



UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
DI PADOVA

UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI PADOVA

Dipartimento di Ingegneria Industriale DII

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria dei Materiali

CARATTERIZZAZIONE TERMICA, ELETTRICA E MECCANICA DI TUNGSTENO
PRODOTTO MEDIANTE TECNOLOGIE DI ADDITIVE MANUFACTURING PER
APPLICAZIONI AD ALTISSIMA TEMPERATURA IN ALTO VUOTO

Relatore: Prof. MATTIA MANZOLARO

Correlatori: Dott. Michele Ballan
Dott. Pietro Rebesan

Laureando: DAVIDE CESTER
Matricola: 2028783

Anno Accademico 2022-2023

ABSTRACT

Il Tungsteno rientra nella categoria dei metalli refrattari e tra questi possiede il più alto punto di fusione, oltre che un'ottima conducibilità termica ed elettrica, caratteristiche che lo rendono particolarmente adatto per la realizzazione dei *plasma-facing components*, come componenti di reattori nucleari a fusione e sorgenti di ionizzazione. Un esempio è costituito dalla sorgente di ionizzazione al plasma impiegata nel contesto delle facility di tipo ISOL, ossia complesse installazioni volte alla produzione di specie esotiche sotto forma di fasci di ioni radioattivi utili per svariati campi della ricerca. Tale dispositivo è costituito da un complesso assieme di componenti, sottoposti a temperature di esercizio oltre i 2000°C in alto vuoto. Lo sviluppo di sorgenti a prestazioni migliorate risulta fortemente limitato dal fatto che il Tungsteno presenti evidenti limiti di lavorabilità e che sia difficilmente saldabile; per questo motivo sono in fase di esplorazione tecnologie di additive Manufacturing in grado di fornire una maggiore flessibilità e accuratezza nelle geometrie realizzabili.

Il presente lavoro di tesi tratta la caratterizzazione termica, elettrica e strutturale del Tungsteno prodotto tramite Laser Powder Bed Fusion (LPBF), una tecnologia di Additive Manufacturing (AM) che si presta bene per la produzione di componenti di geometria complessa e con tolleranze ben definite, difficilmente ottenibili con le tecniche di lavorazione tradizionali.

La caratterizzazione termica è focalizzata alla stima dell'emissività e della conducibilità termica ad alta temperatura, e prevede una serie di prove di riscaldamento di campioni discoidali in Tungsteno prodotti tramite tecnologia LPBF fino ai 1400°C svolte presso i Laboratori Nazionali di Legnaro dell'INFN, con un opportuno apparato in grado di riprodurre una distribuzione di temperatura con gradienti radiali sul disco. Tramite pirometri a infrarossi è possibile misurare la temperatura al centro e alla periferia del disco e ricavare le informazioni necessarie per la stima dell'emissività emisferica globale. I dati di emissività e di temperatura ottenuti, sono stati inseriti successivamente all'interno di un modello numerico FEM per la stima della conducibilità termica.

Per quanto riguarda le proprietà elettriche, i campioni in Tungsteno realizzati mediante la tecnica LPBF e dalla geometria ben definita, sono stati sottoposti a delle rampe di corrente ed è stata misurata, attraverso una sofisticata apparecchiatura, la conseguente caduta di potenziale nel tratto utile dei provini. Da queste grandezze e dalla conoscenza delle dimensioni della sezione del provino è stato possibile risalire direttamente alla resistività elettrica del materiale.

Le prove meccaniche, infine, sono state eseguite presso i laboratori del DII di Padova. Dai test di compressione e di flessione a quattro punti test, eseguiti secondo gli standard ISO, si sono ricavati il modulo elastico, la tensione di rottura e la deformazione di campioni in Tungsteno AM e standard, a temperatura ambiente.

I dati ottenuti da queste prove risultano fondamentali per comprendere la stabilità e il comportamento del Tungsteno AM alle alte temperature e per averne un confronto diretto con lo stesso materiale ottenuto attraverso le lavorazioni tradizionali.

SOMMARIO

Nel corso degli ultimi decenni, l'Europa ha assunto il ruolo di leader per quanto riguarda la ricerca in ambito della fisica nucleare, in particolare sotto la guida del CERN di Ginevra, con il quale l'INFN (Istituto Nazionale di Fisica Nucleare) di Legnaro collabora strettamente attraverso il progetto SPES (Selective Production of Exotic Species): esso prevede il bombardamento di un bersaglio in carburo di Uranio da parte di un fascio protonico, estratto ed accelerato da un ciclotrone. Gli isotopi radioattivi generati dalla fissione dell'Uranio vengono estratti, ionizzati tramite speciali sorgenti di ionizzazione, separati in base alla massa e accelerati mediante l'uso di campi elettrici e magnetici ad alta intensità.

I fasci prodotti verranno poi utilizzati per studi sulla materia esotica e altre applicazioni come astrofisica e medico-sanitarie.

Il sistema target-sorgente di ionizzazione rappresenta uno dei componenti critici per l'intera facility, in quanto il suo funzionamento affidabile ed efficiente è fondamentale per garantire la fornitura del fascio desiderato agli utenti sperimentali.

Il presente lavoro di tesi si colloca all'interno del progetto SPES e tratta la caratterizzazione termica, elettrica e meccanica del Tungsteno, realizzato mediante una specifica tecnologia Additive Manufacturing (AM), ovvero la tecnica Laser Power Bed Fusion (LPBF). In particolare, questo metallo è noto non solo per la sua resistenza alle alte temperature, ma anche per la sua durezza e fragilità, caratteristiche che lo rendono estremamente difficile da lavorare secondo le tecnologie tradizionali, specie se le tolleranze richieste sono molto restrittive. È proprio per questo che si stanno cercando metodi di produzione e lavorazione alternativi ed in questo senso l'Additive Manufacturing sembra offrire grandi prospettive di miglioramento.

All'interno della complessa facility di SPES, il Tungsteno AM sembra essere adatto per quelle parti della sorgente di ionizzazione a contatto con il plasma.

Le sorgenti di ionizzazione possono essere di diversi tipi, quella utilizzata per il progetto SPES è di tipo PIS (Plasma Ion Source): essa è composta da un anodo e da un catodo di geometria complessa, realizzati assemblando diversi componenti in metallo refrattario, tra i quali Molibdeno e Tantalio, posti secondo una precisa distanza tra loro e perfettamente allineati, in modo da massimizzare il campo elettrico compreso tra essi. Oltre alla loro complessità geometrica, i diversi componenti della sorgente dovranno resistere a temperature molto elevate, oltre i 2000°C, per un arco di tempo continuativo di circa 15 giorni.

La tecnologia AM in fase di sviluppo risulta essere vantaggiosa nell'ottica di ridurre il numero di componenti della sorgente e di migliorarne le tolleranze geometriche e dimensionali. A tale scopo, la tecnica LPBF è quella che meglio si presta alla produzione di componenti in metallo refrattario e per il suo sviluppo i LNL collaborano strettamente con la sezione INFN di Padova.

La caratterizzazione termica di un materiale comprende lo studio dell'evoluzione dell'emissività normale spettrale dei diversi campioni in funzione di temperatura e lunghezza d'onda, dell'emissività emisferica globale in funzione della temperatura e della conducibilità termica. Per queste analisi, fondate su una consolidata procedura analitica sviluppata presso i LNL, sono stati utilizzati dei provini discoidali dal diametro pari a 40mm, collocati all'interno di un forno avente una finestra circolare sulla sommità per alloggiare un pirometro. Quest'ultimo è in grado di rilevare la temperatura e l'emissività

normale spettrale alla lunghezza d'onda di 1 μm ; da queste grandezze è possibile risalire dapprima al calcolo dell'emissività emisferica globale, attraverso una procedura analitica e successivamente alla conducibilità termica in funzione della temperatura, utilizzando in questo caso un modello numerico FEM sviluppato ai LNL, in cui i parametri di input sono le temperature del centro e della zona periferica e l'emissività globale calcolata in precedenza.

Parallelamente a queste misure, sono stati analizzati anche due campioni AM discoidali, dal diametro di 20mm, prodotti dal centro di ricerca belga dell'SCK CEN: questo per poter valutare eventuali differenze nelle caratteristiche termiche dei diversi provini, strettamente correlate ai parametri di stampa utilizzati.

La caratterizzazione elettrica riguarda il calcolo della resistività elettrica. Per fare ciò, è stato utilizzato un metodo completamente empirico, e una geometria dei provini sono stati sviluppata considerando studi analoghi condotti in precedenza sul Tantalio.

La caratterizzazione meccanica, infine, consiste nella determinazione di fondamentali proprietà meccaniche del Tungsteno AM, ovvero il modulo elastico E , la tensione di rottura σ_R , e la deformazione a rottura. Questi valori sono stati ottenuti attraverso prove di compressione a temperatura ambiente e prove di flessione a quattro punti, condotte presso i laboratori del DIAM dell'Università degli Studi di Padova, utilizzando dei provini di geometria adatta a ciascun test.

Di seguito viene presentato il riassunto dei diversi capitoli in cui si articola il presente lavoro:

Capitolo 1: Il progetto SPES ai Laboratori Nazionali di Legnaro

Nel capitolo iniziale verrà presentata un'introduzione alla fisica nucleare e subnucleare, seguita dalla descrizione della tecnica ISOL riguardante la produzione di fasci di ioni radioattivi e successivamente verranno definiti i principali aspetti del progetto SPES e le sue prospettive applicative.

Capitolo 2: Additive Manufacturing per materiali refrattari

In questa parte, viene fatta una panoramica generale sulla tecnologia dell'Additive Manufacturing e sulle diverse tecniche di produzione utilizzabili per i diversi materiali, evidenziandone pregi e difetti. Ci si concentrerà poi sulla tecnica Laser Power Bed Fusion, descrivendone più in dettaglio il settaggio dei parametri per la stampa del Tungsteno, le diverse strategie di scansione e gli aspetti che la rendono la tecnica migliore per i metalli refrattari.

Capitolo 3: Caratterizzazione termica del Tungsteno AM

Questo capitolo tratta le diverse proprietà che vanno a costituire la caratterizzazione termica del Tungsteno AM, in particolare i valori di emissività globale e di conducibilità termica, in funzione della temperatura.

Le proprietà calcolate saranno anche confrontate con quelle del Tungsteno prodotto e lavorato secondo le tecniche tradizionali, detto standard, in modo da poterne avere un diretto confronto.

Saranno inoltre descritti gli elementi dell'apparato sperimentale e l'influenza di alcuni parametri sui valori di emissività e conducibilità. Inoltre, sarà presentata alla fine del capitolo un'analisi di due campioni di Tungsteno AM prodotti dal centro di ricerca dell'SCK CEN.

Capitolo 4: Caratterizzazione elettrica del Tungsteno AM:

In questo capitolo, vengono descritte le proprietà di interesse, l'apparecchiatura e la geometria dei provini, utilizzati per determinare la resistività elettrica del Tungsteno AM. Viene inoltre presentata la procedura sperimentale adottata per la valutazione empirica di questa proprietà.

I risultati ottenuti sono stati poi confrontati con quelli di campioni analoghi, ma in Tungsteno standard.

Capitolo 5: Caratterizzazione meccanico - strutturale del Tungsteno AM:

Nel capitolo finale, vengono descritte le due tipologie di prove utilizzate per la caratterizzazione meccanico-strutturale del Tungsteno, ovvero la prova di compressione a temperatura ambiente per il Tungsteno STD e AM e la prova di flessione a quattro punti per il Tungsteno STD. Verranno dapprima descritte le normative relative a questi test e le motivazioni che hanno portato alla scelta di questi metodi rispetto ad altri; in seguito, verranno descritte la produzione dei provini e i risultati ottenuti dai test, anche in termini microstrutturali.

Indice

CAPITOLO 1: IL PROGETTO SPES AI LABORATORI NAZIONALI DI LEGNARO.....	1
1.1: Introduzione	1
1.2: Le specie esotiche	2
1.3: Il progetto SPES	5
1.4: La produzione di fasci ionici radioattivi	7
1.5: La facility SPES	9
1.5.1: L'acceleratore primario.....	10
1.5.2: Il Front-End	12
1.5.3: Il target di produzione	13
1.5.4: Il processo di estrazione e ionizzazione degli isotopi.....	15
1.5.5: Separatori elettromagnetici e post-accelerazione	18
1.5.6: Il sistema di movimentazione	19
1.6: Le applicazioni dei fasci esotici.....	20
1.6.1: Fisica nucleare	20
1.6.2: Fisica dello stato solido.....	21
1.6.3: Medicina nucleare	22
1.6.4: Astrofisica	23
1.7: Conclusioni.....	23
CAPITOLO 2: ADDITIVE MANUFACTURING	25
2.1: Introduzione	25
2.2: Tecniche di Additive Manufacturing	26
2.2.1: Introduzione.....	26
2.2.2: Vat Photopolymerization	26
2.2.3: Material extrusion	27
2.2.4: Material Jetting	28
2.2.5: Binder Jetting.....	29
2.2.6: Direct Energy Deposition	30
2.2.7: Sheet Lamination	32
2.2.8: Powder Bed Fusion	32

2.3: Tecnica Laser Powder Bed Fusion.....	34
2.4: Strategie di scansione.....	37
2.4.1: Meander	37
2.4.2: Stripes	38
2.4.3: Chess	39
2.4.4: Contour	40
2.5: Posizionamento dei pezzi sulla piattaforma	40
2.6: La tecnica SLM applicata ai metalli refrattari.....	43
2.7: Messa a punto dei parametri di stampa per il Tungsteno	44
2.8: Classificazione dei difetti della tecnologia LPBF	48
2.8.1: Porosità.....	48
2.8.2: Spattering	48
2.8.3: Lack of fusion	49
2.8.4: Cricche.....	49
2.8.5: Balling	50
2.9: Applicazioni della tecnica LPBF al progetto SPES	50
2.10: Conclusioni.....	51
CAPITOLO 3: CARATTERIZZAZIONE TERMICA DEL TUNGSTENO LPBF:	52
3.1: Proprietà termiche.....	52
3.1.1: Emissività	52
3.1.2: Conducibilità termica.....	55
3.3: Apparato sperimentale per la caratterizzazione termica	57
3.3.1: Camera da vuoto	57
3.3.2: Sistema riscaldante.....	58
3.3.3: Alimentatore	59
3.3.4: Sistema di supporto del provino	59
3.3.5: Sistema ausiliario per il vuoto.....	60
3.3.6: Strumenti di misura	60
3.3.6.1: Pirometri	60
3.3.6.2: Vacuometri	61

3.4: Approccio sperimentale.....	61
3.4.1: Preparazione dei provini	61
3.4.2: Determinazione della rugosità superficiale	62
3.4.3: Determinazione dell'emissività spettrale e calcolo dell'emissività globale.....	63
3.4.4: Determinazione della conducibilità termica	67
3.4.5: Descrizione del modello numerico	69
3.5: Risultati sperimentali.....	71
3.5.1: Provini in Tungsteno Standard.....	71
3.5.1.1: Campione 1 STD	72
3.5.1.2: Campione 2 STD	77
3.5.1.3: PROVINO 3 STD	81
3.5.1.4: PROVINO 4 STD	85
3.5.1.5: PROVINO 5 STD	87
3.5.2.: Provini in Tungsteno Additive Manufacturing	91
3.5.2.1: Provino 1 AM.....	91
3.5.2.2: PROVINO 2 AM.....	96
3.5.2.3: PROVINO 3 AM.....	100
3.6: Provini in Tungsteno Additive Manufacturing prodotti all'SCK CEN	104
3.6.1: Preparazione del sistema di supporto per le prove termiche	104
3.6.2: Provino 1	105
3.6.3: Provino 2	107
3.7: Confronto dei risultati	109
3.7.1: Misure di rugosità	109
3.7.2: Misure di emissività	109
3.7.3: Misure di conducibilità.....	110
3.8: Conclusioni.....	111
CAPITOLO 4: CARATTERIZZAZIONE ELETTRICA DEL TUNGSTENO LPBF:	112
4.1: La resistività elettrica	112
4.2: Metodi empirici per la determinazione della resistività elettrica	113
4.2.1: Metodo a 2 fili.....	113

4.2.2: Metodo a 4 fili (o metodo Kelvin)	114
4.2.3: Metodo di Van der Pauw	115
4.2.4: Scelta del metodo	116
4.3: Descrizione dell'apparato sperimentale	116
4.3.1. Camera da vuoto	116
4.3.2: Sistema riscaldante	117
4.3.3: Alimentatori	118
4.3.4: Pompe da vuoto	118
4.3.5: Strumenti di misura	118
4.4: Definizione della geometria del provino	118
4.5. Metodo empirico per la stima della resistività elettrica	119
4.6: Risultati sperimentali	119
4.6.1: Resistività elettrica Tungsteno da letteratura	119
4.6.2: Resistività elettrica Tungsteno standard	120
4.6.2.1: Microstruttura Tungsteno standard	122
4.6.2.2: Stima della resistività elettrica con la legge di Wiedemann – Franz	125
4.6.3: Resistività elettrica Tungsteno AM	126
4.6.3.1: Campione W AM 2	127
4.6.3.2: Campione W AM 3	128
4.6.3.3: Analisi microstrutturale W AM	129
4.6.4: Stima della resistività elettrica con la legge di Wiedemann – Franz	131
4.7: Conclusioni	132
CAPITOLO 5: CARATTERIZZAZIONE MECCANICO - STRUTTURALE DEL TUNGSTENO:	133
5.1: Introduzione	133
5.2: Prove di compressione a temperatura ambiente	133
5.2.1: Geometria dei provini	134
5.2.2: Produzione dei campioni	134
5.2.3: Risultati sperimentali	135
5.2.3.1: Provini 'Hourglass I'	135
5.2.3.2: Provini 'Uniaxial'	136

5.2.3.4: Immagini SEM della superficie di rottura.....	137
5.2.3.5: Provini Tungsteno standard	137
5.3: Prove di flessione a 4 punti.....	138
5.3.1: Geometria dei provini per le prove di flessione a quattro punti.....	139
5.3.2: Risultati sperimentali.....	140
5.4: Prove di riscaldamento in atmosfera	143
5.4.1: Riscaldamento a 600°C.....	144
5.4.2: Riscaldamento a 1000°C.....	145
5.4.3: Riscaldamento a 800°C.....	146
5.5: Conclusioni.....	146
CONCLUSIONI DELLA TESI.....	148
BIBLIOGRAFIA.....	150
APPENDICI	155
Appendice A: Macro del Tungsteno standard con i valori di letteratura	155
Appendice B: APDL del modello numerico per la determinazione della conducibilità termica	166
Appendice C: tavola del supporto per i provini LPBF dell'SCK CEN	187
Appendice D: tavola del provino per le prove di resistività elettrica	188
Appendice E: tavola del provino 'Hourglass I' per le prove meccaniche	189
Appendice F: tavola del provino 'Uniaxial' per le prove di compressione	190

CAPITOLO 1: IL PROGETTO SPES AI LABORATORI NAZIONALI DI LEGNARO

1.1: Introduzione

L'Istituto Nazionale di Fisica Nucleare (INFN) è l'ente pubblico nazionale di ricerca finalizzato allo studio dei costituenti fondamentali della materia e delle leggi che la governano, attraverso lo sviluppo della ricerca scientifica nei campi della fisica subnucleare, nucleare e astroparticellare, oltre che allo sviluppo tecnologico associato alle attività riguardanti questi settori [1].

Per svolgere le numerose attività di cui si occupa, l'INFN si avvale di diverse collaborazioni, sia con istituzioni nazionali, che internazionali. L'Istituto partecipa attivamente a diversi progetti europei e mondiali, come il CERN di Ginevra, il Fermilab negli Stati Uniti e il KEK in Giappone. La ricerca fondamentale in questi settori richiede l'utilizzo di strumenti e macchinari all'avanguardia, che vengono sviluppati sia nei laboratori dell'INFN, che in collaborazione con industrie e università: questo permette l'inserimento all'interno dei progetti di diversi tecnici, ricercatori e laureandi in ambito fisico, ingegneristico, farmaceutico e chimico.

L'Istituto Nazionale di Fisica nucleare è nato nel 1951 dalla collaborazione delle università di Roma, Padova, Torino e Milano al fine di proseguire e sviluppare la tradizione scientifica iniziata e sviluppata con le ricerche teoriche e sperimentali da Enrico Fermi e la sua scuola negli anni '30 del secolo scorso. Intorno alla metà degli anni '50, l'INFN ha progettato e costruito il primo acceleratore di particelle italiano a Frascati (Roma); al contempo è iniziata l'attività di ricerca associata con il CERN per lo sviluppo di acceleratori più potenti.

Attualmente, l'INFN opera e svolge le sue attività in due tipi di strutture, tra esse complementari: i quattro Laboratori Nazionali di Legnaro, Frascati, Gran Sasso e Catania e tutte le diverse sezioni strettamente legate ad essi, con sede nei diversi dipartimenti universitari di fisica e ingegneria che rendono possibile la loro collaborazione con l'istituto [2].



Figura 1.1: A sinistra, geolocalizzazione delle strutture dell'INFN; a destra, il logo dell'Istituto.

1.2: Le specie esotiche

La materia che ci circonda è formata da atomi, particelle microscopiche costituite a loro volta da particelle sub-atomiche: i protoni e neutroni, denominati nucleoni, costituiscono il nucleo atomico, mentre gli elettroni orbitano intorno a quest'ultimo. Lo studio delle caratteristiche e delle proprietà della materia che ci circonda è fortemente influenzato dalla conoscenza del comportamento degli atomi, dalla loro disposizione nello spazio e dalla loro interazione. La fisica delle particelle e la fisica nucleare forniscono a tal proposito gli strumenti necessari per questo studio.

Ciascun atomo, detto anche nuclide, è identificato attraverso il numero atomico Z , il numero di neutroni N e il numero di massa A , dato dalla somma $Z+N$. In particolare, il numero atomico, ovvero il numero di protoni presenti nel nucleo, identifica univocamente l'elemento chimico in esame e la sua esatta posizione nella Tavola Periodica (figura 1.2); il numero di neutroni può invece variare all'interno degli atomi di uno stesso elemento e quindi non caratterizza in modo univoco una specie atomica.

The periodic table is color-coded by groups:

- Altri non metalli (light green)
- Metalli alcalini (orange)
- Metalli alcalino-terrosi (yellow)
- Gas nobili (light blue)
- Metalloidi (teal)
- Alogeni (cyan)
- Metalli di transizione (pink)
- Metalli di post-transizione (grey)
- Lantanidi (light orange)
- Attinidi (purple)

Example element: Calcium (Ca)
 Atomic number: 20
 Atomic weight: 40.078
 Electron configuration: 2-8-8-2

Figura 1.2: Tavola periodica degli elementi. I diversi elementi sono ordinati in ordine crescente in base al loro numero atomico, indicato in alto a destra. Per ogni elemento sono presenti ulteriori informazioni: nel caso ad esempio del Calcio, vengono indicati al di sotto del nome rispettivamente il peso atomico e il numero di elettroni per livello energetico. Inoltre, nella tavola periodica gli elementi sono suddivisi in base al tipo di elemento (metalli alcalini, gas nobili, non metalli, ecc.).

Infatti, atomi dello stesso elemento (Z uguale) ma con diverso numero N vengono definiti *isotopi*. La Carta dei nuclidi evidenziata in figura 1.3, rappresenta tutti gli isotopi fino ad ora conosciuti e fornisce indicazioni in merito alla loro stabilità o instabilità.

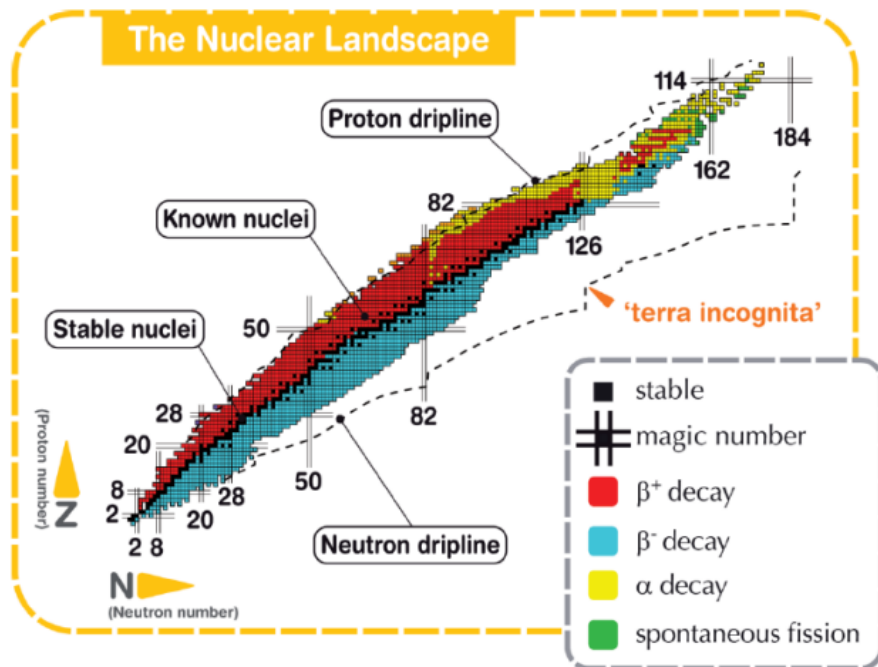


Figura 1.3: rappresentazione della carta dei nuclidi.

La stabilità di un nucleo atomico è data dall'equilibrio tra due forze, quella elettrostatica repulsiva, che si instaura tra corpi elettricamente carichi con carica dello stesso segno, ossia i protoni, e la forza nucleare forte, che è di tipo attrattivo e tende a mantenere l'integrità del nucleo atomico. Soltanto con determinati rapporti di Z e N si riesce a mantenere un equilibrio tra le due forze; in caso contrario l'atomo si definisce instabile ed esso tenderà ad acquisire o cedere protoni e neutroni nel tempo. La variazione di Z e/o N conseguente a questo comportamento, che provoca l'emissione di particelle e/o onde elettromagnetiche, viene definita *radioattività* [3]. Atomi radioattivi vengono definiti anche "esotici" (Exotic Species).

La carta dei nuclidi rappresenta in ascissa il numero di neutroni N e in ordinata il numero di protoni Z ; in essa gli atomi stabili occupano il luogo dei punti descritto dalla bisettrice del primo quadrante, denominato 'valle di stabilità', mentre al di fuori di questa retta vi sono tutte quelle specie atomiche caratterizzate da Z e N diversi, detti *proton-rich* o *neutron-rich*.

Per identificare gli atomi esotici, vengono impiegati colori diversi, azzurro, giallo o verde: data la loro radioattività, essi possono dare origine a quattro diversi tipi di decadimento [4]:

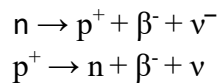
- *decadimento α* , caratteristico di atomi aventi $Z > 83$, che consiste nell'emissione di una particella α , equivalente ad un nucleo ${}^4\text{He}$ (2 protoni e 2 neutroni). Il risultato è quindi una diminuzione sia del numero di massa, che del numero atomico secondo le due equazioni:

$$Z_D = Z - 2$$

$$A_D = A - 4$$

Dove Z_D e A_D sono rispettivamente il numero atomico e il numero di massa dopo il decadimento;

- *decadimento β* , che può manifestarsi secondo due diverse reazioni:



Il primo caso è definito *decadimento β^-* , tipico dei nuclidi evidenziati in blu nella carta dei nuclidi, ossia isotopi caratterizzati da un eccesso di neutroni e quindi al di sotto della valle di stabilità. Attraverso l'emissione di particelle β^- si ha la perdita dei neutroni in eccesso, in modo da avvicinarsi alla valle di stabilità. In sostanza un neutrone viene trasformato in protone e per il bilanciamento della reazione in termini sia di carica che di massa, avviene anche la perdita di un elettrone (particella β^-) e di un antineutrino.

La seconda reazione viene indicata come decadimento β^+ e riguarda i nuclei con protoni in eccesso, quindi al di sopra della valle di stabilità, indicati in rosso nella figura 1.3. Tali specie tendono a riacquisire stabilità trasformando i protoni in neutroni, con emissione di un positrone (β^+) e di un neutrino;

- fissione spontanea, che avviene in alcuni nuclei molto pesanti e consiste nella loro spontanea suddivisione in due atomi distinti (indicati in verde in figura 1.3);
- Emissione di raggi γ , che indica una forma di decadimento contemporanea o successiva a quelle descritte. In essa non vi è alcuna alterazione dell'elemento interessato, ma è legata ai figli dei nuclei instabili, aventi uno stato di eccitazione tale da provocare l'emissione di radiazione elettromagnetica ad alto contenuto energetico.

Per atomi aventi numero di massa A fino a 40, la stabilità è garantita per lo stesso numero di protoni e neutroni, per valori di A superiori a 40, invece, la stabilità nucleare si ha con un numero di neutroni superiore a quello dei protoni.

Vi sono anche dei numeri cosiddetti 'magici', che corrispondono a determinate combinazioni di protoni e neutroni che generano particolare stabilità nell'atomo. Alcuni di questi sono ad esempio 2, 8, 20, 50, 82, 126 e gli atomi aventi questi numeri di nucleoni sono particolarmente stabili.

Infine, la carta dei nuclidi fornisce informazioni sui confini di esistenza dei nuclei esotici, attraverso delle linee di confine dette "*driplines*", che mettono in evidenza le diverse specie esotiche ancora da produrre nelle varie facilities presenti in tutto il mondo, in modo particolare nella regione dei nuclei neutron-rich.

1.3: Il progetto SPES

Il progetto denominato SPES (Selective Production of Exotic Species) [5] è un progetto in fase di sviluppo e di assemblaggio all'interno dell'INFN di Legnaro avente l'obiettivo principale di realizzare una *facility* in grado di produrre fasci di ioni radioattivi RIB (Radioactive Ion Beam), per condurre studi di fisica nucleare fondamentale e indagare su alcuni nuclei atomici instabili, non esistenti naturalmente, ma prodotti nelle fasi conclusive della vita di una stella.



Figura 1.4: logo del progetto SPES dei Laboratori Nazionali di Legnaro.

L'attività di SPES è fondata sulla produzione di fasci *neutron-rich*, ottenuti dal bombardamento e dalla conseguente fissione nucleare di un target in carburo di Uranio con un fascio di protoni ad elevata energia (40 MeV) e potenza (8 kW) [6]. Questi fasci verranno poi accelerati dal complesso ALPI (uno dei tre grandi acceleratori di particelle nucleari costruiti ai LNL, assieme a TANDEM e PIAVE).

Una seconda applicazione della facility SPES riguarda la realizzazione di un acceleratore di neutroni (*neutron facility*), mediante l'utilizzo di un secondo fascio protonico ad elevata energia. Attraverso la *Neutron Facility* potranno essere condotti importanti studi in campo fisico e medico.

Il progetto SPES è suddiviso in quattro fasi:

- *SPES- α* : rappresenta il cuore del laboratorio, qui è presente un ciclotrone ad alta intensità con una corrente in uscita di 0,7 mA ed energia massima di 70 MeV che produce fasci di protoni: esso è caratterizzato da una doppia uscita, rispettivamente per gli studi di fisica nucleare e per quelli di fisica applicata;
- *SPES- β* : in essa avviene la produzione di fasci *neutron-rich* per mezzo della collisione del fascio protonico, generato precedentemente, con un target in carburo di Uranio. Questi fasci sono in seguito ionizzati da una sorgente al plasma, accelerati e focalizzati per farli collidere su appositi bersagli;
- *SPES- γ* : qui avviene la produzione di radionuclidi a scopo medico, finalizzati alla produzione di radiofarmaci di ultima generazione e radionuclidi convenzionali;
- *SPES- δ* : quest'ultima fase è incentrata sullo sviluppo di un'intensa sorgente di neutroni, ottenuta irraggiando opportuni convertitori con il fascio protonico prodotto dal ciclotrone, oppure tramite un acceleratore lineare basato sulla RFQ (radio-frequency quadrupole technology). Le sue applicazioni spaziano nei campi dell'astrofisica nucleare, del trattamento dei rifiuti nucleari e di quello del trattamento sperimentale dei tumori [7].



Figura 1.5: il quadrifoglio contenente le quattro fasi del progetto, simbolo di SPES.

1.4: La produzione di fasci ionici radioattivi

In chimica, il termine 'ione' viene usato per indicare una specie molecolare elettricamente carica, generata nel momento in cui un atomo, una molecola o un gruppo di atomi inizialmente neutri cedono o acquistano uno o più elettroni. Nel momento in cui queste particelle vengono focalizzate in un fascio, questo viene indicato con la sigla RIB (Radioactive Ion Beam).

Per la produzione dei RIB, sono utilizzati acceleratori di particelle e apparecchiature in grado di gestire fasci ad elevata purezza, intensità ed energia.

A questo scopo vengono usati diversi tipi di facilities, molte delle quali sono basate sul metodo ISOL (Isotope Separation on Line) [8].

Qui di seguito sono riportate le diverse infrastrutture di una facility ISOL:

- l'acceleratore primario;
- il complesso target, sistema di estrazione e ionizzazione;
- i separatori di massa;
- il post-acceleratore.

Lo schema delle infrastrutture di una facility di tipo ISOL è presentato qui di seguito.

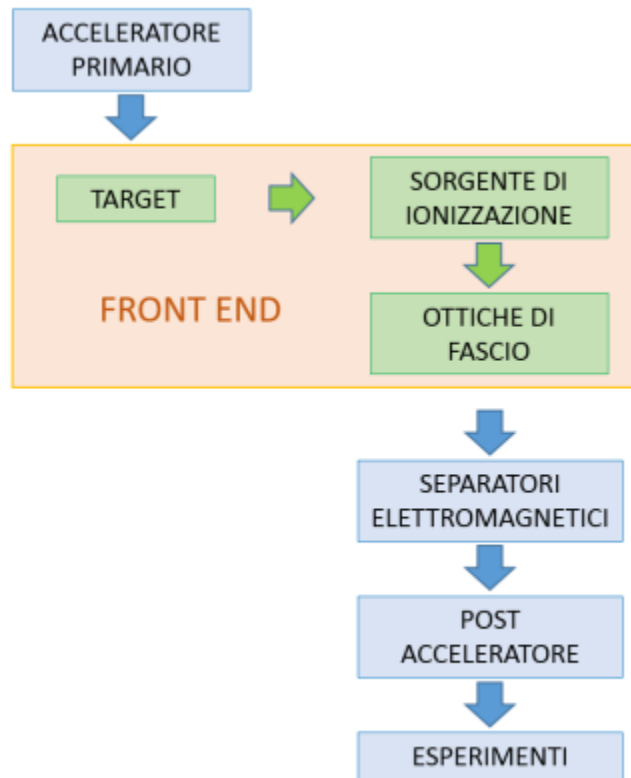


Figura 1.6: schema della facility ISOL ai Laboratori Nazionali di Legnaro.

Il fascio di protoni prodotto e accelerato nel ciclotrone viene fatto collidere contro un target in materiale fissile, il carburo di Uranio (UCx). Dalle reazioni nucleari che ne conseguono, vengono prodotti una serie di isotopi radioattivi che escono dal target attraverso la diffusione e l'effusione ad altissime temperature, oltre i 2000°C. Questi vengono poi ionizzati da una sorgente di ioni: così facendo è possibile accelerarli per mezzo di una differenza di potenziale elettrico. I separatori elettromagnetici selezionano il fascio in base alla massa delle particelle e hanno l'obiettivo di ottenere un fascio chimicamente ed isobaricamente puro. Infine, il fascio viene post-accelerato al livello di energia richiesto dall'esperimento condotto.

La seguente equazione descrive l'intensità I del fascio di ioni prodotto:

$$I = \sigma \cdot \varphi \cdot N \cdot \varepsilon_1 \cdot \varepsilon_2 \cdot \varepsilon_3$$

dove:

- σ corrisponde alla probabilità che una certa reazione nucleare avvenga;
- φ è l'intensità del fascio primario;
- N è il numero di nuclei nel target;
- ε_1 è l'efficienza di rilascio del target;
- ε_2 è l'efficienza di ionizzazione;
- ε_3 è l'efficienza del processo di estrazione e trasporto.

La tecnica ISOL assicura una maggior qualità e intensità del fascio prodotto rispetto ad altre tecniche, grazie all'utilizzo di un fascio primario intenso e un target ad elevata sezione d'urto. Di contro, questa tecnica risulta essere più lenta a causa del tempo di diffusione, effusione, ionizzazione ed estrazione delle specie esotiche. La separazione dei prodotti radioattivi dal substrato del target e l'estrazione dei nuclei esotici sono processi fortemente dipendenti dalla temperatura, in particolare, all'aumentare di quest'ultima, la diffusione delle particelle risulta essere più veloce. Ovviamente, più breve è la vita media degli atomi radioattivi, più rapido deve essere il tempo di rilascio, e di conseguenza, il sistema deve essere mantenuto alla più alta temperatura possibile.

1.5: La facility SPES

La facility SPES è attualmente in fase di montaggio ai Laboratori Nazionali di Legnaro ed è compresa nelle facilities di "media generazione" per la costruzione di un'unica struttura europea denominata EURISOL [9]. In figura 1.7 e 1.8 è rappresentata l'infrastruttura della facility SPES dei LNL vista dall'alto, mentre in figura 1.9 si può vedere l'esterno dell'edificio SPES in fase di costruzione.

