



UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI PADOVA

Dipartimento di Ingegneria Industriale DII

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Meccanica

CARATTERIZZAZIONE TERMO-STRUTTURALE E STUDIO DEI MECCANISMI DI FRATTURA DI DISCHI IN MATERIALE CERAMICO PER APPLICAZIONI NUCLEARI

Relatore: Prof. Giovanni Meneghetti Correlatori: Prof. Mattia Manzolaro Dott. Stefano Corradetti Dott. Michele Ballan

In collaborazione con l'Istituto Nazionale di Fisica Nucleare

Studente: Andrea Milanese

Anno Accademico 2018/2019

Alla mia famiglia A Valentina Ai miei amici Al gruppo SPES

INTRODUZIONE

Il presente lavoro di tesi è stato svolto in collaborazione con l'Istituto Nazionale di Fisica Nucleare presso i Laboratori Nazionali di Legnaro (INFN-LNL). La missione principale di questo polo di ricerca è da un lato lo studio di base della fisica e astrofisica nucleare, dall'altro lo sviluppo di applicazioni multidisciplinari delle tecnologie nucleari. In particolare, grande interesse è rivolto alle tematiche legate all'ambito medico-sanitario, come lo sviluppo di nuovi radiofarmaci per la diagnosi e terapia di patologie tumorali. Tra le attività che si svolgono all'interno di questi laboratori, questa tesi si colloca all'interno del progetto SPES che prevede la progettazione e la costruzione di una *facility* per la produzione di fasci di ioni radioattivi *neutron-rich*.

Il funzionamento della facility prevede che da un ciclotrone venga estratto un fascio protonico di intensità 200 μ A ed accelerato fino ad un'energia di 40 MeV. Questo fascio impatta contro un bersaglio costituito da sette dischi in carburo di uranio (Φ =40mm) costituenti il *target*. Tramite le fissioni nucleari derivanti dall'interazione tra i protoni e i nuclei di ²³⁸U presenti nel bersaglio nascono le specie esotiche.

Nella prima fase di test dell'intera *facility* verranno utilizzati dei *target* costituiti da dischi in carburo di silicio per limitare il più possibile il livello di radioattività che può generarsi e consentire così la possibilità di rapidi interventi tecnici sull'apparato.

Dunque, durante l'esercizio della *facility* SPES, il *target* viene colpito da un fascio protonico che deposita la sua potenza nel centro dei dischi innalzandone la temperatura fino anche a 2000 °C. La temperatura non aumenta in maniera omogenea su tutto il volume dei dischi ma si generano degli intensi gradienti in direzione radiale. Questi gradienti termici portano alla formazione di differenti deformazioni e quindi alla nascita di tensioni che possono portare alla rottura catastrofica dei dischi *target*.

Per la stima delle tensioni sarà necessario condurre test sperimentali ed analisi con modelli termostrutturali, che necessitano di ricevere in input tutte le proprietà termiche e strutturali del materiale di interesse, tra tutte fondamentale è la conducibilità termica che per prima regola la distribuzione della temperatura sul volume dei dischi. Per la stima di questa proprietà si utilizzerà il *metodo della funzione ottima* supportato da un apposito apparato sperimentale presente nel laboratorio di Alte Temperature presso i Laboratori Nazionali di Legnaro. Tale apparato consente di riprodurre sui dischi i gradienti termici radiali che si generano durante l'esercizio della facility.

Terminata la caratterizzazione termica dei materiali di interesse bisognerà passare a quella strutturale per avere una stima effettiva di tutte le proprietà necessarie all'esecuzione di una progettazione del *target* SPES in totale sicurezza in modo da non compromettere la sua integrità durante l'esercizio.

Dunque, si svolgeranno dei test di rottura con l'apposito apparato sperimentale per la generazione di gradienti termici radiali e, dopo una stima analitica del campo di tensione che si genera sui provini, tramite il software FEM si ricaveranno le tensioni agenti sui provini utilizzando un apposito modello numerico opportunamente validato.

Ai test di rottura verrà affiancata la teoria della frattografia, ovvero l'analisi delle superfici di frattura. Dopo un'approfondita ricerca bibliografica riguardo i fenomeni che comandano la rottura nei materiali ceramici, si svolgerà un'analisi al microscopio ottico che ha interessato tutti i provini che sono giunti a rottura. Si verificherà così che la frattura in un materiale ceramico è controllata dei difetti presenti in esso. Verrà eseguita anche la misura delle dimensioni dei difetti che hanno innescato la rottura nei provini composti da un particolare carburo di silicio ad elevata porosità. Si valuterà poi il valore della tenacità a frattura K_C propria di questo materiale.

L'elevata fragilità dei materiali ceramici fa sì che la probabilità di rottura del provino sia fortemente legata alla probabilità che un dato difetto di dimensioni critiche si trovi in una zona del componente con tensione sufficiente a determinarne l'instabilità. Quindi la dispersione dei valori delle tensioni di rottura è dovuta quindi ad una variabilità nelle cricche (dimensione, geometria e orientamento) presenti nel materiale. La resistenza alla rottura di un materiale ceramico è caratterizzata da un'alta dispersione statistica e per definirla è necessario agire in senso statistico mediante la funzione densità di probabilità di rottura, fornendone così una stima. Il metodo più comunemente usato, ed applicato in questo lavoro di tesi, per caratterizzare la resistenza di un materiale ceramico è il modello probabilistico sviluppato da *Weibull* nel 1951. Con tale modello verrà eseguita la caratterizzazione strutturale di due tipologie di carburo di silicio e se ne valuterà la tensione a rottura al variare della probabilità di sopravvivenza dei provini.

Infine, si svolgerà una verifica della fattibilità delle configurazioni di esercizio del *target* SPES tramite l'utilizzo delle proprietà del carburo di silicio ricavate eseguendo la sua caratterizzazione termostrutturale. La tesi si sviluppa in 7 capitoli, dei quali vengono brevemente riassunti i contenuti:

• Capitolo 1 - Il progetto SPES

In questo capitolo si tratta brevemente della fisica nucleare e della tecnica ISOL per la produzione di fasci di ioni radioattivi per poi soffermarsi sulle caratteristiche del progetto SPES. Questo progetto sviluppato presso i Laboratori Nazionali di Legnaro prevede le principali applicazioni dei fasci di ioni esotici nei campi della fisica e della medicina nucleare.

• Capitolo 2 – Target ceramici per il progetto SPES

In questo capitolo ci si sofferma sulla descrizione dell'area di produzione degli isotopi concentrandosi sul *target* SPES. In particolare, si esplicano le caratteristiche del carburo di uranio e del carburo di silicio, rispettivamente il primo sarà il materiale di utilizzo in condizioni di esercizio nominali della *facility* e il secondo sarà il materiale di utilizzo per la fase di collaudo. Si accenna poi al problema della generazione dei gradienti termici radiali sui dischi *target* causati dall'interazione di questo con il fascio protonico.

• Capitolo 3 - Stima della conducibilità termica del carburo di silicio Hexoloy SP

In questo capitolo si descrive nel dettaglio l'apparato sperimentale utilizzato per la riproduzione di gradienti termici radiali sui dischi presente presso il laboratorio di Alte Temperature. Ci si sofferma poi sulla descrizione del modello numerico utilizzato per eseguire la stima della conducibilità termica dei materiali di interesse per il loro utilizzo nel *target* SPES. Infine, si applica tale procedura al carburo di silicio Hexoloy SP e se ne definisce la curva della conducibilità termica al variare della temperatura.

• Capitolo 4 – Prove di rottura di dischi in carburo di silicio

In questo capitolo si descrive la modalità di esecuzione dei test di rottura sui dischi in materiale ceramico utilizzando l'apparato sperimentale presente nel laboratorio di Alte Temperature. In seguito, ci si sofferma sull'applicazione di tali test di rottura ai provini in carburo di silicio Hexoloy SA e Hexoloy SP. Si illustra poi il modello numerico per la stima delle tensioni di rottura associate ai gradienti termici radiali critici.

• Capitolo 5 – La frattografia: analisi delle superfici di frattura

In questo capitolo si esegue un importante ricerca bibliografica sulla scienza della frattografia applicata ai materiali ceramici che fornisce gli strumenti per valutare le cause e modalità di rottura dei componenti semplicemente osservando le superfici dei frammenti. Ci si sofferma sui tratti peculiari che caratterizzano le superfici di frattura e sulla natura dei difetti, sia superficiali che interni al volume. Si applica poi tale teoria alle superfici di frattura dei provini in carburo di silicio rotti per generazione di intensi gradienti termici radiali. In particolare, si analizzano tutti i provini al microscopio ottico, se ne misura la dimensione dei difetti e per il carburo di silicio Hexoloy SP si ricava una stima della tenacità a frattura K_c.

• Capitolo 6 – Caratterizzazione strutturale di materiali ceramici

In questo capitolo si descrive la normativa ASTM C1239-07 e la si applica alle rotture dei provini in carburo di silicio. Tale normativa fornisce gli strumenti per eseguire la caratterizzazione strutturale dei materiali ceramici tramite l'utilizzo della teoria sull'analisi statistica con il modello di Weibull a due parametri. Si ricavano quindi con il *Maximum Likelihood Method* i valori della tensione a rottura del carburo di silicio Hexoloy SA e Hexoloy SP a diverse probabilità di sopravvivenza dei dischi.

• Capitolo 7 – Analisi di fattibilità delle condizioni di esercizio del target SPES

In questo capitolo si utilizzano le proprietà termiche e strutturali ricavate durante il lavoro di tesi per svolgere un'analisi di fattibilità delle condizioni di esercizio del *target* SPES. Si svolgono le analisi numeriche con i software FLUKA ed ANSYS al fine di simulare la deposizione di potenza del fascio protonico sui dischi del target e valutare poi l'intensità dei gradienti termici radiali e delle corrispondenti tensioni al variare dei parametri che definiscono la configurazione di fascio. Si confrontano poi i risultati ricavati da queste analisi con i valori limite di temperatura e tensione sopportabili dal materiale.

INTRODUZIONE	I
INDICE	III
CAPITOLO 1 - Il progetto SPES	1
1.1 Introduzione	1
1.2 Le specie esotiche	1
1.3 Il progetto SPES ai Laboratori Nazionali di Legnaro	3
1.4 SPES β : produzione di fasci di ioni radioattivi	4
1.5 La configurazione della <i>facility</i>	6
1.5.1 L'acceleratore primario	7
1.5.2 II Front-End	7
1.5.3 I sistemi di movimentazione	8
1.5.4 <i>Target</i> di produzione e sistema di ionizzazione ed estrazione	8
1.5.4.1 II <i>target</i> di produzione	9
1.5.4.2 Il sistema di estrazione	9
1.5.4.3 Il sistema di ionizzazione	10
1.6 Applicazione dei fasci di ioni esotici	11
1.6.1 Applicazioni in fisica nucleare	11
1.6.2 Applicazioni in fisica dello stato solido	11
1.6.3 Applicazioni in astrofisica	11
1.6.4 Applicazioni in medicina nucleare	12
1.7 Conclusioni	12
CAPITOLO 2 - <i>Target</i> ceramici per il progetto SPES	13
2.1 Introduzione	13
2.2 L'area di produzione SPES	13
2.2.1 L'unità Target-Ion Source	14
2.2.2 II Front-End	17
2.2.3 Requisiti e prestazioni di un <i>target</i> ISOL	18
2.3 Materiali per <i>target</i> ISOL	22
2.3.1 Carburo di Uranio	23
2.3.2 Carburo di Silicio	24
2.3.3 Grafite	26
2.4 Il problema dei gradienti termici sui dischi <i>target</i>	28
2.5 Conclusioni	30
CAPITOLO 3 - Stima della conducibilità termica del Carburo di Silicio Hexoloy SP	31
3.1 Introduzione	31
3.2 L'apparato sperimentale per la riproduzione dei gradienti termici sui dischi	32
3.3 Conducibilità termica	

INDICE

3.3.1 Definizione	
3.3.2 Proprietà termiche per la caratterizzazione	
3.3.3 Metodo della funzione ottima	
3.4 Modellazione numerica	
3.4.1 Modello CAD	
3.4.2 Modello FEM	
3.4.3 Risultati numerici	
3.5 Misure sperimentali e risultati numerici	
3.5.1 Validazione e verifica del modello numerico	
3.5.2 Utilizzo del metodo della funzione ottima e risultati ottenuti	
3.6 Conclusioni	
CAPITOLO 4 - Prove di rottura di dischi in Carburo di Silicio	55
4.1 Introduzione	
4.2 Stima analitica dello stato tensionale	
4.3 Procedura sperimentale ed integrazione numerica	
4.3.1 Test di rottura su dischi in Hexoloy SiC SA	
4.3.1.1 Modalità di esecuzione dei test	
4.3.1.2 Risultati dei test di rottura	
4.3.2 Test di rottura su dischi in Hexoloy SiC SP	
4.3.2.1 Modalità di esecuzione dei test	67
4.3.2.2 Risultati dei test di rottura	71
4.4 Valutazione dei gradienti termici radiali come criterio di resistenza	73
4.5 Conclusioni	75
CAPITOLO 5 - La frattografia: analisi delle superfici di frattura	
5.1 Introduzione	
5.2 La frattografia	
5.3 Analisi della superficie di frattura	
5.3.1 Identificazione dell'origine	
5.3.1.1 La morfologia della superficie di frattura	
5.3.2 La distribuzione spaziale dei difetti	
5.3.2.1 Difetti di volume	
5.3.2.2 Difetti di superficie	
5.4 Analisi dei meccanismi di frattura	
5.4.1 Cause di rottura	
5.4.1.1 Accrescimento lento delle cricche	
5.4.1.2 II creep	
5.4.1.3 La fatica meccanica	91
5.4.1.4 Shock termico	
5.4.1.5 II chipping	

5.4.2 Stima delle tensioni di rottura	93
5.5 Analisi delle condizioni al contorno	95
5.6 Confronto delle rotture	96
5.7 Frattografia presso i Laboratori Nazionali di Legnaro	97
5.8 Frattografia su provini in Carburo di Silicio Hexoloy SA	101
5.8.1 Relazione tra dimensione del difetto e tensione di rottura per il SiC Hexoloy SA	105
5.9 Frattografia su provini in Carburo di Silicio Hexoloy SP	106
5.9.1 Relazione tra dimensione del difetto e tensione di rottura per il SiC Hexoloy SP	110
5.9.1.1 Valutazione della tenacità a frattura	112
5.10 Conclusioni	117
CAPITOLO 6 - Caratterizzazione strutturale di materiali ceramici	119
6.1 Introduzione	119
6.2 La frattura fragile nei materiali ceramici	119
6.2.1 Forza di coesione teorica	120
6.2.2 Teoria di <i>Inglis</i>	121
6.2.3 Teoria di <i>Griffith</i>	122
6.2.4 Variabilità della resistenza a rottura nei materiali ceramici	124
6.3 La statistica di <i>Weibull</i>	125
6.4 Maximum Likelihood Method	127
6.4.1 Modello analitico	127
6.4.2 Unbiasing Factor	128
6.4.3 Calcolo dell'intervallo di confidenza	129
6.4.4 Procedura grafica	130
6.5 Caratterizzazione strutturale di materiali ceramici presso i LNL	132
6.6 Caratterizzazione strutturale del Carburo di Silicio Hexoloy SA	133
6.6.1 Analisi sperimentale e numerica	133
6.6.2 Acquisizione ed elaborazione dei dati	135
6.6.3 Diagramma di <i>Weibull</i> – Elaborazione grafica dei dati	137
6.6.4 Calcolo dei parametri della distribuzione	138
6.6.5 Unbiasing Factor ed intervallo di confidenza	139
6.6.6 Risultati	140
6.7 Caratterizzazione strutturale del Carburo di Silicio Hexoloy SP	140
6.7.1 Analisi sperimentale e numerica	141
6.7.2 Acquisizione ed elaborazione dei dati	143
6.7.3 Diagramma di <i>Weibull</i> – Elaborazione grafica dei dati	145
6.7.4 Calcolo dei parametri della distribuzione	146
6.7.5 Unbiasing Factor ed intervallo di confidenza	147
6.7.6 Risultati	148
6.8 Statistica di Weibull con i gradienti termici radiali	148
6.8.1 Distribuzione del gradiente termico di rottura su dischi in SiC Hexoloy SA	148

6.8.2 Distribuzione del gradiente termico di rottura su dischi in SiC Hexoloy SP	. 150
6.9 Confronto delle relazioni per il calcolo della probabilità di rottura	152
6.10 Conclusioni	154
CAPITOLO 7 - Analisi di fattibilità delle condizioni di esercizio del target SPES	155
7.1 Introduzione	155
7.2 Variabili di esercizio	155
7.3 Modello numerico	158
7.4 Risultati delle simulazioni numeriche ed analisi di fattibilità	161
7.4.1 Verifica per l'utilizzo del materiale ad elevate temperature	163
7.4.2 Analisi dei risultati	165
7.5 Conclusioni	172
CONCLUSIONI	173
APPENDICE A . Vorifica dol motodo dolla funziono ottima	175
A 1 Introduzione	175
A 2 Apparato sperimentale e modello numerico	. 175
A 3 Analisi dei risultati	176
A 4 Conclusioni	179
APPENDICE B - Analisi delle superfici di frattura al microscopio ottico	181
B.1 Introduzione	181
B.2 Superfici di frattura dei provini in carburo di silicio Hexoloy SA	. 181
B.3 Superfici di frattura dei provini in carburo di silicio Hexoloy SP	. 192
B.4 Conclusioni	201
APPENDICE C - Studi preliminari per possibili sviluppi futuri	203
C.1 Introduzione	203
C.2 Valutazione delle condizioni di esercizio simulando la presenza del doppio riscaldatore	203
C.3 Sviluppo del nuovo riscaldatore in tantalio	205
C.4 Disco realizzato con stampa 3D	208
C.5 Conclusioni	209
APPENDICE D - Macro dei materiali	211
D.1 Carburo di silicio Hexoloy SA	211
D.2 Carburo di silicio Hexoloy SP	. 214
D.3 Grafite POCO EDM-3	217
D.4 Tantalio	220
APPENDICE E - APDL dei modelli numerici	227
E.1 APDL per la stima della conducibilità termica	227
E.2 APDL per ricavare il campo di temperatura sui dischi	232
E.3 APDL per il passaggio Thermal to Structural	234

E.4 APDL per la simulazione con riscaldatore in tantalio	
BIBLIOGRAFIA	237

CAPITOLO 1 Il progetto SPES

1.1 Introduzione^{[2][3]}

L'istituto Nazionale di Fisica Nucleare (INFN) è un istituto pubblico di ricerca che opera in settori volti allo studio della teoria della materia, ovvero dei suoi costituenti fondamentali e delle leggi fisiche che li regolano. Dunque, questo istituto è attivo nella ricerca, sia teorica che sperimentale, in particolare nei settori che vanno dalla fisica subnucleare, a quella nucleare fino a quella astroparticellare. L'INFN viene controllato dal Ministero dell'Istruzione, dell'Università e della Ricerca (MIUR).

Le attività svolte dall'INFN hanno coinvolto negli anni, e continuano a coinvolgere, numerosi ricercatori e manager, nonché moltissimi laureandi, dottorandi e borsisti che presso l'istituto curano e ampliano la loro formazione accademica. Anche se la maggior parte dei tesisti sono laureandi in Fisica, il carattere multidisciplinare dei progetti che vengono sviluppati all'interno dell'istituto consente di dare la possibilità di svolgere il lavoro di tesi anche a laureandi in Ingegneria, Chimica e Farmacia.

Infatti, in ambito chimico e farmaceutico si sviluppano tematiche legate al piano medico-sanitario come per esempio lo sviluppo di radiofarmaci per nuove cure tumorali.

L'intero corpo dell'INFN è strutturato da quattro Laboratori Nazionali (Catania, Frascati, Gran Sasso e Legnaro) dove si trovano le apparecchiature per le attività sperimentali, e da numerose Sezioni e Gruppi collegati che hanno la funzione di collegare le attività dell'Istituto con quelle delle Università. In figura 1.1 si ha la mappa con la locazione delle varie infrastrutture:



Figura 01: Geolocazione delle infrastrutture collegate ai progetti dell'INFN [3]

1.2 Le specie esotiche

La fisica nucleare è un ramo della fisica focalizzato sullo studio del nucleo dell'atomo e di tutti i suoi componenti. Tale materia si divide in due aree:

- La fisica della struttura nucleare: studia i fenomeni riguardanti la formazione, la coesione e le proprietà statiche misurabili dei nuclei;
- La fisica delle reazioni nucleari: studia i fenomeni in cui due o più nuclei interagiscono tra loro per formare altri nuclei, o emettendo altre particelle, o frammentandosi, o fondendo.

Il nucleo è composto da due tipi di particelle, i protoni e i neutroni. Queste particelle fanno parte della famiglia dei nucleoni, hanno massa paragonabile e vengono tenute insieme tra loro grazie all'azione della forza nucleare forte, valutata come la forza più grande che si sviluppa in natura. Ogni atomo è contrassegnato da dei valori che permettono di caratterizzarlo e collocarlo nella tavola periodica. In particolare, si parla del numero atomico Z, del numero di neutroni N e del numero di massa A. Il primo è indice del numero di protoni che caratterizzano completamente l'elemento di appartenenza, il secondo invece è un valore che può variare mentre il terzo è semplicemente la somma di Z ed N.

Come già accennato, il numero di protoni consente di collocare un atomo nella tavola periodica, ma uno stesso elemento può avere diversi numeri di neutroni, in questo caso si parla di isotopi. Un isotopo viene descritto ed indicato con la dicitura ${}^{A}{}_{Z}E$, dove E rappresenta l'elemento, A è il numero di massa e Z il numero di protoni.

Molto importante è anche la carta dei nuclidi, rappresentata in figura 1.2, dove vengono rappresentati i nuclei in funzione della loro stabilità. Questa viene a dipendere moltissimo dal rapporto tra il numero di protoni ed il numero di neutroni. La carta dei nuclidi consente di identificare in modo rapido i nuclei stabili, o con alto tempo di dimezzamento, essi infatti costituiscono una zona caratteristica della carta che viene detta "valle di stabilità".

Al di fuori di tale "valle" si trovano nuclei che hanno un eccesso di protoni oppure un eccesso di neutroni. In entrambi i casi, tale eccesso provoca l'instabilità del nucleo che per questo motivo decade nel tempo finché non raggiunge uno stato stabile. Il decadimento del nucleo comporta l'emissione di radiazioni elettromagnetiche o particelle. Gli atomi instabili, e quindi radioattivi, si dicono *esotici* e fino ad oggi ne sono stati studiati circa 3600 anche se secondo alcune stime si parla di quasi *6000* atomi radioattivi. Questi dovrebbero trovarsi tutti entro le linee caratteristiche (*drip lines*) che delimitano la "terra incognita".

Dunque, ci sono ancora molti nuclei sconosciuti e la maggior parte dei quali si trova nella zona inferiore della valle di stabilità, nella zona dei nuclei *neutron-rich*.



Figura 01: Carta dei nuclidi

La forza repulsiva dei protoni è quella predominante in un atomo e per avere stabilità anche negli atomi con massa atomica superiore a 40 uma è necessario che si abbiano configurazioni di nuclei in cui il un numero di neutroni è più alto di quello di protoni. Oltre certi valori di massa atomica, caratteristici degli atomi cosiddetti "superpesanti", l'interazione forte perde di intensità in confronto alla repulsione elettrostatica, determinando così una diminuzione della stabilità del nucleo.

Un parametro caratteristico della stabilità dell'atomo sono i numeri magici, ovvero delle particolari configurazioni nucleari composte da determinati numeri di protoni e neutroni che danno stabilità al nucleo.

È grazie allo studio dei nuclei instabili, ed alle numerose applicazioni che ne conseguono, che si sono aperte nuove strade per la ricerca nell'ambito della fisica nucleare. In particolare, importanti

risultano le applicazioni in astrofisica, in fisica dello stato solido e in medicina nucleare dove si sta sviluppando la produzione di radionuclidi per la diagnosi e la terapia dei tumori.

1.3 Il progetto SPES ai Laboratori Nazionali di Legnaro^[5]

Il progetto SPES (Selective Production of Exotic Species), in figura 1.3 si può vedere il logo del progetto, copre una larga varietà di discipline ed il suo obbiettivo primario è creare un apparato sperimentale per la produzione di fasci di ioni radioattivi "RIB" (Radioactive Ion Beam) per studi di fisica nucleare ed applicazioni mediche.



Figura 01: Logo del progetto SPES

Ad oggi, la quasi totalità del sapere sulla fisica nucleare fa riferimento alla ricerca nel campo dei nuclei stabili o nuclei *proton-rich*. Ci si vuole dunque concentrare sullo studio di nuclei atomici con eccesso di neutroni o protoni per la possibile scoperta di nuove proprietà della materia a livello nucleare.

Il progetto SPES viene rappresentato da un quadrifoglio, figura 1.4, in quanto è costituito dallo sviluppo di quattro fasi, ognuna delle quali rappresenta una foglia:



Figura 02: Logo rappresentante le quattro fasi del progetto SPES

Ogni fase del progetto SPES ha una sua finalità ed un suo filone di ricerca. In particolare:

- La fase α riguarda la costruzione dell'infrastruttura che verrà utilizzata come area sperimentale. In questo nuovo edificio è stato installato un ciclotrone di notevoli prestazioni: una corrente in uscita di circa 0,7 mA ed un'energia di fascio che arriva fino a 70 MeV. Tale strumento è provvisto di due uscite, una per il fascio che verrà poi utilizzato nella facility di fisica nucleare, ovvero per la produzione di ioni *neutron-rich* tramite l'irraggiamento con protoni di un target in Carburo di Uranio. La seconda uscita del ciclotrone fornirà un fascio di protoni per studi di fisica applicata;
- La fase β riguarda la produzione dei primi fasci di ioni *neutron-rich* dal bersaglio in Carburo di Uranio. Tali specie saranno poi accelerate e inviate alle sale sperimentali, dove grazie all'interazione con opportuni *targets* sono generati nuclei altamente *neutron-rich* che non si trovano in ambiente terrestre perché presentano un'instabilità tale da avere vita molto breve. Gli studi in questo settore rappresentano un nuovo campo della fisica che si interessa del

comportamento di nuclei che presentano condizioni estreme. Questa ricerca ha come obbiettivo quello di fornire informazioni base nello studio dell'evoluzione stellare;

- La fase γ riguarda la formazione di radionuclidi per applicazioni in medicina. In particolare, l'obbiettivo è la produzione di radionuclidi precursori di radiofarmaci innovativi facendo riferimento a nuove modalità di utilizzo dell'acceleratore;
- La fase δ riguarda la produzione di un'intensa sorgente di neutroni irraggiando opportuni convertitori di protoni in neutroni con il fascio estratto dal ciclotrone o da un acceleratore lineare basato sulla *radio-frequency quadrupole technology* (RFQ). Tale sorgente neutronica può interessare per studi in astrofisica nucleare, per condurre test sul comportamento dell'elettronica nello spazio, per trattamenti sperimentali di tumori e per la caratterizzazione di rifiuti nucleari.

1.4 SPES β: produzione di fasci di ioni radioattivi

Le infrastrutture dedicate alla produzione di fasci di ioni radioattivi vengono chiamate *facilities*. Esse sono in grado di produrre fasci RIBs (*Radioactive Ion Beams*) di alta intensità, energia e purezza. La maggior parte delle facilities operano con la tecnica ISOL (*Isotope Separation On-Line*), ovvero la separazione degli isotopi in linea.

Le possibilità di sviluppo a livello scientifico offerte dai RIBs ed allo stesso tempo i grossi problemi tecnologici che sottendono alla loro installazione hanno innalzato l'interesse nell'intero ambito europeo. Per questo la comunità scientifica ha proposto di creare una rete di *facilities* complementari, chiamate "di intermedia generazione", necessarie per giungere allo sviluppo di un'unica grande facility europea di tipo ISOL, chiamata appunto EURISOL. Obbiettivo primario di questa *facility* sarà quello di sviluppare una struttura in grado di produrre fasci di ioni radioattivi di qualità significativamente superiore a quella attualmente disponibile. A tale obbiettivo sono diretti anche i Laboratori Nazionali di Legnaro, è infatti in corso d'opera la progettazione e costruzione di una *facility* ISOL per la produzione di fasci di ioni esotici, lavoro seguito dal gruppo di progetto SPES (Selective Production of Exotic Species).

Le infrastrutture basate sulla tecnica ISOL sono generalmente composte da:

- Un acceleratore primario, formato da una sorgente ionica ed un acceleratore, progettato per la generazione di un fascio di particelle di definita energia. La sorgente ionica ha la funzione di caricare protoni, o atomi ionizzati a bassa energia, nell'acceleratore che aumenta l'energia delle particelle fino anche a *1 GeV* a qualche mA di corrente;
- Un target con sistema di estrazione e ionizzazione, ovvero un bersaglio in materiale fissile, su cui viene fatto collidere il fascio di particelle generato dall'acceleratore primario. L'urto permette la formazione di radionuclidi grazia alle varie reazioni nucleari che intervengono. I radioisotopi prodotti escono dal target e vengono ionizzati acquisendo così una propria carica. Tali particelle, imponendo una differenza di potenziale, possono quindi essere estratte ed accelerate e formare un fascio di particelle radioattive;
- Dei separatori di massa ed isobari che agiscono dopo il passaggio del fascio attraverso il Front-End, dove viene opportunamente focalizzato. La successiva separazione in massa avviene tramite il Wien Filter dove agisce un separatore magnetico che permette di ottenere un fascio isobarico puro;
- Un post acceleratore che accelera nuovamente il fascio fino alle condizioni necessarie per svolgere l'esperimento di interesse.

In breve, si può rappresentare la struttura della *facility*, figura 1.5, con solo scopo illustrativo:



Figura 01: Struttura semplificata della facility SPES

L'intensità del fascio radioattivo si ricava con la relazione 1.1:

$$I = \sigma \cdot \varphi \cdot N \cdot \varepsilon_1 \cdot \varepsilon_2 \cdot \varepsilon_3 \tag{1.1}$$

dove:

- σ è la sezione d'urto che rappresenta la probabilità che avvenga una determinata reazione nucleare;
- φ è l'intensità del fascio primario;
- *N* è il numero di atomi *target* per unità di area;
- ε_1 è l'efficienza di rilascio del *target*;
- ε₂ è l'efficienza di ionizzazione;
- ε_3 è l'efficienza del processo di estrazione e trasporto.

La tecnica ISOL offre i seguenti vantaggi:

- Alta qualità del fascio di ioni radioattivi;
- Alta intensità del fascio di ioni radioattivi data dall'utilizzo di un fascio primario intenso e di un target con ampia superficie d'urto.

Di contro, tale tecnica è inefficace quando il tempo di decadimento dei nuclidi è inferiore alla decina di millisecondi.

La tecnica ISOL prevede che i nuclidi, una volta generati dalle reazioni nucleari, diffondano ed effondano, dal *target* per poter essere ionizzati ed estratti. Questi sono processi che richiedono tempo e dipendono dai moti di agitazione termica, per cui per facilitarli si alza la temperatura del *target*.

Minore risulta essere la vita media degli atomi radioattivi, maggiore deve essere la temperatura di esercizio per aumentare la velocità di rilascio. Ciò è fondamentale per evitare il decadimento delle particelle che presentano una emivita troppo breve.

1.5 La configurazione della facility

La *facility* SPES si trova collocata in modo strategico tra le strutture già esistenti presso i Laboratori Nazionali di Legnaro. In aggiunta al ciclotrone e al bunker ospitante il *Front-End*, la *facility* SPES include:

- L'HRMS (High-Resolution Mass Separator) che consente di selezionare isobaricamente il fascio voluto;
- II CB (Charge Breeder) che ne aumenta lo stato di carica del fascio;
- L'RFQ (Radio-Frequency Quadrupole) che prepara il fascio per essere iniettato in ALPI;
- ALPI (acceleratore LINAC superconduttore) già esistente prima della facility SPES ma sottoposto ad un upgrade in vista del trasporto di fasci radioattivi.

Nella figura 1.6 si illustra brevemente la disposizione dell'infrastruttura appena descritta:



Figura 01: Sopra si ha la disposizione dell'edificio SPES all'interno dei LNL. Sotto si ha la disposizione della facility all'interno dell'edificio SPES

Nella facility verranno prodotti essenzialmente nuclei *neutron-rich* di massa variabile tra gli 80 e i 160 uma, quando verrà installato un *target* con dischi in Carburo di Uranio, e si è stimata una produzione di 10^{13} fissioni/s. Tale *target* è composto da 7 dischi in UC_x e la fissione si genera dal bombardamento di tali dischi con un fascio protonico *primario* di energia 40 MeV e intensità 200 µA.

Invece per applicazioni su nuclei *proton-rich* sarà necessaria l'installazione di un *target* diverso, ancora da definire completamente.

In *facility* di questa tipologia la sicurezza e la radioprotezione sono aspetti importanti in quanto i livelli di radioattività prodotta sono molto elevati, non solo durante l'irraggiamento del *target*, a causa delle reazioni nucleari indotte dai protoni, ma anche a fascio spento per via della radiazione residua legata all'attivazione degli apparati. Per questo motivo si è posta particolare attenzione alla progettazione delle infrastrutture che verranno poi interessate nel progetto.

1.5.1 L'acceleratore primario

L'acceleratore primario utilizzato per il progetto SPES è un ciclotrone ed ha la funzione di generare il fascio protonico. Il ciclotrone che è stato installato all'interno della *facility* è un BEST 70p (massima energia di 70 MeV), prodotto dall'omonima casa, ed è in grado di produrre due fasci protonici in contemporanea ed indipendenti tra loro. Il ciclotrone di interesse è rappresentato in figura 1.7:



Figura 02: Foto del ciclotrone BEST 70p installato all'interno dell'edificio SPES

All'interno di tale macchina è installata una sorgente di ioni H⁻, questi vengono accelerati grazie ad un campo elettrico opportunamente modulato e mantenuti in orbite circolari da un campo magnetico costante. Mano a mano che gli ioni H⁻ sono accelerati dal campo elettrico si muovono in orbite di curvatura sempre maggiore finché non sono intercettati da un sottile foglio di grafite, chiamato *stripping foil*, che strappa due elettroni per ottenere infine degli ioni H⁺, cioè singoli protoni. Questi ioni formeranno un fascio che andrà a collidere contro il *target* in UCx generando per fissione nucleare le specie radioattive di interesse.

1.5.2 II Front-End

Il *Front-End* è il tratto di acceleratore ospitato nel bunker e ha la funzione di accogliere il *target* di produzione da cui si genera il fascio RIB, nonché assicurare il trasporto efficiente del fascio desiderato controllandone direzione e qualità. Si può quindi descrivere il *Front-End* come composto da due macro-aree:

- FEP (Front-End Protonico) che ha la funzione di trasporto del fascio protonico fino al target;
- FER (Front-End Radioattivo) che la funzione di estrazione, accelerazione e trasporto del fascio radioattivo.

In particolare, tale sistema deve essere versatile, per garantire una rapida sostituzione delle parti che lo compongono perché sottoposte ad alte dosi di radioattività, deve essere rigido per garantire il sostegno e la stabilità del fascio, deve consentire la tenuta di un vuoto spinto e deve provvedere di sistemi per il raffreddamento e per l'apporto di energia elettrica.

L'alto vuoto (10⁻⁵ mbar) è necessario per favorire il cammino libero dei fasci e per evitare l'ossidazione delle parti che lavorano alle alte temperature (il *target* per primo).

Nella figura 1.8 si illustrano i componenti che fanno parte del Front-End:



Figura 03: a) assieme CAD rappresentante il Front-End e i suoi componenti; b) foto del laboratorio Front-End presso i LNL

1.5.3 I sistemi di movimentazione

Una volta installata la *facility* e messa in funzione, sarà impossibile l'intervento diretto dell'uomo per la sostituzione e manutenzione dei componenti sottoposti ad alti livelli di radioattività. È necessario dunque predisporre di un sistema di movimentazione automatizzato per la sostituzione periodica della *camera target*. In particolare, le fasi sviluppate per la movimentazione sono 4 e vengono descritto di seguito:

- La prima fase consiste nel prelievo di una *camera target* "pulita" e il suo deposito sopra alla *coupling table* (tavola di ammaraggio), ovvero la struttura che verrà in seguito movimentata;
- La seconda fase prevede la movimentazione della tavola verso il Front-End;
- La terza fase prevede il prelievo e il deposito della camera target irradiata e la sostituzione di essa con la camera nuova;
- L'ultima fase consiste nello stoccaggio del contenitore in cui è stata posta la camera irradiata nella fase precedente.

Il prelievo e deposito della coupling table verrà gestito da due sistemi completamente automatizzati:

- SMO: Sistema di Movimentazione Orizzontale
- SMV: Sistema di Movimentazione Verticale

Si prevede l'azione del sistema SMV solamente in caso di guasto del SMO o in caso di emergenza.

1.5.4 *Target* di produzione e sistema di ionizzazione ed estrazione

Il *target* di produzione dei radioisotopi e il sistema di ionizzazione degli stessi si trovano all'interno della *camera target*, una camera di forma cilindrica, la quale viene termicamente controllata tramite un apposito sistema di raffreddamento.

Le condizioni di esercizio della camera prevedono l'alto vuoto, pressioni dell'ordine di 10⁻⁶/10⁻⁷ mbar, per evitare l'ossidazione dei componenti sottoposti ad elevate temperature. Le condizioni di alto vuoto sono inoltre utili per favorire un aumento del cammino libero medio dei radioisotopi generati

dalla fissione nucleare. La tenuta del vuoto è consentita e garantita dalla presenza di una guarnizione di tipo *O-Ring*.

1.5.4.1 Il target di produzione

Il *target* che consente la produzione dei radioisotopi è formato da sette dischi in UCx, posti in serie rispetto alla direzione del fascio, dello spessore di circa 1 mm ciascuno e diametro pari a 40 mm. I dischi sono distanziati tra loro in direzione assiale, tale distanza consente di dissipare agevolmente per irraggiamento la potenza termica che si sviluppa a seguito della collisione con il fascio di protoni. La *box* contenente i dischi è in grafite, ha la geometria di un tubo cavo con un diametro esterno di 49 mm ed una lunghezza pari a 200 mm, e viene rappresentata in figura 1.9:



Figura 04: Foto del target con i sette dischi in UCx

La *box* contenente il *target* deve lavorare con una temperatura media di circa 2000 °C per ottimizzare l'estrazione dei radioisotopi. È quindi necessario prevedere la presenza di un dispositivo con la funzione di riscaldare e schermare il *target* in quanto la sola potenza riscaldante del fascio non è sufficiente per portare il *target* alle migliori condizioni termiche di esercizio. Inoltre è presente un ulteriore sistema di riscaldamento dedicato ai dischi in UCx, essi infatti devono evitare di subire improvvisi sbalzi di temperatura che sarebbero pericolosi per la loro integrità strutturale.

Il riscaldatore è composto da un tubo molto sottile aderente alla *box* ed alimentato da due ali poste alle due estremità del *target* e direttamente alimentate tramite dei morsetti in rame. La dissipazione di potenza operata dal riscaldatore sommata al calore generato dalle fissioni nucleari risulta quindi sufficiente a mantenere il sistema *target* alle temperature necessarie per il suo corretto funzionamento.

Per consentire al riscaldatore di raggiungere temperature molto elevate tramite effetto Joule, quindi per conduzione di energia elettrica, si è deciso di produrlo in tantalio, metallo che presenta anche una spiccata resistenza alla corrosione. In figura 1.10 si ha una rappresentazione del riscaldatore:



Figura 05: Rappresentazione del sistema di riscaldamento del target

1.5.4.2 Il sistema di estrazione

Il processo di estrazione avviene mediante la linea di trasferimento (*transfer line*), attraverso la quale gli isotopi in uscita dal *target* vengono indirizzati verso la sorgente di ionizzazione (*ion source*) dove sono ionizzati positivamente. La *transfer line* è un tubo sottile di tantalio saldato al riscaldatore ad un'estremità e connesso meccanicamente alla sorgente di ionizzazione all'estremità opposta. Anche il sistema *transfer Line*-sorgente di ionizzazione viene riscaldato per effetto Joule, lavorando tra i 2000 e i 2200 °C. tale sistema viene mantenuto ad elevate temperature per evitare la presenza di punti freddi dove i neutri che la attraversano potrebbero "condensare".

1.5.4.3 Il sistema di ionizzazione

Dopo essere stati estratti dal target, le specie radioattive necessitano di essere ionizzate per poi poter essere accelerate con l'utilizzo di un campo elettrico.

Si definisce potenziale di ionizzazione l'energia necessaria a portare un elettrone della sfera di valenza ad

A seconda del potenziale di ionizzazione dell'elemento, ovvero l'energia che serve per portare un elettrone dalla sua sfera di valenza ad una distanza infinita dall'atomo, possono esservi diversi metodi di ionizzazione.

La sorgente di ionizzazione viene scelta in base alla qualità e l'intensità che si vuole abbia il fascio di ioni radioattivi. Una volta ionizzati i nuclei radioattivi possono essere accelerati.

Di seguito si elencano alcuni tipi di sorgenti di ionizzazione che possono essere implementati nel sistema *Front-End* del progetto SPES:

- SIS (*Surface lon Source*): sorgente di ionizzazione superficiale che si utilizza nel caso in cui sia richiesta una energia relativamente bassa per la ionizzazione. Tale modalità di ionizzazione sfrutta materiali capaci di strappare un elettrone ad un atomo che interagisce con una superficie molto calda. Infatti, l'impatto degli isotopi radioattivi provenienti dal *target* sulla superficie interna della hot cavity causa la ionizzazione.
- RILIS (*Resonant Ionization Laser Ion Source*): sorgente di ionizzazione laser che si utilizza per elementi che presentano un valore intermedio del potenziale di ionizzazione. Tale modalità di ionizzazione usa combinazioni di laser in grado di eccitare gli elettroni più esterni di atomi di un determinato elemento fino alla separazione dell'atomo.
- PIS (*Plasma lon Source*): sorgente di ionizzazione al plasma che si utilizza per elementi che presentano alto potenziale di ionizzazione. Tale modalità di ionizzazione crea un plasma di elettroni estratti da un catodo per effetto termoionico, e accelerati verso un anodo. I neutri che effondono dentro la sorgente sono bombardati da questi elettroni che li ionizzano.

Nella tabella periodica, figura 1.11, vengono illustrate le tipologie di ionizzazione valide per i vari elementi. Gli elementi con Z che va da 40 a 46 non si riescono ad estrarre dal *target* a causa della loro alta refrattarietà e quindi bassa volatilità.

H I				Surfac	e ioni	zation	mech	anism									2 He
з Li	4 Be			Laser	ioniza on imj	tion n pact io	nechar	on me	chanis	m		5 B	6 C	7 N	8 0	9 F	10 Ne
11 Na	12 Mg	1		Not er	dracte	d						13 Al	14 Si	15 P	16 S	17 Cl	18 Ar
19 K	20 Ca	21 Sc	22 Ti	23 V	24 Cr	25 Mn	26 Fe	27 Co	28 Ni	29 Cu	30 Zn	31 Ga	32 Ge	33 As	34 Se	35 Br	28 181
37 Rb	38 Sr	39 Y	40 Zr	41 Nb	42 Mo	43 Tc	44 Ru	45 Rh	46 Pd	47 Ag	48 Cd	49 In	50 Sn	51 Sb	52 Te	8	sa Xe
55 Cs	56 Ba	57 La	72 Hf	73 Ta	74 W	75 Re	76 Os	77 Ir	78 Pt	79 Au	80 Hg	81 TI	82 Pb	83 Bi	84 Po	85 At	86 Rn
87 Fr	88 Ra	89 Ac	104 Unq	105 Unp	106 Unh	107 Uns	108 Uno	109 Une	110 Unn								

*Figura 0*6: Tavola periodica con rappresentazione delle tipologie di ionizzazione necessarie per ottenere i vari elementi

Il sistema di ionizzazione è contenuto all'interno della camera *target*. Tra questa camera ed il Front-End, collegati direttamente tra loro, agisce una differenza di potenziale di 40 kV, per questo è d'obbligo predisporre di un isolante elettrico che impedisca un accidentale contatto con il sistema. Tale valore elevato della differenza di potenziale è necessario per accelerare gli ioni radioattivi che escono dalla sorgente di ionizzazione. Il sistema di accelerazione è composto da un elettrodo in lega di Titanio. Si genera così il fascio di ioni radioattivi di interesse per i test sperimentali. Nella figura 1.12 viene illustrata la disposizione dei sistemi appena descritti, dal *target* al sistema di ionizzazione:



Figura 07: Rappresentazione CAD della camera target contenente il target e il sistema di ionizzazione

1.6 Applicazione dei fasci di ioni esotici

Lo studio dei fasci di ioni esotici trova terreno fertile non solo nel campo della fisica nucleare ma spazia anche nel campo della fisica allo stato solido, dell'astrofisica e della medicina. Vengono ora presentate brevemente le applicazioni per i vari ambiti di ricerca.

1.6.1 Applicazioni in fisica nucleare

In tale ambito il fascio di ioni radioattivi verrà utilizzato:

- In sala sperimentale per dimostrare definitivamente il "Modello Standard", ovvero la teoria che collega l'interazione nucleare forte all'elettromagnetismo e all'interazione nucleare debole;
- Per lo studio e produzione di elementi superpesanti che potrebbero far parte dell'"Isola di Stabilità";
- Per la determinazione delle dimensioni dei nuclei *halo*, ovvero degli atomi *neutron-rich* che presentano una distribuzione di neutroni anomala;
- Per lo studio della struttura di nuclei complessi per dimostrare la fisica dell'interazione tra i quark, creare un modello di comportamento congruente ed applicabile ai nuclei esotici.

1.6.2 Applicazioni in fisica dello stato solido

Gli studi in ambito della fisica allo stato solido si concentrano sull'analisi dei difetti (vacanze interstiziali, impurità atomiche) e dell'attivazione elettrica dei droganti che vengono utilizzati in numerosi semiconduttori. Si vogliono sviluppare dei semiconduttori di dimensioni contenute che presentano elevate caratteristiche elettriche ed ottiche e per questo è necessario avere sotto controllo i difetti, sia intrinseci che estrinseci, dei materiali.

1.6.3 Applicazioni in astrofisica

Le applicazioni in astrofisica tornano utili per la generazione di quegli elementi che vengono sintetizzati durante le differenti fasi di vita delle stelle. Questo studio risulta fondamentale per la ricerca nel campo dell'evoluzione e composizione dell'universo e dei suoi costituenti. È necessario

perciò studiare le reazioni nucleari e misurarne le rese, rilevare le caratteristiche di decadimento di numerosi nuclei ancora sconosciuti al fine di descrivere i processi di nucleosintesi che si svolgono durante il decadimento delle stelle.

1.6.4 Applicazioni in medicina nucleare

C'è spazio anche nel campo della medicina nucleare per le applicazioni con i radioisotopi. Infatti, il progetto SPES, in collaborazione con l'Università e gli ospedali, si sta concentrando anche sulla possibilità di produrre con la tecnica ISOL radioisotopi *neutron-rich* (β ⁻ *emitters*) che possono essere impiegati per produrre radiofarmaci molto promettenti, ad elevata purezza.

1.7 Conclusioni

La ricerca ed i test sperimentali sui fasci radioattivi hanno assunto un ruolo fondamentale nella scienza degli ultimi anni, tanto che la comunità scientifica internazionale si è indirizzata verso la costruzione di numerose *facilities* per la produzione dei fasci. Il progetto SPES, sviluppato presso i Laboratori Nazionali di Legnaro, ne è un esempio e rientra nel progetto di realizzazione di un *facility* europea di tipo ISOL ad elevate prestazioni (progetto EURISOL). Al momento tale progetto prevede la creazione di una *facility* dalle prestazioni "intermedie", ovvero in grado di ottenere 10^{13} *fissioni/s* in un target costituito da 7 dischi in Carburo di Uranio bombardati da un fascio protonico ad elevata energia (40 MeV a 0, 2 mA).

Per raggiungere tali valori di energie è necessario un livello elevato di efficienza e dunque una progettazione dei componenti attenta e precisa. Risulta quindi necessaria la conoscenza delle proprietà strutturali e termiche dei materiali interessati nella costruzione dei vari componenti della *facility*, così da garantire la sicurezza durante l'esercizio degli strumenti evitandone la rottura.

La camera target, e in particolare il target stesso, costituisce una delle parti più sollecitate dell'intera facility in quanto i dischi vengono ingaggiati direttamente dal fascio generando in essi intensi gradienti termici e forti tensioni. In fase sperimentale i dischi utilizzati saranno composti in Carburo di Silicio in quanto presenta caratteristiche simili al Carburo di Uranio che verrà utilizzato nella *facility* definitiva.

Quindi, si devono sviluppare e validare modelli analitici utilizzando specifici software (si vedano i loghi in figura 1.13) che simulino il comportamento durante l'esercizio dei componenti della camera target, per studiare le distribuzioni di temperatura e tensione. I risultati ottenuti saranno poi utili per un dimensionamento, con sufficiente margine di sicurezza, dell'intera *facility*.

PTC[®] **Creo**[®] Parametric



Figura 01: A sinistra si ha il logo del software CAD utilizzato per disegnare e modellare i componenti e a destra si ha il logo del software FEM utilizzato per le simulazioni elettro-termostrutturali dei componenti della camera target

CAPITOLO 2 Target ceramici per il progetto SPES

2.1 Introduzione

Il progetto SPES prevede la progettazione e la costruzione di una facility per la produzione di fasci di ioni radioattivi *neutron-rich*.

Da un ciclotrone si estrae un fascio protonico di intensità 200 μ A e lo si accelera fino ad un'energia di 40 MeV. Questo fascio impatta sui setti dischi in carburo di uranio (ϕ =40mm) costituenti il target, questo si trova in un cilindro di grafite inserito in un riscaldatore in tantalio.

Le specie esotiche nascono dalle fissioni nucleari derivanti dagli urti dei protoni contro i nuclei di ²³⁸U.

L'infrastruttura prevista per il contenimento della *facility* SPES è stata ultimata. Resta da collocare al suo interno i vari componenti della linea, al momento installati in appositi laboratori, per effettuare i primi collaudi. Nella prima fase di test dell'intera facility verranno utilizzati dei target costituiti da dischi in carburo di silicio per limitare il più possibile il livello di radioattività che può generarsi e consentire così la possibilità di rapidi interventi tecnici sull'apparato.

Sempre per una questione di sicurezza nella gestione del fascio e dei sistemi che costituiscono le linee, nella prima fase di collaudo si limiterà l'intensità del fascio a 20 μ A che impatterà su dischi di diametro di 13 mm.

A partire dalla seconda fase si utilizzerà un target in materiale fissile, ovvero il carburo di uranio, utilizzando un fascio con le caratteristiche già definite nella prima fase ($20 \ \mu A = 40 \ MeV$).

Alla fine del collaudo si lavorerà con la configurazione finale prevista per la *facility* SPES, ovvero un fascio di intensità 200 μ A, energia 40 MeV che collide un target in dischi di carburo di uranio di diametro 40 mm.

Il primo target, per la fase di collaudo, sarà composto da dischi in Carburo di Silicio e questo materiale potrebbe essere utilizzato anche in esperimenti successivi a seconda dei fasci RIB richiesti dalla comunità degli utenti sperimentali. Infatti, il Carburo di Silicio si dimostra essere molto utile per la produzione di isotopi *neutron-poor*, come ad esempio ²⁶Al, ²¹Na, ²²Na, ⁷Be, isotopi di notevole interesse in ambito di fisica nucleare teorica ed applicata.

2.2 L'area di produzione SPES

L'area di produzione degli isotopi radioattivi è il nucleo del progetto SPES, è l'area della *facility* dove il fascio di protoni viene convertito in un fascio di ioni radioattivo. Come illustrato nella figura 2.1, si ha in ingresso un fascio primario di protoni PPB e in uscita un fascio di ioni radioattivo RIB:



Figura 2.1: Area di produzione SPES. A partire da sinistra si ha il fascio di protoni (PPB - Primary Proton Beam) che diventa un fascio di ioni radioattivo (RIB - Radioactive Proton Beam) passando per la camera target

L'area di produzione si può considerare composta da due attrezzature fondamentali:

- L'unità TIS (*target-ion source*) che comprende il blocco target, la sorgente di ionizzazione e la camera da vuoto. L'intera unità viene sostituita dopo ogni irraggiamento ed è perciò una parte mobile dell'area di produzione;
- Il *front-end* che costituisce l'insieme di tutti quei componenti che permettono la corretta operatività del gruppo target-sorgente, la produzione ed il trasporto del fascio di ioni radioattivo.

2.2.1 L'unità Target-Ion Source

Come già introdotto precedentemente, l'unità Target-Ion Source è composta da tre elementi:

- Il blocco target
- La sorgente di ionizzazione
- La camera da vuoto

Il blocco *target* è l'area di produzione degli isotopi radioattivi e rappresenta il punto cardine dell'intera *facility*. Esso è composto da tre elementi:

ST TBS 01; è il target, un corpo cavo cilindrico, diametro esterno di 49 mm, lunghezza 200 mm e spessore medio 2 mm, realizzato in grafite (EDM-3 dell'azienda POCO) e formato dall'unione di due gusci semicilindrici. È formato da sette dischi, diametro di 40 mm e spessore 1 mm, realizzati in carburo di uranio e sottoposti in esercizio a temperature variabili tra i 2000 e i 2200 °C. Come si può osservare dalla figura 2.2, i dischi sono opportunamente distanziati tra loro, la distanza varia in funzione della deposizione di potenza del fascio su ciascun disco. Dischi maggiormente sollecitati verranno mantenuti a distanza maggiore per garantire un'uniformità termica nel sistema. Il cilindro contenente i dischi viene delimitato alle estremità da dei dischi in grafite (EDM-3) per isolare il volume contente i dischi in modo da evitare l'eccessiva diffusione degli isotopi all'interno della camera ed allo stesso tempo favorire il mantenimento delle elevate temperature al suo interno limitando la dispersione del calore. In particolare, dall'estremità di ingresso del fascio si vuole dissipare il minor quantitativo possibile di potenza del fascio dunque si posiziona un disco di spessore molto sottile (0,2 mm). All'estremità opposta invece bisogna garantire il completo assorbimento di tutta l'energia del fascio in eccesso e si ha la presenza di tre dischi in grafite, due di spessore 0,8 mm ed uno da 1 mm. Il target risulta completamente isolato, unica apertura è il foro (diametro 10 mm) da cui gli isotopi prodotti escono e vengono direzionati, attraverso la linea di trasferimento, verso la sorgente di ionizzazione.



Figura 2.2: Foto del target SPES, esempio di disposizione dei 7 dischi e posizione del foro per l'estrazione degli isotopi prodotti

• ST_TBS_02: è il riscaldatore, un tubo in tantalio di spessore 2 mm. Alle estremità vengono saldate due ali, fissate ai puntali di alimentazione del riscaldatore tramite morsetti in rame. Il riscaldatore, oltre a mantenere il target a temperature elevate (per effetto Joule con corrente fino a 1300 A), garantisce il corretto allineamento del blocco target all'interno della camera da vuoto con funzione anche di sostegno meccanico. Come si può notare dalla figura 2.3, le ali sono costituite da un pacchetto di lamierini di spessore 0,1 mm per aumentarne la flessibilità e permettere l'espansione termica della box del target senza l'insorgere di tensioni

di compressione e deformazioni locali che possono anche provocare l'incollaggio della box al riscaldatore. Tale contatto provocherebbe la trasmissione di parte della corrente che deve attraversare il riscaldatore direttamente alla box in grafite, diminuendo l'efficacia del riscaldamento;



Figura 2.3: Foto del riscaldatore in tantalio

• ST_TBS_03: è la linea di trasferimento, un tubo in tantalio (diametro esterno *8,8 mm* e spessore *0,4 mm*) saldato al riscaldatore per consentire l'uscita degli isotopi, come si po' vedere nella figura 2.4. La linea di trasferimento deve "trasportare" (direzionare la diffusione) gli isotopi generati nel target alla sorgente di ionizzazione e deve anche alimentare elettricamente questa per aumentarne l'efficienza di esercizio. La linea di trasferimento e la sorgente di ionizzazione devono lavorare ad una temperatura di circa 2000 °C (da effetto Joule con corrente fino a 350 A) dunque gli elementi che compongono tali parti devono essere dimensionati di conseguenza.



Figura 2.4: Foto del riscaldatore con dettaglio sul tubicino in tantalio che funge da linea di trasferimento

Durante i primi test per il collaudo della facility verrà implementata un'altra configurazione del target, illustrata nella figura 2.5, composta da dischi di diametro inferiore (*13 mm*) e da un'ulteriore finestra in grafite nella box *target* per garantire la sicurezza durante i test, ovvero impedire la fuoriuscita dei radioisotopi in caso di rottura di una delle finestre.



Figura 2.5: Configurazione della camera target (a sinistra) e della box target (a destra) per i primi test di collaudo della facility

Il sistema di ionizzazione è stato descritto nel capitolo 1 nelle sue tre diverse configurazioni:

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

La camera da vuoto, che può essere considerata come il nucleo dell'intera *facility*, deve essere facilmente sostituibile tramite un sistema automatico al termine di ogni periodo operativo (15 giorni circa).

La camera da vuoto deve consentire al *target* di produzione e alla sorgente di ionizzazione di lavorare in alto vuoto (*10⁻⁶ mbar*), deve sostenere tali elementi e deve permettere il riscaldamento ed il raffreddamento dei suoi costituenti. In particolare, durante l'esercizio si ha il riscaldamento del blocco target e della sorgente di ionizzazione per passaggio di corrente e si ha l'asportazione della potenza termica prodotta dalle fissioni nucleari grazie al passaggio dell'acqua di raffreddamento.

La camera viene realizzata con delle leghe di alluminio che, rispetto agli acciai, presentano meno problematiche di attivazione in ambiente radioattivo, ovvero hanno una tendenza maggiore nel perdere radioattività.

