in Ingegneria Meccatronica, 2016.
- [7] M. Lindroos, «Review of ISOL-type radioactive beam facilities,» *EPAC*, 2004.
- [8] E. Boratto, *Progettazione ed ingegnerizzazione del Front-End protonico del progetto SPES*, Università degli Studi di Padova: Tesi di Laurea in Ingegneria Meccanica, 2015.
- [9] M. Deicher, «Radioactive isotopes in solid state physics,» *Europhysics News*, vol. Vol 33 No 3, n. 2002..
- [10] M. Ballan, *Progettazione e test di componenti e sistemi per l'operazione e la sicurezza del sistema target-sorgente del progetto SPES*, Università degli Studi di Padova: Tesi di Laurea in Ingegneria Meccanica, 2014.
- [11] «Fisica per la scuola,» [Online]. Available: <http://www.fisicaxscuola.altervista.org/files/bt/CentraliNucleariBT.pdf>.
- [12] S. Corradetti, *Produzione e caratterizzazione di carburi porosi per il progetto SPES*, Università degli Studi di Padova: Tesi di Laurea in Scienza ed Ingegneria dei Materiali, 2009.
- [13] J. Ramos, A. Gottberg, T. Mendoca, C. Seiffert, A. Senos, H. Fynbo, O. Tengblad, J. Briz, M. Lund, G. Koldste, M. Carmona-Gallardo, V. Pesudo e T. Stora, «Intense 31-35Ar beams produced with a nanostructured CaO target at ISOLDE,» *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, 2014.
- [14] A. Monetti, *Design and development of the target-ion source system for the SPES project*, Università degli Studi di Padova: Tesi di Dottorato di ricerca in ingegneria industriale, 2017.
- [15] G. Alton, J. Bilheux e A. McMillan, «Nuclear Instruments and Methods in Physics Research,» pp. 108-125, 2004.
- [16] H. Ravn, T. Bjornstad, P. Hoff, O. Jonsson, E. Kugler, S. Sundell, B. Vosicki e I. collaboration, «Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 26,» pp. 183-189, 1987.
- [17] L. Carraz, I. Haldorsen, M. S. H. Ravn e L. Westgaard, «Nuclear Instruments and Methods 148,» pp. 148, 217-230, 1978.

- [18] R. Cheung, «Silicon carbide microelectromechanical systems for harsh environments,» *Imperial College Press*, 2006.
- [19] S. Somiya e Y. Inomata, *Silicon Carbide Ceramics - Fundamental and solid Reaction*, Elsevier Applied Science, 1991.
- [20] S.-G. h.-p. refractories, «Hexoloy® SP SiC Material,» [Online]. Available: <https://www.refractories.saint-gobain.com/hexoloy/sp-grade..>
- [21] S.-G. h.-p. refractories, «Hexoloy® SE SiC Material,» [Online]. Available: <https://www.refractories.saint-gobain.com/hexoloy/se-grade..>
- [22] S.-G. h.-p. refractories, «Hexoloy® SA SiC Material,» [Online]. Available: <https://www.refractories.saint-gobain.com/hexoloy/sa-grade..>
- [23] R. Munro, «Material Properties of a Sintered alpha-SiC,» *National Institute of Standards and Technology*, 1997.
- [24] IUPAC, «IUPAC Gold Book,» [Online]. Available: <http://goldbook.iupac.org/html/G/G02684.html..>
- [25] «Mistralab,» [Online]. Available: [http://www.mistralab.it/approfondimenti/Telecomunicazioni\\_progetto2/grafene/Scoperta%20del%20grafene.html](http://www.mistralab.it/approfondimenti/Telecomunicazioni_progetto2/grafene/Scoperta%20del%20grafene.html).
- [26] POCOGRAPHITE, [Online]. Available: <http://poco.com/MaterialsandServices/Graphite/EDMGrades/EDM3®.aspx>.
- [27] A. Milanese, Caratterizzazione termo-strutturale e studio dei meccanismi di frattura di duchi in materiale ceramico per applicazioni nucleari, Università degli studi di Padova, 2018.
- [28] R. G. Munro, «Material Properties of a Sintered  $\alpha$ -SiC,» *Ceramics Division, National Institute of Standards and Technology*, 1997.
- [29] F. Benetton, Studio, progettazione e test del forno di produzione ad alta temperatura per il target SPES, Università degli studi di Padova: Tesi di laurea in Ingegneria Meccanica, 2018.
- [30] M. Manzolaro, *Analisi termica e strutturale del bersaglio diretto per la produzione di fasci radioattivi per il progetto SPES*, Università degli Studi di Padova: Tesi di Laurea in Ingegneria Meccanica, 2007.
- [31] J. G. S. Timoshenko, *Theory of elasticity*, McGraw Hill, 1970.
- [32] C. A. S. C. P. A. Andrighetto, «ENEA contribution to the design of the thin target for the SPES project,» *FIS-P815-020 (ENEA)*, 2006.
- [33] G. D. Quinn, *Fractography of Ceramics and Glasses*, National Institute of Standards and Technology, 2016.
- [34] TESCAN, «TESCAN,» [Online]. Available: <https://www.tescan.com/en-us/technology/sem/vega3>.
- [35] B. Atzori, *Appunti di Costruzione di Macchine*, 2a edizione, Padova: Libreria Cortina, 2003.
- [36] K. H. a. T. S., «Applicability of fracture mechanics to very small cracks in the early stage,» *Proceedings of the Second International Conference on Mechanical Behaviour of Materials*, pp. 627-631, 1976.



- [37] P. L. G. M. B. Atsori, «Fracture mechanics and notch sensitivity,» *Department of Mechanical Engineering, University of Padova*, 1 October 2002.
- [38] M. H. T. K. El Haddad, «Prediction of non-propagating cracks,» *Engng. Fract. Mech.*, pp. 573-584, 1979.
- [39] Y. Murakami, *Metal Fatigue: Effects of Small Defects and Nonmetallic Inclusions*, Kyushu University, Jaolan: Elsevier, 2022.
- [40] D. M. M. V. Y. S. K. W. R.C. Bradt, *Fracture Mechanics of Ceramics 13*, New York: Springer Science, 2002.
- [41] N. S. T. K., *Evaluation of Fracture Strength of Ceramics Containing Small Surface Defects Intrdoduced by Focused Ion Beam*, Materials, 19 March 2018.
- [42] M. Manzolaro, *Study, design and test of the Target - Ion Source system for the INFN SPES facility*, University of Padua : Doctoral School in Industrial Engineering, Department of Mechanical Engineering, 2011.