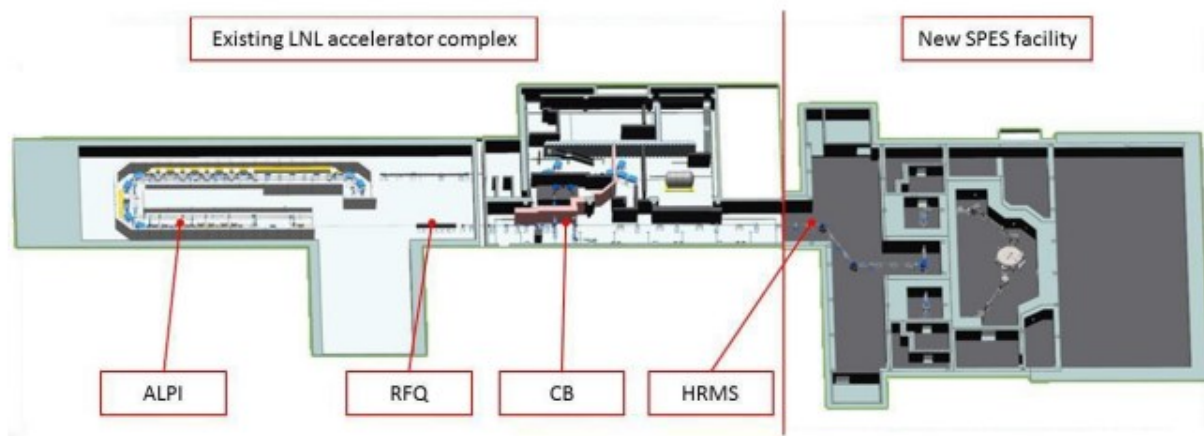


Figura 1.7: facility ISOL ai Laboratori Nazionali di Legnaro.

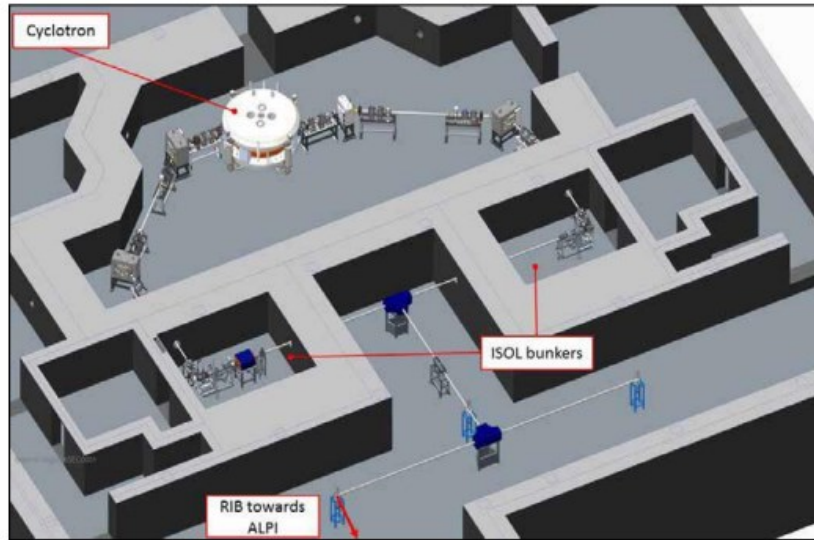


Figura 1.8: schema del layout del progetto SPES.



Figura 1.9: edificio SPES in fase di costruzione.

La facility è formata dai seguenti elementi principali:

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

Qui di seguito viene presentata la descrizione dei componenti principali appartenenti alla RIB facility attualmente in costruzione ai LNL.

1.5.1: L'acceleratore primario

L'acceleratore primario viene utilizzato per produrre un fascio protonico che vada a colpire il target in carburo di Uranio in cui poi avviene la fissione nucleare. Il progetto SPES si serve a tal proposito di un

ciclotrone: esso è un acceleratore circolare, formato da due elettrodi semicircolari, alimentati da una corrente alternata ad alta tensione e alta frequenza, in combinazione ad un campo magnetico agente in direzione ortogonale rispetto al campo elettrico.

Il fascio di protoni è originato da una sorgente collocata al centro della macchina: da qui, mediante l'azione del campo elettrico, le cariche vengono accelerate e deviate dalla forza di Lorentz generata dal campo magnetico, formando una traiettoria spiraliforme. Ad ogni passaggio del fascio attraverso gli elettrodi, esso acquisisce energia e il diametro dell'orbita aumenta fino al raggiungimento di un valore prefissato per cui il fascio possa essere espulso dal ciclotrone (figura 1.10).

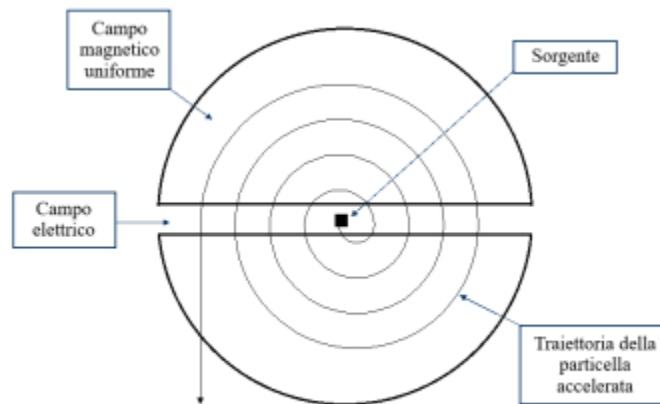


Figura 1.10: schema di funzionamento di un ciclotrone.

Questo dispositivo è in grado di soddisfare le performance richieste sia per la produzione di fasci di ioni esotici, sia per la produzione di una seconda linea di fascio indipendente che possa alimentare la *Neutron Facility*.

Nell'ambito del progetto SPES, il ciclotrone utilizzato è il BEST 70p, realizzato dalla Best Cyclotron (figura 1.11). Con questa macchina si possono generare due fasci protonici indipendenti e aventi energia compresa tra i 35 MeV e i 70 MeV e con una corrente combinata massima di 700 μA e di 1000 μA per il singolo fascio [10].



Figura 1.11: fotografia del ciclotrone BEST 70p sviluppato dalla Best Cyclotron Systems, In. presente all'interno della facility SPES ai Laboratori Nazionali di Legnaro.



Figura 1.12: immagini dei momenti di installazione del ciclotrone BEST 70p ai LNL.

1.5.2: Il Front-End

Il Front-End è l'insieme di componenti adibiti a garantire sia il corretto allineamento del fascio di protoni con il bersaglio, sia la produzione ed il trasporto dei fasci di ioni radioattivi. Idealmente, il Front-End di SPES, rappresentato in figura 1.13, può essere suddiviso in due parti [11]:

- la prima parte, detta FEP (Front-End Protonico) è finalizzata al trasporto e all'allineamento del fascio di protoni in uscita dal ciclotrone;
- la seconda parte, la FER (Front-End Radioattivo) è ideata per il trasporto e l'accelerazione del fascio radioattivo.

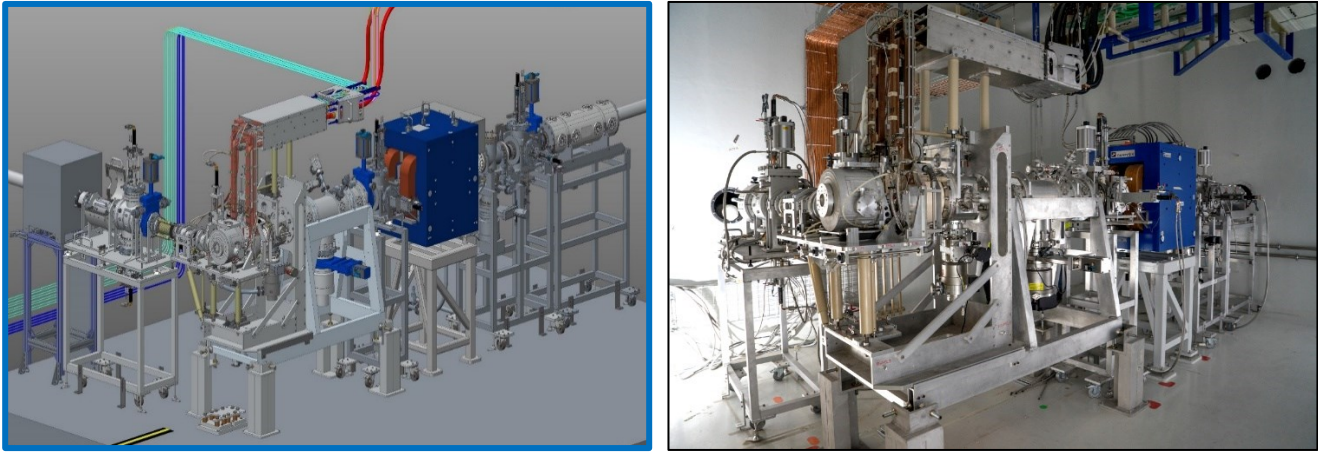


Figura 1.13: il Front-End del progetto SPES. A sinistra modello CAD 3D; a destra, Front-End in fase di montaggio ai LNL.

Per ottimizzare al meglio i tempi della fase di manutenzione dei vari componenti, il Front-End installato presso i LNL è costituito da vari moduli: le zone più colpite dalle radiazioni, ovvero quelle prossime al target, sono facilmente sostituibili, mentre le parti meno soggette a degradazione sono sottoposte a manutenzioni programmate.

Il sistema, attraverso l'alto vuoto che può raggiungere all'incirca i 10^{-5} mbar, assicura sostegno e stabilità al fascio protonico e a quello radioattivo, evita l'ossidazione dei diversi componenti e provvede a fornire l'energia elettrica necessaria per attivare i sistemi di raffreddamento dei diversi componenti. Il vuoto viene raggiunto attraverso due passaggi: il primo mediante l'azionamento di pompe volumetriche che portano ad una pressione intorno ai 10^{-2} – 10^{-3} mbar, mentre in seguito vengono azionate delle pompe turbomolecolari per raggiungere le pressioni richieste in esercizio. L'alluminio è stato preferito all'acciaio come materiale, in quanto quest'ultimo tende ad attivarsi significativamente in presenza di radiazione neutronica.

1.5.3: Il target di produzione

Il target è contenuto, assieme al sistema di estrazione e di ionizzazione, all'interno di un'apposita camera (camera target) di forma cilindrica, la quale dispone di un opportuno circuito di raffreddamento viste le alte temperature cui è sottoposta in esercizio. Sempre a causa delle elevate temperature, l'interno della camera viene mantenuto in condizioni di alto vuoto (pressione di circa 10^{-6} mbar), in modo tale da prevenire l'ossidazione dei componenti e inoltre per aumentare il cammino libero medio delle particelle radioattive che andranno a prodursi con la fissione. Il target è costituito da sette dischi in carburo di Uranio (UCx), dal diametro di 40mm e dallo spessore di 1mm (figura 1.14), posti ad una prefissata distanza in direzione assiale, in modo tale da dissipare attraverso radiazione termica la potenza generata dal fascio di protoni incidente, mantenendo una temperatura il più possibile omogenea.

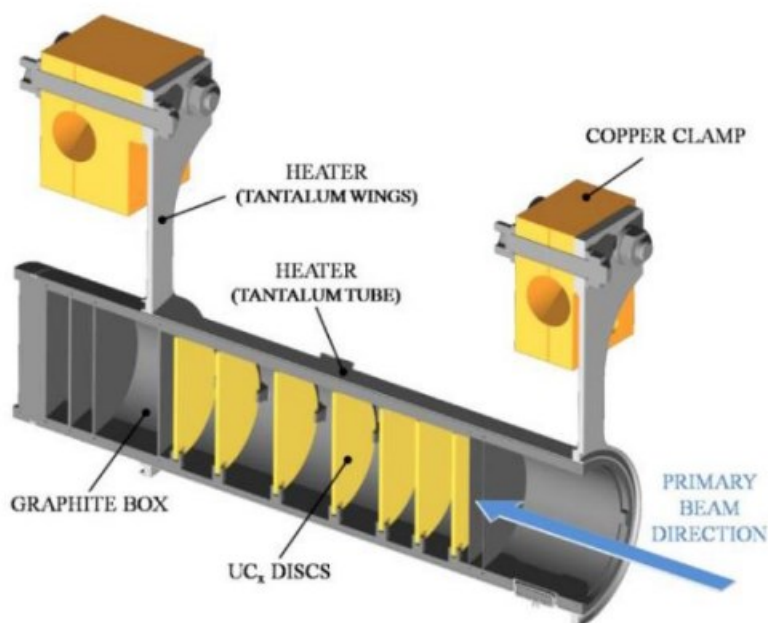


Figura 1.14: rappresentazione del target e del sistema riscaldante.

I dischi sono racchiusi all'interno di un tubo di grafite (*graphite box*) avente all'esterno un diametro di 49mm e una lunghezza di 200mm.

Per confinare la zona attiva ed evitare quindi che le particelle radioattive fuoriescano, il fascio protonico viene confinato in una finestra molto sottile in grafite: questo step attenua leggermente l'intensità del fascio, ma assicura una zona attiva più circoscritta. La finestra in grafite, inoltre, evita l'eccessivo raffreddamento del materiale fissile situato in corrispondenza alla zona di ingresso del fascio.

Nella parte posteriore del sistema riscaldante del target sono disposti tre dumper e un fondo scatola (box case) contro cui il fascio primario possa impattare, per averne così l'assorbimento definitivo ed evitare la fuoriuscita di particelle.

La temperatura di lavoro ideale cui deve essere mantenuta la box per ottimizzare l'estrazione dei prodotti della fissione è intorno ai 2000°C: dato che la potenza del fascio primario da sola non è in grado di portare al raggiungimento di tali temperature, si è reso necessario l'innesto di un riscaldatore ausiliario (*"Heater"*) indipendente. Questo dispositivo evita inoltre bruschi sbalzi termici che potrebbero compromettere l'integrità strutturale dei dischi.

L'heater è formato da un sottile tubo in Tantalio (*tantalum tube*) saldato ai suoi estremi con due ali (*tantalum wings*), anch'esse in Tantalio, collegate a dei morsetti in rame (*Copper clamps*), per mezzo dei quali può essere dissipata, tramite effetto Joule, la desiderata quantità di potenza. Il riscaldatore è realizzato in Tantalio poiché questo materiale è in grado di resistere alla corrosione ad elevate temperature, mantenendo ottime proprietà meccaniche. Esso vanta inoltre buona conducibilità termica ed elettrica, ma risulta essere molto reattivo con il carburo di Uranio, per cui si rende necessario l'utilizzo della grafite come materiale della box.

Dato che il fascio di protoni colpisce i dischi del target nella loro zona centrale, si viene a creare inevitabilmente un gradiente termico tra il centro e la periferia di questi ultimi, con il conseguente

instaurarsi di elevati stress termici: un'eccessiva differenza di temperatura potrebbe portare alla rottura dei dischi. L'attuazione del riscaldatore risulta quindi fondamentale per scaldare le zone periferiche e mantenere il sistema sempre alle temperature di esercizio previste.

1.5.4: Il processo di estrazione e ionizzazione degli isotopi

Una volta prodotti, gli isotopi radioattivi vengono estratti attraverso la linea di trasferimento (*transfer line*), formata da un tubo sottile in tantalio (*tantalum tube*) saldato da una parte all'estremità del riscaldatore e collegato all'estremità opposta alla sorgente di ionizzazione. Come nel caso del riscaldatore, anche la transfer line si riscalda per effetto Joule, fino ad arrivare ad una temperatura di esercizio di circa 2300°C, permettendo così la migrazione degli isotopi provenienti dal target verso la sorgente di ionizzazione.

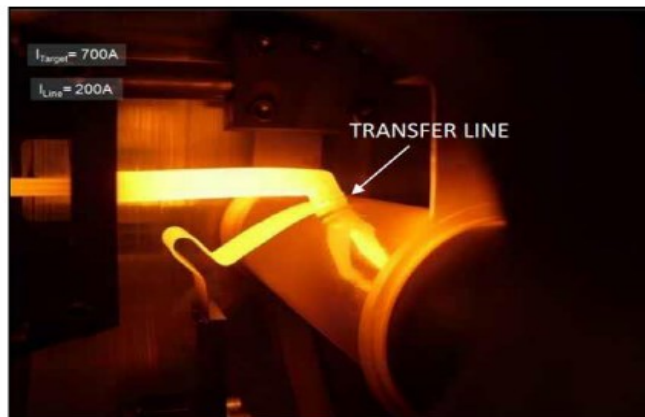


Figura 1.15: fotografia del target e della transfer line in esercizio.

Il potenziale di ionizzazione è l'energia che deve essere fornita ad un atomo per portare il primo elettrone di valenza a distanza infinita dal nucleo. La sorgente di ionizzazione è proprio lo strumento che consente di fornire ad un atomo questa energia ed è di fondamentale importanza poiché da essa dipendono l'intensità e la qualità del fascio radioattivo prodotto. La facility SPES fa riferimento, per la tipologia di sorgente di ionizzazione, al modello della sorgente MK1 ISOLDE sviluppata dal CERN. Il componente principale della MK1 ISOLDE è la *hot cavity*, un tubicino in Tungsteno all'interno del quale avviene la ionizzazione. A seconda del metodo con cui l'energia viene fornita, vi sono diverse tipologie di sorgenti disponibili.

All'interno del progetto SPES, nel sistema del front-end, i metodi di ionizzazione utilizzati sono i seguenti:

- per bassi potenziali di ionizzazione si utilizza una sorgente di ionizzazione superficiale (*SIS - Surface Ionization Source*): attraverso questa sorgente, la ionizzazione è causata dallo strisciamento degli isotopi radioattivi provenienti dal target sulla superficie interna della *hot cavity*. Gli isotopi cedono in questo modo un elettrone e si ionizzano positivamente (ioni +1). L'elevata temperatura di lavoro della sorgente permette di avere un'efficiente ionizzazione, in quanto viene favorito il moto Browniano degli isotopi e si aumentano i contatti di questi con la superficie della cavità. Di contro, tuttavia, la ionizzazione che si ha non è selettiva, ovvero non

vengono ionizzati soltanto gli isotopi della specie desiderata e si devono quindi introdurre dei separatori magnetici che selezionino le particelle del fascio in base alla massa. Ciò, tuttavia, non garantisce un'elevata purezza del fascio: vi sono infatti specie tra loro isobare, aventi cioè lo stesso numero di massa A , ma diverso numero atomico Z . Per separare tali elementi sono necessari degli ulteriori separatori isobari, molto complessi e costosi, oltre che poco affidabili. Essi riducono inoltre notevolmente l'intensità del fascio [12].

Questa sorgente permette anche la produzione di ioni negativi, anche se la loro accelerazione risulta essere molto complicata, poiché bisognerebbe invertire la differenza di potenziale presente tra la camera target, il front-end e i sistemi di accelerazione. Questo può essere fatto soltanto se si dispone di sofisticati dispositivi chiamati *charge exchange devices*.

- per potenziali di valore intermedio viene utilizzata una sorgente laser (*RILIS – Resonant Ionization Laser Ion Source*): questa non solo è in grado di ionizzare selettivamente gli elementi, ma anche di sopprimere le contaminazioni indesiderate: è per questo che attualmente rappresenta lo strumento più potente per la produzione di fasci di ioni radioattivi per gli impianti di tipo ISOL.

Il metodo RILIS prevede l'utilizzo di un laser caratterizzato dalla sovrapposizione di due o tre raggi di diversa lunghezza d'onda, corrispondenti a diversi livelli energetici, che viene proiettato all'interno della *hot cavity*. Tale laser irradia gli isotopi fornendo agli elettroni più esterni l'energia necessaria per compiere dei salti quantici verso gli orbitali più esterni, fino alla separazione dall'atomo; in questo modo si ottiene una ionizzazione positiva (ione +1). A causa dell'architettura della sorgente vi è comunque la possibilità che alcuni elementi indesiderati vengano ionizzati per strisciamento; sostituendo il materiale della *hot cavity* con il Niobio, la ionizzazione superficiale viene notevolmente ridotta.

Per mantenere un'elevata efficienza del processo di ionizzazione è necessario limitare e controllare il disallineamento della *hot cavity* dovuto dall'espansione termica: in caso di deformazioni, la zona di azione del laser risulterebbe ridotta e così anche l'efficienza di ionizzazione.

- per elevati potenziali di ionizzazione, caratteristici ad esempio dei gas nobili, la sorgente di ionizzazione al plasma (*PIS – Plasma Ionization Source*) è adatta a conferire la carica elettrica necessaria agli elementi, tuttavia, essa non permette la selezione delle specie da ionizzare. La ionizzazione avviene infatti attraverso l'impatto di un plasma di elettroni, accelerati per effetto termoionico, con gli atomi uscenti dal target. Questa sorgente è costituita da un anodo e da un catodo. Il catodo, dopo essere riscaldato da una corrente passante di 400 - 420 A, raggiunge temperature intorno ai 2200°C, tali da portare all'emissione di elettroni per effetto termoionico. La differenza di potenziale di 150 V presente tra i due elementi della sorgente accelera gli elettroni verso l'anodo. Una volta entrati nel volume dell'anodo, gli elettroni vanno a costituire un plasma, che interagisce con gli isotopi neutri prodotti nel target. Questi vengono quindi bombardati dagli elettroni del plasma, i quali possono strappare loro un elettrone, ionizzandoli. Gli ioni positivi che si formano sono attratti da un campo elettrico rivolto verso un elettrodo estrattore, e formano così un fascio di ioni. Nella figura 1.16 sottostante è riportato lo schema di funzionamento della sorgente PIS.

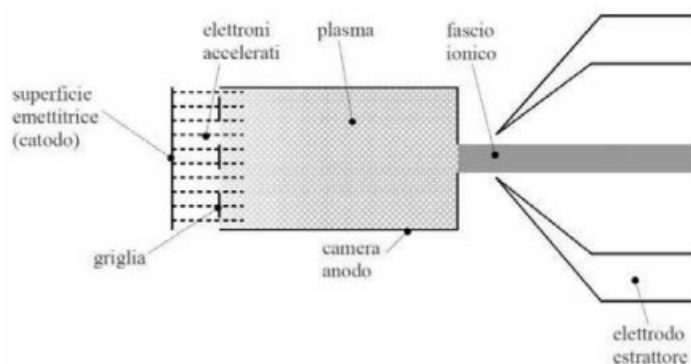


Figura 1.16: schema di funzionamento di una sorgente PIS (Plasma Ion Source).

Nella tavola qui di seguito è riportata, per ciascun elemento, la tipologia di ionizzazione utilizzata. Va segnalato che gli elementi con Z compreso tra 40 e 45 possono essere prodotti dal target, ma non sono estraibili per via della loro bassa volatilità.

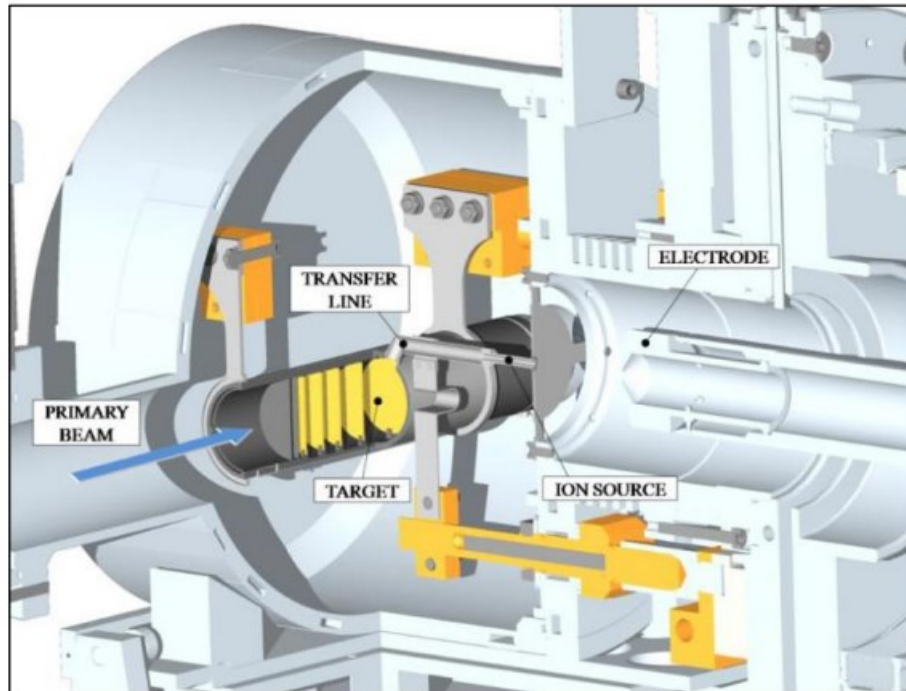


Figura 1.18: rappresentazione del sistema di ionizzazione e di estrazione.

1.5.5: Separatori elettromagnetici e post-accelerazione

In seguito alla prima accelerazione avvenuta nel front-end radioattivo, il fascio viene estratto dalla sorgente di ionizzazione e sottoposto a diversi step di 'purificazione', prima attraverso un separatore di massa (*mass separator*) e poi attraverso un separatore isobaro: nel primo separatore i contaminanti presenti vengono deviati e intrappolati, mentre nel secondo avviene la divisione degli isotopi tra loro isobari.

Una volta conclusa questa fase, il fascio è pronto per essere inviato alle sale sperimentali o per la post-accelerazione.

Prima della post-accelerazione vi è il *Charge breeder*, un apparecchio in grado di incrementare la carica degli ioni prima del passaggio del fascio esotico all'interno di PIAVE, che rappresenta il primo stadio di post accelerazione, e in seguito in ALPI (acceleratore LINAC superconduttore).

Il complesso PIAVE-ALPI (figura 1.19), in funzione da diversi anni ai LNL, è stato sottoposto a significativi miglioramenti negli ultimi anni; in particolare, mentre prima esso consentiva la produzione esclusiva di ioni stabili, ora può essere utilizzato come acceleratore di RIB.



Figura 1.19: post acceleratori già presenti ai LNL. PIAVE a sinistra e ALPI a destra.

La corrente finale del fascio è correlata all'efficienza di molti processi chimici e fisici, alle sale sperimentali la frequenza di isotopi in arrivo che ci si aspetta è di circa $10^6 - 10^9$ isotopi/s, molto inferiore alle 10^{13} fissioni/s prodotte nel target.

1.5.6: Il sistema di movimentazione

A causa dell'elevata radioattività presente nella camera target, i componenti di tenuta sono soggetti a degradazione e, dopo un tempo prestabilito, i materiali fissili dovranno essere opportunamente sostituiti. Risulta evidente che quest'operazione debba essere svolta completamente in maniera automatica, per l'elevato livello di radioattività all'interno della camera stessa. A tal proposito, la movimentazione nella camera target si divide in diverse fasi:

- deposizione della camera target contenente un sistema bersaglio – sorgente non irradiato sulla tavola di ammaraggio, il dispositivo che gestisce il movimento della camera sul front – end in maniera completamente automatica;
- movimentazione della camera una volta posizionata sulla tavola di ammaraggio;
- disaccoppiamento ed estrazione della camera irradiata per depositarla all'interno del sarcofago schermato;
- stoccaggio della camera all'interno del sarcofago.

Al fine di garantire la corretta movimentazione, sono impiegati due sistemi, il Sistema di movimentazione Verticale (SMV) e il Sistema di movimentazione Orizzontale (SMO), i quali gestiscono le fasi di prelievo e deposizione (figura 1.20).

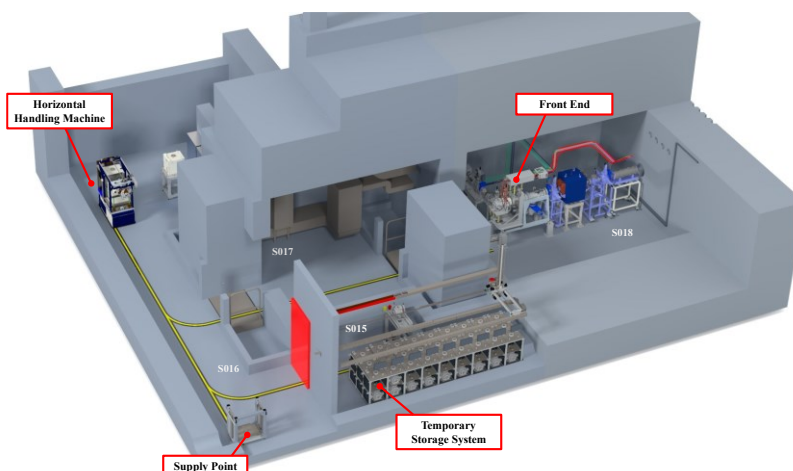


Figura 1.20: rappresentazione dei sistemi di movimentazione all'interno dell'edificio SPES.

1.6: Le applicazioni dei fasci esotici

Nel corso degli anni, si è verificato un crescente interesse nei confronti dei fasci di ioni esotici, per via delle molteplici applicazioni che questi possono avere, non solo per quanto riguarda la fisica nucleare, ma anche l'astrofisica, la fisica dello stato solido e la medicina.

Di seguito, vengono descritte le principali applicazioni dei fasci esotici all'interno dei quattro campi sopra citati:

1.6.1: Fisica nucleare

I fasci esotici trovano molteplici applicazioni negli studi di fisica nucleare, in particolare ai LNL vengono utilizzati per le seguenti applicazioni:

- miglioramento e approfondimento del *Modello Standard*: l'attuale modello si basa su tre delle quattro interazioni fondamentali, ossia l'interazione nucleare forte, l'interazione nucleare debole e l'interazione elettromagnetica. Questo modello descrive le proprietà e le funzioni di tutte le particelle costituenti la materia e si basa su una serie di assunzioni che possono essere chiarite e confermate attraverso complessi esperimenti di fisica nucleare. Tali esperimenti riguardano precise misure sulle proprietà di decadimento di alcuni nuclei, che possono essere svolte utilizzando i fasci di ioni radioattivi come sorgente pura di ioni;
- produzione di elementi superpesanti: gli elementi esistenti naturalmente sono circa 90: dall'Idrogeno all'Uranio; negli ultimi decenni è stata tuttavia resa possibile la sintesi di nuovi elementi di elevato peso atomico, incrementando il numero di costituenti della tavola periodica fino a 112. Questi elementi, detti superpesanti, sembra riescano a formarsi intorno alla cosiddetta 'Isola di stabilità', una combinazione di 114 protoni e 184 neutroni in grado di conferire stabilità al nucleo. La possibilità di utilizzare fasci intensi *neutron-rich* accoppiati a target stabili, potrebbe aprire definitivamente la strada ad uno studio e ad una indagine accurata di tale fenomeno.
- misure riguardanti le dimensioni dei nuclei atomici: particolare interesse a riguardo è destato dai nuclei *halo*, ovvero nuclei ad anello che si formano a causa della bassissima interazione tra i

nucleoni di una specie atomica. Queste specie possiedono un numero di neutroni superiore rispetto ai rispettivi isotopi stabili e inoltre uno o due neutroni possono orbitare intorno al nucleo, essendo debolmente legati ad esso. Mediante l'utilizzo di fasci radioattivi a bassa energia e luce laser collimata, è possibile determinare la distribuzione dei protoni, mentre attraverso l'utilizzo di fasci ad elevata energia è possibile condurre esperimenti per determinare la distribuzione di tutti i nucleoni.

- Studio della struttura di nuclei complessi: le interazioni tra nucleoni all'interno del nucleo risultano essere diverse rispetto a quelle che avvengono tra due nucleoni liberi, poiché esse dipendono anche dalla densità di protoni e neutroni all'interno dello specifico tipo di nucleo. Attualmente non esiste una relazione generale per quantificare l'entità delle interazioni nucleari per tutti i nuclei rappresentati nella carta dei nuclidi, in quanto le relazioni quantomeccaniche sono valide solo per i nuclei più leggeri. I fasci di ioni radioattivi possono offrire un prezioso contributo per derivare l'effettiva interazione tra le particelle nucleari, anche nel caso di nuclei con rapporti protoni/neutroni estremi, eliminando le incongruenze dei modelli attualmente in uso.

1.6.2: Fisica dello stato solido

In questo settore della fisica viene fatto uso della tecnica "*Radio Tracer Diffusion*", che si basa sullo studio del decadimento di nuclei radioattivi impiantati in un sistema solido, per mezzo della rilevazione delle particelle gamma da essi emesse. Questa tecnica permette di:

- osservare le interazioni tra l'atomo sonda e la struttura del reticolo cristallino che lo circonda, tramite i prodotti del decadimento;
- ottenere informazioni sul campo elettrico e magnetico all'interno del reticolo cristallino;
- studiare i processi di diffusione che si instaurano e le interazioni tra gli atomi sonda;
- individuare la presenza, la distribuzione e la tipologia dei difetti nel reticolo cristallino.

Lo sviluppo di nuovi semiconduttori di piccole dimensioni e con caratteristiche ottimali sia ottiche che elettriche, richiede un completo controllo dei difetti che governano tali proprietà; si è dimostrato infatti che queste proprietà possono essere significativamente alterate nei semiconduttori di piccole dimensioni anche per concentrazioni di difetti inferiori a $10^{12} \text{ atomi/cm}^3$. Per controllare in maniera affidabile le prestazioni dei semiconduttori sono perciò necessarie tecniche sperimentali in grado di combinare un'elevata sensibilità chimica con un altrettanto alta sensibilità per basse concentrazioni di difetti.

Per molto tempo la tecnica *channeling* è stata la più diffusa per la rilevazione delle impurezze all'interno di un cristallo: con questo metodo, che si avvale di un fascio di ioni che viene guidato lungo le righe o lungo i piani del cristallo, non è però possibile rilevare concentrazioni di difetti minori di $10^{18} \text{ atomi/cm}^3$. Impiantando all'interno del cristallo impurezze radioattive che emettono particelle cariche (*emission channeling*), è possibile incrementare notevolmente la sensibilità di tale tecnica.

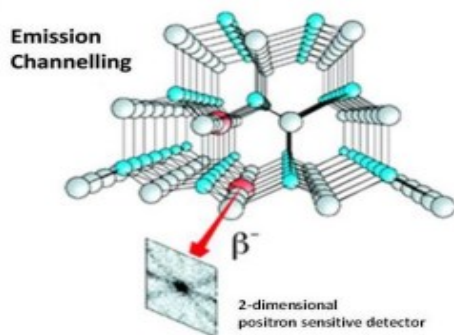


Figura 1.21: rappresentazione della tecnica Emission Channelling.

1.6.3: Medicina nucleare

Un altro importante utilizzo dei fasci di ioni radioattivi riguarda le scienze mediche, sia per la fase di diagnosi, che per il trattamento di patologie tumorali.

Nella fase di diagnostica medica, una tecnica molto utilizzata è la tomografia a emissione positronica (*PET – Positron Emission Tomography*), che consente di creare mappe tridimensionali degli organi interni da esaminare, attraverso l'iniezione endovenosa di isotopi traccianti legati chimicamente ad una molecola attiva a livello metabolico e la scansione delle radiazioni elettromagnetiche emesse dal decadimento del tracciante. Molto spesso, le scansioni ottenute con la Tomografia ad emissione di positroni sono confrontate con quelle a risonanza magnetica nucleare. La PET è utilizzata largamente in oncologia clinica (al fine di avere una rappresentazione dei tumori e per la ricerca di metastasi) e nella ricerca cardiologica e neurologica. Essa gioca un ruolo fondamentale anche nella verifica dell'efficacia della terapia e della risposta dell'organismo, soprattutto nelle terapie anticancro; si prospettano quindi sempre maggiori applicazioni e sviluppi.

Per quanto riguarda la fase di trattamento e cura, invece, sono in fase di sviluppo lo studio e la produzione di radiofarmaci, molecole bioattive contenenti principalmente radioisotopi *neutron-rich β-emitter*, per applicazioni terapeutiche molto promettenti. L'innovazione di questo processo risiede nella produzione di radiofarmaci ad altissimo livello di purezza, privi di contaminanti. All'interno di SPES, questo ramo relativo allo studio e alla produzione di radiofarmaci è chiamato ISOLPHARM, e con esso collaborano diversi dipartimenti dell'Università di Padova, in particolare quelli di Scienze Chimiche e di Scienze del Farmaco.

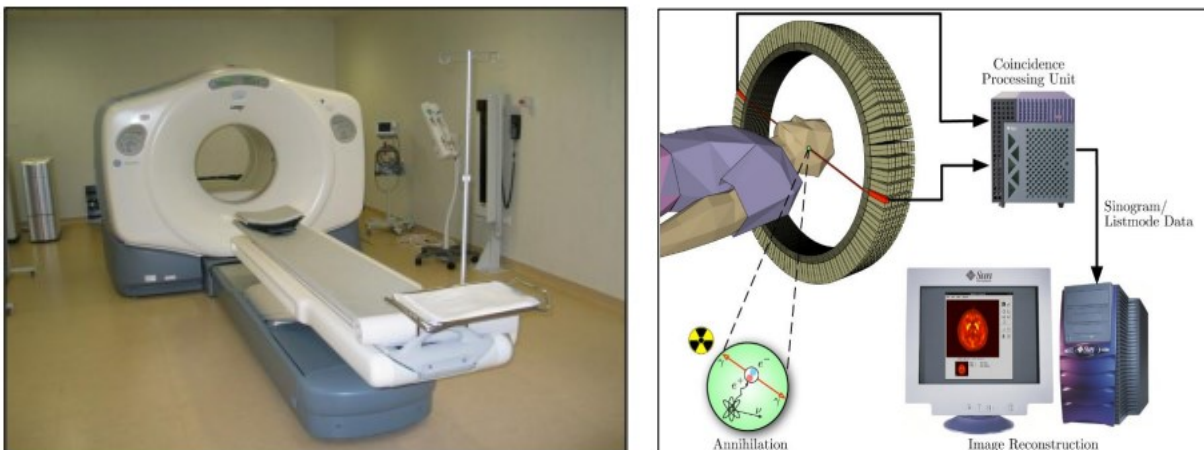


Figura 2Figura 1.22: macchinario di diagnosi che sfrutta l'emissione positronica a sinistra; schema del processo di funzionamento della PET a destra.