Inoltre, è fondamentale che la camera da vuoto garantisca il corretto posizionamento ed allineamento dei componenti al suo interno. Il *target* deve essere correttamente investito dal fascio primario e allo stesso tempo il fascio di ioni radioattivi deve essere estratto attraverso la sorgente di ionizzazione. Per asservire a tutte le sue funzioni, la camera da vuoto è stata progettata e composta dalle seguenti parti:

 ST_CHS_01: è un piatto che garantisce il sostegno meccanico della camera ed il sostegno dei suoi componenti tramite puntali in rame, come si può vedere nella figura 2.6. Su di esso è presente il foro per l'uscita del fascio radioattivo. In fase di sostituzione della camera si ha la chiusura di tale foro tramite una valvola da vuoto posta sul retro del piatto. Questo componente viene mantenuto a temperature basse grazie ad un circuito di raffreddamento ad acqua;



Figura 2.6: Piatto per il sostegno meccanico della camera target, su di esso sono fissati i puntali ai quali è collegato il riscaldatore in tantalio

 ST_CHS_02, ST_CHS_03, ST_CHS_04: sono i puntali in rame per il sostegno della sorgente di ionizzazione e del blocco target, figura 2.7. Tali componenti devono essere mantenuti a temperature elevate, attorno ai 2000 °C, perciò devono essere attraversati da elevati correnti per consentire il riscaldamento per effetto Joule. Il rame non è in grado di sopportare le elevate temperature degli elementi a cui è a contatto, dunque i puntali necessitano di un circuito di raffreddamento al loro interno;



Figura 2.7: Dettaglio su un puntale in rame presente nella camera target

 ST_CHS_05: è il coperchio che racchiude il volume che viene tenuto in alto vuoto, figura 2.8. Anche questo elemento viene raffreddato tramite un circuito ad acqua per consentire il dissipamento dell'energia termica che si genera al suo interno. Tale raffreddamento è necessario per garantire l'integrità degli organi di tenuta ed evitare quindi il rischio di rilascio di sostante radioattive nell'ambiente circostante.



Figura 2.8: Foto del coperchio che delimita il volume in alto vuoto della camera target

2.2.2 II Front-End

Il Front-End deve svolgere una pluralità di funzioni atte a garantire la sicurezza durante gli esperimenti e la loro corretta riuscita. Infatti le sue principali funzioni sono quelle di sostegno

meccanico e perfetto posizionamento dei componenti che lo compongono, permettere così l'ingresso e la focalizzazione del fascio verso il *target* e provvedere all'estrazione del fascio radioattivo indirizzandolo verso le altre aree della *facility*. Inoltre, deve fornire l'alimentazione elettrica per il riscaldamento e l'acqua di raffreddamento per i circuiti presenti e garantire l'alto vuoto per il canale radioattivo, il canale protonico e la camera da vuoto.

Si può schematizzare l'intera struttura del front-end come composta da tre unità, come illustrato in figura 2.9: due canali, fascio primario protonico (PPB) e fascio secondario di ioni radioattivi (RIB), ortogonali tra loro, alla cui intersezione è presente la camera da vuoto (contenente il sistema TIS).



Figura 2.9: Foto del front-end presso i LNL e suddivisione dei componenti, l'unità TIS (ST_FRE_02) e le aree per il controllo del fascio PPB e del fascio RIB (rispettivamente ST_FRE_03 e ST_FRE_01)

Il *front-end* è stato progettato per semplificare le operazioni di manutenzione. Per questo motivo lo si può considerare composto da due macro-aree, una fissa ed una mobile:

- ST_FRE_02: è la parte mobile, composta dalla camera da vuoto e dagli elementi ad essa collegati direttamente. È la parte che periodicamente deve essere sostituita perché maggiormente sottoposta ad elevate quantità di radiazioni con conseguente usura e danneggiamento nel tempo. Si prevede di dover sostituire tale aree dopo sette anni di utilizzo.
- ST_FRE_01, ST_FRE_03: è la parte fissa, composta dalle strutture per il trasporto dei fasci in ingresso e in uscita dalla camera da vuoto. Tale parte è soggetta ad un'esposizione inferiore alle radiazioni e le sue funzioni elettro-termo-strutturali non dovrebbero subire delle variazioni nel tempo tali da compromettere il funzionamento della *facility*.

2.2.3 Requisiti e prestazioni di un target ISOL

Le specie prodotte, tramite una *facility* di tipo ISOL, e la loro quantità, dipendono dalle caratteristiche del fascio primario e del *target*, in particolare del materiale di cui è costituito. Infatti, gli isotopi radioattivi si generano per reazioni nucleari che avvengono per collisione di un fascio primario protonico contro un bersaglio. Nella figura 2.10 viene presentata, a titolo di esempio, una mappa delle specie prodotte con l'utilizzo di un target in UC_x:



Figura 2.10: Mappa di produzione degli isotopi utilizzando il target in UC_x

L'intensità degli isotopi prodotti viene descritta dalla relazione 2.1:

$$I_{produzione} = \varphi \cdot \sigma \cdot N_{target}$$
 2.1

Dove:

- φ è l'intensità del fascio primario (*mA* o μA)
- σ è la sezione d'impatto del fascio con il *target*
- *N_{target}* è il numero di atomi *target* per unità di area

Ci sono diverse tipologie di reazioni nucleari per la generazione di isotopi, ovvero per collisione di un fascio contro un bersaglio:

 Fissione: è un processo in cui il nucleo di un elemento chimico pesante decade in frammenti di minori dimensioni, ovvero in nuclei di atomi a numero atomico inferiore, con emissione di una grande quantità di energia e radioattività, come illustrato in figura 2.11:



Figura 2.11: Schematizzazione del processo di fissione nucleare

 Spallazione: rappresenta l'effetto del bombardamento atomico con particelle di energia molto elevata (oltre 100 MeV): tale fenomeno può descriversi come una particella che colpendo il nucleo continua a colpire tutto ciò che incontra sul suo tragitto, come si vede nella figura 2.12. Questo particolare meccanismo può essere utilizzato per produrre isotopi proton-rich;



Figura 2.12: Schematizzazione del processo di spallazione

- Frammentazione: è una reazione indicata per la produzione di isotopi con tempo di dimezzamento molto breve. Infatti, avviene per collisione di un fascio protonico ad alta energia contro un target con conseguente formazione di "proiettili di frammentazione". Questi vengono a loro volta fatti collidere contro un *target* stabile;
- Reazione diretta: è una reazione nucleare che avviene senza la presenza di materiale fissile, quindi con limitata produzione di isotopi rispetto alle altre tipologie sopra descritte.

A seguito della reazione che porta alla produzione di radionuclidi, si ha la loro "diffusione". Questo moto ha direzione, verso e velocità che dipendono dalla temperatura di esercizio e dalla microstruttura del bersaglio.

Contemporaneamente si ha anche la "effusione" degli isotopi, ovvero la loro dispersione nel volume della box target finché non raggiungono l'ingresso per la sorgente di ionizzazione.

Si definisce il "tempo di dimezzamento" o "di emivita" *r* di un isotopo radioattivo come il tempo occorrente perché la metà degli atomi di un campione puro dell'isotopo decadano in un altro elemento. Infatti, durante i processi di diffusione ed effusione si ha anche il decadimento degli isotopi, più breve è il tempo di dimezzamento e più instabile è l'isotopo.

Ovviamente, come per tutti i processi di produzione, anche quello di generazione degli isotopi è caratterizzato da un rendimento. In questo caso il rendimento rappresenta la capacità di sfruttare il maggior numero di isotopi prodotti, cioè cercare di generare isotopi con tempo di dimezzamento sufficientemente alto. Tenendo conto di questa efficienza, l'equazione che fornisce il valore dell'intensità del fascio RIB è la 2.2:

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

Dove ϵ è il rendimento dell'intero processo ISOL. Tale rendimento è quello complessivo e tiene conto di tutti i processi che avvengono durante la produzione degli isotopi, equazione 2.3:

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

Dove:

- ε_{ritardo} è legato ai processi di diffusione ed effusione e dunque dalla probabilità di estrarre un dato isotopo prima che decada;
- ε_{ionizzazione} è il rendimento del processo di ionizzazione di un dato isotopo;
- ε_{trasporto}, ε_{raffreddamento}, ε_{breeding}, ε_{post-accelerazione} sono i rendimenti dei processi che avvengono a valle del sistema target-ion source e si possono definire tutti insieme come efficienza post-target.

La corrente di ioni in funzione del tempo può essere descritta con l'equazione 2.4:

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

Dove:

- *p(t)* è la "funzione di rilascio", rappresenta la probabilità che un atomo generato all'istante *t=0* sia rilasciato dalla sorgente di ionizzazione;
- e^{-λt} è il contributo di decadimento per gli isotopi radioattivi;
- λ è la costante di decadimento.

Il rendimento nel rilascio degli isotopi dipende dalle condizioni di esercizio del sistema, dalla microstruttura del materiale *target* e dalle sue caratteristiche. Si ha un aumento del rendimento nei seguenti casi:

- utilizzando target in materiali con dimensione del grano inferiore;
- facendo avvenire i processi con la temperatura più alta possibile e sostenibile dai componenti;
- utilizzando target in materiali con bassa densità;
- utilizzando target in materiale dotato di bassa entalpia di assorbimento;
- riducendo il numero di collisioni che avvengono;
- utilizzando un materiale che presenti una sufficiente densità di nuclei target;
- utilizzando target in materiali dotato di elevata emissività;
- utilizzando target in materiale tale per cui l'interazione tra i propri nuclei ed il fascio si verifichi lungo un'elevata sezione trasversale per la reazione desiderata;
- evitando la presenta di impurità nel materiale come masse simili ai nuclei target che causerebbero un'inutile perdita di potenza del fascio.

In particolare, la densità del materiale di cui sarà costituito il *target* è una proprietà fondamentale in quanto per aver un migliore rilascio degli isotopi che si producono per fissione nucleare è sufficiente avere un materiale a bassa densità. Infatti, le porosità sono necessarie per una rapida fuoriuscita degli isotopi dal materiale target in modo da poter sfruttare anche gli isotopi che presentano breve tempo di dimezzamento.

È fondamentale la corretta distribuzione delle porosità e non la loro quantità, importante è che l'isotopo, una volta creato, riesca ad uscire dal materiale fissile e non restare intrappolato al suo interno. Come illustrato nella figura 2.13, la presenza di canali generati da porosità interconnesse è la situazione ottima per i materiali target:



Figura 2.13: Rappresentazione delle porosità in un disco in UC_x. I singoli pori (1) intrappolano gli isotopi mentre le porosità interconnesse (2,3) ne facilitano la fuoriuscita

Altre proprietà fondamentali da controllare per favorire il rapido rilascio degli isotopi sono quelle termiche e fisico-chimiche. Spiccano per importanza l'emissività e la conducibilità che caratterizzano il comportamento del *target* in esercizio, ovvero la sua capacità nel dissipare la potenza termica depositata dal fascio e dall'opportuno sistema di riscaldamento presente attorno alla box del *target*. Temperature di esercizio elevate aumentano il rendimento di rilascio di isotopi come si può vedere nella figura 2.14:



Figura 2.14: Diagramma rappresentante gli isotopi di bromo che si ottengono facendo collidere il fascio di protoni contro un target in UC_x al variare della temperatura di esercizio del target

Essendo elevate le temperature di esercizio, è necessario che le proprietà fisico-chimiche, del materiale costituente il target e quelle degli isotopi che si generano, siano differenti tra loro in modo da limitare il più possibile l'interazione isotopo-superficie e l'eventuale assorbimento durante il processo di rilascio.

2.3 Materiali per target ISOL

La produzione di desiderati isotopi radioattivi piuttosto che altri è strettamente legata alla scelta del materiale di cui è costituito il *target* ed al tipo di processo che avviene a seguito della collisione con il fascio primario. Sono numerosi i materiali con cui si può preparare un *target* ISOL, ognuno dei quali consentirà di produrre uno spettro limitato di specie. Alcuni sono indicati per la produzione di isotopi *proton-rich* ed altri per la produzione di isotopi *neutron-rich*. Si forniscono di seguito delle informazioni di base riguardanti le tipologie di materiali che possono essere utilizzati come *target* nelle *facilities* di tipo ISOL:

- Ossidi: vengono utilizzati per la produzione di isotopi proton-rich. Gli ossidi più utilizzati sono HfO₂, ZrO₂, Al₂O₃ CaO e MgO. I target composti da ossidi presentano elevata purezza e si ha un breve ritardo tra la collisione del fascio ed il massimo rilascio degli isotopi radioattivi. Il loro utilizzo richiede particolare attenzione a causa della possibilità che avvengano interazioni chimiche alle alte temperature di esercizio tra il *target* e i componenti che lo circondano, costruiti in grafite e tantalio. Bisogna perciò limitare le superfici di contatto tra i diversi materiali o creare dei rivestimenti in tungsteno o renio per le parti in tantalio;
- Boruri: questi materiali presentano un importante limite nel loro utilizzo, hanno elevato tempo di rilascio degli isotopi prodotti. Per ovviare a tale problema sono stati testati diversi boruri ma si è visto che al diminuire del tempo di rilascio si rilevavano sempre più impurità nel materiale;
- Solfiti: sono materiali poco refrattari e solo alcuni è possibile utilizzarli come *target* ISOL. Vengono usati per la produzione di isotopi *proton-rich* per applicazioni in astrofisica;
- Metalli puri: sono materiali molto utilizzati per la produzione dei *target* e si sfruttano principalmente per lo sviluppo del processo di spallazione. Gli elementi più utilizzati sono quelli che presentano le più elevate temperature massime di esercizio e che permettono un rapido rilascio degli isotopi. Sono sostanzialmente quelli che si trovano nella tavola periodica nei gruppi 4 e 5.

Sono stati implementati anche *target* composti da metalli liquidi. Questi consentono una velocità di diffusione di alcuni ordini di grandezza superiore rispetto ai *target* in metallo solido ma si aumenta notevolmente il rischio di contaminazione. Dunque, per motivi di sicurezza, non verranno utilizzati nella *facility* SPES;

 Carburi: presentano un rapido rilascio degli isotopi a breve emivita, facilitato dalla produzione dei *target* in eccesso di carbonio. Particolare attenzione viene posta al carburo di uranio, materiale fissile più utilizzato per la produzione di *target* ISOL. Infatti, esso permette la produzione di un vasto spettro di isotopi e presenta notevoli proprietà termiche che ne consentono l'uso anche a temperature tali da ottimizzare e velocizzare il processo di diffusione degli isotopi prodotti.

Vista la loro enorme importanza, si approfondirà tale tipologia di materiali nei seguenti paragrafi.

2.3.1 Carburo di Uranio

Il Carburo di Uranio viene utilizzato moltissimo come materiale fissile e ha la possibilità di essere sfruttato in numerose applicazioni. Si riesce a sfruttare questo materiale in diversi ambiti di lavoro in quanto esso presenta differenti forme con diverse proprietà chimiche e termiche:

- UC: è il monocarburo di uranio, la fase più stabile nel range di temperatura che va da quella ambiente fino ai 2500 °C. Presenta notevoli proprietà, ottime per il suo utilizzo come combustibile nucleare, come l'alta densità, alto punto di fusione e conducibilità termica,
- UC₂: è il dicarburo di uranio, sempre stabile alle alte temperature ma per un range inferiore. Infatti è presente tra i 1480 e i 2430 °C, prima nella fase β (basse temperature) poi nella fase α (alte temperature);
- U₂C₃: è il sesquicarburo di uranio, lo si trova stabile tra i 900 e i 1820 °C.

In vista del suo utilizzo come *target* nella *facility* ISOL, è necessario soffermarsi sulle proprietà termiche di questo materiale, nelle sue tre forme di interesse. La conducibilità termica presenta un andamento "piatto" nel range elevato di temperature che copre perciò se ne fornisce un piccolo intervallo di variazione mentre del coefficiente di dilatazione termica si considera solamente un valore medio vista la bassa variazione di questo parametro per i materiali ceramici. Nella tabella 2.1 vengono elencate le caratteristiche dei composti più utilizzati:

	Densità	Temperatura di fusione	Struttura cristallina	Conducibilità termica	Coefficiente di dilatazione		
	[g/cm ³]	[°C]		[W/mK]	[°C-1]		
UC	13,63	2507	CFC	20÷25	1,2·10 ⁻⁵		
UC ₂	11,28	2427	CFC (β) tetragonale (α)	13÷20 (α) 5÷8 (β)	1,8·10 ⁻⁵ (α) 2,5·10 ⁻⁵ (β)		
U_2C_3	12,70	1820	CCC	11÷16	1,2·10 ⁻⁵		

Tabella 2.1: Caratteristiche del carburo di uranio per tre diverse forme di utilizzo

La pressione di vapore è un altro importante parametro da considerare poiché il *target* verrà mantenuto in alto vuoto durante l'esercizio. Bisogna perciò conoscere la tendenza del materiale a passare dalla fase condensata a quella gassosa.

Inoltre, è fondamentale conoscere la reattività chimica dei carburi in vista della produzione dei dischi, bersagli del fascio primario. Infatti, è praticamente impossibile lavorare in un ambiente completamente inerte, privo di ossigeno ed azoto. Queste impurità hanno un effetto stabilizzante del carburo di uranio a temperatura ambiente ma possono anche modificare la geometria della cella elementare.

Per garantire delle ottimali condizioni di lavoro per la corretta produzione dei dischi, senza la presenza di impurità, si utilizzerà una *glove box*, rappresentata in figura 2.15.



Figura 2.15: Foto della glove box presente nel Laboratorio di Chimica presso i LNL

Questa è una camera che presenta ed assicura un'atmosfera inerte e consente la lavorazione manuale delle polveri grazie alla presenza di guanti permanenti accessibili dall'esterno. Per realizzare i dischi *target* della *facility* SPES verranno utilizzate delle polveri di diossido di uranio e di grafite. Mescolate in un mortaio di agata, svilupperanno la reazione 2.5:

$$UO_2 + 6C = UC_2 + 2C + 2CO$$
 2.1

Sarà poi necessario pressare e trattare termicamente le polveri per ottenere dei dischi sufficientemente densi.

Questo tipo di carburo di uranio è già stato testato presso la *facility* HRIBF degli ORNL (*Oak Ridge National Laboratory*) utilizzando la configurazione geometrica innovativa del *target* SPES. I risultati ottenuti sono stati soddisfacenti e stimolanti, confermando le prospettive del progetto SPES.

2.3.2 Carburo di Silicio

Il carburo di silicio è un ceramico di tipo covalente ed è il carburo da più tempo utilizzato. Si ricorda che il legame covalente avviene quando due atomi si legano allorchè realizzano la loro stabilità condividendo un certo numero di elettroni esterni. Gli elettroni condivisi tramite il legame covalente sono delocalizzati intorno ai due atomi, formando una cosiddetta "nube elettronica", cioè uno spazio in cui esiste la possibilità di trovare gli elettroni condivisi.

Il SiC presenta una bassa densità ed una durezza molto elevata, ha una notevole resistenza agli shock termici, visto il basso coefficiente di dilatazione termica e l'elevato valore della conducibilità termica, e ha anche un'elevata conducibilità elettrica. La fusione avviene a circa 2800 °C.

Il suo punto debole è rappresentato dalla resistenza all'ossidazione ma allo stesso tempo l'ossidiazione comporta la formazione di un film di silice superficiale che protegge il materiale da ulteriori reazioni.

Il carburo di silicio presenta due forme allotropiche, rappresentate in figura 2.16, una cubica a facce centrate (β), stabile fino a 2000 °C, ed una esagonale (α), stabile alle più alte temperature.



Figura 2.16: Schematizzazione delle forme allotropiche del carburo di silicio, a sinistra si ha la forma esagonale (α) e a destra la forma a facce cubiche centrate (β)
Il carburo di silicio viene impiegato principalmente come:

- Materiale abrasivo;
- Agente disossidante e alligante di ghise in metallurgia;
- Refrattario;
- Componenti motoristici come alberi, teste di cilindri o pistoni;
- Componenti di turbine come i rotori, gli statori o addirittura le palette;
- Costruzioni meccaniche come i cuscinetti a sfera, figura 2.17.



Figura 2.17: Foto di cuscinetti a sfera realizzati in carburo di silicio

Nella realtà dei Laboratori Nazionali di Legnaro, il carburo di silicio verrà impiegato come materiale costituente il *target* per i primi test di collaudo. In questo lavoro di tesi si studiano due possibili tipologie di SiC, fornite dall'azienda Saint-Gobain. È necessario caratterizzarle sia termicamente che strutturalmente per lavorare in totale sicurezza durante il loro utilizzo come bersaglio. Si riportano ora i dati forniti dall'azienda per i due materiali, tabella 2.2:

	SiC Hexoloy SA	SiC Hexoloy SP		
Densità [g/cm³]	3,10	3,04		
Durezza [kg/mm²]	2800	2800		
Resistenza a flessione 4pt [MPa] (20°C)	380	240		
Modulo elastico [GPa] (20°C)	430	400		
Modulo di Weibull	10	19		
Coefficiente di Poisson	0,14	0,14		
Coefficiente di espansione termica [°C ⁻¹]	4,02 (da 20 a 700 °C)	4,2 (da 20 a 700 °C)		
Conducibilità termica [W/mK]	125,6 (20 °C) 102,6 (200 °C) 77,5 (400 °C)	110 (20°C)		

Tabella 2.2: Proprietà del SiC Hexoloy SA e del SiC Hexoloy SP fornite dalla casa di produzione, la Saint-Gobain [10] [11]

Sono entrambi prodotti per sinterizzazione di polveri oltre i 2000 °C e senza l'applicazione di pressione durante il trattamento. Si presentano dunque nella forma allotropica α . Analizziamo i due materiali un po' più nel dettaglio:

- SiC Hexoloy SA: è denso più del 98%, estremamente duro e a ridotta porosità grazie alla sua struttura a grana fine. È particolarmente resistente alla corrosione, all'erosione, all'usura per strisciamento, alle alte temperature e agli shock termici;
- SiC Hexoloy SP: presenta una frazione di pori nel volume fino al 6% con una dimensione media del poro di 50 μm. Tale materiale presenta delle ottime proprietà lubrificanti. La presenza di pori sferici dispersi nel volume consente di avere dei serbatoi di lubrificante che alimentano il film fluido presente sulla superficie in caso di utilizzo in contatti striscianti.

I dati forniti dalla casa produttrice e le informazioni presenti in letteratura non sono sufficienti per la caratterizzazione dei materiali alle alte temperature, condizioni in cui si troveranno durante l'esercizio. Sfruttando l'apparato sperimentale presente presso i Laboratori Nazionali di Legnaro, nel laboratorio di Alta Temperatura, sarà possibile eseguire misure di temperatura per valori elevati di questa ed eseguire test di rottura dei dischi generando in essi forti gradienti termici radiali. Lavorando poi con il Software Ansys sarà possibile modellare l'apparato, stimare la conducibilità termica utilizzando il *Design Optimization Tool* ed avere una stima delle tensioni in gioco sui dischi al momento della loro rottura. Questo consentirà di svolgere un'analisi statistica delle rotture e caratterizzare strutturalmente i materiali.

Il carburo di silicio Hexoloy SA sarà molto probabilmente quello utilizzato per la creazione dei primi dischi del *target* SPES. Infatti, tale SiC è quello più denso e anche più resistente alle sollecitazioni. La sua elevata densità però può comportare delle difficoltà nell'effusione degli isotopi dal *target*, riducendo il numero di specie prodotte da poter poi studiare a causa dei tempi di dimezzamento in gioco. Fortunatamente gli isotopi di interesse estraibili presentano tempi di dimezzamento sufficientemente elevati per la loro successiva ionizzazione. Inoltre, di tutto lo spettro di isotopi prodotti, solo alcuni sono estraibili utilizzando la sorgente di ionizzazione superficiale e sono rappresentati nella figura 2.18. Di rilievo sono ²⁶AI, ²¹Na, ²²Na, ⁷Be per la ricerca in fisica nucleare ed in astrofisica.



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

2.3.3 Grafite

La grafite è un altro materiale su cui ci si sofferma, per il ruolo fondamentale che assume nel progetto SPES. Essa viene utilizzata per la produzione di più componenti della linea, in particolare la box contenente i dischi target, la finestra ed i dischi per l'assorbimento della potenza di deposito in eccesso del fascio protonico primario. Tale materiale è idoneo a queste funzioni in quanto presenta una elevatissima temperatura di fusione (intorno ai *3500 °C*) e non reagisce chimicamente con i dischi target con cui è a contatto.

La grafite è uno stato allotropico del carbonio, costituito da atomi disposti nello spazio in un reticolo a simmetria esagonale anziché monometrica come nel diamante. Il reticolo della grafite è formato da un insieme di piani paralleli e relativamente distaccati di atomi di carbonio, il che spiega l'aspetto lamellare e la facile sfaldatura dei cristalli naturali di grafite.

La notevole distanza tra i piani, pari a 3,35 Å, indica che fra essi esistono praticamente solo forze di Van der Waals mentre all'interno di ogni strato gli atomi sono collegati tra loro da forti legami covalenti a differenza di quello che avviene nel diamante dove la struttura è tetraedrica e quindi più compatta. Si può cogliere la sostanziale differenza tra le due strutture nella figura 2.19:



Figura 2.19: Confronto tra la struttura tetraedrica del diamante (a sinistra) e la struttura a piani paralleli della grafite (a destra)

La struttura descritta in precedenza spiega le proprietà lubrificanti della grafite, perché i piani, debolmente legati tra loro, possono facilmente scorrere l'uno sull'altro, e ne spiegano altresì la conducibilità elettrica dovuta agli elettroni delocalizzati su tutto il cristallo. La resistenza elettrica è anisotropa, minima parallelamente ai piani e massima in direzione perpendicolare ai piani.

Per la produzione dei componenti della facility in grafite si utilizza la POCO Graphite EDM-3, caratterizzata da grana ultrafine ed un comportamento isotropico. Ha elevata resistenza meccanica ed è facilmente lavorabile alle macchine utensili.

Le proprietà di questo materiale variano con la temperatura, quelle strutturali hanno comportamento opposto rispetto ai classici materiali ceramici, infatti si ha un incremento dei valori di resistenza all'aumentare della temperatura di esercizio. Quindi la temperatura ambiente risulta essere la condizione più critica di esercizio per i componenti realizzati con questo materiale. Nella tabella 2.3 si possono notare alcuni valori caratteristici:

Proprietà	Unità di misura	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	[GPa]	10	Fino al 25% superiore

Tabella 2.3: Proprietà della grafite utilizzata nel progetto SPES [8]

Per le proprietà elettriche e termiche invece l'andamento al variare della temperatura è lo stesso rispetto agli altri materiali comuni. Per la resistività elettrica si ha un andamento decrescente fino a circa 800 °C per poi diventare crescente, il coefficiente di espansione termica presenta un andamento monotono crescente ma non troppo accentuato all'aumentare della temperatura. Mentre la conducibilità termica presenta un andamento monotono decrescente. L'azienda fornisce l'andamento delle curve rappresentanti questi parametri per un range di temperature che va da 0 °C fino a 2500 °C. Tali curve vengono rappresentate nella figura 2.20:



Figura 2.20: Curve di resistività elettrica, coefficiente di espansione termica e conducibilità termica della grafite POCO EDM-3 al variare della temperatura [9]

L'azienda fornisce anche le curve dell'emissività, del calore specifico e di molti altri parametri sempre al variare della temperatura. Per ulteriori informazioni è sufficiente consultare il loro sito web [8].

2.4 Il problema dei gradienti termici sui dischi target

Una volta che la *facility* SPES sarà operativa, il suo componente più sollecitato sarà il *target*. Infatti, il fascio protonico colliderà sui sette dischi costituenti il bersaglio e ne aumenterà notevolmente la temperatura. il problema sostanziale è che l'aumento di temperatura non sarà omogeneo sul singolo disco ma interesserà in maniera più consistente la zona centrale di questo, generando così degli importanti gradienti termici radiali. Per ridurre tale fenomeno si utilizza un riscaldatore in tantalio che provvede ad innalzare la temperatura periferica dei dischi e quindi ridurre l'intensità dei gradienti ma tale sistema non è comunque sufficiente a rendere omogeneo il campo di temperature. La formazione di gradienti termici porta alla nascita di tensioni di trazione come illustrato in figura 2.21:



Figura 2.21: Plot delle temperature e delle rispettive tensioni (prima tensione principale) che si generano sui sette dischi costituenti il target simulando con ANSYS la collisione di un fascio primario di protoni nella configurazione a 200 μA

Le tensioni potrebbero raggiungere livelli critici se non si valutano adeguatamente i parametri di processo e la loro intensità. Ci si concentra quindi sulle caratteristiche del fascio e sulle sue modalità di produzione e deposizione:

- Corrente di fascio: si misura in μ A ed è la quantità di carica elettrica che attraversa una determinata superficie nell'unità di tempo. Ovviamente più alta sarà la corrente e maggiore sarà la potenza di fascio depositata. Il progetto SPES prevede una corrente pari a 20 μ A per la configurazione a bassa potenza (800 W) ed una corrente pari a 200 μ A per la configurazione ad alta potenza (8000 W);
- Energia di fascio: si misura in MeV e quantifica l'energia cinetica dei protoni costituenti il fascio. Anche in questo caso, più alta è l'energia di fascio e maggiore è la potenza depositata sui dischi. Il progetto SPES prevede l'utilizzo di un'energia di fascio pari a 40 MeV in entrambe le configurazioni di esercizio;
- σ di fascio: come in statistica, la σ rappresenta una dispersione di una distribuzione. In questo caso la σ è la dispersione dei protoni sulla superficie dei dischi e la si valuta in mm, ovvero la dimensione fisica dello spot del fascio che contiene il 34% dei protoni, considerando che questi siano distribuiti all'interno del fascio secondo una distribuzione gaussiana. Dunque, all'aumentare della dimensione della σ , aumenta anche la dispersione dei protoni e diminuisce la concentrazione del fascio. Il progetto SPES prevede l'utilizzo di una σ =5 mm per la configurazione a bassa potenza (dischi da 13 mm) ed una σ =7 mm per la configurazione a alta potenza (dischi da 40 mm).

Nella configurazione ad alta potenza bisogna considerare anche il fenomeno del *wobbling*, ovvero la variazione nel tempo della superficie di interazione tra fascio e target. In particolare, tra il *front-end* ed il ciclotrone è presente un *wobbler*, un sistema che consente di variare la posizione del fascio su una circonferenza con una determinata frequenza (r=11 mm ed f=100 Hz) come mostrato in figura 2.22:



Figura 2.22: Schema del fenomeno del wobbling. L'area di collisione del fascio viene fatta variare lungo una circonferenza di raggio r=11 mm in senso anti-orario con frequenza f=100 Hz [7]

Con questa tecnica si ottiene una diminuzione fino al 50% del picco di potenza depositata sul centro del disco, ne segue una diminuzione delle temperature ed una diminuzione dei gradienti termici radiali e delle tensioni da essi generate.

Per la salvaguardia dell'integrità strutturale dei dischi del target è quindi necessario utilizzare dei materiali con elevata resistenza, per sopportare le sollecitazioni derivanti dai gradienti termici radiali, e con notevoli capacità di trasmissione del calore, per ridurre il più possibile l'intensità dei gradienti termici. I materiali candidati per la produzione del target ISOL dovranno avere le seguenti caratteristiche:

 Elevata conducibilità termica per consentire una rapida distribuzione del calore su tutto il volume del disco in modo da rendere il campo di temperature il più possibile omogeneo in direzione radiale e ridurre quindi l'intensità del gradiente, come descritto nella relazione 2.6:

$$\lambda = \frac{\vec{q}}{\nabla T}$$
 2.6

Dove:

- \circ λ è la conducibilità termica;
- \circ \vec{q} è il vettore di flusso termico;
- \circ ∇T è il gradiente di temperatura;
- Basso valore del coefficiente di dilatazione termica in modo da ridurre l'entità della deformazione al centro del disco che comporta l'insorgere di stati di tensione, compressione al centro e trazione in periferia. Il coefficiente di dilatazione varia all'aumentare della temperatura, vedi equazione 2.7, solitamente aumenta con essa, e ciò comporta la formazione di deformazioni variabili radialmente

$$\varepsilon = \alpha \cdot \Delta T$$
 2.7

Dove:

- \circ α è il coefficiente di dilatazione termica lineare;
- \circ ΔT è la differenza di temperatura;
- \circ ϵ è la dilatazione termica;
- Basso modulo elastico perché esso è direttamente proporzionale alle tensioni. Infatti, il modulo di Young è proprio di ogni materiale e relaziona in modo direttamente proporzionale le deformazioni alle tensioni, equazione 2.8:

Dove:

- \circ σ è la tensione;
- E è il modulo elastico;
- \circ ϵ è la deformazione (dilatazione termica in questo caso);

A parità di deformazione, più basso è il modulo di Young, minore sarà la tensione che si genera;

• Elevata resistenza alla rottura per sopportare le tensioni che si generano dalla presenza dei gradienti termici radiali. In particolare, la tensione critica che può portare a rottura il materiale è la prima tensione principale, di trazione in periferia del disco.

2.5 Conclusioni

In questo capitolo ci si è soffermati sulla descrizione della componentistica della *facility* SPES dedicata alla produzione degli isotopi e alla generazione di fasci di ioni radioattivi di elevata intensità e purezza. Il nucleo di tale area è il *target* formato da sette dischi. La scelta del materiale costituente i dischi è fondamentale per avere un elevato rendimento di produzione e garantire l'integrità strutturale durante l'esercizio. È fondamentale la conoscenza delle proprietà microstrutturali, meccaniche e termiche dei materiali di interesse per la produzione del *target*.

Fondamentale è la conoscenza della conducibilità termica dei materiali che deve essere la più elevata possibile in modo da rendere omogenea la distribuzione di temperatura sulla superficie del disco e ridurre i gradienti termici radiali che si sviluppano a seguito della collisione del fascio protonico. È necessario poi che i materiali, possibili candidati per la produzione del target ISOL, abbiano una tensione di rottura sufficientemente alta per sopportare le tensioni che derivano dalla presenza di gradienti termici radiali.

La letteratura è carente di curve e valori delle proprietà di interesse per i materiali candidati, soprattutto nei riguardi delle alte temperature, ovvero fino a 2000 °C. Si ricorre quindi all'utilizzo degli apparati sperimentali e numerici presenti presso i Laboratori Nazionali di Legnaro per avere una stima delle proprietà mancanti ed eseguire una completa modellazione dei processi che avvengono nella box del *target*.

Si deve avere una caratterizzazione termo-strutturale completa per i materiali costituenti i dischi, dunque è indispensabile eseguire dei test per la stima della conducibilità termica e della resistenza a rottura alle alte temperature.

CAPITOLO 3 Stima della conducibilità termica del Carburo di Silicio Hexoloy SP

3.1 Introduzione

Durante l'esercizio della *facility* SPES, il *target*, composto dai sette dischi, viene colpito da un fascio protonico che deposita la sua potenza nel centro dei dischi innalzandone la temperatura, fino a 2000 °C per la configurazione con il carburo di uranio e fino a 1800 °C per la configurazione con il carburo di uranio e fino a 1800 °C per la configurazione con il carburo di silicio. La temperatura non aumenta in maniera omogenea su tutto il volume dei dischi ma si generano degli intensi gradienti in direzione radiale. Questi gradienti termici portano alla formazione di differenti deformazioni e quindi alla nascita di tensioni che possono portare alla rottura catastrofica del *target*. Queste tensioni devono quindi essere valutate per poter progettare adeguatamente i componenti e poter operare in totale sicurezza. In figura 3.1 si riporta a titolo di esempio la distribuzione della prima tensione principale fornita da una simulazione con un software FEM:



Figura 3.1: Esempio di distribuzione della prima tensione principale che si genera sui sette dischi target a causa della presenza di gradienti termici radiali

Per la stima delle tensioni è necessario eseguire test sperimentali ed analisi con modelli termostrutturali, che necessitano in input di tutte le caratteristiche termiche e strutturali del materiale di interesse, tra tutte fondamentale è la conducibilità termica che per prima regola la distribuzione della temperatura sul volume dei dischi.

La conducibilità termica di un materiale è un parametro che varia con la temperatura e sono pochi i dati che si trovano in letteratura, soprattutto per le elevate temperature. È quindi necessario valutare l'andamento della conducibilità termica per i materiali da utilizzare nel target e per questo è stato utilizzato un apposito apparato sperimentale presente nel Laboratorio di Alte Temperature presso i Laboratori Nazionali di Legnaro. Tale apparato consente di riprodurre sui dischi i gradienti termici radiali che si generano durante l'esercizio della *facility*. In parallelo ai test sperimentali si utilizza un software FEM che tramite uno strumento di ottimizzazione permette di stimare la conducibilità termica del materiale testato.

Per l'utilizzo del software è necessario modellare in modo semplice ma efficace l'apparato sperimentale, quindi a livello termico bisogna conoscere e valutare i fenomeni che agiscono. Si riassumono ora i tre fenomeni che regolano lo scambio termico facendo riferimento a come essi entrano in gioco all'interno del *target*:

Conduzione: si manifesta come scambio di calore nell'interno di corpi solidi, liquidi, gassosi, senza movimento apparente di materia ed è dovuta alla cessione di energia cinetica da parte di molecole, in zona a più alta temperatura, verso altre molecole in zona adiacente a più bassa temperatura. Questa modalità di trasmissione di calore si manifesta nel *target* tra i dischi e la box in grafite che li supporta e nei dischi stessi che distribuiscono su tutto il loro volume la potenza termica depositata dal fascio. Tuttavia, tra dischi e box si può considerare

nulla la conduzione termica in quanto le superfici interessate dal contatto si trovano a temperature molto simili tra loro, rendendo trascurabile il flusso termico scambiato.

- Convezione: consiste nel trasporto del calore che si attua in presenza di movimento macroscopico relativo di particelle del fluido. Questa modalità di scambio di calore può essere trascurata in quanto il target lavora in condizioni di alto vuoto (*10⁻⁶ mbar*) dunque non ci sono al suo interno masse macroscopiche di fluido che possono operare trasmissioni di calore.
- Irraggiamento: avviene per propagazione di onde elettromagnetiche nello stesso modo della propagazione della luce. È questa l'unica modalità che effettivamente opera la trasmissione del calore all'interno della box *target*.

Si può quindi considerare, semplificando il modello, che i dischi dissipano l'energia termica solamente attraverso irraggiamento mentre la distribuiscono internamente al loro volume tramite conduzione. Per questo la conducibilità termica è fondamentale per conoscere l'intensità dei gradienti termici che vengono a generarsi in direzione radiale durante l'esercizio del *target*.

3.2 L'apparato sperimentale per la riproduzione dei gradienti termici sui dischi

Per eseguire i test sperimentali sui materiali di interesse per la produzione dei dischi target si utilizza un apparato sperimentale presente presso il Laboratorio di Alte Temperature ai Laboratori Nazionali di Legnaro. Tale dispositivo consente di simulare la formazione dei gradienti termici radiali sui dischi come quelli che verrebbero a generarsi durante l'esercizio della *facility* SPES.

In figura 3.1 viene rappresentato l'apparato sperimentale, composto da una camera per la tenuta del vuoto, un riscaldatore in grafite alimentato dalla corrente passante per i due morsetti in rame. Il provino viene posizionato sopra il riscaldatore, alla distanza voluta, e sostenuto con delle astine. Per velocizzare il riscaldamento del provino si può utilizzare uno schermo da posizionare sopra di esso.



Figura 3.1: Rappresentazione dell'apparato sperimentale presente nel laboratorio di Alte Temperature. A sinistra si vede l'intero apparato con la campana sollevata, in alto a destra si ha un dettaglio sui morsetti in rame e sul riscaldatore in grafite mentre in basso a destra si ha un dettaglio sul posizionamento del provino

Più nel dettaglio, il riscaldatore ohmico in grafite, percorso dalla corrente fornita dai morsetti in rame, si riscalda per effetto Joule. La sua geometria consente di raggiungere temperature elevate (fino a 2000 °C) nella zona centrale consentendo così di realizzare uno spot circolare (diametro 20 mm) che provvede a riscaldare per irraggiamento il provino posizionato sopra. Si vuole ricordare che si ha trasmissione di calore solo per irraggiamento poiché si lavora in alto vuoto.

Con tale tecnica di riscaldamento si generano sui dischi i gradienti di temperatura radiali poiché l'irraggiamento viene concentrato sul centro del provino come mostrato in figura 3.2:



Figura 3.2: Modalità di generazione dei gradienti termici radiali. Il riscaldatore trasmette il calore per irraggiamento concentrandolo sul centro del disco creando così una disomogeneità nella distribuzione della temperatura

I gradienti di temperatura radiale che si formano sul disco comportano la nascita di differenti stati di deformazione sul corpo che generano tensioni che possono portare a rottura il disco stesso. Per descrivere al meglio l'apparato sperimentale, lo si suddivide in sottoassiemi ognuno dei quali opera una precisa funzione:

 La camera da vuoto: è sostanzialmente una campana che appoggiandosi ad una piastra di sostegno separa il suo volume interno dall'ambiente esterno consentendo di raggiungere valori di alto vuoto (fino a 10⁻⁵ mbar). L'alto vuoto è necessario per replicare al meglio le condizioni di esercizio in cui si troveranno i dischi all'interno della box *target* e per limitare la presenza di ossigeno che alle alte temperature comporterebbe l'ossidazione dei componenti.

Per un adeguato raffreddamento del sistema, la campana è percorsa da una serpentina esterna in rame entro la quale scorre acqua mantenuta a temperatura ambiente da un *chiller* esterno all'edificio.

Sulla campana sono presenti due finestre in vetro borosilicato, indicate in figura 3.3, per permettere l'installazione di un pirometro fisso per la rilevazione delle temperature in gioco sul disco durante il riscaldamento e per consentire all'operatore di esaminare l'interno della camera durante i test.



Figura 3.3: Foto dell'apparato sperimentale per la riproduzione dei gradienti termici radiali. Si indica la posizione delle due finestre, una utilizzata per le misure col pirometro e l'altra per l'osservazione della prova

 Il sistema riscaldante: è composto dai morsetti in rame e dal riscaldatore ohmico in grafite POCO EDM-3. Questo, alimentato dai morsetti, viene percorso da corrente e per effetto Joule si scalda ed irraggia il calore sul provino generando su di esso il gradiente termico radiale. Alle estremità del crogiolo sono stati installati due schermi in tantalio per la riflessione di parte della potenza riscaldante irradiata.

A causa delle elevate temperature in gioco, i morsetti in rame sono provvisti al loro interno di un sistema di raffreddamento ad acqua che consente di mantenere la loro temperatura inferiore ai *50* °C anche durante l'esercizio.

L'alimentazione del sistema viene controllata in automatico da un computer presente in laboratorio attraverso un software *Labview* programmato ad hoc per questo apparato. L'operatore deve solamente creare delle rampe per l'esecuzione dei test, di salita e di discesa, composte da valori di tempo (in secondi), tensione (in volt) e corrente (in ampere) che l'alimentatore deve riprodurre. Il controllo dell'alimentazione avviene variando l'intensità della corrente e mantenendo costante la differenza di potenziale a *10 V*, che è il massimo valore imponibile. Durante i tesi sono state usate rampe di corrente fino a *280 A* con step da *5 A*, ognuno della durata di *300 s* che si è visto essere il tempo necessario per raggiungere la stabilità del sistema.

Il software raccoglie tutte le informazioni fornite dagli strumenti di misura installati sull'apparato sperimentale e le scrive in un file di testo oltre a mostrarli in tempo reale in una apposita finestra di controllo come quella mostrata in figura 3.4:



Figura 3.4: Finestra di lavoro del programma Labview che monitora i parametri dell'apparato sperimentale

Il sistema di supporto: è quello che consente il posizionamento del provino alla distanza voluta dal riscaldatore. È composto da delle astine in tungsteno che si trovano infilate in degli appositi fori fatti su una base in grafite. I fori sono stati fatti per accomodare le astine nella configurazione per il sostegno dei provini di diametro 40 mm e nella configurazione da 30 mm. Le astine, nell'estremità a contatto col disco, sono state smussate per rendere il contatto puntuale in modo da limitare al massimo la trasmissione del calore per conducibilità. La base in grafite è collegata ad una piastra in grafite e ad una vite, sempre in grafite, che consente di regolarne l'altezza. Infatti, alzando o abbassando la base si può rispettivamente allontanare o avvicinare il disco al riscaldatore. Tutto il sistema è rappresentato in figura 3.5:



Figura 3.5: Rappresentazione del sistema di supporto del provino. Le astine sono fisse nella base ed è possibile regolare l'altezza di questa tramite una vite

Il sistema per il vuoto: è composto da tutto ciò che consente di mantenere l'alto vuoto all'interno della campana durante i test. La campana che separa il volume interno dall'ambiente esterno, due pompe che creano il vuoto all'interno della campana, gli strumenti per il monitoraggio del valore della pressione e tutti i condotti, i giunti e le valvole. È necessario l'utilizzo di due pompe per arrivare ai valori di pressione desiderati (10⁻⁵ mbar). Dalla pressione atmosferica fino a 10⁻⁴ mbar agisce una pompa rotativa, per ridurre ulteriormente la pressione fino a 10⁻⁵ mbar viene impiegata una pompa diffusiva. In figura 3.6 si possono vedere le due pompe utilizzate per questo apparato:



Figura 3.6: A sinistra di ha una foto della pompa rotativa e a destra una foto della pompa diffusiva, entrambe installate nell'apparato sperimentale presente nel laboratorio di Alte Temperature

Più nel dettaglio, una pompa per vuoto rotativa è un tipo particolare di pompa a vuoto di tipo meccanico. Funziona mettendo in comunicazione un volume a bassa pressione con l'ambiente nel quale si intende fare il vuoto. Il volume a bassa pressione viene quindi riempito con il gas da espellere che viene svuotato all'esterno. È un processo che opera ciclicamente grazie all'uso di meccanismi rotanti a tenuta.

Invece, la pompa a diffusione è una pompa per alto vuoto priva di parti in movimento. Funziona tramite la diffusione dei vapori di un olio a bassa tensione di vapore. L'olio è contenuto in un recipiente inferiore dove viene anche riscaldato. Da tale recipiente diparte un condotto verticale che termina con una serie di ugelli rivolti verso il basso; il tutto è contenuto in un recipiente collegato con la camera dove si deve fare il vuoto e con una pompa ausiliaria a medio vuoto. I vapori di olio escono ad alta velocità dagli ugelli e trascinano le particelle di gas verso il recipiente dove vengono aspirate dalla pompa ausiliaria. I condotti di collegamento con la camera e con la pompa ausiliaria sono muniti di diaframmi e raffreddati, così da far condensare i vapori d'olio evitandone la fuoriuscita.

 Gli strumenti di misura: servono per monitorare i parametri durante lo svolgimento dei test. In particolare, sono presenti dei vacuometri per controllare i valori della pressione all'interno della camera da vuoto e nei condotti che la collegano alle pompe. Si utilizzano poi dei pirometri per la misura locale delle temperature sul disco e per la misura dell'emissività dei materiali al variare della temperatura. Ci sono due tipi di pirometro: uno per le basse temperature (LT - Low Temperature) che ha un range di misure tra i 600 e i 1400 °C ed uno per le alte temperature (HT - High Temperature) che ha un range di misure tra i 1000 e i 3000 °C.

3.3 Conducibilità termica

La conducibilità termica è la proprietà che regola la distribuzione della temperatura in un corpo ed è perciò fondamentale conoscerla per i materiali di interesse e di impiego nel progetto SPES. È la proprietà direttamente collegata alla generazione dei gradienti termici radiali sui dischi.

Ad una data temperatura corrisponde anche una dilatazione del volume del corpo, se su un corpo si è in presenza di un gradiente termico allora si avrà anche la formazione di un campo di deformazioni non uniforme. In particolare, quando una parte di un corpo tende a dilatare più di un'altra si genera uno stato tensionale che, se di entità critica, può portare alla rottura del componente.

Ovviamente per ridurre l'entità di tali tensioni bisogna rendere il campo di temperature il più omogeneo possibile e per fare ciò è necessaria una conducibilità termica molto elevata.

La conducibilità termica se non è nota bisogna determinarla anche per le alte temperature. Esistono diversi metodi per tracciare il suo andamento al variare della temperatura per un materiale di interesse ma ci si concentra prima sulla teoria che descrive tale parametro.

3.3.1 Definizione^[12]

Il passaggio dell'energia tra due zone a temperatura diversa di un corpo solido, liquido o gassoso, senza apprezzabile trasporto di materia, prende il nome di trasmissione di calore per conduzione. La trattazione generale della conduzione termica è fatta su di un modello matematico del corpo fisico continuo, uniforme, isotropo e con caratteristiche fisiche invariabili nel tempo ed indipendenti dalla

temperatura, senza riferimento al meccanismo o ai meccanismi del fenomeno. In figura 3.7 è rappresentata una lastra di materiale compatto con le due superfici piane, parallele, isoterme a temperature diverse T_1 e T_2 costanti:



Figura 3.7: Schematizzazione dei parametri da cui dipende la conducibilità termica

La trasmissione del calore in tale lastra è stata descritta con la relazione 3.1:

$$Q = \lambda S \frac{T_1 - T_2}{l} \Delta \tau$$
 3.1

Dove:

- Q è la quantità di calore
- λ è la conducibilità termica
- S è la superficie interessata
- / è lo spessore
- $\Delta \tau$ è l'intervallo di tempo

Più generalmente si possono considerare due superfici isoterme parallele rispettivamente a temperatura $T \in T + \Delta T$, non necessariamente costanti nel tempo, poste a distanza $x \in x + \Delta x$. Definito il flusso termico come nell'equazione 3.2:

$$q = \lim_{\Delta \tau \to 0} \frac{Q}{\Delta \tau}$$
 3.2

Dunque l'equazione 3.1 può essere scritta in forma differenziale, equazione 3.3:

$$q = -\lambda S \lim_{\Delta \tau \to 0} \frac{Q}{\Delta \tau} = -\lambda S \frac{\partial T}{\partial x}$$
3.3

È questa la formulazione differenziale della legge di Fourier della conduzione termica.

Considerando dunque il flusso termico q e non la quantità di calore Q, si può riarrangiare l'equazione 3.1 e definire la conducibilità termica con la relazione 3.4:

$$\lambda = \frac{q \cdot l}{S \cdot \Delta T} \left[\frac{W}{m \cdot {}^{\circ}C} \right]$$
3.4

Ed è il rapporto tra il flusso di calore ed il gradiente di temperatura che provoca il passaggio del calore.

Nei solidi ci sono due meccanismi principali che regolano il trasporto dell'energia termica e che dunque descrivono il fenomeno della conducibilità termica:

- Il movimento libero degli elettroni
- Le vibrazioni del reticolo cristallino. Gli atomi in un solido sono strettamente uniti tra lodo e un aumento dell'energia vibrazionale dovuta ad un aumento di temperatura si trasmette alle parti adiacenti. Si parla in questo caso di fononi come quanti di energia trasmessa in tale modo.

La conducibilità termica è quindi la somma di due componenti, una elettronica ed una fononica, come descritto nella relazione 3.5:

$$\lambda = \lambda_e + \lambda_f \tag{3.5}$$

In base al valore della conducibilità termica si possono suddividere i materiali in due categorie: quella dei conduttori, caratterizzati da elevata conducibilità termica, e quella degli isolanti, che presentano una conducibilità termica inferiore a 1 *W/m*°C.

Per il *target* del progetto SPES si ha bisogno di materiali ad elevata conducibilità, come la grafite ed il carburo di silicio.

3.3.2 Proprietà termiche per la caratterizzazione

Per caratterizzare termicamente un materiale è necessario stimare l'andamento delle sue proprietà termiche per descrivere il suo comportamento al variare delle condizioni esterne.

In particolare, per modellare un corpo e le sue caratteristiche al variare della temperatura è necessario conoscere la sua densità, il calore specifico e la conducibilità termica. Queste proprietà sono tra loro legate nel descrivere la diffusività termica, secondo l'equazione 3.6:

$$\alpha = \frac{\lambda}{\rho \cdot c} \left[\frac{m^2}{s} \right]$$
 3.6

La diffusività termica è una proprietà specifica del materiale che caratterizza la conduzione non stazionaria del calore. Questa grandezza descrive quanto rapidamente un materiale reagisce a una variazione di temperatura.

Per predire processi di raffreddamento o simulare campi di temperatura, la diffusività termica deve essere nota, è un prerequisito nella risoluzione dell'equazione di Fourier per il trasferimento non stazionario del calore. Dunque, devono essere note le proprietà che permettono di determinarla.

Perché un materiale trasmetta efficacemente il flusso di calore non è solamente sufficiente che esso abbia elevata conducibilità termica ma è anche necessario che esso sia a bassa densità e con basso calore specifico. In questo modo il corpo trasmette il calore a tutto il suo volume invece di immagazzinarlo in un'unica zona densa.

In regime stazionario l'unica proprietà che determina la distribuzione di temperatura di un componente è la sua conducibilità termica. Il calore specifico e la densità determinano solamente il tempo che il corpo impiega a raggiungere la mappa termica definitiva e non i suoi valori.

I test eseguiti presso i Laboratori Nazionali di Legnaro si può considerare che avvengano in regime stazionario, l'apparato sperimentale lavora in controllo di corrente ed ogni step di corrente ha una durata tale da permettere di raggiungere la stabilità termica dei provini. Ci si sofferma dunque sulla stima della conducibilità termica al variare della temperatura.

3.3.3 Metodo della funzione ottima

Presso i Laboratori Nazionali di Legnaro sono stati sviluppati dei metodi per la stima della conducibilità termica, tra i quali il "metodo del gradiente" ed il "metodo della funzione ottima". Quest'ultimo è il metodo più evoluto ed è quello che viene utilizzato per la caratterizzazione dei materiali per il *target*.

Per l'utilizzo di tale metodo si lavora in parallelo con l'apparato sperimentale presente nel laboratorio di Alte Temperature, descritto precedentemente, e con un modello numerico appositamente sviluppato.

In particolare, con l'apparato sperimentale si svolgono dei test non distruttivi sui dischi per raccogliere dei dati sull'andamento della temperatura centrale e periferica. Il test consiste nel far passare corrente ad intensità crescente (step da 5 A) attraverso un riscaldatore ohmico in grafite che si scalda per effetto Joule e per irraggiamento trasmette il calore alla zona centrale del disco che si trova posizionato sopra di esso. In questo modo si ha solo la parte centrale del provino riscaldata tenendo la periferia a temperature inferiori, generando così i gradienti termici radiali. Maggiore è la conducibilità termica del materiale e minore sarà l'intensità del gradiente termico poiché il calore si distribuisce velocemente su tutto il volume del corpo.

Effettuando delle misure col pirometro si rilevano le temperature a durante i vari step di corrente, sia in centro che in periferia, e si determina così il valore del gradiente. Tale valore viene dato in input nel modello matematico, figura 3.8, dove entra in gioco il metodo della funzione ottima che stima il valore della conducibilità termica, in funzione della temperatura, che dovrebbe avere il materiale per generare tali gradienti termici sul corpo testato.



Figura 3.8: Modello CAD (a sinistra) e FEM (a destra) dell'apparato sperimentale. Nel passaggio al modello FEM si danno in input le temperature misurate sperimentalmente

Per utilizzare tale metodo bisogna però prima realizzare un modello matematico dell'apparato sperimentale e calibrarlo in modo che rispecchi il più fedelmente possibile la realtà. Si spiega ora più nel dettaglio il procedimento svolto per l'utilizzo del metodo della funzione ottima:

1. Come prima anticipato, è necessario acquisire sperimentalmente i valori della temperatura del disco ed è questo il primo step da eseguire. Dunque, durante un test non distruttivo, si effettuano delle misure col pirometro in corrispondenza del centro e della periferia del disco, come rappresentato in figura 3.9, e per ogni step di corrente.



Figura 3.9: Rappresentazione dei punti di acquisizione delle temperature con il pirometro

È conveniente rilevare la temperatura in periferia del disco in direzione ortogonale al riscaldatore, dove il gradiente termico è massimo, poiché a causa della sua geometria esso non riscalda il disco in modo uguale lungo tutte le direzioni. Si definisce quindi il gradiente termico con la relazione 3.7:

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

La differenza di temperatura aumenta all'aumentare dell'intensità della corrente riscaldante.

2. Una volta acquisite le temperature, le si danno in input al modello numerico e si avvia la simulazione. Il software agli elementi finiti utilizzato è ANSYS 16.2 nell'ambiente Mechanical APDL. Dopo aver importato in esso il modello CAD dell'apparato sperimentale, si creano le mesh adeguate, si applicano i carichi e le condizioni al contorno e si utilizza il Design Optimization Tool che, avendo in input solamente le temperature di centro e periferia del disco, lavora con un processo iterativo facendo variare i valori della conducibilità termica del materiale del disco finché i valori delle temperature numerico non sono simili ai valori delle temperature sperimentali date in input, con un errore inferiore al 4%.

Per svolgere un problema di ottimizzazione bisogna far riferimento a tutte le variabili in gioco e riordinarle nelle corrette categorie:

- Variabili di stato: sono quelle che fungono da vincolo per l'ottimizzazione;
- Variabili di design: sono variabili indipendenti che possono essere fatte variare per avvicinarsi al design ottimale;
- Variabili obbiettivo: sono le variabili dipendenti che si vuole ottimizzare.

Il processo iterativo lavora utilizzando sempre come primo tentativo il set di dati per cui si ha il minor scarto quadratico tra le temperature sperimentali e numeriche. In particolare, la relazione matematica fa riferimento alla tecnica dei minimi quadrati, equazione 3.8:

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

Dove:

- TCSi: è la temperatura al centro del disco misurata sperimentalmente;
- TPSi: è la temperatura alla periferia del disco misurata sperimentalmente;
- TCNi: è la temperatura al centro del disco misurata numericamente;
- TPNi: è la temperatura alla periferia del disco misurata numericamente.
- 3. Come ultimo step, si leggono i dati in output una volta terminata la simulazione e si ottiene una relazione in forma polinomiale, quadratica in questo studio, equazione 3.9, che descrive la conducibilità termica al variare della temperatura:

$$\lambda = C_0 + C_1 \cdot T + C_2 \cdot T^2 \tag{3.9}$$

Dove:

- λ è la conducibilità termica;
 - C₀, C₁, C₂ sono delle costanti risultati dalla simulazione numerica;
- *T* è la temperatura.

Si ottiene così una stima della conducibilità termica e la caratterizzazione termica del materiale per il regime stazionario. Il procedimento descritto viene rappresentato nello schema a blocchi in figura 3.10:



Figura 3.10: Schema a blocchi del processo iterativo che svolge il Design Optimization Tool applicato alla stima della conducibilità termica

3.4 Modellazione numerica

Lo sviluppo di un modello numerico, opportunamente verificato, è di fondamentale importanza, non solo per la possibilità di stimare le caratteristiche di un materiale, come la conducibilità termica, ma anche per simulare i test eseguiti sperimentalmente e ricavare numericamente tutti i valori di temperature, tensioni, differenze di potenziale che si desiderano ed in qualsiasi parte dell'apparato sperimentale. In poche parole, il modello numerico consente di avere delle stime, con errori contenuti, sul comportamento del sistema.

Tutto ciò torna utile qualora si voglia eseguire dei test di rottura dei provini. Infatti, tramite il modello numerico FEM è possibile risalire alle temperature in gioco al momento della rottura, quindi al gradiente termico che l'ha causata ed il corrispondente valore della tensione esercitata sul corpo in quell'istante. La conoscenza di tale limite strutturale per i dischi è di fondamentale importanza per una corretta progettazione e per l'utilizzo del *target* SPES con un adeguato livello di sicurezza.

Si descrivono ora i modelli CAD e FEM utilizzati, con le rispettive semplificazioni applicate.