1.6.4: Astrofisica

L'astrofisica nucleare è fondamentale per poter comprendere la struttura, l'evoluzione, le dinamiche e la composizione dell'universo e dei suoi costituenti.

Le numerose reazioni nucleari che hanno luogo all'interno delle stelle liberano una grande quantità di energia e coinvolgono sia nuclei stabili, che nuclei instabili. Alcune volte queste reazioni consumano il carburante nucleare nell'arco di milioni di anni, altre volte queste sono esplosive e durano pochi minuti o secondi. Nelle diverse fasi della vita di una stella, vengono sintetizzati nuovi elementi chimici, attraverso sia processi di nucleosintesi che seguono la valle di stabilità, che per mezzo di processi che hanno luogo in regioni ancora sconosciute. Le reazioni nucleari che coinvolgono nuclei instabili possono essere studiate e misurate esclusivamente con un fascio radioattivo, motivo per il quale si ritiene che i fasci prodotti dalle facilities risulteranno di fondamentale importanza per comprendere la sintesi elementare dell'universo.

A tal proposito, le principali informazioni ricercate sono i tempi di vita, le masse ed il decadimento dei nuclei instabili.

1.7: Conclusioni

Nel corso degli ultimi decenni, l'importanza assunta dai fasci radioattivi è cresciuta notevolmente, tanto da spingere la comunità scientifica internazionale a progettare e costruire numerose facilities per la loro produzione. Il progetto denominato SPES, ai Laboratori Nazionali di Legnaro si colloca all'interno della realizzazione di una facility europea di tipo ISOL ad alte prestazioni (progetto EURISOL). Esso prevede la realizzazione di una facility "intermedia" in cui attraverso il bombardamento di un fascio protonico di 40 MeV e 0,2 mA di un target composto da sette dischi in carburo di uranio, si potranno raggiungere le 10^{13} fissioni al secondo.

La camera target è il cuore di questa progettazione: sui dischi del target sono presenti importanti gradienti termici dovuti all'interazione con il fascio protonico, che causano forti tensioni termiche da monitorare costantemente durante i test.

Questo lavoro di tesi si colloca all'interno del progetto SPES e riguarda la caratterizzazione termica, elettrica e strutturale del Tungsteno prodotto mediante la tecnica di Additive Manufacturing,

precisamente con la Laser Power Bed Fusion (LPBF), confrontando i valori delle proprietà ottenuti con quelli del medesimo materiale prodotto attraverso processi di lavorazione standard. Il Tungsteno, come Niobio, Tantalio e Molibdeno, rientra nella classe dei metalli refrattari, aventi la caratteristica di resistere ad elevatissime temperature: è per questo motivo che esso si presta bene per le applicazioni del progetto SPES e in particolare potrebbe essere adatto per costituire la parte della finestra di estrazione della sorgente di ionizzazione o le parti a contatto con il plasma.

Prima di presentare nel dettaglio le attività sperimentali di questo lavoro di tesi, nel prossimo capitolo verranno discusse le diverse tecniche di produzione in Additive manufacturing, con particolare attenzione alla LPBF.

CAPITOLO 2: ADDITIVE MANUFACTURING

In questo capitolo viene presentata una panoramica delle diverse tecnologie di Additive Manufacturing (AM), con particolare attenzione sulla tecnica Laser Powder Bed Fusion (LPBF), nota in precedenza come Selective Laser Melting (SLM). Verranno poi ricavati i parametri di stampa ottimali per quanto riguarda il Tungsteno LPBF, al fine di ottenere prodotti con la densità più elevata possibile, confrontabile con quella dei componenti realizzati mediante le tecnologie tradizionali.

2.1: Introduzione

In accordo con la normativa ASTM F2792, l'Additive Manufacturing è definito come "il processo di unione di materiali per formare oggetti a partire da un modello di dati 3D, solitamente strato dopo strato, al contrario delle metodologie manifatturiere sottrattive" [13].

Questa tecnologia era già stata concepita a partire dalla seconda metà del secolo scorso, ma è solo negli anni '80 che si è effettivamente sviluppata, inizialmente in Giappone, USA, Francia e successivamente in tutte le altre nazioni [14].

Rispetto alle tecnologie tradizionali, i principali vantaggi dell'Additive Manufacturing sono:

- maggior libertà di design;
- possibilità di creare parti complesse in un solo step e in una sola parte, riducendo così il numero di operazioni e di componenti da assemblare;
- realizzazione di componenti più leggeri, resi possibili mediante il design di strutture reticolari o utilizzando materiale solo dove necessario, senza altri vincoli;
- possibilità di inserire complessi canali interni alle strutture;
- processo net-shape, ciò significa meno consumo di materiale grezzo, con una riduzione fino al 25% rispetto alle tecnologie tradizionali. Ciò è importante soprattutto nel caso in cui si utilizzino leghe costose o difficili da lavorare;
- nessun impiego di utensili;
- breve tempo di produzione richiesto: parti complesse possono essere prodotte layer dopo layer in poche ore. Il tempo totale di un ciclo di solito ammonta tra i pochi giorni e le poche settimane e solitamente è molto più breve dei processi convenzionali, che spesso richiedono diversi mesi;
- possibilità di realizzare componenti di geometrie complesse e diversi tra loro nella stessa stampa, con livelli di precisione nettamente maggiori rispetto alle tecnologie tradizionali [15].

A fronte di questi numerosi vantaggi, vi sono anche delle limitazioni, di seguito elencate:

- alti costi di investimento iniziali;
- limitata taglia dei componenti, dipendente dalle dimensioni della macchina;
- materiali processabili limitati;
- post-lavorazioni richieste per migliorare la finitura e la qualità superficiale;
- i prodotti e le proprietà dipendono dai macchinari e dal processo;
- stress residui e proprietà anisotrope, per le quali sono necessari dei post trattamenti;
- mancanza di standard per materiali, prodotti, caratterizzazioni e validazioni.

2.2: Tecniche di Additive Manufacturing

2.2.1: Introduzione

Allo stato attuale, la tecnologia dell'Additive Manufacturing è stata sviluppata principalmente nel campo delle plastiche e dei metalli; tuttavia, sono in fase di studio anche metodi di produzione per i materiali ceramici e alcune leghe appositamente pensate per questo processo. A seconda del materiale e dei componenti da realizzare, vi sono diverse tecniche possibili, che verranno descritte a breve, evidenziandone le caratteristiche principali e le rispettive differenze. Le tecniche più comuni sono: Vat Photopolymerization, Material extrusion, Material jetting, Binder jetting, Sheet lamination, Direct energy deposition e Powder Bed Fusion [14][16]. Particolare attenzione verrà riservata alla tecnica Powder Bed Fusion, poiché è quella che meglio si presta alla realizzazione dei componenti all'interno del progetto SPES.

2.2.2: Vat Photopolymerization

Questa tecnica è utilizzata per polimeri o resine fotoindurenti e prevede la somministrazione di una fonte di energia luminosa laser verso il materiale, contenuto all'interno di una vasca. Qui avviene la reazione di solidificazione della zona di interesse colpita dal laser. A questo punto, la piattaforma di supporto che costituisce la base della vasca si muove verso il basso, viene depositato altro materiale polimerico e si ripete il processo. Il pezzo finale, dunque, viene formato strato dopo strato. A seconda del tipo di fonte luminosa e della strumentazione utilizzata, questa tecnica si differenzia in alcune sottocategorie [16], tutte basate sul principio descritto.

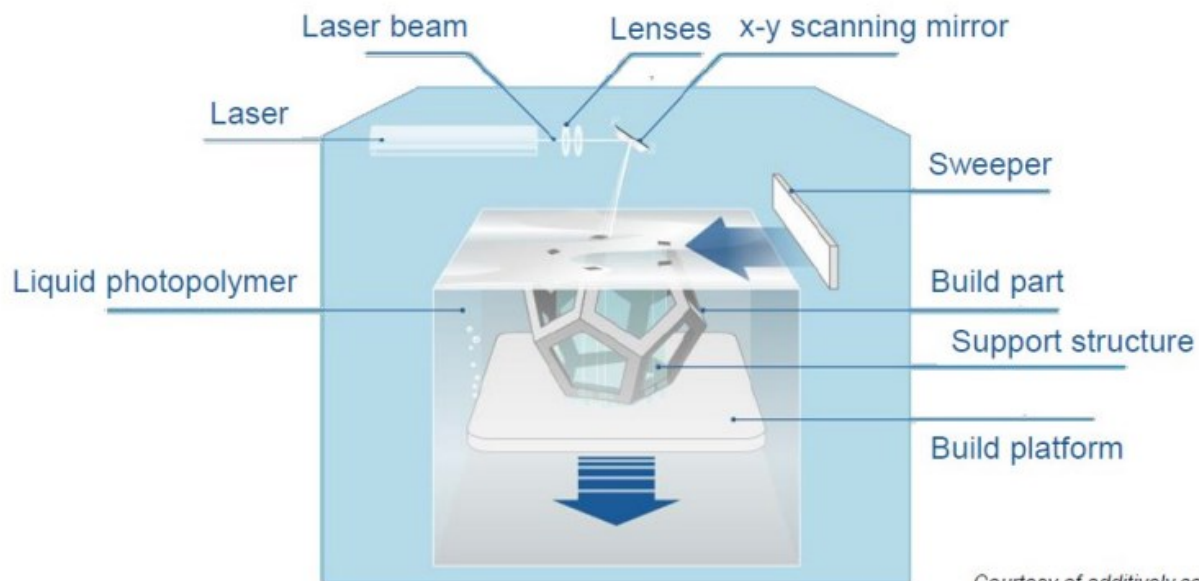


Figura 2.1: schema di funzionamento della tecnica 'Vat Photopolymerization'. [17]

2.2.3: Material extrusion

Questa tecnica può essere utilizzata sia con materiali polimerici, che con metalli.

Per i polimeri, viene costruito un oggetto 3D strato dopo strato, attraverso un filo di plastica fuso e applicato attraverso un ugello riscaldato.

Per i metalli, invece, la polvere viene miscelata con una soluzione polimerica a base di acqua o alcool isopropilico e l'inchiostro viene estruso attraverso un apposito ugello a Tamb (a formare il green).

Nel primo caso, essa prende il nome di Atomic Diffusion Additive Manufacturing (ADAM), mentre nel secondo caso viene detta Direct Ink Writing (DIW).

Il cosiddetto 'corpo verde' stampato sarà in seguito sottoposto a ripetuti lavaggi per rimuovere i leganti e ad un processo di sinterizzazione in un forno, in modo tale da rimuovere il materiale polimerico presente e sinterizzare la polvere metallica. È dunque necessario che la parte prodotta sia di dimensioni maggiori rispetto al pezzo finale, in previsione di questi trattamenti post processo che ne riducono il volume.

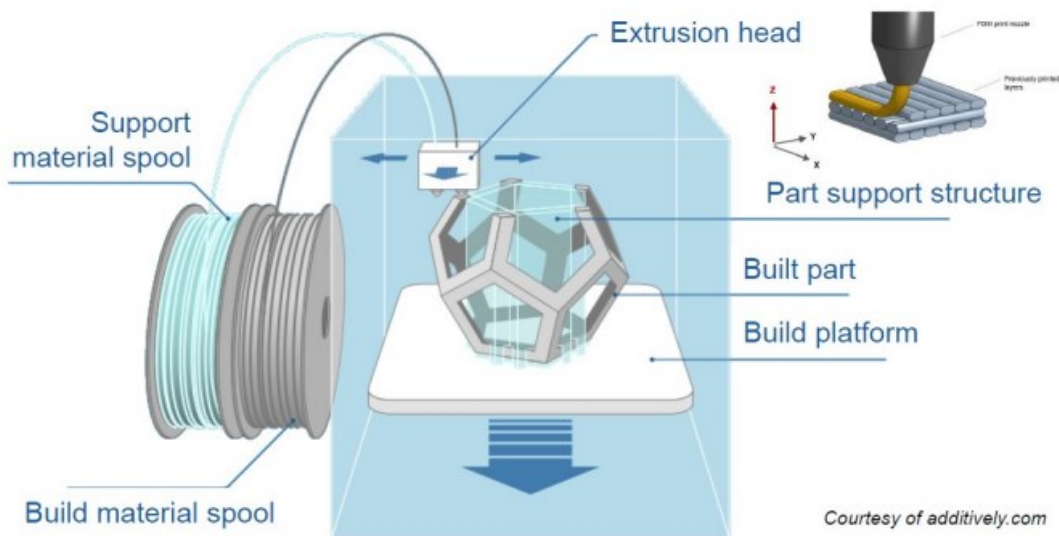


Figura 2.2: schema di funzionamento della tecnica 'Material Extrusion' per materiali polimerici. [17].

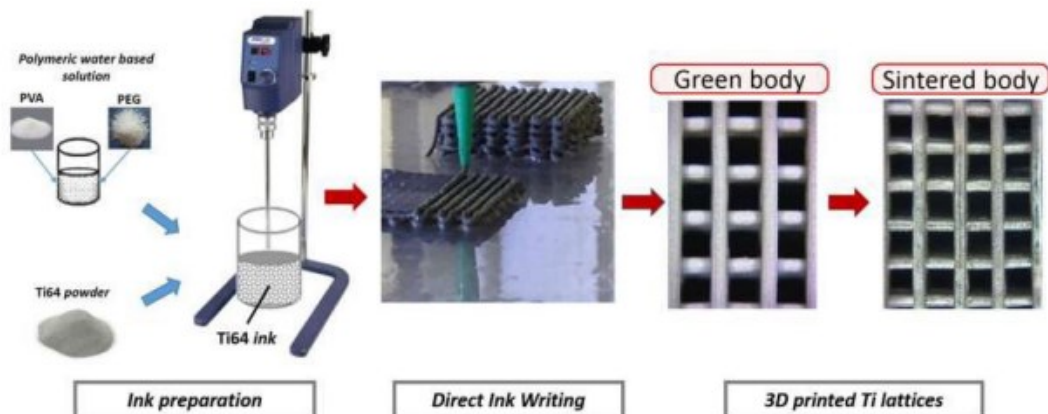


Figura 2.3: esempio di una griglia metallica realizzata tramite Material Extrusion, in particolare con la tecnica 'Direct Ink Writing'. [19]

2.2.4: Material Jetting

Gli oggetti prodotti con processo Material Jetting sono costruiti su una piattaforma di costruzione che viene abbassata gradualmente durante l'elaborazione. In questa tecnica può essere utilizzato sia materiale polimerico liquido, che nanoparticelle metalliche. Nel caso in cui si utilizzino materiali plastici, il pezzo finale viene poi fatto solidificare tramite raffreddamento; se invece si utilizzano soluzioni con particelle metalliche, il corpo verrà sottoposto a sinterizzazione. Nelle figure 2.4 e 2.5 viene illustrato lo schema di funzionamento di questo processo per entrambe le tipologie di materiale.

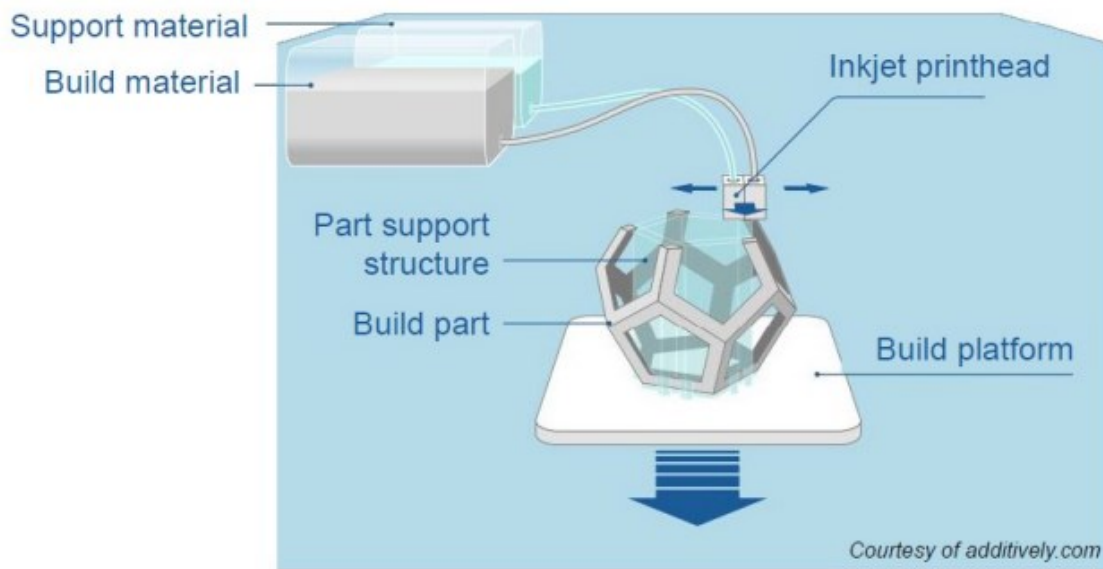


Figura 2.4: Schema di funzionamento della tecnica 'Material Jetting' nel caso di materiali polimerici [17].

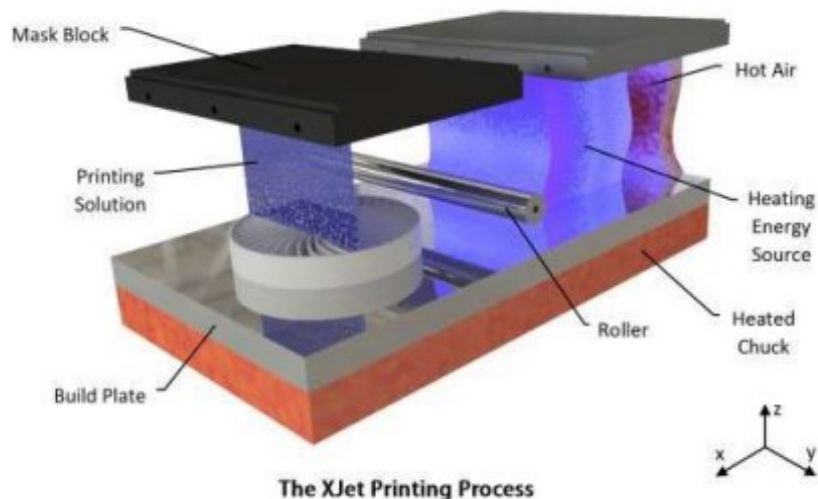


Figura 2.5: schema di funzionamento della Material Jetting nel caso di materiali metallici. [20]

2.2.5: Binder Jetting

Anche questa tecnologia viene utilizzata sia per materiali polimerici, che metallici. Il metodo prevede in entrambi i casi la stesura di un sottile letto di polvere e l'aggiunta di un legante nelle zone desiderate, così da formare un singolo strato del componente. Successivamente, la piattaforma mobile si abbassa, viene steso un nuovo strato di polvere e il processo è ripetuto fino a completamento del pezzo. Nel caso in cui si utilizzino polveri metalliche, anche in questo processo è prevista una successiva fase di debinding e di sintering, una volta che questo è stato rimosso dalla piattaforma. Con questa tecnica si possono produrre componenti dalle geometrie molto complesse, con una buona finitura superficiale e, soprattutto, senza l'ausilio di supporti. In figura 2.6 e 2.7 viene riportato lo schema di funzionamento nel caso di polveri metalliche.

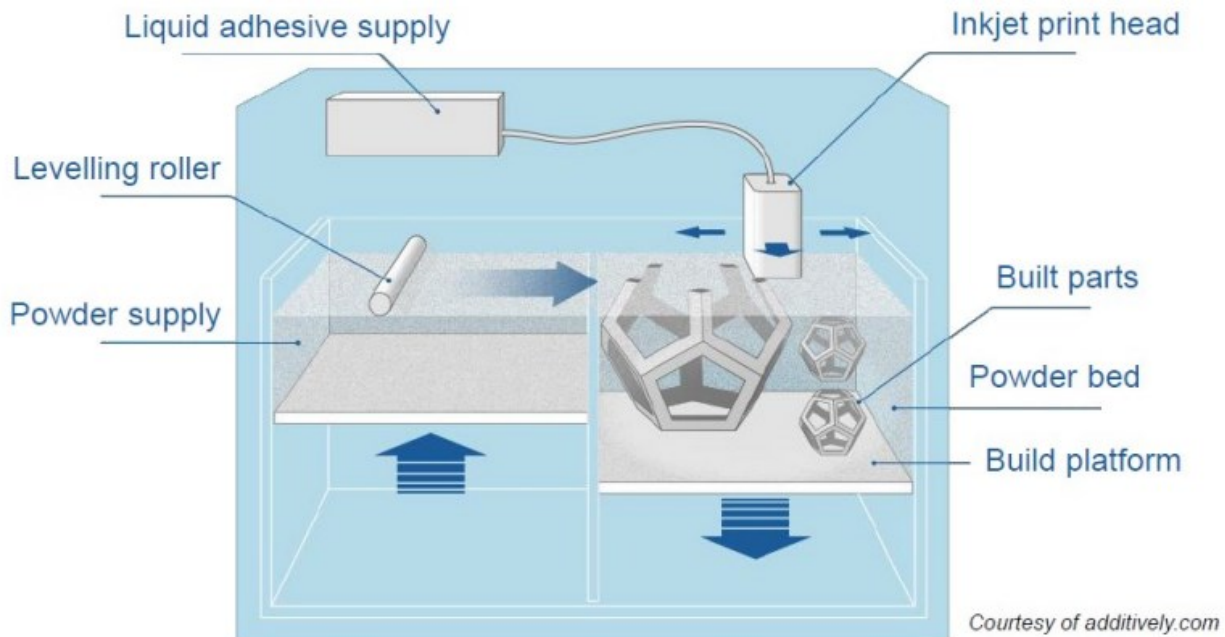


Figura 2.6: Schema di funzionamento della tecnica 'Binder Jetting' per polveri metalliche [17].

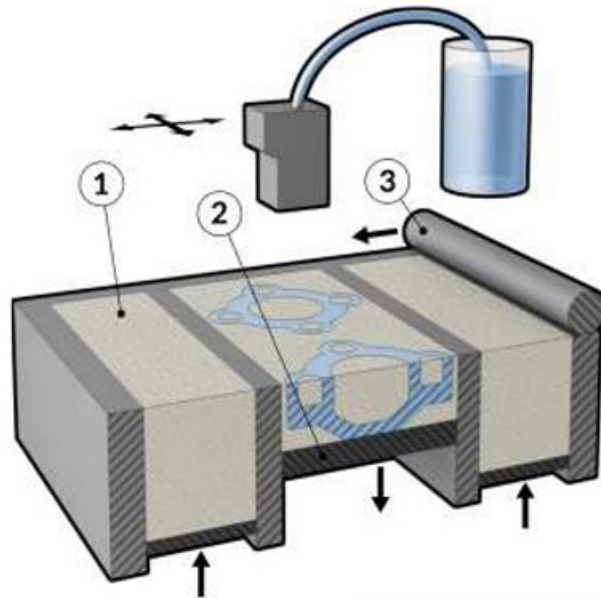


Figura 2.7: schema di funzionamento del Binder Jetting con polvere metallica; (1) polvere metallica, (2) piattaforma, (3) ricopritore. [21]

2.2.6: Direct Energy Deposition

Questa tecnologia, utilizzata per metallici, consiste nel depositare il materiale sottoforma di filamento o di polvere tramite un ugello, direttamente sulla piattaforma o sullo strato appena formato e di fonderlo tramite un raggio laser, un fascio di elettroni, un arco elettrico o un plasma uscenti da un'apposita sorgente. Nel caso in cui il materiale depositato sia sottoforma di polvere, a differenza della tecnica SLM qui viene fuso istantaneamente. Nelle figure sottostanti vengono illustrate le tecniche Laser Engineered Net Shape (LENS) ed Electron Beam Freeform Fabrication (EBFF).

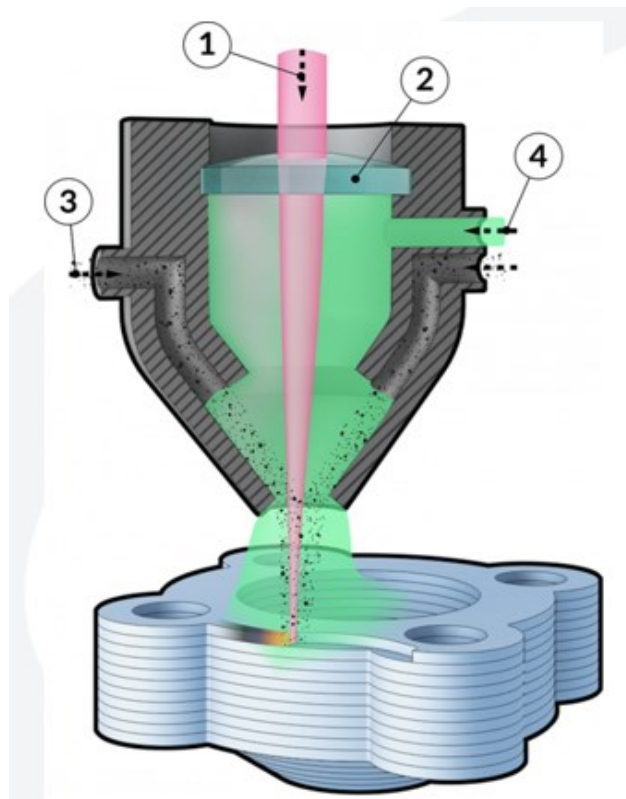


Figura 2.8: schema di funzionamento della tecnica 'Laser Engineered Net Shape': (1) fascio laser; (2) lente di focalizzazione del fascio; (3) polvere metallica; (4) gas inerte.[21]

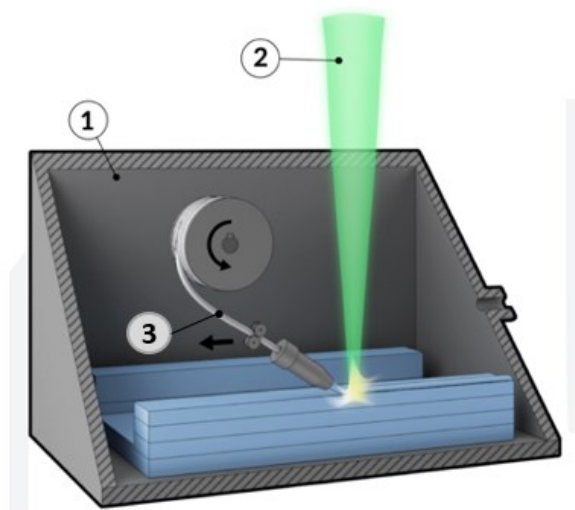


Figura 2.9: schema di funzionamento della tecnica 'Electron Beam Direct Energy Deposition': (1) camera da vuoto; (2) fascio di elettroni; (3) filamento metallico.[21]

2.2.7: Sheet Lamination

Tra le tecniche esposte, questa è senza dubbio la meno comune e come materiali di partenza si utilizzano fogli di carta o di metallo, in cui ciascun foglio rappresenta uno strato del componente.

Per sottili strati metallici, questi vengono uniti attraverso un laser o una saldatrice ad ultrasuoni ad alta pressione; nel caso di fogli di carta, invece, si utilizza un adesivo per far aderire gli strati tra loro. Tra uno step e quello successivo è necessario rimuovere il materiale in eccesso tramite fresatura; perciò, questa tecnica può essere ritenuta un ibrido tra Additive Manufacturing e tecnologie tradizionali. In figura 2.10 è riportato il funzionamento di questo metodo nel caso di fogli metallici:

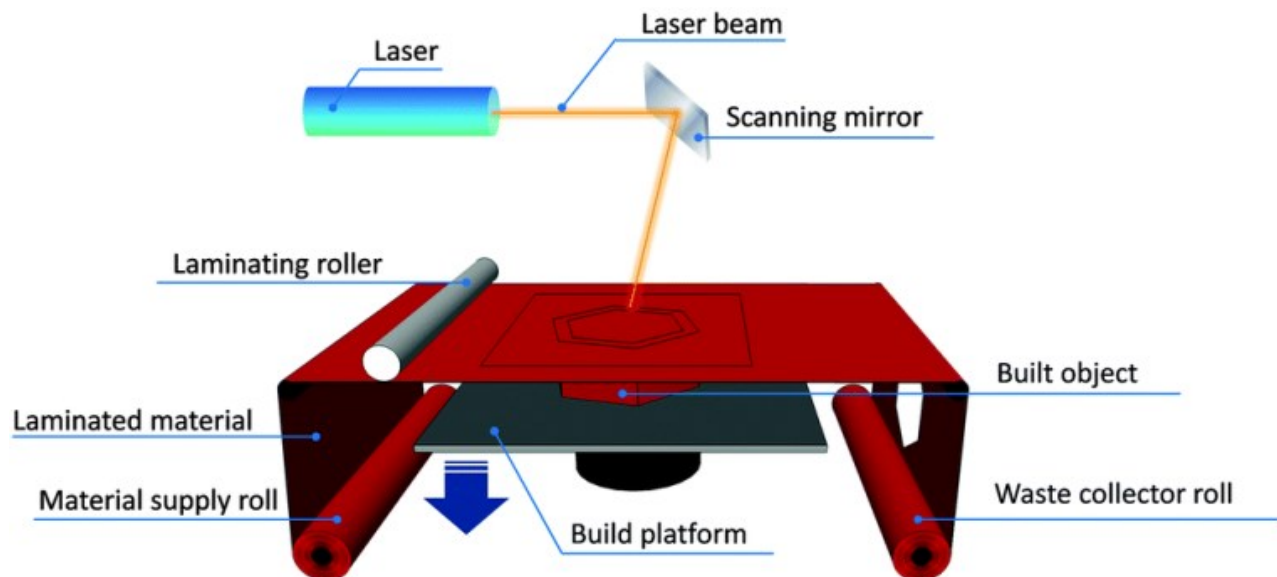


Figura 2.10: schema di funzionamento della tecnica 'Sheet Lamination' nel caso di materiali metallici.[22]

2.2.8: Powder Bed Fusion

Questa tecnica viene utilizzata sia per materiali polimerici, metallici. Anche qui, come nel caso della Binder Jetting, si parte dal materiale sotto forma di polvere, stesa a formare un sottile strato di spessore controllato. Tuttavia, in questo processo produttivo, la polvere viene sinterizzata o fusa tramite un laser o un fascio elettronico, che agisce in maniera selettiva. Una volta completato il singolo strato, viene depositata altra polvere e si ha la ripetizione del processo fino al completamento della parte.

Nel caso di polveri polimeriche, questa tecnica prende il nome di Selective Laser Sintering (SLS).

Nel caso di polveri metalliche, invece, essa è nota come Laser Powder Bed Fusion (LPBF) se la polvere viene fusa tramite laser, oppure come Electron Beam Melting (EBM) se viene adoperato un fascio di elettroni.

La LPBF è la tecnica utilizzata per la produzione dei provini AM caratterizzati in questo lavoro di tesi e quindi sarà approfondita ampiamente nei paragrafi successivi.

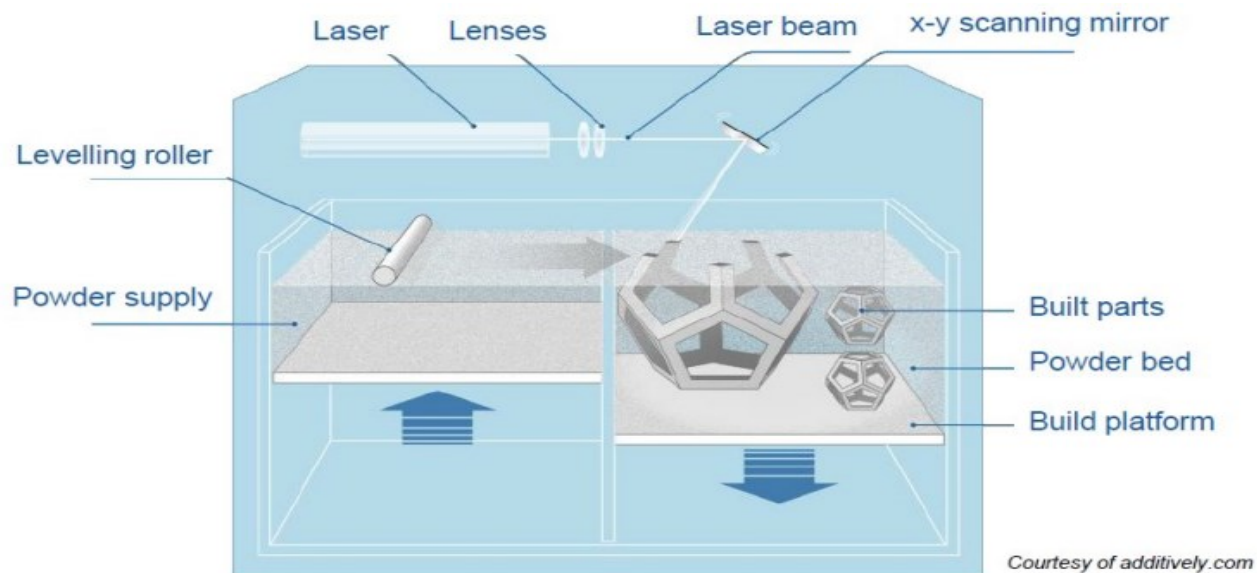


Figura 2.11: schema di funzionamento della tecnica 'Powder Bed Fusion' nel caso di materiali polimerici [17]

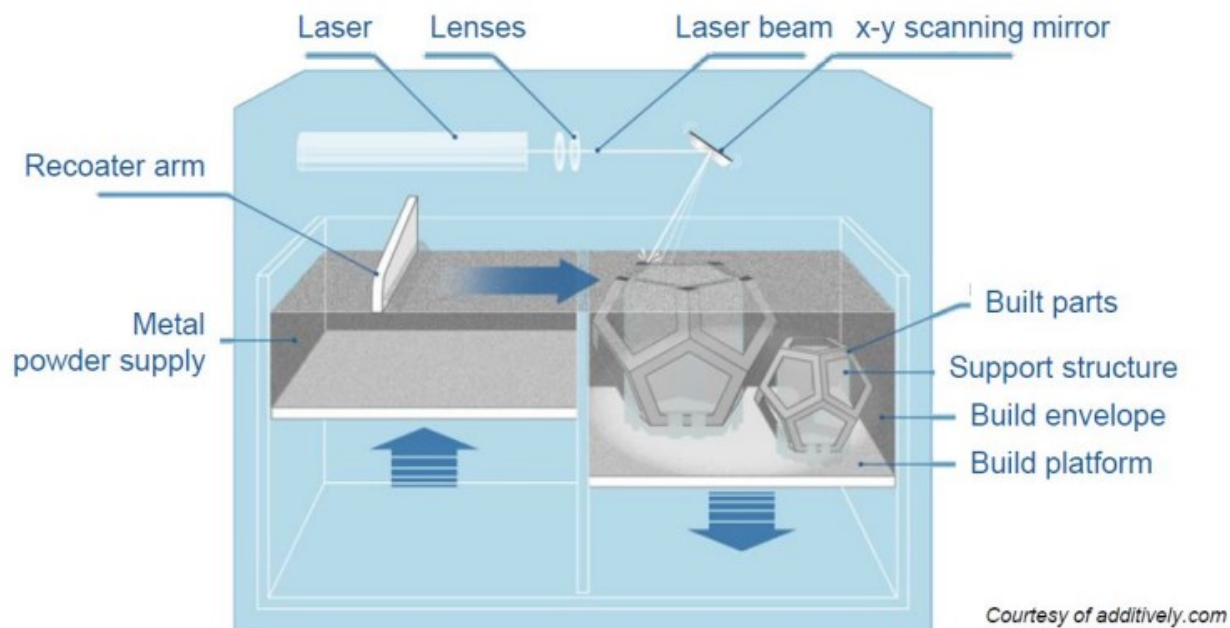


Figura 2.12: illustrazione del funzionamento della tecnica 'LPBF'. [17]

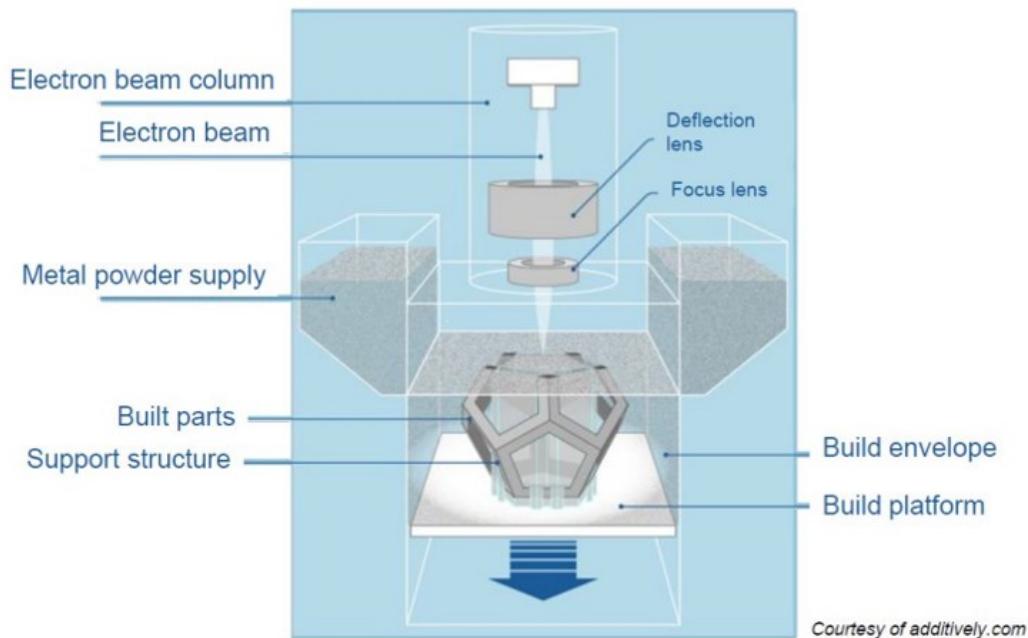


Figura 2.13: Schema di funzionamento dell'EBM.[17]

2.3: Tecnica Laser Powder Bed Fusion

La tecnologia Laser Powder Bed Fusion, nota in precedenza come Selective Laser melting (SLM), fa parte della categoria Powder Bed Fusion, in cui a partire da polvere metallica si costruisce il componente finale strato dopo strato, fondendo ripetutamente la polvere stesa attraverso un laser focalizzato in un'area circoscritta e direzionandolo attraverso apposite lenti.

In fase preliminare, sono diversi i parametri che devono essere settati correttamente, i principali dei quali vengono riportati qui di seguito:

- potenza del laser (P);
- spessore dello strato di polvere depositato (t);
- velocità di scansione (v);
- hatching (h), che si suddivide in hatch distance, ovvero la distanza tra due passate consecutive e l'hatch offset, che è la distanza tra le passate che definiscono il perimetro e quelle che definiscono il corpo;

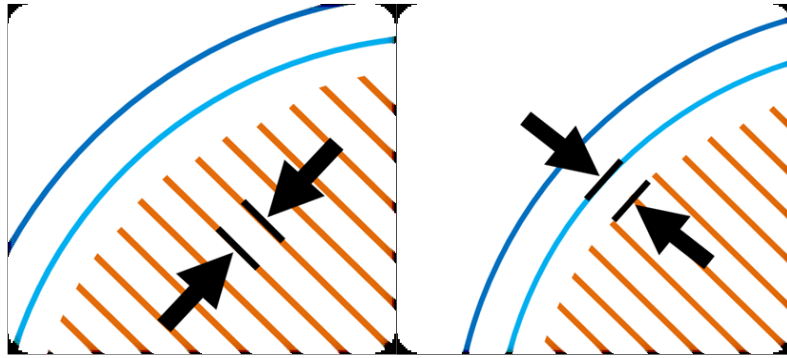


Figura 2.14: rappresentazione dei parametri 'Hatch distance' e 'Hatch offset'.

Combinando i parametri elencati, si definisce l'energia volumetrica E_v del fascio laser:

$$E_v [Jmm^{-3}] = \frac{\text{Potenza [W]}}{\text{velocità di scansione [mms}^{-1}] \cdot \text{hatch distance [mm]} \cdot \text{spessore [mm]}} \quad (2.1)$$

Questo parametro deve essere opportunamente calibrato, in quanto se l'energia volumetrica fosse troppo bassa, non si avrebbe la fusione della polvere, mentre se fosse troppo elevata, si avrebbe una pessima fusione della polvere metallica.

Oltre ai parametri citati in precedenza, ce ne sono degli altri di cui tener conto:

- meltpool diameter (diametro della pozza fusa), che rappresenta l'area di materiale che fonde quando viene colpito dal fascio laser;

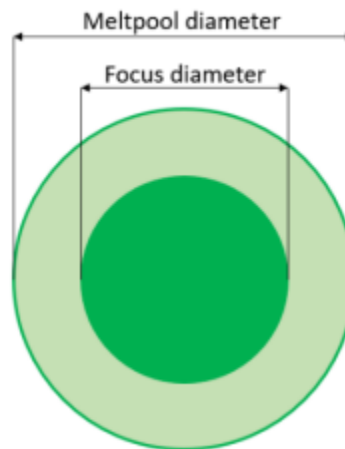


Figura 2.15: illustrazione dei parametri 'meltpool diameter' e 'focus diameter'.

- beam offset, ovvero la distanza compresa tra il centro del fascio laser e il perimetro del pezzo. Questo parametro risulta necessario da settare, in quanto il meltpool diameter è maggiore del diametro del fascio laser. Senza il beam offset, nel caso di un corpo pieno, si otterrebbe un componente con dimensioni maggiori rispetto a quelle indicate nel disegno CAD, mentre se si dovessero realizzare dei fori, questi risulterebbero con un diametro inferiore;

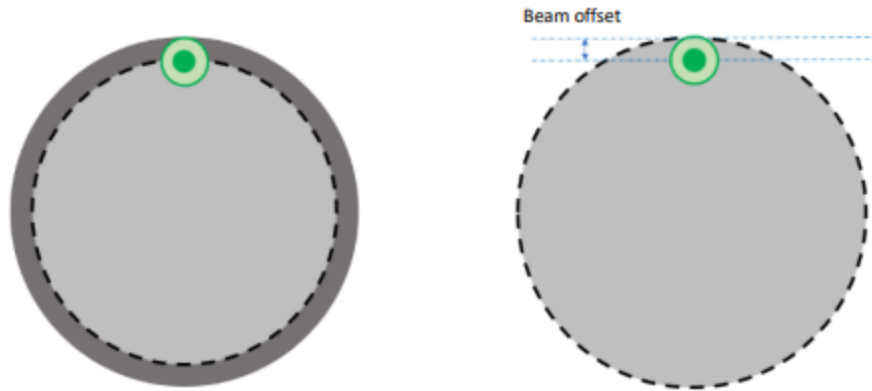


Figura 2.16: illustrazione del parametro 'beam offset'.

- focus diameter, ossia il diametro minimo del laser;
- downskin, che non è un parametro singolo, ma un insieme di essi che sono utilizzati nel momento in cui il passaggio del laser avviene direttamente sopra la polvere e non sulla piattaforma o su uno strato già consolidato; quando si esegue questa operazione bisogna utilizzare parametri diversi, in quanto se il laser dovesse fondere polvere in eccesso si avrebbe una pessima qualità superficiale;

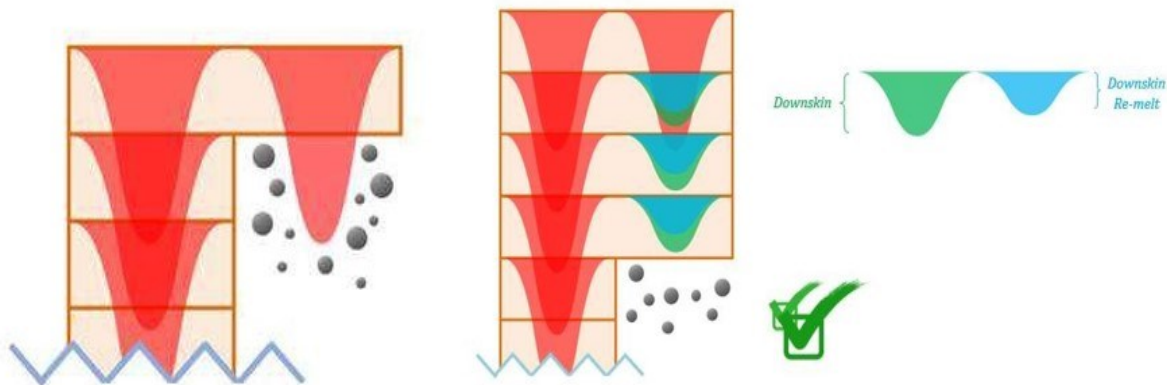


Figura 2.17: a sinistra, penetrazione degli strati con la normale energia del fascio laser. A destra, soluzione al problema della downskin.

- skywriting, parametro che indica dove il laser deve invertire direzione per passare da una passata a quella successiva. Il suo utilizzo comporta che il laser debba finire e invertire la sua corsa all'esterno del componente, spegnendosi mentre è al di fuori di questo, in modo tale da lasciare il tempo di raffreddarsi alla zona fusa. Se questo parametro non venisse settato, il fascio si manterrebbe all'interno della geometria del pezzo e si avrebbero temperature elevate nella zona perimetrale.

Questi parametri messi assieme costituiscono una *exposure type*, mentre un insieme di exposure type (con limite massimo di quattro di essi) definisce una *strategy*.

2.4: Strategie di scansione

Per la tecnica LPBF esistono diverse strategie di scansione che possono essere utilizzate, ognuna di queste è stata pensata per offrire una serie di vantaggi. Indipendentemente dalla tecnica utilizzata, solitamente gli strati vengono realizzati variando l'angolo tra la direzione di scansione del laser dello strato i -esimo e quella dello strato $(i+1)$ -esimo di 67° , in modo da avere un componente più isotropo possibile: con questo valore dell'angolo servono infatti 180 rotazioni per ripetere un pattern [23].

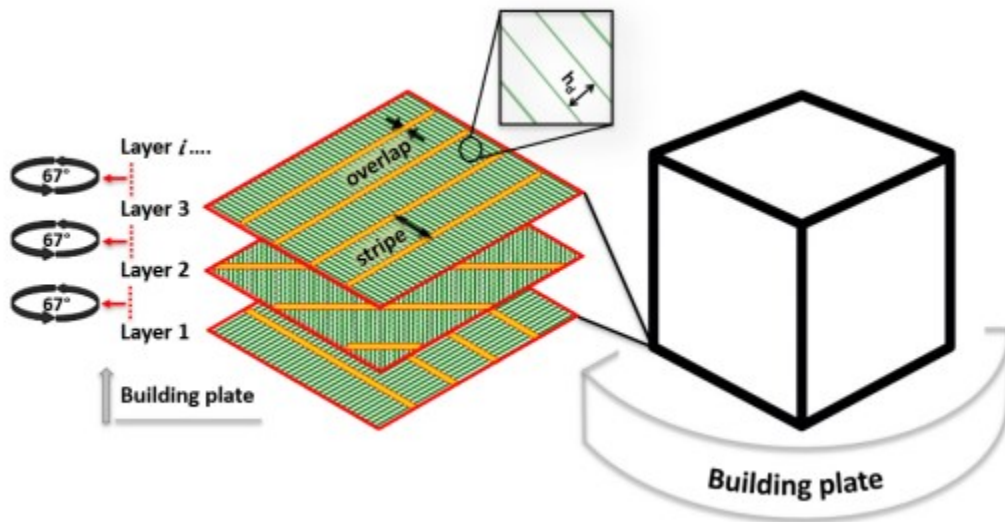


Figura 2.18: schema di rotazione dei layer [22].

Di seguito vengono descritte le tecniche più diffuse.

2.4.1: Meander

Questa è la tecnica più semplice tra quelle esposte e prevede che il fascio laser si muova a zig-zag per la costruzione dello strato. Osservando la figura 2.19, si nota come il laser entri nell'angolo in basso a sinistra con una certa inclinazione rispetto agli assi di riferimento e inverta la sua direzione nel momento in cui raggiunge il perimetro della geometria, permettendo di realizzare i componenti in poco tempo. Nelle zone vicine agli spigoli, tuttavia, si instaurano elevati gradienti termici a causa della ridotta superficie (zona A in figura 2.19), mentre le zone con superficie più ampia risentono molto meno di questo problema (zona B in figura 2.19).

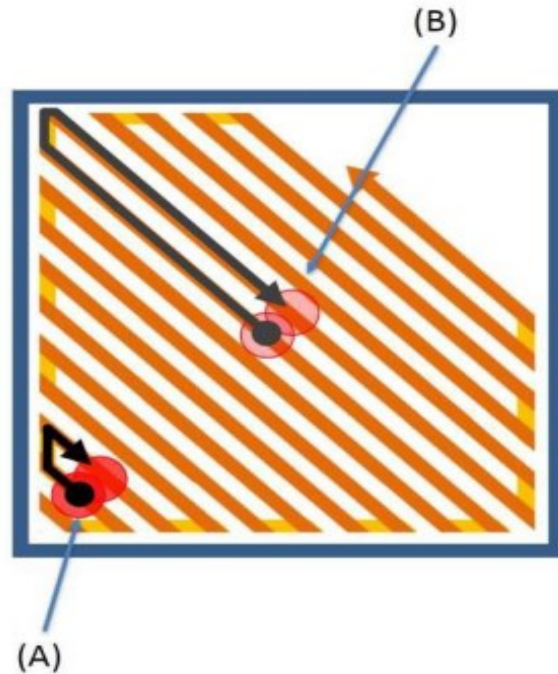


Figura 2.19: illustrazione della tecnica 'Meander'.

2.4.2: Stripes

Questa è la tecnica più diffusa, in quanto offre un buon compromesso tra i tempi di realizzazione e i gradienti termici all'interno del pezzo.

Come nel caso del Meander, anche qui il fascio laser segue un percorso a zig-zag, ma in qui la lunghezza è fissata dal parametro "stipe width". Esso influenza anche i gradienti termici, dato che una larghezza elevata comporta un tempo più lungo per raffreddare la zona fusa rispetto ad una larghezza ridotta. Paragonata al Meander, questa tecnica è più lenta e comporta un maggior numero di salti da parte del laser. Dalla figura 2.20 si nota come le strisce siano state rappresentate staccate le une rispetto alle altre: ciò è dovuto ad una migliore interpretazione grafica, in quanto in realtà queste si sovrappongono per ottenere una migliore struttura del componente.

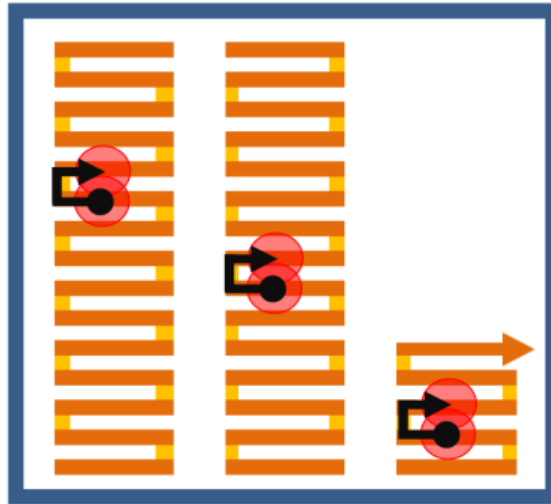


Figura 2.20: illustrazione della tecnica 'Stripes'.

2.4.3: Chess

Questa strategia è la meno utilizzata, in quanto è quella che impiega il maggior tempo per la realizzazione del pezzo.

Con questa tecnica si realizzano delle zone di dimensioni ridotte con il metodo *Stripes*, dove il laser cambia la sua direzione alternandosi di 90° , seguendo uno schema che ricorda quello di una scacchiera. Osservando la figura 2.21, ad esempio, vengono realizzate in un primo momento le zone con direzione del fascio parallela al lato orizzontale (aree indicate con una freccia nera, figura 2.20), e in seguito quelle aventi direzione del fascio parallela al lato verticale (aree indicate con una freccia bianca, figura 2.20). Come visto per le *Stripes*, anche in questo caso le varie zone si sovrappongono con un certo offset.



Figura 2.21: illustrazione della tecnica 'Chess'.

2.4.4: Contour

Questo metodo è usato principalmente per realizzare le strutture di supporto, necessarie per la costruzione del componente. I supporti vengono realizzati insieme al pezzo, poiché risultano fondamentali durante la fase di stampa per evitare il collasso della struttura stessa in via di sviluppo; oltre a quelli 'Contour' ne esistono di altri tipi ('Block', 'Cones', ecc.) e per la loro realizzazione è possibile settare diversi parametri, come frammentazioni, perforazioni, distanza dai bordi e numero di denti. Per quanto riguarda la tecnica 'Contour', lo schema seguito è quello a spirale (figura 2.22), ma esso è possibile solo nel caso di zone di ridotte dimensioni, a causa degli elevati gradienti termici che si instaurano.



Figura 2.22: illustrazione della tecnica 'Contour'.

2.5: Posizionamento dei pezzi sulla piattaforma

Il posizionamento strategico dei componenti sulla piattaforma di lavoro viene effettuato in fase di elaborazione digitale e in un primo momento potrebbe sembrare banale, tuttavia, un posizionamento non corretto dei pezzi potrebbe portare a problemi riguardanti la qualità finale, spreco di polvere e danneggiamento della macchina stessa.

Gli aspetti di cui tener conto in fase di posizionamento dei pezzi nella piattaforma sono:

- Recoater Blade Loading:

Un'ampia superficie di contatto tra la parte in costruzione e la lama di ricoprimento può provocare pesanti carichi su quest'ultima e generare vibrazioni indesiderate durante la fase di stesura di nuova polvere metallica, causandone una distribuzione non uniforme. Per far fronte a questo problema, è preferibile posizionare i pezzi in modo da ridurre la superficie di contatto ad un singolo punto, rendendo graduale l'aumento dell'area.

- Recoater Blade Jumping:

Il contatto tra la lama e la parte di un pezzo può provocare dei danni che si estendono lungo tutta la lunghezza di quest'ultima. Per tale motivo è importante posizionare due o più componenti in diagonale e non in direzione ortogonale alla direzione di spostamento della lama, in modo tale che un problema sul primo pezzo non interessi anche l'altro o gli altri componenti.

- Collateral Damage / Part Failure:

Nel caso in cui vengano generati dei frammenti dal contatto tra la lama e i pezzi, tali scorie sono poi trascinate dalla lama di ricoprimento lungo il suo percorso; per questo motivo è importante non posizionare ulteriori componenti lungo la direzione di spostamento del recoater. Anche qui, la soluzione ottimale è posizionare i componenti in diagonale.

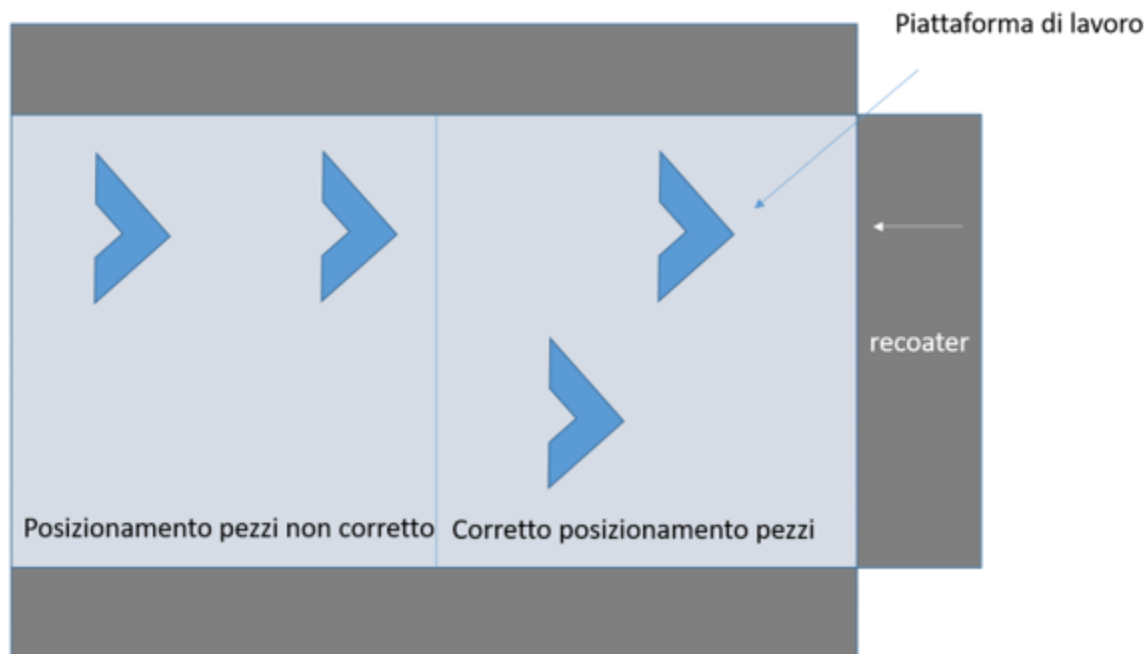


Figura 2.23: raffigurazione della disposizione ottimale dei pezzi nella piattaforma di lavoro.

Un altro aspetto che deve essere considerato è quello che lega il posizionamento dei pezzi nella piattaforma di lavoro alla direzione di flussaggio del gas inerte all'interno della camera; è importante, infatti, che le parti siano posizionate in modo che il flusso del gas allontani eventuali schizzi o condensa verso aree libere della camera, o comunque verso zone nelle quali la polvere sia già stata fusa dal laser: così facendo, i componenti vengono ricoperti in maniera adeguata. La strategia più vantaggiosa prevede di stampare per primi i componenti che si trovano più distanti dalla zona di fuoriuscita del gas inerte, cosicché eventuali sporcizie non vadano ad occupare una zona del layer che deve essere ancora fusa.

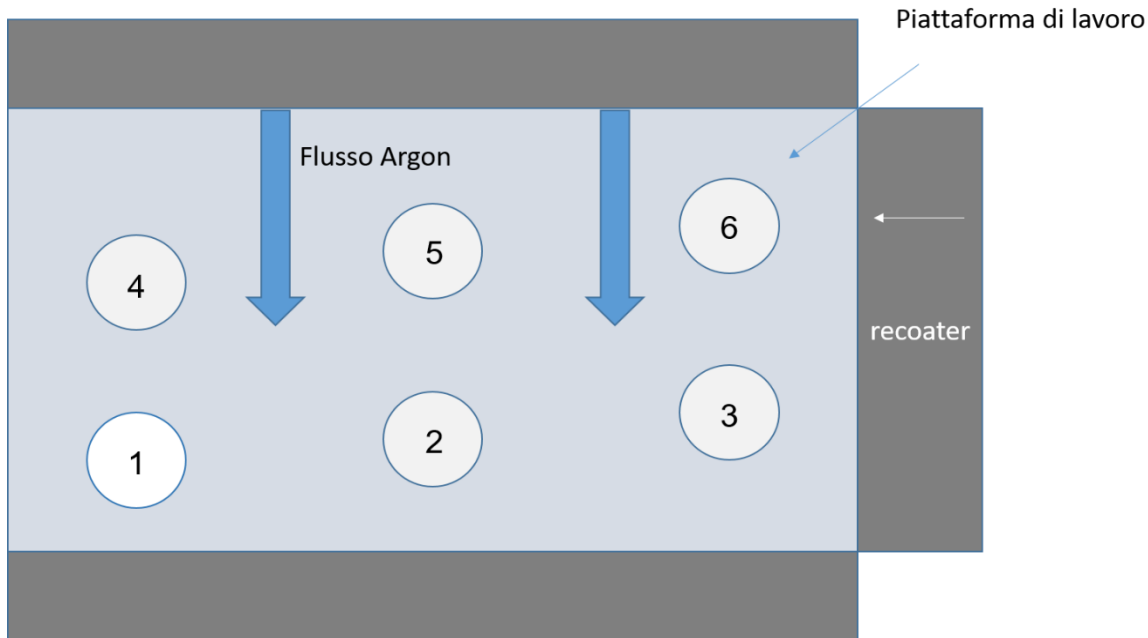


Figura 2.24: etichettatura dei campioni in base all'ordine con cui devono essere stampati.

Lo schema di lavoro prima di avviare la stampa di un componente prevede la creazione del modello CAD del pezzo, e la sua conversione in formato .STL. A questo punto si importa la geometria nel software 'Magics' e si procede posizionando i vari pezzi da stampare nella piattaforma di lavoro virtuale, facendo attenzione a non incorrere nei problemi sopra citati; si definiscono poi eventuali supporti necessari per sostenere i componenti durante la stampa, attribuendo loro le proprietà desiderate. Terminati questi step, il pezzo viene suddiviso in 'slices' di spessore predefinito, con utilizzo di programmi di slicing specifici; nel caso del lavoro svolto in questa tesi è stato utilizzato il programma 'RP Tools'. Infine, con l'utilizzo del programma 'EOSPRINT', collegato tramite la rete alla macchina che verrà utilizzata, vengono assegnati i parametri di processo e pianificato il processo produttivo. È importante sottolineare che i parametri di stampa sono influenzati notevolmente dal tipo di materiale utilizzato per il componente. Nel caso specifico del Tungsteno, tali parametri saranno descritti nel dettaglio al paragrafo 2.7.

Una volta ricontrollato e inviato il file alla macchina, la stampa è pronta per cominciare.

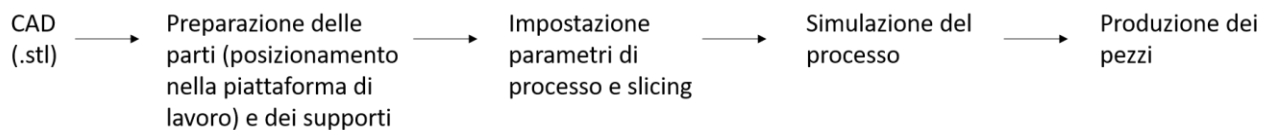


Figura 2.25: schematizzazione del processo di stampa.

I fenomeni multi-fisici da considerare all'interno del processo di stampa 3D comprendono diversi ambiti: conduzione, convezione e irraggiamento per quanto riguarda lo scambio termico, la formazione di tensioni nei componenti nell'ambito della meccanica, la formazione della pozza fusa e l'evaporazione

di gas per quanto concerne la fluidodinamica, l'interazione tra il laser e la polvere in ambito dell'ottica. Al fine di ottenere dei componenti integri e più densi possibile al termine della stampa, è necessario focalizzarsi su tutti questi aspetti, che riguardano diverse scale di osservazione: a livello microscopico, si devono considerare le dinamiche legate alla pozza di fusione, all'interazione tra il fascio laser e la polvere, alla formazione di porosità e al flusso della polvere; per quanto riguarda i singoli layer, le criticità sono legate agli hot/cold spot e alla conseguente formazione di stress residui che compromettono le performance del componente in esercizio; infine, a livello macroscopico, i problemi descritti precedentemente si traducono in tensioni residue, cricche e deformazioni visibili ad occhio nudo. Per controllare ed avere delle informazioni sui problemi descritti precedentemente, è possibile ricorrere a delle simulazioni agli elementi finiti prima di avviare la stampa. La complessità dei calcoli risulta crescere al diminuire della scala di osservazione considerata.

2.6: La tecnica SLM applicata ai metalli refrattari

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
1 H Idrogeno 1																	He Elio 2
2 Li Litio 3	Be Berillio 4											B Boro 5	C Carbonio 6	N Azoto 7	O Ossigeno 8	F Fluoro 9	Ne Neon 10
3 Na Sodio 11	Mg Magnesio 12											Al Alluminio 13	Si Silicio 14	P Fosforo 15	S Zolfo 16	Cl Cloro 17	Ar Argon 18
4 K Potassio 19	Ca Calcio 20	Sc Scandio 21	Ti Titanio 22	V Vanadio 23	Cr Cromo 24	Mn Manganese 25	Fe Ferro 26	Co Cobalto 27	Ni Nichel 28	Cu Rame 29	Zn Zinco 30	Ga Gallio 31	Ge Germanio 32	As Arsenico 33	Se Selenio 34	Br Bromo 35	Kr Cripton 36
5 Rb Rubidio 37	Sr Stronzio 38	Y Ittrio 39	Zr Zirconio 40	Nb Niobio 41	Mo Molibdeno 42	Tc Tecnezio 43	Ru Rutenio 44	Rh Rodio 45	Pd Palladio 46	Ag Argento 47	Cd Cadmio 48	In Indio 49	Sn Stagno 50	Sb Antimonio 51	Te Tellurio 52	I Iodio 53	Xe Xenone 54
6 Cs Cesio 55	Ba Bario 56	La Lantanio 57	Hf Hafnio 58	Ta Tantalio 59	W Tungsteno 60	Re Renio 61	Os Osmio 62	Ir Iridio 63	Pt Platino 64	Au Oro 65	Hg Mercurio 66	Tl Tallio 67	Pb Piombo 68	Bi Bismuto 69	Po Polonio 70	At Astatina 71	Rn Radone 72
7 Fr Francio 87	Ra RADIO 88	Ac Attinio 89	Rf Rutherfordio 90	Db Dubnio 91	Sg Seaborgio 92	Bh Bohrio 93	Hs Hassio 94	Mt Meitnerio 95	Ds Darmstadtio 96	Rg Roentgenio 97	Cn Copernicio 98	Nh Nihonio 99	Fl Flerovio 100	Mc Moscovio 101	Lv Livermorio 102	Ts Tennessio 103	Og Oganesson 104
Ce Cerio 58	Pr Praseodimio 59	Nd Neodimio 60	Pm Prometio 61	Sm Samario 62	Eu Europio 63	Gd Gadolinio 64	Tb Terbio 65	Dy Dysprosio 66	Ho Holmio 67	Er Erbio 68	Tm Terzio 69	Yb Ytterbio 70	Lu Lutezio 71				
Th Torio 90	Pa Protattinio 91	U Uranio 92	Np Nettunio 93	Pu Plutonio 94	Am Americio 95	Cm Curio 96	Bk Berkelio 97	Cf Californio 98	Es Einsteinio 99	Fm Fermio 100	Md Mendelevio 101	No Nobelio 102	Lr Lawrencio 103				

Figura 2.26: tavola periodica degli elementi. nel riquadro nero sono evidenziati i metalli refrattari [24].

I materiali refrattari appartengono al gruppo dei *metalli di transizione* e sono noti anche come *ultra-high temperature materials* (figura 2.26). Oltre ad un'elevata temperatura di fusione, questi materiali hanno proprietà altre importanti proprietà, che li rendono utili in diverse applicazioni: elevata densità, alta conducibilità termica e ottima resistenza alla corrosione.

I materiali refrattari ottenuti attraverso *LPBF* studiati e testati nell'ambito del progetto *SPES* sono Molibdeno (Mo), Tungsteno (W) e Tantalio (Ta) e prossimamente è previsto anche un lavoro di caratterizzazione del Niobio (Nb).

Il Molibdeno possiede elevata durezza e presenta uno dei più elevati punti di fusione. Viene utilizzato per applicazioni elettroniche, aeronautiche, oppure negli impianti industriali come resistenza scaldante o crogiolo, nelle applicazioni che richiedono quindi elevate temperature.

Anche il Tantalio presenta un punto di fusione elevato e delle buone proprietà meccaniche; per questi motivi viene utilizzato come componente in applicazioni strutturali che lavorano ciclicamente alle alte temperature. Un esempio applicativo è quello dei componenti della sorgente di ionizzazione per la produzione di *RIB* mediante la tecnica *ISOL*.

Il Tungsteno, invece, è un materiale molto denso, caratterizzato da un'elevata conducibilità termica e ottima resistenza alla corrosione. Tra tutti i metalli, è quello che presenta il più alto punto di fusione e la maggior resistenza a trazione. Queste proprietà lo rendono ideale in applicazioni meccaniche, elettriche ed elettroniche, oltre che un ottimo candidato come materiale che si interfaccia con il plasma nei dispositivi di fusione nucleare. [25]-[26].

Il Niobio, infine, ha proprietà fisiche e chimiche simili al Tantalio, possiede infatti elevata duttilità e malleabilità, con tendenza all'ossidazione anche a temperature moderate. Questo metallo viene utilizzato per strutture acceleranti superconduttive e acceleratori di particelle, oltre che in lega con altri metalli per migliorarne le proprietà meccaniche.

Nell'ambito del progetto SPES, l'intento è quello di sviluppare i componenti della sorgente di ionizzazione mediante la tecnica LPBF, utilizzando i metalli refrattari sopra citati. Infatti, i processi sottrattivi tradizionali applicati a tali metalli sono molto costosi e complicati, richiedono l'utilizzo di utensili particolarmente duri e resistenti e, inoltre, comportano un notevole spreco di materiale. A causa dell'alta temperatura di fusione unita all'elevata affinità verso l'ossigeno, peraltro, la lavorazione di componenti di questo tipo attraverso i processi tradizionali deve essere eseguita in un'atmosfera controllata, e questo risulta molto difficoltoso.

Il materiale refrattario studiato in questo lavoro di tesi è il Tungsteno e di seguito viene riportato il procedimento seguito in alcuni lavori precedenti per il Molibdeno [23] e il Tantalio [41].

Per l'ottimizzazione dei parametri di processo per la stampa del Tungsteno, viene invece preso come modello un lavoro precedente effettuato sullo stesso materiale [27].

Una volta prodotti i campioni, le analisi svolte ai LNL sul Tungsteno serviranno per comprendere il comportamento del materiale in condizioni molto simili a quelle cui dovranno andare incontro i componenti della sorgente di ionizzazione al plasma in esercizio. Le diverse parti dovranno infatti resistere a temperature intorno ai 2000°C per un tempo continuativo di circa 15 giorni.

2.7: Messa a punto dei parametri di stampa per il Tungsteno

Le macchine utilizzate per la stampa tramite LPBF si trovano presso il DIAM a Padova e sono tre (figure 2.27-2.28):

- EOS M100 ($P_{max} = 200\text{ W}$, spazio di costruzione $d = 100\text{ mm}$, $h = 100\text{ mm}$)
- Sharebot Metal One ($P_{max} = 250\text{ W}$, spazio di costruzione $65 \times 65 \times 100\text{ mm}$)
- EOSint M280 ($P_{max} = 370\text{ W}$, spazio di costruzione $250 \times 250 \times 300\text{ mm}$)



Figura 2.27: immagine delle macchine EOS M100, Sharebot Metal One e EOSint M280 presso il DIAM di Padova.



Figura 2.28: macchina di stampa EOS M100 a sinistra e immagine dell'interno a destra.

La polvere di tungsteno utilizzata in questo studio è sferica e di elevata purezza (99,9%). Dalla curva di distribuzione dimensionale della polvere fornita si hanno a disposizione i seguenti dati:

- $D_{10} = 10 \mu m$
- $D_{90} = 25 \mu m$

In cui D_{10} indica che il 10% della polvere non supera i $10 \mu m$ mentre D_{90} indica che il 90% della polvere non supera i $25 \mu m$.

Il processo di LPBF viene sempre svolto in atmosfera controllata, mediante insufflaggio di argon e assicurandosi che l'ossigeno sia presente in minima concentrazione; prima di iniziare la produzione dei pezzi, la piattaforma di stampa è preriscaldata fino a $80^\circ C$.

Per raggiungere valori di densità il più possibile vicini a quelli del Tungsteno standard, è stato necessario effettuare un'ottimizzazione dei parametri di processo per la tecnica Laser Powder Bed Fusion. A tale scopo, sono stati stampati sedici blocchi in Tungsteno cubici [25], con lato di 8mm e la potenza del fascio è stata posta pari a 170 W, con scanning speed compresa tra i 400-800 mm/s e hatch distance tra 0.04-0.07mm.

A questo punto, sono state fatte delle SST (*Single Scan Track*), per studiare l'influenza dei principali parametri di processo sulla pozza di fusione.

Sono stati impostati quattro valori di potenza (100, 125, 150 e 170 W) e per ognuno di essi si è fatta variare la *scan speed* da 200 a 1000 mm/s ad intervalli di 100 mm/s. La figura 2.29 mostra l'importanza della *scan speed* per ottenere una buona SST.

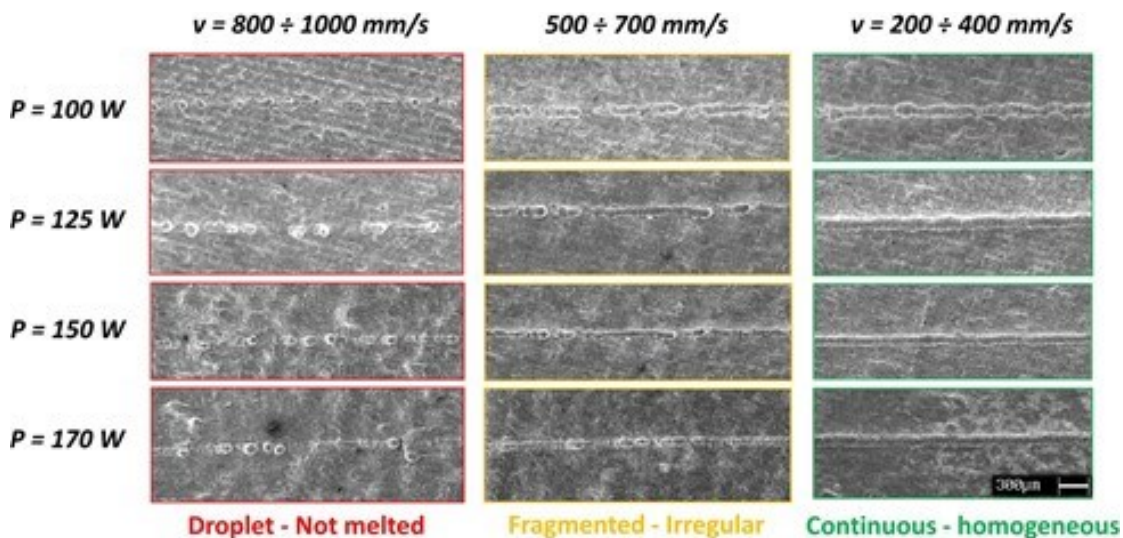


Figura 2.29: immagine al SEM dei diversi SST ricavati usando diversi valori di potenza e di scan speed [27].

Come si può notare, una *scan speed* compresa tra gli 800 e i 1000 mm/s non porta alla formazione della *melt track*; per valori compresi tra i 500 e i 700 mm/s si ha la formazione di una SST irregolare, mentre nel range di velocità compreso tra i 200 e i 400 mm/s, la SST è continua ed omogenea (la SST risulta omogenea anche per una scan speed compresa tra i 500 e i 700 mm/s per una potenza fissata a 170W).

L'energia richiesta per fondere un certo materiale (Volume Energy Density, $E_p [\frac{J}{mm^3}]$) può essere stimata tramite la seguente equazione:

$$E_p = \rho \cdot c_p \cdot (T_m - T_0) + \rho \cdot L_f \quad (2.2)$$

In cui:

- ρ è la densità del materiale;
- c_p è il calore specifico del materiale;
- T_m è il punto di fusione;
- T_0 è la temperatura iniziale;
- L_f è il calore latente di fusione.