3.4.1 Modello CAD

I modelli 3D dell'apparato sperimentale sono stati realizzati con il software *PTC CREO Parametric* 2.0 e poi salvati in formato IGES per permettere la loro importazione nel software FEM.

L'apparato sperimentale è stato semplificato il più possibile per ridurre il peso delle simulazioni ed i tempi di calcolo. Le semplificazioni del CAD vengono compensate con vincoli e carichi applicati sul FEM. Ad esempio, la serpentina di raffreddamento della campana da vuoto non viene rappresentata ed il suo effetto viene ricreato imponendo una temperatura uniforme sul volume della campana.

La geometria dei componenti è stata realizzata con il minor numero possibile di smussi e raccordi per diminuire al massimo il numero delle superfici che dovranno poi essere "meshate" sul software FEM.

In figura 3.11 viene rappresentato l'apparato sperimentale, privo della campana che lo ricopre, realizzato al CAD:



Figura 3.11: Rappresentazione del modello CAD dell'apparato sperimentale per la generazione dei gradienti termici privo della campana da vuoto

Nell'assieme 3D non sono state considerate tutte quelle caratteristiche che non influenzano in alcun modo le temperature e le tensioni in gioco. Quindi non sono state applicate le *features* di accoppiamento tra viti e dadi, non sono stati riprodotti gli organi di tenuta del vuoto, gli strumenti di misura, i canali di collegamento con le pompe. Nell'ambiente FEM viene importato un modello ulteriormente semplificato, privo delle astine che sostengono il disco e privo anche degli schermi in tantalio posizionati sopra il riscaldatore. Infatti, si è visto che la presenza o assenza di questi componenti non modifica in alcun modo i risultati delle simulazioni. Tale modello ulteriormente semplificato è rappresentato in figura 3.12:



Figura 3.12: Rappresentazione del modello CAD semplificato importato nell'ambiente FEM

3.4.2 Modello FEM

Le analisi FEM vengono svolte con il software *ANSYS Mechanical APDL* nelle versioni 16.2, 18.2 e 19.2. In questo ambiente si svolgono ulteriori semplificazioni del modello sempre al fine di ridurre i tempi di calcolo finali.

Il primo passaggio, dopo l'importazione del file IGES, è l'operazione di collegamento dei volumi con il comando *VGLUE*. Questo comando è utile per la riduzione delle aree ed è fondamentale per la realizzazione del contatto termico diretto tra i vari componenti. Infatti, la sua funzione è quella di sostituire due aree a contatto di volumi adiacenti con una sola area di interfaccia. Ciò consente anche la continuità nella creazione della mesh tra aree adiacenti poiché i volumi risultano accoppiati in modo perfetto.

Lo step successivo è quello della scelta degli elementi con cui effettuare la mesh dei volumi. Il tipo di elemento deve rispecchiare lo scopo dell'analisi che si vuole effettuare. In questo caso viene utilizzato l'elemento termo-elettrico SOLID226 per i volumi interessati dal passaggio di corrente e l'elemento termico SOLID90 per i volumi restanti. Entrambi gli elementi sono brick a 20 nodi, la differenza sta nei gradi di libertà: temperatura e tensione elettrica per il SOLID226 e solo la temperatura per il SOLID90.

Nella generazione della mesh si cerca di limitare il numero degli elementi per ridurre i tempi di calcolo. Infatti si stendono mesh fitte dove ci si aspetta forti variazioni di temperatura, come nel riscaldatore, e mesh rade dove si prevede che la temperatura sia pressoché omogenea, come nella campana per il vuoto. La mesh generata è raffigurata in figura 3.13:



Figura 3.13: Rappresentazione della mesh generata sul modello FEM

Per cercare l'ottimo nella dimensione degli elementi, ovvero utilizzare elementi più grandi possibili pur avendo dei risultati della simulazione accurati riducendo però i tempi di calcolo, bisogna eseguire un'analisi di convergenza per ogni volume.

Nell'eseguire il comando per la generazione della mesh è necessario anche definire di che materiale è costituito ogni volume. Le proprietà dei materiali presenti vengono date in input al software tramite delle "macro", ovvero file di testo con l'adeguata formattazione contenenti il valore delle proprietà elettriche, termiche e strutturali al variare della temperatura.

Si passa poi all'imposizione di carichi e condizioni al contorno tra cui anche quelle da impostare per riprodurre le funzioni di tutti quegli elementi che per semplicità non sono stati rappresentati nel modello, come le serpentine di raffreddamento.

In particolare, le condizioni da applicare sono le seguenti:

- Temperatura iniziale pari a 20°C, riproducendo così la temperatura ambiente;
- Temperatura della superficie esterna della campana costante e pari a *18* °C per riprodurre gli effetti della serpentina per il raffreddamento ad acqua;
- Temperatura costante e pari a 18 °C sulle superfici interne dei canali di raffreddamento presenti negli elettrodi;
- Carico di irraggiamento su tutte le superfici libere, ovvero quelle che possono irraggiare il calore. Tale trasmissione è comandata dall'emissività dei materiali che viene fornita come proprietà tramite le macro;

• Per instaurare il passaggio della corrente attraverso gli elettrodi ed il riscaldatore si impone una tensione nulla sulla superficie inferiore di un elettrodo ed il valore di corrente voluto sulla superficie inferiore dell'altro elettrodo.

I carichi impostati sono rappresentati in figura 3.14:



Figura 3.14: Rappresentazione dei carichi imposti al modello numerico

Tra i metodi di trasmissione del calore viene tralasciata la convezione poiché i test avvengono in vuoto (*10-5 mbar*) anche in vista di ulteriori semplificazioni del modello.

Dunque, una volta che è stata realizzata la geometria semplificata del modello, generata la mesh ed imposto le condizioni di esercizio si passa alla soluzione della simulazione.

Essendo una simulazione di tipo elettro-termico si utilizza la modalità di soluzione *transient*. Questa modalità, a differenza di quella *static*, consente di valutare le variazioni dei parametri nel tempo fornendo molte più informazioni. Di contro, i tempi di calcolo saranno molto maggiori.

Inoltre, l'utilizzo della modalità *transient* è particolarmente indicato qualora la simulazione facesse uso del *Radiosity Solver Method*, come avviene in questo caso. Infatti, questo metodo di calcolo regola le leggi dell'irraggiamento e viene utilizzato quando due o più superfici ricevono ed emettono radiazioni. Risulta quindi indispensabile il suo intervento in questo modello numerico dove la trasmissione del calore per irraggiamento è protagonista.

3.4.3 Risultati numerici

Terminata la soluzione del modello è possibile analizzare i risultati ottenuti. Nella fase di *PostProcessing* è possibile risalire ai valori puntuali della temperatura sul disco e su tutte le superfici presenti nel modello, inoltre per i volumi attraversati da corrente è possibile avere una stima della differenza di potenziale a cui sono sottoposti.

La temperatura è ricavabile come *Nodal Solution* e dall'analisi è possibile avere una sua stima locale. È quindi sufficiente generare un path radiale delle temperature oppure leggere il valore massimo e quello minimo per calcolare l'intensità del gradiente termico. In figura 3.15 è rappresentato un tipico campo di temperatura che viene a generarsi sul disco:



Figura 3.15: Rappresentazione di un tipico campo di temperatura ricavato da una simulazione FEM del riscaldamento del disco tramite l'apparato sperimentale presente nel laboratorio di Alte Temperature

Questo sarà l'unico modo per conoscere le differenze di temperatura radiali nei dischi durante le prove di rottura poiché l'apparato sperimentale dispone di una sola finestra per la misura con il pirometro. Inoltre, lo strumento non esegue una misura puntuale della temperatura ma ne calcola la media su quella rilevata in uno spot circolare di diametro *4 mm*.

Dalla simulazione FEM, facendo un passaggio *Thermal to Structural*, sarà poi possibile ricavare anche il valore della prima tensione principale agente sul disco al momento della sua rottura.

Riguardo la simulazione utilizzata per la stima della conducibilità termica con il *Design Optimization Tool*, non sarà necessario utilizzare il *PostProcessing* poiché con tale metodo il software rileva automaticamente le temperature sul disco e per ogni step scrive i valori su un file di testo. Al termine del ciclo iterativo il programma si chiude da solo.

3.5 Misure sperimentali e risultati numerici

Per la stima della conducibilità termica del carburo di silicio Hexoloy SP, vista la sua elevata fragilità e bassa resistenza, si è dovuto eseguire due diversi test sperimentali utilizzando due provini diversi. In particolare, con un disco di spessore t=1,2 mm e diametro $\phi=40 mm$, posto a distanza 1 mm dal riscaldatore, sono stati raccolti i valori della temperatura nel range 600 - 900 °C mentre con un disco di spessore t=1,2 mm e diametro $\phi=40 mm$, posto a distanza 1 mm dal riscaldatore, sono stati raccolti i valori della temperatura nel range 600 - 900 °C mentre con un disco di spessore t=1 mm e diametro $\phi=30 mm$, posto a distanza 2,5 mm dal riscaldatore, è stato possibile acquisire valori di temperatura fino a 1300 °C. È stato necessario l'utilizzo del disco di diametro inferiore poiché, essendo la sua estensione radiale ridotta, sono inferiori i gradienti termici che si generano, non portandolo così a rottura come accadeva invece per i dischi di diametro $\phi=40 mm$. Dunque, per ogni provino è stata utilizzata una rampa di riscaldamento diversa, per il disco di diametro inferiori si è arrivati ad una corrente massima di riscaldamento pari a 230 A mentre per il disco di dimetro maggiore si è arrivati ad una corrente di 160 A. Le rampe sono rappresentate nelle figure 3.16 e 3.17:



Figura 3.16: Rampa di riscaldamento e raffreddamento utilizzata per misurare le temperature sul disco di diametro 30 mm nei test non distruttivi



Figura 3.17: Rampa di riscaldamento e raffreddamento utilizzata per misurare le temperature sul disco di diametro 40 mm nei test non distruttivi

Gli step di ciascuna rampa hanno una variazione di corrente di 10 A, fino ai 190 A per il disco di diametro 30 mm e fino a 120 A per il disco di diametro 40 mm, per poi aumentare di 5 A ogni gradino. Si diminuisce il singolo ΔA sia per preservare l'integrità del riscaldatore, che in questo modo subisce delle sollecitazioni ridotte, sia per avere un più accurato controllo sulla variazione della temperatura sul disco. Ogni step ha la durata di 300 s, tempo necessario per raggiungere la stabilità del sistema. Il valore della temperatura viene monitorato di continuo ma nel file di testo di output viene trascritta l'entità di tale valore una volta al minuto. In ogni caso interessa la temperatura massima rilevata ad ogni step, quella a cui si trova il disco una volta raggiunta la stabilità termica. In tabella 3.1 vengono riportate le misure di temperatura rilevate durante la rampa di riscaldamento, sia per il disco di diametro $\phi=40$ mm che per quello di diametro $\phi=30$ mm.

	Diametro 40 mm		Diametro 30 mm	
Corrente	Tcentro	Tperiferia	Tcentro	Tperiferia
(A)	(°C)	(°C)	(°C)	(°C)
120			680	634
125	668	599		
129,8	700	620	742	682
135	733	643		
139,8	764	663	803	727
144,9	796	683		
149,8	827	702	863	770
154,9	859	721		
159,9	890	740	921	810
169,8			978	848
179,9			1035	884
189,9			1090	918
195			1119	936
199,9			1145	952
205,1			1172	968
209,9			1198	983
215,9			1224	998
220,9			1251	1014
225,1			1278	1028
230			1304	1042

Tabella 3.1: Temperature misurate in corrispondenza del centro e della periferia del disco al variare della corrente di alimentazione, per entrambi i dischi. Tali temperature vengono date in input ad ANSYS per la stima della conducibilità termica

Questi valori di temperatura sono quelli che vengono dati in input al software ANSYS per eseguire la stima della conducibilità termica tramite il *Design Optimization Tool*.

3.5.1 Validazione e verifica del modello numerico

Prima di applicare il metodo della funzione ottima è necessario verificare l'attendibilità del modello e la ripetibilità nel valore della temperatura raggiunta dal riscaldatore durante le rampe di riscaldamento in modo da essere certi del suo corretto funzionamento.

Il modello numerico è stato validato in lavori di tesi precedenti andando a variare le proprietà dei materiali e confrontando i risultati ottenuti tra la simulazione FEM, le temperature misurate con il pirometro e la differenza di potenziale generata con l'apparato sperimentale. La validazione si considera raggiunta per un errore tra le misure, numeriche e sperimentali, dei parametri inferiore al 4%. In questo lavoro di tesi ci si è concentrati sul controllo del corretto funzionamento del riscaldatore, inutilizzato da circa 7 mesi, eseguendo un'iniziale calibrazione. Sono stati condotti tre test di riscaldamento misurando la temperatura centrale massima dello spot circolare del riscaldatore in grafite, al variare dell'intensità della corrente che lo attraversava, per verificare la ripetibilità dei valori. Tali valori sono stati poi confrontati con i dati ricavati dall'analisi FEM, raffigurata in figura 3.18:



Figura 3.18: Modello FEM del riscaldatore in grafite. Nell'immagine è raffigurato il campo di temperature che si genera sul riscaldatore con una corrente passante pari a 260 A



Le curve ricavate con le analisi sperimentali e con l'analisi numerica sono visibili in figura 3.19:

Figura 3.19: Rappresentazione delle tre prove di riscaldamento del riscaldatore in grafite per la verifica della ripetibilità dei valori di temperatura raggiunti durante gli step di aumento della corrente di alimentazione

La calibrazione ha fornito i risultati sperati, confermando il corretto funzionamento dell'apparato sperimentale, infatti si vede che le curve dei tre test sono sovrapposte ed i risultati numerici si avvicinano molto a quelli sperimentali, con un errore inferiore al 4% da circa 160 A in poi. Dunque, con apparato funzionante e modello numerico validato, resta solo da definire le proprietà note del materiale da caratterizzare per creare una macro di questi valori.

Anche questo passaggio fa parte della validazione del modello, la simulazione FEM fornirà valori attendibili sul campo di temperatura del disco, e sulle tensioni ad esso associate, solamente se al software vengono fornite le corrette proprietà termo-strutturali del materiale di interesse.

Per creare la macro del carburo di silicio Hexoloy SP si è fatto riferimento alle proprietà fornite dalla casa produttrice, la Saint-Gobain, relative però alle sole caratteristiche misurate a temperatura ambiente. Dunque, vista la carenza di informazioni presenti in letteratura relative al SiC SP, per stimare il suo comportamento alle più alte temperature si è fatto riferimento alle proprietà di un altro carburo di silicio già caratterizzato, il SiC Hexoloy SA.

Più nel dettaglio, si è valutata la variazione percentuale dei valori delle proprietà del SiC SA al variare della temperatura e si è considerata la stessa variazione percentuale anche per le proprietà del SiC SP partendo però da differenti valori delle proprietà definite a temperatura ambiente, fornite dalla casa produttrice.

Tutte le proprietà stimate in questo modo sono pressoché ininfluenti nella stima della conducibilità termica. Ciò che veramente influisce sui risultati è l'emissività del materiale che regola le leggi dell'irraggiamento. Infatti, per i corpi grigi, come i ceramici testati, la legge di Stefan-Boltzmann è la seguente, equazione 3.10:

$$\dot{q} = \varepsilon \cdot \sigma \cdot T^4 \qquad \qquad 3.10$$

Dove:

- \dot{q} è il flusso di calore scambiato per irraggiamento, emesso dal corpo
- ε è l'emissività del corpo grigio
- σ è la costante di Stefan-Boltzmann
- *T* è la temperatura a cui si trova il corpo

L'emissività è stata definita al variare della temperatura con l'utilizzo del pirometro installato nell'apparato sperimentale. Dunque, se ne è definito l'andamento come media ottenuta dai numerosi dati raccolti durante i test. Infine, nel riportare i dati nella macro del materiale si sono scelti quei valori che consentivano di riprodurre al meglio i risultati sperimentali, spaziando tra tutti i dati raccolti. I risultati nella stima dell'emissività sono rappresentati in figura 3.20 e sono quelli utilizzati nella macro:



Figura 3.20: Andamento dell'emissività del SiC Hexoloy SP al variare della temperatura

È stata così stilata quasi tutta la macro del carburo di silicio Hexoloy SP, resta solo da definirne la conducibilità termica e per questo è necessario utilizzare il software ANSYS ed il suo *Design Optimization Tool*.

3.5.2 Utilizzo del metodo della funzione ottima e risultati ottenuti

Per la stima della conducibilità termica del carburo di silicio Hexoloy SP si utilizza il metodo della funzione ottima caratterizzato dall'utilizzo sia dell'apparato sperimentale che di simulazioni numeriche. In particolare, i dati sperimentali vengono dati in input al software.

Essendo uno solo il pirometro installato sull'apparato sperimentale, è necessario svolgere due volte ogni test, la prima volta si misura la temperatura al centro del disco mentre la seconda volta la si misura in periferia, in direzione ortogonale rispetto al riscaldatore dove si sviluppa il massimo gradiente termico.

Come detto in precedenza, per la stima della curva della conducibilità termica per un range di temperature maggiore sono state svolte due simulazioni, una con un disco di diametro ϕ =40 mm ed una con un disco di diametro ϕ =30 mm.

Per ogni simulazione sono state date in input le temperature rilevate col pirometro in corrispondenza del centro del disco ed in periferia a determinati step di corrente. Al termine del processo iterativo comandato da un apposito algoritmo, il software fornisce in output le tre costanti C_0 , C_1 e C_2 che servono per definire la relazione quadratica che descrive l'andamento della conducibilità termica λ al variare della temperatura T, come rappresentato nell'equazione 3.9, riportata qui sotto:

$$\lambda = C_0 + C_1 \cdot T + C_2 \cdot T^2$$
 3.11

	Diametro 30 mm	Diametro 40 mm
C ₀	70,5009279	70,4871505
C ₁	0,0694185	0,0528673
C ₂	0,0000199	0,000009
RQ	14734,787	19157,15

I risultati ottenuti vengono riportati in tabella 3.2, per entrambe le simulazioni eseguite.

Tabella 3.2: Valori delle costanti per la stima della conducibilità termica e dello scarto quadratico minimo ricavati con il Design Optimization Tool nelle simulazioni sia con disco di diametro 30 mm che con disco di diametro 40 mm

Si vuole comunque sottolineare che per raggiungere tali risultati non è sufficiente eseguire una singola simulazione per provino ma se ne eseguono un ingente numero variando ogni volta i valori iniziali delle costanti, valori di primo tentativo, da cui poi il software inizia il processo iterativo. Se i valori forniti come primo tentativo si discostano troppo dalla stima finale, il processo non arriva a convergenza ed è necessario avviare altre simulazioni. Quindi, se la singola simulazione ha una durata di un paio di giorni, la stima effettiva della conducibilità termica si può protrarre anche per settimane.

Vengono ora presentati gli andamenti delle costanti C_0 , C_1 e C_2 e dello scarto quadratico RQ relativi alle simulazioni che hanno portato ai risultati finali.



Figura 3.23: Andamento delle costanti $C_0 \in C_1$ durante le 93 iterazioni eseguite dal modello numerico per la stima della conducibilità termica per il disco in SiC SP di diametro 30 mm



Figura 3.24: Andamento della costante C₂ e dello scarto quadratico RQ durante le 93 iterazioni eseguite dal modello numerico per la stima della conducibilità termica per il disco in SiC SP di diametro 30 mm



Figura 3.25: Andamento delle costanti C_0 e C_1 durante le 84 iterazioni eseguite dal modello numerico per la stima della conducibilità termica per il disco in SiC SP di diametro 40 mm



Figura 3.26: Andamento della costante C₂ e dello scarto quadratico RQ durante le 84 iterazioni eseguite dal modello numerico per la stima della conducibilità termica per il disco in SiC SP di diametro 40 mm

Infine, sono state tracciate le curve che descrivono l'andamento della conducibilità termica per i due provini di diametro diverso, e sono state unite in un unico grafico, figura 3.27, per avere una visione della loro corrispondenza.



Figura 3.27: Andamento della conducibilità termica del SiC Hexoloy SP al variare della temperatura. Nello stesso grafico sono presenti entrambe le curve ricavate con due diverse simulazioni numeriche, una eseguita con un disco di diametro 30 mm e l'altra eseguita con un disco di diametro 40 mm

Come risultato finale si considera l'andamento della curva fornito dai risultati ottenuti con la simulazione eseguita sul disco di diametro ϕ =40 mm per le temperature inferiori e l'andamento fornito dalla simulazione sul disco di diametro ϕ =30 mm per le temperature maggiori.

Per una rapida analisi dei risultati si riportano a confronto gli andamenti delle temperature sul disco ricavate con metodo sperimentale, ovvero con l'utilizzo del pirometro, e con analisi numerica, utilizzando i valori ricavati per la conducibilità termica.

In figura 3.21 si hanno le temperature relative al procedimento di stima della conducibilità termica con il disco di diametro *30 mm*, in figura 3.22 invece si considera il procedimento svolto con l'utilizzo del disco di diametro *40 mm*.



Figura 3.21: Confronto delle temperature ricavate tramite analisi sperimentale ed analisi numerica al variare della corrente di riscaldamento per un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di spessore 1 mm e diametro 30 mm



Figura 3.22: Confronto delle temperature ricavate tramite analisi sperimentale ed analisi numerica al variare della corrente di riscaldamento per un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di spessore 1 mm e diametro 40 mm

Le differenze maggiori si presentano nel confronto delle temperature in periferia del disco, sia per l'analisi condotta con il disco di diametro *30 mm* sia con quella condotta utilizzando il disco di diametro *40 mm*. Sembra essere presente un effetto scala tra l'andamento delle temperature sperimentali e quello delle temperature ricavate con il software Ansys, probabilmente dovuto ad un posizionamento non perfetto del pirometro, con spot di misura più spostato verso il centro del disco in direzione radiale. Inoltre, bisogna anche considerare che in periferia il campo di temperature è molto variabile in direzione radiale ed il pirometro esegue una media delle temperature che misura all'interno di uno spot di diametro *4 mm*.

Per la simulazione condotta con il disco di diametro *30 mm* l'errore tra le temperature è sempre inferiore al *4%* mentre per la simulazione con disco di diametro *40 mm* si accetta un errore superiore, fino quasi al *6%* secondo le considerazioni fatte poco fa.

Per completezza nella trattazione si presenta un confronto di tale andamento della conducibilità termica con quella del carburo di silicio Hexoloy SA, altro materiale di interesse per il progetto SPES e caratterizzato termicamente nel precedente lavoro di tesi. L'andamento delle curve è riportato in figura 3.28:



Figura 3.28: Confronto delle curve della conducibilità termica al variare della temperatura per il carburo di silicio Hexoloy SA ed il carburo di silicio Hexoloy SP

Si osserva in modo immediato che la conducibilità termica per il SiC SP è inferiore rispetto a quella del SiC SA. Ci si aspettava questi risultati solamente dopo aver analizzato la microstruttura dei due materiali. Infatti, il SiC SP essendo caratterizzato da una microstruttura porosa è meno denso rispetto al SiC SA e di conseguenza riuscirà a condurre in maniera minore. Ciò spiega la differenza sostanziale tra le due curve.

3.6 Conclusioni

La caratterizzazione termica dei materiali di interesse per il progetto SPES è fondamentale, conoscendo il campo di temperatura presente sui provini al momento della loro rottura si può risalire alle corrispondenti tensioni di rottura e quindi caratterizzare anche strutturalmente il materiale.

La caratterizzazione termica è direttamente correlata alla conoscenza della conducibilità termica del materiale e per questo presso i Laboratori Nazionali di Legnaro è stato sviluppato un metodo, Metodo della Funzione Ottima, che permette la stima dell'andamento di tale proprietà al variare della temperatura.

Tale metodo prevede l'utilizzo di un apparato sperimentale, presente nel laboratorio di Alte Temperature, che consente di generare dei gradienti termici su dei dischi in materiale di interesse per il progetto. Durante il riscaldamento del provino vengono misurate le temperature in corrispondenza del centro e della periferia e questi dati vengono dati in input al software ANSYS che, simulando il comportamento dell'apparato sperimentale, attraverso il *Design Optimization Tool* consente la definizione di una relazione che descrive l'andamento della conducibilità termica.

In tale lavoro si è stimata, con una relazione quadratica, l'andamento della conducibilità termica per il carburo di silicio Hexoloy SP in un range di temperature che va dai 600 ai 1200°C.

CAPITOLO 4 Prove di rottura di dischi in Carburo di Silicio

4.1 Introduzione

Terminata la caratterizzazione termica dei materiali di interesse bisogna passare a quella strutturale per avere una stima di tutte le proprietà, termiche e meccaniche, necessarie all'esecuzione di una progettazione del *target* SPES in totale sicurezza in modo da non compromettere la sua integrità durante l'esercizio.

Dunque, si svolgono dei test di rottura con l'apposito apparato sperimentale per la generazione di gradienti termici radiali e, dopo una stima analitica del campo di tensione che si genera sui provini, che comporta alcune approssimazioni, tramite il software FEM si ricavano le tensioni agenti sui provini utilizzando l'apposito modello numerico validato in precedenza. Una volta ricavati tutti i valori delle tensioni che hanno portato a rottura i dischi sarà possibile terminare la caratterizzazione dei materiali con un'apposita analisi statistica per la stima della resistenza a rottura.

4.2 Stima analitica dello stato tensionale^[15]

Prima di simulare con software FEM lo stato di sollecitazione dei dischi e ricavare da esso i valori delle temperature in gioco e delle tensioni che si sviluppano è necessario eseguire qualche calcolo analitico per avere un'idea dell'intensità di tali sollecitazioni.

Per avere una stima dello stato tensionale che si sviluppa sui dischi in presenza di intensi gradienti termici radiali è sufficiente sviluppare un procedimento analitico semplificato. Per questo si considera un modello piano che comunque non è molto distante dalle condizioni reali in quanto nei provini testati lo spessore è molto inferiore al diametro.

Si consideri un disco di raggio *R* e spessore *s*, con *s* << *R*, in materiale omogeneo, isotropo ed a comportamento elastico lineare, sottoposto ad un campo di temperature assialsimmetrico con valore massimo al centro e minimo in periferia. Si applica quindi l'ipotesi si stato piano di tensione, trascurando la variazione di temperatura in direzione assiale (σ_z =0), con componenti radiale σ_r e tangenziale σ_{θ} diversi da zero. Infine, si applica l'ipotesi che le componenti di tensione e di deformazione non subiscono variazioni lungo lo spessore.

Dunque, si considera un elementino infinitesimo di disco di estensione radiale dr ed estensione angolare $d\theta$, come in figura 4.1:



Figura 4.1: Rappresentazione dell'elementino infinitesimo di disco che si considera per la trattazione analitica del problema per il calcolo di tensioni generate dalla presenza di gradienti termici radiali

Il campo di deformazione che si sviluppa a seguito di dilatazioni termiche e tensioni viene descritto dalle componenti ε_r , equazione 4.1, e ε_{θ} , equazione 4.2, che vengono definite in coordinate polari secondo la legge di Hooke:

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

$$\varepsilon_{\theta} = \frac{1}{E} \cdot \left[\sigma_{\theta} - \upsilon \cdot \sigma_{r} \right] + \alpha \cdot \Delta T$$
4.2

Si riscrivono le equazioni 4.1 e 4.2 lasciando a secondo membro solamente la quota parte di deformazione data dalle tensioni agenti:

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

$$\varepsilon_{\theta} - \alpha \cdot \Delta T = \frac{1}{E} \cdot \left[\sigma_{\theta} - \upsilon \cdot \sigma_{r} \right]$$
4.4

Si possono quindi isolare le componenti di tensione radiale e tangenziale, come nelle equazioni 4.5 e 4.6:

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

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

Si definisce deformazione, lungo una direzione, il rapporto tra la variazione di una lunghezza e la lunghezza stessa iniziale, per cui si ha:

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

$$4.7$$

$$\varepsilon_{\theta} = \frac{2\pi \cdot (r+u) - 2\pi \cdot r}{2\pi \cdot r} = \frac{u}{r}$$
4.8

Dove u è lo spostamento radiale e r_1 , r_2 sono due punti arbitrari in direzione radiale, come rappresentato in figura 4.2:



Figura 4.2: Rappresentazione dello spostamento radiale u che si ha in seguito alla deformazione in due punti a distanze radiali diverse, r₁ e r₂

Si considera ora l'equazione 4.9 di equilibrio, in coordinate polari, relativa alla direzione radiale:

$$\frac{\delta\sigma_r}{\delta r} + \frac{\sigma_r - \sigma_\theta}{r} + \frac{1}{r} \cdot \frac{\delta\tau_{r\theta}}{\delta\theta} = 0$$
4.9

La componente data dal taglio è nulla in quanto si ha assialsimmetria sia per la geometria che per i carichi applicati. L'equazione 4.9 diventa:

$$\frac{\delta\sigma_r}{\delta r} + \frac{\sigma_r - \sigma_\theta}{r} = 0 \tag{4.10}$$

Si sostituiscono le componenti di deformazione nelle equazioni che descrivono le componenti di tensione:

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

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

E si sostituiscono tali componenti, equazioni 4.11 e 4.12, nell'equazione di equilibrio 4.9:

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

$$4.13$$

Da tale espressione si vuole ricavare *u* in funzione di *r* per definire poi le componenti di deformazione e di tensione. Dunque, si riscrive l'espressione 4.13:

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

$$4.14$$

E la si integra rispetto la variabile r, ottenendo:

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

Integrando nuovamente si ha:

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

$$4.16$$

Sostituendo tale relazione nelle equazioni 4.11 e 4.12, che descrivono le componenti di tensione, si ottiene:

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

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

 C_1 e C_2 sono delle costanti che si determinano applicando le seguenti condizioni al contorno:

- *u=0* quando *r=0*
- $\sigma_r=0$ quando r=R (dove R è il raggio esterno del disco)

Considerando poi che vale la seguente semplificazione:

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

Applicando la prima condizione al contorno si ottiene $C_2=0$.

Imponendo la seconda condizione al contorno si trova invece che C_1 vale:

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

Quindi, sostituendo nelle equazioni 4.17 e 4.18, relative alle componenti di tensione i valori delle costanti appena calcolate, si ottiene:

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

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

$$4.22$$

Dove T rappresenta una funzione di distribuzione radiale della temperatura e dipende dalla distanza r.

Si può quindi determinare l'andamento delle tensioni $\sigma_r e \sigma_{\theta}$ al variare della distanza radiale.

Tali relazioni però risultano molto complicate da utilizzare in quanto si ha una dipendenza dalla temperatura sia per il modulo elastico che per il coefficiente di dilatazione termica. Per questo motivo è utile fare affidamento ad un software FEM che fornisce ad ogni elementino, di una data temperatura, le giuste proprietà del materiale evitando le approssimazioni che fornisce il metodo analitico.

4.3 Procedura sperimentale ed integrazione numerica

Nei test di rottura eseguiti presso il laboratorio di Alte Temperature non è possibile misurare direttamente la tensione agente sui provini sia per la complessità dell'apparato sperimentale che oltretutto lavora in alto vuoto, sia per la geometria stessa del provino e delle condizioni di applicazione del carico. È quindi necessario svolgere un parallelo tra apparato sperimentale ed analisi numerica. Vediamo ora nel dettaglio come sono stati eseguiti i test.

4.3.1 Test di rottura su dischi in Hexoloy SiC SA

Durante questo lavoro di tesi sono state completate le rotture del set di dischi di diametro 40 mm in carburo di silicio Hexoloy SA iniziate in precedenti lavori di tesi. Sono stati svolti 6 test di rottura portati a termine con esito positivo che sono stati utili sia per la verifica del corretto funzionamento dell'apparato sperimentale e del modello numerico, sia per la raccolta degli ultimi dati utili alla caratterizzazione del materiale. Infatti, con un totale di 30 provini è stato possibile svolgere l'analisi statistica per la stima della resistenza a rottura.

4.3.1.1 Modalità di esecuzione dei test

Per l'esecuzione dei test si utilizza l'apparato sperimentale presente nel laboratorio di Alte Temperature. Questo consente di generare intensi gradienti termici radiali sui dischi in carburo di silicio, portandoli a rottura. Per un'ulteriore intensificazione di tali gradienti si utilizza uno schermo in grafite che funge da gabbia per le radiazioni emesse e consente un riscaldamento della zona centrale del disco accentuato. Lo schermo è una corona circolare che ha diametro esterno pari a *30 mm* e un diametro interno pari a *5 mm* creato appositamente per consentire la lettura con il pirometro della temperatura centrale del disco. L'installazione del disco e dello schermo nell'apparato sperimentale è rappresentata in figura 4.3:



Figura 4.3: Posizionamento del disco e dello schermo sull'apparato sperimentale. Il provino viene sostenuto da tre astine ad altezza fissa e centrato rispetto allo spot centrale del riscaldatore. La distanza del disco viene regolata alzando ed abbassando la base di sostegno delle astine

Per la generazione dei gradienti termici si utilizza il riscaldatore in grafite che, per la sua particolare geometria, genera uno spot ad elevata temperatura concentrato sul centro del disco. Dopo aver generato il vuoto all'interno della campana ($10^5 mbar$), il riscaldatore viene percorso da corrente ed il calore viene generato per effetto Joule. In figura 4.4 si può vedere l'apparato sperimentale in funzionamento, la variazione cromatica della superficie del disco, rappresentante il gradiente termico, e la zona centrale del riscaldatore incandescente:



Figura 4.4: Foto scattata durante un test di rottura. Si noti il riscaldatore incandescente e la variabilità cromatica sulla superficie del disco corrispondente al gradiente termico presente

Il SiC Hexoloy SA si è rivelato molto resistente. È stata realizzata una rampa di riscaldamento con un picco di 280 A per poter portare a rottura tutti i dischi. La rampa in salita presenta degli step da 10 A fino ai 200 A per poi passare ad incrementi da 5 A fino ai 280 A di picco. Ogni step ha una durata di 300 s e permette al sistema di stabilizzarsi quasi completamente prima di subire un ulteriore aumento di temperatura.

Si è scelto questo andamento per ridurre gli incrementi termici istantanei alle temperature più elevate, riducendo così il rischio di rotture del riscaldatore per shock termici, e per avere un maggiore controllo della variazione dei parametri di esercizio nell'intorno delle condizioni di rottura.

Per la rampa di discesa sono stati impostati dei decrementi di corrente da 10 A ciascuno, considerando che in caso di raffreddamento si ha una riduzione delle deformazioni e delle tensioni in gioco.

La rampa, nel suo complessivo di salita e discesa, è rappresentata in figura 4.5:



Figura 4.5: Schematizzazione della rampa, utilizzata nei test di rottura del carburo di silicio Hexoloy SA, per il riscaldamento ed il raffreddamento del riscaldatore

Con lo scopo di verificare l'efficacia dell'apparato sperimentale sono stati testati anche i dischi di diametro *30 mm* e solamente 4 test hanno portato alla rottura dei provini. Questo perché il riscaldatore, a causa della sua geometria, non riesce a generare elevati gradienti termici in dischi a diametro ridotto. Sarebbe necessario ridurre le dimensioni dello spot centrale riscaldante sopra cui si posizione il provino. Per l'esecuzione di questi test è stato utilizzato uno schermo di dimensioni ridotte rispetto al precedente, diametro esterno pari a *22 mm* e diametro interno di *5 mm* sempre ai fini dell'utilizzo del pirometro per la misura della temperatura centrale del disco. La rampa per il riscaldamento invece resta la stessa utilizzata anche per i dischi di diametro *40 mm* e rappresentata in figura 4.5.

Una volta preparata la rampa di riscaldamento è possibile avviare i test per la rottura dei provini. La prova è molto semplice, si mette in vuoto l'apparato e con l'aiuto di un calcolatore si incrementa gradualmente l'intensità della corrente riscaldante secondo gli step sopra definiti. All'aumentare della corrente, aumenta la temperatura del riscaldatore ed aumenta anche la quantità di calore irradiata sulla parte centrale del disco generando così delle differenze di temperatura sempre più intense tra centro e periferia. Si raggiunge la rottura quando il provino si trova sottoposto al gradiente di temperatura radiale critico che non è un valore deterministico ma varia da prova a prova.

Al termine della prova si analizzano i dati raccolti dal calcolatore, in particolare i valori di temperatura misurati ad ogni step di corrente. Il pirometro è attivo durante tutto il periodo del test ma dal calcolatore vengono acquisiti solamente 5 valori di temperatura per step, uno al minuto. Per ogni incremento di corrente, l'ultimo di questi valori sarà quello di riferimento perché rappresenta la temperatura centrale massima del disco una volta che esso ha raggiunto l'equilibrio termico.

Per individuare il livello di corrente a cui il provino ha raggiunto la rottura bisogna fare affidamento ai dati di temperatura acquisiti. Infatti, essendo catastrofica la rottura dei materiali ceramici, il disco si frantuma in numerosi pezzi spostandosi dalla zona in cui è stato posizionato inizialmente. In questo modo si vedrà una sostanziale variazione di temperatura tra i valori misurati dal pirometro poiché si ha un istantaneo passaggio dalla misura sulla superficie del provino alla misura sulla superficie del riscaldatore. Tale sostanziale variazione di temperatura sarà visibile per un solo step di corrente riscaldante, appunto quello a cui il disco è sopraggiunto a rottura. Un esempio dei valori di output viene fornito in figura 4.6:
Corrente	Temperatura	
(A)	(°C)	
260,00	1510,00	
260,00	1521,00	
260,00	1521,00	
260,00	1522,00	
260,00	1522,00	
264,80	1538,00	
264,80	1547,00	
264,80	1548,00	
264,80	1547,00	
264,80	1547,00	
269,90	1566,00	
269,90	1575,00	
269,90	1576,00	
269,90	1575,00	
269,90	1575,00	
274,80	1900,00	
274,80	1901,00	
274,80	1900,00	
274,80	1900,00	
274,80	1900,00	
279,90	1919,00	
279,90	1921,00	
279,90	1920,00	
279,90	1919,00	
279,90	1920,00	

Figura 4.6: Esempio dei dati forniti in output dal calcolatore dopo un test di rottura. Ad una variazione notevole di temperatura corrisponde l'istante di rottura del provino ed è quindi possibile risalire così al livello di corrente critico da fornire in input al modello numerico

Conoscere il valore critico della corrente riscaldante è fondamentale per poter simulare le condizioni di rottura con un apposito modello numerico. Dalla simulazione agli elementi finiti sarà poi possibile risalire all'intero campo di temperatura del disco, e non solo la temperatura centrale misurata col pirometro, e al campo di tensioni presente al momento della rottura. Un esempio di campo di temperatura, corrente riscaldante pari a 275 *A* e disco di spessore *1 mm* e diametro *40 mm*, è rappresentato in figura 4.7:



Figura 4.7: Rappresentazione del campo di temperatura presente su un disco in SiC SA di diametro 40 mm e spessore 1 mm dopo una simulazione numerica che è stata condotta con corrente riscaldante pari a 275 A

Il campo di temperatura non ha andamento lineare crescente ma presenta un andamento quasi asintotico in corrispondenza della periferia e del centro del disco. Inoltre, bisogna precisare che il valore massimo del gradiente termico radiale si avrà sulla superficie inferiore del disco, quella che risulta direttamente esposta all'irraggiamento da parte del riscaldatore.

In figura 4.8 viene rappresentato l'andamento della temperatura partendo dalla periferia fino al centro lungo la direzione ortogonale al riscaldatore dove la differenza di temperatura è massima.



Figura 4.8: Andamento della temperatura sulla superficie inferiore del disco dalla periferia al centro. La temperatura è stata ricavata tramite analisi numerica su un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 1 mm e con corrente riscaldante pari a 275 A

A tale andamento della temperatura corrispondono gli andamenti delle tensioni lungo le tre direzioni principali, rappresentate nelle prossime figure:



Figura 4.9: Campo della prima tensione principale e suo andamento dalla periferia al centro del disco ricavato tramite analisi numerica su un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 1 mm e con corrente riscaldante pari a 275 A



Figura 4.10: Campo della seconda tensione principale e suo andamento dalla periferia al centro del disco ricavato tramite analisi numerica su un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 1 mm e con corrente riscaldante pari a 275 A



Figura 4.11: Campo della terza tensione principale e suo andamento dalla periferia al centro del disco ricavato tramite analisi numerica su un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 1 mm e con corrente riscaldante pari a 275 A

Considerando le proprietà strutturali del carburo di silicio, e dei ceramici in generale, gli stati di compressione non sono un problema per l'integrità del provino dunque ci si concentra sugli effetti della prima tensione principale che si presenta con valori elevati di trazione in corrispondenza della periferia del disco.

Caratteristica dei materiali ceramici è la direzione iniziale di propagazione della cricca perpendicolare alla direzione della tensione che ha causato l'innesco della frattura. Questa peculiarità ci torna utile come verifica che la tensione critica che causa le rotture è la prima principale. Infatti, tutte le fratture presentano un tipo andamento a "fontana" con innesco della cricca in periferia e direzione iniziale di propagazione a 90° rispetto alla direzione della prima tensione principale. Un esempio di rottura viene fornito in figura 4.12:



Figura 4.12: Tipica propagazione della frattura a "fontana" che si verifica nei test di rottura dei dischi in carburo di silicio Hexoloy SA. Si noti che la direzione iniziale di propagazione è ortogonale alla direzione di azione della prima tensione principale massima

4.3.1.2 Risultati dei test di rottura

Si vuole ricordare che per il carburo di silicio Hexoloy SA solamente 6 test di rottura su 31 totali sono state eseguite in questo lavoro di tesi, le modalità di esecuzione dei test sono state le stesse, ovvero con disco a distanza *1 mm* dal riscaldatore e con la presenza della schermatura.

Diametro	Spessore	Corrente	Temperatura	Distanza dal
			massima rilevata	riscaldatore
(mm)	(mm)	(A)	(°C)	(mm)
40	1,45	250	1473	1
40	1,3	270	1575	1
40	1,3	275	1593	1
40	1,2	260	1528	1
40	1,2	275	1612	1
40	1,45	270	1634	1

I dati rilevati al momento della rottura dei 6 dischi di diametro 40 mm sono riportati in tabella 4.1:

Tabella 4.1: Dati di output dall'apparato sperimentale relativi ai 6 test di rottura condotti, durante questo lavoro di tesi, sui dischi di diametro 40 mm in carburo di silicio Hexoloy SA

Di questi dati non si è considerato il test riportato nell'ultima riga della tabella per l'analisi dei risultati in quanto il relativo provino presentava delle caratteristiche superficiali differenti rispetto a tutti gli altri dischi, in particolare presentava una superficie lavorata quasi a specchio e dunque il disco stesso aveva una differente emissività rispetto agli altri fornendo delle complicazioni nell'utilizzo del modello numerico.

Come già discusso prima, con tali test è stato possibile verificare il corretto funzionamento dell'apparato sperimentale e del modello numerico ed è stato terminato il set di provini di diametro *40 mm* forniti dall'azienda produttrice Saint-Gobain consentendo così di svolgere tutte le analisi dei risultati con l'utilizzo di più dati e dunque in maniera più accurata e con risultati più attendibili.

Infatti, per l'analisi dei risultati sono stati utilizzati tutti i dati relativi ai 30 test di rottura riproducibili con l'uso del modello numerico, tutti dischi di diametro 40 mm e spessore variabile da 0,5 a 1,45 mm. L'utilizzo di provini con differenti spessori ha permesso di valutare la resistenza del materiale a temperatura media del corpo variabile, maggiore è lo spessore e più alta è la temperatura media di esercizio che può sopportare il disco. Questo perché aumentando lo spessore del disco si ha una diminuzione della sua resistenza termica che comporta la necessità di fornire maggiore potenza termica per generare i gradienti radiali critici.

Quindi, i gradienti termici radiali critici si manifestano a diverse temperature medie di esercizio e, a parità della loro intensità, i provini a spessore inferiore cedono a temperature medie del corpo inferiori.

Tramite analisi FEM, fornendo in input al modello numerico il livello di corrente critico rilevato sperimentalmente, per ogni test è stato possibile valutare il campo di temperatura ed il campo di tensioni presenti sul disco al momento della sua rottura. In particolare, si è considerata la prima tensione principale massima, di trazione, la differenza di temperatura massima, tra centro e periferia del disco e in direzione ortogonale rispetto al riscaldatore, e la temperatura media valutata tra la temperatura massima e minima del corpo.

I dati raccolti per i 30 test analizzati con il modello numerico sono raggruppati nella tabella 4.2:

T centro	T _{periferia}	T media	ΔΤ	σ 1max
(°C) (°C)		(°C)	(°C)	(MPa)
1333	850	1091,5	483	343
1328	822	1075	506	357
1364	834	1099	530	377
1364	834	1099	530	377
1364	834	1099	530	377
1416	871	1143,5	545	372
1401	871	1136	530	384
1452	918	1185	534	394
1433	882	1157,5	551	403
1433	882	1157,5	551	403
1518	932	1225	586	411
1360	893	1126,5	467	335
1391	904	1147,5	487	352
1478	921	1199,5	557	391
1354	919	1136,5	435	313
1386	931	1158,5	455	330
1509	975	1242	534	397
1509	975	1242	534	397
1499	958	1228,5	541	383
1538	986	1262	552	414
1508	999	1253,5	509	380
1537	1010	1273,5	527	397
1565	1020	1292,5	545	413
1593	1030	1311,5	563	430
1620	1040	1330	580	446
1675	1060	1367,5	615	477
1552	1026	1289	526	398
1552	1026	1289	526	398
1580	1036	1308	544	414
1415	989	1202	426	313

Tabella 4.2: Dati ricavati dalle simulazioni numeriche condotte per i 30 test di rottura dei dischi di diametro 40 mm in carburo di silicio Hexoloy SA

Ora si vuole valutare graficamente l'andamento della prima tensione principale al variare della temperatura media del provino al momento della sua rottura, figura 4.13:



Figura 4.13: Andamento della prima tensione principale, valutata alla rottura dei dischi in carburo di silicio Hexoloy SA, al variare della temperatura media del disco

Si nota subito un andamento crescente della curva di interpolazione lineare dei dati, quindi un aumento della tensione massima di trazione sopportabile dal materiale con l'aumentare della temperatura media di esercizio. Tuttavia, appare evidente anche la variabilità della prima tensione principale critica che si presenta in un range di *164 MPa* (*477 MPa* la massima valutata e *313 MPa* la minima) con una variazione di temperatura media di circa *300 °C*.

Si considera anche l'andamento del gradiente di temperatura radiale critico sempre al variare della temperatura media del corpo, figura 4.14:



Figura 4.14: Andamento del gradiente termico radiale massimo, valutato alla rottura dei dischi in carburo di silicio Hexoloy SA, al variare della temperatura media del disco

Si nota anche in questo caso un andamento crescente della curva di interpolazione lineare e l'enorme variabilità dei gradienti termici critici, con una differenza di *180* °C, tra il massimo valutato ed il minimo, su una variazione di circa *300* °C della temperatura media del corpo.

Vista la grande variabilità dei risultati sarà necessario stimare con un'accurata analisi statistica la tensione di rottura di tale materiale ed il corrispondente gradiente di temperatura critico, per questa valutazione si rimanda al capitolo 6.

Per completezza si riportano in tabella 4.3 anche i dati rilevati ai test di rottura dei dischi di diametro 30 mm, dai quali però non è stato ricavato alcun risultato utile.

Diametro	Spessore	Corrente	Temperatura massima rilevata	Distanza dal riscaldatore
(mm)	(mm)	(A)	(°C)	(mm)
30	0,5	225	1489	1
30	0,5	210	1395	1
30	1	250	1549	1
30	1	265	1643	1

Tabella 4.3: Dati di output dall'apparato sperimentale relativi ai 6 test di rottura condotti, durante questo lavoro di tesi, sui dischi di diametro 30 mm in carburo di silicio Hexoloy SA

4.3.2 Test di rottura su dischi in Hexoloy SiC SP

Durante questo lavoro di tesi sono state eseguite anche le rotture del set di dischi di diametro 40 mm in carburo di silicio Hexoloy SP. Sono stati svolti 28 test di rottura portati a termine con esito positivo ai fini della raccolta dei dati utili per la caratterizzazione strutturale del materiale. Tra tutti i test eseguiti ne è stato scartato uno poiché ha visto una rottura anomala del disco, a sollecitazioni molto basse e con una differente propagazione della frattura, causata dalla presenza di un difetto di notevoli dimensioni.

Quindi, con un totale di 27 provini è stato possibile svolgere l'analisi statistica per la stima della resistenza a rottura.

4.3.2.1 Modalità di esecuzione dei test

Anche per l'esecuzione di questi test si utilizza l'apparato sperimentale presente nel laboratorio di Alte Temperature. Questo consente di generare intensi gradienti termici radiali sui dischi in carburo di silicio, portandoli a rottura.

Per portare a rottura i provini di questo materiale non è necessaria un'ulteriore intensificazione di tali gradienti tramite l'utilizzo di uno schermo. L'installazione del disco e nell'apparato sperimentale è rappresentata in figura 4.15:



Figura 4.15: Posizionamento del disco e dello schermo sull'apparato sperimentale. Il provino viene sostenuto da tre astine ad altezza fissa e centrato rispetto allo spot centrale del riscaldatore. La distanza del disco viene regolata alzando ed abbassando la base di sostegno delle astine

Per la generazione dei gradienti termici si utilizza il riscaldatore in grafite che, per la sua particolare geometria, genera uno spot ad elevata temperatura concentrato sul centro del disco. Dopo aver generato il vuoto all'interno della campana (10⁻⁵ mbar), il riscaldatore viene percorso da corrente ed il calore viene generato per effetto Joule.

A differenza del primo materiale analizzato, il SiC Hexoloy SP si è rivelato poco resistente e per questo motivo i provini vengono posizionati ad una distanza dal riscaldatore pari a 2,5 mm in modo da ridurre 'intensità dei gradienti termici generati. Per i test eseguiti sui dischi di spessore maggiore (1 mm e 1,2 mm) è stata realizzata una rampa di riscaldamento con un picco di 230 A, sufficiente a portare a rottura tutti i dischi. La rampa in salita presenta degli step da 10 A fino ai 190 A per poi passare ad incrementi da 5 A fino ai 230 A di picco. Ogni step ha una durata di 300 s e permette al sistema di stabilizzarsi quasi completamente prima di subire un ulteriore aumento di temperatura.

Si è scelto questo andamento per ridurre gli incrementi termici istantanei alle temperature più elevate, riducendo così il rischio di rotture del riscaldatore per shock termici, e per avere un maggiore controllo della variazione dei parametri di esercizio nell'intorno delle condizioni di rottura.

Per la rampa di discesa sono stati impostati dei decrementi di corrente da 10 A ciascuno, considerando che in caso di raffreddamento si ha una riduzione delle deformazioni e delle tensioni in gioco.



La rampa, nel suo complessivo di salita e discesa, è rappresentata in figura 4.16:

Figura 4.16: Schematizzazione della rampa, utilizzata nei test di rottura dei dischi in carburo di silicio Hexoloy SP di spessore 1 mm e 1,2 mm, per il riscaldamento ed il raffreddamento del riscaldatore

Per i test eseguiti sui dischi di spessore inferiore (0,5 mm, 0,6 mm e 0,8 mm) è stata realizzata una rampa di riscaldamento con un picco di 200 A, sufficiente a portare a rottura tutti i dischi. La rampa in salita presenta degli step da 10 A fino ai 160 A per poi passare ad incrementi da 5 A fino ai 200 A di picco. Ogni step ha una durata di 300 s e permette al sistema di stabilizzarsi quasi completamente prima di subire un ulteriore aumento di temperatura.

La rampa, nel suo complessivo di salita e discesa, è rappresentata in figura 4.17:



Figura 4.17: Schematizzazione della rampa, utilizzata nei test di rottura dei dischi in carburo di silicio Hexoloy SP di spessore 0,5 mm, 0,6 mm e 1,2 mm, per il riscaldamento ed il raffreddamento del riscaldatore

Una volta che sono state definite le rampe di riscaldamento si avviano i test. Il procedimento è lo stesso applicato al caso dei provini in SiC SA, si alimenta il riscaldatore a livelli di corrente crescente finché sul disco non si genera il gradiente termico critico che ne causa la rottura. Dal calcolatore sarà possibile valutare il livello di corrente a cui il disco è giunto a rottura.

Conoscere il valore critico della corrente riscaldante è fondamentale per poter simulare le condizioni di rottura con un apposito modello numerico. Dalla simulazione agli elementi finiti sarà poi possibile risalire all'intero campo di temperatura del disco, e non solo la temperatura centrale misurata col pirometro, e al campo di tensioni presente al momento della rottura. Un esempio di campo di temperatura, corrente riscaldante pari a 230 A e disco di spessore 1 mm e diametro 40 mm, è rappresentato in figura 4.18:



Figura 4.18: Rappresentazione del campo di temperatura presente su un disco in SiC SP di diametro 40 mm e spessore 1 mm dopo una simulazione numerica che è stata condotta con corrente riscaldante pari a 230 A

Come ci si poteva aspettare, anche in questo caso il campo di temperatura non ha andamento lineare crescente ma presenta un andamento quasi asintotico in corrispondenza della periferia e del centro del disco. Il valore massimo del gradiente termico radiale si avrà sulla superficie inferiore del disco, quella che risulta direttamente esposta all'irraggiamento da parte del riscaldatore.

In figura 4.19 viene rappresentato l'andamento della temperatura partendo dalla periferia fino al centro lungo la direzione ortogonale al riscaldatore dove la differenza di temperatura è massima.



Figura 4.19: Andamento della temperatura sulla superficie inferiore del disco dalla periferia al centro. La temperatura è stata ricavata tramite analisi numerica su un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 1 mm e con corrente riscaldante pari a 230 A

A tale campo di temperatura corrisponde un campo di tensioni dove, come sottolineato precedentemente, la prima tensione principale è quella critica di cui si deve tener conto. In figura 4.20 si può apprezzare il suo andamento dalla periferia al centro del disco.



Figura 4.20: Campo della prima tensione principale e suo andamento dalla periferia al centro del disco ricavato tramite analisi numerica su un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 1 mm e con corrente riscaldante pari a 230 A

Anche nei dischi in carburo di silicio Hexoloy SP si ha una propagazione della frattura tipica a "fontana", con innesco in una zona del volume sottoposta a trazione e con direzione iniziale di propagazione ortogonale alla direzione di azione della prima tensione principale. Un esempio viene fornito in figura 4.21:



Figura 4.21: Tipica propagazione della frattura a "fontana" che si verifica nei test di rottura dei dischi in carburo di silicio Hexoloy SP. Si noti che la direzione iniziale di propagazione è ortogonale alla direzione di azione della prima tensione principale massima

4.3.2.2 Risultati dei test di rottura

Per l'analisi dei risultati sono stati utilizzati i dati relativi ai 27 test di rottura riproducibili con l'uso del modello numerico, tutti dischi di diametro 40 mm e spessore variabile da 0,5 a 1,2 mm. Come per il SiC SA, l'utilizzo di provini con differenti spessori ha permesso di valutare la resistenza del materiale a temperatura media del corpo variabile, maggiore è lo spessore e più alta è la temperatura media di esercizio che può sopportare il disco. Questo perché aumentando lo spessore del disco si ha una diminuzione della sua resistenza termica che comporta la necessità di fornire maggiore potenza termica per generare i gradienti radiali critici.

Quindi, i gradienti termici radiali critici si manifestano a diverse temperature medie di esercizio e, a parità della loro intensità, i provini a spessore inferiore cedono a temperature medie del corpo inferiori.

Tramite analisi FEM, fornendo in input al modello numerico il livello di corrente critico rilevato sperimentalmente, per ogni test è stato possibile valutare il campo di temperatura ed il campo di tensioni presenti sul disco al momento della sua rottura. In particolare, si è considerata la prima tensione principale massima, di trazione, la differenza di temperatura massima, tra centro e periferia del disco e in direzione ortogonale rispetto al riscaldatore, e la temperatura media valutata tra la temperatura massima e minima del corpo.

I dati raccolti per i 27 test analizzati con il modello numerico sono raggruppati nella tabella 4.4:

T centro	T periferia	T media	ΔΤ	σ _{1max}
(°C)	(°C)	(°C)	(°C)	(MPa)
998	707	852,5	291	174
1207	868	1037,5	339	207
1268	871	1069,5	397	238
1268	871	1069,5	397	238
1235	858	1046,5	377	228
1164	832	998	332	208
1164	832	998	332	208
1096	780	938	316	203
976	723	849,5	253	155
1096	780	938	316	203
1096	780	938	316	203
1129	794	961,5	335	214
1099	751	925	348	220

1036	724	880	312	194
1036	724	880	312	194
976	695	835,5	281	168
1036	724	880	312	194
1005	709	857	296	181
964	672	818	292	171
964	672	818	292	171
932	657	794,5	275	158
964	672	818	292	171
964	672	818	292	171
1171	855	1013	316	197
1207	868	1037,5	339	207
1171	855	1013	316	197
1207	868	1037,5	339	207

Tabella 4.4: Dati ricavati dalle simulazioni numeriche condotte per i 30 test di rottura dei dischi di diametro 40 mm in carburo di silicio Hexoloy SP

Ora si vuole valutare graficamente l'andamento della prima tensione principale al variare della temperatura media del provino al momento della sua rottura, figura 4.22:



Figura 4.22: Andamento della prima tensione principale, valutata alla rottura dei dischi in carburo di silicio Hexoloy SP, al variare della temperatura media del disco

Si nota subito un andamento crescente della curva di interpolazione lineare dei dati, quindi un aumento della tensione massima di trazione sopportabile dal materiale con l'aumentare della temperatura media di esercizio. Tuttavia, appare evidente anche la variabilità della prima tensione principale critica che si presenta in un range di *83 MPa* (*238 MPa* la massima valutata e *155 MPa* la minima) con una variazione di temperatura media di circa *220 °C*.

Si considera anche l'andamento del gradiente di temperatura radiale critico sempre al variare della temperatura media del corpo, figura 4.23:



Figura 4.23: Andamento del gradiente termico radiale massimo, valutato alla rottura dei dischi in carburo di silicio Hexoloy SP, al variare della temperatura media del disco

Si nota anche in questo caso un andamento crescente della curva di interpolazione lineare e l'enorme variabilità dei gradienti termici critici, con una differenza di *150* °C, tra il massimo valutato ed il minimo, su una variazione di circa *220* °C della temperatura media del corpo. Come per il carburo di silicio Hexoloy SA, anche per il carburo di silicio Hexoloy SP sarà necessario stimare con un'accurata analisi statistica la tensione di rottura di tale materiale ed il corrispondente gradiente di temperatura critico vista la grande variabilità dei risultati. Per questa valutazione si rimanda al capitolo 6.

4.4 Valutazione dei gradienti termici radiali come criterio di resistenza^[7]

Se ci si sofferma sull'andamento delle curve di interpolazione lineare e si esegue un confronto grafico tra quella relativa alla prima tensione principale e quella relativa alla differenza di temperatura si può notare un qualche correlazione, come se ci fosse solamente un fattore di scala tra le due.