In teoria, affinché si riesca ad ottenere la completa fusione della polvere, è necessario che l'energia del laser per unità di volume sia superiore a quella richiesta per fondere il materiale, data dall'equazione 2.1 descritta al paragrafo 2.3 ($E_v > E_p$). A tal proposito, sono stati eseguiti dei test a partire da una potenza di 170 W, per quattro differenti scan speed, pari rispettivamente a 400, 500, 600 e 800 mm/s. Per tutte le combinazioni di questi parametri, si sono ottenuti valori di E_v maggiori di E_p .

La produzione dei blocchi in Tungsteno è stata effettuata, come detto, a partire da quattro diversi valori dell'hatching distance, da 0.04 a 0.07 mm. Questo range è stato scelto in base a considerazioni legate ai parametri della macchina, in particolare al raggio della pozza fusa. Nel caso in cui la sovrapposizione tra due passate successive sia insufficiente, potrebbero formarsi dei difetti, denominati Lack of Fusion (LoF), legati alla non completa fusione della polvere metallica. Per questo motivo, la scelta della hatching distance è ricaduta nello spot 0.04-0.07 mm, poiché il diametro del fascio laser risulta essere di 0,04mm. Questa scelta dovrebbe garantire una buona sovrapposizione tra due passate successive, eliminando il problema dei LoF.

Dal grafico in figura 2.30, si può osservare che per un valore di 600mm/s della scan speed e di 0,04mm della hatching distance, la densità misurata ha presentato i valori più alti, con un massimo del 99.61% rispetto al valore teorico di densità del materiale in condizioni standard, calcolato utilizzando il metodo d'Archimede.

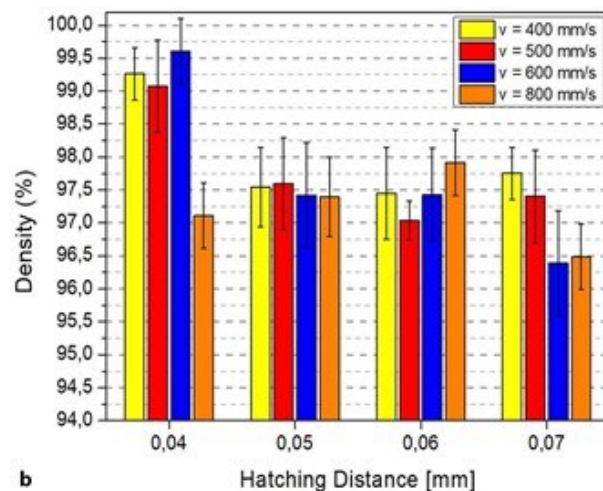


Figura 2.30: immagine dei cubetti in Tungsteno prodotti a sinistra; grafico dell'ottimizzazione di scan speed e hatch distance a destra [27].

2.8: Classificazione dei difetti della tecnologia LPBF

Come tutte le tecnologie Additive Manufacturing per i metalli, anche la LPBF non è esente da difetti che vanno ad influire negativamente sulle prestazioni meccaniche e sulle caratteristiche fisiche dei componenti, rispetto agli equivalenti realizzati attraverso tecniche tradizionali.

Tra i diversi difetti dovuti a questa tecnica, i principali e più diffusi sono: porosità, *spattering*, *lack of fusion*, *cricche* e *balling*.

Di seguito è presentata la descrizione di ciascuno di questi difetti.

2.8.1: Porosità

Indica l'assenza di pieno all'interno del componente stampato. Le dimensioni di questi difetti solitamente non superano i 100µm e nella maggior parte dei casi la loro forma è sferoidale. Questi difetti sono causati da:

- densità di impaccamento delle polveri, che nel caso in cui non sia sufficientemente elevata comporta la presenza di gas intrappolato all'interno del componente durante il raffreddamento della pozza di fusione e dopo la solidificazione del pezzo;
- evaporazione degli elementi basso-fondenti presenti nelle leghe.

Un caso peculiare di porosità è la “*keyhole*”; essa, infatti, non presenta una forma sferoidale, ma è più irregolare. La formazione della keyhole avviene quando si raggiungono delle specifiche combinazioni tra potenza e velocità del laser, che comportano l'evaporazione della meltpool e la formazione di un plasma. Questi due effetti combinati tra loro portano all'insorgere di una cavità di vapore che collassando dà origine ad un vuoto nel metallo solidificato.

Nella figura 2.31 è illustrato il confronto tra porosità sferoidali e keyhole [28]-[29].

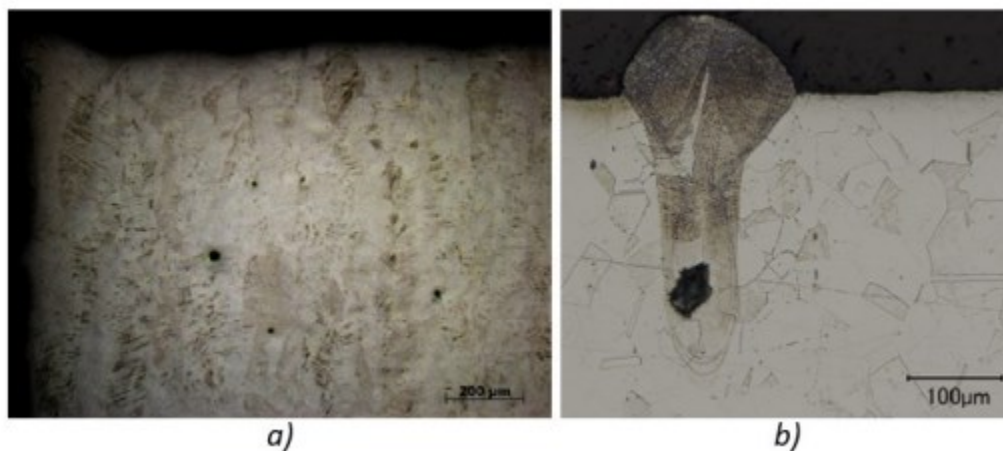


Figura 2.31: a) porosità sferoidali [26]; b) keyhole.[27]

2.8.2: Spattering

Lo spattering è un difetto che esiste sotto varie forme, tutte accumulate dall'eiezione e dalla ricaduta di particelle. Lo spattering porta all'insorgenza di altri difetti, come la mancata fusione o le cricche e in alcuni casi può comportare l'aumento della rugosità.

Questo difetto può essere solido, se le particelle vengono spazzate via dal getto di vapore generato dal laser o dal gas inerte che viene insufflato all'interno della camera; liquido, se ad essere spazzate via sono gocce di metallo liquido; oppure può essere un misto tra solido e liquido.[30]

2.8.3: Lack of fusion

Indicata con la sigla '*LoF*', corrisponde alla mancata fusione della polvere metallica, che avviene quando l'energia fornita non è sufficientemente elevata per portare al passaggio da fase solida a liquida. I parametri impostabili nella macchina che influiscono su questo fenomeno sono la potenza, la velocità di scansione, lo spessore dello strato di polvere e le dimensioni di quest'ultima. Inoltre, la LoF può essere causata da alcuni difetti presenti nello strato sottostante, come lo spattering.

La mancata fusione porta inevitabilmente ad un peggioramento delle proprietà meccaniche del pezzo, soprattutto per quanto riguarda la resistenza a fatica: i difetti introdotti agiscono infatti come concentratori di tensioni.

2.8.4: Cricche

Un brusco raffreddamento della meltpool e l'elevato gradiente termico da esso comportato, possono causare la formazione di tensioni residue molto pericolose e la formazione di cricche longitudinali, con propagazione nella direzione passante per il centro della meltpool, oppure trasversali, che si propagano ortogonalmente ai fronti d'onda delle meltpool (dette '*surface ripples*' [21]).

In uno studio precedente [27], oltre all'ottimizzazione dei parametri di processo descritta al paragrafo 2.7, è stata svolta un'analisi microstrutturale dei campioni in Tungsteno LPBF: essi mostrano il comportamento tipico dei materiali refrattari realizzati attraverso LPBF, ovvero una elevata tendenza alla formazione di cricche. Osservando la figura 2.32, si possono vedere i due tipi differenti di cricche: quelle longitudinali hanno lunghezza compresa tra i 30 e i 100 μm , mentre quelle trasversali presentano dimensioni minori rispetto alle prime, hanno la classica forma ad "S" e seguono la forma del bordograno.

Le cricche trasversali non si sviluppano in tutti i metalli e leghe sottoposti a questa tecnica, ma sono tipiche nei materiali che manifestano un comportamento fragile, come nel caso specifico del Tungsteno.

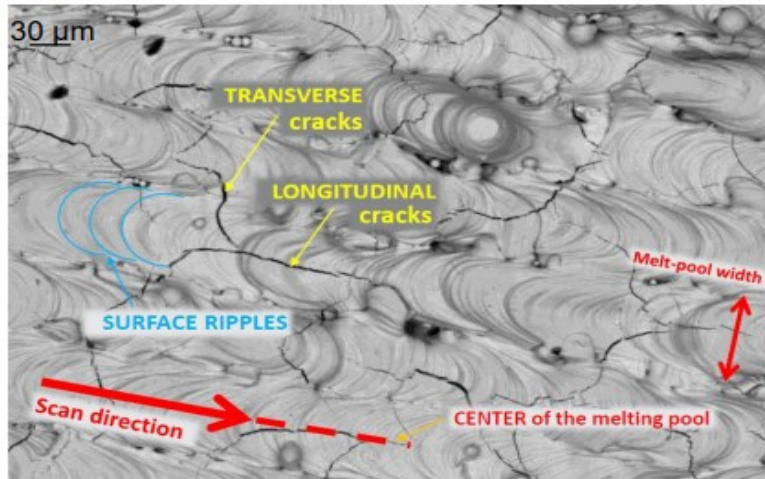


Figura 2.32: immagine SEM delle diverse tipologie di cricche [27].

2.8.5: Balling

Il balling, infine, si verifica nel caso in cui vi siano velocità di scansione eccessivamente elevate [31] e con materiali aventi alta conducibilità termica [32]. Esso è dovuto alla formazione di una massa di metallo fuso che ostacola la diffusione uniforme della meltpool, per via delle tensioni superficiali che agiscono su questa massa.

Una strategia per limitare l'insorgenza di questo difetto è quella di utilizzare valori di energia volumetrica del laser sufficientemente elevati, ma non tali da comportare l'insorgenza di altre tipologie di difetti.

2.9: Applicazioni della tecnica LPBF al progetto SPES

Dato che con la tecnica LPBF possono essere utilizzati metalli refrattari come materiali di partenza e che questa tecnica si presta bene alla realizzazione di componenti dall'elevata densità, essa va esattamente incontro alle esigenze del progetto SPES, in modo particolare nell'ottica della realizzazione della sorgente di ionizzazione del fascio radioattivo: allo stato attuale, la sorgente risulta essere composta da 20 pezzi prodotti tramite tecnologie tradizionali, che richiedono un lungo tempo di assemblaggio (tra le 3 e le 5 ore), molta esperienza e non riescono a garantire quella riproducibilità che è possibile ottenere solo tramite l'Additive Manufacturing.

La principale sfida che si deve affrontare riguarda le tolleranze, motivo per il quale si è pensato ad un re-design completo della sorgente.

L'obiettivo sarebbe quello di ridurre, attraverso la LPBF, il numero di componenti da 20 a 8 e di facilitarne il loro assemblaggio (*design for assembly*) attraverso delle geometrie auto-centranti.

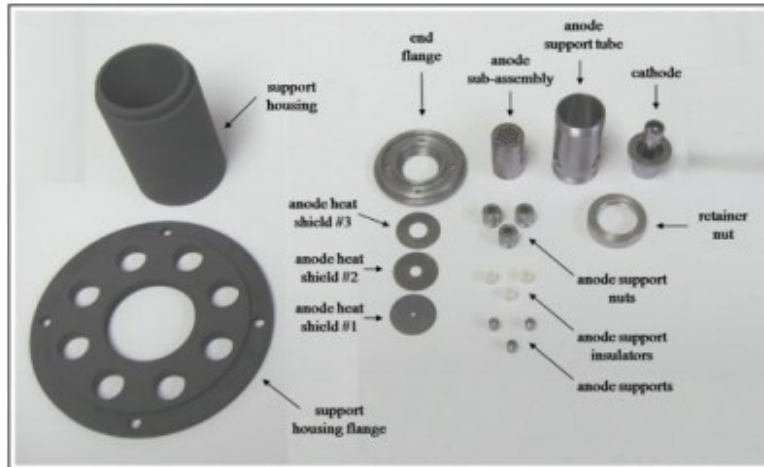


Figura 2.33: componenti della sorgente di ionizzazione al plasma realizzati con i processi tradizionali.



Figura 2.34: componenti della sorgente di ionizzazione al plasma in lega AlSi10Mg realizzati tramite SLM.

2.10: Conclusioni

In questo capitolo sono state descritte le principali tecniche di Additive Manufacturing, utilizzate sia per i polimeri, che per i metalli e alcune particolari leghe. Successivamente, ci si è concentrati sulla tecnica Laser Powder Bed Fusion, utilizzata all'interno del progetto SPES per i metalli refrattari: sono stati esposti i parametri coinvolti nella realizzazione di un componente e presentati quelli ritenuti ottimali nel caso specifico del Tungsteno. Infine, sono state elencate e descritte le principali tipologie di difetti che possono presentarsi in un componente prodotto mediante questa tecnica.

CAPITOLO 3: CARATTERIZZAZIONE TERMICA DEL TUNGSTENO LPBF:

Questo capitolo tratta la caratterizzazione termica del Tungsteno, prodotto sia attraverso tecnologie tradizionali, che tramite Additive Manufacturing, in particolare con la tecnica Laser Powder Bed Fusion. Un preliminare lavoro di caratterizzazione del Tungsteno AM era già stato svolto presso i LNL in una precedente attività di tesi; tuttavia, si è rivelato necessario un approfondimento riguardante queste proprietà e un confronto diretto con lo stesso materiale prodotto con approcci tradizionali, inteso come standard.

La caratterizzazione termica riguarda una serie di prove di riscaldamento di provini discoidali, da cui è stato possibile risalire all'emissività spettrale e globale del materiale, oltre che alla conducibilità termica. Queste grandezze sono di fondamentale importanza, in quanto permettono di definire i flussi termici e i gradienti di temperatura che avvengono nel materiale, in condizioni molto simili a quelle della sorgente di ionizzazione in esercizio. In questa sezione, vengono anche calcolate l'emissività spettrale e globale per campioni discoidali in W prodotti sempre tramite LPBF dall' SCK CEN in Belgio, in modo da avere un confronto anche con altri poli scientifici europei che stanno sviluppando queste tecnologie.

Prima di presentare i risultati sperimentali, viene fornita la descrizione delle proprietà calcolate, dell'apparato sperimentale utilizzato all'INFN di Legnaro e del metodo utilizzato per la determinazione di tali proprietà.

3.1: Proprietà termiche

3.1.1: Emissività

La trasmissione di calore può essere descritta dai fenomeni di conduzione, convezione e irraggiamento: mentre per i primi due meccanismi il trasferimento di calore richiedono la presenza di un gradiente di temperatura e del contatto o di un mezzo interposto tra due corpi, l'irraggiamento avviene attraverso la propagazione di onde elettromagnetiche, e quindi non richiede la presenza di materia per avvenire [33]. Questo meccanismo di trasferimento di calore è collegato all'energia rilasciata dalle oscillazioni o transizioni compiute dagli elettroni che costituiscono la materia che ci circonda: perciò, ogni corpo con temperatura superiore agli 0 K emette radiazioni e tutti i corpi assorbono questa energia, instaurando così uno scambio termico. L'irraggiamento, inoltre, assume un'importanza sempre più rilevante all'aumentare della temperatura, in quanto a differenza di conduzione e convezione dipende dalla quarta potenza di questa grandezza fisica.

Le radiazioni elettromagnetiche, come evidenziato in figura 3.1, possono essere suddivise in base alla loro lunghezza d'onda; in particolare la radiazione termica avviene per lo più nel range compreso tra i 10^{-1} e i 10^{-2} μm , comprendente una porzione dell'infrarosso, la regione del visibile (tra i 0,4 e i 0,7 μm) e una parte dell'ultravioletto.

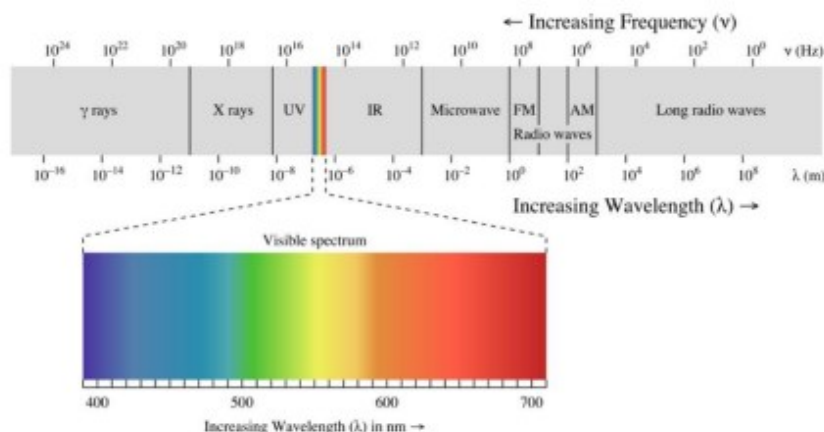


Figura 3.1: spettro di lunghezze d'onda delle radiazioni elettromagnetiche, con focus sull'intervallo del visibile.

Un concetto molto importante da introdurre è quello di *potere emissivo* di un corpo, che può essere monocromatico o totale: tale proprietà, infatti, è utilizzata per quantificare l'entità di una radiazione elettromagnetica. Il potere emissivo spettrale o monocromatico, indicato con $E_{\lambda,b}$, si riferisce alla potenza emessa per unità di superficie da un generico corpo, con riferimento ad un intervallo di lunghezza d'onda infinitesimo $d\lambda$ e si misura in $\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ (solitamente si preferisce utilizzare i μm al posto dei metri per le lunghezze d'onda). Il potere emissivo totale E_b , rappresenta invece la potenza emessa da un corpo per unità di superficie riferita all'intero spettro di lunghezze d'onda e a tutte le direzioni.

$$E_b = \int_0^\infty E_{\lambda,b}(\lambda) d\lambda = \frac{q}{A} \quad (3.1)$$

Dove:

$$E_{\lambda,b} = \frac{\pi b_1}{\pi^2 \lambda^5 \cdot (e^{\frac{b_2}{\lambda T}} - 1)} \quad (3.2)$$

È la legge di Planck che descrive l'emissività di un corpo nero ad una determinata lunghezza d'onda. Le costanti della 3.2 corrispondono a:

- $b_1 = 1,19096 \cdot 10^{16} \text{ W} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$;
- $b_2 = 1,43879 \cdot 10^{-2} \cdot \text{K} \cdot \text{m}$;
- n è l'indice di rifrazione del mezzo di propagazione;
- λ è la lunghezza d'onda in metri;
- T è la temperatura in Kelvin.

Il diagramma in figura 3.2, rappresenta le curve ottenute dall'equazione 3.2 al variare della lunghezza d'onda e della temperatura.

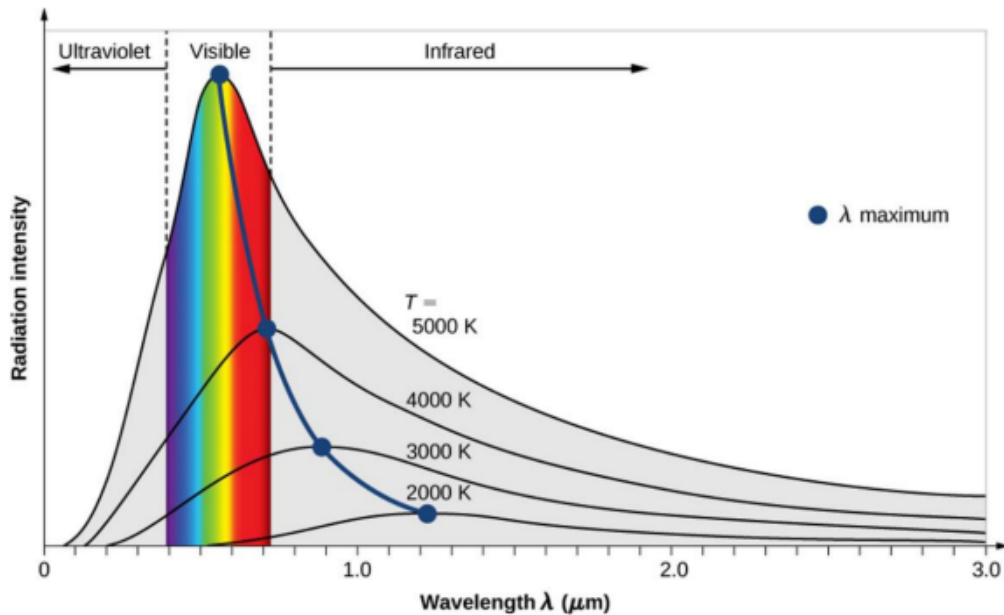


Figura 3.2: diagramma del potere emissivo monocromatico in funzione della lunghezza d'onda e della temperatura.

Come si può notare, il picco massimo di energia emessa avviene per lunghezze d'onda sempre più piccole all'aumentare della temperatura: la legge di Wien descrive tale fenomeno esprimendo una precisa relazione tra λ e T :

$$\lambda_{max} \cdot T = cost \quad (3.3)$$

in cui la costante vale $2898 \mu\text{m} \cdot \text{K}$.

Dal calcolo dell'integrale espresso nella 3.1, si ottiene la legge di Stefan-Boltzmann:

$$E_b = n^2 \cdot \sigma \cdot T^4 \quad (3.4)$$

Dove σ vale $5,67 \cdot 10^{-8} \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^4$.

Le equazioni 3.1 - 3.4 si riferiscono, come detto, ad un corpo nero, il quale rappresenta una superficie ideale, nel senso che nessun corpo può emettere più radiazione a parità di temperatura.

Il corpo nero, quindi, può essere preso come riferimento per introdurre la proprietà 'emissività', riferita ad una superficie reale e definita come il rapporto tra la radiazione emessa da quest'ultima e quella del corpo nero a quella temperatura. L'emissività ϵ può essere monocromatica o globale, essa dipende dalla temperatura e per come è stata definita assume sempre valori compresi tra 0 e 1.

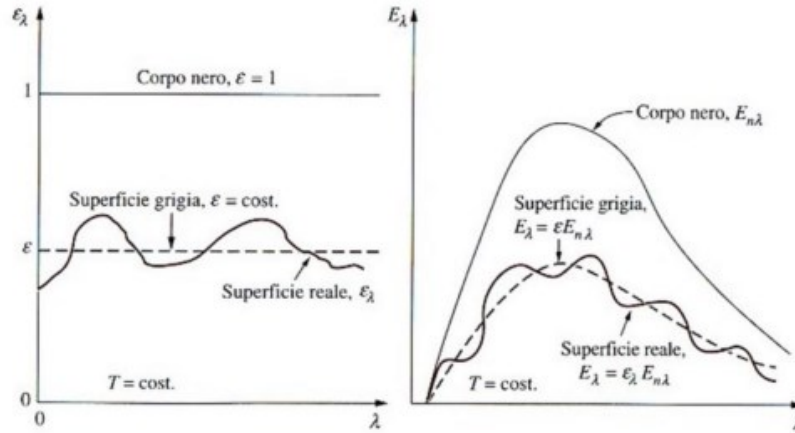


Figura 3.3: confronto tra emissività di un corpo reale e di un corpo nero.

Attraverso l'emissività è possibile, pertanto, ricavare il potere emissivo monocromatico e totale di una superficie reale, ovvero l'energia che questa è in grado di emettere.

L' emissività emisferica spettrale $\varepsilon_\lambda(\lambda, T)$ è definita come:

$$\varepsilon_\lambda(\lambda, T) = \frac{E_\lambda(\lambda, T)}{E_{\lambda,b}(\lambda, T)} \quad (3.5)$$

dove $E_{\lambda,b}(\lambda, T)$ indica il potere emissivo monocromatico di un corpo nero (3.2) e $E_\lambda(\lambda, T)$ quello di una superficie reale (intesa come corpo grigio).

L'emissività emisferica globale, invece, è data dall'integrale dell'emissività su tutte le lunghezze d'onda e su tutte le direzioni e può essere calcolata come:

$$\varepsilon_\lambda(T) = \frac{\int_0^\infty \varepsilon_\lambda(\lambda, T) E_{\lambda,b}(\lambda, T) d\lambda}{E_b(T)} \quad (3.6)$$

3.1.2: Conducibilità termica

La conducibilità termica di un materiale è una proprietà di trasporto e fornisce un'indicazione circa la velocità con la quale l'energia termica è trasferita tra due corpi contigui attraverso il meccanismo della conduzione. Essa dipende dalla struttura fisica della materia, atomica e molecolare, che è legata al suo stato fisico [34].

Il meccanismo di conduzione è governato dalla legge di Fourier: si considerino la superficie infinitesima dA di un corpo (figura 3.4), la normale ad essa riferita e due punti 1 e 2 collocati a cavallo della superficie stessa, ad una distanza reciproca dl . Si definiscano inoltre le temperature T_1 e $T_2 = T_1 + dT$ dei rispettivi punti.

Il postulato di Fourier stabilisce che la quantità di calore dQ che attraversa la superficie infinitesima dA in un intervallo di tempo infinitesimo $d\tau$ equivale a:

$$dQ = -\lambda dA \frac{dT}{dl} d\tau \quad (3.7)$$

Integrando la (3.7) si ottiene:

$$Q = \lambda A \frac{\Delta T}{l} \Delta \tau \quad (3.8)$$

Questa legge indica che il flusso di calore scambiato per conduzione è direttamente proporzionale all'area, all'intervallo di tempo, alla differenza di temperatura e alla grandezza λ , detta conducibilità termica; mentre è inversamente proporzionale alla distanza tra i due punti.

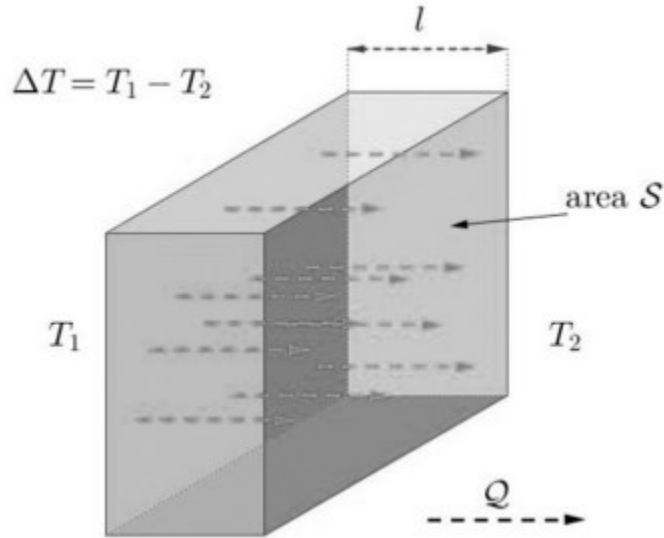


Figura 3.4: schema esplicativo del meccanismo di conducibilità termica.

Esprimendo il Postulato di Fourier in termini di potenza termica scambiata ' q ', si ha che:

$$q = \lim_{\Delta \tau \rightarrow 0} \lambda \cdot S \cdot \frac{\Delta T}{l} \quad (3.9)$$

Da cui si ricava la conducibilità termica λ :

$$\lambda = \frac{q \cdot l}{S \cdot \Delta T} \quad (3.10)$$

Nel caso dei metalli, il trasporto di energia termica è dovuto a due fattori predominanti:

- il movimento degli elettroni liberi;
- scambio di energia fononico, dovuto alle vibrazioni degli atomi del reticolo cristallino che a loro volta fanno vibrare gli atomi adiacenti causando un aumento della temperatura.

La conducibilità termica può essere dunque espressa come:

$$\lambda = \lambda_e + \lambda_{ph} \quad (3.11)$$

Nel caso di metalli puri, il contributo predominante alla conducibilità è fornito dal movimento degli elettroni e quindi a λ_e , mentre per le leghe il contributo predominante è quello fononico λ_{ph} .

Per quanto riguarda il caso specifico del progetto SPES, i materiali di cui è composta la sorgente PIS dovranno possedere buona conducibilità termica, in modo tale da rendere omogenea la distribuzione di temperatura all'interno dei componenti, ma non eccessiva, per non dissipare troppo velocemente il calore fornitogli. Per ottenere un'elevata efficienza di ionizzazione, infatti, è necessario che la temperatura all'interno della sorgente rimanga sempre intorno ai 2000°C.

3.3: Apparato sperimentale per la caratterizzazione termica

In questo paragrafo viene presentata la descrizione degli strumenti utilizzati per le prove di caratterizzazione termica del Tungsteno, finalizzati alla misura dell'emissività spettrale in funzione della temperatura e alla stima dell'emissività emisferica globale e della conducibilità termica.

L'apparato sperimentale nel quale sono stati eseguiti i riscaldamenti dei provini è mostrato in figura 3.5: esso è situato nel laboratorio Alte Temperature (High Temperature Laboratory, HTL) ai LNL ed è composto da una camera da vuoto spinto in acciaio a cui è saldata una serpentina di raffreddamento, da un sistema riscaldante, un alimentatore, due pompe da vuoto, un apposito sistema per supportare i campioni e dagli strumenti di misura.

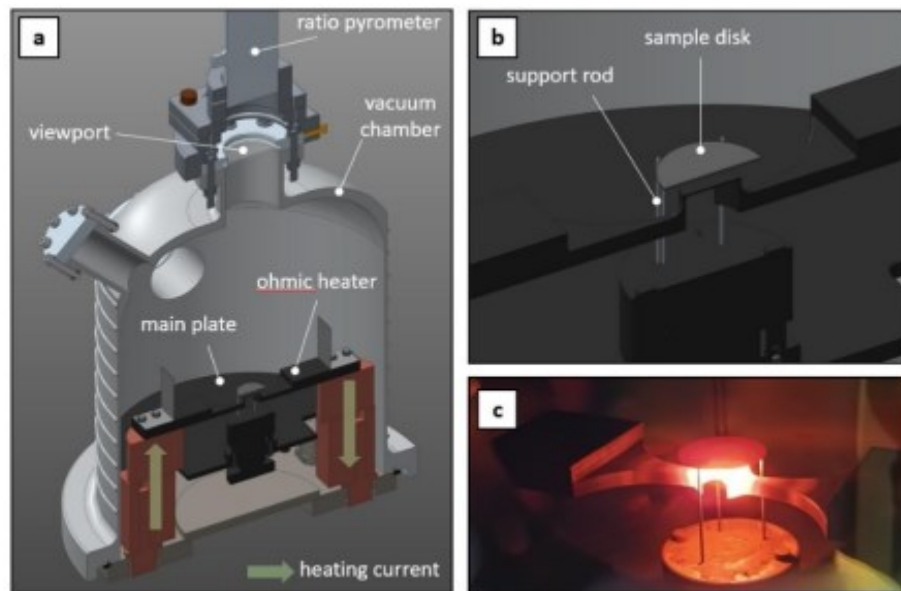


Figura 3.5: schema dell'apparato per la determinazione della conducibilità: a) vista generale; b) ingrandimento sul supporto del provino; c) provino durante il riscaldamento.

3.3.1: Camera da vuoto

La camera da vuoto costituisce la parte esterna del forno, è realizzata in acciaio inossidabile e serve per isolare i componenti al suo interno dall'ambiente esterno, figura 3.6:



Figura 3.6: camera da vuoto vista dall'esterno.

Per fare ciò, è possibile raggiungere una condizione di vuoto spinto, con pressione dell'ordine dei 10^{-6} mbar; tale condizione di vuoto è necessaria sia per preservare i campioni da fenomeni ossidativi, sia per simulare al meglio le effettive condizioni di esercizio della sorgente di ionizzazione.

La camera è dotata di un sistema di tubi saldati esternamente, in cui circola acqua di raffreddamento proveniente da un chiller, in modo da mantenere sotto controllo la temperatura degli organi di tenuta in polimero.

Dalla figura 3.6 si può inoltre notare la presenza di due oblò in vetro silicato: quello posto nella parte superiore della camera è utilizzato per gli strumenti di misura, mentre quello laterale serve per controllare il posizionamento del provino nella camera e il suo riscaldamento durante il test.

3.3.2: Sistema riscaldante

La funzione del sistema riscaldante è quella di gestire e trasmettere la corrente elettrica prodotta dall'alimentatore, in modo da fornire una certa potenza termica al provino. Questo apparato è composto da diversi elementi: il riscaldatore, realizzato in grafite POCO®EDM-3 [35], possiede una geometria ideale per concentrare la potenza termica in uno spot relativamente piccolo, per ottenere un efficiente riscaldamento del provino. Ai lati estremi del riscaldatore sono collocati due fogli schermanti in Tantalio, per bloccare e riflettere la radiazione termica prodotta e agevolare il riscaldamento del provino. Per alimentare il riscaldatore, sono presenti due morsetti in rame, in grado di fornire una corrente elettrica di intensità pari a 270 A (massimo valore cui il riscaldatore può essere sottoposto).

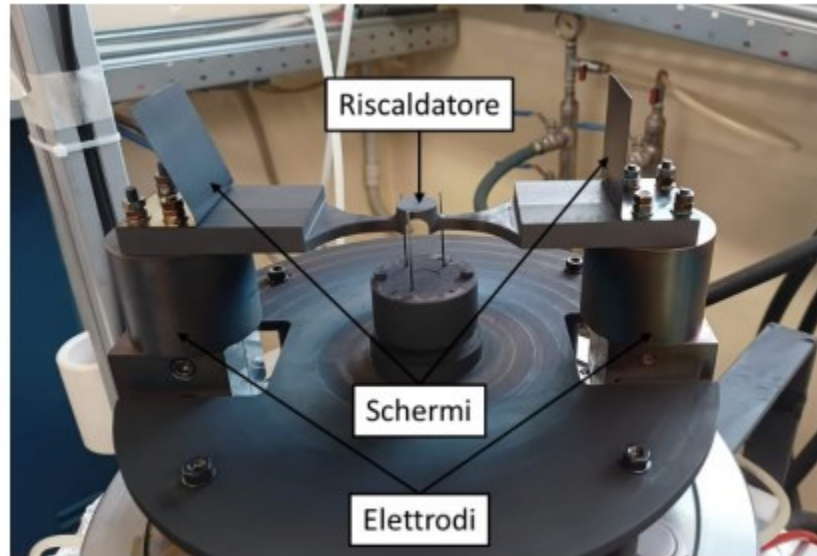


Figura 3.7: sistema riscaldante situato all'interno della camera da vuoto.

3.3.3: Alimentatore

L'alimentatore fornisce la potenza elettrica al sistema riscaldante e si trova all'interno di un rack che comunica con il computer di controllo attraverso un PLC (Programmable Logic Controller) che ne controlla l'erogazione di corrente. Questo dispositivo è in grado di erogare una potenza massima di 10 kW, una tensione massima di 10 V e un'intensità di corrente massima pari a 1000 A.

3.3.4: Sistema di supporto del provino

Il sistema di supporto del provino è composto da diversi elementi e ha la funzione di garantire il corretto posizionamento dei provini sopra il riscaldatore durante la prova. Per sorreggere il disco da testare, vengono utilizzate tre astine in Tantalio, molto sottili per non alterare il campo termico del disco attraverso meccanismi di conduzione. Le astine poggiano su un'apposita base cilindrica in grafite. (figura 3.8).

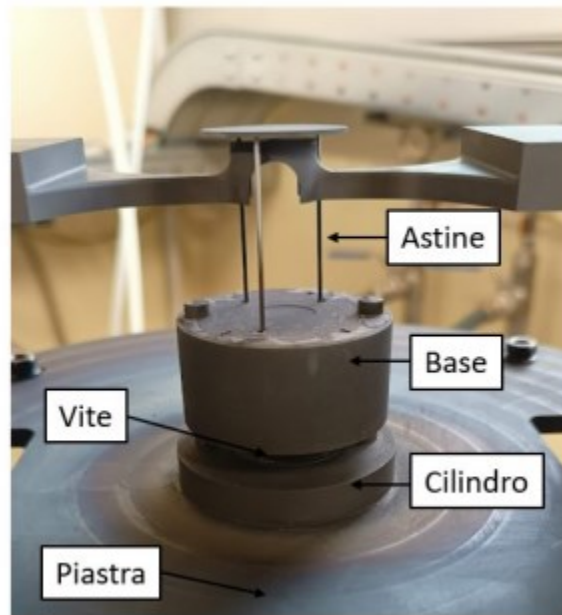


Figura 3.8: sistema di supporto del provino.

Al di sotto della piastra è presente una vite, per mezzo della quale è possibile regolare l'altezza del campione rispetto al crogiolo, mantenendo sempre le due superfici tra loro parallele.

3.3.5: Sistema ausiliario per il vuoto

Per evitare reazioni chimiche indesiderate ed eliminare fenomeni di scambio termico convettivo, il livello di vuoto spinto desiderato deve essere raggiunto e mantenuto durante tutta la durata della prova: Per fare ciò, al forno sono state collegate in serie due pompe da vuoto: la prima è una pompa rotativa in grado di portare il livello di vuoto dalla pressione atmosferica fino ai 10^{-3} mbar; la seconda è una pompa turbomolecolare, che permette di raggiungere valori di vuoto dell'ordine dei 10^{-6} mbar e che viene attivata in seguito alla precedente.