Tale somiglianza può essere utile per valutare le sollecitazioni a cui è sottoposto il provino direttamente con un'analisi numerica termica, senza passare necessariamente per quella strutturale. Obbiettivo della tesi resta però la caratterizzazione strutturale dei materiali di interesse per il progetto SPES. È dunque doveroso passare per l'analisi numerica strutturale e valutare le tensioni di rottura del materiale.

Si ritiene comunque opportuno soffermarsi brevemente sul possibile utilizzo del gradiente termico radiale come criterio di resistenza alla rottura per possibili sviluppi futuri.

Si presenta nello stesso grafico, figura 4.24, in funzione della temperatura media, l'andamento delle curve di interpolazione lineare della distribuzione della tensione di rottura e del gradiente termico critico valutati per il carburo di silicio Hexoloy SA:



Figura 4.24: Confronto dell'andamento delle curve di interpolazione lineare relative ai valori di tensione di rottura dei provini e ai gradienti termici critici per il carburo di silicio Hexoloy SA, al variare della temperatura media del disco in esercizio

Allo stesso modo si presentano in figura 4.25 anche i dati ricavati per il carburo di silicio Hexoloy SP:



Figura 4.25: Confronto dell'andamento delle curve di interpolazione lineare relative ai valori di tensione di rottura dei provini e ai gradienti termici critici per il carburo di silicio Hexoloy SP, al variare della temperatura media del disco in esercizio

Vista la possibilità di considerare il gradiente termico radiale come criterio di resistenza per i dischi target utilizzati nel processo SPES, nel capitolo 6 verrà eseguita un'analisi statistica basata sulla

distribuzione dei valori critici di tali differenze di temperatura, definendo, come per la tensione di rottura, il valore limite a varie probabilità di sopravvivenza.

4.5 Conclusioni

In questo capitolo è stata trattata la modalità con cui vengono eseguiti i test di rottura dei dischi in carburo di silicio Hexoloy SA e Hexoloy SP al fine di eseguire una caratterizzazione strutturale di questi materiali.

Per lo svolgimento dei test è stato utilizzato l'apparato sperimentale presente nel laboratorio di Alte Temperature che consente di riprodurre degli intensi gradienti termici radiali sui provini. A tali gradienti di temperatura corrispondono delle tensioni di trazione critiche per l'integrità dei provini.

Da tale apparato sperimentale si rileva in output il valore della corrente di riscaldamento critico e la si fornisce come input al modello numerico da cui si estrapolano i valori di temperatura e della prima tensione principale agente sul disco al momento della sua rottura.

Le modalità di esecuzione dei test sono state differenti per i due materiali ma i risultati qualitativi sono stati i medesimi. Infatti, su 30 test sul SiC Hexoloy SA e 27 test sul SiC Hexoloy SP si è sempre riscontrata la stessa modalità di propagazione della frattura, tipica a "fontana", con origine nella zona soggetta a trazione e con direzione iniziale ortogonale alla direzione di azione della prima tensione principale. Inoltre, in entrambi i casi si nota un andamento crescente sia della prima tensione principale sia della differenza di temperatura critica al variare della temperatura media del corpo.

A livello quantitativo invece si è notata una minore resistenza strutturale del carburo di silicio Hexoloy SP rispetto all'Hexoloy SA dovuta al suo processo produttivo che prevede la presenza nel volume di macro-pori che agiscono da difetti critici come si vedrà nel capitolo 5.

Per la stima delle tensioni di rottura di questi due materiali si rimanda al capitolo 6 dove viene svolta un'analisi statistica delle rotture.

CAPITOLO 5 La frattografia: analisi delle superfici di frattura

5.1 Introduzione^[16]

L'analisi delle superfici di frattura nei materiali ceramici è un importante passaggio per poter valutare le cause che ne hanno comportato la rottura. I ceramici appartengono alla famiglia dei materiali fragili, pertanto la loro rottura avviene in campo lineare elastico, in modo catastrofico e non è immediata la localizzazione della parte del componente in cui si è innestata la frattura. Di fatto è sbagliato ritenere che la rottura avvenga nell'area maggiormente sollecitata del componente, in quanto la zona più critica è laddove si ha la peggior combinazione di criticità nella dimensione di un difetto e livello di sollecitazione locale.

È possibile quindi dedurre che la frattura di un pezzo sia controllata dalle dimensioni dei difetti presenti in esso, pertanto per ciascun dato livello di tensione è possibile identificare la dimensione caratteristica di un difetto critico, tale per cui avviene la rottura del componente. La dimensione critica è associabile ad una cricca che ha raggiunto la dimensione massima e può quindi comportare il cedimento istantaneo del componente.

La distribuzione delle tensioni risulta comunque utile per l'identificazione di massima della zona da cui è propagata la cricca, infatti i ceramici sono fragili nel momento in cui vengono sottoposti a trazione mentre se soggetti a compressione hanno un elevatissimo limite di rottura. Una sollecitazione di compressione tende a chiudere le cricche (o difetti come i pori) e impedirne quindi la propagazione.

Dunque, una volta identificata la zona sottoposta a trazione, è necessario analizzare le superfici di frattura di tutti i frammenti che si sono generati. Nei materiali ceramici e nei vetri le superfici di frattura possono fornire diverse informazioni sulle modalità di rottura del componente, lo stato di sollecitazione che l'ha causata, l'origine della cricca e il difetto che l'ha innescata. Entra quindi in gioco la frattografia, ovvero lo studio delle superfici di frattura, in particolare della loro morfologia.

Nella figura 5.1 viene rappresentato un esempio della morfologia caratteristica di un ceramico policristallino:



Figura 5.1: Esempio di superfice di frattura di una barra in materiale ceramico policristallino

In questo capitolo si tratterà prima la teoria della frattografia e poi la sua applicazione sui frammenti dei provini testati presso i Laboratori Nazionali di Legnaro. La frattografia entra in questo ambito per lo studio delle cause di rottura dei provini e la natura dei difetti, con l'obbiettivo di creare anche una relazione tra la dimensione del difetto stesso e la relativa tensione di rottura.

5.2 La frattografia^[16]

La frattografia è la tecnica che stabilisce, mediante osservazione con strumenti ottici, le cause delle fratture nei metalli e nei materiali in genere, e fornisce mezzi e metodi per caratterizzare campioni o componenti fratturati.

Nel caso di utilizzo della frattografia applicata ai materiali ceramici si hanno delle complicazioni in quanto, essendo materiali fragili, i ceramici tendono sempre ad una rottura catastrofica.

Fortunatamente, nonostante i frammenti da esaminare dopo una rottura siano molti, sulla superficie di tali materiali si generano durante la frattura dei chiari segni caratteristici che danno la possibilità di definire in modo intuitivo la natura e la direzione di propagazione della cricca. Inoltre la frattura fragile si verifica con una deformazione plastica minima o addirittura nulla.

Per questo motivo, per molti aspetti, l'analisi frattografica dei ceramici risulta più semplice e intuitiva rispetto a quella dei metalli o dei polimeri e fornisce un numero considerevole di informazioni sulla frattura.

L'analisi delle superfici di frattura dei pezzi di un componente rotto è fondamentale per l'analisi frattografica, tuttavia molte informazioni si possono ricavare anche esaminando le dimensioni e la forma dei pezzi e la modalità di propagazione della frattura. Quest'ultima caratteristica in alcuni casi è sufficiente per identificare la causa che ha portato alla rottura del componente: si può quindi distinguere se le tensioni elevate raggiunte sono di origine termica o puramente meccanica, se lo stato tensionale nella zona critica era uniassiale o multiassiale.

Dunque, ciò che resta da studiare è la morfologia delle superfici di frattura e le modalità di propagazione delle cricche iniziando dall'identificazione della loro origine, come rappresentato in figura 5.2 in cui si raffigura a titolo di esempio una barra in silice fusa rotta dopo essere stata sottoposta a flessione:



Figura 5.2: Esempio di superficie di frattura di una barra in silice fusa

La frattografia nel mondo scientifico è molto riconosciuta per le preziose informazioni che offre sulle rotture dei componenti ma non viene ancora molto utilizzata come supporto nelle prove meccaniche o per lo studio delle caratteristiche dei materiali, come la stima della resistenza a rottura per differenti modalità di carico.

La rilevazione della natura del difetto che ha generato la frattura del componente può essere tanto importante quanto la stima della tensione che ha portato alla rottura. Bisogna quindi sfruttare i segni inequivocabili che la cricca lascia sulla superficie di frattura man mano che propaga, tali segni sono facilmente interpretabili per chiunque e sono la diretta conseguenza di come la sua propagazione venga perturbata dagli stati di tensione presenti nel componente. In figura 5.3 si propone un esempio di superficie di frattura con i suoi segni caratteristici:



Figura 5.3: Superficie di frattura di una barra in silice fusa, si può distinguere il difetto innescante la frattura, le zone di Mirror, Mist e Hackle

Elemento fondamentale dell'analisi frattografica è il riconoscimento delle modalità di frattura del provino. Infatti alcuni tipi di fratture lasciano segni caratteristici sulle superfici di frattura o peculiari forme di frammenti prodotti. Ad esempio, caratteristiche sono le *Hackle Lines* (nervature della superficie facilmente visibili) che irradiano dal *Fracture Mirror*, ovvero dalla zona a specchio che si viene a creare attorno al difetto innescante la frattura. Infatti seguendo le *Hackle Lines* si vedrà che esse convergono tutte in un punto che è appunto l'origine della cricca. Sulla superficie di frattura sono presenti numerosi altri segni caratteristici ma di più difficile individuazione per gli osservatori inesperti.

Solitamente nei ceramici e nei vetri la rottura viene causata dalla prima tensione principale, ma essendo la tensione di rottura, per i materiali fragili, un dato statistico è necessario considerare anche le altre cause che portano alla rottura di componente come la natura del difetto, se di superficie, di volume o di bordo, e la modalità di propagazione della cricca.

L'analisi frattografica infatti non esamina semplicemente le superfici di frattura, ma è l'integrazione di più conoscenze derivanti da una varietà di fonti per risolvere il puzzle di come si è arrivati alla rottura di un componente. I rami di studio in cui si sviluppa la frattografia sono schematizzati nella figura 5.4:



Figura 5.4: Schema riassuntivo delle applicazioni della frattografia

5.3 Analisi della superficie di frattura^[16]

La peculiarità più critica dei materiali ceramici è quella di essere fragili e soggetti a rotture catastrofiche, intese come rotture in una moltitudine di frammenti. D'altro canto la rottura dei materiali fragili avviene con una deformazione plastica sicuramente trascurabile se non totalmente nulla e questo fatto compensa la rottura dei corpi in moltissimi frammenti, lasciando le superfici di frattura ben definite, come si può facilmente notare in figura 5.5, e con una morfologia ricca di tratti caratteristici che possono fornire una miriade di informazioni sulle cause che hanno portato alla rottura e sulle modalità con cui è avvenuta.

Dunque, la frattografia di vetri e materiali ceramici risulta molto più utile e ricca di informazioni rispetto a quella di materiali metallici e polimeri.



Figura 5.5: Esempio di superficie di frattura di un ceramico policristallino. La freccia gialla indica l'origine della frattura

5.3.1 Identificazione dell'origine^[16]

Le superfici di frattura hanno una ricchezza di informazioni tali da poter determinare la causa della rottura di un componente e risalire addirittura all'origine della rottura stessa. I difetti che originano la frattura sono solitamente molto piccoli ed è necessario l'ingrandimento al microscopio. Inizialmente si utilizza un microscopio ottico, alle volte è addirittura sufficiente per una completa caratterizzazione del difetto che ha innescato la cricca, però se il difetto è molto piccolo risulta necessaria un'analisi al SEM.

I segni che contrassegnano la propagazione della cricca presenti sulla superficie di frattura consentono di valutare lo stato di sollecitazione a cui era sottoposto il pezzo, la velocità di propagazione della cricca stessa e partendo dall'origine si può facilmente tracciare il percorso descritto dalla cricca durante la sua propagazione nel componente. Nei casi in cui non è ovvia l'identificazione di un'origine, potrebbe essere necessario studiare molti frammenti e determinare quindi accuratamente la direzione di propagazione della cricca. In figura 5.6 viene rappresentata a titolo di esempio una superficie di frattura e vengono schematizzati i tratti caratteristici che ne descrivono l'origine e la direzione di propagazione della cricca:



Figura 5.6: In alto si ha una foto della superficie di frattura di una barra in vetro, in basso partendo da sinistra si ha la rappresentazione della forza a cui è stata sottoposta la barra e poi si ha una schematizzazione della superficie di frattura divisa secondo le aree caratteristiche [6]

La *Fracture Mirror* è la regione relativamente liscia (letteralmente "a specchio") che circonda l'origine della frattura, ovvero il difetto è il centro di tale regione. Una volta trovata tale zona si può essere sicuri di aver trovato anche l'origine della frattura. In caso di provini molto resistenti, la *Fracture Mirror* si presenta con una forma circolare o semicircolare.

La *Fracture Mirror* è la regione della superficie di frattura da cui la cricca irradia, il difetto è l'origine di tale zona. La cricca accelera fino a quasi la sua velocità terminale all'interno della *Fracture Mirror*, accelera dalla metà della sua velocità massima fino alla velocità finale (≈ 1500 m/s) nel momento in cui si formano i segni caratteristici della zona di *Mirror-Mist*. La regione di *Mirror-Mist* è quella successiva alla prima liscia, qui cominciano a formarsi delle leggere nervature (zona di nebbia).

Questa accelerazione si verifica su una distanza molto breve ($\approx 0, 1 - 0, 3 mm$) e tradotta in tempo si parla di pochi microsecondi.

Per i vetri le velocità massime di propagazione variano dai 700 m/s ai 2500 m/s e dipendono dalla composizione e dalle proprietà elastiche del materiale. Nei ceramici tali velocità sono maggiori.

Se durante la propagazione della frattura le tensioni agenti diminuiscono, la cricca può decelerare e addirittura fermarsi.

A titolo di esempio vengono ora elencate delle immagini, in figura 5.7, raffiguranti la morfologia caratteristica delle differenti zone presenti nella superficie di frattura in un materiale ceramico generico per poi passare ad una loro descrizione più dettagliata:



Figura 5.7: Foto al microscopio della morfologia della superficie di frattura di una lastra di vetro temprato. Le immagini sono in sequenza ripercorrendo la direzione di propagazione della cricca: in alto a sinistra si parte dalla zona di Mirror fino ad arrivare in basso a destra alla zona di Hackle

Si passa ora alla descrizione più nel dettaglio delle zone caratteristiche della superficie di frattura nei materiali ceramici.

Con il propagarsi della cricca si generano delle variazioni nell'inclinazione o locali torsioni del piano di frattura che però torna velocemente parallelo all'iniziale piano di propagazione. Nella regione di *Mirror* queste perturbazioni locali sono minuscole e non visibili senza opportuni ingrandimenti. Con l'avanzare della frattura invece queste perturbazioni diventano sempre più grandi e intense, diventando facilmente individuabili al microscopio fino a diventare visibili anche ad occhio nudo.

Superata la zona di *Mist*, mentre la cricca continua ad avanzare, queste perturbazioni locali del piano di frattura aumentano ed iniziano a formare lunghi tratti simili a delle lingue che deviano dal piano medio di frattura ma restano sempre parallele alla direzione di propagazione della cricca. Tali segni molto apparenti si affievoliscono poi gradualmente per lasciare spazio a tratti linguiformi più larghi, le *Velocity Hackle*, ed anch'esse corrono parallele alla direzione di propagazione della cricca. Le transizioni tra le varie regioni caratteristiche descritte da una diversa morfologia sono graduali, non presentano infatti tratti distintivi di passaggio immediato.

Riassumendo quanto sopra detto, in una superficie di frattura, per un vetro o un ceramico, si possono individuare tre regioni caratteristiche e distinte tra loro:

• La regione di *Mirror*: è l'area che circonda l'origine della frattura, il difetto innescante la rottura. Qui la cricca propaga su un solo piano e con un'accelerazione incredibile, infatti la superficie che si viene a creare è relativamente liscia e presenta una alta riflessione rispetto alle zone adiacenti. Ovviamente la riflessione sarà elevata in caso di superficie di frattura di un vetro, mentre per un ceramico policristallino avrà un valore molto inferiore. In figura 5.8 viene presentata la superficie di frattura di un ceramico policristallino evidenziando la regione di *Mirror* e le sue dimensioni:



Figura 5.8: Dimensione della regione di Mirror in un ceramico policristallino

- La regione di *Mist*: una volta raggiunta la velocità massima, la cricca subisce delle deviazioni a causa di possibili intersezioni con delle inclusioni o perché localmente incontra delle variazioni dello stato tensionale. La superficie di frattura si presenta con una rugosità maggiore rispetto all'area del *Mirror* e di conseguenza avrà una riflessione minore. La transizione tra queste due regioni è facile da vedere nei vetri ma molto difficile da individuare nei ceramici policristallini.
- La regione di *Hackle*: in questa zona la cricca propaga creando delle ramificazioni sempre più larghe e in rilievo, infatti la superficie di frattura presenta una rugosità sempre più accentuata man mano che ci si allontana dall'origine. Le *Hackle Lines*, tratti caratteristici di questa regione, sono i segni più facilmente individuabili su una superficie di frattura ed esse si generano parallele alla direzione di propagazione della cricca. Risulta dunque utile ripercorrere il loro percorso all'indietro per individuare agevolmente l'origine della frattura e quindi anche il difetto innescante la rottura. Le *Hackle Lines* vengono chiamate "lance" o meno frequentemente "striature".

Come già accennato sopra, il passaggio tra le tre regioni caratteristiche non è immediato, tuttavia si possono definire due confini di transizione:

- il confine di *Mirror-Mist* si può considerare come la regione in cui si formano delle creste alte decine di nanometri;
- il confine di *Mist-Hackle* si può considerare la regione in cui si forma una banda di *Microhackle*.

Infine, si possono descrivere i tratti caratteristici e facilmente individuabili delle regioni sopra descritte:

- una *Hackle Line* è una linea sulla superficie di frattura che scorre nella direzione di propagazione e separa due porzioni parallele ma non complanari della superficie stessa;
- la zona di *Mist-Hackle* è riconoscibile da un primo aspetto nebbioso e confuso per poi trasformarsi in una trama fibrosa ed allungata lungo la direzione di propagazione della cricca.

È dunque chiaro che le *Hackle Lines* sono facilmente individuabili sulla superficie di frattura mentre la zona di *Mist*, che è facile da osservare nei vetri, è difficile o impossibile da distinguere nei ceramici a causa della loro microstruttura.

5.3.1.1 La morfologia della superficie di frattura^[16]

A causa della microstruttura dei materiali ceramici, la maggior parte dei tratti caratteristici della regione di *Mirror* non sono apprezzabili. Talvolta, per la presenza di grani grossolani o micro-cricche, nella regione di *Mirror* si possono formare delle premature *Hackle Lines* ancora prima della formazione delle *Velocity hackle* che delimitano l'area stessa del *Mirror*, come rappresentato in figura 5.9. In particolare, la morfologia della regione del *Mirror* dipende dal tipo di propagazione della cricca, se transgranulare o intergranulare.



Figura 5.9: Origine di una frattura circondata dalla zona di Mirror (delimitata in bianco tratteggiato), dalle Velocity Hackle (delimitate dall'area in azzurro) e dalle Hackle Lines che irradiano da essa (in rosso)

Oltre alle *Hackle Lines*, che si formano a partire dalla regione di *Mist*, e alle *Velocity Hackle*, che nascono dall'aumento della velocità di propagazione della cricca fino a raggiungere quella massima, ci sono altri tipi di *Hackle Lines* la cui morfologia da informazioni utili per la determinazione della direzione di propagazione della cricca. Le più degne di nota sono le seguenti:

• Coarse Microstructural Hackle: Sono grandi Hackle Lines che molto probabilmente si formano a seguito di una variazione della microstruttura. Questi tratti caratteristici, evidenziati in figura 5.10, si presentano nei ceramici a bassa resistenza o porosi e spesso sono gli unici segni sulla superficie di frattura che consentono di determinare la direzione di propagazione della cricca.



Figura 5.10: Foto di Coarse Microstructural Hackles in un ceramico policristallino. Con le frecce nere vengono indicati i possibili difetti che hanno causato la frattura, con le frecce bianche vengono evidenziate le linee di Hackle

• *Wake Hackle*: Se la cricca, durante il suo avanzamento, incontra un qualche difetto come una inclusione o un poro, il fronte di propagazione può dividersi e passare il difetto lateralmente. I due nuovi fronti superano l'ostacolo su piani leggermente diversi e creano una sorta di gradino tra loro, come si può notare in figura 5.11:



Figura 5.11: Dettaglio di Wave Hackles sulla superficie di frattura di un vetro. Si noti come esse siano parallele alla direzione di propagazione della cricca (indicata con la freccia bianca)

- *Fine Microstructural Hackle*: Piccole *Hackle Lines*, dell'ordine di grandezza della microstruttura del componente, che si generano per interazioni della cricca con la microstruttura locale durante la sua propagazione;
- *Twist hackle:* Una *Hackle Line* che separa due aree della superficie di frattura, ciascuna delle quali si trova ruotata rispetto al piano originale di frattura a causa di una variazione locale del campo di tensioni. Queste linee mostrano la direzione locale di propagazione della cricca come mostrato in figura 5.12:



Figura 5.12: Foto di Twist Hackles in un vetro (a sinistra) e in un ceramico policristallino (a destra). Con le frecce si indica la direzione di propagazione della cricca (dcp)

Wallner Line: Una Wallner line è un tratto simile ad una nervatura con profilo ondulato causato da una temporanea variazione del fronte di cricca al di fuori del piano di frattura dovuta ad una variazione nella direzione di azione della tensione principale. Può anche formarsi durante il passaggio del fronte della frattura attraverso una regione con un campo di tensione localmente variabile, come in prossimità di una inclusione, un poro o una discontinuità superficiale. Solitamente esse formano una curvatura nella direzione di propagazione della cricca come si vede in figura 5.13:



Figura 5.13: Foto di Wallner Lines sulla superficie di frattura di un vetro. A giudicare dalla forma che assumono si può ipotizzare una rottura del provino per flessione

Dunque, anche le *Wallner Lines* come le *Hackle Lines* sono utili indicatori della direzione di propagazione delle cricche (dcp) in ciascun componente. Tali linee caratteristiche sono molto più evidenti nei vetri che nei ceramici policristallini.



Figura 5.14: Immagini rappresentanti degli esempi di Wallner Lines, nella superficie di frattura di un vetro (a sinistra) e in un ceramico policristallino (a destra)

5.3.2 La distribuzione spaziale dei difetti^[16]

Nei materiali ceramici i difetti possono essere distribuiti sia sulla superficie (*surface located*) che internamente al volume (*volume located*) del componente. Per esempio, le inclusioni si trovano distribuite, per la maggior parte dei casi, nel volume mentre le cricche generate da lavorazioni meccaniche sul componente sono distribuite sulla sua superficie. Altri difetti possono invece essere di bordo (*edge located*). In figura 5.15 vengono schematizzate le varie distribuzioni possibili dei difetti.



Figura 5.15: Rappresentazione della tipologia di distribuzione possibile di un difetto

La distinzione dei difetti e della zona in cui si trovano è fondamentale per capire come originano le cricche, se vengono create durante il processo di produzione, durante la movimentazione del componente oppure quando esso è in esercizio.

Tale distinzione è fondamentale per condurre un'analisi statistica sulle rotture di provini, in particolare se si vuole ricavare la costante caratteristica che descrive l'effetto scala delle tensioni di rottura in funzione del volume del corpo. Questa costante infatti presenta valori differenti se i difetti sono superficiali o di volume. L'effetto scala delle sollecitazioni in funzione del volume si applica in quanto si suppone che più grande è il volume di un componente, più alta è la probabilità che in esso sia presente un difetto critico e quindi sarà necessario applicare una sollecitazione inferiore per portare a rottura il pezzo.

In generale, per gli studi frattografici, un difetto che si considera interno al volume, può fisicamente essere nel volume, sulla superficie, vicino alla superficie o sul bordo del componente. I difetti di superficie invece possono essere fisicamente solo sulla superficie o sul bordo.

Le cricche che generano la frattura e che si trovano in prossimità della superficie sono più soggette all'accrescimento lento rispetto a quelle presenti all'interno del corpo.

Si passa ora alla descrizione più nel dettaglio delle varie forme di difetti che si possono incontrare analizzando la superficie di frattura di un materiale ceramico.

5.3.2.1 Difetti di volume^[16]

Sono numerose le tipologie di difetti di volume che si possono incontrare analizzando le superfici di frattura dei materiali ceramici. Di seguito si elencano quelli più ricorrenti e più immediati da identificare:

• Pori: I pori sono uno dei difetti più semplici da individuare e identificare, se ne hanno due esempi in figura 5.16. Nei ceramici sono spesso equiassici, ma possono facilmente assumere moltissime altre forme. I pori si identificano come difetti interni al volume dove la loro cavità può agire come dimensione critica e portare a rottura un pezzo.



Figura 5.16: Dettaglio di un poro come origine di una frattura in due diversi materiali ceramici policristallini

• Regioni porose: Le regioni porose sono difetti distribuiti nel volume, si presentano come zone tridimensionali formate da porosità o microporosità come rappresentato in figura 5.17:



Figura 5.17: Dettaglio di una regione porosa in un ceramico policristallino

 Agglomerati: Gli agglomerati sono difetti interni al volume e si riconoscono perché assomigliano ad un grappolo di grani come si può facilmente vedere in figura 5.18. Sono difetti comuni nei ceramici sinterizzati con polveri preparate tramite "Spray Drying". Gli agglomerati spesso sinterizzano creando un guscio vuoto attorno ad essi.



Figura 5.18: Dettaglio di agglomerati come origine della frattura in campioni in Carburo di Silicio

 Inclusioni: Le inclusioni sono sempre difetti interni al volume, sono corpi estranei con una composizione differente da quella del materiale che si sta studiando. Sono difetti semplici da individuare grazie al loro differente colore e riflesso rispetto alla matrice, come evidenziato in figura 5.19:



Figura 5.19: Dettaglio di una inclusione come difetto che ha portato alla rottura del pezzo

 Disomogeneità nella composizione: Sono irregolarità strutturali dovute alla distribuzione non uniforme dei costituenti primari del componente. Possono avere un colore o un riflesso differente rispetto alla matrice come mostrato in figura 5.20:



Figura 5.20: Dettaglio di una disomogeneità locale nella composizione del materiale

 Grani larghi: I grani larghi si possono formare a seguito di un locale accrescimento sproporzionato del grano rispetto alla normale microstruttura del corpo, come si può notare in figura 5.21. Si possono formare a causa di una variazione nella composizione o nella densità durante la sinterizzazione. Si possono spesso notare al microscopio grazie ad un differente riflesso rispetto alla matrice che li circonda.



Figura 5.21: Dettaglio di alcuni grani di elevate dimensioni che hanno agito come origine per la propagazione della cricca

 Bordi grano: I bordi grano possono essere zone critiche poiché, se la dimensione del grano è sufficientemente grande, il bordo grano può diventare una cricca di dimensioni critiche e quindi controllare il limite di resistenza del componente. Queste cricche sono difficili da identificare come origini, a meno che la frattura non sia intergranulare. In questo caso la superficie della frattura avrà un aspetto caratterizzato da un'alta rugosità.

5.3.2.2 Difetti di superficie^[16]

Sono numerose le tipologie di difetti di superficie che si possono incontrare analizzando le superfici di frattura dei materiali ceramici. Di seguito si elencano quelli più ricorrenti e più immediati da identificare:

• Vuoti superficiali: I vuoti superficiali sono cavità sulla superficie del componente che si creano per reazioni chimiche con l'ambiente durante il processo di produzione o a causa di danni dovuti al processo di produzione stesso. Sono simili a pori, però si trovano solamente in superficie. Un esempio viene fornito in figura 5.22:



Figura 5.22: Dettaglio di un vuoto superficiale generato durante il processo di produzione del componente

• Crateri: I crateri sono cavità superficiali che probabilmente si generano da reazioni chimiche con l'ambiente in cui si lavora. La corrosione e l'ossidazione sono fenomeni caratteristici per la creazione di questi difetti. Un esempio di tale difetto è presente in figura 5.23:



Figura 5.23: Dettaglio di una cavità superficiale che ha agito come sito di innesco della cricca

5.4 Analisi dei meccanismi di frattura^[16]

L'analisi frattografica comincia con un semplice esame visivo dei frammenti del componente, come essi si sono formati, come è propagata la frattura. Si riesce così a cogliere le cause generali che hanno causato la rottura del pezzo, lo stato di tensione e l'energia accumulata nel componente prima della rottura.

La maggior parte delle rotture di tipo fragile iniziano con la propagazione della cricca da una singola origine, cricca che poi irradia sul rimanente volume del pezzo. Tuttavia intense tensioni generate da gradenti termici o forti impatti sul componente possono generare più siti d'origine della frattura. Può inoltre accadere che una volta innescata la cricca dal primo sito di origine, si originino cricche secondarie nei grandi frammenti che si generano e che si trovano ancora sotto carico.

Nei materiali ceramici l'origine della frattura è dovuta a difetti di volume, di superficie o di bordo. Tale origine è il punto che si trova nella peggiore combinazione di tensione di trazione e criticità del difetto. Tale criticità dipende dalle dimensioni del difetto, dalla sua forma e dalle sue interazioni fisiche con la matrice che lo circonda.

L'esame generale inizia con la ricostruzione del provino cercando di recuperare il maggior numero di frammenti, operazione complessa in quanto la rottura si presenta sempre catastrofica.

Anche qualora i frammenti in prossimità dell'origine della frattura vengano persi, è possibile cogliere un gran numero di informazioni esaminando i frammenti restanti. Dopo aver acquisito un po' di esperienza e preso confidenza con i fenomeni di rottura, i frammenti irrilevanti o generati da origini secondarie possono essere tranquillamente ignorati fin da subito. Ci si concentra quindi sulla frattura causata da un'origine primaria, facendo attenzione a non contaminare i frammenti e le superfici di frattura.

Si passa ora alla descrizione del fenomeno di generazione e propagazione della cricca. La *"legge di propagazione normale della cricca"* dice che la frattura si propaga normalmente alla direzione della massima tensione locale come rappresentato in figura 5.24:



Figura 5.24: Ricostruzione di un disco di vetro rotto utilizzando un punzone (schema in alto a sinistra della modalità di sollecitazione). Si può notare l'origine della frattura (indicata dalla freccia nera) e la sua propagazione perpendicolare allo stato di tensione di trazione locale

Come descritto in precedenza, durante la propagazione della cricca possono esserci lievi perturbazioni nella direzione della tensione principale locale che creano segni distintivi sulla superficie di frattura come le *Wallner Lines* o le *Hackle Lines*. Deviazioni locali dello stato tensionale possono essere causate anche da disomogeneità microstrutturale o tensioni interne.

Dopo aver raggiunto la velocità massima, la cricca può dividersi in due parti creando un angolo acuto tra le due deviazioni, rappresentato in figura 5.25. Tali ramificazioni della frattura sono delle informazioni importanti per la descrizione della propagazione della cricca ed inoltre è molto utile conoscere l'angolo di biforcazione poiché esso varia con lo stato di sollecitazione a cui è sottoposto il componente.



Figura 5.25: Rappresentazione schematica di una ramificazione della cricca con indicazioni sull'angolo di deviazione e sulla direzione di propagazione

Se la frattura propaga in parti sollecitate a trazione uniassiale o sottoposte a flessione, si avranno delle deviazioni con un angolo di 45° circa tra le due nuove direzioni di propagazione. Tuttavia, possono verificarsi variazioni sistematiche nella direzione di propagazione dovute alla geometria del componente, al tipo e intensità di sollecitazione o semplicemente dovute alle proprietà del materiale in esame.

5.4.1 Cause di rottura^[16]

Essendo molto fragili, i materiali ceramici possono arrivare a rottura per innumerevoli cause. La rottura è controllata dai difetti, è quindi necessario analizzare la superficie di frattura di un componente per capire effettivamente perché esso si è rotto, quale difetto ha innescato la cricca. Solamente un'analisi congiunta delle condizioni dell'ambiente di esercizio del componente e dei difetti presenti in esso può condurre lo studioso a comprendere la vera causa della rottura. Si descrivono ora brevemente i fenomeni più frequenti che portano a cedimento i materiali ceramici.

5.4.1.1 Accrescimento lento delle cricche^[16]

I materiali sottoposti a temperature elevate sono soggetti ad un aumento della mobilità degli atomi ed una riduzione della fase viscosa di bordo grano. Ciò comporta un accrescimento intergranulare della cricca. Tale accrescimento può portare ad un indebolimento del pezzo o addirittura alla sua rottura, causata quindi solamente dal sottoporre il componente ad alte temperature per molto tempo. Le fratture generate per accrescimento lento presentano solitamente una rugosità maggiore rispetto alle classiche superfici di frattura. Sono facilmente identificabili al microscopio ottico o al SEM poiché presentano una differenza nella riflessione, se la prova è stata eseguita in aria. Infatti alle alte temperature se non si è in ambiente inerte avvengono delle reazioni chimiche superficiali tra il materiale di cui è composto il pezzo e l'ambiente circostante. Un esempio di superficie sottoposta ad accrescimento lento è raffigurato nella figura 5.26:



Figura 5.26: Zona di lento accrescimento della cricca, si noti l'area cerchiata che si presenta con un colore più chiaro

5.4.1.2 II creep^[16]

Il fenomeno del creep può causare la rottura di un componente anche per bassi valori della tensione se questo è sottoposto ad elevate temperature. La superficie di frattura che viene a crearsi assomiglia a quella che si genera per accrescimento lento della cricca, ma più estesa. La morfologia della superficie di frattura è caratterizzata da una trama di micro-cricche estesa e ingrovigliata, come rappresentato in figura 5.27. Spesso la rottura di un componente per creep avviene se la zona interessata da questo fenomeno è confinante con uno spigolo del corpo.



Figura 5.27: Morfologia di una superficie di frattura di un provino in Carburo di Silicio che è stato soggetto al fenomeno di creep

Il creep e l'accrescimento lento della cricca sono due fenomeni che nascono in diverse condizioni e non sono accumunabili tra loro. Infatti, l'accrescimento lento di una cricca interessa le cricche preesistenti che dunque crescono fino a raggiungere la dimensione critica che porta alla rottura del pezzo.

Di contro, il fenomeno del creep non interessa eventuali cricche preesistenti ma ne "crea" di nuove unendo tra loro pori e micro-cricche che, una volta fuse insieme, crescono, divengono critiche e portano alla rottura del pezzo.

In ogni caso alle alte temperature la resistenza alla frattura aumenta poiché ci si avvicina alle caratteristiche plastiche del materiale. Dunque, la dimensione critica delle cricche sarà maggiore nel caso di test a temperature elevate piuttosto che a temperatura ambiente.

5.4.1.3 La fatica meccanica^[16]

I materiali ceramici a grana piccola e i vetri in generale non vengono interessati dal classico fenomeno della fatica meccanica, intesa come aumento graduale delle dimensioni della cricca causato dal ripetersi di cicli di carico e scarico del pezzo.

Nei ceramici e nei vetri, i tratti caratteristici della fatica meccanica assomigliano molto a delle linee di arresto della propagazione della cricca, ogni linea di arresto rappresenta un ciclo di carico e scarico. Tali linee caratteristiche sono identificabili per le lievi variazioni che subisce il piano di frattura durante i vari cicli e sono rappresentate in figura 5.28:



Figura 5.28: Morfologia di una superficie di frattura di un vetro che è stata soggetta al fenomeno della fatica meccanica. Si notino le linee di arresto che si formano in successione

La crescita delle cricche per fatica può verificarsi nei ceramici policristallini con grana grossolana e proprietà anisotrope. La maggiore resistenza alla frattura di questi ceramici viene dunque compensata da una maggiore sensibilità alla fatica meccanica.

Purtroppo la microstruttura caratteristica dei ceramici policristallini porta ad avere superfici di frattura talmente rugose da rendere impossibile la distinzione dei tratti caratteristici della progressiva estensione della cricca per fatica.

5.4.1.4 Shock termico^[16]

I materiali ceramici sono conosciuti per le loro elevate resistenze alle elevate temperature e agli shock termici, tuttavia sono anch'essi fenomeni che possono portare alla rottura di componenti.

Le tensioni generate per fonti termiche si sviluppano per la formazione di deformazioni differenti in diverse parti del componente, alcune zone soggette a differenti temperature cercano di dilatarsi o contrarsi ma restano vincolate alle altre parti del corpo che le circondano.

Ad esempio, nel caso di dischi riscaldati al centro, l'espansione maggiore della regione centrale del corpo rispetto alla periferia fa insorgere delle sollecitazioni di trazione uniassiale sul bordo tali da portare a rottura il pezzo. La cricca inizialmente propaga perpendicolarmente al bordo, poi rallenta e presenta un andamento ondulato nel campo di compressione presente al centro del disco.

Le tensioni interne sono di entità insufficiente per causare la ramificazione della cricca. La morfologia della superficie di frattura è caratteristica e rappresentata da segni chiari e nitidi vicino all'origine per poi scomparire completamente allontanandosi da essa mentre la cricca rallenta propagandosi verso l'interno. In figura 5.29 viene rappresentata la superficie di frattura di un disco giunto a rottura per shock termico.



Figura 5.29: Superficie di frattura di una piastra di un forno in Carburo di Silicio. La freccia bianca indica l'origine della frattura

5.4.1.5 II chipping^[16]

Il fenomeno del Chipping è forse il più semplice da osservare, nei vetri soprattutto. Lo si può notare in molti oggetti che si tengono in casa, come i bicchieri, i vasi, le bottiglie, persino nel parabrezza dell'auto dopo che è stato colpito da un sasso. Il Chipping è una sorta di scheggiatura superficiale e i frammenti che vengono a crearsi hanno sostanzialmente sempre la stessa forma.

Tale fenomeno si genera per la presenza di carichi concentrati in prossimità di un bordo che può portare alla scheggiatura del componente, come rappresentato in figura 5.30. Maggiore è la distanza di applicazione del carico dal bordo, maggiore sarà la forza necessaria per generare un frammento.



Figura 5.30: Fenomeno del Chipping, per applicazione locale di un carico elevato si genera un frammento superficiale a forma di conchiglia

La forma della scheggia non dipende dal tipo di materiale, assume sempre la geometria di una conchiglia. La forma dei frammenti può variare solamente in funzione dell'angolo di applicazione del

carico, in figura 5.31 viene fornito qualche esempio. Questo fatto è molto utile in quanto la forma della scheggia può dare informazioni sulla direzione della forza che l'ha causata.



Figura 5.31: Rappresentazione della geometria dei frammenti (chips) al variare della direzione del carico

Questi frammenti che si generano dai bordi sono molto frequenti come fratture secondarie nei materiali ceramici e nei vetri. Essendo fratture secondarie possono anche non avere nulla a che fare con la causa primaria della rottura del componente. In figura 5.32 viene presentato un esempio di chipping su una superficie di un vetro, danno che ha solamente scalfito ma la superficie senza generare alcuna frattura nel corpo.



Figura 5.32: Esempio di Chipping in un vetro

5.4.2 Stima delle tensioni di rottura^[16]

Le zone di *Mirror* sono molto importanti poiché oltre a consentire l'individuazione dell'origine della frattura, la loro dimensione può essere utilizzata per stimare l'intensità della tensione di trazione locale al momento della rottura.

Esiste una relazione empirica, equazione 5.1, che descrive il legame tra la dimensione della regione di *Mirror* ed il livello di tensione all'istante della frattura.

$$\sigma \cdot \sqrt{R} = A \qquad \qquad 5.1$$

In tale relazione σ è la tensione di trazione istantanea all'origine della frattura, R è il raggio della zona di *Mirror*, and A è una costante, conosciuta come *"Mirror Constant"*, considerata come una costante propria dei materiali.

Per i vetri, al posto del raggio della zona di *Mirror*, si può considerare l'ampiezza della zona di *Mirror*-*Mist* o di *Mist-Hackle*. Ovviamente si dovrà tener conto di una costante A diversa per ciascuna zona. Tali costanti sono tabulate per numerosi materiali. Per i ceramici policristallini si potrà tener conto solamente della regione di *Mirror-Hackle* in quanto i tratti caratteristici della regione di *Mist* non sono distinguibili.

Più ridotta è la dimensione della zona di *Mirror*, maggiore è l'intensità della tensione che ha portato alla rottura del pezzo. Se la regione di *Mirror* è piccola allora il materiale è molto resistente e le dimensioni delle cricche sono contenute. Infatti, se la tensione di rottura è molto grande, piccola sarà la dimensione critica della cricca. Al contrario, regioni di *Mirror* ampie indicano basse tensioni di rottura e difetti di maggiore dimensione.

In caso di difetto superficiale, la regione di Mirror avrà forma semicircolare con punto centrale il difetto generante la frattura come rappresentato nella figura 5.33:



Figura 5.33: Rappresentazione di un difetto superficiale con regione di Mirror semicircolare e successive zone di Mist e Hackle

Il significato pratico dell'equazione sopra riportata è che si può stimare la tensione che ha originato la frattura se si conosce la dimensione della zona di *Mirror* e la relativa costante. La tensione calcolata con questo metodo sarà quella di trazione netta che agisce sul difetto e sulla zona adiacente ad esso. Tale stima della tensione è la somma di diverse sollecitazioni, per prime quella meccanica, termica e residua.

Il procedimento più comune è quello di riferirsi alle dimensioni della zona di *Mirror-Mist* ed alla corrispondente costante *Ai*. Invece l'area di *Mist-Hackle* viene considerata come la zona esterna ed ha una sua costante di riferimento *Ao*.

Nei ceramici policristallini solitamente non si riesce a distinguere il confine dell'area di *Mirror-Mist*, non è percepibile la variazione sulla superficie di frattura da zona di *Mirror* a zona di *Mist*, dunque si fa riferimento direttamente alle misure della zona di *Mirror-Hackle* come rappresentato in figura 5.34. Il confine della zona di *Mirror-Hackle* nei ceramici policristallini è la linea immaginaria da cui si generano le *Hackle Lines* e ciò si può notare da una evidente variazione della rugosità rispetto alla superficie della regione di *Mirror*. Alla dimensione di questa zona corrisponde la costante *A*₀.

La correttezza nella stima della tensione dipende molto dal tipo di materiale, dal microscopio ed illuminazione utilizzata, dalla geometria del componente e da come sono distribuite le tensioni nel corpo di interesse.



Figura 5.34: Esempio di misura della zona di Mirror-Hackle in un ceramico policristallino

In un grafico lineare, con i valori della tensione in ordinata ed in ascissa il reciproco della radice quadrata della dimensione della zona di *Mirror*, si ricava la costante di *Mirror* come pendenza della retta interpolante ed eventualmente si può ricavare anche lo stress residuo presente nei componenti corrispondente all'intercetta se diversa da zero. In alternativa si può diagrammare la relazione tra dimensione della regione di Mirror e la tensione di rottura in un grafico doppio logaritmico. Le due tipologie di grafici sono rappresentate a titolo di esempio in figura 5.35:



Figura 5.35: Grafico rappresentate la relazione diretta tra tensione agente sul corpo e dimensione della zona di Mirror

Per ciascun componente, o provino per test in laboratorio, è necessario rilevare il tipo di difetto che ha originato la frattura, trovare l'origine della frattura e la dimensione del difetto. Se si riesce a distinguere, sulla superficie di frattura, la zona di *Mirror*, è opportuno misurarne l'ampiezza. In questo modo sarà anche possibile stimare la costante di *Mirror* per il materiale in studio.

Si consiglia dunque di ricavare foto a diversi ingrandimenti per ogni provino, in modo da rilevare le dimensioni delle zone caratteristiche, individuare l'origine della frattura e capire quale tipo di difetto l'ha causata. In figura 5.36 viene schematizzato il procedimento per la rappresentazione della frattura di un provino, della sua superficie e del difetto che l'ha generata:



Figura 5.36: Esempio di foto e ingrandimenti da utilizzare per l'analisi di una superficie di frattura

5.5 Analisi delle condizioni al contorno

L'analisi delle condizioni al contorno è fondamentale per uno studio mirato sulle cause che hanno portato alla rottura di un componente. Sapere se in esercizio il corpo si trova in ambiente aggressivo piuttosto che in un ambiente inerte consente di restringere il cerchio sulle cause che possono aver portato alla propagazione di una cricca. Un ambiente chimicamente aggressivo può comportare l'accrescimento lento delle cricche superficiali e portare a rotture inaspettate.

Anche conoscere le lavorazioni a cui viene sottoposto un componente o il tipo di processo produttivo tramite cui viene generato è un aspetto importante. Infatti, lavorazioni superficiali possono portare a difetti di superficie mentre produzioni per sinterizzazione pressureless possono permettere la formazione di porosità all'interno del volume del corpo. In alcuni processi le macro porosità sono volute, utili come serbatoio di lubrificante nel caso di utilizzo di ceramici in contatti striscianti.

Quindi, ancora prima di analizzare una superficie di frattura può essere utile avere una conoscenza dell'intera vita del componente, dalla sua produzione alla sua rottura, passando per eventuali processi di lavorazione che ha subito e considerando le condizioni ambientali in cui si è trovato sia nel momento della produzione sia durante l'esercizio. Tutte queste informazioni portano ad una ricerca mirata del difetto che può aver causato la rottura e dei fenomeni fisici e chimici che l'hanno scaturita. Ad esempio, per un componente la cui superficie è stata lavorata alle macchine utensili e sottoposto in esercizio ad alte temperature in ambiente non inerte, si cercherà il difetto sulla sua superficie, tale difetto si presenterà molto probabilmente circondato da una regione a riflesso diverso causato dall'accrescimento lento della cricca e dovuto al verificarsi di reazioni chimiche superficiali.

5.6 Confronto delle rotture

Una caratteristica della frattura fragile e quindi dei materiali ceramici è che ogni rottura è diversa dall'altra: è variabile il numero dei frammenti che si generano, la morfologia della superficie di frattura, la zona da cui parte la cricca ed il difetto che innesca la frattura.

Tuttavia, questi fattori variabili consentono di identificare la sollecitazione che ha portato alla rottura del componente, l'intensità della tensione, se per causa meccanica o termica, avere una stima del campo di tensioni agente sul corpo. Si passa ora ad una descrizione più nel dettaglio.

Una valutazione generale dell'intensità delle tensioni a cui è sottoposto il componente può essere fatta considerando il numero di frammenti generati a seguito della frattura. Come si può notare dallo schema in figura 5.37, le rotture innescate per tensioni basse e basso livello di energia accumulata, creano una ridotta ramificazione della frattura quindi anche un numero esiguo di frammenti. Viceversa le rotture a seguito di un ingente accumulo di energia sviluppano un'ampia frammentazione del componente. Dunque, si può avere una stima dell'intensità della tensione semplicemente guardando ad occhio nudo il componente rotto.



Figura 5.37: Frammentazione di un provino a carico applicato crescente

Anche i tratti caratteristici della morfologia variano di forma al variare del tipo di sollecitazione a cui viene sottoposto il componente. In particolare, le *Wallner Lines* sono infallibili nell'individuare la direzione di propagazione della cricca e nel rappresentare la tensione che le ha generate con la forma del loro fronte. Come rappresentato in figura 5.38, tali linee non hanno sempre la stessa forma del fronte di propagazione ma variano in base al tipo di sollecitazione a cui è sottoposto il pezzo.


Figura 5.38: Rappresentazione delle Wallner Lines al variare del tipo di sollecitazione

A livello di morfologia della superficie di frattura, è da considerare anche il fatto che maggiore è la tensione nella zona di frattura, maggiore è anche l'energia immagazzinata dal corpo e più ricca di segni caratteristici sarà la superficie che viene a crearsi.

Nelle prove in laboratorio è noto il tipo di sollecitazione che porta a rottura un pezzo, i test vengono eseguiti ad hoc per la valutazione della resistenza del componente sotto determinate condizioni operative, dunque l'analisi frattografica può essere utilizzata per l'identificazione del difetto che ha innescato una frattura o lo studio delle interazioni della cricca con la microstruttura del componente. Tuttavia può essere utilizzata come verifica dell'esecuzione dei test, ovvero per verificare che il componente si sia davvero rotto perché sottoposto alle condizioni di esercizio desiderate. Torna utile dunque nel caso di un'analisi statistica delle rotture di un campione di provini dove è necessario essere certi di come essi si sono rotti e la causa delle rotture.

5.7 Frattografia presso i Laboratori Nazionali di Legnaro

Presso i Laboratori Nazionali di Legnaro è stato condotto uno studio statistico sui test eseguiti nel laboratorio di Alta Temperatura. Tali test hanno coinvolto circa 30 provini in Carburo di Silicio SA ed altrettanti in Carburo di Silicio SP. Gli esperimenti prevedevano di portare a rottura i provini sottoponendoli ad intensi gradienti termici radiali apportando una grande quantità di calore per irraggiamento al centro dei dischi. Si è svolta un'analisi statistica per avere una stima della massima tensione sopportabile da tali provini ad una voluta probabilità di sopravvivenza di essi.

Ovviamente per condurre un'analisi statistica è prima necessario conoscere le cause della rottura e non solo le modalità ed i carichi applicati. Infatti, da un'attenta analisi frattografica è possibile notare come le origini della frattura siano molteplici, difetti sia interni al volume sia di superficie.

Una caratteristica che accomuna i test eseguiti, che è possibile cogliere su ogni provino rotto, un esempio viene riportato in figura 5.39, è l'andamento della frattura con la classica forma a "fontana" ed una direzione iniziale di propagazione della cricca perpendicolare alla prima tensione principale, ovvero la trazione che agisce nella periferia dei dischi.



Figura 5.39: Disco in SiC SP (Φ =40mm, t=1mm) rotto per forte gradiente termico. Tipico modello di frattura a "fontana" con propagazione iniziale della cricca a 90° rispetto alla σ_1

I provini in materiale ceramico studiati presso i Laboratori Nazionali di Legnaro sono dei dischi in Carburo di Silicio di diametro *30* e *40 mm* e spessore variabile da *0,5* a *1,4 mm*. Per simulare le sollecitazioni a cui verranno sottoposti nel *target* del progetto SPES, essi vengono riscaldati al centro con un riscaldatore ohmico in grafite, tramite l'apposito apparato sperimentale installato nel laboratorio di Alta Temperatura, figura 5.40, presentando temperature elevate centrali e zone periferiche a temperature inferiori. Si generano così delle differenti deformazioni che portano ad uno stato tensionale di compressione nel centro del disco e di trazione in periferia.



Figura 5.40: Modalità di riscaldamento dei dischi. Apparato sperimentale presente nel laboratorio di Alta Temperatura

La rottura viene "comandata" dalla prima tensione principale di trazione presente sulla periferia del disco. Infatti la cricca si genera in prossimità del bordo o sul bordo stesso, inizialmente propaga radialmente, ovvero perpendicolarmente allo stato tensionale di trazione, per poi variare la sua direzione con un andamento ondulato che si intensifica avvicinandosi al centro del disco che si trova in compressione.

La ramificazione della frattura dipende dalla quantità di energia che riesce ad accumulare il provino, in questo caso dipende dall'intensità del gradiente termico che si riesce a generare prima della rottura. Infatti i dischi in SiC SA, che hanno densità maggiore dei dischi in SiC SP, riescono ad immagazzinare più energia, sopportare gradienti termici maggiori e quindi alla rottura presenteranno una situazione più frammentaria rispetto ai dischi in SiC SP. Questi, appunto per la ridotta quantità di energia che riescono ad immagazzinare, presentano anche una superficie di frattura completamente piatta lontano dall'origine ed essenzialmente povera di segni caratteristici. In figura 5.39 viene mostrato un confronto delle rotture per i due materiali studiati:



Figura 5.39: Confronto sulla frammentarietà della rottura tra un disco in SiC SP (a sinistra) ed uno in SiC SA (a destra)

Come già esposto, le modalità di rottura di questi provini si conoscono, lo sviluppo di forti gradienti termici generano intense tensioni di trazione nella periferia dei dischi. Il cedimento del provino si ha allo scattare della propagazione della cricca a partire dal difetto di dimensioni più critiche. Si deve dunque cercare tale difetto, analizzare la superficie di frattura dei frammenti del disco, individuando anche ad occhio nudo le *Hackle Lines* e la zona di *Mirror* da cui esse irradiano. Si deve poi individuare il difetto e la sua natura e per fare ciò è necessario l'utilizzo di un microscopio ottico o del SEM.

Entrambi questi strumenti sono disponibili presso i Laboratori Nazionali di Legnaro. Tutte le superfici di frattura di tutti i provini sono state analizzate al microscopio ottico, figura 5.40.

Tale microscopio, dell'azienda Optika, presenta un ingrandimento base di 10X ed una serie di lenti (5X, 10X, 20X, 50X e 100X) che consentono ingrandimenti delle superfici da analizzare fino a 1000X. Le immagini vengono trasmesse ad un *tablet*, ad esso collegato, tramite il software *Optika Vision Lite*.



Figura 5.40: Microscopio ottico presente presso i LNL

I frammenti vengono posti sotto la lente di ingrandimento e sostenuti tramite due piastrine in metallo che presentano una sorta di meccanismo a "morsa" regolato tramite due viti a passo corto come raffigurato in figura 5.41:



Figura 5.41: Strumento di sostegno dei frammenti di SiC da analizzare al microscopio ottico

Una volta posizionato il frammento sotto la lente di ingrandimento, si mette a fuoco la vista e in alcuni casi già con ingrandimenti del 50X è possibile distinguere la zona di *Mirror* da quella di *Hackle*. Per valutare visivamente il confine tra le due è necessario portarsi almeno a 100X.

Il software, dopo un'adeguata calibrazione da parte dell'utilizzatore, consente di prendere delle misure lineari dalle foto scattate. Ciò consente dunque di avere una stima della dimensione delle regioni caratteristiche della superficie di frattura, dimensione da relazionare alle costanti proprie che si trovano qui sotto tabulate, figura 5.42, per varie configurazioni di geometria del componente e sollecitazioni agenti.

Material	Technique	Mirror-Mist A₁ (MPa·√m)	Mist-Hackle or Mirror-Hackle A₀ (MPa-√m)	Branching Ab (MPa· √m)
Silicon Carbide			•	
Sintered SiC (Hexoloy SA)	Flexure (Bars)		5.39	
Sintered SiC (Hexoloy SA)	Flexure (Biaxial, ring on ring plates)			6.3 ± 0.5
Sintered SiC (Hexoloy SA)	Flexure (Biaxial, ring-on- ring plates)			5.5 ± 0.3
Sintered SiC (Hexoloy SA)	C-ring	5.50 ± 0.94	8.20 ± 0.54	10.5 ± 1.0
Sintered SiC toughened (Hexoloy SX)	Tension (Rods) and Flexure (Bars)		7.0	7.0?
Sintered with Al (Rioceram SiC)	C-ring	5.67 ± 0.60	8.16±0.54	11.6±0.8
Sintered (Carolt S)	Flexure (Bars, optical, SEM)		6.1, 6.8	
Hot-pressed SiC (NC-203)	Flexure (Rods) Flexure-Delayed Fracture (Rods)		11.4 11.9	
Hot-pressed SiC (NC-203)	Flexure (Rods)		11.5	
Hot-pressed SiC (ACE)	Flexure (Rods)		10.8	
Siliconized SiC (KT)	Flexure		10.7	
Reaction bonded SiC (Coors SCRB205)	C-ring	4.11 ± 0.31	5.22 ± 0.23	6.4 ± 0.4

Figura 5.42: Tabella con i valori delle costanti di Mirror-Mist e Mist-Hackle per diversi SiC [16]

Utilizzando dunque le dimensioni delle regioni caratteristiche della superficie di frattura e le proprie costanti sarà possibile avere una stima della tensione locale che ha portato alla rottura del provino e confrontarla col valore che si ricava dalle analisi FEM. La relazione da utilizzare è l'equazione 5.1, descritta in precedenza e che riportiamo qui sotto:

$$\sigma \cdot \sqrt{R} = A \qquad \qquad 5.1$$

In alternativa si possono relazionare le tensioni di rottura alle rispettive dimensioni delle regioni caratteristiche della superficie di frattura per ricavare la costante *A* e confrontarla con i valori presenti in letteratura.

5.8 Frattografia su provini in Carburo di Silicio Hexoloy SA

Dall'analisi della superficie di frattura di numerosi provini in Carburo di Silicio SA si è visto come la sua microstruttura ed alta densità (98% denso) rendano difficile la localizzazione del difetto. Si è potuto constatare che i difetti sono localizzati in superficie o sul bordo per il 90% delle rotture avvenute.

Si riescono a distinguere facilmente le *Hackle Lines*, seguendo il loro andamento poi si riesce ad individuare la regione di *Mirror* ma la natura del difetto è difficile da distinguere. Per questo verranno eseguite in seguito delle analisi più approfondite e precise al microscopio SEM.

Si riportano comunque le foto scattate, dalle quali si può avere riscontro sulle modalità di frattura e di propagazione della cricca, oltre ad interessanti spunti e informazioni sulla posizione dei difetti.

I provini analizzati hanno tutti diametro Φ =40mm e spessore variabile da t=1mm a t=1,45mm.

Le seguenti foto, figura 5.43, sono state eseguite con ingrandimento 50X su un provino in SiC SA (ϕ 40, *t*=1,2). Si presentano in successione (dalla *a* alla *f*) partendo dall'ingrandimento sull'origine della cricca fino all'inizio della superficie liscia di frattura seguendo la direzione di propagazione della cricca:



Figura 5.43: Superficie di frattura di un provino in SiC SA. a) origine della frattura per difetto di bordo, successive zone di Mirror e Hackle; b) dettaglio sulle Hackle Lines; c) aumento delle dimensioni delle Hackle Lines con l'avanzare lungo la direzione di propagazione della cricca; d) dettaglio sulla formazione di Hackle Lines più piccole forse dovute alla presenza di un difetto secondario (cerchiato in nero); e) allungamento e affievolimento delle Hackle Lines all'avvicinarsi della zona liscia; f) dettaglio del passaggio dalla zona rugosa a zona totalmente liscia

Si riporta ora la foto, figura 5.44, di un ingrandimento 50X dell'origine della frattura e zona di *Mirror* e *Hackle* di un provino in SiC SA (ϕ =40mm, t=1,2mm). Si nota nella regione del *Mirror* una zona di colore più scuro che riflette diversamente. Si può pensare dunque ad un difetto di volume come un'inclusione o una disomogeneità locale nella composizione del materiale.