3.3.6: Strumenti di misura

3.3.6.1: Pirometri

Per effettuare misurazioni di temperatura e di emissività spettrale, si utilizzano dei pirometri *Ircon Modeline® 5 Series 5R Sensor* e un *FLUKE® Endurance Series E1RL*: questi strumenti sono in grado di effettuare le misurazioni senza contatto, monitorando la temperatura dell'oggetto attraverso un sensore che rileva l'energia irradiata nel campo degli infrarossi dal corpo riscaldato. I pirometri utilizzati sono dotati di due sensori, che rilevano l'intensità della radiazione elettromagnetica che li investe su due range di lunghezza d'onda differenti, sempre però nel campo dell'infrarosso ($0,8 - 1,5 \mu\text{m}$ e $1,0 - 1,1 \mu\text{m}$). Essendo molto ristretti, questi range possono essere considerati come singole frequenze [36] [37]. I pirometri dispongono di due modalità di misura possibili:

- *one-color mode*: in questa modalità il pirometro fornisce il valore di temperatura conoscendo il valore di emissività del materiale;

- *two-color mode*: in questa modalità, il pirometro può fornire il valore di temperatura senza conoscere il valore di emissività relativo. Tuttavia, con questo settaggio il pirometro necessita del parametro *E-slope*, corrispondente al rapporto tra i valori di emissività del materiale corrispondenti ai valori delle lunghezze d'onda in cui il pirometro lavora; nel caso di metalli non ossidati, come il Tungsteno, la cui emissività dipende dalla lunghezza d'onda, il parametro *E-slope* viene posto uguale a 1,06.

Durante l'esecuzione delle prove si configura il pirometro in modalità *bicromatica*, impostando come detto il valore di *E-slope* a 1,06; così facendo il pirometro restituisce sul display il valore della temperatura del provino. Subito dopo, lo strumento esegue automaticamente lo switch alla modalità *monocromatica*, in cui varia i valori di emissività finché non trova il valore di temperatura corrispondente a quello misurato a due colori: in questo modo, il valore di emissività è determinato univocamente per quella temperatura [38].

I pirometri utilizzati all'INFN di Legnaro per le misure sono: un pirometro operante a bassa temperatura, tra i 600°C e i 1400°C (LT - Low Temperature), uno di temperatura intermedia, funzionante tra i 600 e i 1800°C e uno operante a temperature superiori, comprese tra i 1000°C e i 3000°C (HT – High Temperature). Per le prove effettuate nel caso del Tungsteno, sono sempre stati utilizzati pirometri LT, in quanto il campo di temperatura dei test rientrava nel range di funzionamento di quello strumento.

Mentre si posiziona il pirometro sull'oblò superiore della camera, bisogna tener conto della focalizzazione e della risoluzione ottica dello strumento, prima di far partire la prova. Il cono di visione del pirometro, ovvero l'area delimitata in cui lo strumento risulta essere sensibile per la misura, deve essere correttamente posizionato nella regione in cui si vogliono raccogliere i dati. Per una spiegazione più dettagliata di questa fase si rimanda al paragrafo successivo. Per entrambi i tipi di pirometri, il diametro dell'area sensibile dello strumento è pari a 4 mm e la temperatura segnata sul display è il risultato della media integrale delle temperature misurate all'interno del cono.

3.3.6.2: Vacuometri

Per monitorare la pressione, vengono utilizzati dei vacuometri. In particolare, per valutare la pressione nel condotto tra le due pompe poste in serie è impiegato un misuratore APGX, mentre per il controllo della pressione all'interno della camera vengono utilizzati un misuratore APGM e un misuratore AIMS, che rilevano rispettivamente l'alto e il basso vuoto.

3.4: Approccio sperimentale

3.4.1: Preparazione dei provini

Per eseguire le prove di caratterizzazione termica, sono stati inizialmente ricavati cinque campioni discoidali tramite taglio ad elettroerosione, a partire da una barra di Tungsteno. Successivamente, si è deciso di eseguire un trattamento di tornitura su questi campioni in modo da modificarne la finitura superficiale in vista delle misure di emissività da condurre. Alcuni di questi provini, come verrà spiegato al paragrafo 3.5, sono stati sottoposti ad un trattamento successivo di sabbiatura, in modo da uniformarne la rugosità superficiale. In seguito ai test eseguiti sui campioni in Tungsteno standard, sono stati prodotti ai laboratori del DIAM di Padova tre campioni discoidali tramite la tecnica di Laser Powder Bed Fusion, stampati orizzontalmente, ovvero con direzione di crescita dei grani cristallini parallela

all'asse di ciascun cilindro. Una volta completato il processo di stampa, questi campioni sono stati tagliati dalla piattaforma in rame usata come substrato, sempre tramite elettroerosione. In questo caso, a differenza dei provini standard, non sono stati eseguiti particolari trattamenti superficiali.

Al termine della preparazione dei provini, si sono pertanto ottenuti cinque campioni discoidali standard di diametro pari a 40 mm e spessore di circa 1,4 mm e tre campioni AM della stessa geometria, aventi diametro sempre di 40 mm e spessore di 1 mm.

Per quanto riguarda i campioni prodotti in Belgio, sempre realizzati tramite LPBF, il diametro è stato ridotto a 20 mm e lo spessore aumentato fino a 2 mm.

Prima dell'esecuzione dei test, i provini sono stati sottoposti ad un trattamento di pulizia tramite ultrasuoni, per eliminare i residui lasciati dal taglio EDM e a lavaggi con acetone ed etanolo.

Una volta puliti i campioni, si sono effettuate le misure dimensionali e di rugosità.

3.4.2: Determinazione della rugosità superficiale

La rugosità è la grandezza che viene utilizzata per classificare la finitura superficiale di un corpo. Ogni superficie, infatti, presenta dei solchi o delle scalfiture, ovvero imperfezioni geometriche intrinseche o derivanti dai processi di lavorazione.

Generalmente questa proprietà viene misurata tramite appositi strumenti, chiamati rugosimetri, in grado di rilevare asperità superficiali inferiori all'ordine di grandezza del micrometro. Per rilevare la rugosità di una determinata superficie, si posiziona il terminale dello strumento (che consiste in una testina tastatrice fissata ad un rilevatore metallico, detto anche *stilo*) a contatto con quest'ultima e si esegue una scansione lungo una linea di misura. La rugosità R_a , espressa in micrometri, è data dal valor medio aritmetico degli scostamenti (presi in valore assoluto) del profilo reale della superficie rispetto alla linea media.

Ai Laboratori Nazionali di Legnaro è stato utilizzato il rugosimetro *Mitutoyo® Surfes SJ-210*, rappresentato in figura 3.9:



Figura 3.9: immagine del rugosimetro Mitutoyo® usato ai LNL.

L'oscillazione verticale dello stilo durante la misura viene rilevata e registrata dallo strumento, il quale restituisce il valore di R_a sul display digitale.

Procedendo in questo modo, si sono inizialmente rilevate le rugosità dei campioni standard pre e post riscaldamento ad alta temperatura, in modo da valutare l'effetto della ricristallizzazione su questa proprietà. Per ogni lato di ciascun campione sono state effettuate dieci misurazioni in modo da ricavare una statistica attendibile da questi dati.

I valori di rugosità ottenuti sono mostrati nei paragrafi successivi sia per i campioni standard, che per quelli additive.

3.4.3: Determinazione dell'emissività spettrale e calcolo dell'emissività globale

La misura dell'emissività normale spettrale a $1\ \mu\text{m}$ per mezzo del pirometro viene effettuata puntando lo strumento sia in posizione centrale, che in posizione periferica del provino, facendo attenzione in questo secondo caso a posizionarsi nelle zone più distanti dai bracci del riscaldatore in grafite, in modo che questi non interferiscano nel processo di riscaldamento.

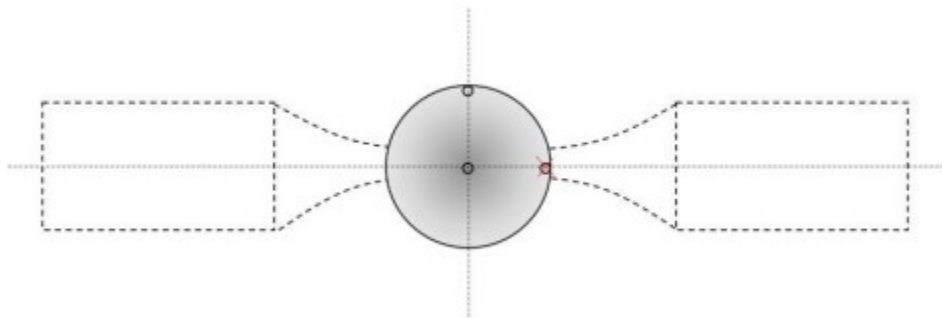


Figura 3.10: schema dei punti in cui sono state effettuate le misurazioni con il pirometro.

Per accertarsi che il pirometro sia correttamente puntato nelle zone desiderate, sono state tracciate nei provini alcune linee a matita, evitando però di contrassegnare le aree corrispondenti agli spot misurati dal pirometro per non alterare le misure della prova sperimentale.

Una volta posizionato il pirometro ed eseguita la messa a fuoco, si passa alla creazione del vuoto all'interno dell'apparecchiatura, azionando prima la pompa rotativa e successivamente quella turbomolecolare. Non appena il livello di vuoto ha raggiunto all'incirca i 10^{-5} mbar, dopo un controllo del funzionamento del sistema di raffreddamento della camera, si può impostare la rampa di corrente che comporterà una variazione della temperatura del riscaldatore e, di conseguenza, del provino stesso. L'andamento della corrente in funzione del tempo della rampa utilizzata per tutte le prove di riscaldamento dei provini in W è illustrato nella figura 3.10:

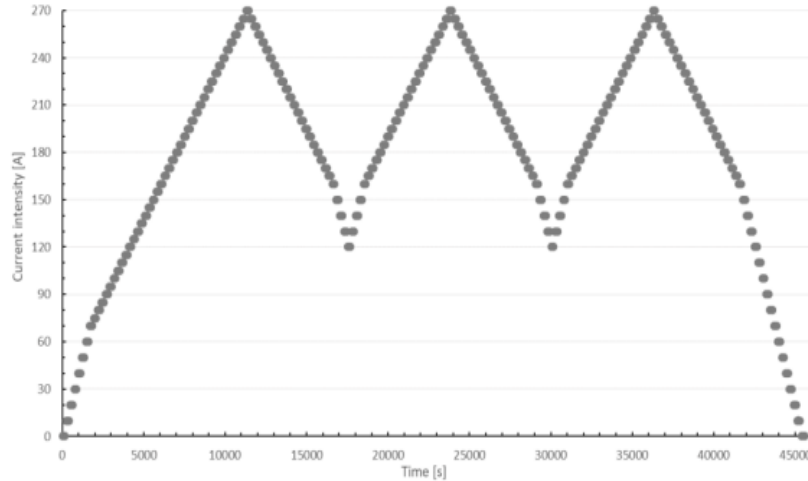


Figura 3.11: andamento della corrente in funzione del tempo per la prova di conducibilità.

Nella rampa utilizzata vi sono pertanto tre salite e tre discese, con un massimo di 270 A e un minimo di 120 A di corrente. Per tutti i campioni testati, i dati ottenuti dalla prima rampa in salita, corrispondenti quindi al primo riscaldamento assoluto del provino, non sono stati presi in considerazione: questo per via delle tracce di ossido presenti inizialmente sulla superficie del campione e per il fenomeno di ricristallizzazione che avviene in seguito al superamento di una determinata soglia di temperatura. In seguito alla ricristallizzazione, la struttura cristallina del materiale viene modificata.

Come detto, il pirometro utilizzato riporta esclusivamente il valore di emissività spettrale ad una determinata lunghezza d'onda, pari ad 1 μm , è pertanto necessario rielaborare i dati ottenuti al variare della temperatura in modo da estenderli ad un più ampio range di lunghezze d'onda. Ciò può essere fatto introducendo due ipotesi:

- il comportamento del provino è libertiano, ossia l'emissività è costante in tutte le direzioni, indipendentemente dalle coordinate angolari;
- il rapporto tra l'emissività spettrale ad una generica lunghezza d'onda e quella alla lunghezza d'onda di 1 μm ricavato dai dati di letteratura [37] è uguale anche nel caso dei provini standard e AM testati, ovvero deve valere la seguente relazione:

$$\frac{\varepsilon_{\lambda}(\lambda)}{\varepsilon_{\lambda}(\lambda=1\mu\text{m})} \Big|_{Lit} = \frac{\varepsilon_{\lambda}(\lambda)}{\varepsilon_{\lambda}(\lambda=1\mu\text{m})} \Big|_{STD/AM} \quad (3.12)$$

Una volta ricavati i valori di emissività spettrale per un ampio intervallo di lunghezze d'onda, è possibile determinare l'emissività globale tramite la seguente equazione:

$$\varepsilon(T) = \frac{\int_0^{\infty} \varepsilon_{\lambda}(\lambda) \cdot E_{\lambda,b}(T) d\lambda}{E_b(T)} = \sum_i \varepsilon(\lambda_i) [F_i(\lambda_i T) - (F_{i-1}(\lambda_i T))] \quad (3.13)$$

Dove il parametro F_i , denominato fattore di forma, è dato dal prodotto $\lambda_i \cdot T$. In tabella 3.1, sono presentati diversi valori di F_i al variare di λ_i e della temperatura.

λT	F	λT	F	λT	F	λT	F	λT	F	λT	F
200	0,000000	2200	0,100888	4200	0,516014	6200	0,754140	8500	0,874608	15000	0,969981
400	0,000000	2400	0,140256	4400	0,548796	6400	0,769234	9000	0,890029	16000	0,973814
600	0,000000	2600	0,183120	4600	0,579280	6600	0,783199	9500	0,903085	18000	0,980860
800	0,000016	2800	0,227897	4800	0,607559	6800	0,796129	10000	0,914199	20000	0,985602
1000	0,000321	3000	0,273232	5000	0,633747	7000	0,808109	10500	0,923710	25000	0,992215
1200	0,002134	3200	0,318102	5200	0,658970	7200	0,819217	11000	0,931890	30000	0,995340
1400	0,007790	3400	0,361735	5400	0,680360	7400	0,829527	11500	0,939959	40000	0,997967
1600	0,019718	3600	0,403607	5600	0,701046	7600	0,839102	12000	0,945098	50000	0,998953
1800	0,039341	3800	0,443382	5800	0,720158	7800	0,848005	13000	0,955139	75000	0,999713
2000	0,066728	4000	0,480877	6000	0,737818	8000	0,856288	14000	0,962898	100000	0,999905

Tabella 3.1: valore del fattore di forma in funzione di $\lambda \cdot T$.

Per conoscere i valori del fattore di forma intermedi agli intervalli in tabella, è necessaria un'interpolazione mediante una *spline* cubica, come mostrato in figura 3.12:

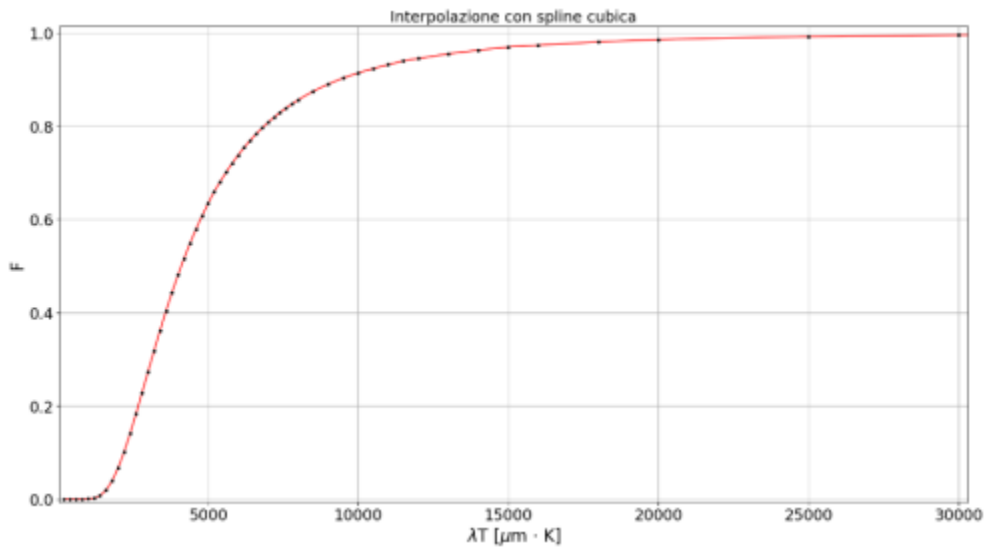


Figura 3.12: interpolazione dei dati tramite una spline cubica.

Il range di lunghezze d'onda considerato per la determinazione dei singoli intervalli $\varepsilon(\lambda_i)[F_i(\lambda_i T) - (F_{i-1}(\lambda_i T))]$ considera i valori di λ tra 0,4 e 5 μm , che corrisponde all'intervallo di valori presenti in letteratura. Per intervalli al di fuori di questo, si usa

$$\varepsilon_{0,4} = \varepsilon|_{\lambda=0,4\mu\text{m}} \cdot F_{0 \rightarrow 0,4\mu\text{m}} \quad (3.14)$$

in cui $\varepsilon_{0,4}$ rappresenta l'intervallo con lunghezze d'onda inferiori a 0,4 μm , e

$$\varepsilon_5 = \varepsilon|_{\lambda=5\mu m} \cdot (1 - F_{0 \rightarrow 5\mu m}) \quad (3.15)$$

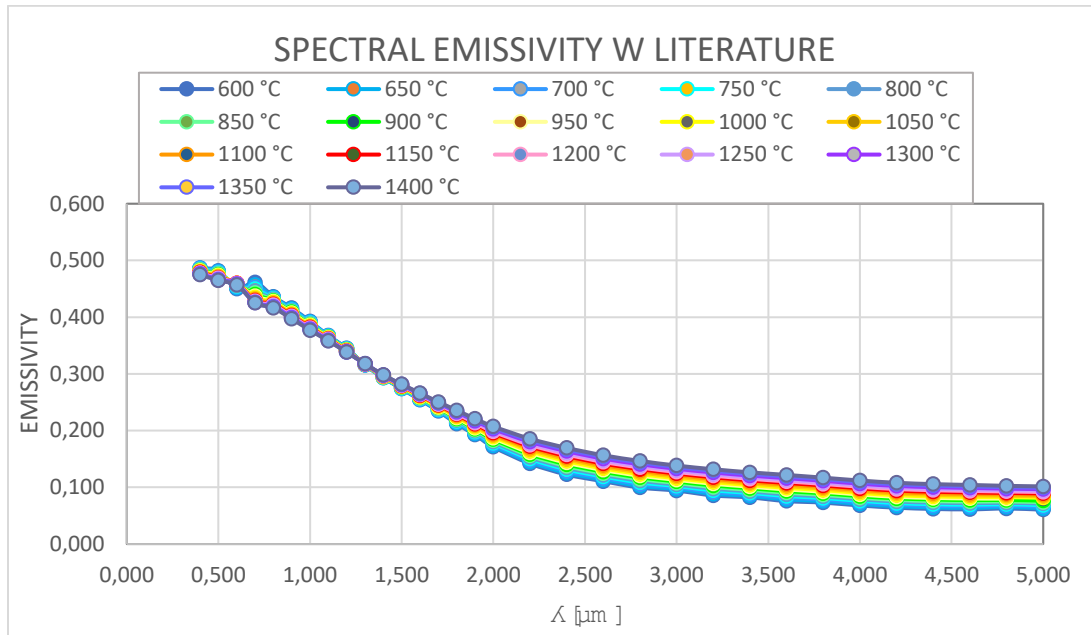


Figura 3.13: Emissività spettrale del Tungsteno standard nell'intervallo 0,4 μm – 5 μm.

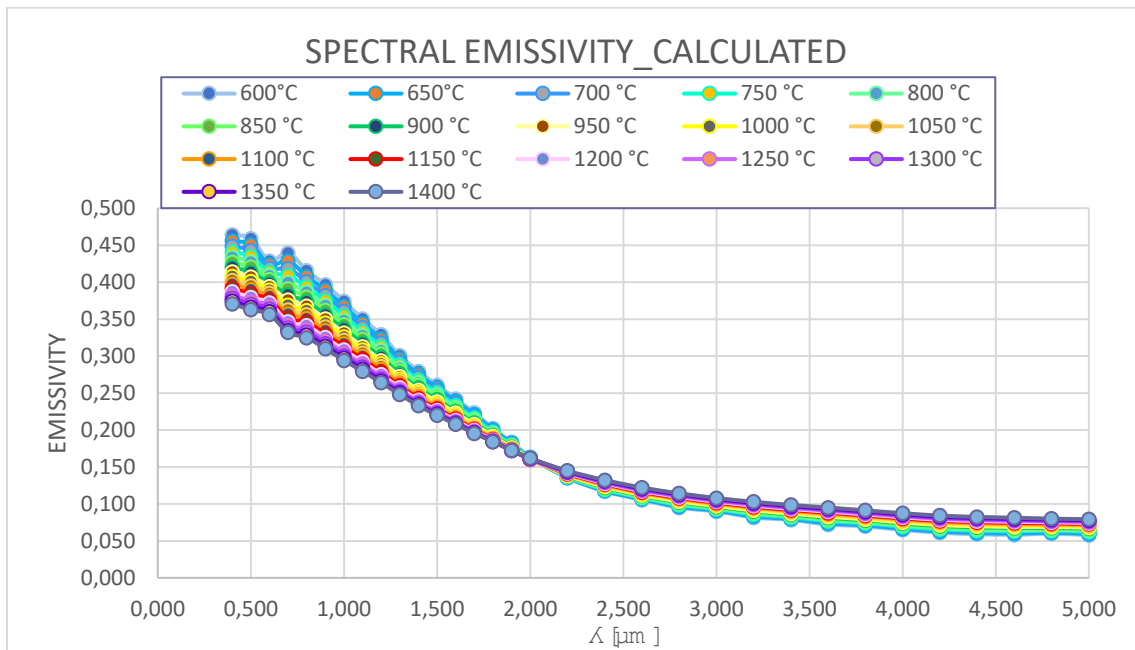


Figura 3.14: emissività spettrale del Tungsteno AM nell'intervallo 0,4 μm -5 μm.

in cui ε_5 indica l'intervallo con lunghezze d'onda superiori a 5 μm. Il contributo delle equazioni 3.14 - 3.15, è giustificato dalle figure 3.12 – 3.13, in cui si è assunto costante il valore di emissività per lunghezze d'onda inferiori a 0,4 μm e superiori a 5 μm.

Le equazioni 3.12–3.15, pertanto, permettono di ricavare l'emissività emisferica globale a partire dall'emissività normale spettrale misurata durante la prova.

3.4.4: Determinazione della conducibilità termica

La stima della conducibilità termica dei provini in Tungsteno testati, viene eseguita mediante l'utilizzo del metodo della funzione di ottima. Questo procedimento è stato sviluppato e perfezionato negli anni ai Laboratori Nazionali di Legnaro e si basa sull'apparato sperimentale descritto in precedenza al paragrafo 3.3.

- Poiché il gradiente termico tra centro e periferia del campione è inversamente proporzionale alla sua conducibilità termica, il metodo utilizzato per la stima di quest'ultima si basa sui dati di temperatura rilevati durante le prove sperimentali. I valori ottenuti, infatti, vengono implementati all'interno di un modello numerico agli elementi finiti: è importante calibrare questo modello nel modo più accurato possibile, riducendo al minimo le approssimazioni rispetto alla realtà.

Il grafico 3.1, riporta un esempio di andamento di temperatura misurato al centro e in periferia di un campione di Tungsteno standard:

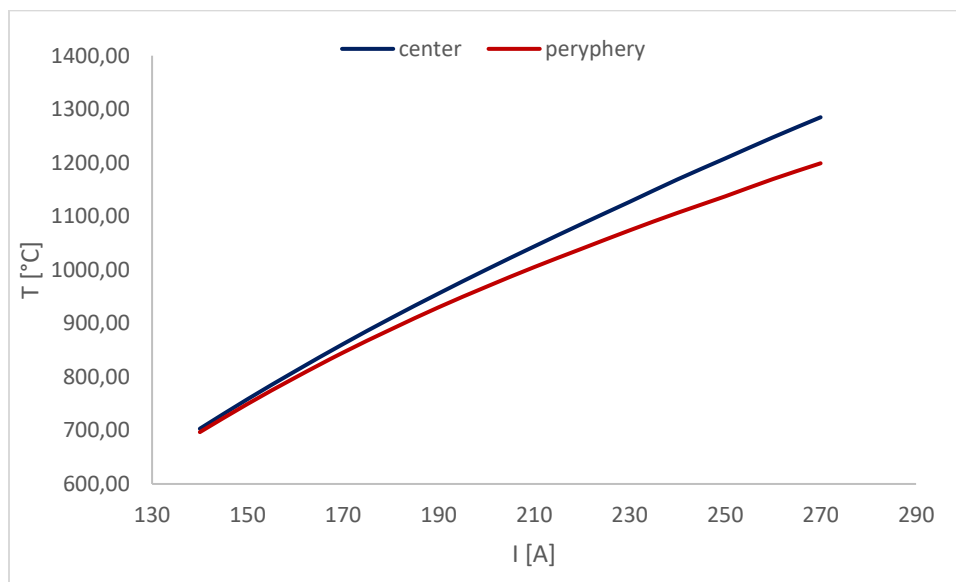


Grafico 3.1: tipico andamento della temperatura al centro e in periferia in funzione della corrente.

In seguito all'acquisizione dei dati di temperatura e all'elaborazione dei valori di emissività spettrale per il calcolo dell'emissività emisferica globale, si passa alla fase di modellazione numerica: a tal proposito è stato utilizzato il software ANSYS®, in particolare il pacchetto *Mechanical APDL 18.2*. Il modello APDL necessita dei valori sperimentali della temperatura al variare della corrente erogata dall'alimentatore, oltre che di tutti i file CAD degli elementi dell'apparato sperimentale con i file *macro*, relativi ai materiali degli elementi in questione. A questo punto il software, attraverso un processo iterativo, modifica i valori della conducibilità termica del materiale in modo da far corrispondere i valori sperimentali di

temperatura con quelli del modello numerico. Per il problema di ottimizzazione sono necessarie le seguenti variabili:

- *variabili di design*: il loro valore numerico non dipende da altri parametri della simulazione e vengono modificate per ottenere il design ottimale;
- *variabili obiettivo*: dipendono da altri parametri della simulazione e sono quelle che si cerca di ottimizzare;
- *variabili di stato*: i parametri sono vincolati da determinati valori numerici.

In base alle variabili assegnate, il sistema assume diverse configurazioni, in quanto per ogni set di queste viene calcolata una funzione obiettivo. Nel caso specifico delle prove di conducibilità termica, questa funzione è stata definita facendo riferimento al metodo dei minimi quadrati:

$$RQ = \sum_{i=I_{min}}^{I_{max}} (TCS_i - TCN_i)^2 + (TPS_i - TPN_i)^2 \quad (3.16)$$

Dove:

- TCS_i indica i valori sperimentali di temperatura corrispondenti al centro del disco, ad ogni step di corrente;
- TPS_i indica i valori sperimentali di temperatura corrispondenti alla periferia del disco ad ogni step di corrente;
- TCN_i indica i valori di temperatura ottenuti dal modello numerico, corrispondenti al centro del disco ad ogni step di corrente,
- TPN_i indica i valori di temperatura ottenuti dal modello numerico corrispondenti alla periferia del disco, ad ogni step di corrente.

Il valore che più si avvicina a quello reale di conducibilità termica è quello che si ottiene in corrispondenza del valore più basso possibile della funzione obiettivo RQ.

In questo caso la variabile di design corrisponde alla conducibilità termica, la quale può essere espressa in Ansys attraverso un polinomio di secondo grado funzione della temperatura T:

$$\lambda(T) = C_0 + C_1 \cdot T + C_2 \cdot T^2 = \sum_{i=0}^2 C_i \cdot T^i \quad (3.17)$$

Il valore delle costanti $C_0 C_1 C_2$ viene modificato ad ogni step iterativo durante il processo di simulazione, a partire da alcuni valori di inizializzazione di queste costanti inserite nel modello numerico APDL.

Lo schema del processo iterativo seguito dal codice Ansys è illustrato nella figura sottostante:

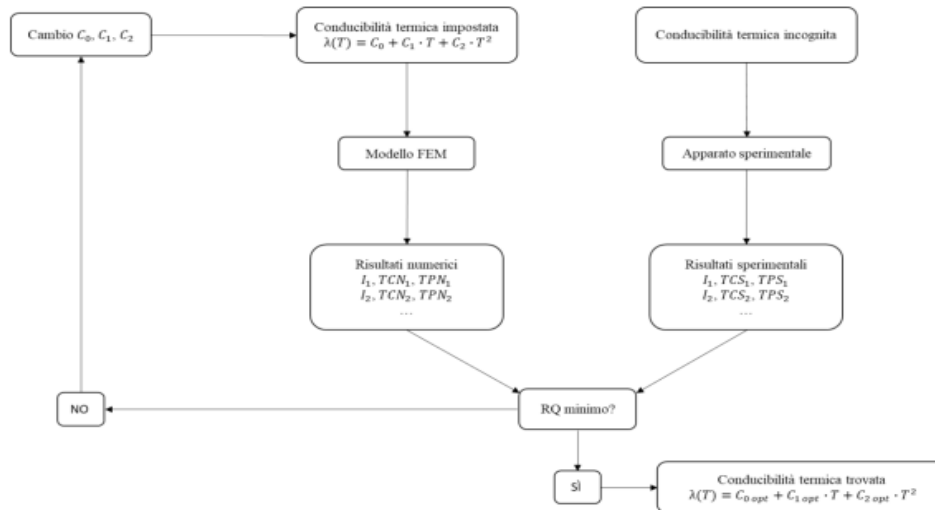


Figura 3.15: schema a blocchi della procedura per la ricerca dei valori di conducibilità termica.

3.4.5: Descrizione del modello numerico

Come spiegato in precedenza, il metodo della funzione di ottimo è di natura semi-empirica, poiché da una parte sono necessari i dati di temperatura ed emissività ricavati ed elaborati dalle prove sperimentali e dall'altra parte, invece, è necessario un modello numerico APDL per determinare la conducibilità termica.

Il modello numerico implementato in Ansys è in grado di riprodurre fedelmente il funzionamento dell'apparato sperimentale utilizzato e si tratta di un processo ben consolidato presso l'INFN di Legnaro, con il quale sono già stati testati diversi altri metalli refrattari e carburi [40-46].

Una simulazione agli elementi finiti necessita innanzitutto di un modello 3D che rappresenti fedelmente i corpi e le geometrie coinvolte. Un modello CAD ricco di particolari è in grado di riprodurre più fedelmente il sistema reale, tuttavia, i tempi di calcolo richiesti aumentano esponenzialmente. Si è reso quindi necessario semplificare in maniera sensata le geometrie, senza per questo andare ad alterare i risultati numerici.

Nella figura 3.12 si possono vedere, nell'ordine, il modello reale, il modello CAD e quello semplificato per il modello FEM della camera del forno:

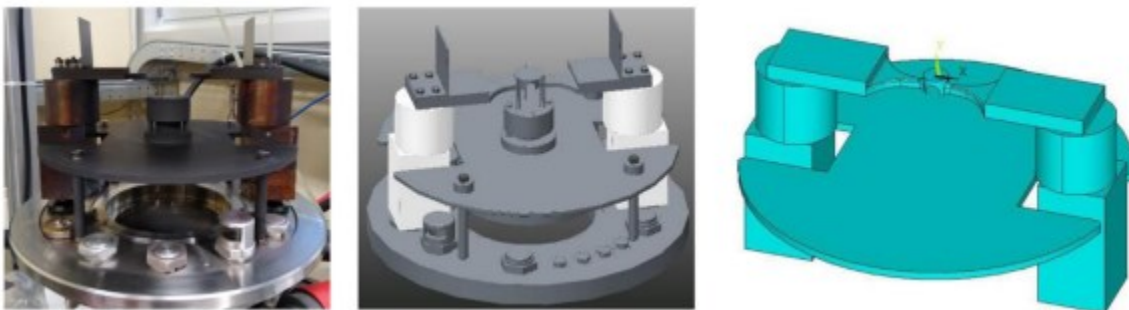


Figura 3.16: rappresentazione, da sinistra, del modello reale, del modello CAD e del modello FEM semplificato del sistema riscaldante.

Una volta definite le geometrie e i volumi, questi sono stati realizzati e salvati in formato IGES, con successiva importazione nell'ambiente di calcolo Ansys. Tramite il comando VGLUE [47] è stata impostata la continuità tra le superfici in contatto. Una volta uniti i volumi, è necessario assegnare ad ogni componente la corretta tipologia di elemento, in modo tale che il programma riceva tutte le caratteristiche che contraddistinguono un determinato volume. Nel modello APDL per la conducibilità termica sono stati assegnati i seguenti elementi:

- SOLID226: descrive le proprietà termoelettriche, quindi viene utilizzato per quegli elementi per i quali è previsto un passaggio di corrente elettrica, come ad esempio il crogiolo in grafite;
- SOLID90: è utilizzato per tutti gli elementi che non sono attraversati da corrente, in quanto l'unica variabile di interesse è la temperatura. [48]

In seguito all'assegnazione del tipo di elemento, si passa alla fase di meshatura di tutti i volumi importati nell'ambiente di simulazione, considerando anche qui di infittire maggiormente la mesh solo dove necessario, per non estendere eccessivamente le tempistiche di calcolo.

Nel caso in esame, pertanto, si è optato per un accurato infittimento della mesh sui bracci del riscaldatore e sul disco, in quanto sono le parti di maggior interesse ai fini dell'analisi.

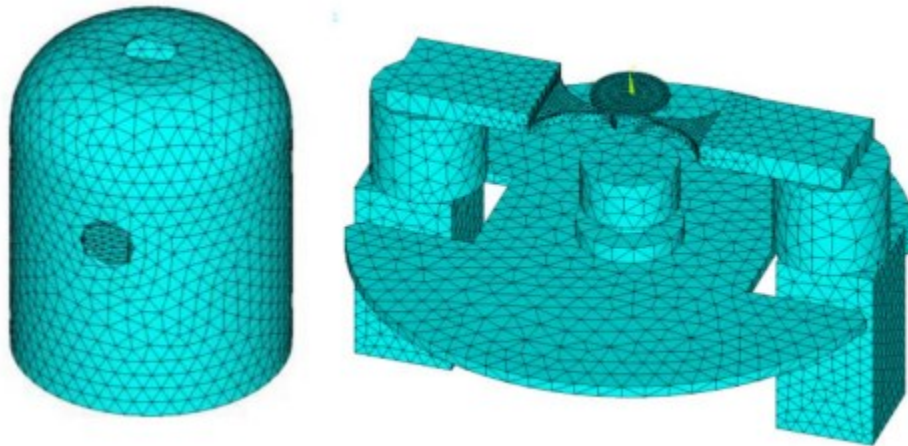


Figura 3.17: mesh dei volumi dei principali elementi che caratterizzano l'apparato sperimentale.

Per l'assegnazione delle proprietà di ciascun materiale assegnato ai diversi elementi, si richiamano tramite il codice APDL i file *macro* specifici per i diversi materiali. La *macro* consente di esprimere le diverse proprietà in funzione della temperatura: nel caso del provino in Tungsteno, pertanto, è importante inserire all'interno del corrispettivo file *macro* i dati di emissività emisferica globale ricavati a partire dall'emissività spettrale misurata dal pirometro durante ciascuna prova.

Per il corretto svolgimento della simulazione, inoltre, è necessario settare delle condizioni al contorno relative al sistema; in questo caso sono state imposte le seguenti:

- temperatura iniziale di tutti i nodi uguale a 20°C;
- superfici della parte esterna della campana mantenute ad una temperatura costante di 18°C;
- temperatura delle superfici interne degli elettrodi mantenuta a 18°C;

- scambio termico per conduzione tra tutte le superfici a contatto;
- scambio termico per irraggiamento tra le superfici interessate da questo fenomeno, dipendente dall'emissività di ciascun materiale presente all'interno delle macro;
- assenza di fenomeni di convezione dato l'alto vuoto;
- passaggio di corrente attraverso gli elettrodi in rame e il riscaldatore, ottenuta impostando una tensione nulla sulla superficie inferiore di un elettrodo e il carico di corrente sulla superficie inferiore dell'altro.

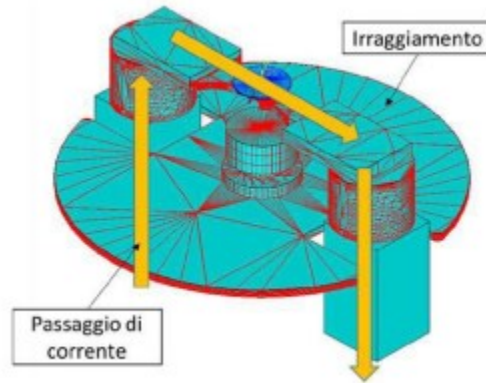


Figura 3.18: condizioni al contorno del modello numerico per la determinazione della conducibilità termica.

3.5: Risultati sperimentali

In questa sezione vengono riportati i risultati ottenuti dalle prove di riscaldamento riguardanti i valori di emissività e di conducibilità termica al variare della temperatura, in un range compreso tra i 600°C e i 1400°C.