Figura 5.44: Difetto di origine della frattura (cerchiato in nero), zona di Mirror (tratteggiata in bianco) e formazione delle prime Hackle Lines. Possibile origine della frattura cerchiata in nero, probabilmente una disomogeneità nella composizione della microstruttura locale

Nella successiva immagine, figura 5.45, si può osservare una rottura sopraggiunta per difetto superficiale. In particolare, all'aumentare dell'ingrandimento si può notare un cratere superficiale predominante e vicino ad esso altri vuoti di minori dimensioni. Si può quindi pensare ad una somma di difetti vicini tra loro come causa della propagazione della cricca, ciò giustificherebbe anche una regione di *Mirror* così ampia e nitida.

Altra caratteristica interessante è la geometria semicircolare della regione di *Mirror*, propria dei difetti superficiali.



Figura 5.45: Rappresentazione della dimensione della regione di Mirror (tratteggio bianco) e direzione di propagazione della cricca (dpc) nell'ingrandimento 50X. Nella foto con ingrandimento 200X si può osservare uno o più difetti superficiali, il più grande dei quali viene ingrandito fino a 500X.

Nella foto successive, figure 5.46 - 5.47, si può osservare la propagazione di una cricca dal bordo esterno di un disco. In entrambe le foto si può notare la presenza di un cratere, la formazione delle prime *Velocity Hackles* e delle *Hackle Lines*:



Figura 5.46: Ingrandimento della superficie di frattura in prossimità del difetto di bordo che ha causato la rottura del disco. Si può osservare il difetto (cerchio nero) con adiacente regione di Mirror (tratteggio bianco), le Velocity Hackles (frecce gialle) e le prime Hackle Lines (frecce bianche) utili per individuare la direzione di propagazione della cricca (dpc)



Figura 5.47: Ingrandimento della superficie di frattura in prossimità del difetto di bordo che ha causato la rottura del disco. Si può osservare il cratere (delimitato con il cerchio nero), la zona di Mirror (tratteggio bianco) e le Hackle Lines che indicano la direzione di propagazione della cricca (dpc)

In figura 5.48 ci si sofferma sulla superficie di frattura di un provino lucido che ha richiesto più cicli di carico e scarico per giungere a rottura. Questo perché la sua superficie così lucida rifletteva maggiormente il calore che il riscaldatore gli trasmetteva per irraggiamento. La rottura è stata causata da un difetto superficiale, un cratere con adiacente zona di *Mirror* di dimensioni molto ridotte.



Figura 5.48: Foto di un provino lucidato e dettaglio a 50X dell'origine della frattura. Difetto superficiale, probabilmente un cratere, dimensione della regione di Mirror ridotta e formazione delle prime Hackle Lines

È interessante soffermarsi anche sulle modalità di transizione da una superficie ricca di tratti caratteristici ad una in cui i tratti sono completamente assenti come rappresentato in figura 5.49. Si presume che tale cambiamento nella morfologia avvenga nel passaggio da uno stato tensionale di trazione allo stato di compressione presente al centro del disco. Tale ipotesi non è stata ancora validata ma sarà oggetto di ulteriori studi.



Figura 5.49: Fotografie con ingrandimento 50X della superficie di frattura di due disco in Carburo di Silicio SA. Dettaglio sulla transizione dalla superficie rugosa alla superficie liscia, termine delle Hackle Lines

Altro fenomeno ricorrente che si presenta durante le rotture dei dischi è quello del Chipping, ovvero la formazione di schegge, a forma di conchiglia, lungo il bordo della superficie di frattura come mostrato in figura 5.50:



Figura 5.50: Fenomeno di Chipping sul bordo della superficie di frattura di dischi in SiC SA

5.8.1 Relazione tra dimensione del difetto e tensione di rottura per il SiC Hexoloy SA

Tutti i provini sono stati esaminati al microscopio ottico, però non è stato possibile analizzare tutte le superfici di frattura a causa dell'impossibilità nel ricostruire i campioni. Alcuni presentavano frammenti troppo piccoli mentre su altri non è stato possibile identificare l'origine del difetto poiché probabilmente il frammento di interesse è andato perso. Dunque, in tabella 5.1, si riportano solamente le misure certe che sono state raccolte osservando le superfici di frattura dei provini, si è deciso di non considerare le misure dubbie. Le dimensioni delle regioni di *Mirror-Hackle* sono state prese tramite misure digitali con il software *Optika Vision Lite* collegato direttamente al funzionamento del microscopio ottico Optika utilizzato per gli ingrandimenti.

Spessore	Tensione	Dimensione Mirror-Hackle	Difetto	1/(R) ^{1/2}
(m)	(MPa)	(m)		
0,0006	410	0,000265	Volume	61,42951168
0,0006	381	0,000368	Bordo	52,12860351
0,0006	400	0,000288	Bordo	58,9255651
0,0006	400	0,00026	Bordo	62,01736729
0,0008	402	0,000284	Bordo	59,33908291
0,0008	350	0,000356	Bordo	52,999894
0,0005	339	0,00028	Superficie	59,76143047
0,0005	371	0,00032	Superficie	55,90169944
0,0005	371	0,000373	Bordo	51,77803731
0,0013	402	0,000325	Bordo	55,47001962
0,0013	398	0,000325	Bordo	55,47001962
0,001	400	0,000317	Bordo	56,16559563
0,001	385	0,000263	Bordo	61,6626416
0,001	311	0,000345	Bordo	53,83819021
0,001	327	0,000313	Bordo	56,52334189
0,0012	380	0,000318	?	56,07721541
0,0012	417	0,000225	Bordo	66,66666667
0,0012	434	0,000221	Bordo	67,2672794
0,0012	401	0,000298	Bordo	57,92844464
0,0012	481	0,000247	Volume	63,6284763
0,001	418	0,000287	Bordo	59,02813361

Tabella 5.1: Natura dei difetti, valore delle tensioni di rottura e delle dimensioni della regione di Mirror-Hackle per i provini in SiC Hexoloy SA analizzati al microscopio ottico

Ad ogni dimensione della regione di *Mirror-Hackle* si associa la corrispondente tensione che ha portato il componente alla rottura. In questo modo è possibile diagrammare questi due parametri, la tensione di rottura in ordinata ed in ascissa il reciproco della radice quadrata della dimensione della regione caratteristica. Da tale grafico, rappresentato in figura 5.51, si risale alla costante di *Mirror-Hackle* propria del materiale SiC Hexoloy SA che è rappresentata dalla pendenza della retta di interpolazione lineare.



Figura 5.51: Grafico per ricavare la costante di Mirror-Hackle come pendenza della retta di interpolazione lineare

Da questa analisi si è quindi ricavata un costante di *Mirror-Hackle*, data dalla pendenza della retta di interpolazione lineare, pari a:

Questo valore presenta un errore relativo pari al 3% rispetto al valore presente in letteratura, visibile in figura 5.42, per delle barre sempre in SiC Hexoloy SA sollecitate a flessione. Questo risultato fornisce quindi una prima conferma sulla funzionalità dei metodi utilizzati per lo studio delle superfici di frattura.

5.9 Frattografia su provini in Carburo di Silicio Hexoloy SP

Dall'analisi della superficie di frattura di numerosi provini in Carburo di Silicio SP si è visto come la sua microstruttura ed alta porosità rendano semplice la localizzazione del difetto che ha causato la rottura. Infatti, i dischi in SiC SP vengono prodotti con pori di circa $5 \mu m$ e presentano una densità inferiore ai SiC SA.

Al microscopio si è potuto osservare come tutte le origini delle fratture siano dei macro-pori, di diametro circa 0,075 mm. In alcuni casi tali porosità sono talmente vicine da coalere unendosi in gruppi da due o tre e formando così difetti di dimensioni che arrivano anche fino a 0,18 mm.

Le superfici di frattura dei provini in SiC SP sono più scarne di tratti caratteristici rispetto a quelle dei SiC SA, tuttavia sono facilmente "leggibili" ed interpretabili.

La dimensione della regione di *Mirror* è maggiore rispetto ai SiC SA, il materiale poroso (minore densità) riesce ad immagazzinare meno energia prima di giungere a rottura, quindi le tensioni che si generano saranno inferiori e la regione di *Mirror* avrà dimensione maggiore. Altra peculiarità è la totale assenza della regione di *Mist* e delle *Velocity Hackle*, forse dovuta alla microstruttura del materiale.

Si riportano ora le foto, figure 5.52 - 5.53, eseguite al microscopio ottico con ingrandimenti 50X, 100X, 200X, di alcune superfici di frattura di provini di diametro Φ =40mm e spessore variabile da *t*=1mm a *t*=1,2mm.



Figura 5.52: Ingrandimenti successivi della superficie di frattura di un provino in SiC SP. Si può facilmente notare l'alta porosità, una grande dimensione della regione di Mirror e i pori come causa della rottura. Dall'ingrandimento a 200X si può vedere la coalescenza di due pori che hanno portato ad una dimensione del difetto di circa 0,14 mm



Figura 5.53: Dettaglio del difetto che ha causato la frattura (cerchiato in nero) e la direzione di propagazione della cricca tracciata dalle Hackle Lines (frecce nere)

Negli scatti successivi ci si vuole concentrare sulla dimensione della regione di *Mirror* che si protrae per tutto lo spessore del provino e con forma semicircolare perché generata da un difetto superficiale come si può notare in figura 5.54. La causa della rottura anche in questo caso è la somma di tre o quattro pori che si sono uniti formando un difetto di dimensione di circa *0,18 mm*.



Figura 5.54: Ingrandimenti successivi della superficie di frattura di un provino in SiC SP. Si può facilmente notare l'alta porosità, una dimensione della regione di Mirror grande quanto lo spessore del disco. Dall'ingrandimento a 200X si può vedere la coalescenza di tre o più pori che hanno portato ad una dimensione del difetto di circa 0,18mm

Ci si sofferma anche sulla propagazione della cricca, figura 5.55, la sua direzione e la formazione di linee di arresto che separano le aree della superficie di frattura ricche di tratti caratteristici dalle zone "lisce" e prive di segni peculiari.



Figura 5.55: A sinistra, origine della frattura (delimitata dal cerchio nero) e direzione di propagazione della cricca (frecce nere). A destra, formazione di una linea di arresto sulla superficie di frattura

Altra causa frequente di rottura di questi provini sono le regioni porose, ovvero aree con una percentuale di pori decisamente maggiore rispetto al resto del volume del disco. In tali zone i pori coalescono formando difetti di dimensioni fino a 0,14 mm.

Le aree porose si presentano dunque come regioni ricche di difetti di dimensioni critiche ma anche con area resistente inferiore e più sensibile alla rottura per trazione. In figura 5.56 viene presentato un provino giunto a rottura a causa della presenza di una regione porosa evidenziata nell'ingrandimento a 100X.



Figura 5.56: Ingrandimenti successivi della superficie di frattura di un provino in SiC SP. Si può facilmente notare la porosità concentrata in un'area da cui origina la frattura. Le regioni porose sono un difetto presente in molti di questi provini

I difetti presenti nei dischi in SiC SP non sono solamente interni al volume o in prossimità della superficie ma si possono trovare anche sul bordo del disco. Si tratta sempre di macro-pori che però appaiono come grandi cavità se si trovano in superficie o sul bordo esterno. La figura 5.57 descrive questo caso:



Figura 5.57: Modalità di rottura di un disco in Carburo di Silicio SP, classica propagazione della frattura a fontana. Dettaglio con ingrandimento 50X del difetto di bordo che ha generato la rottura (in giallo)

Altro fenomeno frequente in questi test e facilmente visibile ad occhio nudo è il *Chipping*, ovvero la formazione di schegge simili a conchiglie che si formano da difetti secondari presenti lungo il bordo tracciato dalla propagazione della cricca. Probabilmente essi si formano per locali variazioni dello stato tensionale o concentrazioni delle tensioni. In figura 5.58 viene fornito qualche esempio:



5.58: Fenomeno di Chipping sul bordo della superficie di frattura di dischi in SiC SP

5.9.1 Relazione tra dimensione del difetto e tensione di rottura per il SiC Hexoloy SP

Tutti i provini sono stati esaminati al microscopio ottico. Tutte le rotture sono avvenute per la presenza di macro porosità ed in alcuni casi è stato difficile identificare il poro che effettivamente ha innescato la rottura poiché in tale materiale la superficie di frattura si presenta più scarna di tratti caratteristici rispetto al SiC SA. In tabella 5.2 si riportano le misure che sono state raccolte osservando le superfici di frattura dei provini. Le dimensioni dei macro-pori sono state prese tramite misure digitali con il software *Optika Vision Lite* collegato direttamente al funzionamento del microscopio ottico Optika utilizzato per gli ingrandimenti.

Spessore	Tensione	Dimensione	Distanza del difetto	Difetto/Spessore	Tensione
	max	difetto	dalla periferia		locale
(mm)	(MPa)	(mm)	(mm)		(MPa)
0,5	171	0,14	6,6	0,280	108
0,5	171	0,09	4,5	0,180	143
0,5	171	0,07	4	0,140	152
0,5	185	0,11	4,3	0,220	159
0,5	171	0,1	2,8	0,200	162
0,6	168	0,092	0	0,153	168
0,6	194	0,075	0	0,125	194
0,6	194	0,116	0	0,193	194
0,6	220	0,087	0	0,145	220
0,6	194	0,118	1,8	0,197	189
0,6	181	0,079	0	0,132	181
0,8	214	0,11	2,5	0,138	196
0,8	203	0,084	0	0,105	203
0,8	203	0,08	0	0,100	203
0,8	155	0,114	1,3	0,143	152
0,8	203	0,095	0	0,119	203
1	174	0,13	0	0,130	174
1	238	0,11	4,4	0,110	183
1	238	0,093	2,3	0,093	216
1	228	0,105	0	0,105	228
1	208	0,12	0,3	0,120	205
1	208	0,09	0	0,090	208
1,2	197	0,097	1,5	0,081	185
1,2	207	0,105	0,5	0,088	202
1,2	207	0,087	0	0,073	207
1,2	197	0,122	1,4	0,102	186
1,2	207	0,08	0,4	0,067	203

Tabella 5.2: Valore delle tensioni di rottura locali e delle dimensioni dei macro-pori per i provini in SiC Hexoloy SP analizzati al microscopio ottico Per questo materiale si è scelto di tracciare una curva di criticità al fine di descrivere la relazione dimensione difetto-tensione. Questo perché è stato semplice risalire alla dimensione dei difetti mentre molto più complicato risalire alla dimensione della regione di *Mirror-Hackle* si presentava maggiore dello spessore stesso dei provini.

Dunque, ad ogni dimensione dei macro-pori si associa la corrispondente tensione locale che ha portato il componente alla rottura. In questo modo è possibile diagrammare questi due parametri, la tensione di rottura locale in ordinata, ricavata tramite una *path operation* in ANSYS, ed in ascissa il rapporto tra la dimensione del difetto e lo spessore del provino.

Si considera il rapporto tra dimensione difetto e spessore del provino poiché intuitivamente a parità di dimensione del macro-poro la riduzione percentuale della sezione resistente è maggiore in un provino di spessore 0,5 mm rispetto ad uno di spessore 1 mm. Quindi, a parità di dimensione del difetto esso sarà più pericoloso se presente in un provino di spessore contenuto rispetto ad uno di notevole spessore, come rappresentato in figura 5.59:



Figura 5.59: Rappresentazione dell'effetto della dimensione di un difetto su provino a differente spessore. A parità di dimensione c del difetto e di lunghezza del provino, nei due casi si ha una considerevole differenza di riduzione nella sezione resistente

Dal grafico ricavato, rappresentato in figura 5.60, si risale alla curva di criticità, e la rispettiva legge di potenza, propria del materiale SiC Hexoloy SP.



Figura 5.60: Curva di criticità per il SiC Hexoloy SP

Da tale legge di potenza è possibile avere una stima della combinazione critica dei valori di tensione e dimensione del difetto che portano alla rottura di un componente. Infatti, la curva di potenza rappresenta il luogo dei punti delle rotture dei provini in SiC Hexoloy SP.

5.9.1.1 Valutazione della tenacità a frattura^[20]

Si vuole valutare il comportamento del materiale utilizzando delle relazioni che correlano la tensione di rottura nominale alla dimensione del difetto come criterio per la resistenza alla rottura.

Per questo si considera la teoria della meccanica della frattura. Questa dice che per una cricca sollecitata a *modo I* di apertura ed in caso di stato piano di sollecitazione (*plane stress* o *plane strain*), le tensioni possono essere espresse per mezzo di una costante di proporzionalità K_I. Tale costante si misura in [MPa/m^{1/2}] e si chiama fattore di intensificazione delle tensioni (*stress intensity factor*). K_I riassume in sé quanto sia gravoso il campo di tensione. Si può osservare che nel caso in cui vari

la lunghezza della cricca o il valore della tensione nominale si ha una variazione del Kı.

Quindi, le condizioni al contorno che maggiormente influenzano l'entità dello stress intensity factor sono:

- La tensione nominale;
- La dimensione della cricca.

K_i non è una caratteristica del materiale, ma è semplicemente il parametro che individua l'entità del campo di tensione che si ha in prossimità del vertice della cricca.

È possibile dimostrare che il campo di tensione nelle adiacenze del punto di discontinuità, rappresentato in figura 5.61, è esprimibile mediante le seguenti espressioni (5.3 - 5.5):

$$\sigma_x = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cdot f_x(\theta)$$
 5.3

$$\sigma_y = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cdot f_y(\theta)$$
 5.4

$$\tau_{xy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cdot f_{xy}(\theta)$$
 5.5

Dove:

- r è la distanza del punto considerato dal vertice della cricca;
- θ è l'anomalia.



In generale, nel caso di piastra infinita con cricca centrale, come in figura 5.62, l'espressione del K_I è definita dall'equazione 5.6:

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

Dove:

- σ_q è la tensione nominale;
- *a* è la dimensione della cricca.



Figura 5.62: Rappresentazione di una cricca centrale su piastra infinita sollecitata a trazione

nel caso di un organo meccanico di forma diversa l'espressione è analoga, ma introduce un fattore di forma α :

$$K_I = \alpha(\sigma_a \sqrt{\pi a})$$
 5.7

α è funzione della geometria del componente e della modalità di carico, in particolare considera l'influenza del rapporto tra la lunghezza della cricca e la larghezza della sezione resistente e considera anche la differenza tra una cricca che propaga da un bordo libero e una cricca che propaga dall'interno del volume del materiale.

All'aumentare della forza che sollecita un organo meccanico aumenta anche la tensione nominale σ_y e in figura 5.63 ci si sposta su diverse rette con K_I crescente. Ad un certo punto si raggiungerà la situazione critica che porta alla propagazione della cricca fino alla completa rottura del componente. Si pone pertanto un limite, chiamato K_c, affinché non venga superata la situazione critica tipica di un materiale.



Figura 5.63: Rappresentazione su diagramma doppio logaritmico delle curve che descrivono il K_l e del limite K_c

Tanto più il valore di K_l è distante da K_c, tanto più si è in condizioni di sicurezza. La verifica statica di un organo meccanico con una cricca (o con un difetto) può essere effettuata mediante un confronto diretto tra K_c e K_l.

Per determinare K_c si sottopone a trazione statica sino a rottura una provetta precriccata o contenente difetti. Conoscendo la tensione nominale e la dimensione iniziale della cricca, o del difetto, si risale al valore di K_c .

È utile rappresentare in un diagramma doppio logaritmico, come quello in figura 5.63, l'espressione che esplicita il K_c, equazione 5.8, del tutto equivalente a quella precedentemente data per il K_I ma in cui la tensione nominale è quella misurata alla rottura del componente:

$$K_C = \alpha(\sigma_{gR}\sqrt{\pi a})$$
 5.8

In ordinata viene riportata la tensione di rottura mentre in ascissa la dimensione del difetto. Applicata tale teoria ai test di rottura eseguiti sul carburo di silicio Hexoloy SP, conoscendo le tensioni di rottura dei provini e la dimensione dei difetti da cui è innescata la cricca, si può ricavare il valore del K_c proprio di tale materiale.

In letteratura [21] sono presenti delle relazioni per la valutazione analitica del KC rispettivamente per un difetto superficiale, equazione 5.9, e per un difetto interno al volume del corpo, equazione 5.10:

$$K_C = 0.65 \cdot \sigma_{gR} \sqrt{\pi \sqrt{area}}$$
 5.9

$$K_C = 0.5 \cdot \sigma_{gR} \sqrt{\pi \sqrt{area}}$$
 5.10

Dove l'area è la superficie occupata dal difetto, ovvero la quota parte di superficie non resistente. I dati utilizzati per la valutazione del KC sono riportati in tabella 5.3:

Tensione locale	Difetto	α	Area difetto	Kc
(MPa)			(m^2)	[MPa/m ^{1/2}]
108	Surface	0,65	1,32E-08	1,334
143	Surface	0,65	9,00E-09	1,605
152	Surface	0,65	5,00E-09	1,473
159	Surface	0,65	6,95E-09	1,673
162	Internal	0,65	5,45E-09	1,604
168	Surface	0,65	1,70E-08	2,210
194	Internal	0,5	4,16E-09	1,381
194	Surface	0,65	1,65E-08	2,532
220	Surface	0,65	6,00E-09	2,231
189	Internal	0,5	2,00E-08	1,992
181	Surface	0,65	4,60E-09	1,717
196	Surface	0,65	1,60E-08	2,540
203	Surface	0,65	9,00E-09	2,278
203	Surface	0,65	7,16E-09	2,151
152	Surface	0,65	1,80E-08	2,028
203	Surface	0,65	8,83E-09	2,267
174	Surface	0,65	2,00E-08	2,384
183	Surface	0,65	2,55E-08	2,664
216	Surface	0,65	1,67E-08	2,829
228	Surface	0,65	8,50E-09	2,522
205	Internal	0,5	1,99E-08	2,158
208	Surface	0,65	6,19E-09	2,125
185	Surface	0,65	1,50E-08	2,359
202	Surface	0,65	9,44E-09	2,294
207	Surface	0,65	1,30E-08	2,547
186	Surface	0,65	1,00E-08	2,143
203	Surface	0,65	1,46E-08	2,571

Tabella 5.3: Dati ricavati da simulazioni FEM e misure al microscopio ottico per il calcolo del Kc

In un diagramma doppio logaritmico, figura 5.64, con la tensione di rottura in ordinata ed in ascissa il prodotto tra il fattore di forma al quadrato e la radice dell'area del difetto, si valuta l'andamento del K_c :



Figura 5.64: Grafico doppio logaritmico per ricavare la curva limite del K_c, in ordinata si ha la tensione di rottura mentre in ascissa si ha il prodotto del quadrato del fattore di forma per la radice dell'area del difetto innescante la cricca

Quindi tale diagramma rappresenta la relazione 5.8 qui riportata:

$$K_C = \alpha(\sigma_{gR}\sqrt{\pi a})$$
 5.11

Riarrangiata nella seguente forma:

$$K_C = \alpha \cdot \sigma_{gR} \sqrt{\pi \sqrt{area}}$$
 5.12

$$\sigma_{gR} = \frac{K_C}{\sqrt{\pi}} \cdot \frac{1}{\alpha \cdot \sqrt{\sqrt{area}}}$$
 5.13

$$\sigma_{gR} = \frac{K_C}{\sqrt{\pi}} \cdot \frac{1}{\sqrt{\alpha^2 \sqrt{area}}}$$
 5.14

Il grafico mette in evidenza che il valore di K_c è indipendente dai valori di tensione e dimensione del difetto presi singolarmente, ma dipende solo dal loro prodotto. Pertanto il valore di K_c è tipico del materiale e nella progettazione in presenza di difetti assume il ruolo che ha la tensione limite di rottura di un componente nella progettazione in assenza di difetti.

Si può quindi dire che per ogni coppia di tensione di rottura e dimensione del difetto, K_c è una costante per un certo materiale a parità di ogni altra condizione. Ciò significa che, per un dato materiale, se la cricca è grande il pezzo si rompe con una tensione nominale piccola, mentre se la cricca è piccola il pezzo si rompe con una tensione nominale grande.

Si cerca di correlare alla temperatura media del corpo il risultato appena valutato, come studio preliminare per possibili sviluppi futuri. Il primo passo consiste nel diagrammare l'andamento del K_C in funzione della temperatura media, come rappresentato in figura 5.65:



Figura 5.65: Andamento del parametro K_C al variare della temperatura media di esercizio del provino

Si nota un andamento crescente del K_c e dunque un aumento della resistenza del materiale all'aumentare della temperatura media di esercizio. Tuttavia è da considerare che per riprodurre differenti temperature medie di esercizio sono stati utilizzati provini a spessore differente. Le temperature maggiori sono state raggiunte con i provini a spessore maggiore e dunque con area resistente maggiore.

In vista di correlare l'andamento crescente della resistenza del materiale all'aumentare della temperatura media, si vuole diagrammare anche l'andamento del K_c al variare della tensione locale di rottura, figura 5.66:



Figura 5.66: Andamento del Kc al variare della tensione di rottura dei provini

Si ricorda che dai test eseguiti si è visto che si hanno tensioni di rottura maggiori per temperature medie del corpo maggiori. Infatti, si nota anche in questo caso un andamento crescente del

parametro K_c all'aumentare della tensione di rottura. Secondo la teoria però il K_c dovrebbe essere costante per un materiale e non crescente con la tensione di rottura perché l'aumento di questa viene compensata dalla diminuzione della dimensione del difetto o della cricca.

Si lascia aperta la questione per un eventuale correlazione dei risultati. Sarà sicuramente necessario svolgere ulteriori studi e verifiche con misure dei difetti più accurate tramite l'utilizzo del SEM, applicando così tale teoria anche al carburo di silicio Hexoloy SA che è risultato troppo denso per lo studio dei difetti al microscopio ottico.

5.10 Conclusioni

La frattografia è la tecnica che stabilisce, mediante osservazione con strumenti ottici, le cause delle fratture nei metalli e nei materiali in genere, ovvero mezzi e metodi per caratterizzare campioni o componenti fratturati. Applicata ai vetri e ai materiali ceramici, la frattografia si rivela uno strumento di enorme utilità.

Infatti, i materiali ceramici sono noti per la loro fragilità e per le modalità di rottura catastrofiche che li caratterizzano. Fortunatamente però, tali materiali presentano una ricca morfologia sulla superficie di frattura che se correttamente interpretata può fornire una quantità di informazioni tali da descrivere le modalità e la causa di rottura del pezzo, l'intensità e la tipologia della sollecitazione che l'ha causata.

Tramite esami al microscopio, ottico o SEM, si può "leggere" la superficie di frattura attraverso i tratti peculiari che la caratterizzano, identificare l'origine della cricca e la natura del difetto, stabilire la direzione di propagazione della cricca e in base a questa capire che tipo di sollecitazione ha agito localmente e causato la rottura del pezzo.

La cricca propaga inizialmente con direzione perpendicolare alla tensione agente, come si può notare in figura 5.64, per poi dividersi in più direzioni formando angoli tra le ramificazioni che dipendono dal tipo di sollecitazione agente, se monoassiale, biassiale o triassiale.

La superficie di frattura si presenta sempre "liscia" nell'intorno del difetto per poi apparire con rugosità crescente lungo la direzione di propagazione della cricca man mano che ci si allontana dall'origine.

Presso i Laboratori Nazionali di Legnaro sono stati svolti numerosi esami frattografici al microscopio ottico su provini in Carburo di Silicio Hexoloy SA e Carburo di Silicio Hexoloy SP, quest'ultimo con dimensione media dei pori di $5 \mu m$.



Figura 5.64: Superficie di frattura di un disco in Carburo di Silicio SP

Tutti i dischi vengono rotti per azione di intensi gradienti termici tra centro e periferia. Queste differenze di temperatura generano deformazioni contrastanti all'interno del volume del disco e di conseguenza si generano in periferia delle tensioni di trazione che agendo sui difetti presenti nel corpo lo portano a rottura. La frattura si presenta sempre frammentaria con propagazione a "fontana". Si può dunque dire che le modalità di rottura sono sempre le stesse ma cambiano le cause, ovvero i difetti che originano le cricche. È qui che entra in gioco la frattografia. Per i provini in SiC SA si è visto che i difetti sono principalmente superficiali o di bordo (per il *90*% dei casi), però sono di difficile individuazione con il microscopio ottico. Invece, per il SiC SP l'analisi è stata molto più semplice, le rotture sono tutte causate da macro-pori o da pori che coalescono tra loro formando difetti di importanti dimensioni.

Ora che è stata identificata l'origine di tutti i difetti e che si conosce la causa delle rotture è possibile eseguire un'analisi statistica per stimare la tensione di rottura di questi due materiali.

CAPITOLO 6 Caratterizzazione strutturale di materiali ceramici

6.1 Introduzione

I materiali ceramici vengono largamente usati nel campo dell'ingegneria per la loro eccellente resistenza alle alte temperature, alla corrosione e agli attriti. Tuttavia, tali materiali presentano un comportamento fragile e possono rompersi facilmente. La resistenza varia imprevedibilmente da componente a componente, anche per provini testati sotto le stesse identiche condizioni di lavoro.

Il cedimento di un provino in materiale ceramico avviene con le modalità caratteristiche di un materiale fragile, ovvero con una rottura di schianto provocata dalla propagazione quasi istantanea di un difetto intrinseco divenuto instabile. L'elevata fragilità di questi materiali fa sì che la probabilità di rottura del provino sia fortemente legata alla probabilità che un dato difetto di dimensioni critiche si trovi in una zona del componente con tensione sufficiente a determinarne l'instabilità.

Si inizia la trattazione con uno studio sulla forza teorica di coesione dei legami interatomici dove verrà alla luce il fatto che la stima della tensione di rottura calcolata presenta un valore di un ordine di grandezza maggiore rispetto al valore misurato sperimentalmente. Si passa così a considerare i difetti presenti in grande quantità nei materiali ceramici, prima sviluppando un approccio locale con la teoria di *Inglis*, che fornì una stima delle tensioni intensificate all'apice di una cricca, per giungere poi ad un approccio di campo, di tipo energetico, sviluppato da *Griffith*. Questo fornisce una relazione che lega le tensioni di rottura alle dimensioni dei difetti, affermando che la rottura di un provino avviene per la presenza in esso di difetti di dimensioni critiche. Dalla relazione di *Griffith* si ricava che ciò che determina la rottura rapida, catastrofica, del materiale è una combinazione critica dei valori dello sforzo applicato e della lunghezza di cricca. Quando ad un difetto c^* si associa una tensione σ^* , la frattura, secondo la teoria di *Griffith*, avanza in modo instabile.

La dispersione dei valori delle tensioni di rottura è dovuta quindi ad una variabilità nelle cricche (dimensione, geometria e orientamento) presenti nel materiale.

Dunque, la resistenza alla rottura di un materiale ceramico è caratterizzata da un'alta dispersione statistica, per definirla è necessario agire in senso statistico mediante la funzione densità di probabilità di rottura, fornendone così una stima. A causa di tale elevata variabilità della resistenza meccanica, conviene procedere con una stima basata sull'affidabilità dei test su provini partendo dalla conoscenza statistica della resistenza del materiale e del campo di tensione a cui sono sottoposti.

Il metodo più comunemente usato per caratterizzare la resistenza di un materiale ceramico è il modello probabilistico sviluppato da *Weibull* nel 1951.

La resistenza a compressione dei materiali ceramici è molto maggiore di quella di trazione. Nella progettazione quindi si vuole controllare l'intensità della prima tensione principale, che è la responsabile delle rotture dei componenti.

6.2 La frattura fragile nei materiali ceramici

La frattura fragile, tipica di materiali vetrosi e ceramici, si verifica in campo elastico e quindi non è preceduta da alcuna apprezzabile deformazione plastica, come si può osservare dalla figura 6.1 dove si mettono a confronto le curve sforzo-deformazione di un materiale ceramico (I), un metallo (II) ed un elastomero (III):



Figura 6.1: Curva sforzo-deformazione schematizzata per tre differenti categorie di materiale. La prima curva rappresenta il comportamento caratteristico dei materiali ceramici, la seconda si riferisce ai metalli e la terza rappresenta il comportamento caratteristico degli elastomeri [20]

Ogni processo di frattura inizia con la formazione, nel corpo sottoposto ad una sollecitazione, di fenditure spesso microscopiche dette "cricche", e procede attraverso la loro propagazione. Le modalità di frattura dipendono soprattutto dal meccanismo di propagazione delle cricche. Nella frattura fragile la propagazione delle cricche, una volta che queste hanno raggiunto una determinata dimensione critica, è rapidissima, dell'ordine della velocità del suono nel materiale.

I difetti stessi presenti nei materiali possono fungere da cricche e provocare rotture di schianto, di tipo fragile senza grandi deformazioni. Se si segue l'approccio tradizionale, che consiste nel calcolare l'intensità della sollecitazione che ha causato la rottura e nel confrontarlo con il valore limite caratteristico del materiale, non si riesce a valutare l'effettiva pericolosità del difetto.

In passato sono state sviluppate numerose teorie al fine di descrivere il comportamento fragile dei materiali e dare una giustificazione alla loro rottura improvvisa e dovuta a tensioni inferiori a quelle nominali sopportabili. Si descrivono nei seguenti paragrafi le teorie più conosciute, partendo da una stima della tensione di rottura considerando la forza limite di coesione del legame interatomico, passando per la stima della tensione locale che si genera all'apice di una cricca per arrivare a considerare la cricca nella sua completa dimensione con un criterio di campo di tipo energetico.

Tuttavia, la stima delle tensioni varia da componente a componente a causa dell'enorme variabilità dei difetti presenti in un volume di materiale. Per caratterizzare strutturalmente un materiale ceramico sarà necessario svolgere un'analisi statistica delle rotture di un campione di provini.

6.2.1 Forza di coesione teorica^[37]

La teoria iniziale per la descrizione della rottura fragile nei materiali ceramici è basata sulla rottura del legame interatomico con conseguente creazione di due nuove superfici. La forza necessaria per la rottura di un legame interatomico dipende fortemente dalla distanza tra due atomi adiacenti ed il suo andamento è rappresentato nella figura 6.2 sotto forma di tensione.

Assumendo questo comportamento dei ceramici (separazione dei legami) fino alla loro completa rottura, considerando un andamento lineare elastico della curva sforzo-deformazione, si ha che la tensione teorica di coesione è data dalla relazione 6.1:

$$\sigma_{th} = \left(\frac{E\gamma}{a}\right)^{1/2} \tag{6.1}$$

Dove:

- *E* è il modulo elastico;
- γ è l'energia di superficie;
- *a* è la distanza di equilibrio interatomico in condizioni di rilassamento.



Figura 6.2: Valore della tensione di coesione in funzione della distanza x tra gli atomi [41]

La stima teorica della tensione limite mostra un valore maggiore della resistenza dei materiali ceramici rispetto a quello che si misura sperimentalmente, una differenza di circa un ordine di grandezza. Questo aspetto è attribuibile alla presenza di un grande numero di cricche e difetti di varie dimensioni presenti nel materiale che propagano per carichi di intensità variabile portando a rottura i componenti.

Le cricche agiscono come concentratori delle tensioni e ne innalzano il valore. In questo modo riducono il massimo carico che possono sopportare i materiali fragili.

6.2.2 Teoria di Inglis^[37]

Inglis considerò la presenza di cricche all'interno dei materiali ceramici e propose una teoria basata sulla concentrazione della tensione all'apice della cricca. Si consideri una cavità di geometria ellittica, figura 6.3, di asse maggiore c ed asse minore b, in un solido continuo sottoposto a trazione. La tensione alle estremità della cricca risulterà più elevata rispetto alla tensione nominale e può essere espressa con l'equazione 6.2:

$$\sigma_{max} = \sigma \left(1 + \frac{2c}{b} \right) \tag{6.2}$$

Per c >> b, la cavità ellittica può essere realmente considerata come una cricca di lunghezza 2c, il raggio di curvatura in questa configurazione è descritto dall'equazione 6.3:



Figura 6.3: Cricca ellittica su lastra piana sottoposta ad uno sforzo di trazione uniassiale di modo l (di apertura della cricca) [38]

6.3

Considerando la relazione che descrive la geometria dell'ellisse, si può riscrivere l'equazione 6.2 per la stima della tensione massima, arrivando alla relazione 6.4:

$$\sigma_{max} = \sigma \left(1 + 2 \sqrt{\frac{c}{\rho}} \right)$$
 6.4

Da evidenti considerazioni geometriche, si ha che $c >> \rho$ e si può scrivere, equazione 6.5:

$$\sigma_{max} = 2\sigma \sqrt{\frac{c}{\rho}}$$
 6.5

È noto quindi che all'apice della cricca si genera una tensione molto maggiore di quella esercitata dall'esterno sul corpo. *Inglis* afferma che la rottura avviene quando la tensione all'apice della cricca è di intensità sufficiente per rompere i legami interatomici subito successivi all'estremità della cricca stessa. Combinando le due equazioni (6.1 e 6.5) che descrivono la teoria di *Inglis* e la teoria della forza di coesione, si ha la relazione 6.6:

$$\sigma_{max} = \sigma_{th} \tag{6.6}$$

$$2\sigma \sqrt{\frac{c}{\rho}} = \sqrt{\frac{E\gamma}{a}}$$
 6.7

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{E\gamma\rho}{4ac}}$$
 6.8

Successivamente, si è accettata l'approssimazione $\rho=a$, per cui si semplifica l'equazione 6.8 nell'equazione 6.9:

$$\sigma_{Inglis} = \sqrt{\frac{E\gamma}{4c}}$$
 6.9

6.2.3 Teoria di Griffith^[37]

La teoria più largamente accettata per la descrizione della frattura fragile è quella di *Griffith*. Questa si basa sulla variazione dell'energia totale potenziale durante la propagazione di una cricca in una lastra piana in materiale fragile sottoposta ad una tensione di trazione esterna uniassiale.

Dunque, considerando una lastra piana con una cavità centrale sottoposta a trazione, la variazione di energia totale del sistema si può descrivere con l'equazione 6.10:

$$\Delta u = -\Delta u_{el} + \Delta u_s \tag{6.10}$$

Dove:

 Δu_{el} è la variazione di energia di deformazione elastica rilasciata attorno alla cavità di geometria ellittica, equazione 6.11:

$$\Delta u_{el} = \frac{\sigma^2}{E} \pi c^2 \tag{6.11}$$

 Δu_s è la variazione di energia superficiale dovuta alla creazione di nuove superfici per la propagazione della cricca in direzione perpendicolare alla direzione di applicazione dello sforzo, equazione 6.12:

$$\Delta u_s = 4c\gamma \qquad \qquad 6.12$$

Griffith considerò che l'energia di deformazione venisse rilasciata su un volume ellittico, attorno alla cricca, con asse maggiore pari a due volte la lunghezza della cricca (4c) e l'asse minore pari alla lunghezza della cricca (2c) come rappresentato nella figura 6.4:



Figura 6.4: Illustrazione schematica di una cricca ellittica su una lastra piana soggetta a trazione uniassiale. Il volume interessato dal criterio energetico di Griffith è quello delimitato dalla curva tratteggiata

Considerando la legge di *Hooke* per la descrizione della variazione di energia di deformazione elastica e considerando il contributo positivo dell'energia di superficie fornito dalla creazione delle due superfici di frattura, la variazione di energia totale potenziale della lastra piana, di spessore unitario, criccata è descritta dall'equazione 6.13 ed il suo andamento al variare della dimensione del difetto è rappresentato nella figura 6.5:



C (semicrack length)

Figura 6.5: Andamento delle componenti energetiche al variare della lunghezza della cricca. Si nota facilmente che la curva rappresentante l'energia totale ha un massimo in corrispondenza di un valore di lunghezza della cricca che viene definito critico

6.13

Derivando la relazione dell'energia totale in funzione della dimensione della cricca, si può trovare un massimo corrispondente alla dimensione critica di cricca c^* che porta a rottura e la tensione corrispondente come descritto nelle equazioni 6.14 - 6.16:

$$\frac{\partial}{\partial c} \left(4\gamma c - \frac{\pi \sigma^2 c^2}{E} \right) = 0$$
 6.14

$$c^* = \frac{2\gamma E}{\pi\sigma^2} \tag{6.15}$$

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{2\gamma E}{\pi c^*}} \tag{6.16}$$

Quindi, la rottura avviene se una delle seguenti condizioni è soddisfatta:

- Tensione agente $\sigma \ge \sigma_c$
- Dimensione di una cricca intrinseca $c \ge c^*$

6.2.4 Variabilità della resistenza a rottura nei materiali ceramici

La formula di *Griffith* ci permette di definire una correlazione essenziale, ovvero che la tensione di rottura è inversamente proporzionale alla radice quadrata della semi-lunghezza della cricca più severa che esso contiene, essendo E e Y delle costanti. Allora se il materiale contiene cricche estese avrà una bassa resistenza alla rottura mentre in caso di difetti di dimensioni ridotte presenterà una maggiore resistenza, come rappresentato nella figura 6.6.

Si spiega così la dispersione dei valori di resistenza alla frattura fragile ottenuti rompendo una serie di provini apparentemente identici ma che in realtà contengono cricche di lunghezza diversa.

Dalla formula di *Griffith* si ricava che ciò che determina la rottura rapida, catastrofica, del materiale è una combinazione critica dei valori dello sforzo applicato e della lunghezza di cricca.

Quando ad un difetto c^* si associa una tensione σ^* , la frattura, secondo la teoria di *Griffith*, avanza in modo instabile.



Figura 6.6: Curva di criticità [39]

Se la trazione comporta l'apertura di cricche ortogonali la compressione comporta la chiusura delle stesse, che non possono propagarsi.

Si è soliti tracciare dei diagrammi in cui si confrontano le tensioni ed i relativi valori critici di dimensione delle cricche che portano alla rottura del pezzo. Il luogo dei punti geometrici descritti da questi due parametri è una curva che viene detta "curva di criticità". Tale curva, figura 6.7, è utile per comprendere la variabilità dei dati di resistenza di materiali fragili. Supposto che i difetti siano compresi in un certo intervallo c_1 - c_2 , la resistenza meccanica varia tra lo sforzo associato ad un difetto critico di lunghezza c_1 , σ_1 , e lo sforzo associato ad un difetto critico di lunghezza c_2 , σ_2 .



Figura 6.7: Variabilità della resistenza in funzione della variabilità dei difetti [39]

L'affidabilità sulla stima della resistenza di un materiale ceramico va discussa facendo riferimento ad un approccio basato sul *weakest link fracture statistics*, ovvero tramite una statistica considerando che le fratture sono dovute alla presenza di difetti di dimensioni critiche. La stima della resistenza meccanica, fattore che limita l'utilizzo dei materiali ceramici in molte applicazioni di tipo strutturale a causa della sua bassa affidabilità, viene calcolata tramite una funzione di distribuzione di *Weibull*. [37]

La ridotta affidabilità nella stima della resistenza o in alternativa la grande variabilità delle proprietà strutturali dei materiali ceramici è ampiamente dovuta alla presenza di cricche di dimensione, geometria e orientamento diversa le une dalle altre. Di conseguenza, la resistenza di provini identici (materiale, geometria e dimensioni), sottoposti alle stesse condizioni di carico, risulterà differente per ogni test eseguito. [37]

La resistenza nei ceramici necessita di essere analizzata usando approcci probabilistici poiché la probabilità di rottura di un dato campione in materiale ceramico dipende strettamente dalla presenza di potenziali cricche pericolose di dimensione maggiore rispetto alla dimensione critica, quella massima tollerabile. [37]

Dunque, la resistenza a rottura di un materiale ceramico non è certamente un valore di tipo deterministico ma è doveroso calcolarne una stima, con intervallo di confidenza, con un approccio di tipo probabilistico quale è la teoria di *Weibull* di seguito esposta.

6.3 La statistica di Weibull

I materiali ceramici indicati per applicazioni avanzate sono caratterizzati da una curva sforzodeformazione lineare fino alla rottura. Per questi materiali, La mancanza di duttilità combinata alla presenza di cricche di varie dimensioni ed orientamento, porta ad una dispersione nella stima della tensione di rottura.

Infatti, materiali ceramici giungono a rottura non appena una cricca inizia a propagare. Il valore di tensione di rottura da considerare è quello istantaneo che provoca la crescita della cricca più critica. La probabilità di rottura è quindi data dalla probabilità che una cricca critica sia soggetta al valore di tensione che ne determina il cedimento. In caso di tensione di trazione agente, la rottura verrà comandata dalle cricche che saranno soggette ad una sollecitazione di *modo I*.

Nella progettazione con I materiali metallici è sufficiente valutare la massima tensione agente sul componente e scegliere un materiale idoneo a sostenere tale sollecitazione con un buon margine di sicurezza. Questo approccio è adatto ad una progettazione di tipo deterministico e non può avere a che fare con i materiali ceramici a causa della grande dispersione che si ha nella valutazione della tensione di rottura. Per questi materiali è necessario un approccio probabilistico dove è possibile valutare la dispersione di risultati in modo quantitativo e ricavarne una sorta di margine di sicurezza. Il metodo più popolare per lo studio della probabilità di rottura di un materiale ceramico è la statistica di *Weibull*.

L'analisi statistica con *Weibull* è valida solamente in caso di comportamento lineare elastico del provino fino alla sua rottura ed è questo il caso dei materiali ceramici. È inoltre richiesto che le rotture siano tutte causate da una stessa tipologia di difetto.

La funzione di distribuzione di *Weibull* fornisce il valore della probabilità di sopravvivenza (*probability* of survival P_S) di un componente di volume V o, in alternativa, la sua probabilità di rottura (*probability* of failure P_F) con la relazione 6.17:

$$P_{S} = 1 - P_{F} = exp\left[-\int \left(\frac{\sigma - \sigma_{min}}{\sigma_{0}}\right)^{m} dV\right]$$
6.17

Tale funzione contiene tre parametri, descritti di seguito:

- *m* è il modulo di Weibull che da un'indicazione della dispersione dei valori di tensione di rottura attorno al valore stimato. Più è alto tale modulo e più i campioni si romperanno per uno sforzo vicino a σ₀;
- σ_0 è la tensione caratteristica alla quale la probabilità di sopravvivenza è pari al 37%;
- σ_{min} è il valore di tensione al di sotto del quale la probabilità di rottura è nulla.

Siccome esiste sempre la possibilità che un componente abbia una cricca di dimensioni critiche per il livello di sollecitazione che gli si applica, si pone $\sigma_{min}=0$. Ciò consente inoltre di trattare la distribuzione di Weibull a due parametri, la forma comunemente utilizzata per lo studio dei materiali ceramici.

La distribuzione della tensione di rottura non è simmetrica rispetto al valore massimo della funzione di distribuzione ma presenta una coda più lunga dell'altra.

Si descrive ora il modello analitico della distribuzione a due parametri, soffermandosi sulle variabili che la compongono.

Una variabile continua random x può essere rappresentata da una distribuzione di *Weibull* a due parametri se la sua funzione di densità di probabilità è data dall'equazione 6.18:

$$f(x) = \left(\frac{m}{\beta}\right) \left(\frac{x}{\beta}\right)^{m-1} exp\left[-\left(\frac{x}{\beta}\right)^{m}\right]$$
6.18

La cui relazione corrispondente per una funzione di distribuzione cumulata è data dall'equazione 6.19:

$$F(x) = 1 - exp\left[-\left(\frac{x}{\beta}\right)^{m}\right]$$
6.19

Dove:

- *F*(*x*) è la funzione di densità di probabilità;
- x è la variabile continua random che si considera;
- *m* è il modulo di *Weibull*;
- β è un parametro di normalizzazione.

Se la variabile random rappresenta la resistenza di un componente in materiale ceramico allora tale proprietà può essere caratterizzata con la precedente equazione. La probabilità che un componente si rompa se sottoposto ad una nota tensione è data dalla funzione di distribuzione cumulata 6.20:

$$P_f = 1 - exp\left[-\left(\frac{\sigma_f}{\sigma_0}\right)^m\right]$$
6.20

Dove:

- *P_f* è la probabilità di rottura;
- *σ_f* è la tensione di rottura;
- σ_0 è la tensione caratteristica;
- *m* è il modulo di *Weibull*.

La resistenza di un materiale ceramico avanzato non è un parametro deterministico ma dipende dalla natura, dimensione ed orientamento delle cricche presenti nel componente e dal campo di tensione a cui sono sottoposte.

Se la variabile random rappresenta il valore della tensione di rottura di trazione uniassiale, essa assume sono valori positivi e la distribuzione è asimmetrica rispetto al valore medio. Per questi motivi non è possibile descrivere il fenomeno con una distribuzione normale ma è necessario riferirsi alla distribuzione di *Weibull*.

La normativa ASTM C1239-07 ha come obbiettivo quello di stimare le caratteristiche meccaniche dei materiali ceramici fornendo una banda d'errore sui parametri calcolati. In particolare, lavora sulla distribuzione della resistenza di un campione di provini in materiale ceramico.

Dunque, viene descritto in seguito il *Maximum Likelihood Method* che risulta essere il metodo più efficiente per la stima dei parametri di *Weibull*, indicato per campioni composti da un numero ridotto di provini.

Numerosi fattori influenzano il valore della resistenza alla rottura ricavata con la distribuzione di Weibull:

- Il numero di provini da utilizzare per ricavare la distribuzione di probabilità. L'incertezza associata ai parametri della distribuzione diminuisce all'aumentare del numero di test eseguiti. Si raccomanda di avere un numero di provini non inferiore a 30.
- Si ipotizza che il campione di provini possa descrivere la popolazione presentando difetti critici rappresentativi della popolazione;
- La procedura di preparazione dei provini utilizzati per i test;
- In condizioni identiche di test, due set di dati derivati dalla stessa popolazione produrranno un valore diverso di $m \in \sigma_0$ a causa della naturale dispersione nel campionamento dalla popolazione.

La normativa ASTM C1239-07 descrive un metodo per eseguire un'analisi statistica della resistenza dei materiali ceramici utilizzando una distribuzione di *Weibull* a due parametri seguendo il metodo del *Maximum Likelihood Estimation*.

6.4 Maximum Likelihood Method

Il *Maximum Likelihood Method* (metodo della massima verosimiglianza), in statistica, è un procedimento matematico per determinare la stima di uno o più parametro di un modello statistico. Con tale metodo si ottengono le stime dei parametri cercandone il valore che massimizza la *Likelihood Function*.

L'applicazione di metodi per la stima di parametri basati sulla tecnica del Maximum Likelihood presenta alcuni vantaggi, specialmente quando i parametri vengono determinati da una popolazione caratterizzata dai valori delle tensioni di rottura di provini.

Le stime ottenute con il *Maximum Likelihood Method* sono uniche e all'aumentare del numero di campioni le stime ai avvicinano sempre più ai valori reali dei parametri che caratterizzano una data popolazione.

In statistica, ogni popolazione è identificata da una corrispondente distribuzione di probabilità e associata a ogni distribuzione di probabilità c'è una parametrizzazione unica. Variando questi parametri deve essere generata una differente distribuzione di probabilità.

Riassumendo, ecco le proprietà generali del Maximum Likelihood Method:

- Per un numero elevato di campioni, la *Likelihood Function* è simile ad una distribuzione Gaussiana;
- Le stime dei parametri ricavate con questo metodo sono solitamente costanti e per un numero elevato di campioni la stima dei parametri converge al loro valore reale.
- Le stime dei parametri ricavate con questo metodo sono solitamente indipendenti;
- Le stime dei parametri ricavate con questo metodo presentano la minima varianza;
- La soluzione fornisce stime dei parametri uniche per quella determinata distribuzione.

6.4.1 Modello analitico^[22]

Una volta che si è visto graficamente che la distribuzione di valori delle rotture viene interpolata bene da una retta e che si può ricavare una distribuzione di *Weibull* valida con i dati che si hanno a disposizione, si può ricavare il modulo di *Weibull* e la resistenza caratteristica con il *Maximum Likelihood Method*.

La *Likelihood Function*, *L*, per la distribuzione di un solo tipo di cricca critica è fornita dall'espressione 6.21:

$$L = \prod_{j=1}^{N} \left(\frac{m}{\sigma_0}\right) \left(\frac{\sigma_{fj}}{\sigma_0}\right)^{m-1} exp\left[-\left(\left(\frac{\sigma_{fj}}{\sigma_0}\right)^m\right)\right]$$
6.21

Dove:

- N è il numero di provini rotti;
- σ_{fj} è la tensione di rottura del j-esimo provino;
- σ_0 è la tensione caratteristica;

• *m* è il modulo di *Weibull*.

Si cerca il massimo della funzione derivandola in funzione di $m \in \sigma_0$ e ponendola uguale a zero, equazione 6.22, stimando così i valori di $\hat{m} \in \hat{\sigma_0}$ sviluppando un processo iterativo al variare di \hat{m} finché non si raggiunge lo zero:

$$\frac{\sum_{j=1}^{N} \sigma_{fj}^{\hat{m}} ln \sigma_{fj}}{\sum_{j=1}^{N} \sigma_{fj}^{\hat{m}}} - \frac{1}{N} \sum_{j=1}^{N} ln \sigma_{fj} - \frac{1}{\hat{m}} = 0$$
6.22

$$\widehat{\sigma_0} = \left[\left(\sum_{j=1}^N \sigma_{fj}^{\widehat{m}} \right) \frac{1}{N} \right]^{1/\widehat{m}}$$
6.23

6.4.2 Unbiasing Factor^[22]

La stima del valore di \hat{m} valutata con questo metodo contiene un errore che sovrastima il reale valore del modulo di *Weibull m*. Dunque, si moltiplica la stima per un fattore correttivo tabulato, tabella 6.1, in funzione del numero di provini e ricavato da simulazioni con il metodo di Monte Carlo, equazione 6.24:

$$\widehat{m}_{corr} = \widehat{m} \cdot b \tag{6.24}$$

Dove:

- \hat{m} è il valore del modulo ancora affetto da errore, prima della correzione;
- *b* è la correzione da apportare ed è un valore tabulato.

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 6.1: Valori del fattore di correzione b in funzione del numero di provini N

L'errore per $\widehat{\sigma_0}$ è trascurabile se confrontato con quello di \widehat{m} e non è necessario eseguire alcuna correzione.

L'errore statistico associato alle stime dei parametri ricavate con il *Maximum Likelihood Method* può essere ridotto aumentando il numero di campioni *N*. Questo si può facilmente notare dai valori presenti in tabella, si ha un aumento del valore dell'*Unbiasing Factor* all'aumentare del numero di provini.

6.4.3 Calcolo dell'intervallo di confidenza^[22]

È necessario fornire una misura dell'incertezza delle stime ricavate per i due parametri, tale incertezza corrisponde all'intervallo di confidenza che va determinato normalmente per ogni set di campioni.

Il primo passo è la determinazione del livello di confidenza richiesto, 1- α . È pratica comune scegliere il 90% o il 95% in accordo con le richieste per il calcolo della confidenza. Questa è una scelta che spetta al progettista in base a quanto in favore di sicurezza vuole ottenere le stime dei parametri. Il più alto ed il più basso valore di $\hat{\sigma}_0$ corrispondono al limite superiore e inferiore dell'intervallo di

Il più alto ed il più basso valore di σ_0 corrispondono al limite superiore e inferiore dell'intervallo di confidenza e si determinano rispettivamente con le relazioni 6.25 e 6.26:

$$C_u = \widehat{\sigma_0} \cdot exp\left(-\frac{t_u}{\widehat{m}}\right) \tag{6.25}$$

$$C_l = \widehat{\sigma_0} \cdot exp\left(-\frac{t_l}{\widehat{m}}\right) \tag{6.26}$$

Dove:

- \hat{m} è il valore del modulo ancora affetto da errore, prima della correzione;
- $\widehat{\sigma_0}$ è la resistenza caratteristica;
- t_u è il parametro presente in tabella 6.2 per il calcolo del limite superiore dell'intervallo di confidenza;
- t_i è il parametro presente in tabella 6.2 per il calcolo del limite inferiore dell'intervallo di confidenza.

Number of			Number of		
Specimens, N	t _{0.05}	t _{0.95}	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 6.2: Valori per il calcolo dell'intervallo di confidenza al 90% della tensione caratteristica in funzione del numero di provini N e del livello di confidenza voluto

Il limite superiore ed inferiore dell'intervallo di confidenza di \hat{m} si determinano rispettivamente con le equazioni 6.27 e 6.28:

$$D_u = \frac{\hat{m}}{l_u} \tag{6.27}$$

Dove:

- \hat{m} è il valore del modulo ancora affetto da errore, prima della correzione;
- l_u è il parametro presente in tabella 6.3 per il calcolo del limite superiore dell'intervallo di confidenza;

 $D_l = \frac{\widehat{m}}{l_l}$

• Iı è il parametro presente in tabella 6.3 per il calcolo del limite inferiore dell'intervallo di confidenza.

Number of		Number of			
Specimens, N	<i>q</i> _{0.05}	<i>q</i> _{0.95}	Specimens, /v	<i>q</i> _{0.05}	90.95
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 6.3: 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

6.4.4 Procedura grafica^[22]

Data una distribuzione di resistenza, l'identificazione dei due parametri fondamentali $m e \sigma_0$ è assai facile, per interpolazione lineare, associando ad ogni valore dello sforzo di rottura σ un livello di sopravvivenza.

Per avere una rapida ed approssimativa visualizzazione della distribuzione della resistenza dei provini e per dimostrare la validità di questo metodo statistico, si deve realizzare un diagramma di *Weibull*. In questo modo si può facilmente vedere se la serie di dati raccolti corrispondono ad una distribuzione tramite la traccia di una retta di interpolazione lineare.

La funzione di distribuzione può essere rappresentata anche in forma logaritmica secondo la relazione 6.33, ricavata dopo pochi e semplici passaggi analitici (equazioni 6.29 - 6.33):

$$P_{S}(V_0) = e^{-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m}$$
 6.29

$$ln[P_s(V_0)] = -(\frac{\sigma}{\sigma_0})^m \tag{6.30}$$

$$ln\left[\frac{1}{P_s(V_0)}\right] = \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m \tag{6.31}$$

$$ln\{ln\left[\frac{1}{P_{s}(V_{0})}\right]\} = m \cdot ln\left(\frac{\sigma}{\sigma_{0}}\right)$$
6.32

$$ln\{ln\left[\frac{1}{P_{s}(V_{0})}\right]\} = m \cdot ln\sigma - m \cdot ln\sigma_{0}$$

$$6.33$$

Dove:

- P_s(V₀) è la probabilità di sopravvivenza di un provino di volume V₀;
- σ è la tensione di rottura del provino;
- σ_0 è la tensione caratteristica;
- *m* è il modulo di *Weibull*.