3.5.1: Provini in Tungsteno Standard

Con il termine 'standard' (STD), vengono indicati quei provini discoidali ricavati direttamente dal taglio di una barra in Tungsteno [49] con diametro pari a 40 mm. Nella tabella seguente, vengono mostrati i valori di rugosità misurati per questi campioni, tramite l'utilizzo del rugosimetro 'Mitutoyo SJ-210':

	Ra [μm]	Ra [μm]	Ra [μm]	Ra [μm]
	PRE RISCALDAMENTO		POST RISCALDAMENTO	
	LATO A	LATO B	LATO A	LATO B
1_STD	2,226	3,005	2,848	2,494
2_STD	1,440	2,047	1,606	1,674
3_STD	1,629	1,145	1,596	1,218
4_STD	2,432	4,697	2,251	4,442
5_STD	1,393	1,462	1,482	1,383

Tabella 3.2: valori di rugosità superficiale per i provini W_STD torniti, pre e post riscaldamento.

Come si può notare, il trattamento di tornitura post taglio ad elettroerosione ha comportato una certa anisotropia nei valori di rugosità superficiale, in particolare nel caso del provino 4_STD, in cui è stata registrata una differenza importante tra le rugosità delle due facce. I test svolti su questi campioni standard sono stati effettuati con l'obiettivo da un lato di verificare l'attendibilità del modello sperimentale, per poterlo successivamente implementare anche per i dischi in W prodotti tramite Additive Manufacturing e dall'altro per vedere l'eventuale influenza della tornitura sui dati di emissività raccolti.

La rugosità superficiale non ha invece risentito del riscaldamento termico subito dai campioni e del conseguente fenomeno di ricristallizzazione: i valori misurati prima e dopo il riscaldamento sono infatti rimasti pressoché invariati per i rispettivi campioni.

3.5.1.1: Campione 1 STD



Figura 3.19: immagini del campione 1_STD. A sinistra prima del riscaldamento; a destra dopo il riscaldamento.

Il provino 1 STD, in seguito al trattamento di tornitura, è stato il primo ad essere testato; nel corso del primissimo riscaldamento, tuttavia, si sono rilevati dei valori non coerenti di emissività, oltre che della

distribuzione radiale di temperatura. Tutto ciò ha comportato dei risultati non congrui in termini di RQ da parte della simulazione FEM, in quanto i valori di temperatura numerici erano troppo distanti da quelli sperimentali, sia per il centro, che per la periferia del disco. Per cercar di ottenere dei dati più soddisfacenti, il provino è stato quindi sottoposto ad un trattamento di sabbiatura, per mezzo del quale la finitura superficiale è stata uniformata in superficie e i valori di rugosità sono leggermente aumentati (tabella 3.3).

Ra [μm]	Ra [μm]	Ra [μm]	Ra [μm]
LATO A	LATO B	LATO A	LATO B
TORNITURA		SABBIATURA	
2,226	3,005	2,521	3,737

Tabella 3.3: confronto dati di rugosità dopo trattamento di tornitura e di sabbiatura.

In questo modo si sono ottenuti dei dati migliori di emissività, come si può vedere dal grafico 3.2:

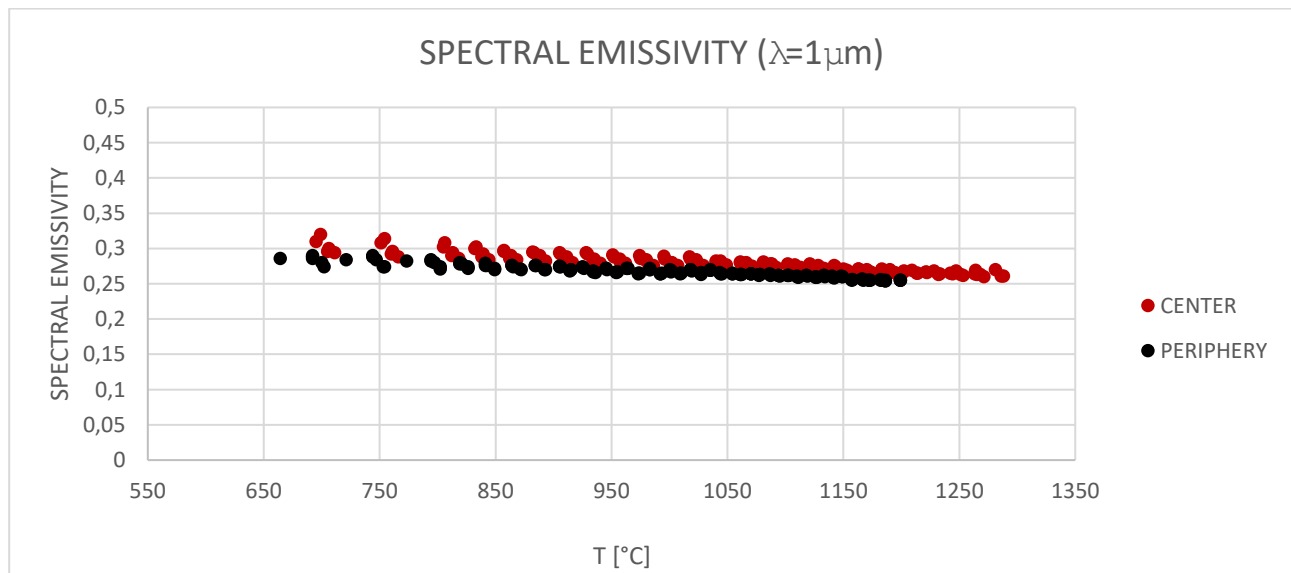


Grafico 3.2: andamento dell'emissività normale spettrale a 1 μm in funzione della temperatura, al centro e in periferia del disco.

I valori di emissività normale spettrale sono molto simili al centro e in periferia del disco, con il tipico andamento decrescente all'aumentare della temperatura per il Tungsteno, per $\lambda = 1\mu\text{m}$.

Dai dati di emissività normale spettrale, si sono poi ricavati i valori di emissività emisferica globale:

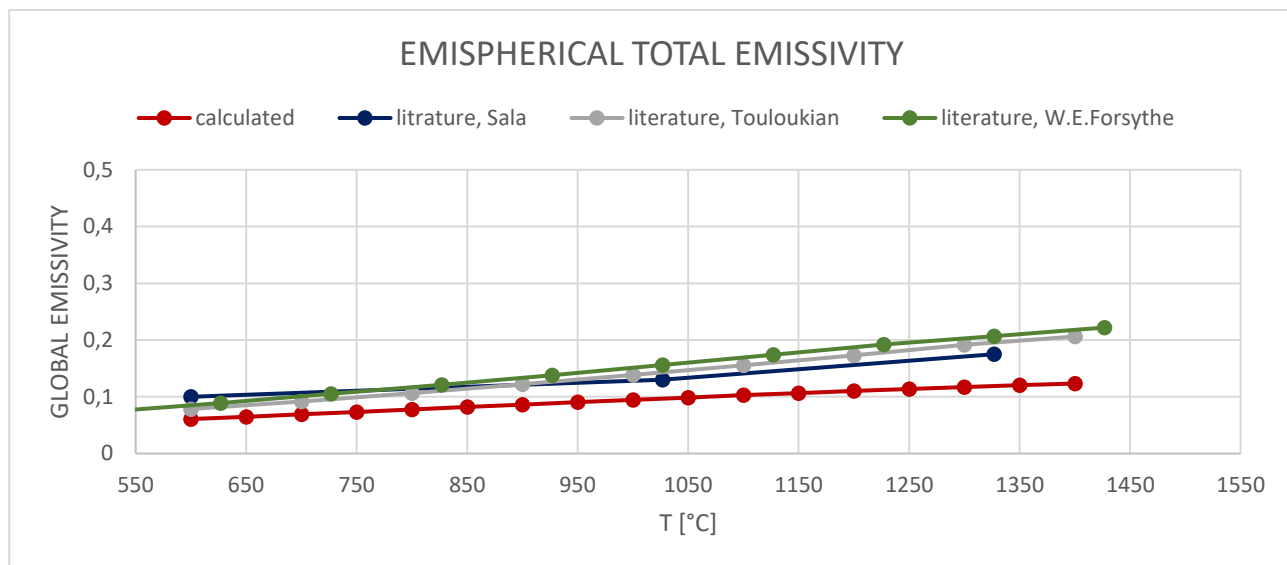


Grafico 3.3: confronto tra emissività emisferica globale del campione 1_STD con i dati di letteratura.

L'andamento evidenziato dal grafico 3.3 è analogo ai dati di letteratura [51], con dei valori leggermente inferiori a parità di temperatura. L'emissività, infatti, non è una proprietà univoca per un dato materiale, ma è influenzata da diversi fattori, tra cui i più importanti sono la finitura superficiale e la rugosità. [52-53].

A questo punto, i valori di emissività globale sono stati inseriti all'interno della macro del Tungsteno per il corrispondente intervallo di temperature ed è stata seguita la procedura descritta al paragrafo 3.4. I grafici successivi riassumono i dati fondamentali ricavati dal modello numerico APDL, ovvero l'andamento della funzione ai minimi quadrati RQ, il confronto tra temperature sperimentali e numeriche per centro e periferia del disco e, la variazione dei coefficienti C0, C1 e C2 della parabola che descrive la conducibilità termica del materiale in funzione della temperatura:

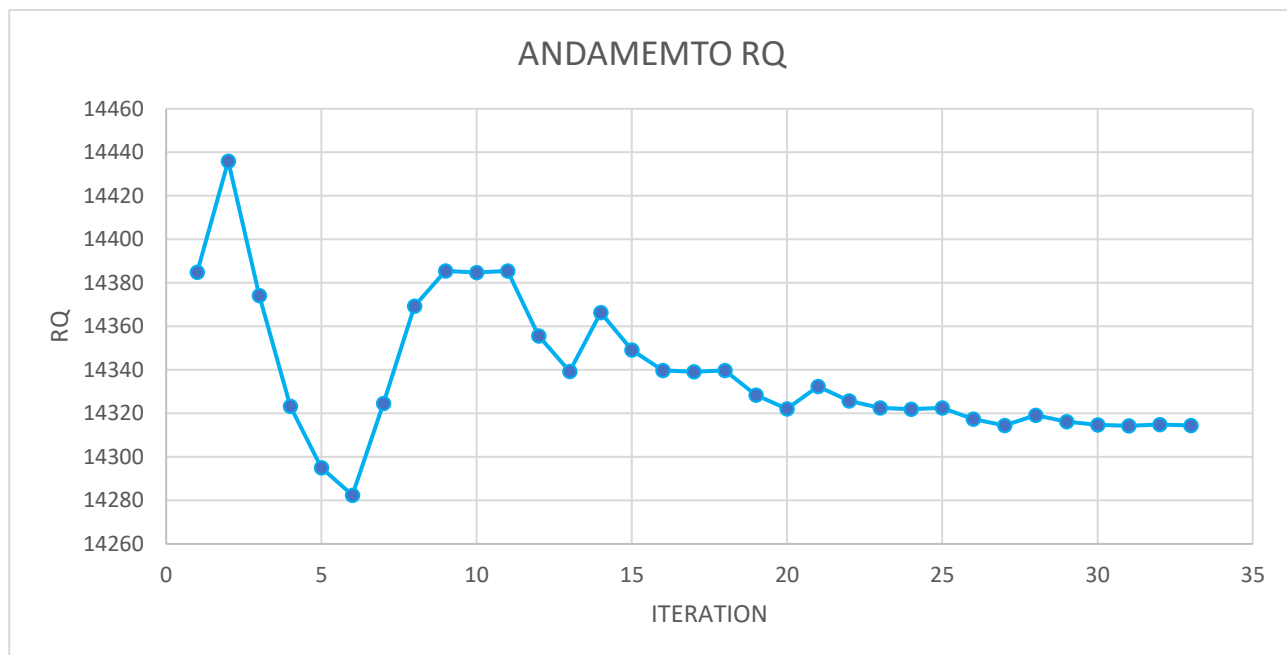


Grafico 3.4: andamento della funzione RQ per il provino 1_STD.

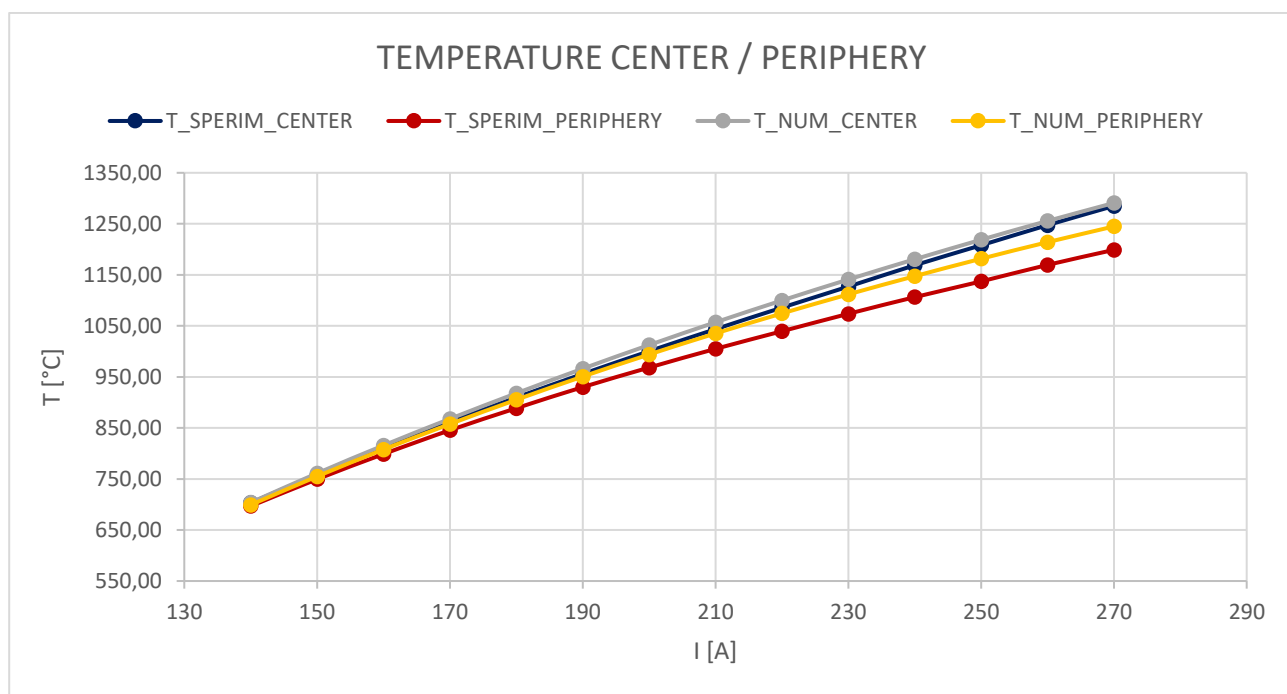


Grafico 3.5: confronto tra temperature sperimentali e numeriche del provino 1_STD.

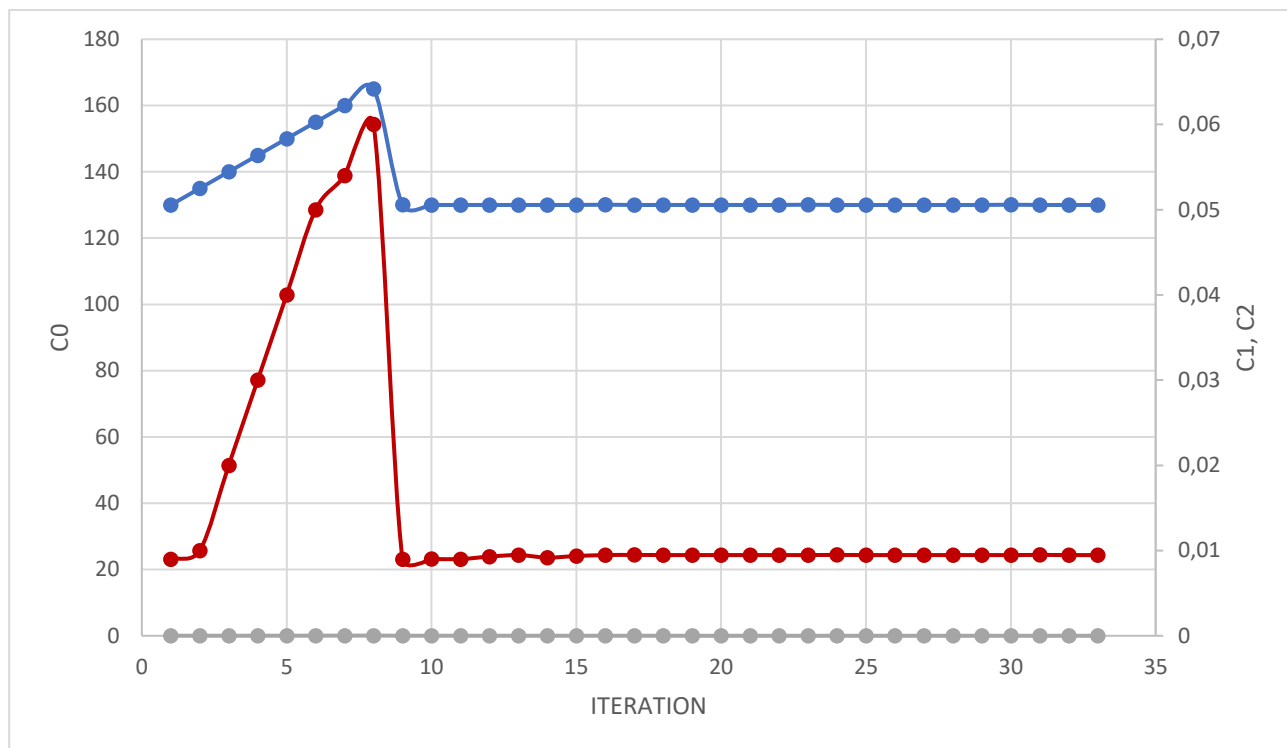


Grafico 3.6: ottimizzazione dei coefficienti per la parabola di conducibilità del campione 1_STD.

Dalla figura 3.19, si vede che le temperature del centro del disco sono molto simili tra modello numerico e sperimentali, mentre vi è una lieve differenza per quelle della periferia, che diventa più marcata all'aumentare della temperatura. I risultati sulla conducibilità termica confermano comunque i valori di letteratura [50]:

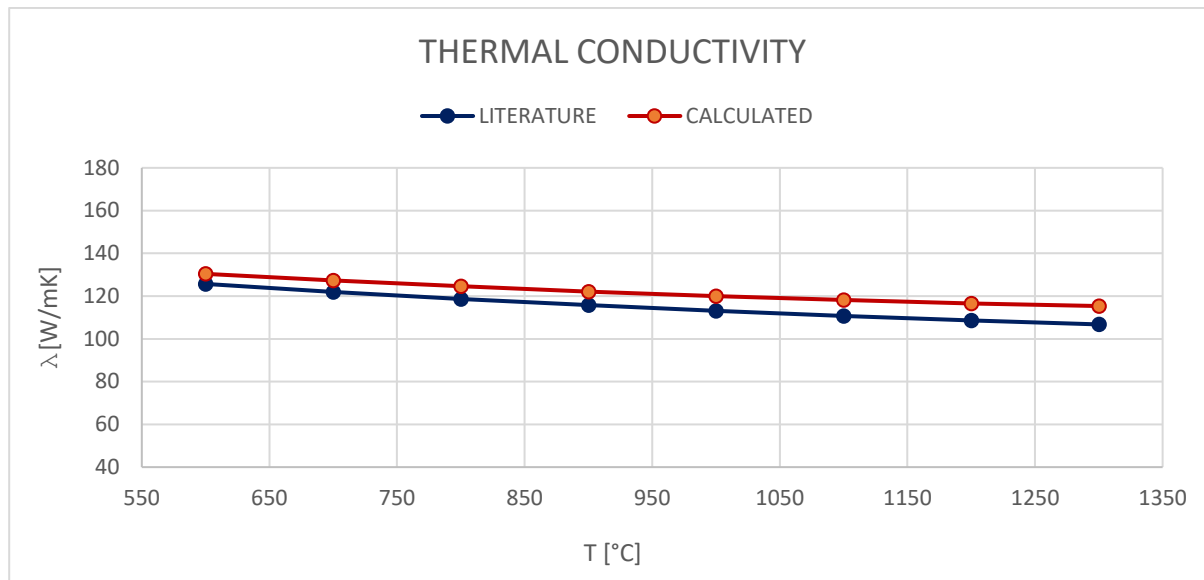


Grafico 3.7: Confronto tra i valori di conducibilità termica di letteratura e del provino 1_STD in funzione di T.

Il valore minimo della funzione ai minimi quadrati RQ trovato è pari a 14282 e il modello ha effettuato in tutto 33 iterazioni. Di seguito sono indicati i valori dei coefficienti C0, C1 e C2 della parabola rappresentante la conducibilità termica in funzione di T ricavati:

C0	C1	C2
155,00	0,05	1,50E-05

Tabella 3.4: Coefficienti di ottimizzazione della parabola di conducibilità termica per il campione 1_STD.

3.5.1.2: Campione 2 STD



Figura 3.20: a sinistra, provino 2_STD pre riscaldamento; a destra, provino 2_STD post riscaldamento.

L'andamento dell'emissività normale spettrale del campione 2 STD è mostrato nel grafico 3.8. In particolare, l'unico trattamento superficiale eseguito su questo provino è stata la tornitura; i valori di emissività al centro e in periferia trovati sono risultati piuttosto simili.

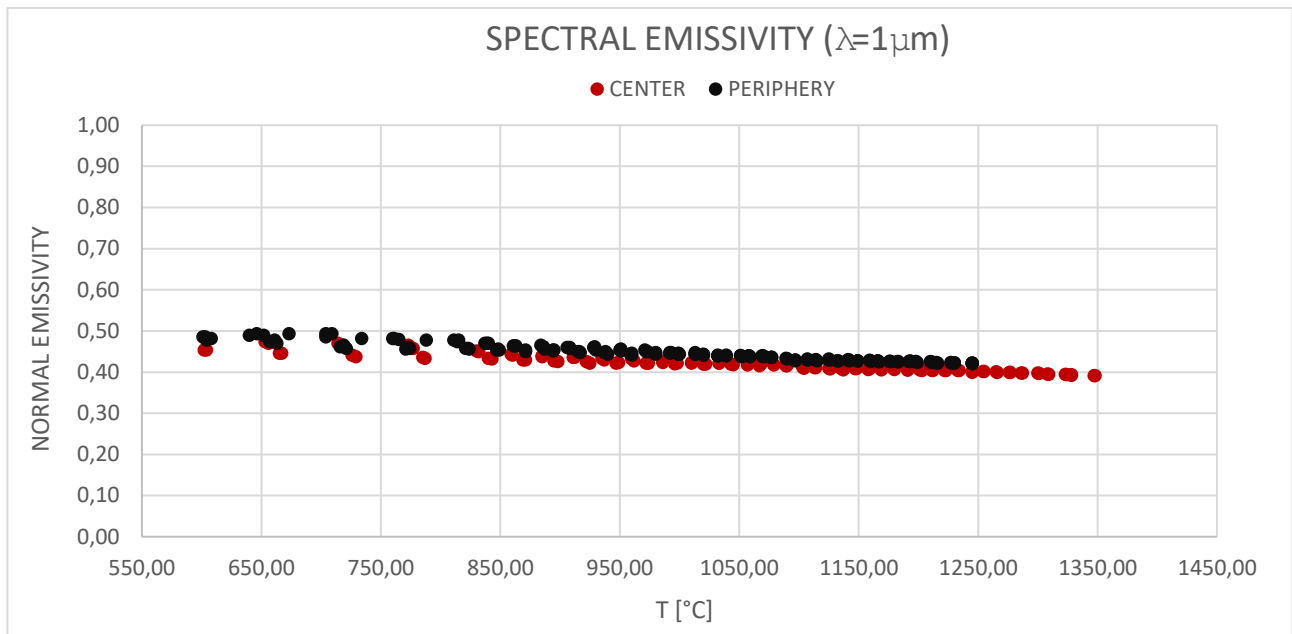


Grafico 3.8: andamento dell'emissività normale spettrale a $1\mu\text{m}$ in funzione della temperatura, al centro e in periferia del disco.

I valori di emissività normale spettrale sono risultati molti simili tra centro e periferia, da questi dati sono stati poi ricavati i valori di emissività globale di questo campione. Il grafico 3.9 evidenzia un andamento crescente di tale proprietà all'aumentare della temperatura e valori affini a quelli di letteratura:

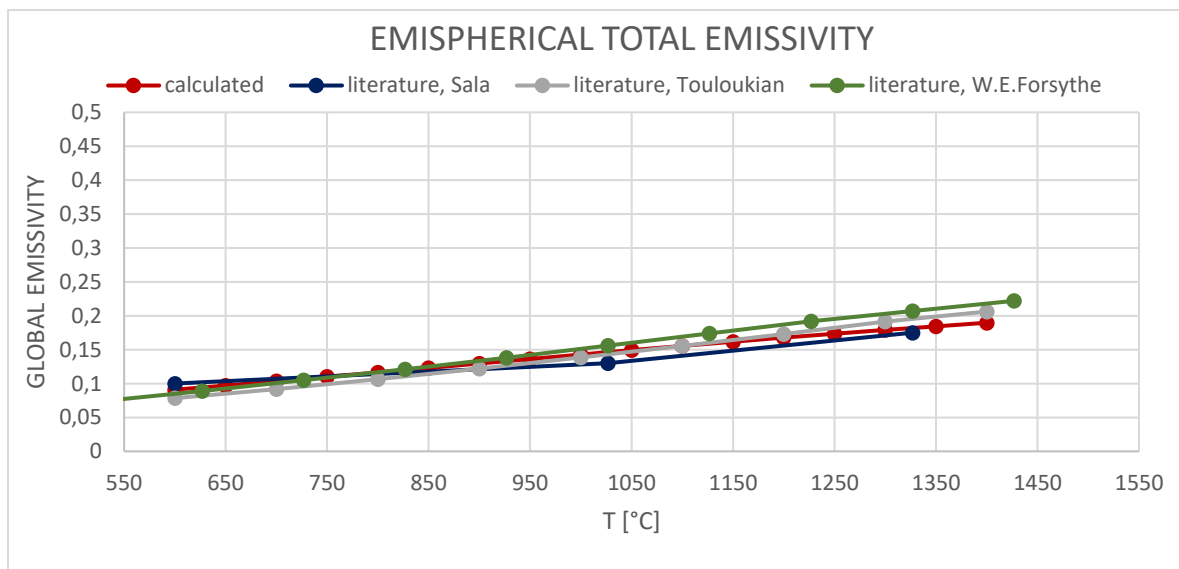


Grafico 3.9: confronto tra emissività emisferica globale del campione 2_STD con i dati di letteratura.

Ripetendo i passaggi descritti per il primo provino, si è effettuata la simulazione numerica in Ansys, i cui risultati sono riportati di seguito:

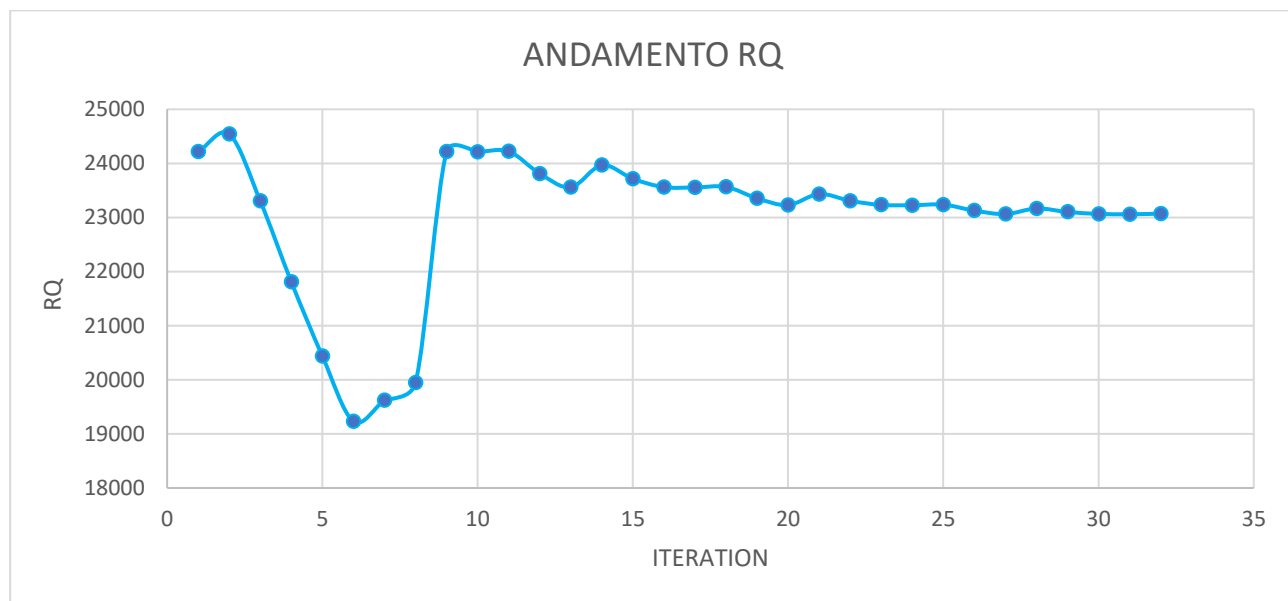


Grafico 3.10: andamento della funzione RQ per il provino 2_STD.

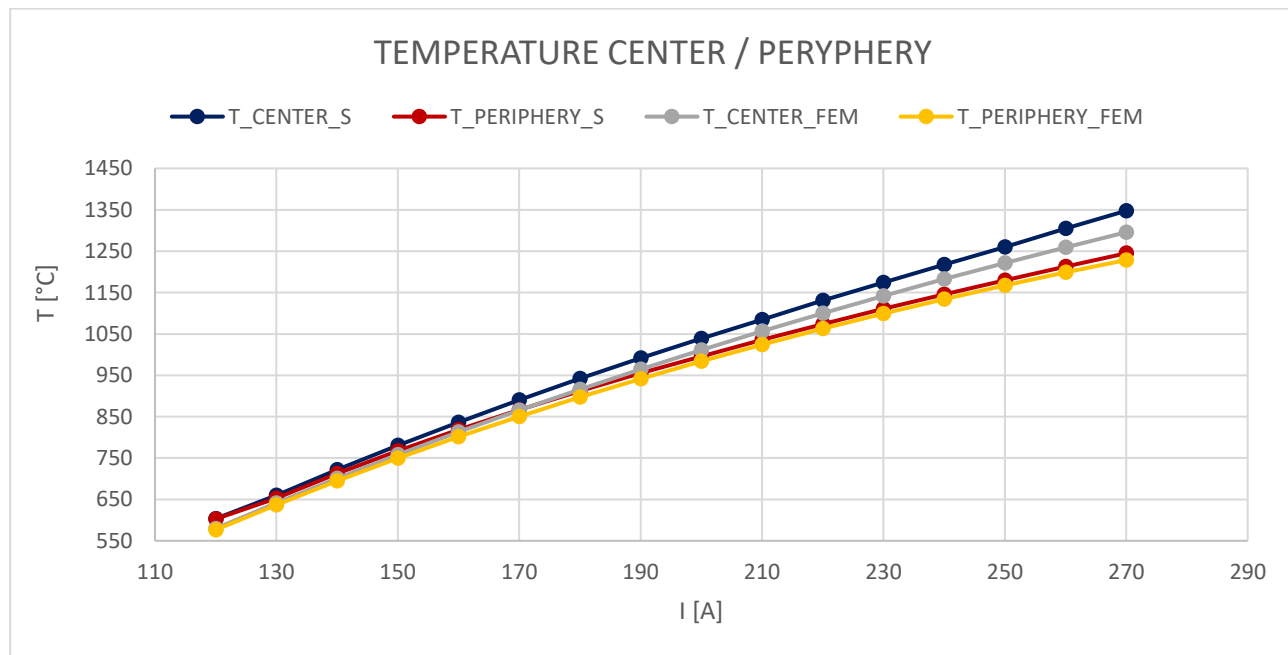


Grafico 3.11: confronto tra temperature sperimentali e numeriche del provino 2_STD.

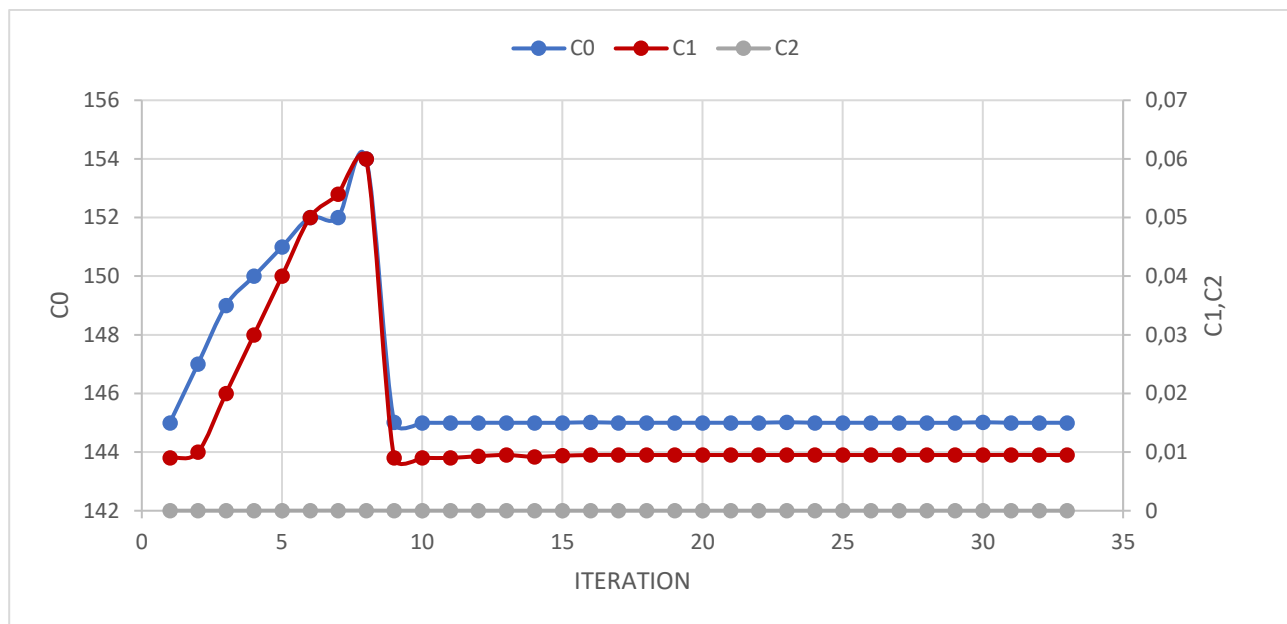


Grafico 3.12: ottimizzazione dei coefficienti per la parabola di conducibilità del campione 2_STD.

Da questi risultati, è stata ottenuta la conducibilità termica in funzione della temperatura per il provino 2 STD, che ha mostrato valori molto simili a quelli di letteratura.

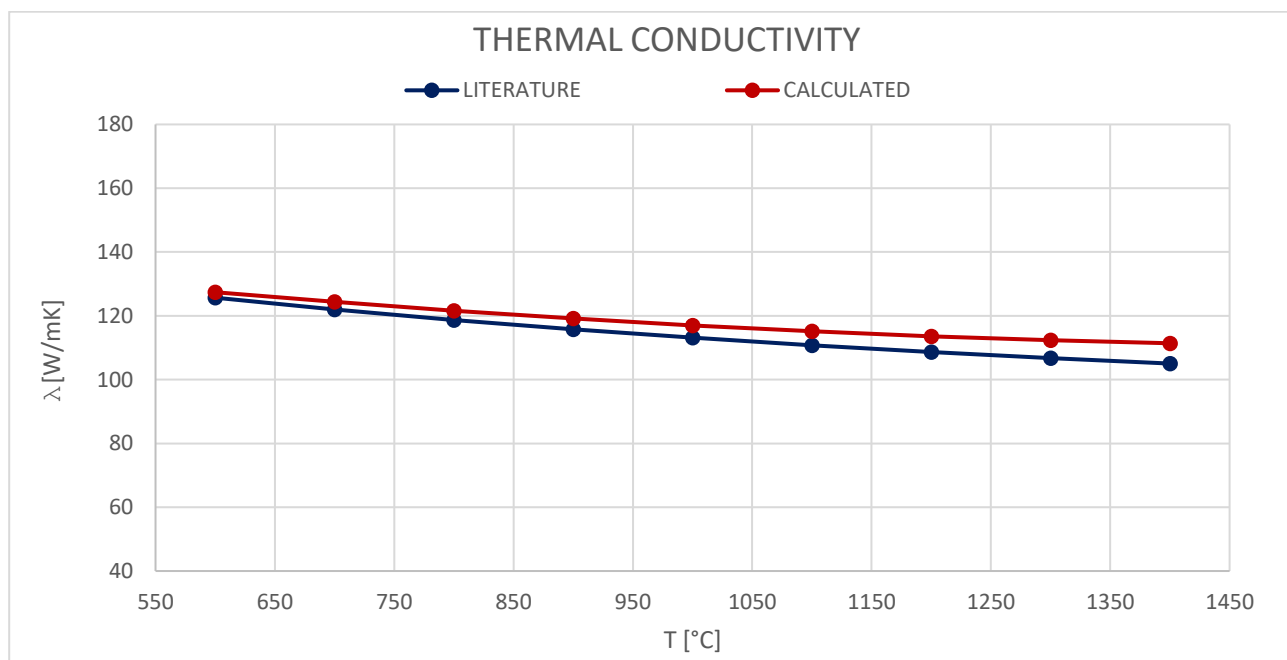


Grafico 3.13: Confronto tra i valori di conducibilità termica di letteratura e del provino 2_STD in funzione di T.