Si ottiene così una retta di pendenza *m* ed intercetta $q=-mln\sigma_0$, figura 6.8:



Figura 6.8: Esempio, a scopo illustrativo, di un diagramma di Weibull

Dunque, per ricavare il diagramma di Weibull è sufficiente seguire queste indicazioni:

1. Ordinare i valori della tensione di rottura in ordine crescente. Si assegna poi ad ogni dato una probabilità in accordo con l'equazione 6.34:

$$P_{fi} = \left(\frac{i - 0.5}{N}\right) \tag{6.34}$$

Dove:

- *i* è l'i-esimo provino
- *P_{fi}* è il valore della probabilità di rottura per l'i-esimo provino
- 2. Si crea un grafico con i valori per le ordinate ricavati con la relazione 6.35:

$$y_i = ln\left[ln\left(\frac{1}{1 - P_{fi}}\right)\right]$$
6.35

E per le ascisse, equazione 6.36:

$$x_i = \ln(\sigma_{fi}) \tag{6.36}$$

Dove:

• σ_{fi} è la tensione di rottura dell'i-esimo provino

Per il calcolo della probabilità di rottura con il solo scopo rappresentativo del diagramma di *Weibull*, l'uso di una relazione piuttosto di un'altra è indifferente perciò si usa la formula sopra riportata come descritto in normativa ASTM 1239-07. Inoltre, tale formula ha un peso determinante sulla stima dei valori finali nel caso di determinazione dei parametri solamente per via grafica con il *Linear*

Regression Method. In questa trattazione i parametri vengono determinati per via analitica utilizzando il *Maximum Likelihood Method.*

6.5 Caratterizzazione strutturale di materiali ceramici presso i LNL

Presso i Laboratori Nazionali di Legnaro si è iniziato a svolgere le caratterizzazioni termo-strutturali di alcuni materiali ceramici al fine di conoscerne il comportamento per un loro utilizzo nella produzione di *target* di collisione del fascio protonico.

Nel laboratorio di Alte Temperature si utilizza un apposito apparato sperimentale per riprodurre su dischi dei gradienti termici radiali al fine di simulare le sollecitazioni a cui i dischi verranno sottoposti durante l'esercizio. L'apparato sperimentale è provvisto di un pirometro che fornisce i valori di temperatura ed emissività termica locale del disco durante la prova. Effettuando due prove si possono definire gli andamenti di temperatura ed emissività termica al centro del disco e nella sua periferia. Questi dati vengono poi dati in input ad ANSYS che tramite l'apposito *Design Optimization Tool* riesce a definire l'andamento della conducibilità termica del materiale studiato nel range delle temperature fornite in input. Si è così definito il comportamento termico del materiale.

Sempre tramite il software ANSYS si passa al calcolo dello stato tensionale corrispondente al campo di temperature presente sul disco al momento della sua rottura. Per ogni test si conoscono dunque le tensioni di trazione (*1st Principal Stress*) che hanno causato la rottura del provino. Utilizzando questi valori si può sviluppare un'analisi statistica con il modello di *Weibull* e definire così anche il comportamento strutturale del materiale ceramico studiato. Il processo seguito è stato schematizzato nella figura 6.9:



Figura 6.9: Schema del procedimento svolto presso i Laboratori Nazionali di Legnaro per la caratterizzazione termo-strutturale dei materiali ceramici

A seguito della procedura sperimentale di rottura dei dischi per gradiente termico, si lavora con il software ANSYS 18.2 per ricavare i valori delle temperature e tensioni presenti sul disco ad un dato valore della corrente passante nel riscaldatore. Si eseguono tali simulazioni utilizzando un modello già verificato in studi precedenti e di cui è stata fatta nuovamente la calibrazione in questo lavoro di tesi. Per l'analisi statistica si utilizzano poi tutti i dati ricavati dalla simulazione ANSYS trascurando le temperature misurate in via sperimentale con il pirometro. Si adotta questa procedura per rendere le prove il più possibile identiche senza incorrere in possibili errori di posizionamento e/o lettura del pirometro.

Per eseguire una corretta analisi statistica sarebbe opportuno, come da normativa ASTM C1322-15, fare due analisi separate per fratture generate da difetti superficiali e fratture generate da difetti di volume dopo un'attenta valutazione al microscopio della morfologia della frattura. Questo per rispettare al meglio l'uguaglianza dei test eseguiti ed il tipo di sollecitazione che viene a generarsi sul provino.
Tuttavia, la normativa permette anche l'utilizzo di tutti i provini per eseguire l'analisi statistica. È necessario però indicare per ogni tipo di provino l'origine della cricca, se per difetto di superficie o di volume. Questo caso a noi torna utile, visto anche il numero ridotto di provini a disposizione.

6.6 Caratterizzazione strutturale del Carburo di Silicio Hexoloy SA

Ai Laboratori Nazionali di Legnaro è stato caratterizzato sia il comportamento termico sia quello strutturale del Carburo di Silicio Hexoloy SA. Dopo aver definito la sua emissività termica tramite l'apposito apparato sperimentale, la sua conducibilità termica tramite il *Design Optimization Tool* di ANSYS 16.2, sono state definite le sue caratteristiche meccaniche tramite analisi statistica.

In particolare, con l'analisi statistica di *Weibull* si è potuto definire la resistenza caratteristica del materiale, ovvero la resistenza che porta ad una probabilità di sopravvivenza del 37% dei provini, e il modulo di *Weibull* che rappresenta la "larghezza" della distribuzione.

Di seguito si presenta la tabella 6.4 con le proprietà dell'Hexoloy SiC SA utilizzato per le prove, valori presi dal sito del produttore *Saint-Gobain*:

Fonte		Proprietà	Unità	Valore a 20°C	200 °C	400 °C
Saint-	Strutturale	Densità	g/cm ³	3,1		
Gobain		Modulo di elasticità	GPa	430		
		Coefficiente di Poisson		0,14		
		Resistenza a flessione 4pt	MPa	380		
		Coefficiente di espansione termica	1/K	4,02 x 10 ⁻⁶		
		Modulo di Weibull		10		
	Termico	Calore specifico	J/gmK	0,67		
		Conducibilità termica (RT)	W/mK	125,6	102,6	77,5
		Emissività		0,9		

Tabella 6.4: Proprietà fisiche del Carburo di Silicio Hexoloy SA [10]

6.6.1 Analisi sperimentale e numerica

Per eseguire la caratterizzazione meccanica del Carburo di Silicio Hexoloy SA si eseguono dei test di rottura di dischi di diametro 40 mm e di spessore variabile (da 0,5 mm a 1,45 mm), figura 6.10, utilizzando un apparato sperimentale, presente presso i Laboratori Nazionali di Legnaro, che sottopone i provini ad elevati gradienti termici sviluppati radialmente dal centro alla periferia del disco.



Figura 6.10: Tipica frattura a "fontana" in un disco di SiC SA generata da un forte gradiente termico

Fa parte dell'apparato sperimentale anche un pirometro che misura temperatura ed emissività del disco durante l'intera prova. Il disco viene riscaldato in ambiente inerte (in vuoto) tramite un riscaldatore in grafite che viene percorso da corrente fino ad un valore di 280 A con una sollecitazione

a gradini da step di 10 A. Essendo che l'apparato prevede l'installazione di un solo pirometro e quindi una sola misura locale della temperatura per goni test, per avere una stima del ΔT che si genera sul disco bisogna fare affidamento ad un modello numerico che simuli al meglio le condizioni di esercizio. Dunque, con il *Design Optimization Tool* presente in ANSYS 16.2 è stato eseguito il calcolo della conducibilità termica del SiC SA dando in input le temperature sperimentali e l'emissività. Una volta costruito un modello valido è stato possibile eseguire le simulazioni per ricavare i ΔT e le tensioni a cui sono sottoposti i dischi al momento della loro rottura, figura 6.11. Una volta raccolti tutti i dati è stato possibile svolgere un'analisi statistica per ricavare le caratteristiche meccaniche del SiC SA.



Figura 6.11: A sinistra si ha l'immagine della distribuzione della temperatura e a destra l'immagine della distribuzione della 1st principal stress

La normativa C1239-07 descrive un metodo per eseguire un'analisi statistica della resistenza dei materiali ceramici utilizzando una distribuzione di *Weibull* a due parametri seguendo il metodo del *Maximum Likelihood Estimation*.

In questo caso non sarà poi possibile calcolare il fattore di scala per il calcolo della tensione al variare del volume dei provini in quanto tale fattore è valido in caso di rotture raggiunte solamente per difetti di volume e non anche di superficie. Si può vedere infatti graficamente, figura 6.12, che nel nostro caso non c'è una effettiva dipendenza lineare crescente della tensione al variare del volume (si ha un coefficiente angolare dell'ordine di 10^7):



Figura 6.12: Grafico della distribuzione delle tensioni di rottura al variare del volume (spessore) dei provini

Il volume dei dischetti è stato calcolato con la formula 6.37:

$$V = \pi \cdot r^2 \cdot t \tag{6.37}$$

Dove:

- r è il raggio del disco in Carburo di Silicio (nel nostro caso è sempre r=0.02 m);
- *t* è lo spessore del disco in Carburo di Silicio.

All'aumentare del volume si dovrebbe avere una tensione di rottura minore in quando per volumi maggiori è possibile trovare difetti maggiori che portano alla rottura del provino per tensioni inferiori. È dunque giustificato il fatto di trascurare i calcoli tramite il fattore di scala per la variazione del volume.

6.6.2 Acquisizione ed elaborazione dei dati

La prova standard è stata eseguita ponendo il dischetto alla distanza di *1 mm* dal riscaldatore e sovrapponendo al centro del disco uno schermo in Grafite EDM3 per intensificare il gradiente termico. In tabella viene anche riportato quando tali condizioni di esercizio non sono state rispettate, tuttavia una diversa distanza dal riscaldatore o la mancanza dello schermo non influenzano il risultato finale sulla tensione di rottura ma solo la velocità di generazione del gradiente termico critico. Ovviamente un disco a distanza *1 mm* dal riscaldatore e con la schermatura raggiungerà il gradiente termico di rottura per un valore di corrente passante inferiore rispetto alle altre condizioni di esercizio sopra esposte.

Di seguito, tabella 6.5, si trovano i valori di temperature e tensioni di rottura dei provini ricavati con il software ANSYS per tutti gli spessori utilizzati:

Spessore	T media	T max	T min	ΔΤ	σ _{1max}	Diversi condizioni
(mm)	(°C)	(°C)	(°C)	(°C)	(MPa)	
0,5	1091,5	1333	850	483	343	Si*
	1075	1328	822	506	357	
	1099	1364	834	530	377	
	1099	1364	834	530	377	
	1099	1364	834	530	377	
	1143,5	1416	871	545	372	Si***
0,6	1136	1401	871	530	384	
	1185	1452	918	534	394	Si*
	1157,5	1433	882	551	403	
	1157,5	1433	882	551	403	
	1225	1518	932	586	411	Si***
0,8	1126,5	1360	893	467	335	
	1147,5	1391	904	487	352	
	1199,5	1478	921	557	391	Si**
1	1136,5	1354	919	435	313	
	1158,5	1386	931	455	330	
	1242	1509	975	534	397	
	1242	1509	975	534	397	
	1228,5	1499	958	541	383	Si**
	1262	1538	986	552	414	
1,2	1253,5	1508	999	509	380	
	1273,5	1537	1010	527	397	

	1292,5	1565	1020	545	413	
	1311,5	1593	1030	563	430	
	1330	1620	1040	580	446	
	1367,5	1675	1060	615	477	
1,3	1289	1552	1026	526	398	
	1289	1552	1026	526	398	
	1308	1580	1036	544	414	
1,45	1202	1415	989	426	313	

Tabella 6.5: Dati acquisiti da simulazioni eseguite con il software ANSYS 18.2. *Distanza dal riscaldatore pari a 2,5 mm. **Senza schermatura per l'intensificazione del gradiente termico radiale. ***Distanza pari a 2,5 mm e senza schermatura

Si dispongono in ordine crescente le tensioni di rottura e ad ognuna di esse gli si assegna una probabilità secondo la relazione 6.38:

$$P_{fi} = \left(\frac{i - 0.5}{N}\right) \tag{6.38}$$

Fornendo così una probabilità di rottura cumulata per tutti gli N provini. Si calcolano poi i valori di ordinata y_i ed ascissa x_i , equazioni 6.39, per ogni test *i* per poi visualizzare la distribuzione delle tensioni di rottura in un diagramma di *Weibull*. I valori calcolati si trovano nella tabella 6.6:

$$y_i = ln\left[ln\left(\frac{1}{1-P_{fi}}\right)\right] \qquad \qquad x_i = ln(\sigma_{fi}) \qquad \qquad 6.39$$

σ_{1max}	Ν	i	P _{fi}	Xi	y i
(MPa)					
313	30	1	0,016667	5,746203	-4,08595
313		2	0,05	5,746203	-2,9702
330		3	0,083333	5,799093	-2,44172
335		4	0,116667	5,814131	-2,08705
343		5	0,15	5,83773	-1,81696
352		6	0,183333	5,863631	-1,5969
357		7	0,216667	5,877736	-1,40978
372		8	0,25	5,918894	-1,2459
377		9	0,283333	5,932245	-1,09918
377		10	0,316667	5,932245	-0,96555
377		11	0,35	5,932245	-0,84215
380		12	0,383333	5,940171	-0,72686
383		13	0,416667	5,948035	-0,61805
384		14	0,45	5,950643	-0,51444
391		15	0,483333	5,968708	-0,41497
394		16	0,516667	5,976351	-0,31876
397		17	0,55	5,983936	-0,22501
397		18	0,583333	5,983936	-0,133
397		19	0,616667	5,983936	-0,04202
398		20	0,65	5,986452	0,048621
398		21	0,683333	5,986452	0,13968

403	22	0,716667	5,998937	0,232009
403	23	0,75	5,998937	0,326634
411	24	0,783333	6,018593	0,424872
413	25	0,816667	6,023448	0,528537
414	26	0,85	6,025866	0,640337
414	27	0,883333	6,025866	0,764739
430	28	0,916667	6,063785	0,910235
446	29	0,95	6,100319	1,097189
477	30	0,983333	6,167516	1,409607

 Tabella 6.6: Dati acquisiti e riordinati secondo un ordine crescente della tensione di rottura per l'applicazione del Linear Regression Method ed elaborazione grafica

6.6.3 Diagramma di Weibull – Elaborazione grafica dei dati

Per avere una rapida ed approssimativa visualizzazione della distribuzione della resistenza dei provini e per dimostrare graficamente la validità di questo metodo statistico, si deve realizzare un diagramma di *Weibull*.

Si vuole confrontare la distribuzione dei valori delle tensioni di rottura rispetto alla retta interpolante. Si plottano i valori x_i e y_i e si ottiene la distribuzione delle tensioni in un grafico doppio logaritmico, figura 6.13:



Figura 6.13: Diagramma di Weibull del campione di provini in SiC SA ricavato con il Linear Regression Method. Con l'interpolazione lineare si approssima bene la distribuzione delle tensioni di rottura

Si ottiene una distribuzione molto condensata sulla linea di tendenza e ciò va a confermare la possibilità di eseguire una valida analisi statistica con il metodo del *Maximum Likelihood Method*. Nonostante si utilizzino provini con volume diverso, si può facilmente notare come la distribuzione delle tensioni sia molto variabile anche per provini dello stesso volume ma pur sempre in prossimità della linea di tendenza.

Per via grafica si ricava la relazione lineare 6.40:

$$y = 12,705x - 76,176$$
 6.40

Da cui si ricava una stima del modulo di Weibull:

$$m = 12,705$$
 6.41

Ed una tensione caratteristica pari a:

$$76,176 = m \cdot \ln(\sigma_0) \tag{6.42}$$

$$\sigma_0 = 401,72 MPa$$
 6.43

Valori che hanno validità nel caso di calcolo dei parametri di *Weibull* con il *Linear Regression Method* e non con il *Maximum Likelihood Method* che viene descritto nella normativa ASTM 1239-07.

6.6.4 Calcolo dei parametri della distribuzione

Si valutano ora le stime dei parametri propri della distribuzione di Weibull utilizzando il *Maximum Likelihood Method* così da caratterizzare strutturalmente in Carburo di Silicio Hexoloy SA. Il valore di \hat{m} è stato calcolato con un processo iterativo utilizzando la relazione 6.44:

$$\frac{\sum_{j=1}^{N} \sigma_{fj}^{\hat{m}} ln \sigma_{fj}}{\sum_{j=1}^{N} \sigma_{fj}^{\hat{m}}} - \frac{1}{N} \sum_{j=1}^{N} ln \sigma_{fj} - \frac{1}{\hat{m}} = 0$$
6.44

Come dato di input è stato utilizzato il valore del coefficiente angolare ricavato dalla retta di regressione lineare del diagramma di distribuzione delle tensioni. Il processo iterativo si è fermato per un valore, dato dall'equazione, pari a -0.00003 che può essere approssimato a zero considerando un piccolissimo errore.

Di seguito si riporta la tabella 6.7 con tutti i parametri calcolati per eseguire il processo iterativo e di conseguenza sono presenti anche i risultati ottenuti:

σ ^{m*}	m*	lnσ	∑ σ ^{m∗}	(σ ^{m*})Inσ	∑((σ ^{m*})Inσ)	N	∑lnσ
2,34E+28	11,19	5,83773	4,17E+30	1,37E+29	2,52E+31	30	178,5322
3,67E+28		5,877736		2,16E+29			
6,75E+28		5,932245		4E+29			
6,75E+28		5,932245		4E+29			
6,75E+28		5,932245		4E+29			
5,81E+28		5,918894		3,44E+29			
8,29E+28		5,950643		4,93E+29			
1,11E+29		5,976351		6,61E+29			
1,42E+29		5,998937		8,54E+29			
1,42E+29		5,998937		8,54E+29			
1,77E+29		6,018593		1,07E+30			
1,8E+28		5,814131		1,05E+29			
3,13E+28		5,863631		1,84E+29			
1,01E+29		5,968708		6,06E+29			
8,42E+27		5,746203		4,84E+28			
1,52E+28		5,799093		8,82E+28			
1,2E+29		5,983936		7,2E+29			
1,2E+29		5,983936		7,2E+29			
8,05E+28		5,948035		4,79E+29			
1,92E+29		6,025866		1,16E+30			

7,38E+28	5,940171	4,38E+29	
1,2E+29	5,983936	7,2E+29	
1,87E+29	6,023448	1,13E+30	
2,94E+29	6,063785	1,78E+30	
4,43E+29	6,100319	2,7E+30	
9,39E+29	6,167516	5,79E+30	
1,24E+29	5,986452	7,41E+29	
1,24E+29	5,986452	7,41E+29	
1,92E+29	6,025866	1,16E+30	
8,42E+27	5,746203	4,84E+28	

Tabella 6.7: Dati per l'esecuzione del calcolo iterativo per la stima del modulo di Weibull con il Maximum Likelihood Method

Una volta ricavato il valore di \hat{m} dal processo iterativo, è possibile calcolare anche il valore della tensione caratteristica $\hat{\sigma_0}$ secondo la relazione 6.45:

$$\widehat{\sigma_0} = \left[\left(\sum_{j=1}^{N} \sigma_{fj}^{\widehat{m}} \right) \frac{1}{N} \right]^{1/\widehat{m}} = 402,1413809 \, MPa$$
 6.45

Che corrisponde al valore di tensione con probabilità di sopravvivenza dei provini al 37%.

6.6.5 Unbiasing Factor ed intervallo di confidenza

Dalle tabelle presenti nella normativa ASTM 1239-07 si ricavano i valori dei parametri per eseguire le correzioni del *bias* e per il calcolo dei limiti superiore ed inferiore dei parametri di *Weibull* per un dato livello di confidenza $1-\alpha$.

Per un campione di N=30 provini, i valori di interesse sono riportati nella tabella 6.8:

b	1-α	tu	tl	lu	II
0,955	95%	-0,423	0,435	0,778	1,429

 Tabella 6.8: Valori per la correzione del bias nel modulo di Weibull e valori per il calcolo dell'intervallo di confidenza per i parametri della distribuzione [22]

Utilizzando le formule presenti in normativa (equazioni 6.46 - 6.50):

$$\widehat{m}_{corr} = \widehat{m} \cdot b \tag{6.46}$$

$$C_u = \widehat{\sigma_0} \cdot exp\left(-\frac{t_u}{\widehat{m}}\right) \tag{6.47}$$

$$C_l = \widehat{\sigma_0} \cdot exp\left(-\frac{t_l}{\widehat{m}}\right) \tag{6.48}$$

$$D_u = \frac{\hat{m}}{l_u} \tag{6.49}$$

$$D_l = \frac{\widehat{m}}{l_l} \tag{6.50}$$

Si ricavano il modulo di *Weibull* corretto, i limiti del suo intervallo di confidenza definiti da Du e Dl e i limiti dell'intervallo di confidenza per la tensione caratteristica, definiti da Cu e Cl. Si riportano in tabella 6.9 tutti i valori ricavati:

m* cor	Cu	CI	Du	DI
10,68645	417,6339	386,8085	14,38303	7,830651

Tabella 6.9: Valori di limite inferiore e superiore dell'intervallo di confidenza per i parametri della distribuzione di Weibull

Dunque, si hanno i seguenti risultati per il modulo di Weibull \hat{m} :

E per la tensione caratteristica $\widehat{\sigma_0}$:

6.6.6 Risultati

Si è considerato un comportamento fino alla frattura di tipo lineare elastico anche alle alte temperature poiché i risultati fittano bene una distribuzione di *Weibull*.

È stata sviluppata un'analisi statistica di *Weibull* considerando 30 provini di Carburo di Silicio Hexoloy SA di volumi differenti, 6 dei quali testati in condizioni differenti (distanza maggiore dal riscaldatore o in assenza di schermatura) e considerandoli tutti nella stessa distribuzione nonostante i difetti di origine della cricca siano sia di tipo superficiale che di volume.

I risultati ricavati sono riassunti nelle seguenti tabelle (6.10 - 6.13):

Ν	err	1-α
30	-0,00003	95%

Tabella 6.10: Si indicano il numero di campioni, l'errore nella stima del modulo di Weibull ed illivello di confidenza scelto per l'analisi statistica con 30 provini in SiC SA

	Min	Mean value	Max
ŵ	7,831	11,190	14,383
$\widehat{\sigma_0}$	386,809	402,141	417,634

Tabella 6.11: Valore dei parametri ricavati dall'analisi statistica di 30 provini in SiC SA e relative bande di incertezza

È stata sviluppata anche un'analisi statistica considerando solamente i 24 provini che sono stati sottoposti alle stesse identiche condizioni di esercizio, ovvero a distanza dal riscaldatore di 1 mm e in presenta di schermatura. I risultati sono i seguenti e non variano di molto dai precedenti:

Ν	err	1-α
24	0,000001	95%

Tabella 6.12: Si indicano il numero di campioni, l'errore nella stima del modulo di Weibull ed illivello di confidenza scelto per l'analisi statistica con 24 provini in SiC SA

	Min	Valore medio	Мах
ŵ	7,081	10,650	14,032
$\widehat{\sigma_0}$	385,839	404,178	422,909

Tabella 6.13: Valore dei parametri ricavati dall'analisi statistica di 24 provini in SiC SA e relative bande di incertezza

6.7 Caratterizzazione strutturale del Carburo di Silicio Hexoloy SP

Ai Laboratori Nazionali di Legnaro è stato caratterizzato sia il comportamento termico sia quello strutturale del Carburo di Silicio Hexoloy SP. Dopo aver definito la sua emissività termica tramite l'apposito apparato sperimentale, la sua conducibilità termica tramite il *Design Optimization Tool* di ANSYS 16.2, sono state definite le sue caratteristiche meccaniche tramite analisi statistica.

In particolare, con l'analisi statistica di *Weibull* si è potuto definire la resistenza caratteristica del materiale, ovvero la resistenza che porta ad una probabilità di sopravvivenza del 37% dei provini, e il modulo di *Weibull* che rappresenta la "larghezza" della distribuzione.

Di seguito si presenta la tabella 6.14 con le proprietà dell'Hexoloy SiC SP utilizzato per le prove, valori presi dal sito del produttore *Saint-Gobain*:

Fonte		Proprietà	Unità	Valore a 20°C
Saint-	Strutturale	Densità	g/cm ³	3,04
Gobain		Modulo di elasticità	GPa	400
		Coefficiente di Poisson		0,14
		Resistenza a flessione 4pt	MPa	240
		Coefficiente di espansione termica	1/K	4,2 x 10 ⁻⁶
		Modulo di Weibull		19
	Termica	Calore specifico	J/gmK	0,67
		Conducibilità termica (RT)	W/mK	110

Tabella 6.14: Proprietà fisiche del Carburo di Silicio Hexoloy SP [11]

6.7.1 Analisi sperimentale e numerica

Per eseguire la caratterizzazione meccanica del Carburo di Silicio Hexoloy SP si eseguono dei test di rottura di dischi di diametro 40 mm e di spessore variabile (da 0,5 mm a 1,2 mm), figura 6.14, utilizzando un apparato sperimentale, presente presso i Laboratori Nazionali di Legnaro, che sottopone i provini ad elevati gradienti termici sviluppati radialmente dal centro alla periferia del disco.



Figura 6.14: Tipica frattura a "fontana" in un disco di SiC SP generata da un forte gradiente termico

Fa parte dell'apparato sperimentale anche un pirometro che misura temperatura ed emissività del disco durante l'intera prova. Il disco viene riscaldato in ambiente inerte (in vuoto) tramite un riscaldatore in grafite che viene percorso da corrente fino ad un valore di 230 A con una sollecitazione a gradini da step di 5 A. Essendo che l'apparato prevede l'installazione di un solo pirometro, per avere una stima del ΔT che si genera sul disco bisogna fare affidamento ad un modello numerico che simuli al meglio le condizioni di esercizio per avere le misure di temperatura sia del centro che della periferia.

Dunque, con il *Design Optimization Tool* presente in ANSYS 16.2 è stata eseguita la stima della conducibilità termica del SiC SP dando in input le temperature sperimentali e l'emissività. Una volta costruito un modello valido è stato possibile eseguire le simulazioni per ricavare i ΔT e le tensioni a cui sono sottoposti i dischi al momento della loro rottura, come rappresentato in figura 6.15. Una volta raccolti tutti i dati è stato possibile svolgere un'analisi statistica per ricavare le caratteristiche meccaniche del SiC SP.



Figura 6.15: A sinistra si ha l'immagine della distribuzione della temperatura e a destra l'immagine della distribuzione della 1st principal stress

La normativa C1239-07 descrive un metodo per eseguire un'analisi statistica della resistenza dei materiali ceramici utilizzando una distribuzione di *Weibull* a due parametri seguendo il metodo del *Maximum Likelihood Estimation*.

In questo caso non sarà poi possibile calcolare il fattore di scala per il calcolo della tensione al variare del volume dei provini in quanto tale fattore è valido in caso di rotture raggiunte solamente per difetti di volume e non anche di superficie. Si può vedere infatti graficamente, figura 6.16, che nel nostro caso non c'è una effettiva dipendenza lineare crescente della tensione al variare del volume (si ha un coefficiente angolare dell'ordine di 10^7):



Figura 6.16: Grafico della distribuzione delle tensioni di rottura al variare del volume (spessore) dei provini

Il volume dei dischetti è stato calcolato con la formula 6.53:

$$V = \pi \cdot r^2 \cdot t \tag{6.53}$$

Dove:

- *r* è il raggio del disco in Carburo di Silicio (nel nostro caso è sempre *r=20 mm*);
- *t* è lo spessore del disco in Carburo di Silicio.

All'aumentare del volume si dovrebbe avere una tensione di rottura minore in quando per volumi maggiori è possibile trovare difetti maggiori che portano alla rottura del provino per tensioni inferiori. È dunque giustificato il fatto di trascurare i calcoli tramite il fattore di scala per la variazione del volume.

6.7.2 Acquisizione ed elaborazione dei dati

La prova standard è stata eseguita ponendo il dischetto alla distanza di *2,5 mm* dal riscaldatore. In tabella viene anche riportato quando tali condizioni di esercizio non sono state rispettate, tuttavia una diversa distanza dal riscaldatore o la mancanza dello schermo non influenzano il risultato finale sulla tensione di rottura ma solo la velocità di generazione del gradiente termico critico.

Di seguito, tabella 6.15, si trovano i valori di temperature e tensioni di rottura dei provini ricavati con il software ANSYS per tutti gli spessori utilizzati:

Spessore	T	T max	T min	ΔΤ	σ _{1max}	Diverse
	media	(00)	(0.0)	(0.0)		condizioni
(mm)	(°C)	(°C)	(°C)	(°C)	(MPa)	
0,5	818	964	672	292	171	
	818	964	672	292	171	
	794,5	932	657	275	158	
	818	964	672	292	171	
	818	964	672	292	171	
0,6	925	1099	751	348	220	
	880	1036	724	312	194	
	880	1036	724	312	194	
	835,5	976	695	281	168	
	880	1036	724	312	194	
	857	1005	709	296	181	
0,8	938	1096	780	316	203	
	849,5	976	723	253	155	
	938	1096	780	316	203	
	938	1096	780	316	203	
	961,5	1129	794	335	214	
1	852,5	998	707	291	174	Si*
	1069,5	1268	871	397	238	
	1069,5	1268	871	397	238	
	1046,5	1235	858	377	228	
	998	1164	832	332	208	
	998	1164	832	332	208	
1,2	1013	1171	855	316	197	
	1037,5	1207	868	339	207	
	1013	1171	855	316	197	
	1037,5	1207	868	339	207	
	1037,5	1207	868	339	207	

Tabella 6.15: Dati acquisiti da simulazioni eseguite con il software ANSYS 18.2. *Distanza dal riscaldatore pari a 1 mm.

Dall'analisi statistica è stato scartato un provino che è giunto a rottura ad un valore di temperatura troppo molto più basso rispetto agli altri dischi. Infatti è possibile notare in tale disco una modalità di

rottura anomala rispetto a quella classica a "fontana" ed è possibile vedere anche ad occhio nudo un enorme difetto al suo centro, figura 6.17:



Figura 6.17: Provino in SiC SP scartato dall'analisi statistica a causa di un difetto anomalo che ne ha causato una rottura anomala

Si dispongono in ordine crescente le tensioni di rottura e ad ognuna di esse gli si assegna una probabilità secondo la relazione 6.54:

$$P_{fi} = \left(\frac{i - 0.5}{N}\right) \tag{6.54}$$

Fornendo così una probabilità di rottura cumulata per tutti gli N provini.

Si calcolano poi i valori di ordinata y_i ed ascissa x_i , equazioni 6.55, per ogni test *i* per poi visualizzare la distribuzione delle tensioni di rottura in un diagramma di *Weibull*. Si riportano i valori calcolati in tabella 6.16.

$$y_i = ln\left[ln\left(\frac{1}{1-P_{fi}}\right)\right] \qquad \qquad x_i = ln(\sigma_{fi}) \qquad \qquad 6.55$$

σ_{1max}	Ν	i	P _{fi}	Xi	y i
(MPa)					
155	27	1	0,018519	5,043425	-3,97965
158		2	0,055556	5,062595	-2,86193
168		3	0,092593	5,123964	-2,33136
171		4	0,12963	5,141664	-1,97446
171		5	0,166667	5,141664	-1,70198
171		6	0,203704	5,141664	-1,47936
171		7	0,240741	5,141664	-1,28949
174		8	0,277778	5,159055	-1,12263
181		9	0,314815	5,198497	-0,97269
194		10	0,351852	5,267858	-0,83555
194		11	0,388889	5,267858	-0,70831
194		12	0,425926	5,267858	-0,58879
197		13	0,462963	5,283204	-0,47532
197		14	0,5	5,283204	-0,36651
203		15	0,537037	5,313206	-0,26122
203		16	0,574074	5,313206	-0,15842

203	17	0,611111	5,313206	-0,05714
207	18	0,648148	5,332719	0,043581
207	19	0,685185	5,332719	0,144767
207	20	0,722222	5,332719	0,247589
208	21	0,759259	5,337538	0,353494
208	22	0,796296	5,337538	0,464419
214	23	0,833333	5,365976	0,583198
220	24	0,87037	5,393628	0,714455
228	25	0,907407	5,429346	0,86691
238	26	0,944444	5,472271	1,061385
238	27	0,981481	5,472271	1,383537

 Tabella 6.16: Dati acquisiti e riordinati secondo un ordine crescente della tensione di rottura per l'applicazione del Linear Regression Method ed elaborazione grafica

6.7.3 Diagramma di Weibull – Elaborazione grafica dei dati

Per avere una rapida ed approssimativa visualizzazione della distribuzione della resistenza dei provini e per dimostrare graficamente la validità di questo metodo statistico, si deve realizzare un diagramma di *Weibull*.

Si vuole confrontare la distribuzione dei valori delle tensioni di rottura rispetto alla retta interpolante. Si plottano i valori x_i e y_i e si ottiene la distribuzione delle tensioni in un grafico doppio logaritmico, figura 6.18:



Figura 6.18: Diagramma di Weibull del campione di provini in SiC SP ricavato con il Linear Regression Method. Con l'interpolazione lineare si approssima bene la distribuzione delle tensioni di rottura

Si ottiene una distribuzione molto condensata sulla linea di tendenza, comunque con una dispersione maggiore rispetto a quella del SiC SA, e ciò va a confermare la possibilità di eseguire una valida analisi statistica con il metodo del *Maximum Likelihood Method*. Nonostante si utilizzino provini con

volume diverso, si può facilmente notare come la distribuzione delle tensioni sia molto variabile anche per provini dello stesso volume ma pur sempre in prossimità della linea di tendenza. Per via grafica si ricava la relazione lineare 6.56:

$$y = 10,287x - 54,773 \tag{6.56}$$

Da cui si ricava una stima del modulo di Weibull:

$$m = 10,287$$
 6.57

Ed una tensione caratteristica pari a:

$$54,773 = m \cdot ln(\sigma_0)$$
 6.58

$$\sigma_0 = 205,3 MPa$$
 6.59

Valori che hanno validità nel caso di calcolo dei parametri di *Weibull* con il *Linear Regression Method* e non con il *Maximum Likelihood Method* che viene descritto nella normativa ASTM 1239-07.

Si può notare fin da subito che il modulo di *Weibull* riferito al SiC SP presenta un valore inferiore rispetto a quello caratteristico del SiC SA, ciò significa che si ha una maggiore dispersione di risultati nel caso del carburo di silicio Hexoloy SP e la cosa è giustificata dal fatto che in esso sono presenti difetti di dimensioni maggiori ed in numero maggiore.

6.7.4 Calcolo dei parametri della distribuzione

Si valutano ora le stime dei parametri propri della distribuzione di Weibull utilizzando il *Maximum Likelihood Method* così da caratterizzare strutturalmente il Carburo di Silicio Hexoloy SP. Il valore di \hat{m} è stato calcolato con un processo iterativo utilizzando la relazione 6.60:

$$\frac{\sum_{j=1}^{N} \sigma_{fj}^{\hat{m}} ln \sigma_{fj}}{\sum_{j=1}^{N} \sigma_{fj}^{\hat{m}}} - \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} ln \sigma_{fj} - \frac{1}{\hat{m}} = 0$$
6.60

Come dato di input è stato utilizzato il valore del coefficiente angolare ricavato dalla retta di regressione lineare del diagramma di distribuzione delle tensioni. Il processo iterativo si è fermato per un valore, dato dall'equazione, pari a 0.00008 che può essere approssimato a zero considerando un piccolissimo errore.

Di seguito si riporta la tabella 6.17 con tutti i parametri calcolati per eseguire il processo iterativo e di conseguenza sono presenti anche i risultati ottenuti:

σ ^{m*}	m*	lnσ	∑σ ^{m∗}	(σ ^{m*})Inσ	∑((σ ^{m*})Inσ)	N	∑lnσ
4,18E+21	9,65	5,159055	5,63E+23	2,16E+22	3,02E+24	27	142,2705
2,23E+22		5,332719		1,19E+23			
8,59E+22		5,472271		4,7E+23			
8,59E+22		5,472271		4,7E+23			
5,68E+22		5,429346		3,08E+23			
2,34E+22		5,337538		1,25E+23			
2,34E+22		5,337538		1,25E+23			
1,85E+22		5,313206		9,83E+22			
1,37E+21		5,043425		6,91E+21			
1,85E+22		5,313206		9,83E+22			
1,85E+22		5,313206		9,83E+22			
3,08E+22		5,365976		1,65E+23			
4,02E+22		5,393628		2,17E+23			
1,19E+22		5,267858		6,29E+22			

1,19E+22	5,267858		6,29E+22		
2,98E+21	5,123964		1,53E+22		
1,19E+22	5,267858		6,29E+22		
6,12E+21	5,198497		3,18E+22		
3,54E+21	5,141664		1,82E+22		
3,54E+21	5,141664		1,82E+22		
1,65E+21	5,062595		8,34E+21		
3,54E+21	5,141664		1,82E+22		
3,54E+21	5,141664		1,82E+22		
1,39E+22	5,283204		7,32E+22		
2,23E+22	5,332719		1,19E+23		
1,39E+22	5,283204		7,32E+22		
2,23E+22	5,332719]	1,19E+23		

Tabella 6.17: Dati per l'esecuzione del calcolo iterativo per la stima del modulo di Weibull con il Maximum Likelihood Method

Una volta ricavato il valore di \hat{m} dal processo iterativo, è possibile calcolare anche il valore della tensione caratteristica $\hat{\sigma_0}$ secondo la relazione 6.61:

$$\widehat{\sigma_0} = \left[\left(\sum_{j=1}^N \sigma_{fj}^{\widehat{m}} \right) \frac{1}{N} \right]^{1/\widehat{m}} = 205,5216599 \, MPa \tag{6.61}$$

Che corrisponde al valore di tensione con probabilità di sopravvivenza dei provini al 37%.

6.7.5 Unbiasing Factor ed intervallo di confidenza

Dalle tabelle presenti nella normativa ASTM 1239-07 si ricavano i valori dei parametri per eseguire le correzioni del *bias* e per il calcolo dei limiti superiore ed inferiore dei parametri di *Weibull* per un dato livello di confidenza $1-\alpha$.

Per un campione di N=27 provini, i valori di interesse sono riportati in tabella 6.18:

b	1-α	tu	tl	lu	II
0,949	95%	-0,4505	0,4625	0,769	1,4625

 Tabella 6.18: Valori per la correzione del bias nel modulo di Weibull e valori per il calcolo dell'intervallo di confidenza per i parametri della distribuzione [22]

Utilizzando le formule presenti in normativa (equazioni 6.62 - 6.66):

$$\widehat{m}_{corr} = \widehat{m} \cdot b \qquad \qquad 6.62$$

$$C_u = \widehat{\sigma_0} \cdot exp\left(-\frac{t_u}{\widehat{m}}\right) \tag{6.63}$$

$$C_l = \widehat{\sigma_0} \cdot exp\left(-\frac{t_l}{\widehat{m}}\right) \tag{6.64}$$

$$D_u = \frac{\hat{m}}{l_u} \tag{6.65}$$

$$D_l = \frac{\hat{m}}{l_l} \tag{6.66}$$

Si ricavano il modulo di *Weibull* corretto, i limiti del suo intervallo di confidenza definiti da Du e Dl e i limiti dell'intervallo di confidenza per la tensione caratteristica, definiti da Cu e Cl. Tali valori vengono riportati in tabella 6.19:

m* cor	Cu	CI	Du	DI
9,15785	215,3437	195,9038	12,54876	6,598291

Tabella 6.19: Valori di limite inferiore e superiore dell'intervallo di confidenza per i parametri della distribuzione di Weibull

Dunque, si hanno i seguenti risultati per il modulo di *Weibull* \hat{m} :

E per la tensione caratteristica $\widehat{\sigma_0}$:

6.7.6 Risultati

Si è considerato un comportamento strutturale di tipo lineare elastico fino alla rottura, anche alle alte temperature, poiché i risultati fittano bene una distribuzione di *Weibull*.

È stata sviluppata un'analisi statistica di *Weibull* considerando 27 provini di Carburo di Silicio Hexoloy SP di volumi differenti, 1 dei quali testato in condizioni differenti (distanza dal riscaldatore pari a *1 mm*) e considerandoli tutti nella stessa distribuzione nonostante i difetti di origine della cricca siano sia di tipo superficiale che di volume.

I risultati ricavati sono riassunti nelle seguenti tabelle (6.20 e 6.21):

Ν	err	1-α
27	0,00008	95%

 Tabella 6.20: Si indicano il numero di campioni, l'errore nella stima del modulo di Weibull ed il livello di confidenza scelto per l'analisi statistica con 27 provini in SiC SP

Min		Valore medio	Мах	
ĥ	6,598	9,65	12,549	
$\widehat{\sigma_0}$	195,904	205,522	215,344	

Tabella 6.21: Valore dei parametri ricavati dall'analisi statistica di 27 provini in SiC SP e relative bande di incertezza

6.8 Statistica di Weibull con i gradienti termici radiali

Per completezza si è deciso di svolgere un'analisi statistica anche sui valori dei gradienti termici radiali che hanno portato alla rottura dei dischi in Carburo di Silicio. Tale analisi non si trova in letteratura ed è una prova innovativa. Per questo motivo si svolge l'analisi statistica con il *Linear Regression Method* della teoria di *Weibull* seguendo il procedimento utilizzato per la stima dei parametri di resistenza strutturale.

Si è voluta svolgere questa analisi poiché sembra esserci una dipendenza lineare tra i gradienti termici radiali e le corrispondenti tensioni massime di trazione in periferia. Come si vedrà la distribuzione dei valori relativi ai gradienti termici non varierà di molto dalla distribuzione delle corrispondenti tensioni che causano la rottura.

6.8.1 Distribuzione del gradiente termico di rottura su dischi in SiC Hexoloy SA

Come già fatto per i valori delle tensioni di rottura, si riordinano in modo crescente i valori dei gradienti termici radiali massimi delle varie prove eseguite sui dischi in Carburo di Silicio Hexoloy SA e se ne calcola la probabilità di rottura con la relazione 6.69:

$$P_{fi} = \left(\frac{i - 0.5}{N}\right) \tag{6.69}$$

6.70

Fornendo così una probabilità di rottura cumulata per tutti gli N provini.

Si calcolano poi i valori di ordinata y_i ed ascissa x_i , equazioni 6.70, per ogni test *i* per poi visualizzare la distribuzione dei gradienti termici radiali massimi in un diagramma di *Weibull*. Si riportano in tabella 6.22 i valori calcolati.

	$y_i = ln \left[l \right]$	$ln\left(\frac{1}{1-P_{fi}}\right)$)] x_i	$= ln(\Delta T_{fi})$	
ΔT_{max}	N	i	P _{fi}	Xi	y i
(°C)					
426	30	1	0,016667	6,054439	-4,08595
435		2	0,05	6,075346	-2,9702
455		3	0,083333	6,120297	-2,44172
467		4	0,116667	6,146329	-2,08705
483		5	0,15	6,180017	-1,81696
487		6	0,183333	6,188264	-1,5969
506		7	0,216667	6,226537	-1,40978
509		8	0,25	6,232448	-1,2459
526		9	0,283333	6,265301	-1,09918
526		10	0,316667	6,265301	-0,96555
527		11	0,35	6,267201	-0,84215
530		12	0,383333	6,272877	-0,72686
530		13	0,416667	6,272877	-0,61805
530		14	0,45	6,272877	-0,51444
530		15	0,483333	6,272877	-0,41497
534		16	0,516667	6,280396	-0,31876
534		17	0,55	6,280396	-0,22501
534		18	0,583333	6,280396	-0,133
541		19	0,616667	6,293419	-0,04202
544		20	0,65	6,298949	0,048621
545		21	0,683333	6,300786	0,13968
545		22	0,716667	6,300786	0,232009
551		23	0,75	6,311735	0,326634
551		24	0,783333	6,311735	0,424872
552		25	0,816667	6,313548	0,528537
557		26	0,85	6,322565	0,640337
563		27	0,883333	6,33328	0,764739
580		28	0,916667	6,363028	0,910235
586	1	29	0,95	6,37332	1,097189
615	1	30	0,983333	6,421622	1,409607

Tabella 6.22: Dati acquisiti e riordinati secondo un ordine crescente dei gradienti termici radiali su provini in Carburo di Silicio Hexoloy SA per l'applicazione del Linear Regression Method ed elaborazione grafica

Si plottano i valori x_i e y_i e si ottiene la distribuzione dei gradienti termici radiali in un grafico doppio logaritmico, figura 6.19:



Figura 6.19: Diagramma di Weibull del campione di provini in SiC SA ricavato con il Linear Regression Method

Come si può vedere, si ottiene una distribuzione molto condensata sulla linea di tendenza e simile alla distribuzione delle tensioni di rottura. Per via grafica si ricava la relazione lineare 6.71:

$$y = 14,872x - 93,716 \tag{6.71}$$

Da cui si ricava una stima del modulo di Weibull:

$$m = 14,872$$
 6.72

Ed un gradiente termico caratteristico pari a:

$$93,716 = m \cdot ln(\Delta T_0)$$
 6.73

$$\Delta T_0 = 545.4 \,^{\circ}C$$
 6.74

Che corrisponde al valore del gradiente termico radiale per una probabilità di sopravvivenza del 37%.

6.8.2 Distribuzione del gradiente termico di rottura su dischi in SiC Hexoloy SP

Si riordinano in modo crescente i valori dei gradienti termici radiali massimi delle varie prove eseguite sui dischi in Carburo di Silicio Hexoloy SP e se ne calcola la probabilità di rottura con la relazione 6.75:

$$P_{fi} = \left(\frac{i - 0.5}{N}\right) \tag{6.75}$$

Fornendo così una probabilità di rottura cumulata per tutti gli N provini.

Si calcolano poi i valori di ordinata *y*_i ed ascissa *x*_i, equazioni 6.76, per ogni test *i* per poi visualizzare la distribuzione dei gradienti termici radiali massimi in un diagramma di *Weibull*. Si riportano in tabella 6.23 i valori calcolati.

	-				
ΔT _{max}	N	i	P _{fi}	Xi	Уi
(°C)					
253	27	1	0,018519	5,533389	-3,97965
275		2	0,055556	5,616771	-2,86193
281		3	0,092593	5,638355	-2,33136
291		4	0,12963	5,673323	-1,97446
292		5	0,166667	5,676754	-1,70198
292		6	0,203704	5,676754	-1,47936
292		7	0,240741	5,676754	-1,28949
292		8	0,277778	5,676754	-1,12263
296		9	0,314815	5,690359	-0,97269
312		10	0,351852	5,743003	-0,83555
312		11	0,388889	5,743003	-0,70831
312		12	0,425926	5,743003	-0,58879
316		13	0,462963	5,755742	-0,47532
316	-	14	0,5	5,755742	-0,36651
316		15	0,537037	5,755742	-0,26122
316		16	0,574074	5,755742	-0,15842
316		17	0,611111	5,755742	-0,05714
332		18	0,648148	5,805135	0,043581
332		19	0,685185	5,805135	0,144767
335		20	0,722222	5,814131	0,247589
339		21	0,759259	5,826	0,353494
339	1	22	0,796296	5,826	0,464419
339	1	23	0,833333	5,826	0,583198
348	1	24	0,87037	5,852202	0,714455
377	1	25	0,907407	5,932245	0,86691
397	1	26	0,944444	5,983936	1,061385
397		27	0,981481	5,983936	1,383537

$$y_i = ln\left[ln\left(\frac{1}{1-P_{fi}}\right)\right]$$
 $x_i = ln(\Delta T_{fi})$

Tabella 6.23: Dati acquisiti e riordinati secondo un ordine crescente dei gradienti termici radiali su provini in Carburo di Silicio Hexoloy SP per l'applicazione del Linear Regression Method ed elaborazione grafica

Si plottano i valori x_i e y_i e si ottiene la distribuzione dei gradienti termici radiali in un grafico doppio logaritmico, figura 6.20:

6.76



Figura 6.20: Diagramma di Weibull del campione di provini in SiC SP ricavato con il Linear Regression Method

Come si può vedere, si ottiene una distribuzione molto condensata sulla linea di tendenza e simile alla distribuzione delle tensioni di rottura. La dispersione dei risultati per i provini in SiC SP è maggiore rispetto a quella dei provini in SiC SA come già visto nel caso della distribuzione delle tensioni di rottura.

Per via grafica si ricava la relazione lineare 6.77:

$$y = 11,167x - 64,881$$
 6.77

Da cui si ricava una stima del modulo di Weibull:

$$m = 11,167$$
 6.78

Ed un gradiente termico caratteristico pari a:

$$64,881 = m \cdot ln(\Delta T_0) \tag{6.79}$$

$$\Delta T_0 = 333.6 \,^{\circ}C$$
 6.80

Che corrisponde al valore del gradiente termico radiale per una probabilità di sopravvivenza del 37%.

6.9 Confronto delle relazioni per il calcolo della probabilità di rottura

Per lo svolgimento dell'analisi statistica con il metodo di *Weibull* sono state seguite le indicazioni presenti nella normativa ASTM 1239-07 pur avendo trovato in letteratura diverse modalità di calcolo nel procedimento analitico, in particolare per quanto riguarda il calcolo della probabilità di rottura dell'i-esimo provino.

Quindi, in questo paragrafo si vuole eseguire un confronto tra le varie relazioni trovate in letteratura per il valore della probabilità di rottura cumulata per avere una stima della differenza che si può avere utilizzando una relazione piuttosto di un'altra.

Le equazioni analizzate sono le seguenti (6.81 - 6.85): [29]

(1)
$$P_{fi} = \left(\frac{i - 0.5}{N}\right)$$
 6.81

$$(2) \quad P_{fi} = \left(\frac{i}{N+1}\right) \tag{6.82}$$

(3)
$$P_{fi} = \left(\frac{i - 0.3}{N + 0.4}\right)$$
 6.83

(4)
$$P_{fi} = \left(\frac{i - 0.375}{N + 0.25}\right)$$
 6.84

(5)
$$P_{fi} = \left(\frac{i - 0.66}{N + 0.99}\right)$$
 6.85

Per un rapido confronto visivo si è scelto di tracciare la retta di interpolazione lineare ricavata con approccio *Linear Regression Method* utilizzando tutte e cinque le relazioni. Dalla figura 6.21 si può notare che le maggiori differenze si trovano per i valori estremi della distribuzione:



Figura 6.21: Confronto delle distribuzioni utilizzando cinque differenti formule per il calcolo della probabilità di rottura per l'i-esimo provino

Per ogni distribuzione si sono ricavati per via grafica i parametri caratteristici della statistica di *Weibull*, ovvero modulo di *Weibull* e resistenza caratteristica, e sono stati messi a confronto in tabella 6.24:

Relazione	1	2	3	4	5
m	12,705	11,502	12,154	12,347	12,699
σ_0	401,72	402,45	402,14	401,83	404,99

Tabella 6.24: Confronto dei parametri di Weibull ricavati con cinque distribuzioni differenti in cui è stata utilizzata una differente relazione per il calcolo della probabilità di rottura dell'i-esimo provino

Si vede un errore relativo massimo del 9% per il modulo di *Weibull*, rispetto alla relazione utilizzata in normativa, ed un errore relativo massimo sulla tensione caratteristica pari allo 0,8%.

Si può quindi affermare che la tipologia di equazione che si utilizza per il calcolo della probabilità di rottura dell'i-esimo provino è pressoché ininfluente sulla stima finale dei parametri della distribuzione di *Weibull*.

6.10 Conclusioni

Il Carburo di Silicio, come tutti i materiali ceramici, è un materiale fragile e presenta una grande dispersione nella stima della resistenza meccanica. In passato sono state sviluppate numerose teorie per cercare di descrivere il comportamento fragile del materiale e stimare la tensione di rottura. Si è cominciato con uno studio sulla forza teorica di coesione dei legami interatomici scoprendo che la stima della tensione di rottura calcolata presentava un valore di un ordine di grandezza maggiore rispetto al valore misurato sperimentalmente. Si è passato così a considerare i difetti presenti in grande quantità nei materiali ceramici, prima sviluppando un approccio locale con *Inglis*, che fornì una stima delle tensioni intensificate all'apice di una cricca, per giungere poi ad un approccio di campo, di tipo energetico, sviluppato da *Griffith*. Questo fornì una relazione che lega le tensioni di rottura alle dimensioni critiche. Dalla relazione di *Griffith* si ricava che ciò che determina la rottura rapida, catastrofica, del materiale è una combinazione critica dei valori dello sforzo applicato e della lunghezza di cricca. Quando ad un difetto *c** si associa una tensione σ^* , la frattura, secondo la teoria di *Griffith*, avanza in modo instabile.

La dispersione dei valori delle tensioni di rottura è dovuta quindi ad una variabilità nelle cricche (dimensione, geometria e orientamento) presenti nel materiale.

Per caratterizzare strutturalmente un materiale è necessario svolgere un'analisi statistica su un campione numeroso di provini. Si è scelto di utilizzare la teoria della statistica di *Weibull* e di seguire le indicazioni presenti nella normativa ASTM C1239-07.

Ai Laboratori Nazionali di Legnaro si è utilizzato tale metodo per la caratterizzazione strutturale del Carburo di Silicio Hexoloy SA e del Carburo di Silicio Hexoloy SP, ricavando dei valori della tensione di rottura al variare della probabilità di sopravvivenza desiderata per un dato componente. Questo in vista dell'utilizzo di tali materiali come *target* per la *facilities* SPES. Infatti, per lo svolgimento dei test si vorrà avere un determinato coefficiente di sicurezza sulla vita dei dischi costituenti il *target* e ciò si traduce in un desiderato valore di probabilità di sopravvivenza e di tensione da non superare.

I valori dei parametri della distribuzione di Weibull per i due materiali studiati, ricavati seguendo il procedimento analitico descritto in normativa ASTM 1239-07, sono riportati in tabella 6.25:

Materiale\Parametro	Modulo di Weibull m	Resistenza Caratteristica σ_0
Hexoloy SiC SA	11,19	402,1 MPa
Hexoloy SiC SP	9,65	205,5 MPa

Tabella 6.25: Stima del valore dei parametri della distribuzione di Weibull per i due diversi materiali analizzati

Il modulo di Weibull rappresenta la dispersione dei valori nella distribuzione, più basso è m e maggiore è la dispersione. La resistenza caratteristica invece è il valore della tensione che fornisce una probabilità di sopravvivenza di un provino pari al 37%.

I risultati riflettono le caratteristiche dei materiali analizzati. Il SiC SP è meno denso del SiC SA, presenta porosità in numero maggiore e di dimensioni maggiori.

Questo materiale è quello meno resistente tra quelli analizzati, avendo difetti (i macro-pori) più grandi rispetto al SiC SA, giungerà a rottura per valori inferiori della tensione esercitata. Questo lo si evince anche dai risultati, ovvero il SiC SP ha un modulo di Weibull inferiore, dunque una dispersione maggiore causata dalla presenza di difetti in numero maggiore e di dimensioni maggiori. Inoltre, esso presenta anche una tensione caratteristica inferiore poiché è caratterizzato da dimensioni di cricca maggiori rispetto al SiC SA.

In vista di un utilizzo di tali materiali nel *target* di produzione SPES si forniscono i valori delle tensioni massime da esercitare sui dischi, e dei corrispondenti gradienti termici radiali che le generano, per avere una probabilità di sopravvivenza pari a *99,9%*. Tali valori sono riportati in tabella 6.26:

Materiale	Prima tensione principale	Massimo gradiente termico radiale
Hexoloy SiC SA	330 MPa	455 °C
Hexoloy SiC SP	170 MPa	285 °C

Tabella 6.26: Valori delle tensioni e dei gradienti termici massimi a cui sottoporre i dischi per unaprobabilità di sopravvivenza pari al 99,9%

CAPITOLO 7 Analisi di fattibilità delle condizioni di esercizio del *target* SPES

7.1 Introduzione

Questo capitolo conclusivo del lavoro di tesi ha come obbiettivo la verifica della fattibilità delle configurazioni di esercizio del *target* SPES tramite l'utilizzo delle proprietà del carburo di silicio ricavate eseguendo la sua caratterizzazione termo-strutturale. Infatti, proprio il *target* composto da dischi in carburo di silicio Hexoloy SA verrà utilizzato nelle prime fasi di collaudo della facility nella configurazione a bassa energia e in alcuni esperimenti futuri nella configurazione ad alta energia. In questo capitolo verrà considerata solamente la geometria e le condizioni di esercizio del *target* nella configurazione ad alta energia, con dischi di diametro 40 mm, che rappresenta la configurazione più critica per l'integrità del componente.

Partendo dalle simulazioni della deposizione di potenza sui dischi tramite il software FLUKA si passa per l'analisi FEM simulando il campo di temperatura e di tensioni che si genera sul *target* per condizioni di esercizio variabili. Per ogni configurazione se ne valuterà la fattibilità eseguendo un confronto con i risultati numerici ricavati nel capitolo 6, in particolare la resistenza a rottura del materiale.

7.2 Variabili di esercizio

Le configurazioni di esercizio del target dipendono dalle condizioni di impatto del fascio protonico sui dischi. A sua volta queste condizioni sono strettamente correlate alle seguenti variabili:

- La corrente di fascio;
- La sigma di fascio;
- Il raggio di wobbling;
- L'energia persa sui collimatori.

Questi parametri determinano l'energia di fascio, ovvero l'energia cinetica dei protoni, che andrà poi a depositarsi sui dischi in carburo di silicio. Un esempio di deposizione di potenza simulata per le condizioni nominali di esercizio del *target* viene fornito in figura 7.1:



Figura 7.1: Simulazione di deposizione di potenza sui dischi target in condizioni nominali di esercizio, ovvero con 8 kW di potenza, 7 mm di sigma di fascio e 11 mm di raggio di wobbling

Ci si sofferma sulle seguenti variabili di esercizio, già brevemente presentate nel capitolo 2, per avere una chiara idea di come esse influiscono sulle condizioni d'impatto del fascio protonico.

 La corrente di fascio è la quantità di carica elettrica che attraversa una nota superficie nell'unità di tempo. Più alta è la corrente e maggiore sarà la potenza depositata sul target. Infatti, quando i protoni colpiscono il target, la loro energia cinetica viene rilasciata sul bersaglio e tale energia depositata può essere assunta come una generazione interna di potenza nei dischi che ovviamente dipende dall'energia del fascio e dalla sua composizione. Il software FLUKA fornisce in output la corrente di fascio normalizzata sul numero di protoni, ovvero indica il contributo della potenza per singolo protone, in GeV. Nel passaggio da FLUKA ad ANSYS si imposta l'effettiva corrente di fascio moltiplicando il singolo contributo per il numero di protoni totali. Dunque partendo dal contributo singolo della potenza di fascio, si passa da GeV a J:

$$P = 10^9 \cdot q \tag{7.1}$$

Dove q è la carica del protone.

Si moltiplica tale relazione per il numero totale di protoni al fine di ricondursi alla potenza totale di fascio:

$$P = 10^9 \cdot q \cdot \left(\frac{l}{q}\right) \tag{7.2}$$

Dove:

- \circ *l/q* è il numero di protoni;
- I è la corrente elettrica in [A].

Si arriva così ad avere la potenza totale di fascio che si deposita sui dischi, in $MeV \cdot \mu A$, da fornire in input nella simulazione termica di ANSYS.

 La sigma di fascio è la dispersione dei protoni sulla superficie dei dischi. Supponendo che il fascio sia rappresentabile con uno spot circolare di dimensioni finite, figura 7.2, e che la distribuzione dei protoni al suo interno sia di tipo gaussiana, la sigma è il diametro, in mm, della circonferenza al cui interno si trova il 34% dei protoni del fascio. All'aumentare della dimensione della sigma diminuisce la concentrazione del fascio protonico primario.



Figura 7.2: rappresentazione della sigma di fascio come spot circolare sulla superficie del disco in cui è contenuto il 34% dei protoni del fascio

• Il raggio di wobbling è il raggio della circonferenza lungo la quale viene direzionato il fascio sulla superficie dei dischi *target*, figura 7.3. Il sistema che è in grado di far muovere il fascio con una certa frequenza su una circonferenza di raggio imposto si trova tra il ciclotrone ed il *front-end*. La posizione del fascio viene fatta variare per fare in modo che il fascio interessi una diversa area di intersezione dei dischi nel tempo al fine di diminuire il picco di potenza depositato sulla singola regione del *target* con conseguente diminuzione dei gradienti termici radiali.



Figura 7.3: Rappresentazione dello spostamento del fascio lungo la circonferenza imposta tramite il raggio di wobbling

L'energia di fascio persa rappresenta quella quota parte di energia cinetica appartenente ai protoni che terminano la loro corsa impattando contro i collimatori.
 In generale, un collimatore è uno strumento che restringe un fascio. Può essere utilizzato per modellare il fascio al fine di concentrare la potenza di fascio in un bersaglio o per monitorare la dimensione del fascio e la sua posizione. Per queste ragioni, il collimatore deve essere posizionato il più vicino possibile al target. Il materiale scelto per la realizzazione dei collimatori è la grafite vista la sua bassa attivazione a tali livelli di energia dei protoni. Lo sviluppo della geometria del collimatore ha portato alla sua divisione in quattro settori al fine di valutare in ciascuna parte la quantità di energia di fascio impattante per meglio definire la direzione di questo. Una rappresentazione di come agiscono quattro collimatori in serie viene fornita in figura 7.4:



Figura 7.4: Rappresentazione della funzione restringente e direzionale del fascio svolta dai collimatori in grafite

Nelle differenti configurazioni simulate si considera una perdita di energia per impatto del fascio contro i collimatori pari al 5, 10 o 15%.

7.3 Modello numerico

Per simulare il comportamento del target è necessario utilizzare un modello numerico combinato con due software, FLUKA e ANSYS. Il primo ha l'obbiettivo di valutare l'energia del fascio depositata sui dischi che viene poi fornita in input all'analisi FEM, come carico di potenza, per ricavare il corrispondente campo di temperature.

Condizione fondamentale è che per poter utilizzare in serie questi due software si deve importare in essi la stessa identica geometria del modello.

In questo lavoro di tesi si considera il *target* che verrà utilizzato per la configurazione ad alta energia, con dischi in carburi di silicio Hexoloy SA di diametro *40 mm* e spessore *0,65 mm*. La geometria importata in FLUKA viene rappresentata in figura 7.5:



Figura 7.5: Rappresentazione della schermata del software FLUKA dove è definita la geometria del modello numerico

Come presentato precedentemente, al software FLUKA è necessario fornire in input le caratteristiche del fascio protonico, ovvero la sigma di fascio, il raggio di wobbling e l'energia persa a causa dell'azione dei collimatori. Tali parametri vengono inseriti in una schermata principale del software, come quella rappresentata in figura 7.6:

t New-	Seport + Geome	processor • 🗙 Delete	ot 🛃 Show 🔻 💡 Move	Up *all*	Qo Viewer	
Coad Coad	He Mal	terial *	Comment•	Search	S Editor	
PY 🔚 Save +	Add + 🕢 Chi	inge 🐐 🕂 Clone S	itate • 💮 Refresh 🔹 Move	Down T etc.	Print	
Rect Wit	ut i	Card		Rite Contract of C	Vite	
					Input	200
	POWER DEPOSITION	ON SPLE TARGET				
ral	and the second states of second					
ry	This is the source of	ode for the simulations	of power deposition in the ta	get for whobbled beam geometry.		
hetry	.++		+6+7			
cs.	THILE	Power depositi	ion in SPES target with whob	led beam		
port	Energy threshold to	r protons, otherwise the	ey stop too early	Total Frances a	E 1e Al	
19	PARITINA			Part PROTON +	to Part. •	Stem
ng	PHYSICS			True EVAPORAT .	Model New Evap with heavy frag +	
				Zmax 0	Ameri Q	
ocessor	Define the beam ch	aracteristics: per la sign	ma: =2.3548200*sigma/10			20.000
	- BEAM	Att Elst a		Dean Energy .	0.04	PAR PROTON
	and the second second	ShapelXI: Gauss .		x(F2010H) 1 884	ShapelY) Gauss .	V(FWHM) 1.884
	Define the beam po	sition: media/10		1000		
	BEAMPOS			* 0.9	8.0	≥ -20
				COLK	cosy:	Type POSITIV
	IN GEOBEGIN			Committy -	Out +	First COMBNA
		Title:				contra
	Black body					
	O SPH	bikbody		* 0	¥:0	= 0
		11000		# 3000		
	SPH	A GHD		8:300	10	20
	0700	tantanut		* 0	¥ 0	125
	ZCC	tantain		* 0	10	F 2.45
	ZCC	c#1		* 0	10	H.2
	ZCC	c#2		* 0	× 0	H-310
	ZCC	discs		* 0	y 0	P. 2
	ZCC	int		* 0	70	P. 2.25
	ZCC	dump		= 0	y.0	R 1.9
	ZCC	w_edge		* 0	Y. 0	8.3
	ZCC	dd		* 0	¥ 0	F 2.1
	XYP	tantaim		÷ 20		
	LXYP	start		a 0.		
	LXYP	pial		a -10		
	LXYP	pla2		1-9.5		
	LXYP	w2b		÷ 2.98		
	LXYP	w2e		4.3		
	XYP	dlb		2.4		
	XYP	dle		± 4.065		
	L NYA	15.34		15.63		

Figura 7.6: Rappresentazione della schermata del software FLUKA dove si definiscono le proprietà del fascio protonico come la sigma di fascio e il raggio di wobbling

Scorrendo verso il basso la stessa schermata si trovano da definire gli output di interesse che deve fornire il programma come rappresentato in figura 7.7. Per questo studio si richiede al software di

fornire l'energia depositata sui dischi rispetto una certa terna di riferimento, rifacendosi alla geometria del modello si indicano le distanze a cui rilevare l'intensità del parametro di interesse.

mport + Adt - 🕤	Change • Come State • Hefresh	Hove Down Security		
	and the second	i i i i i i i i i i i i i i i i i i i	put	
CASSIGNMA		Mar. Sol	Sec URA1 •	to Fee URA7 .
-		HattDecive): •	Skep	Full .
USRBIN			Unit 21 BIN +	Nerve: WINDOWS
	THE ENCORE		areat 3	100
	ENERGY *	2mm -1.72	Init .17	N2 1
USRBIN			Unit 21 BIN +	New WINDOW?
	Tion 8-0-2 +	Renin O	Rman 2.25	NP/ 100
	Party ENERGY +			ND 64
CAUSERIN.		2.00 2.98	Last 21 8/9 *	Ranke (NGF1)
Cardena a	True B-0-Z +	Amin D	Broan 2	NR 100
	Full ENERGY +	0.0	10	10.64
-		2000.4	2mm 4.065	Nº 1
USKBIN	1	Anna A	21 BIN *	100 1.60
	Put ENERGY -	1.0	Y.C	100-6.5
	Contract of the second s	7 5.63	2mar 5.695	101
USRBIN			Unit 21 BIN +	Name DISC3
	7x20: R-0-2 +	Arren Ø	dente; 2	790-100
	PARLENERGY .	7000 7 34	7000 7 475	10.64
CAUSERIN.		1.50	Unit 21 Bill +	Name Disca
	Table R.4-2 +	Remote O	Rese: 2	NP 100
	Pert ENERGY .		× 0	10.64
-		2-min 9,09	2mar 9 155	× 1
USKBIN	Torr B.d.7 .	Anna A	Brun 2	NE 100
	PUT ENERGY .	1.0	Y C	102-64
		2mm 11.62	Zeron 11.685	12.1
USRBIN			Last 21 BiN +	Name DISCE
	1400 B-0-2 +	Artan O	Amar 2	100
	ENERGY .	1mm 14.25	2mm 14.315	40. 1
USRBIN			100 21 BIN +	Name DisC/
	Trive R-0-2 +	Arrien O	filmer. 2	^{NR-} 100
	PHU ENERGY .	1.0		100.64
Courses.		10.18	10.243	Name of Academy
o skalls	Turt 8.0.7 .	lines &	Anna 2 1	75 100
	Part: ENERGY .	4.0	Y.0	112.64
		J=== 17.51	2min 17.59	10.1
USRBIN			UNU 21 BIN *	Buerie DUMP2
	NOT HIGH .	and D	2.1	100
	Enterior .	Tran 10 10	2mar 18 27	NO 1

Figura 7.7: Rappresentazione della schermata del software FLUKA dove si indicano i valori che si vogliono ottenere in output a seguito della simulazione, come l'energia di deposizione sui singoli dischi in carburo di silicio

In tale schermata si definisce anche il file dove scrivere i dati di output. Tale file sarà realizzato ad *hoc* per fornirlo poi direttamente in input ad ANSYS. Come accennato prima, nel passaggio tra i due software si moltiplica la quantità di energia ricavata da FLUKA per il numero di protoni in modo da simulare la totale deposizione di potenza sul modello.

In ANSYS si importa il modello della camera *target*, rappresentato in figura 7.8, la geometria della box *target* deve essere identica a quella del modello utilizzato in FLUKA.



Figura 7.8: Modello della camera target utilizzato nel software ANSYS

A tale modello si fornisce la deposizione termica sui dischi come carico (*force*) in una simulazione termica (dove la temperatura è una *nodal solution*). La geometria dei sette dischi è rappresentata in figura 7.9:



Figura 7.9: Rappresentazione della geometria e della mesh dei dischi target

La simulazione termica fornisce come risultato il campo di temperatura, come *nodal solution*, sui componenti del modello geometrico utilizzato. A titolo di esempio si fornisce, in figura 7.10, il campo di temperatura ricavato per una configurazione di fascio con corrente pari a $75 \,\mu$ A, raggio di wobbling di *11 mm*, sigma pari a *6 mm* e con una perdita di energia del *15%* per impatto sui collimatori:



Figura 7.10: Rappresentazione del campo di temperatura sui dischi target ricavato da una simulazione con corrente di fascio pari a 75 μA, raggio di wobbling di 11 mm, sigma pari a 6 mm e con una perdita di energia del 15% per impatto sui collimatori

Una volta ricavato il campo di temperatura si esegue la simulazione strutturale con il passaggio *thermal to structural* dove la temperatura diventa un carico imposto come *force* e si ottiene il campo di tensioni come *nodal solution*. A titolo di esempio si fornisce, in figura 7.11, il campo di tensioni corrispondente al campo di temperatura di figura 7.10.



Figura 7.11: Rappresentazione del campo di tensioni (first principal) sui dischi target ricavato da una simulazione con corrente di fascio pari a 75 μA, raggio di wobbling di 11 mm, sigma pari a 6 mm e con una perdita di energia del 15% per impatto sui collimatori

Con un breve considerazione si può subito notare che il disco maggiormente sollecitato è l'ultimo in ordine di impatto con il fascio. Nella successiva trattazione ci si concentrerà maggiormente su questo disco che rappresenta la situazione di esercizio più critica per l'integrità strutturale.

7.4 Risultati delle simulazioni numeriche ed analisi di fattibilità

Innanzitutto è fondamentale soffermarsi sull'andamento delle tensioni di esercizio prima che il sistema si stabilizzi. Fornendo tutta la potenza di colpo e non gradualmente si avrà la generazione di tensioni con picchi di intensità maggiori di quella nominale anche del 60% per il disco più sollecitato. A titolo di esempio, in figura 7.12 si fornisce l'andamento in funzione del tempo del valore della prima tensione principale massima sui sette dischi nella configurazione di esercizio nominale, ovvero con raggio di wobbling pari a *11 mm* ed una sigma di fascio di *6 mm*:



Figura 7.12: Andamento della prima tensione principale massima in funzione del tempo per tutti i dischi target. Si nota il picco iniziale di tensione molto più elevato del valore che si ha a regime

Fisicamente il singolo disco non ha una conducibilità termica tale permettere una rapida distribuzione del calore su di esso depositato su tutto il suo volume, generando così nelle prime fasi dei gradienti termici radiali elevati.

Dal grafico si percepisce quindi la criticità delle sollecitazioni nei primi secondi di esercizio qualora si mandasse il fascio ad impattare contro i dischi senza un graduale aumento della sua potenza.

L'integrità strutturale dei dischi sarebbe messa fortemente a rischio, dunque si vuole sottolineare la necessità di fornire lentamente l'energia di fascio in modo da permettere al sistema di stabilizzarsi.

Tenendo bene a mente questa considerazione, sono state svolte le simulazioni con la configurazione di fascio nominale ma a corrente di fascio variabile e ci si è concentrati sui valori della temperatura massima e della tensione massima in condizioni di stabilità. Si è scelto di simulare cinque valori di corrente di fascio: 50, 75, 100, 150 e 200 μ A. Queste analisi numeriche preliminari sono state eseguite per avere una stima di massima dei valori delle sollecitazioni in gioco al fine di concentrarsi poi su un singolo valore di corrente di fascio e studiarne diverse configurazioni.

I risultati preliminari sono di seguito elencati:

	N°disk	TMAX	TMIN	ΔΤ	stress_1	stress_2	stress_3	stress_VM
200	1	2093	1950	143	1,5E+08	6,8E+03	-7,2E+05	1,5E+08
	2	2195	2063	132	1,4E+08	5,1E+03	-6,9E+05	1,4E+08
	3	2257	2126	130	1,4E+08	2,4E+03	-7,3E+05	1,4E+08
	4	2282	2153	129	1,4E+08	1,2E+03	-7,4E+05	1,4E+08
	5	2298	2170	129	1,4E+08	3,4E+03	-7,1E+05	1,4E+08
	6	2336	2192	144	1,5E+08	3,5E+03	-7,1E+05	1,5E+08
	7	2382	2180	202	2,0E+08	-4,9E+02	-9,6E+05	2,0E+08

Tabella 7.1: Valori di temperatura e tensioni ricavati da una simulazione svolta imponendo una corrente di fascio pari a 200 μ A

I	N°disk	Тмах	T _{MIN}	ΔΤ	stress_1	stress_2	stress_3	stress_VM
150	1	1934	1807	127	1,3E+08	5,0E+03	-6,5E+05	1,3E+08
	2	2031	1913	117	1,2E+08	3,9E+03	-6,1E+05	1,2E+08
	3	2090	1974	115	1,2E+08	1,9E+03	-6,4E+05	1,2E+08
	4	2114	2000	114	1,2E+08	8,6E+02	-6,5E+05	1,2E+08
	5	2128	2015	114	1,2E+08	2,4E+03	-6,2E+05	1,2E+08
	6	2157	2029	128	1,3E+08	2,2E+03	-6,4E+05	1,3E+08
	7	2194	2011	183	1,8E+08	-1,0E+03	-8,9E+05	1,8E+08

Tabella 7.2: Valori di temperatura e tensioni ricavati da una simulazione svolta imponendo una corrente di fascio pari a 150 μ A

-									
	Ι	N°disk	Тмах	TMIN	ΔΤ	stress_1	stress_2	stress_3	stress_VM
	100	1	1728	1621	107	1,1E+08	3,2E+03	-5,5E+05	1,1E+08
		2	1816	1716	99	1,0E+08	2,7E+03	-5,2E+05	1,0E+08
		3	1871	1774	97	1,0E+08	1,4E+03	-5,3E+05	1,0E+08
		4	1895	1799	95	1,0E+08	5,5E+02	-5,4E+05	1,0E+08
		5	1906	1810	95	1,0E+08	1,4E+03	-5,2E+05	1,0E+08
		6	1924	1815	109	1,1E+08	9,5E+02	-5,4E+05	1,1E+08
		7	1949	1791	158	1.5E+08	-1.2E+03	-7.8E+05	1.5E+08

Tabella 7.3: Valori di temperatura e tensioni ricavati da una simulazione svolta imponendo una corrente di fascio pari a 100 μ A

	N°disk	TMAX	TMIN	ΔΤ	stress_1	stress_2	stress_3	stress_VM
75	1	1592	1498	94	9,2E+07	1,8E+04	-3,6E+05	9,2E+07
	2	1674	1586	88	8,7E+07	2,0E+03	-4,5E+05	8,7E+07
	3	1726	1640	86	8,6E+07	1,1E+03	-4,6E+05	8,7E+07
	4	1749	1665	84	8,7E+07	4,3E+02	-4,6E+05	8,7E+07
	5	1758	1674	84	8,6E+07	9,6E+02	-4,5E+05	8,6E+07
	6	1769	1672	97	9,5E+07	4,3E+02	-4,8E+05	9,5E+07
	7	1788	1646	142	1,3E+08	-1,1E+03	-7,0E+05	1,3E+08

Tabella 7.4: Valori di temperatura e tensioni ricavati da una simulazione svolta imponendo una corrente di fascio pari a 75 μ A

I	N°disk	TMAX	Тмім	ΔΤ	stress_1	stress_2	stress_3	stress_VM
50	1	1416	1340	76	8,7E+07	1,6E+03	-4,6E+05	8,7E+07
	2	1488	1416	72	8,6E+07	1,6E+03	-4,6E+05	8,7E+07
	3	1536	1465	71	8,3E+07	-9,3E+02	-4,6E+05	8,3E+07
	4	1557	1487	70	7,6E+07	-1,8E+04	-5,4E+05	7,6E+07
	5	1562	1492	70	7,3E+07	1,1E+04	-3,7E+05	7,3E+07
	6	1567	1484	83	8,6E+07	6,0E+03	-4,1E+05	8,6E+07
	7	1578	1458	120	1,3E+08	-2,5E+03	-6,8E+05	1,3E+08

Tabella 7.5: Valori di temperatura e tensioni ricavati da una simulazione svolta imponendo una corrente di fascio pari a 50 μ A

Tra questi risultati si sceglie il valore di corrente di fascio che porti ad avere un buon compromesso tra le temperature e le tensioni di esercizio, ovvero che generi tensioni non critiche per l'integrità strutturale del componente ma che abbia comunque temperature di esercizio sufficientemente elevate. Di contro, è necessario considerare anche il valore della temperatura massima in quanto non si è certi della reale resistenza del carburo di silicio Hexoloy SA alle elevate temperature. Da studi precedenti e durante questo lavoro di tesi si è potuto verificare, come verrà spiegato in seguito nel dettaglio, che il materiale presenta variazioni di massa trascurabili fino ai *1900* °C circa e inoltre dalla caratterizzazione strutturale si è visto che la tensione a rottura vale *330 MPa* con probabilità di sopravvivenza pari al *99,9%*.

7.4.1 Verifica per l'utilizzo del materiale ad elevate temperature

Per valutare il comportamento alle alte temperature del carburo di silicio Hexoloy SA e quindi verificare che non ci sia alcuna rilevante perdita di massa nei dischi per la volatilità del materiale, è stato utilizzato l'apparato sperimentale presente nel laboratorio di Alte Temperature, ampiamente descritto nei primi capitoli della tesi.

I test sono stati condotti utilizzando un disco in SiC SA di diametro *13 mm* e spessore *1 mm* direttamente appoggiato al riscaldatore in grafite, come rappresentato in figura 7.13:



Figura 7.13: Rappresentazione del posizionamento del disco sul riscaldatore in grafite per portarlo a temperature elevate

Il disco è stato pesato prima di eseguire la prova iniziale e dopo ogni test di riscaldamento in modo da tenere sotto controllo ogni eventuale variazione di massa. La misura della massa è stata eseguita con 6 cifre significative utilizzando una bilancia presente nel laboratorio di Chimica, come si può vedere in figura 7.14:



Figura 7.14: Bilancia utilizzata per misurare la massa del disco in carburo di silicio di diametro 13 mm dopo ogni test di riscaldamento

Nella figura precedente è rappresentato anche il peso iniziale del disco, pari a 0,41256 g. Sono stati eseguiti tre test di riscaldamento, con rampe fino a 230, 260 e 280 A. In tabella 7.6 vengono riportati i valori di temperatura massima raggiunta e massa del provino misurata dopo il test.

Test	l max	T max	m
	(A)	(°C)	(g)
1	230	1453	0,41228
2	260	1570	0,41210
3	280	1666	0,41201

Tabella 7.6: Valori di temperatura e massa del disco raggiunti dopo i vari test di riscaldamento

Si verifica un calo di massa poco superiore allo 0,1% quindi fortemente trascurabile. Non è stato possibile eseguire test tali da portare il disco a temperature superiori. Si fa affidamento a questi valori e a quelli presenti nel riferimento [42] che pone come limite per il carburo di silicio i 1930 °C. Nel tentativo di raggiungere temperature superiori si è eseguito un test utilizzando un frammento di disco di spessore 0,5 mm, posizionato sopra al riscaldatore a distanza 0,5 mm utilizzando delle astine in grafite a contatto diretto con il riscaldatore stesso, come rappresentato in figura 7.15.



Figura 7.15: Rappresentazione del posizionamento del frammento di disco sul riscaldatore in grafite per portarlo a temperature elevate

Durante l'esecuzione del test è sopraggiunto un malfunzionamento dell'apparato sperimentale e la pressione all'interno della camera è aumentata da *10⁻⁵ mbar* a *10⁻² mbar*.

Con tale test non è stato possibile raggiungere i risultati sperati, tuttavia è stato possibile valutare la perdita di peso del materiale in caso di esercizio in mancanza di alto vuoto.

La massima temperatura raggiunta è pari a 1596 °C, inizialmente il frammento aveva una massa pari a 0,19762 g e dopo il test si è misurata una massa di 0,17843 g rilevando una perdita di quasi il 10%. È quindi stato possibile avere una stima della perdita di materiale, probabilmente per la perdita di carbonio imputata alla formazione di CO₂ volatile, in caso di mancanza di vuoto spinto e temperature elevate.

7.4.2 Analisi dei risultati

Consci dei limiti che presenta il materiale di interesse, si sceglie di approfondire la configurazione con corrente di fascio pari a 75 μ A.

Dunque, mantenendo costante tale valore di corrente si variano le altre condizioni di fascio, raggio di wobbling, sigma di fascio ed energia persa sui collimatori (5, 10, 15%), e si analizzano i vari risultati confrontandoli con le caratteristiche limite del materiale.

Per ogni configurazione ci si sofferma sul disco maggiormente sollecitato quindi sulla sua temperatura massima e sulla tensione massima che si verificano sul disco n°7, l'ultimo ad essere impattato dal fascio protonico.

Nella tabella 7.7 si valuta la temperatura massima e la prima tensione principale massima variando la sigma di fascio e il raggio di wobbling, imponendo dei valori tali che la loro combinazione fornisca una perdita sui collimatori pari al *15%*.

15% losses				
σ_{RMS}	r _{wobbler}	Ι [μΑ]	T max	σ₁ max [MPa]
4	15,5	75	1717	58,9
5	14	75	1728	93
6	12,5	75	1753	118
7	11	75	1788	127
8	9	75	1816	147
9	7	75	1826	151
10	3,5	75	1829	152
10.2	0	75	1831	154

Tabella 7.7: Valori della temperatura massima e la prima tensione principale massima al variare della combinazione di sigma di fascio e il raggio di wobbling che fornisce una perdita sui collimatori pari al 15%

Si valuta graficamente, figura 7.16, l'andamento dei due parametri variabili che combinati tra loro danno una perdita di energia di fascio, per impatto sui collimatori, pari al *15%*. Una volta definite le coppie di valori, al solo variare di un parametro, la sigma di fascio, si valuta l'andamento della temperatura massima e della prima tensione principale massima sul disco più sollecitato.



Figura 7.16: Combinazione dei valori di sigma di fascio e raggio di wobbling che danno una perdita di energia sui collimatori pari al 15%

Una volta definite le coppie di valori, al solo variare di un parametro, la sigma di fascio, si valuta l'andamento della temperatura massima, figura 7.17, e della prima tensione principale massima, figura 7.18, sul disco più sollecitato. Si confrontano visivamente questi valori con quelli limite del materiale, contrassegnati con una linea tratteggiata nei grafici di riferimento.



Figura 7.17: Con la linea continua si ha l'andamento della temperatura massima sul disco più sollecitato al variare della sigma di fascio. Con la linea tratteggiata si segnala il limite fisico valutato per il carburo di silicio



Figura 7.18: Con la linea continua si ha l'andamento della prima tensione principale massima agente sul disco più sollecitato al variare della sigma di fascio. Con la linea tratteggiata si segnala il limite strutturale valutato per il carburo di silicio Hexoloy SA

Nella tabella 7.8 si valuta la temperatura massima e la prima tensione principale massima variando la sigma di fascio e il raggio di wobbling, imponendo dei valori tali che la loro combinazione fornisca una perdita sui collimatori pari al *10%*.

10 % losses				
σ_{RMS}	r _{wobbler}	Ι [μΑ]	T max	σ₁ max [MPa]
4	14,5	75	1722	76,8
5	13	75	1740	108
6	11	75	1783	136
7	9	75	1829	153
8	7	75	1840	159
9	4	75	1846	162
9,3	0	75	1850	164

Tabella 7.8: Valori della temperatura massima e la prima tensione principale massima al variare della combinazione di sigma di fascio e il raggio di wobbling che fornisce una perdita sui collimatori pari al 10%

Si valuta graficamente, figura 7.19, l'andamento dei due parametri variabili che combinati tra loro danno una perdita di energia di fascio, per impatto sui collimatori, pari al *10%*. Una volta definite le coppie di valori, al solo variare di un parametro, la sigma di fascio, si valuta l'andamento della temperatura massima e della prima tensione principale massima sul disco più sollecitato.



Figura 7.19: Combinazione dei valori di sigma di fascio e raggio di wobbling che danno una perdita di energia sui collimatori pari al 10%

Una volta definite le coppie di valori, al solo variare di un parametro, la sigma di fascio, si valuta l'andamento della temperatura massima, figura 7.20, e della prima tensione principale massima, figura 7.21, sul disco più sollecitato. Si confrontano visivamente questi valori con quelli limite del materiale, contrassegnati con una linea tratteggiata nei grafici di riferimento.


Figura 7.20: Con la linea continua si ha l'andamento della temperatura massima sul disco più sollecitato al variare della sigma di fascio. Con la linea tratteggiata si segnala il limite fisico valutato per il carburo di silicio



Figura 7.21: Con la linea continua si ha l'andamento della prima tensione principale massima agente sul disco più sollecitato al variare della sigma di fascio. Con la linea tratteggiata si segnala il limite strutturale valutato per il carburo di silicio Hexoloy SA

Nella tabella 7.9 si valuta la temperatura massima e la prima tensione principale massima variando la sigma di fascio e il raggio di wobbling, imponendo dei valori tali che la loro combinazione fornisca una perdita sui collimatori pari al 5%.

5% losses					
	σ_{RMS}	r _{wobbler}	Ι [μΑ]	T max	σ₁ max [MPa]
	4	13	75	1739	106
	5	11	75	1775	140
	6	9	75	1829	160
	7	6	75	1872	177
	8	3	75	1876	177
	8,2	0	75	1878	179

Tabella 7.9: Valori della temperatura massima e la prima tensione principale massima al variare della combinazione di sigma di fascio e il raggio di wobbling che fornisce una perdita sui collimatori pari al 5%

Si valuta graficamente, figura 7.22, l'andamento dei due parametri variabili che combinati tra loro danno una perdita di energia di fascio, per impatto sui collimatori, pari al 5%. Una volta definite le coppie di valori, al solo variare di un parametro, la sigma di fascio, si valuta l'andamento della temperatura massima e della prima tensione principale massima sul disco più sollecitato.



Figura 7.22: Combinazione dei valori di sigma di fascio e raggio di wobbling che danno una perdita di energia sui collimatori pari al 5%

Una volta definite le coppie di valori, al solo variare di un parametro, la sigma di fascio, si valuta l'andamento della temperatura massima, figura 7.23, e della prima tensione principale massima, figura 7.24, sul disco più sollecitato. Si confrontano visivamente questi valori con quelli limite del materiale, contrassegnati con una linea tratteggiata nei grafici di riferimento.



Figura 7.23: Con la linea continua si ha l'andamento della temperatura massima sul disco più sollecitato al variare della sigma di fascio. Con la linea tratteggiata si segnala il limite fisico valutato per il carburo di silicio



Figura 7.24: Con la linea continua si ha l'andamento della prima tensione principale massima agente sul disco più sollecitato al variare della sigma di fascio. Con la linea tratteggiata si segnala il limite strutturale valutato per il carburo di silicio Hexoloy SA

In tutti i casi analizzati per questa configurazione con corrente di fascio pari a 75 μ A si vede che i parametri di esercizio, quali la temperatura massima e la prima tensione principale massima, sono inferiori al limite sostenibile dal materiale, rispettivamente di 1900 °C circa e 330 MPa a Ps=99,9%. Per i casi con una perdita di energia sui collimatori pari al 15 e al 10% si ha un fattore di sicurezza superiore a 2 per la prima tensione principale massima riferita ai valori più critici. In caso di 5% di energia persa invece il coefficiente è di poco inferiore a 2.

Dunque, tutte le configurazioni simulate sono fattibili e presentano anche un margine di sicurezza per l'integrità strutturale dei dischi *target*.

7.5 Conclusioni

In questo capitolo si è svolta la verifica della fattibilità delle configurazioni di esercizio del *target* SPES tramite l'utilizzo delle proprietà del carburo di silicio ricavate eseguendo la sua caratterizzazione termo-strutturale. Infatti, proprio il *target* composto da dischi in carburo di silicio Hexoloy SA verrà utilizzato nelle prime fasi di collaudo della facility nella configurazione a bassa energia e in alcuni esperimenti futuri nella configurazione ad alta energia.

Dopo aver valutato le condizioni di esercizio, in termini di temperatura e tensioni, a cui è soggetto il target SPES tramite simulazioni numeriche con corrente di fascio variabile, si è scelto di approfondire lo studio di una di queste configurazioni variando anche il raggio di wobbling, la sigma di fascio e l'energia persa sui collimatori.

Dunque, considerando come limite di temperatura di esercizio per il carburo di silicio i 1900 °C circa e come limite strutturale i 330 MPa valutati nel corso del capitolo 6 con probabilità di sopravvivenza pari al 99,9%, si svolge un'analisi di fattibilità di varie configurazioni del fascio con corrente costante di valore 75 μ A.

Tenendo bene a mente che è necessario aumentare gradualmente l'energia di fascio per non generare gradienti termici critici nei primi secondi di esercizio, si può dire che a regime, per le analisi svolte, non si presenta alcun tipo di problema strutturale. Le temperature dei dischi sono tutte inferiori al valore limite valutato per il carburo di silicio e a livello strutturale si ha un coefficiente di sicurezza pari a 2.

Al fine di eseguire delle verifiche più accurate sulla temperatura limite di esercizio del carburo di silicio, si consiglia di eseguire dei test di riscaldamento utilizzando uno spettrometro di massa così da poter rilevare le perdite in massa del materiale in tempo reale durante il riscaldamento e valutare così la percentuale di perdita a valori di temperatura crescente.

CONCLUSIONI

Il progetto SPES, ai Laboratori Nazionali di Legnaro dell'Istituto Nazionale di Fisica Nucleare, ha come obiettivo la progettazione e sviluppo di una facility di tipo ISOL per la produzione di fasci di ioni radioattivi. Tali ioni vengono generati dall'impatto di un fascio protonico ad alta energia contro un *target* in carburo di uranio. Tuttavia, altri materiali verranno utilizzati inizialmente per la fase di collaudo della *facility* ed in seguito per la produzione di specie esotiche di interesse per la fisica e per la medicina nucleare.

Il *target* SPES è costituito da 7 dischi posti in serie che investiti al loro centro, o nell'intorno di questo, dal fascio protonico. La collisione del fascio contro il singolo disco comporta un notevole innalzamento della sua temperatura che, per la limitata conducibilità termica dei materiali, si distribuisce sul volume del corpo in modo disomogeneo in direzione radiale generando così intensi gradienti termici. Tali gradienti possono raggiungere valori critici per l'integrità strutturale dei dischi dunque è necessario valutare le corrispondenti tensioni, che nascono dalla presenza di differenti deformazioni sul corpo.

Il presente lavoro di tesi si inserisce nel contesto del progetto SPES con l'obiettivo di studiare i gradienti termici e le corrispondenti tensioni che caratterizzano i dischi target e di stimare la resistenza a rottura dei materiali di interesse per la fase di collaudo della *facility*, il carburo di silicio Hexoloy SA ed il carburo di silicio Hexoloy SP. Il primo è una variante a densità elevata (*98%*) mentre il secondo presenta pori di dimensione media 5-6 μm distribuiti su tutto il volume.

Per la stima delle tensioni sono stati eseguiti test sperimentali ed analisi numeriche con modelli elettro-termo-strutturali, che necessitano di tutte le caratteristiche termiche e strutturali del materiale di interesse da fornire in input, tra tutte fondamentale è la conducibilità termica che per prima regola la distribuzione della temperatura sul volume dei dischi. Per la stima di questa proprietà è stato utilizzato il *metodo della funzione ottima* supportato da un apposito apparato sperimentale presente nel laboratorio di Alte Temperature presso i Laboratori Nazionali di Legnaro. Tale apparato consente di riprodurre sui dischi i gradienti termici radiali che si generano durante l'esercizio della *facility*.

Sono così state ricavate le curve di conducibilità termica per i due materiali, per il carburo di silicio Hexoloy SA è stata definita nel range di temperatura che va dai 600 ai 1500 °C mentre per il carburo di silicio Hexoloy SP è stata definita nel range che va dai 600 ai 1200 °C. Come ci si aspettava, per quest'ultimo si ha un valore della conducibilità termica più basso rispetto all'altro materiale studiato dovuto alla sua elevata porosità.

Terminata la caratterizzazione termica dei materiali di interesse si è passati a quella strutturale per avere una stima effettiva di tutte le proprietà necessarie all'esecuzione di una progettazione del *target* SPES in totale sicurezza in modo da non compromettere la sua integrità durante l'esercizio.

Inizialmente sono stati svolti i test di rottura dei dischi con l'utilizzo dell'apparato sperimentale per la generazione di gradienti termici radiali e, dopo una stima analitica del campo di tensione che si genera sui provini, tramite il software FEM sono state ricavate le tensioni agenti sui provini utilizzando un apposito modello numerico opportunamente validato.

In seguito, ai test di rottura è stata affiancata la teoria della frattografia, ovvero l'analisi delle superfici di frattura. Dopo un'approfondita ricerca bibliografica riguardo i fenomeni che comandano la rottura nei materiali ceramici, è stata svolta un'analisi al microscopio ottico che ha interessato tutti i provini che sono giunti a rottura. Si è verificato così che la frattura nei materiali ceramici, quindi anche nel carburo di silicio, è controllata dei difetti presenti in esso. È stata eseguita anche la misura delle dimensioni delle regioni caratteristiche che interessano la morfologia della superficie di frattura e ove possibile, la misura della dimensione dei difetti che hanno innescato la rottura nei provini. Per il carburo di silicio Hexoloy SP è stato stimato il valore della tenacità a frattura pari a $K_c=2,1$.

L'elevata fragilità dei materiali ceramici fa sì che la probabilità di rottura del provino sia fortemente legata alla probabilità che un dato difetto di dimensioni critiche si trovi in una zona del componente con tensione sufficiente a determinarne l'instabilità. Quindi la dispersione dei valori delle tensioni di rottura è dovuta quindi ad una variabilità nella dimensione e geometria delle cricche presenti nel materiale. Per avere una stima della tensione limite è necessario agire in senso statistico mediante la definizione di una funzione di densità di probabilità di rottura. Per caratterizzare la resistenza di un materiale ceramico è stato utilizzato il modello probabilistico di *Weibull*. Con tale metodo statistico è stata valutata la dispersione dei valori delle tensioni di rottura ed è stato stimato il suo valore con probabilità di sopravvivenza dei dischi al 99,9%. Per il carburo di silicio Hexoloy SA è stata valutata una σ_R pari a 330 MPa mentre per il carburo di silicio Hexoloy SP si è trovata una σ_R pari a 170 MPa. Sono stati poi applicati i valori delle proprietà ricavate con le caratterizzazioni, termica e strutturale, per svolgere un'analisi della fattibilità delle configurazioni di esercizio del *target* SPES.

APPENDICE A Verifica del metodo della funzione ottima

A.1 Introduzione

Per la stima della conducibilità termica del carburo di silicio Hexoloy SP sono stati svolti diversi test sperimentali a differenti distanze del disco dal riscaldatore. Da ogni prova si è ricavato in output le temperature misurate con il pirometro, sia in centro che in periferia del disco, che poi sono state fornite in input al software ANSYS per l'analisi numerica.

Per questo motivo si è ritenuto opportuno svolgere uno studio preliminare per verificare che la variabilità della distanza del disco dal riscaldatore non pregiudicasse il risultato finale della stima della conducibilità termica dei materiali studiati.

Dunque, si è svolto il procedimento della stima della conducibilità termica, descritto ampiamente nel capitolo 3, applicato ad un disco in grafite POCO EDM-3 di diametro *40 mm* e spessore *0,9 mm*.

A.2 Apparato sperimentale e modello numerico

Sono stati eseguiti tre test utilizzando l'apparato sperimentale per la generazione di intensi gradienti termici radiali presente nel laboratorio di Alte Temperature. È stato utilizzato un disco in grafite POCO EDM-3 di diametro 40 mm e spessore 0,9 mm. Il disco è stato posizionato come in figura A.1 e a distanza diversa ad ogni test, 1 mm, 2 mm e 2,5 mm.



Figura A.1: Rappresentazione del posizionamento del disco sull'apparato sperimentale

Ogni prova ha previsto due riscaldamenti, uno per effettuare le misure di temperatura sul centro del disco e l'altra per le misure in periferia del disco. Per queste misure è stato utilizzato un pirometro per le basse temperature (LT) con range di utilizzo tra i 600 e i 1400 °C.

Tutti i test sono stati condotti con la medesima rampa di riscaldamento e raffreddamento, con un picco di 280 A di corrente riscaldante, step da 10 A fino ai 200 A e poi incrementi da 5 A fino al massimo. Per il raffreddamento invece i decrementi di corrente sono sempre pari a 10 A. Ogni step ha la durata di 300 s. La rampa è rappresentata in figura A.2:



Figura A.2: Rampa per l'esecuzione dei test di conducibilità termica utilizzando un disco in grafite POCO EDM-3 di diametro 40 mm e spessore 0,9 mm

Una volta eseguite le prove sperimentali si ricavato in output i valori delle temperature misurate sul centro e sulla periferia del disco per le diverse configurazioni di esecuzione dei test, ovvero differenti distanze tra disco e riscaldatore. Tali valori di temperatura vengono dati in input al software ANSYS che tramite il *Design Optimization Tool* esegue la stima della conducibilità termica. Essendo questa una verifica preliminare, per semplificare le simulazioni e ridurre i tempi di calcolo

Essendo questa una verifica preliminare, per semplificare le simulazioni e ridurre i tempi di calcolo si è deciso di utilizzare una geometria semplificata del modello numerico, con solo riscaldatore e disco, come rappresentato in figura A.3:



Figura A.3: Rappresentazione del modello utilizzato per l'analisi numerica

L'approssimazione data dall'utilizzo del modello semplificato viene ridotta imponendo alle superfici estreme del riscaldatore una temperatura costante e pari a *50* °C al fine di simulare la presenza degli elettrodi in rame che sono raffreddati internamente. Inoltre, si impone una temperatura ambiente di riferimento pari a *25* °C.

Sono state quindi eseguite le tre simulazioni, fornendo in input i valori delle temperature misurate sul disco nei tre diversi test ma mantenendo sempre uguali i valori delle costanti di primo tentativo per la stima della conducibilità termica.

A.3 Analisi dei risultati

I risultati ricavati dalle simulazioni numeriche hanno confermato la validità del metodo della funzione ottima per la stima della conducibilità termica. Si vuole ricordare che ANSYS fornisce in output le costanti relative ad una relazione quadratica di questo tipo, equazione A.1:

$$\lambda = C_0 - C_1 \cdot T + C_2 \cdot T^2 \tag{A.1}$$

Vediamo nel dettaglio i risultati.

In tabella A.1 sono forniti i valori delle costanti che definiscono la relazione quadratica per la stima della conducibilità termica valutate utilizzando il *metodo della funzione ottima* su provino a distanza di *1 mm* dal riscaldatore:

C0	89,95791
C1	0,046021
C2	0,0000026
RQ	27752,42

Tabella A.1: Valori delle costanti per la stima della conducibilità termica con i test svolti con disco a distanza 1 mm dal riscaldatore e valore dello scarto quadratico medio

Come confronto e valutazione visiva dei risultati, si fornisce, in figura A.4, l'andamento delle temperature sul disco, sia in centro che in periferia, misurate sperimentalmente e tramite simulazione con il software ANSYS:



Figura A.4: Confronto delle temperature, relative al centro e alla periferia del disco posto a distanza di 1 mm dal riscaldatore, misurate con metodo sperimentale (pitometro) e con metodo numerico

Da tale grafico si apprezza facilmente la corrispondenza dei risultati con errori sulle temperature inferiori al 3%.

In tabella A.2 sono forniti i valori delle costanti che definiscono la relazione quadratica per la stima della conducibilità termica valutate utilizzando il *metodo della funzione ottima* su provino a distanza di *2 mm* dal riscaldatore:

C0	89,955705
C1	0,0462466
C2	0,0000026
RQ	96085,516

Tabella A.2: Valori delle costanti per la stima della conducibilità termica con i test svolti con disco a distanza 2 mm dal riscaldatore e valore dello scarto quadratico medio

Come confronto e valutazione visiva dei risultati, si fornisce, in figura A.5, l'andamento delle temperature sul disco, sia in centro che in periferia, misurate sperimentalmente e tramite simulazione con il software ANSYS:



Figura A.5: Confronto delle temperature, relative al centro e alla periferia del disco posto a distanza di 2 mm dal riscaldatore, misurate con metodo sperimentale (pitometro) e con metodo numerico

Da tale grafico si apprezza facilmente la corrispondenza dei risultati per quanto riguarda le temperature misurate in periferia con errori inferiori al 3%. Rispetto al caso analizzato precedentemente aumenta l'errore sulla stima numerica delle temperature che si sviluppano al centro del disco al variare della corrente riscaldante.

In tabella A.3 sono forniti i valori delle costanti che definiscono la relazione quadratica per la stima della conducibilità termica valutate utilizzando il *metodo della funzione ottima* su provino a distanza di *2,5 mm* dal riscaldatore:

C0	89,954648
C1	0,0463286
C2	0,000026
RQ	151268,47

 Tabella A.3: Valori delle costanti per la stima della conducibilità termica con i test svolti con disco a distanza 2,5 mm dal riscaldatore e valore dello scarto quadratico medio

Come confronto e valutazione visiva dei risultati, si fornisce, in figura A.6, l'andamento delle temperature sul disco, sia in centro che in periferia, misurate sperimentalmente e tramite simulazione con il software ANSYS:



Figura A.6: Confronto delle temperature, relative al centro e alla periferia del disco posto a distanza di 2,5 mm dal riscaldatore, misurate con metodo sperimentale (pitometro) e con metodo numerico

Da tale grafico si apprezza facilmente la corrispondenza dei risultati per quanto riguarda le temperature misurate in periferia con errori inferiori al 3%. Rispetto al caso analizzato precedentemente aumenta l'errore sulla stima numerica delle temperature che si sviluppano in periferia del disco al variare della corrente riscaldante.

A.4 Conclusioni

È stata svolta una verifica preliminare sull'attendibilità dei risultati che si ricavano utilizzando il *metodo della funzione ottima* per la stima della conducibilità termica in caso di esecuzione di test con provino a distanze diverse dal riscaldatore.

Sono stati eseguiti tre test, a distanze del provino dal riscaldatore pari a *1 mm*, *2 mm* e *2,5 mm*. Per tutte le prove è stato utilizzato lo stesso disco in grafite POCO EDM-3 di diametro *40 mm* e spessore *0,9 mm*.

In output dalle simulazioni numeriche si ottengono i valori delle costanti che descrivono la relazione della conducibilità termica. Tali valori sono pressoché identici per i tre diversi test e questo risultato conferma la validità dell'utilizzo del modello della funzione ottima.

Tuttavia, all'aumentare della distanza del disco dal riscaldatore si ottiene uno scarto quadratico (RQ) crescente e quindi un errore maggiore sulle temperature valutate numericamente. Questo fatto è probabilmente dovuto all'effetto dell'emissività emisferica globale che nella simulazione numerica presenta fattori di vista diversi rispetto al caso reale e tale approssimazione aumenta all'aumentare della distanza del provino.

APPENDICE B Analisi delle superfici di frattura al microscopio ottico

B.1 Introduzione

Nel corso di questo lavoro di tesi sono stati analizzati al microscopio ottico tutte le superfici di frattura, contenti il difetto innescante la rottura, dei provini in carburo di silicio sottoposti ai test distruttivi condotti. L'obbiettivo di tale analisi è lo studio approfondito dei meccanismi di rottura e propagazione della frattura nei dischi realizzati con materiale di interesse per il progetto SPES. È fondamentale conoscere i difetti presenti nei materiali e le maggiori cause di rottura.

In questa appendice verranno elencate tutte le immagini scattate a diversi ingrandimenti del microscopio, seguite da brevi commenti riguardo le cause e modalità di rottura.

B.2 Superfici di frattura dei provini in carburo di silicio Hexoloy SA

Il carburo di silicio Hexoloy SA si è rivelato essere molto resistente, con una tensione di rottura pari a *330 MPa* considerando una probabilità di sopravvivenza dei provini del *99,9%*. L'alta resistenza è sicuramente dovuta anche all'elevata densità del materiale, superiore al *98%*. Di contro però tale densità non permette l'identificazione chiara al microscopio ottico dei difetti innescanti la frattura. Il difetto viene identificato nella maggior parte dei casi ma non è possibile misurarne le dimensioni e soprattutto coglierne la natura.

Ci si sofferma quindi solamente sui tratti caratteristici della superficie di frattura tipici dei materiali ceramici policristallini, ampiamente descritti nel capitolo 5.

Si elencano ora le immagini scattate al microscopio:



Figura A.1: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 0,5 mm. Ingrandimento a 100X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 371 MPa.



Figura A.2: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 0,5 mm. Ingrandimento a 100X con dettaglio del difetto a 200 X. Con il quadrato nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 371 MPa.



Figura A.3: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 0,5 mm. Ingrandimento a 100X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 339 MPa.



Figura A.4: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 0,5 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 357 MPa.



Figura A.5: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 0,6 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 381 MPa.



Figura A.6: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 0,6 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 400 MPa.



Figura A.7: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 0,6 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 400 MPa.



Figura A.8: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 0,6 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). Di tale provino non si conosce la tensione di rottura.



Figura A.9: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 0,6 mm. Ingrandimento a 50X con dettaglio del difetto a 200 X. Con il quadrato nero si identifica la posizione del difetto mentre con il cerchio nero si evidenzia il possibile difetto innescante la rottura. La rottura è stata raggiunta a 410 MPa.



Figura A.10: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 0,8 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto, con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc) e con la circonferenza bianca tratteggiata si delimita la zona di Mirror che circonda il difetto. Di questo provino non si conosce la tensione di rottura.



Figura A.11: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 0,8 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). Di questo provino non si conosce la tensione di rottura.



Figura A.12: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 0,8 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 402 MPa.



Figura A.13: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 0,8 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 350 MPa.



Figura A.14: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 1 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 311 MPa.



Figura A.15: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 1 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 327 MPa.



Figura A.16: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 1 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 400 MPa.



Figura A.17: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 1 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 418 MPa.



Figura A.18: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 1 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 385 MPa.



Figura A.19: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 1,2 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 401 MPa.



Figura A.20: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 1,2 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 434 MPa.



Figura A.21: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 1,2 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 380 MPa.



Figura A.22: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 1,2 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). Di questo provino non si conosce la tensione di rottura.



Figura A.23: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 1,2 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 417 MPa.



Figura A.24: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 1,2 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 481 MPa.



Figura A.25: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 1,3 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 398 MPa.



Figura A.26: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 1,3 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). Di questo provino non si conosce la tensione di rottura.



Figura A.27: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 1,3 mm. Ingrandimento a 50X con dettaglio del difetto a 100 X. Con il quadrato nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). Di questo provino non si conosce la tensione di rottura.



Figura A.28: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 1,3 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 402 MPa.



Figura A.29: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 1,45 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 313 MPa.



Figura A.30: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SA di diametro 40 mm e spessore 1,45 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). Di questo provino non si conosce la tensione di rottura.

B.3 Superfici di frattura dei provini in carburo di silicio Hexoloy SP

Il carburo di silicio Hexoloy SP si è rivelato essere poco resistente, con una tensione di rottura pari a *170 MPa* considerando una probabilità di sopravvivenza dei provini del *99,9%*. La bassa resistenza di questo materiale è dovuta alla sua elevata porosità (pori di dimensione media pari a *5-6 µm*). I difetti innescanti le rotture dei provini costituiti da questo materiale sono tutti dei macro-pori e viste le dimensioni in gioco sono facilmente identificabili al microscopio ottico. Si elencano ora le immagini scattate al microscopio:



Figura A.31: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 0,5 mm. Ingrandimento a 50X. Il cerchio nero evidenzia il difetto innescante la cricca. La rottura è stata raggiunta a 152 MPa.



Figura A.32: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 0,5 mm. Ingrandimento a 50X. Con i cerchi neri si identificano i possibili difetti. La rottura è stata raggiunta a 143 MPa.



Figura A.33: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 0,5 mm. Ingrandimento a 50X. Il cerchio nero evidenzia il difetto innescante la cricca. La rottura è stata raggiunta a 159 MPa.



Figura A.34: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 0,5 mm. Ingrandimento a 50X. Il cerchio nero evidenzia il difetto innescante la cricca. La rottura è stata raggiunta a 108 MPa.



Figura A.35: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 0,5 mm. Ingrandimento a 50X. Il cerchio nero evidenzia il difetto innescante la cricca. La rottura è stata raggiunta a 162 MPa.



Figura A.36: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 0,6 mm. Ingrandimento a 100X. Con il cerchio nero si evidenzia il difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 220 MPa.



Figura A.37: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 0,6 mm. Ingrandimento a 100X. Il cerchio nero evidenzia il difetto innescante la cricca. La rottura è stata raggiunta a 189 MPa.



Figura A.38: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 0,6 mm. Ingrandimento a 100X. Il cerchio nero evidenzia il difetto innescante la cricca. La rottura è stata raggiunta a 194 MPa.



Figura A.39: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 0,6 mm. Ingrandimento a 100X. Con il cerchio nero si evidenzia il difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 168 MPa.



Figura A.40: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 0,6 mm. Ingrandimento a 100X. Il cerchio nero evidenzia il difetto innescante la cricca. La rottura è stata raggiunta a 194 MPa.



Figura A.41: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 0,6 mm. Ingrandimento a 100X. Con il cerchio nero si evidenzia il difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 181 MPa.



Figura A.42: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 0,8 mm. Ingrandimento a 50X con dettaglio del difetto a 200 X. Con il quadrato nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 196 MPa.



Figura A.43: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 0,8 mm. Ingrandimento a 50X. Il cerchio nero evidenzia il difetto innescante la cricca. La rottura è stata raggiunta a 203 MPa.



Figura A.44: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 0,8 mm. Ingrandimento a 50X con dettaglio del difetto a 200 X. Con il quadrato nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 152 MPa.



Figura A.45: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 0,8 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si evidenzia il difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 203 MPa.



Figura A.46: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 0,8 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si evidenzia il difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 203 MPa.



Figura A.47: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 1 mm. Ingrandimento a 50X con dettaglio del difetto a 200 X. Con il quadrato nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 216 MPa.



Figura A.48: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 1 mm. Ingrandimento a 50X con dettaglio del difetto a 200 X. Con il quadrato nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 183 MPa.



Figura A.49: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 1 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si evidenzia il difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 228 MPa.



Figura A.50: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 1 mm. Ingrandimento a 50X con dettaglio del difetto a 100 X. Con il quadrato nero si identifica la posizione del difetto. La rottura è stata raggiunta a 205 MPa.



Figura A.51: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 1 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si evidenzia il difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 208 MPa.



Figura A.52: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 1 mm. Ingrandimento a 50X con dettaglio del difetto a 100 X. Il quadrato nero identifica la posizione del difetto mentre con il cerchio nero si evidenzia il difetto innescante la rottura. La rottura è stata raggiunta a 174 MPa.



Figura A.53: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 1,2 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si evidenzia il difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 186 MPa.



Figura A.54: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 1,2 mm. Ingrandimento a 50X con dettaglio del difetto a 200 X. Con il quadrato nero si identifica la posizione del difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 203 MPa.



Figura A.55: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 1,2 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si evidenzia il difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 185 MPa.



Figura A.56: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 1,2 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si evidenzia il difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 202 MPa.



Figura A.57: Superficie di frattura di un disco in carburo di silicio Hexoloy SP di diametro 40 mm e spessore 1,2 mm. Ingrandimento a 50X. Con il cerchio nero si evidenzia il difetto mentre con le frecce bianche si indica la direzione di propagazione della cricca (dpc). La rottura è stata raggiunta a 207 MPa.

B.4 Conclusioni

Sono state analizzate tutte le superfici di frattura dei provini portati a rottura durante i test per la caratterizzazione strutturale dei materiali studiati in questa tesi.

Il carburo di silicio Hexoloy SA, vista la sua alta densità, presenta una microstruttura compatta e con difetti di natura difficilmente identificabile. Utilizzando il microscopio ottico è possibile misurare soltanto le dimensioni caratteristiche della superficie di frattura studiate nel capitolo 5, come la regione di *Mirror* attorno al difetto.

Seguendo la normativa ASTM C1678-10 si può relazionare le tensioni di rottura alle dimensioni della regione di *Mirror-Hackle* correlando creando così una curva preliminare che lega le tensioni ai difetti. Il carburo di silicio Hexoloy SP invece è altamente poroso, con dimensione media dei pori tale da essere facilmente identificabili al microscopio ottico, consentendo di misurarne la dimensione.

Seguendo la teoria della meccanica della frattura è possibile eseguire un calcolo preliminare del K_C, come rapporto tra le tensioni di rottura e l'area dei difetti innescanti la cricca.

APPENDICE C Studi preliminari per possibili sviluppi futuri

C.1 Introduzione

Durante questo lavoro di tesi sono stati condotti alcuni studi preliminari per possibili sviluppi futuri del sistema di riscaldamento dell'apparato sperimentale presente nel laboratorio di Alte Temperature. In particolare, ci si è interessati sullo sviluppo di un dispositivo per la generazione di gradienti termici più intensi, un dispositivo di riscaldamento in grado di riprodurre la deposizione di potenza asimmetrica sui dischi causata dall'effetto del raggio di wobbling ed è stata condotta una simulazione preliminare del riscaldamento di un disco prodotto con stampa 3D.

C.2 Valutazione delle condizioni di esercizio simulando la presenza del doppio riscaldatore

Il primo studio ha visto l'esecuzione di simulazioni numeriche utilizzando una configurazione del dispositivo riscaldante a *doppio-riscaldatore*. Tali analisi sono state condotte per verificare l'effetto di intensificazione dei gradienti termici radiali rispetto alla configurazione implementata sull'apparato sperimentale, ovvero quella a singolo riscaldatore.

Il primo passo è stato la creazione della geometria con il software *PTC CREO parametric 2.0*, specchiando il volume del riscaldatore rispetto all'asse del disco, come si può vedere in figura C.1. Il disco ha diametro *40 mm* e spessore *1 mm* ed è posto alla distanza di *1 mm* da ciascun riscaldatore.



Figura C.1: Rappresentazione della geometria del modello a doppio-riscaldatore

La geometria è stata salvata in formato IGES ed è stata poi importata nel software ANSYS per l'esecuzione delle analisi FEM. In figura C.2 è rappresentato, a titolo di esempio, il campo di temperatura generato sul modello a seguito di una simulazione elettro-termica.



Figura C.2: Rappresentazione del campo di temperatura sviluppato sul sistema doppio-riscaldatore

Analizzando più nel dettaglio tale distribuzione di temperatura, si può notare, con l'aiuto della figura C.3, che il massimo della temperatura non lo si ha più sul riscaldatore, come avveniva nella configurazione a singolo riscaldatore, ma lo si ha sul centro del disco.



Figura C.3: Rappresentazione del campo di temperatura sviluppato su disco e riscaldatore eseguendo una simulazione numerica con carico elettrico pari a 260 A su singolo riscaldatore

Tale distribuzione di temperatura è positiva per l'integrità strutturale del riscaldatore. Infatti, con questa configurazione si ottiene un riscaldamento del disco tale da generare in esso dei valori critici di gradienti termici radiali senza necessariamente portare il riscaldatore a temperature limite per la sua resistenza strutturale.

Sono quindi state condotte le simulazioni numeriche a diversi valori di corrente riscaldante e per valutare l'effetto della configurazione a *doppio-riscaldatore*, si è eseguito un confronto, in termini di gradienti termici radiali generati, con i metodi di riscaldamento di reale utilizzo in laboratorio di Alte Temperature.

In figura C.4 si può apprezzare l'andamento dell'intensità dei gradienti termici radiali al variare della corrente di riscaldamento in caso di configurazione a doppio-riscaldatore, singolo riscaldatore con schermatura del disco e riscaldamento senza schermatura:



Figura C.4: Andamento dell'intensità dei gradienti termici radiali al variare della corrente di riscaldamento in caso di configurazione a doppio-riscaldatore, singolo riscaldatore con schermatura del disco e riscaldamento senza schermatura
Da tale grafico si può notare un notevole incremento de valore del gradiente termico radiale generato con sistema a *doppio-riscaldatore* a parità di corrente riscaldante.

Per il massimo valore di corrente simulato si ha un aumento relativo della differenza di temperatura tra centro e periferia del disco di circa il 60% rispetto al gradiente generato nella configurazione a singolo riscaldatore.

Un parametro da monitorare è la temperatura massima che si sviluppa sul riscaldatore in questa nuova configurazione. I risultati sono rappresentati in figura C.5 in un confronto in termini di temperature massima per le tre diverse configurazioni analizzate precedentemente:



Figura C.5: Confronto della temperatura massima sviluppata sul riscaldatore nelle tre configurazioni di riscaldamento analizzate

Si vede che non si ha una evidente intensificazione della temperatura massima nel caso di configurazione a *doppio-riscaldatore* e ciò fa ben sperare per l'effettivo futuro sviluppo ed installazione di tale sistema riscaldante.

C.3 Sviluppo del nuovo riscaldatore in tantalio

Altro sistema oggetto di studio e sviluppo preliminare è stato un nuovo riscaldatore pensato per la riproduzione del campo di temperatura generato sui dischi nelle configurazioni nominali di esercizio della *facility* SPES, ovvero con raggio di wobbling pari a *11 mm* ed una sigma di fascio di *6 mm*.

Per riprodurre l'effetto di questi parametri di esercizio si è pensato ad un riscaldatore con geometria a corona circolare, con raggio esterno di 14 mm e raggio interno di 8 mm.

È stata creata una geometria preliminare e con esse è stata eseguita una simulazione elettrotermica, figura C.6, per avere una stima delle temperature in gioco e vedere su quali parametri geometrici concentrarsi per ottimizzare la distribuzione della temperatura e dunque rendere il più possibile omogeneo il flusso di calore per irraggiamento che viene assorbito dal disco.

In tutte le simulazioni si è imposta una temperatura agli estremi del riscaldatore costante e pari a 50 °C per simulare la presenza degli elettrodi che hanno un sistema di raffreddamento interno.

In previsione di alte temperature di esercizio si è pensato all'utilizzo del tantalio per la realizzazione di tale componente.



Figura C.6: A sinistra si ha la configurazione preliminare della geometria del nuovo riscaldatore in tantalio e a destra la distribuzione della temperatura sul corpo

Come si può osservare dalla geometria sopra rappresentata, si è pensato subito di realizzare dei rami di alimentazione della corona circolare posti in verticale rispetto quest'ultima, in modo che essi non influenzino il campo di temperatura che verrebbe a generarsi sui dischi riscaldati.

Da tale analisi si è vista la necessità di agire in modo consistente sulla geometria della corona circolare. In particolare, si è lavorato sul sistema di alimentazione della corona circolare in modo da generare un campo di temperatura simmetrico rispetto l'asse del disco. Il risultato è rappresentato in figura C.7:



Figura C.7: Seconda configurazione del nuovo riscaldatore in tantalio e distribuzione simmetrica della temperatura sulla corona circolare.

Una volta ottenuta la distribuzione simmetrica della temperatura si è cercato di rendere il più omogeneo possibile il campo di temperatura lavorando sulla geometria delle giunzioni dei rami di alimentazione della corona circolare.

Dunque, tali rami sono stati allungati ed il loro spessore è stato progressivamente ridotto per generare un graduale aumento della temperatura con l'avvicinarsi alla corona circolare in modo da intensificarla in corrispondenza della loro giunzione, come si può osservare in figura C.8:



Figura C.8: Terza configurazione del nuovo riscaldatore in tantalio con rami di alimentazione allungati e con ottimizzazione del loro spessore al fine di intensificare il valore della temperatura in corrispondenza della loro giunzione con la corona circolare

È stato inoltre modificato lo spessore della corona circolare, imponendolo maggiore nei settori della corona circolare posti in direzione ortogonale rispetto alla direzione di alimentazione della corrente. Si è ottenuta così una migliore distribuzione della temperatura ma non ancora sufficientemente omogena.

Si è passati quindi ad un'ulteriore modifica delle giunzioni tra i rami di alimentazione della corrente e la corona circolare e si è lavorato maggiormente sullo spessore di quest'ultima. In figura C.9 si possono osservare i risultati ottenuti:



Figura C.9: Quarta configurazione del nuovo riscaldatore in tantalio con ottimizzazione dello spessore della corona circolare e delle giunzioni di essa ai rami di alimentazione della corrente

Si conferma la geometria dei rami di alimentazione così sviluppata vista l'omogeneità della temperatura in corrispondenza delle giunzioni con la corona circolare. Ci si concentra quindi sull'ottimizzazione dello spessore della corona, come rappresentato in figura C.10:



Figura C.10: Ultima configurazione del modello geometrico del nuovo riscaldatore in tantalio con spessore della corona circolare ottimizzato per avere una distribuzione omogenea della temperatura e dunque un omogeneo irraggiamento del disco durante i test

Come si può notare è stato eseguito un importante lavoro di ottimizzazione dello spessore sviluppato dopo numerose analisi numeriche. Il risultato qui rappresentato porta una quasi omogenea distribuzione della temperatura sulla corona circolare.

Per mancanza di tempo non sono state svolte le analisi numeriche in presenza del disco, perciò è da verificare l'effetto riscaldante di questo sistema ed i valori di corrente e temperatura necessari per instaurare sul disco i gradienti termici radiali desiderati.

C.4 Disco realizzato con stampa 3D

Per l'esecuzione di ulteriori studi, è in previsione la produzione di dischi in carburo di titanio mediante stampa 3D. Con tale metodo, opportunamente sviluppato, sarà possibile realizzare dischi per sovrapposizione di strati generando delle apposite cavità che possono facilitare la fuoriuscita degli isotopi radioattivi a seguito della fissione nucleare.

È stata quindi eseguita una simulazione preliminare di riscaldamento di un singolo strato di disco per avere una stima sulla distribuzione della temperatura, rappresentata in figura C.11:



Figura C.11: A sinistra, analisi elettro-termica e, a destra, relativo campo di temperatura generato su uno strato di disco in carburo di titanio realizzato tramite stampa 3D

Per uno studio più approfondito sarà necessario sviluppare un modello geometrico del disco definitivo, formato dalla sovrapposizione di più strati ruotati l'uno rispetto all'altro.

Un possibile problema che si incontrerà in caso di esecuzione dei test in laboratorio sarà la misurazione della temperatura di tale disco con l'utilizzo del pirometro. Infatti, si teme che la "trasparenza" di un provino così formato possa influenzare le misurazioni facendo rilevare al pirometro anche le lunghezze d'onda appartenenti al riscaldatore sottostante.

C.5 Conclusioni

Durante questo lavoro di tesi sono stati svolti numerosi studi preliminari per la verifica della fattibilità di sviluppi futuri.

Si è studiato l'effetto di intensificazione dei gradienti termici radiali tramite una configurazione a *doppio-riscaldatore* che ha fornito notevoli risultati con un incremento della differenza di temperatura sul disco fino al 60% ed un trascurabile aumento di temperatura massima sul riscaldatore stesso.

Si è poi eseguito uno sviluppo della geometria di un nuovo riscaldatore in tantalio, progettato per la simulazione del riscaldamento dei dischi in condizioni di esercizio nominale della *facility* SPES, ovvero con raggio di wobbling di *11 mm* e sigma di fascio pari a *6 mm*.

Infine, si è analizzato il campo di temperatura generato su uno strato di disco in carburo di titanio realizzato tramite stampa 3D.

Tutti questi studi preliminari hanno portato a risultati promettenti e necessitano di un notevole e mirato sviluppo futuro col fine di semplificare e rendere più efficienti i test condotti con l'apparato sperimentale presente nel laboratorio di Alte Temperature.

APPENDICE D Macro dei materiali

D.1 Carburo di silicio Hexoloy SA^[7]

SiC Silicon Carbide Hexoloy SA !-----!Version 1.0 (Sept. 17) 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@Inl.infn.it 1_____ !Ver. 1.0 - 26.09.17 **!**_____ /PREP7 !Material number in the ANSYS library SiC=33 MPDELE, all, SiC 1____ **!ELECTRICAL RESISTIVITY** I INOTE 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. INOTE 3 - 5% error; National Carbon Co. !NOTE 4 - the S.I. system of units is used. I_____ _____ !Temperature table [°C] MPTEMP ! erase previous table 800., 900., MPTEMP, 1, 727., MPTEMP, 4, 1000., 1100., 1200., 7, MPTEMP, 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, ÉMISSCROG , 1, 6.6151E-06, 6.7224E-06, 6.8702E-06, , 1, 0.0131E-00, 0.7224E-00, 0.8702E-00, , 4, 7.0193E-06, 7.1698E-06, 7.3215E-06, , 7, 7.4746E-06, 7.6290E-06, 7.7847E-06, , 10, 7.9417E-06, 8.1001E-06, 8.2598E-06, , 13, 8.4208E-06, 8.5831E-06, 8.7468E-06, MPDATA, RSVX, EMISSCROG MPDATA, RSVX, EMISSCROG MPDATA,RSVX , EMISSCROG MPDATA,RSVX , EMISSCROG , 16, 8.7909E-06, 8.9105E-06, 9.0742E-06, MPDATA, RSVX , EMISSCROG MPDATA, RSVX , EMISSCROG , 19, 9.2379E-06, |_____ **!THERMAL CONDUCTIVITY** I

INOTE 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)

I !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, I_____ **!EMISSIVITY** (hemispherical total emissivity) INOTE 1 - Data are taken from: !Matteo Sturaro measurements (Sept. 2017). L INOTE 2 - SiC as fired (unpolished) I___ _____ !Temperature table [°C] MPTEMP ! erase previous table 1300, MPTEMP, 1, 600. 750, MPTEMP, 4, 1500, !Emissivity table [-] MPDATA, EMIS, SiC , 1, 0.66, 0.72, 0.73, MPDATA, EMIS, SIC , 4, 0.73, 1_____ **!DENSITY** 1 INOTE 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) INOTE 2 - 1% error. !NOTE 3 - the S.I. system of units is used. 1_____ !Temperature table [°C] MPTEMP ! erase previous table MPTEMP, 1, 20., 500., 1000., 1400., MPTEMP, 4, 1200., 1500., !Density table [kg/m^3] 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, l_____ _____ **!SPECIFIC HEAT** INOTE 1 - Data are taken from: IR.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) L INOTE 2 - 5% error.

```
212
```

! INOTE 3 - the S.I. system of units is used. I-----!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. 1_____ **!COEFFICIENT OF THERMAL EXPANSION** L INOTE 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) L !NOTE 2 - 10% error. I !NOTE 3 - the S.I. system of units is used. 1----!Temperature table [°C] MPTEMP ! erase previous table 20., 1000., MPTEMP, 1, 500., MPTEMP, 4, 1200., 1400., 1500., !Secant coefficient of thermal expansion table [1/°C] 1.1E-06. MPDATA, ALPX, SiC 4.4E-06. , 1, 5.0E-06. MPDATA, ALPX, SiC 5.2E-06. , 4, 5.4E-06, 5.5E-06, 1-----**!ELASTIC MODULUS** INOTE 1 - Data are taken from: !R.G. Munro, Material Properties of a Sintered alfa-SiC American Institute of Physics and American Chemical Society 1. Phys. Chem. Ref. Data, Vol.26, No.5, (1997) I INOTE 2 - 3% error. I !NOTE 3 - the S.I. system of units is used. 1_____ !Temperature table [°C] MPTEMP ! erase previous table MPTEMP, 1, 20., 500., 1000., 1400., MPTEMP, 4. 1200., 1500., !Elastic modulus table [Pa] , 1, MPDATA, EX, SiC 4.15E+11, 4.04E+11, 3.92E+11, MPDATA, EX, SiC , 4, 3.87E+11, 3.83E+11, 3.80E+11, l_____ _____ _____ **!POISSON'S RATIO** I INOTE 1 - Data are taken from: !R.G. Munro, Material Properties of a Sintered alfa-SiC American Institute of Physics and American Chemical Society 1. Phys. Chem. Ref. Data, Vol.26, No.5, (1997) L !NOTE 2 - 25% error.

I 1---!Temperature table [°C] MPTEMP ! erase previous table MPTEMP, 1, 20., !Poisson's ratio table [-] MPDATA, PRXY, SiC , 1, 1.60E-01, D.2 Carburo di silicio Hexoloy SP **!SiC Silicon Carbide Hexoloy SP** I_____ !Version 1.0 (Jan. 19) by **!Dott. Andrea Milanese** Ilstituto Nazionale di Fisica Nucleare !Laboratori di Legnaro !Viale dell'Universita' n. 2; 35020 Legnaro (PD) - Italy !e-mail: andrea.milanese@Inl.infn.it 1---I !Ver. 1.0 - 22.01.19 l_____ /PREP7 SiC=34 !Material number in the ANSYS library MPDELE, all, SiC **!ELECTRICAL RESISTIVITY** L INOTE 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. INOTE 3 - 5% error; National Carbon Co. INOTE 4 - the S.I. system of units is used. I___ !Temperature table [°C] MPTEMP ! erase previous table MPTEMP, 1, 727., 800., 900., MPTEMP, 4, 1000., 1100., 1200., MPTEMP, 7, 1300., 1400., 1500., MPTEMP, 1600., 1700., 1800., 10, MPTEMP, 13, 1900., 2000., 2100., MPTEMP, 16, 2126., 2200., 2300., MPTEMP, 19. 2400.. !Electrical resistivity table [ohm m] , 1, 6.6151E-06, 6.7224E-06, 6.8702E-06, MPDATA, RSVX, SiC , 4, MPDATA, RSVX, SiC 7.0193E-06, 7.1698E-06, 7.3215E-06, , 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 MPDATA, RSVX, SiC , 13, 8.4208E-06, 8.5831E-06, 8.7468E-06, , 16, 8.7909E-06, 8.9105E-06, 9.0742E-06, MPDATA, RSVX, SiC , 19, 9.2379E-06, MPDATA, RSVX, SiC l-----**!THERMAL CONDUCTIVITY**

214

! INOTE 1 - Data are taken from: **!Andrea Milanese measurements** INOTE 2 - 8% error. INOTE 3 - the S.I. system of units is used. L I___ !Temperature table [°C] MPTEMP ! erase previous table MPTEMP, 500., 1000., 1, 20., MPTEMP, 4, 1200., 1400., 1500.. !Thermal conductivity table [W/m°C] , 1, 11.0E+01, 3.80E+01, 2.86E+01, MPDATA, KXX, SiC , 4, 2.40E+01, 2.10E+01, 1.80E+01, MPDATA, KXX, SiC I___ !EMISSIVITY (hemispherical total emissivity) I INOTE 1 - Data are taken from: **!Andrea Milanese measurements** L INOTE 2 - SiC as fired (unpolished) I !-----!Temperature table [°C] MPTEMP ! erase previous table MPTEMP, 600. 750. 1300. 1, MPTEMP, 4. 1500, !Emissivity table [-] , 1, 0.75, MPDATA, EMIS, SiC 0.76, 0.77, MPDATA, EMIS, SiC , 4, 0.78, l_____ **!DENSITY** ! INOTE 1 - Data are taken from: Saint-Gobain web site (RT) and Andrea Milanese approximation L INOTE 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, l_____ _____ **!SPECIFIC HEAT** I INOTE 1 - Data are taken from: ! Saint-Gobain web site (RT) and Andrea Milanese approximation I INOTE 2 - 5% error.

I

!NOTE 3 - the S.I. system of units is used. l_____ !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** INOTE 1 - Data are taken from: ! Saint-Gobain web site (RT) and Andrea Milanese approximation ! !NOTE 2 - 10% error. L INOTE 3 - the S.I. system of units is used. !Temperature table [°C] MPTEMP ! erase previous table 500., MPTEMP, 1, 20., 1000.. MPTEMP, 4, 1200., 1400., 1500., !Secant coefficient of thermal expansion table [1/°C] , 1, 1.1E-06, 4.2E-06, MPDATA, ALPX, SiC 4.8E-06, MPDATA, ALPX, SiC , 4, 5.0E-06, 5.2E-06, 5.3E-06, **!**-----**!ELASTIC MODULUS** ! INOTE 1 - Data are taken from: ! Saint-Gobain web site (RT) and Andrea Milanese approximation ! INOTE 2 - 3% error. 1 !NOTE 3 - the S.I. system of units is used. **!**----!Temperature table [°C] MPTEMP ! erase previous table MPTEMP. 500.. 1000.. 1, 20.. MPTEMP, 1200.. 1400.. 1500.. 4, !Elastic modulus table [Pa] MPDATA, EX, SiC , 1, 4.00E+11, 3.89E+11, 3.78E+11, , 4, 3.73E+11, 3.69E+11, 3.66E+11, MPDATA, EX, SiC I----**!POISSON'S RATIO** ! INOTE 1 - Data are taken from: ! Saint-Gobain web site !NOTE 2 - 25% error. I 1-----_____ !Temperature table [°C] MPTEMP ! erase previous table MPTEMP, 1, 20., !Poisson's ratio table [-] , 1, MPDATA, PRXY, SiC 1.40E-01,

D.3 Grafite POCO EDM-3^[7]

1_____ _____ !EDM-3 graphite !Composition: isotropic ultrafine grain graphite I_____ !Version 1.0 (May 2015) by !Fabio D'Agostini **!University of Padova** !Master's Thesis Work at INFN - LNL l !Ver. 1.0 - May 2015 1_____ /PREP7 I C EDM3=10 !Material number in the ANSYS library MPDELE,all,C_EDM3 I___ **!ELECTRICAL RESISTIVITY** INOTE 1 - Data are taken from: Properties and Characteristics of Graphite for the EDM Industry, Poco Graphite, Decatur, 2002. I !NOTE 2 - The S.I. system of units is used. !-----!Temperature table [°C] MPTEMP ! erase previous table MPTEMP. 12.4. 157.5. 206.2. 1, 4, 265.9. 314.9. 391.2. MPTEMP, 7, 440.3, MPTEMP, 555.1, 615.4. MPTEMP, 10. 719.4, 889.4, 977.1. 1174.7. MPTEMP, 13. 1015.5, 1114.3, MPTEMP, 16, 1262.6, 1339.5, 1405.5. MPTEMP, 19, 1465.9, 1553.9, 1608.8, 22, 1707.8, MPTEMP, 1762.8, 1856.2. 25, 2004.6, MPTEMP, 1911.2, 2109.0, MPTEMP, 28, 2202.4, 2251.9, 2312.4, !Electrical resistivity table [ohm m] MPDATA,RSVX , C_EDM3 , 1, 1.318E-05, 1.081E-05, 1.032E-05. , 4, MPDATA,RSVX , C_EDM3 9.861E-06, 9.550E-06, 9.181E-06, , 7, MPDATA,RSVX , C_EDM3 9.006E-06, 8.754E-06, 8.676E-06, , 10, 8.579E-06, MPDATA,RSVX, C_EDM3 8.579E-06, 8.618E-06, MPDATA,RSVX, C EDM3 , 13, 8.638E-06, 8.735E-06, 8.812E-06, MPDATA, RSVX, C EDM3 , 16, 8.948E-06, 9.084E-06, 9.206E-06, MPDATA, RSVX, C EDM3 , 19, 9.317E-06, 9.511E-06, 9.627E-06, , 22, MPDATA, RSVX, C EDM3 9.860E-06, 9.977E-06, 1.017E-05, , 25, MPDATA, RSVX, C EDM3 1.029E-05. 1.044E-05. 1.062E-05, , 28, MPDATA, RSVX, C EDM3 1.081E-05. 1.091E-05. 1.106E-05. 1---**!THERMAL CONDUCTIVITY**

1

INOTE 1 - Data are taken from:

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

!NOTE 2 - Data are valid for all POCO "Ultrafine" graphite (average grain size <=5µm).</pre>!

!NOTE 3 - Above 1653.1°C data refer to POCO AXM-5Q (average grain size =5µm) and are taken from:

!Taylor, R. E., & Groot, H. Thermophysical Properties of POCO Graphite.(West Lafayette, Indiana: Purdue University, July 1978. [NTIS No.ADA060419]), p.16.

INOTE 4 - The S.I. system of units is used. I I... !Temperature table [°C] MPTEMP ! erase previous table 1, 39.3, 66.2, MPTEMP, 25.9, 126.7, 207.6, MPTEMP, 4, 298.8, MPTEMP, 7, 393.3, 623.2. 508.2, MPTEMP, 10. 734.8. 843.0, 954.7. 13. 1056.3. 1161.2. MPTEMP, 1266.1, MPTEMP, 16. 1377.8, 1486.2, 1581.0, MPTEMP, 19, 1635.1. 1728.0, 1878.6. 2128.5, MPTEMP, 22. 1979.8. 2076.9. !Thermal conductivity table [W/m°C] MPDATA, KXX, C EDM3 119.027, 116.132, 111.304, , 1, MPDATA, KXX, C_EDM3 , 4, 102.611, 94.876, 89.066, , 7, MPDATA, KXX, C EDM3 75.268, 69.932, 81.808, MPDATA,KXX , C_EDM3 , 10, 58.266, 66.043, 61.432, MPDATA,KXX, C_EDM3 , 13, 52.4203, 49.256, 55.584, , 16, MPDATA,KXX , C_EDM3 47.536, 45.094, 43.137, , 19, MPDATA, KXX, C_EDM3 41.434, 41.32, 40.66, MPDATA,KXX , C_EDM3 , 22, 39.88, 39.31, 39.12, I----**!EMISSIVITY** (hemispherical total emittance) INOTE 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. I ١. !Temperature table [°C] MPTEMP ! erase previous table 1426.85, 1526.85, MPTEMP, 1, 1626.85. 4, MPTEMP, 1726.85, 1826.85, 1926.85, MPTEMP. 7, 2026.85, 2126.85, 2226.85, 2326.85, 2426.85, MPTEMP, 10, 2526.85, MPTEMP, 13, 2626.85, !Emissivity table [-] MPDATA, EMIS, C_EDM3 , 1, 0.833, 0.835, 0.837, , 4, MPDATA, EMIS, C_EDM3 0.840, 0.842, 0.844, , 7, MPDATA, EMIS, C_EDM3 0.846, 0.849, 0.851, , 10, 0.853, 0.856, 0.858. MPDATA, EMIS, C_EDM3 , 13, 0.86. MPDATA, EMIS, C_EDM3 l_____ **!DENSITY** INOTE 1 - Data are taken from: Properties and Characteristics of Graphite for the EDM Industry, Poco Graphite, Decatur, 2002. INOTE 2 - The S.I. system of units is used. !Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table MPTEMP, 1, 20,

!Density table [kg/m^3] MPDATA,DENS , C_EDM3 , 1, 1810 !------

!SPECIFIC HEAT

I

I

!----

I

INOTE 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.

1				
MPTEMP ! era	ase previo	ous table		
MPTEMP,	1,	25.1,	128.0,	224.8,
MPTEMP,	4,	327.2,	423.5,	525.6,
MPTEMP,	7,	627.5,	729.3,	825.1,
MPTEMP,	10,	926.8,	1028.4,	1130.0,
MPTEMP,	13,	1225.6,	1327.2,	1428.7,
MPTEMP,	16,	1530.2,	1631.7,	1727.2,
MPTEMP,	19,	1828.7,	1930.2,	2031.6,
MPTEMP,	22,	2133.1,	2228.6,	2330.0,
MPTEMP,	25,	2431.5,	2527.0,	2628.4,
MPTEMP,	28,	2729.9,		

!Specific heat table [J/kg°C]

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

COEFFICIENT OF THERMAL EXPANSION

NOTE 1 - Data are taken from:

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

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

!Temperature table [°C]					
MPTEMP ! erase previous table					
MPTEMP,	1,	100,	200,	300,	
MPTEMP,	4,	400,	500,	600,	
MPTEMP,	7,	700,	800,	901,	
MPTEMP,	10,	1000,	1100,	1200,	
MPTEMP,	13,	1300,	1400,	1500,	
MPTEMP,	16,	1600,	1700,	1800,	
MPTEMP,	19,	1900,	2000,	2100,	
MPTEMP,	22,	2200,	2300,	2400,	
MPTEMP,	25,	2500,			

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

MPDATA,ALPX , C_EDM3	, 1,	7.27E-06,	7.34E-06,	7.44E-06,
MPDATA,ALPX , C_EDM3	, 4,	7.51E-06,	7.60E-06,	7.68E-06,
MPDATA,ALPX , C_EDM3	, 7,	7.77E-06,	7.86E-06,	7.95E-06,

MPDATA, ALPX, C_EDM3, 10, 8.03E-06, 8.10E-06, 8.20E-06,

 MPDATA,ALPX, C_EDM3
 , 10,
 8.03E-06,
 8.10E-06,
 8.20E-06,

 MPDATA,ALPX, C_EDM3
 , 13,
 8.29E-06,
 8.38E-06,
 8.46E-06,

 MPDATA,ALPX, C_EDM3
 , 16,
 8.53E-06,
 8.62E-06,
 8.71E-06,

 MPDATA,ALPX, C_EDM3
 , 19
 8.79E-06,
 8.88E-06,
 8.96E-06,

 MPDATA,ALPX, C_EDM3
 , 22
 9.03E-06,
 9.10E-06,
 9.20E-06,

 MPDATA,ALPX, C_EDM3
 , 25
 9.27E-06,
 1
 1

[------**!ELASTIC MODULUS** L INOTE 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. _____ 1-----[Temperature table [°C] MPTEMP ! erase previous table MPTEMP, 1. 20., Elastic modulus [Pa] MPDATA, EX, C_EDM3 , 1, 1.03E+10, 1_____ **!POISSON'S RATIO** INOTE 1 - Data are taken from: !Seisson, Gabriel, et al. "Dynamic cratering of graphite: Experimental results and simulations." International Journal of Impact Engineering 63 (2014): 18-28. 1 !--_____ !Temperature table [°C] MPTEMP ! erase previous table MPTEMP, 1, 20., Poisson's ratio [-] MPDATA, PRXY, C EDM3 , 1, 3.0E-01, D.4 Tantalio !Tantalum !Composition: purity 99.9% or higher 1_____ !Version 1.0 (Mar 08) by Ing. Mattia Manzolaro Ilstituto 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@Inl.infn.it L !Ver. 1.0 - 19 Mar 08 |_____ /PREP7 Ta=26 !Material number in the ANSYS library MPDELE,all,Ta I_____ **!ELECTRICAL RESISTIVITY** INOTE 1 - Data are taken from:

P.D. Desai, T.K. Chu, H.M. James and C.Y. Ho, J. Phys. Ref. Data, lvol 13, no. 4, p1069 (1984).

!NOTE 2 - data below 60K is for Ta with a residual resistivity of 0.1 x 10E-8 ohm-m; !not corrected for thermal expansion; 2% error.

!NOTE 3 - the S.I. system of units is used.

Temperature table [°C]					
MPTEMP ! era	ase previo	ous table			
MPTEMP,	1,	0.,	100.,	200.,	
MPTEMP,	4,	300.,	400.,	500.,	
MPTEMP,	7,	600.,	700.,	800.,	
MPTEMP,	10,	900.,	1000.,	1100.,	
MPTEMP,	13,	1200.,	1300.,	1400.,	
MPTEMP,	16,	1500.,	1600.,	1700.,	
MPTEMP,	19,	1800.,	1900.,	2000.,	
MPTEMP,	22,	2100.,	2200.,	2300.,	
MPTEMP,	25,	2400.,	2500.,	2600.,	

!Electrical resistivity table [ohm m]

MPDATA,RSVX , Ta	, 1,	1.2237E-07,	1.7023E-07,	2.1664E-07,
MPDATA,RSVX , Ta	, 4,	2.6165E-07,	3.0533E-07,	3.4774E-07,
MPDATA,RSVX , Ta	, 7,	3.8895E-07,	4.2902E-07,	4.6802E-07,
MPDATA,RSVX , Ta	, 10,	5.0601E-07,	5.4305E-07,	5.7922E-07,
MPDATA,RSVX , Ta	, 13,	6.1458E-07,	6.4918E-07,	6.8311E-07,
MPDATA,RSVX , Ta	, 16,	7.1641E-07,	7.4916E-07,	7.8142E-07,
MPDATA,RSVX , Ta	, 19,	8.1326E-07,	8.4474E-07,	8.7592E-07,
MPDATA,RSVX , Ta	, 22,	9.0687E-07,	9.3766E-07,	9.6835E-07,
MPDATA,RSVX , Ta	, 25,	9.9900E-07,	1.0297E-06,	1.0605E-06,
!				

!THERMAL CONDUCTIVITY

!

I

I

I

.

INOTE 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.

1_____

NOTE 3 - error is 5% near RT, 5-10% at others.

!NOTE 4 - the S.I. system of units is used.

[Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP,	1,	0.,	100.,	200.,
MPTEMP,	4,	300.,	400.,	500.,
MPTEMP,	7,	600.,	700.,	800.,
MPTEMP,	10,	900.,	1000.,	1100.,
MPTEMP,	13,	1200.,	1300.,	1400.,
MPTEMP,	16,	1500.,	1600.,	1700.,
MPTEMP,	19,	1800.,	1900.,	2000.,
MPTEMP,	22,	2100.,	2200.,	2300.,
MPTEMP,	25,	2400.,	2500.,	2600.,

!Thermal conductivity table [W/m°C]

MPDATA,KXX , Ta	, 1,	5.7415E+01,	5.7703E+01,	5.8047E+01,
MPDATA,KXX , Ta	, 4,	5.8503E+01,	5.8887E+01,	5.9279E+01,
MPDATA,KXX , Ta	, 7,	5.9677E+01,	6.0080E+01,	6.0485E+01,
MPDATA,KXX , Ta	, 10,	6.0891E+01,	6.1297E+01,	6.1701E+01,

MPDATA, KXX, Ta , 13, 6.2100E+01, 6.2494E+01, 6.2880E+01, 6.3258E+01, 6.3624E+01, 6.3978E+01, MPDATA, KXX, Ta , 16, 6.4318E+01, 6.4642E+01, 6.4948E+01, MPDATA, KXX, Ta , 19, , 22, 6.5235E+01, 6.5501E+01, 6.5745E+01, MPDATA, KXX, Ta 6.5964E+01, 6.6157E+01, 6.6322E+01, MPDATA, KXX, Ta , 25, 1_____ !EMISSIVITY (hemispherical total emissivity) L INOTE 1 - Data are taken from: !Thermophysical Properties of Matter, v7, Y.S. Touloukian & D.P. DeWitt, !1970, IFI/Plenum, NY, NY. INOTE 2 - polished; 10% error. l_____ !Temperature table [°C] MPTEMP ! erase previous table MPTEMP, 1, 727., 800., 900., 4, MPTEMP. 1000.. 1100.. 1200.. MPTEMP, 7, 1300.. 1400.. 1500.. MPTEMP, 10. 1600., 1700., 1800.. MPTEMP, 13, 1900., 2000.. 2100.. MPTEMP, 16, 2200., 2300., 2400.. 19, 2500., MPTEMP, 2600., !Emissivity table [-] , 1, 1.0811E-01, 1.1867E-01, 1.3273E-01, MPDATA, EMIS, Ta 1.4634E-01, 1.5952E-01, 1.7225E-01, 1.8455E-01, 1.9640E-01, 2.0782E-01, 2.1879E-01, 2.2932E-01, 2.3942E-01, , 4, MPDATA,EMIS , Ta , 7, MPDATA,EMIS , Ta , 10. MPDATA, EMIS, Ta 2.4907E-01, 2.5828E-01, 2.6705E-01, 2.7538E-01, 2.8328E-01, 2.9073E-01, MPDATA, EMIS, Ta , 13, , 16, MPDATA, EMIS, Ta MPDATA, EMIS, Ta , 19, 2.9774E-01, 3.0431E-01, I_____ **!DENSITY** INOTE 1 - Data are calculated from the linear expansion. !NOTE 2 - the S.I. system of units is used. I___ !Temperature table [°C] MPTEMP ! erase previous table 100., 200.. MPTEMP, 1, 0., 500., 400., MPTEMP, 4, 300., 700., 7, 600., 800., MPTEMP, MPTEMP, 10, 900., 1000., 1100., MPTEMP, 13. 1200., 1300., 1400., MPTEMP, 16, 1500., 1600., 1700., MPTEMP. 19, 1800., 1900., 2000., MPTEMP. 22, 2100., 2200., 2300., MPTEMP, 25. 2400., 2500., 2600., !Density table [kg/m^3] MPDATA, DENS, Ta , 1, 1.6606E+04, 1.6574E+04, 1.6542E+04, MPDATA, DENS, Ta , 4, 1.6509E+04, 1.6475E+04, 1.6441E+04, , 7, MPDATA, DENS, Ta 1.6406E+04, 1.6371E+04, 1.6336E+04, , 10, 1.6300E+04, 1.6264E+04, 1.6227E+04, MPDATA, DENS, Ta , 13, MPDATA, DENS, Ta 1.6190E+04, 1.6152E+04, 1.6113E+04, , 16, MPDATA, DENS, Ta 1.6072E+04, 1.6031E+04, 1.5987E+04, MPDATA, DENS, Ta , 19, 1.5942E+04, 1.5894E+04, 1.5843E+04, MPDATA.DENS . Ta , 22, 1.5789E+04, 1.5731E+04, 1.5668E+04, MPDATA, DENS, Ta , 25, 1.5601E+04, 1.5528E+04, 1.5448E+04,

!SPECIFIC HEAT

!_____

I

l

INOTE 1 - Data are taken from:

I. Barin, Thermochemical Data of Pure Substances, pub. VCH, Weinheim (1993)

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

MPTEMP ! erase previous table					
MPTEMP,	1,	20.,	100.,	200.,	
MPTEMP,	4,	300.,	400.,	500.,	
MPTEMP,	7,	600.,	700.,	800.,	
MPTEMP,	10,	900.,	1000.,	1100.,	
MPTEMP,	13,	1200.,	1300.,	1400.,	
MPTEMP,	16,	1500.,	1600.,	1700.,	
MPTEMP,	19,	1800.,	1900.,	2000.,	
MPTEMP,	22,	2100.,	2200.,	2300.,	
MPTEMP,	25,	2400.,	2500.,	2600.,	

!Specific heat table [J/kg°C]

MPDATA,C , Ta	, 1,	1.4046E+02,	1.4229E+02,	1.4429E+02,
MPDATA,C , Ta	, 4,	1.4603E+02,	1.4759E+02,	1.4902E+02,
MPDATA,C , Ta	, 7,	1.5039E+02,	1.5174E+02,	1.5312E+02,
MPDATA,C , Ta	, 10,	1.5457E+02,	1.5613E+02,	1.5782E+02,
MPDATA,C , Ta	, 13,	1.5967E+02,	1.6169E+02,	1.6388E+02,
MPDATA,C , Ta	, 16,	1.6627E+02,	1.6883E+02,	1.7157E+02,
MPDATA,C , Ta	, 19,	1.7448E+02,	1.7753E+02,	1.8070E+02,
MPDATA,C , Ta	, 22,	1.8416E+02,	1.8836E+02,	1.9285E+02,
MPDATA,C , Ta	, 25,	1.9751E+02,	2.0257E+02,	2.0853E+02,

!COEFFICIENT OF THERMAL EXPANSION

1

INOTE 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.

!---

I

!NOTE 2 - 3% error below 1100K, 5% from 1100-2100K, 10% above 2100K.

!NOTE 3 - the S.I. system of units is used.

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP,	1,	0.,	100.,	200.,
MPTEMP,	4,	300.,	400.,	500.,
MPTEMP,	7,	600.,	700.,	800.,
MPTEMP,	10,	900.,	1000.,	1100.,
MPTEMP,	13,	1200.,	1300.,	1400.,
MPTEMP,	16,	1500.,	1600.,	1700.,
MPTEMP,	19,	1800.,	1900.,	2000.,
MPTEMP,	22,	2100.,	2200.,	2300.,
MPTEMP,	25,	2400.,	2500.,	2600.,

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

MPDATA,ALPX , Ta	, 1,	6.2542E-06,	6.5206E-06,	6.7324E-06,
MPDATA,ALPX , Ta	, 4,	6.8984E-06,	7.0274E-06,	7.1281E-06,
MPDATA,ALPX , Ta	, 7,	7.2093E-06,	7.2797E-06,	7.3481E-06,
MPDATA,ALPX , Ta	, 10,	7.4233E-06,	7.5140E-06,	7.6289E-06,
MPDATA,ALPX , Ta	, 13,	7.7769E-06,	7.9666E-06,	8.2069E-06,
MPDATA,ALPX , Ta	, 16,	8.5065E-06,	8.8741E-06,	9.3186E-06,

[!]

MPDATA, ALPX, Ta , 19, 9.8486E-06, 1.0473E-05, 1.1200E-05, MPDATA,ALPX , Ta , 22, 1.2040E-05, 1.2999E-05, 1.4089E-05, 1.5316E-05, 1.6690E-05, 1.8220E-05, MPDATA, ALPX, Ta , 25, **!ELASTIC MODULUS** INOTE 1 - Data are taken from: !R. Farraro and R.B. McLellan, Metall. Trans., vol 10A, p1699, (1979); labove 2100K P.E. Armstrong and H.L. Brown, Trans. AIME, v230, p962 (1964). !NOTE 2 - fully annealed; 3% error. !NOTE 2 - the S.I. system of units is used. |_____ !Temperature table [°C] MPTEMP ! erase previous table MPTEMP, 1. 100., 200., 0., MPTEMP. 300.. 400.. 500.. 4, MPTEMP. 7, 600.. 700.. 800.. MPTEMP, 10. 900., 1000., 1100.. 1300., MPTEMP, 13, 1200., 1400.. MPTEMP, 16, 1500., 1600., 1700., 19, 1800., 1900., 2000., MPTEMP, 2100., MPTEMP, 22, 2200., 2300., MPTEMP, 25, 2400., !Elastic modulus [Pa] MPDATA,EX , Ta , 1, 1.8328E+11, 1.8220E+11, 1.7904E+11, 1.7240E+11, 1.6647E+11, 1.6216E+11, 1.5946E+11, 1.5813E+11, 1.5689E+11, 1.5563E+11, 1.5434E+11, 1.5302E+11, , 4, MPDATA,EX, Ta , 7, MPDATA,EX, Ta , 10, MPDATA,EX, Ta , 13, MPDATA,EX , Ta 1.5167E+11, 1.5030E+11, 1.4890E+11, , 16, 1.4890E+11, 1.4602E+11, 1.4453E+11, MPDATA,EX, Ta , 19, MPDATA,EX, Ta 1.4302E+11, 1.3980E+11, 1.3472E+11, , 22, 1.3472E+11, 1.2030E+11, 1.1097E+11, MPDATA, EX, Ta , 25, 1.0024E+11, MPDATA,EX, Ta 1----**!POISSON'S RATIO** INOTE 1 - Data are taken from: !calculated from Elastic modulus and Shear modulus: errors may be large. !NOTE 2 - values above 600°C are kept constant to match the temperature table lused for the Elastic Modulus (this is a constraint imposed by ANSYS) I 1_____ !Temperature table [°C] MPTEMP ! erase previous table MPTEMP, 0., 100., 200., 1, MPTEMP, 300., 400., 500., 4, MPTEMP, 7, 600., 700., 800.. 1000., MPTEMP, 10. 900., 1100.. MPTEMP, 13. 1200., 1300., 1400... MPTEMP. 16, 1500., 1600.. 1700.. MPTEMP, 1800., 1900., 19, 2000., 22, MPTEMP, 2100., 2200., 2300., MPTEMP, 25, 2400., !Poisson's ratio [-] MPDATA, PRXY, Ta , 1, 2.7745E-01, 2.7760E-01, 2.7778E-01,

MPDATA, PRXY, Ta , 4, 2.7797E-01, 2.7816E-01, 2.	./835E-01,
MPDATA, PRXY, Ta , 7, 2.7853E-01, 2.7868E-01, 2.	.7868E-01,
MPDATA, PRXY, Ta , 10, 2.7868E-01, 2.7868E-01, 2	2.7868E-01,
MPDATA, PRXY, Ta , 13, 2.7868E-01, 2.7868E-01, 2	2.7868E-01,
MPDATA, PRXY, Ta , 16, 2.7868E-01, 2.7868E-01, 2	2.7868E-01,
MPDATA, PRXY, Ta , 19, 2.7868E-01, 2.7868E-01, 2	2.7868E-01,
MPDATA, PRXY, Ta , 22, 2.7868E-01, 2.7868E-01, 2	2.7868E-01,
MPDATA,PRXY, Ta , 25, 2.7868E-01,	

APPENDICE E APDL dei modelli numerici

E.1 APDL per la stima della 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 contenenti numeri ROW=8 !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 ****** ***** LAMBDAMIN=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',LAMBDAMIN (A8,9x,F12.7) *CFCLOS /PREP7 ET,1,SOLID226,110 !termo-elettrico 12 nodi per circuito principale ET,2,SOLID90 !termico 12 nodi per sistema di regolazione M10C EDM3 !Graphite crogiolo/piastra/vite M34SiC **!SiC Hexoloy SP** FINISH !Posizione di default del disco: 0.005 [m] dal crogiolo(x,y,z=0) !Dimensione del dischetto Diam=0.04 !diametro del disco [m] Depht=0.0012 !spessore del disco [m] !Coordinate in [m] per spostamento del disco dalla posizione di default (Y=0.005m) XOffset=0 YOffset=-0.004 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 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 ALLSEL,ALL VPLOT FINISH I____ !Scala dei volumi creati /PREP7 VLSCALE,ALL,,,0.001,0.001,0.001,,0,1 !scalare i volumi da [mm] a [m] 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 1** 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,1 ********** ! CONDIZIONI TERMICHE AL CONTORNO ***** ***** !Condizione iniziale di temperatura per tutti i nodi ALLSEL, ALL TUNIF,20

!temperatura ambiente 1_-!Elementi irraggianti !Superfici del disco VSEL,S,VOLU,,2 ASLV,S SFA, ALL, ,RDSF, -SiC, 1 APLOT ALLSEL,ALL !Superfici del crogiolo VSEL,S,VOLU,,1 ASLV,S ASEL,U,AREA,,90 Deselezionare area comune cilindro rame ASEL,U,AREA,,76 !Deselezionare area comune cilindro rame SFA,ALL,,RDSF,-C EDM3,1 APLOT ALLSEL, ALL APLOT ****** **!RADIOSITY SOLVER options !OPTIONS !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 **!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] **!defining View Factor Options** HEMIOPT,100 !specifies options for Hemicube view factor calculation VFOPT,OFF !specifies options for view factor file FINISH lexits normally from a processor ***** **!ELECTRIC** boundary conditions |******* ***** /prep7 !tensione ASEL,S,AREA,,76 larea inferiore elettrodo di dx DA,ALL,VOLT,0 larea inferiore elettrodo di sx !corrente ASEL,S,AREA,,90 NSLA,S,1 CP,1,VOLT,ALL ni=ndnext(0) *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 **!START SOLUTION** /SOLU ANTYPE, TRANS !tipo di analisi !Controllo dei risultati scritti OUTRES, NSOL, ALL loptimized nonlinear solution defaults and SOLCONTROL, ON enhanced internal solution algorithms !timestepping automatico AUTOTS, ON DELTIM,0.05,0.05,500 *GET, Tinizio, ACTIVE, 0, TIME, CPU LSSOLVE,1,ROW,1 linizio soluzione per gli step *GET,Tfine,ACTIVE,0,TIME,CPU FINISH /POST1 ALLSEL,ALL *DIM,TNum,ARRAY,8,3,,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 percoso, le divisioni della linea tra 2 punti PPATH,1,,XOffset,Depht+0.005+YOffset,ZOffset+Diam/2-0.006 !Fissa il primo punto del path PPATH,2,,XOffset,Depht+0.005+YOffset,ZOffset+Diam/2-0.002 !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[Á]','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) *CFCLOS *CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND *VWRITE,'RQ',RQ (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,50,130,0.01 !se la variabile è indipendente (DV) tolleranza pari a (max-min)*0.01 OPVAR,C1,dv,0,0.8,0.001 OPVAR,C2,dv,0,0.0008,0.0000001 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=75 C1=0.062 C2=0.0000009 **OPTYPE**,run OPEXE *CFOPEN.OPTIMIZATIONSTATE.txt,.APPEND *VWRITE, 'Single L', 'oop run' (A8,A8) *CFCLOS C0=63 C1=0.043 C2=0.0000014 OPEXE *CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND *VWRITE, 'Single L', 'oop run' (A8,A8) *CFCLOS C0=120 C1=0.14 C2=0.00003 OPEXE *CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND ***VWRITE,'FIRST'** (A8) *CFCLOS OPSAVE OPLIST,all,,,1 OPRESU,,,

OPSEL,-1 OPANL,OptFun,mac !se la variabile è indipendente (DV) tolleranza pari a (max-min)*0.01 OPVAR,C0,dv,50,130,0.01 OPVAR,C1,dv,0,0.8,0.001 OPVAR,C2,dv,0,0.0008,0.0000001 OPVAR,LAMBDAMIN,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 OPSEL,1 PLVAROPT,C0 PLVAROPT,C1 PLVAROPT,RQ FINISH

E.2 APDL per ricavare il campo di temperatura sui dischi

/PREP7 ET,1,SOLID226,110 ET,2,SOLID90 M34SiC !Carburo di Silicio disco M10C EDM3 !Grafite crogiolo/piastra/vite FINISH /AUX15 !opzioni importazione .igs IOPTN, IGES, SMOOTH **IOPTN, MERGE, YES IOPTN, SOLID, YES IOPTN, SMALL, YES** IOPTN,GTOLER,0.00001 !importazione .igs IGESIN,'disco05 no schermo y25','igs','' 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 !Mesh dei volumi con elementi solidi /PREP7 **!MESH Crogiolo - volume 1** 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,1 ESIZE, DEFA DESIZE, DEFA

TYPE.2 MAT,SiC MSHAPE,1,3D MSHKEY,0 ESIZE,0.002 VMESH,2 !Vincoli e carichi !Condizione iniziale di temperatura per tutti i nodi ALLSEL,ALL TUNIF,20 !temperatura ambiente ASEL,S,AREA,,93 DA,ALL,TEMP,50 ALLSEL,ALL ASEL,S,AREA,,106 DA,ALL,TEMP,50 ALLSEL,ALL !Superfici del crogiolo VSEL,S,VOLU,,1 ASLV,S ASEL, U, AREA, 106 Deselezionare area comune cilindro rame ASEL,U,AREA,,93 Deselezionare area comune cilindro rame SFA,ALL,,RDSF,-C_EDM3,1 APLOT ALLSEL, ALL APLOT VSEL,S,VOLU,,2 ASLV,S SFA,ALL,,RDSF,-SiC,1 APLOT ALLSEL,ALL APLOT !Tensione e corrente !Tensione larea inferiore elettrodo di dx ASEL, S, AREA, 93 DA,ALL,VOLT,0 ASEL,S,AREA,,106 larea inferiore elettrodo di sx NSLA,S,1 CP,1,VOLT,ALL ni=ndnext(0) F,ni,AMPS,175 ALLSEL,ALL **!Opzioni Radiosity Solver** !Definizione della temperatura dello spazio (open enclosure) !Definisce la temperatura dell'ambiente esterno per l'irraggiamento [°C] SPCTEMP,1,25 !Definizione delle opzioni per la soluzione !Definizione costante Stefan-Boltzmann [W/(m^2*K^4)] STEF, 5.67e-8 **!Opzioni Radiosity Solver** RADOPT,,0.0001,0,20000,0.1,0.1 !Offset di temperatura tra Celsius e Kelvin TOFFST,273.15 Definire opzioni view factor HEMIOPT,100 !Opzioni per il calcolo del fattore di vista Hemicube VFOPT,OFF !Opzioni creazione .vf file FINISH !Solutore /SOLU SOLCONTROL, ON !Attiva defaults ottimizzate per un set di comandi relativi a soluzioni non lineari ANTYPE, TRANS AUTOTS,ON !Time stepping automatico KBC.1 !Carico a step o rampa nello step DELTIM,0.01,0.005,60 !Time step per il singolo load step

OUTRES,NSOL,ALL TIME,100 SOLVE SAVE,,,,ALL FINISH !Controllo dei risultati scritti nel database !Tempo del load step

E.3 APDL per il passaggio Thermal to Structural

/PREP7 VSEL,S,VOLU,,2 VSEL, INVE VCLEAR, ALL VDELE, ALL, ,,1 ALLSEL,ALL LSCLEAR, ALL ! passaggio da element type termico ad element type strutturale ETCHG,TTS **! PASSAGGIO A FUL INTEGRATION (CAMBIO k2)** KEYOPT,2,2,1 ! imposizione dei vincoli sul disco D,11564,UX,0 D,11564,UY,0 D,11564,UZ,0 D,11697,UZ,0 D,11697,UY,0 D,11729,UY,0 TREF.0 !metto temp di riferimento uguale a 0 ! lettura del file contenente i valori nodali delle temperature LDREAD, TEMP, ., 100, 0, FILE, RST FINISH /SOLU TREF,20 ANTYPE, STATIC TIME,1 SOLVE Finish

E.4 APDL per la simulazione con riscaldatore in tantalio

/PREP7 ET,1,SOLID226,110 ET,2,SOLID90 !Carburo di Silicio disco M33SiC M26Ta !Tantalio crogiolo FINISH /AUX15 !opzioni importazione .igs IOPTN, IGES, SMOOTH **IOPTN, MERGE, YES IOPTN, SOLID, YES** IOPTN, SMALL, YES IOPTN,GTOLER,0.00001 !importazione .igs IGESIN, 'crogiolo_tantalio', 'igs',' ' 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

!Mesh dei volumi con elementi solidi /PREP7 IMESH Crogiolo - volume 1 ESIZE, DEFA DESIZE, DEFA TYPE,1 MAT,Ta MSHAPE,1,3D MSHKEY,0 ESIZE,0.002 VMESH,1 !MESH Disco - volume 2 ESIZE, DEFA DESIZE, DEFA TYPE,2 MAT,SiC MSHAPE,1,3D MSHKEY.0 ESIZE,0.002 VMESH,2 !Vincoli e carichi !Condizione iniziale di temperatura per tutti i nodi ALLSEL,ALL TUNIF,20 !temperatura ambiente ASEL,S,AREA,,126 DA,ALL,TEMP,50 ALLSEL, ALL ASEL,S,AREA,,129 DA,ALL,TEMP,50 ALLSEL,ALL !Superfici del crogiolo VSEL,S,VOLU,,1 ASLV,S ASEL,U,AREA,,126 ASEL, U, AREA, ,129 SFA, ALL, , RDSF, -Ta, 1 APLOT ALLSEL,ALL APLOT VSEL,S,VOLU,,2 ASLV,S SFA,ALL,,RDSF,-SiC,1 APLOT ALLSEL,ALL APLOT !Tensione e corrente !Tensione ASEL,S,AREA,,129 !area inferiore elettrodo di dx DA,ALL,VOLT,0 !Corrente ASEL,S,AREA,,126 !area inferiore elettrodo di sx NSLA,S,1 CP,1,VOLT,ALL ni=ndnext(0) F,ni,AMPS,200 ALLSEL,ALL **!Opzioni Radiosity Solver** !Definizione della temperatura dello spazio (open enclosure) !Definisce la temperatura dell'ambiente esterno per l'irraggiamento [°C] SPCTEMP,1,25 Definizione delle opzioni per la soluzione

STEF, 5.67e-8 RADOPT,,0.0001,0,20000,0.1,0.1 TOFFST,273.15 !Definire opzioni view factor HEMIOPT,100 VFOPT,OFF FINISH /SOLU !Solutore SOLCONTROL,ON relativi a soluzioni non lineari ANTYPE, TRANS AUTOTS,ON KBC,1 DELTIM,0.1,0.05,40 OUTRES, NSOL, ALL TIME,80 SOLVE SAVE,,,,ALL FINISH

!Definizione costante Stefan-Boltzmann [W/(m^2*K^4)] !Opzioni Radiosity Solver !Offset di temperatura tra Celsius e Kelvin

!Opzioni per il calcolo del fattore di vista Hemicube !Opzioni creazione .vf file

!Attiva defaults ottimizzate per un set di comandi

!Time stepping automatico !Carico a step o rampa nello step !Time step per il singolo load step !Controllo dei risultati scritti nel database

BIBLIOGRAFIA

- 1. Monetti et al., The RIB production target for the SPES project, Eur. Phys. J. A., 2015
- 2. M. Ballan, Progettazione e test di component e sistemi per l'operazione e la sicurezza del Sistema target-sorgente del progetto SPES, Università degli Studi di Padova, 2014
- 3. INFN, INFN La missione e le sue origini, [Online]
- 4. INFN, *INFN Le strutture sul territorio*, [Online]
- 5. M. Manzolaro, Analisi termica e strutturale del bersaglio diretto per la produzione di fasci radioattivi per il progetto SPES, Università degli Studi di Padova, 2007
- 6. Andrighetto, The SPES Project at LNL, American Institute of Physics, 2009
- 7. M. Sturaro, Caratterizzazione termo-strutturale di materiali ceramici per applicazioni in fisica e medicina nucleare, Università degli Studi di Padova, 2018
- 8. http://poco.com/MaterialsandServices/Graphite/EDMGrades/EDM3®.aspx
- 9. R.G. Sheppard, D. Morgan, D.M. Mathes, D.J. Bray, *Properties and Characteristics of Graphite*, Poco Graphite, Inc., 300 Old Greenwood Rd., February 2002
- Saint-Gobain Ceramics, *Hexoloy SA Silicon Carbide Technical Data*, Structural Ceramics Hexoloy Products, 23 Acheson Drive Niagara Falls, New York 14303, 2012
- 11. Saint-Gobain Ceramics, *Hexoloy SP Silicon Carbide Technical Data*, Structural Ceramics Hexoloy Products, 23 Acheson Drive Niagara Falls, New York 14303, 2003
- 12. R.G. Munro, *Material Properties of a Sintered α-SiC*, Ceramics Division, National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, Maryland 20899, 1997
- 13. C. Bonacina, A.Cavallini, L. Mattarolo, Trasmissione del calore, Cleup Editore, Padova
- 14. ANSYS Theory Reference, Release 5.6, ANSYS Inc. Southpointe, 275 Technology Drive, Canosburg, PA 15317
- M. Manzolaro, Study, design and test of the Target-Ion Source system for the INFN SPES facility, Ph.D. Thesis, Università di Padova, Dipartimento di Ingegneria Meccanica, 2011
- 16. G.D. Quinn, *Fractography of Ceramics and Glasses*, NIST Recommended Practice Guide, SP 960-16e2, May 2016
- ASTM C1678-10(2015), Standard Practice for Fractographic Analysis of Fracture Mirror Sizes in Ceramics and Glasses, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2015, www.astm.org
- ASTM C1322-15, Standard Practice for Fractography and Characterization of Fracture Origins in Advanced Ceramics, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2015, www.astm.org
- C. Barry Carter, M. Grant Norton, *Ceramic Materials Science and Engineering*, Second Edition, Springer, DOI 10.1007/978-1-4614-3523-5, New York, 2013
- 20. B. Atzori, *Appunti di Costruzione di Macchine*, 2ª edizione, Libreria Cortina, Padova, 2003
- 21. Y. Murakami, *Metal Fatigue: Effects of Small Defects and Nonmetallic Inclusions*, Elsevier
- ASTM C1239-07, Standard Practice for Reporting Uniaxial Strength Data and Estimating Weibull Distribution Parameters for Advanced Ceramics, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2007
- 23. BS EN 843-5:2006, Advanced technical ceramics. Mechanical properties of monolithic ceramics at room temperature. Statistical analysis, British Standard, BSI, 2007
- 24. Sunil Dutta, *Densification and Properties of a α-Silicon Carbide*, NASA Lewis Research Center, Cleveland, Ohio 44135, 1985

- 25. M. Singh, *Joining of sintered silicon carbide ceramics for high-temperature applications*, NYMA, Inc., Lewis Research Center Group, Cleveland, OH 44135, USA, 1998
- 26. 3M Technical Ceramics, *3M Silicon Carbide Material Platform*, Zweigniederlassung der 3M Deutschland GmbH, Max-Schaidhauf-Straβe 25, 87437 Kempten, Germany, 2015
- L.S. Sigl, *Thermal conductivity of liquid phase sintered silicon carbide*, Wacker Chemie GmbH, Ceramics Division, 87437 Kempten, Germany, 2002
- 28. P. Forquin, C. Denoual, C.E. Cottenot, F. Hild, *Experiments and modelling of the compressive behaviour of two SiC ceramics*, DGA/CTA, Département Matériaux, Surfaces, Protection, 16 bis avenue Prieur de la Cote d'Or, F-94114 Arcueil Cedex, France, Laboratoire de Mecanique et Technologie, Cachan, ENS de Cachan/CNRS/University Paris 6, 61 avenue du Président Wilson, F-94235 Cachan Cedex, France, 2001
- 29. Dongfang Wu, Guanzhong Lu, Hong Jiang, Yongdan Li, *Improved Estimation of Weibull Parameters with the Linear Regression Method*, Journal of the American Ceramic Society, 2008
- 30. Bill Bergman, *On the estimation of the Weibull modulus*, Division of Physical Metallurgy, Royal Institute of Technology, S-10044 Stockholm, Sweden, 1984
- 31. Chunsheng Lu, Robert Danzer, Franz Dieter Fischer, *Fracture statistics of brittle materials: Weibull or normal distribution*, Phys. Rev. E 65, 067102, 2002
- 32. Raul Bermejo, Peter Supanic, Robert Danzer, *Influence of measurement uncertainties* on the determination of the Weibull distribution, Montanuniversitaet Leoben, Institut fur Struktur-und Funktionskeramik, 8700 Leoben, Austria, 2011
- Herwig Peterlik, Relationship of Strength and Defects of Ceramic Materials and Their Treatment by Weibull Theory, Institute of Materials Physics, University of Vienna, Boltzmanngasse 5, A-1090 Vienna, Austria, 2001
- 34. R.S. Storm, W.D.G. Boecker, C.H. McMurtry, M. Srinivasan, Sintered Alpha Silicon Carbide Ceramics for High Temperature Structural Application: Status Review and Recent Developments, Sohio Engineered Materials Company, Niagara Falls, New York, 1985
- S.G. Seshadri, M. Srinivasan, Analysis of Flexure Strength Data of Ceramics, The Carborundum Resistant Materials Company, Advanced Materials Division, Niagara Falls, N.Y. 14302, July 1983
- 36. J.Pelleg, *Mechanical Properties of Ceramics*, Solid Mechanics and Its Applications, Volume 213, Spinger, G.M.L. Gladwell, Waterloo, Canada, 2014
- B. Basu, K. Balani, Advanced Structural Ceramics, The American Ceramic Society, John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey, 2011
- 38. J.B. Wachtman, W.R. Cannon, M.J. Matthewson, *Mechanical Properties of Ceramics*, Second Edition, John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey, 2009
- 39. E. Bernardo, *Appunti delle lezioni del corso di Materiali Non Metallici*, Università degli Studi di Padova, Dipartimento di Ingegneria Industriale, Anno accademico 2016/2017
- D. Wu, G. Lu, H. Jiang, Y. Li, *Improved Estimation of Weibull Parameters with the Linear Regression Method*, Communications of the American Ceramic Society, Vol. 87, No. 9, September 2004
- 41. G.S. Was, *Fundamentals of Radiation Materials Science, Metals and Alloys*, Second Edition, Springer Science+Business Media New York 2007,2017
- 42. G.D. Alton, J.R. Beene, Y. Liu, Criteria for selection of target materials and design of high-efficiency-release targets for radioactive ion beam generation, Physics Division, Oak Ridge National Laboratory, Nuclear Instruments & Methods in Physics Research, Elsevier, 2008
- 43. A. Monetti, *Design and development of the target-ion source system for the SPES project*, Ph.D. Thesis, Università di Padova, Dipartimento di Ingegneria Meccanica, 2017