La prova si è conclusa con 32 iterazioni e il valore più basso di RQ è stato di 19234, con i coefficienti della parabola che hanno assunto i seguenti valori:

C0	C1	C2
152,00	0,05	1,50E-05

Tabella 3.5: Coefficienti di ottimizzazione della parabola di conducibilità termica per il campione 2_STD.

Anche qui, i valori di rugosità registrati dopo la prova sono risultati molto simili a quelli iniziali.

3.5.1.3: PROVINO 3 STD



Figura 3.21: a sinistra, provino 3_STD pre riscaldamento; a destra, provino 3_STD post riscaldamento.

Per il provino STD 3, l'unico trattamento superficiale eseguito è stato quello di tornitura, che ha portato a valori di rugosità simili al campione 2 STD. I valori di emissività normale spettrale sono riportati nel grafico 3.14:

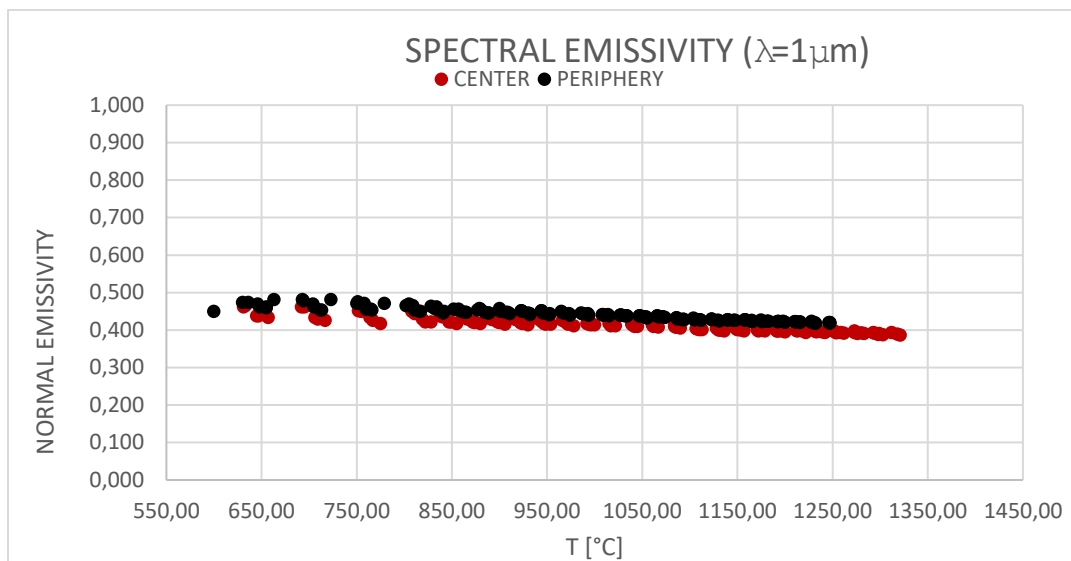


Grafico 3.14: andamento dell'emissività normale spettrale a $1\mu\text{m}$ in funzione della temperatura, al centro e in periferia del disco.

Anche qui, i valori tra centro e periferia sono risultati molto simili, vicini a quelli del campione 2, dato che i valori di rugosità e il trattamento superficiale erano i medesimi.

Il grafico 3.15 mostra i valori di emissività emisferica globale in funzione della temperatura:

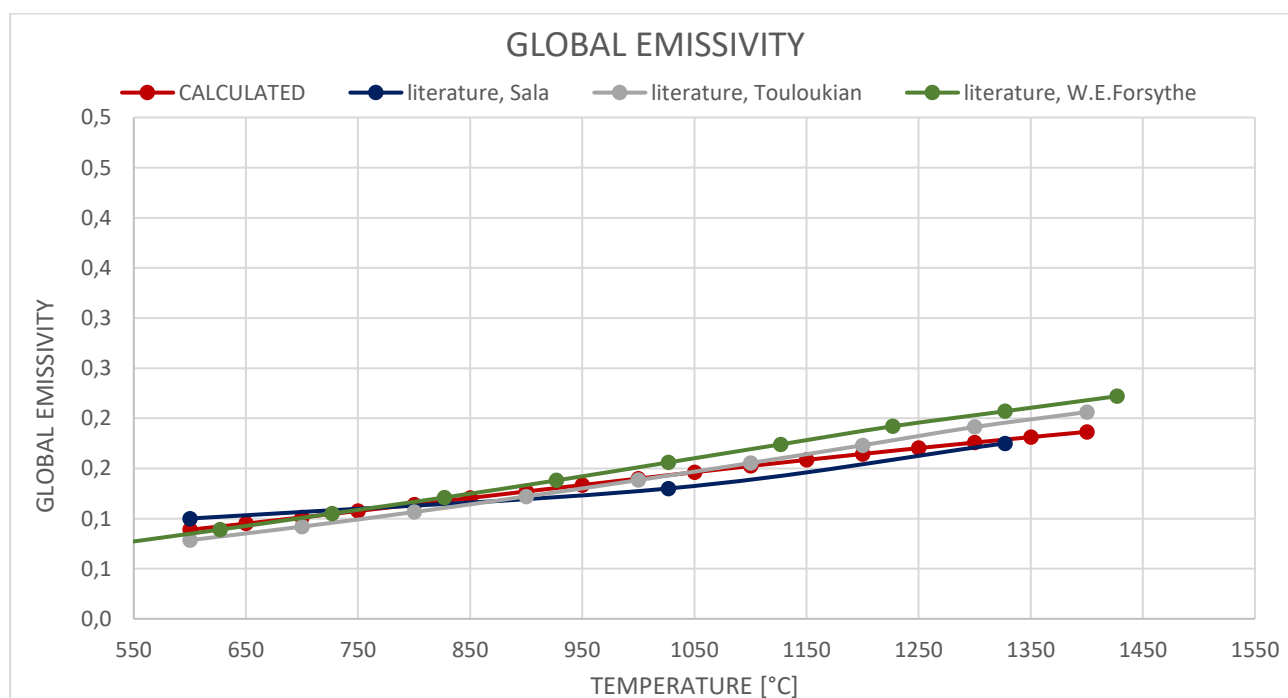


Grafico 3.15: confronto tra emissività emisferica globale del campione 3_STD con i dati di letteratura.

Come si può notare dai dati ricavati, vi è una buona affinità con i valori di letteratura, l'andamento è quello tipico di emissività globale crescente in funzione con la temperatura.

Questi dati, assieme alle temperature sperimentali, sono stati implementati all'interno del modello numerico APDL, che ha fornito i risultati mostrati nei grafici 3.16 – 3.18:

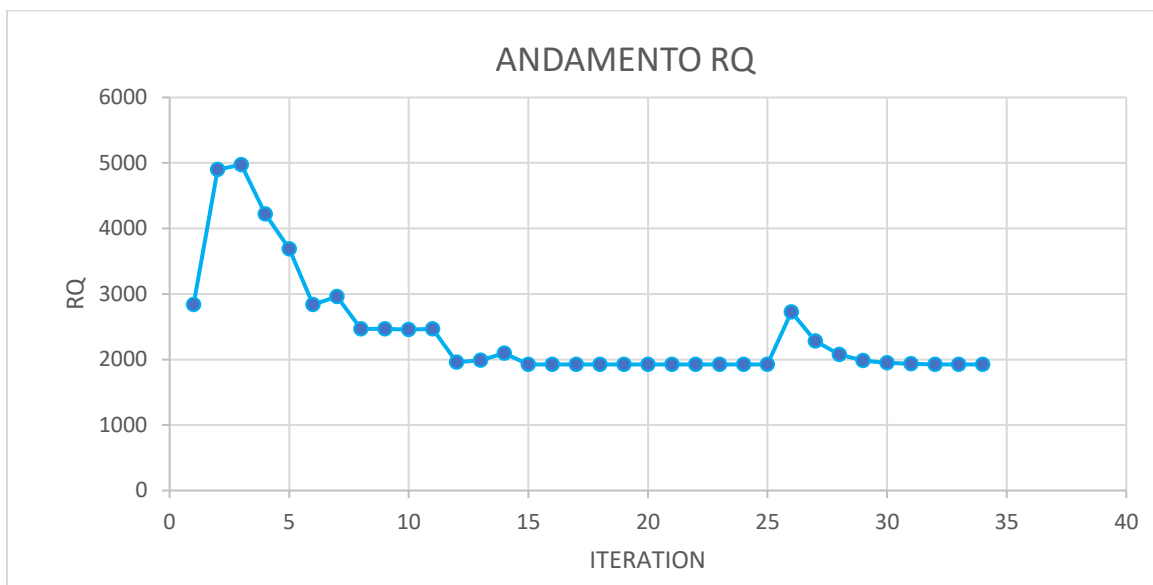


Grafico 3.16: andamento della funzione RQ per il provino 3_STD.

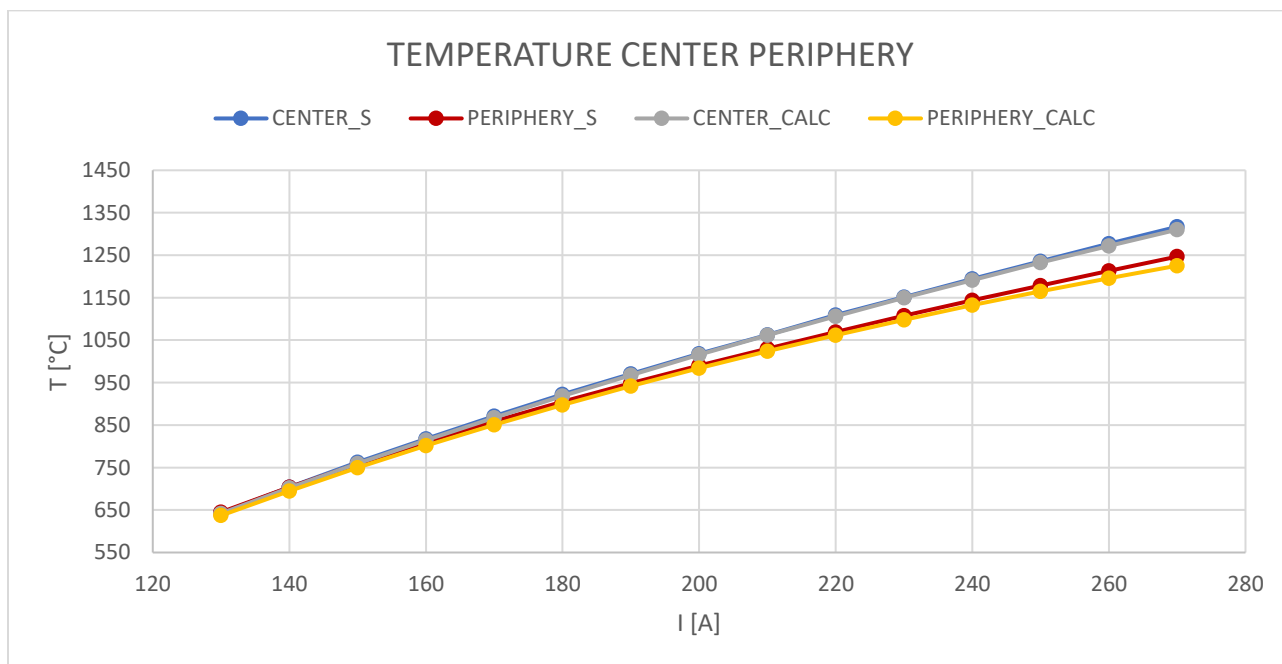


Grafico 3.17: confronto tra temperature sperimentali e numeriche del provino 3_STD.

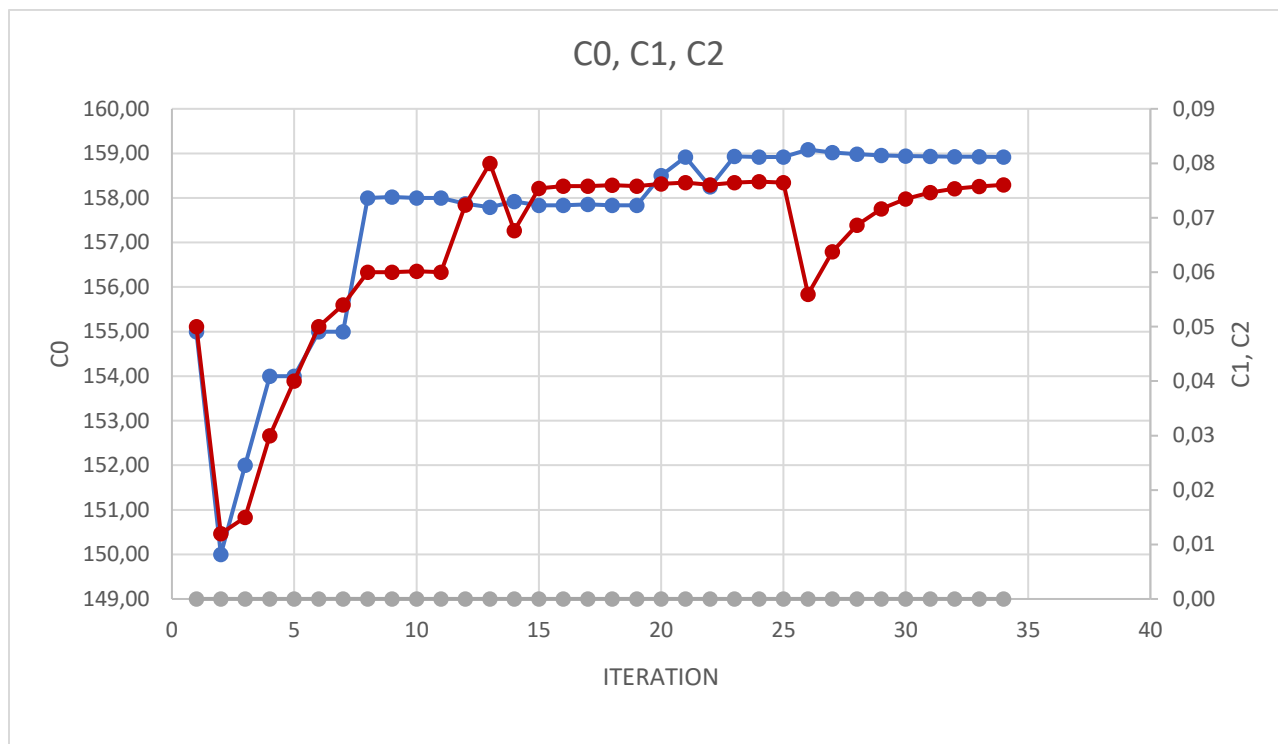


Grafico 3.18: ottimizzazione dei coefficienti per la parabola di conducibilità del campione 3_STD.

Da questi risultati, sono stati ottenuti valori di conducibilità termica in funzione della temperatura leggermente inferiori rispetto a quelli di letteratura:

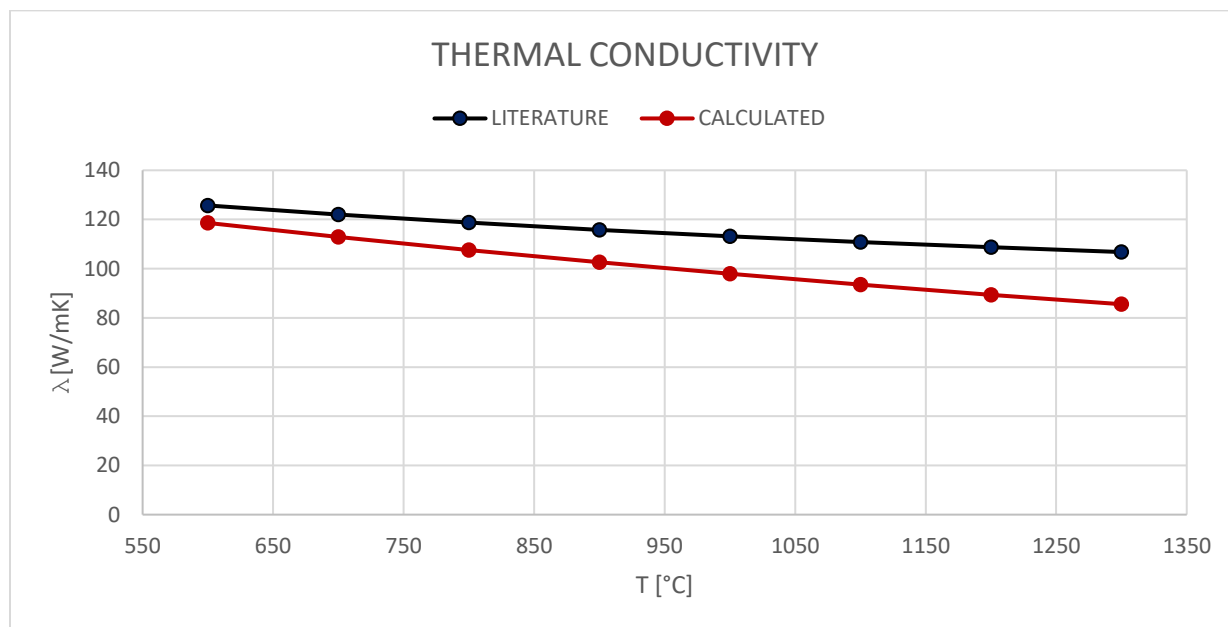


Grafico 3.19: Confronto tra i valori di conducibilità termica di letteratura e del provino 3_STD in funzione di T .

La prova si è conclusa con 34 iterazioni e un RQ minimo di 1924, con i coefficienti di ottimizzazione evidenziati in tabella 3.6:

C0	C1	C2
158,93	0,08	1,54E-05

Tabella 3.6: Coefficienti di ottimizzazione della parabola di conducibilità termica per il campione 3_STD.

3.5.1.4: PROVINO 4 STD

Il quarto provino è stato quello che ha evidenziato i maggiori problemi per quanto riguarda l'implementazione del modello numerico APDL, in quanto affetto da una notevole anisotropia per quanto riguarda la finitura superficiale dopo la tornitura. Questo risulta evidente osservando la figura 3.22:



Figura 3.22: a sinistra, provino 4_STD pre riscaldamento; a destra, provino 4_STD post riscaldamento.

Per quanto riguarda i dati di emissività spettrale ottenuti effettuando le misure sulla superficie più uniforme, si nota dal grafico 3.20 una buona sovrapposizione tra centro e periferia, con i valori in corrispondenza di quest'ultima di poco superiori a quelli dell'interno: questo è dovuto infatti alla maggior rugosità della zona più esterna.

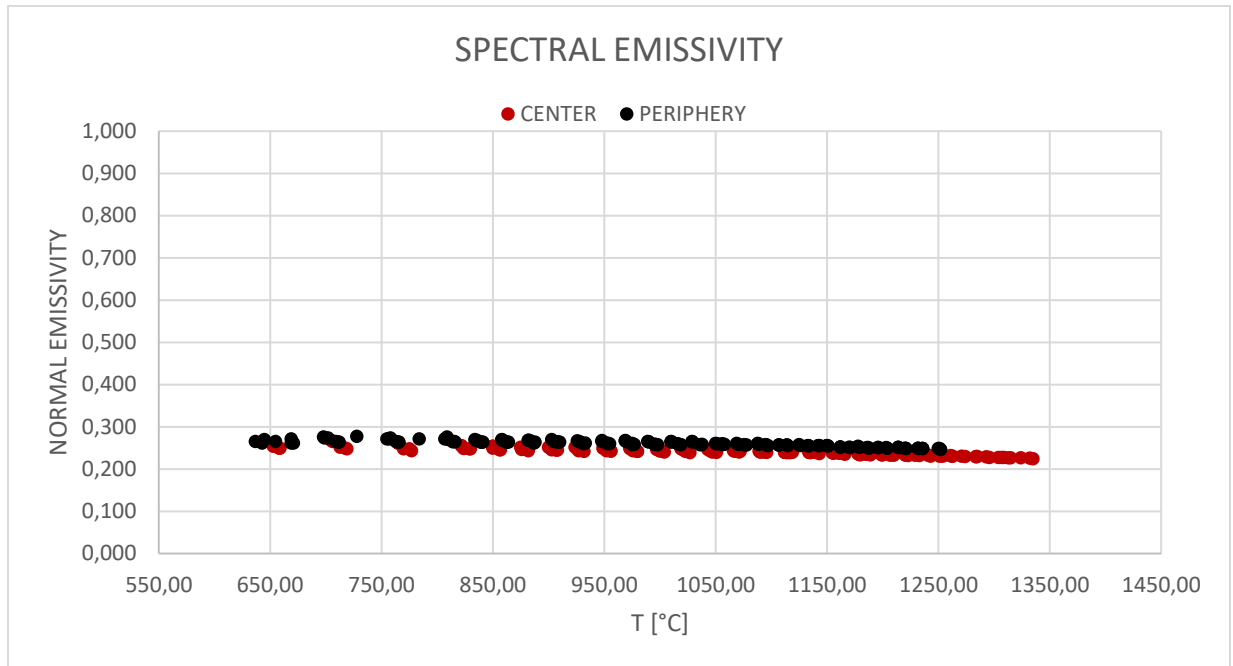


Grafico 3.20: andamento dell'emissività normale spettrale a $1\ \mu\text{m}$ in funzione della temperatura, al centro e in periferia del disco.

Da questi valori è stata poi ottenuta la curva di emissività globale, che ha mostrato un andamento analogo al campione 1 STD, con dei valori inferiori rispetto a quelli di letteratura. In questo caso però l'affidabilità dei dati non è garantita, in quanto come spiegato la finitura superficiale non era ottimale.

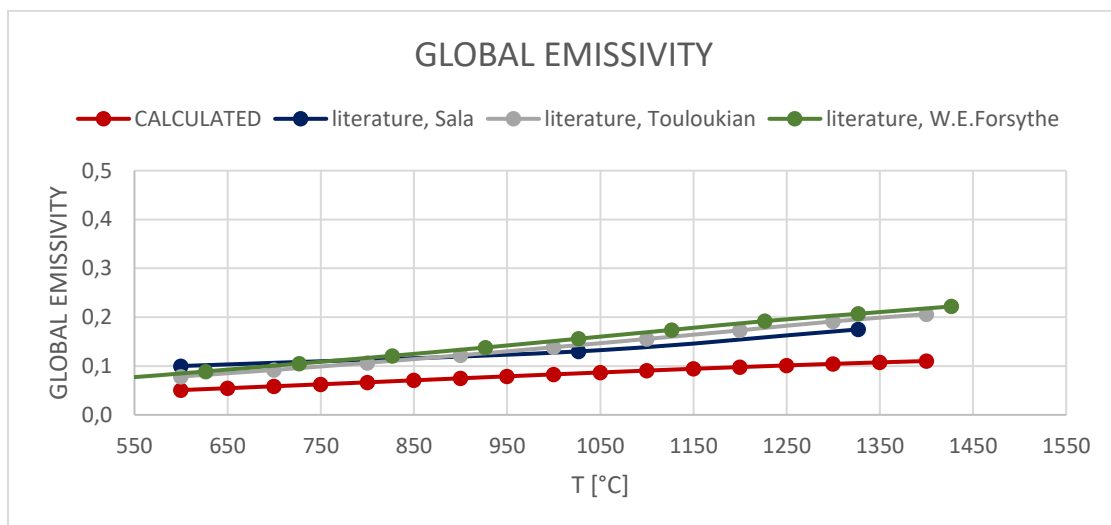


Grafico 3.21: confronto tra emissività emisferica globale del campione 4 STD con i dati di letteratura.

Dal modello FEM eseguito, tuttavia, non si sono ottenuti dei valori soddisfacenti di conducibilità termica, la quale è risultata nettamente inferiore ai dati di letteratura e anche agli altri campioni standard testati (Grafico 3.22):

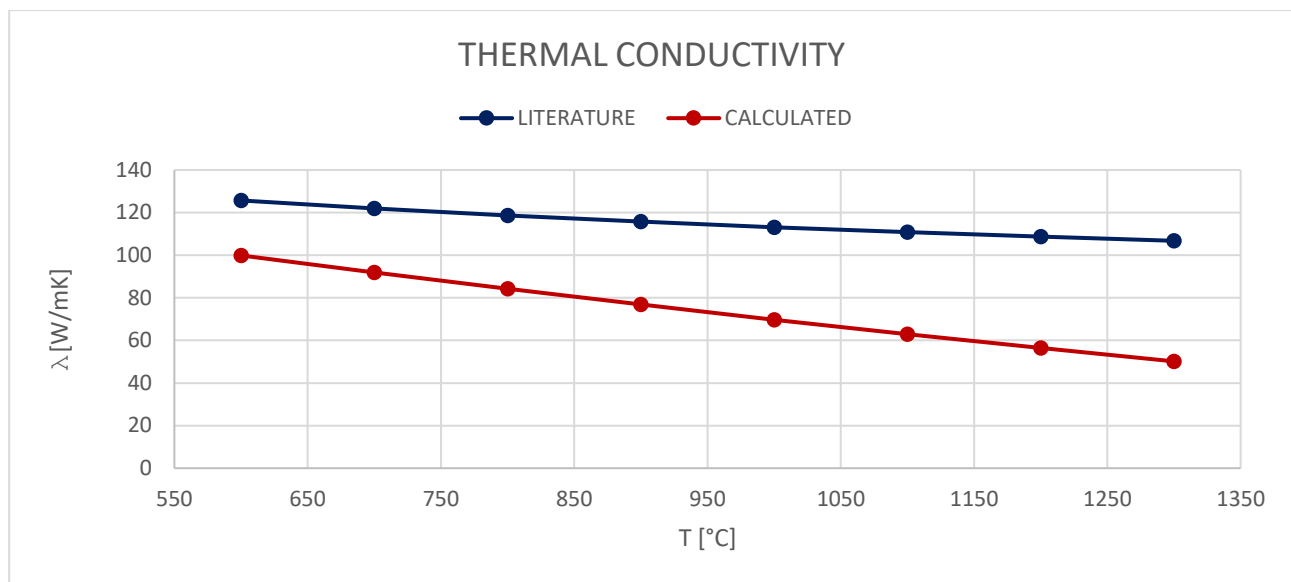


Grafico 3.22: Confronto tra i valori di conducibilità termica di letteratura e del provino 4_STD in funzione di T.

3.5.1.5: PROVINO 5 STD

Il quinto e ultimo provino testato in Tungsteno standard ha mostrato i valori di rugosità più bassi, come mostrato nella tabella 3.1 all'inizio del paragrafo. Inizialmente il pirometro LT non è stato in grado di fornire alcun valore di emissività, in quanto questa era al di sotto del valore minimo dello strumento. Come nel caso del campione 1 STD, pertanto, si è effettuato il trattamento di sabbiatura, con un conseguente miglioramento della finitura superficiale, soprattutto per quanto riguarda l'omogeneità delle asperità superficiali.



Figura 3.23: a sinistra, provino 5_STD pre riscaldamento; a destra, provino 5_STD post riscaldamento.

Dalle misure di rugosità, tuttavia, non sono stati registrati dei cambiamenti nei valori di quest'ultima, ma i dati di emissività normale spettrale e i conseguenti valori di emissività emisferica globale ricavati

sono risultati molto simili a quelli del campione 1 Standard, come atteso vista l'analogia della finitura superficiale.

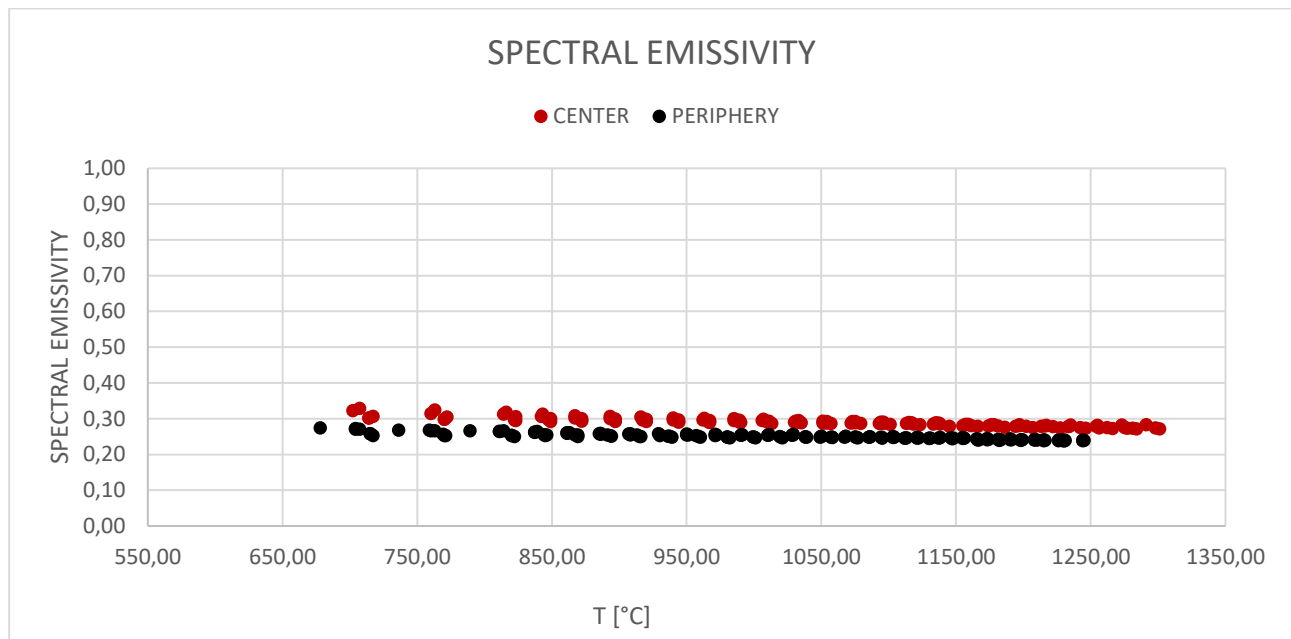


Grafico 3.23: andamento dell'emissività normale spettrale a $1\ \mu\text{m}$ in funzione della temperatura, al centro e in periferia del disco.

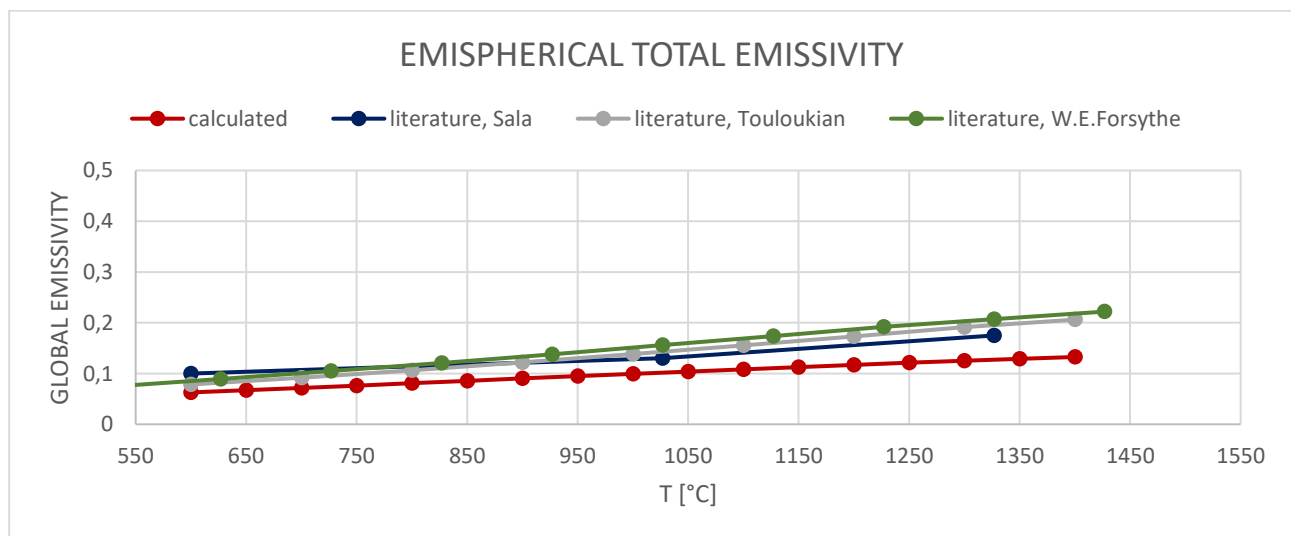


Grafico 3.24: confronto tra emissività emisferica globale del campione 5_STD con i dati di letteratura.

Questi dati sono stati poi importati all'interno del codice Ansys, dal quale sono stati ricavati e confermati i risultati ottenuti in precedenza:

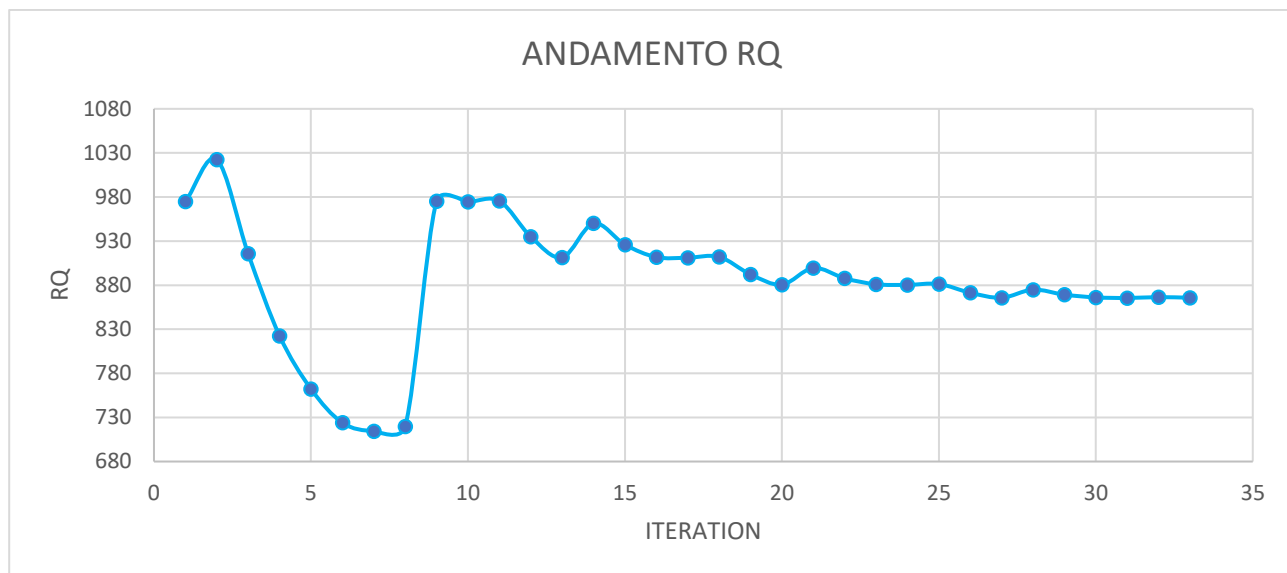


Grafico 3.25: andamento della funzione RQ per il provino 5_STD.

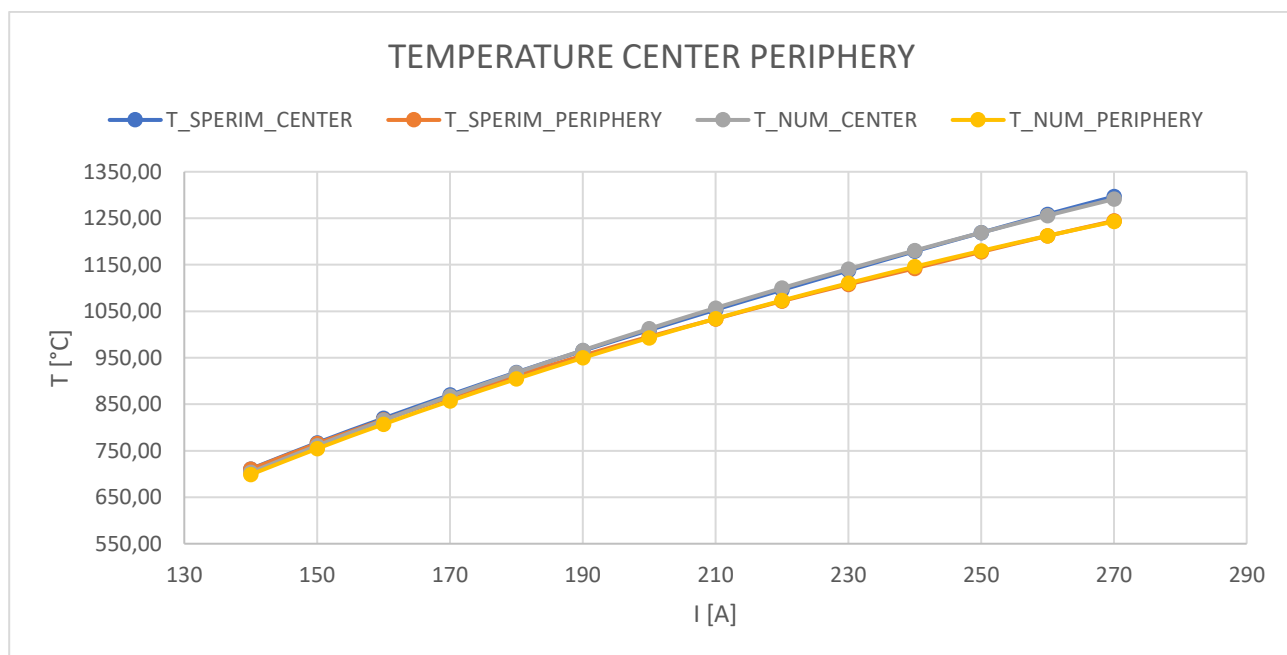


Grafico 3.26: confronto tra temperature sperimentali e numeriche del provino 5_STD.

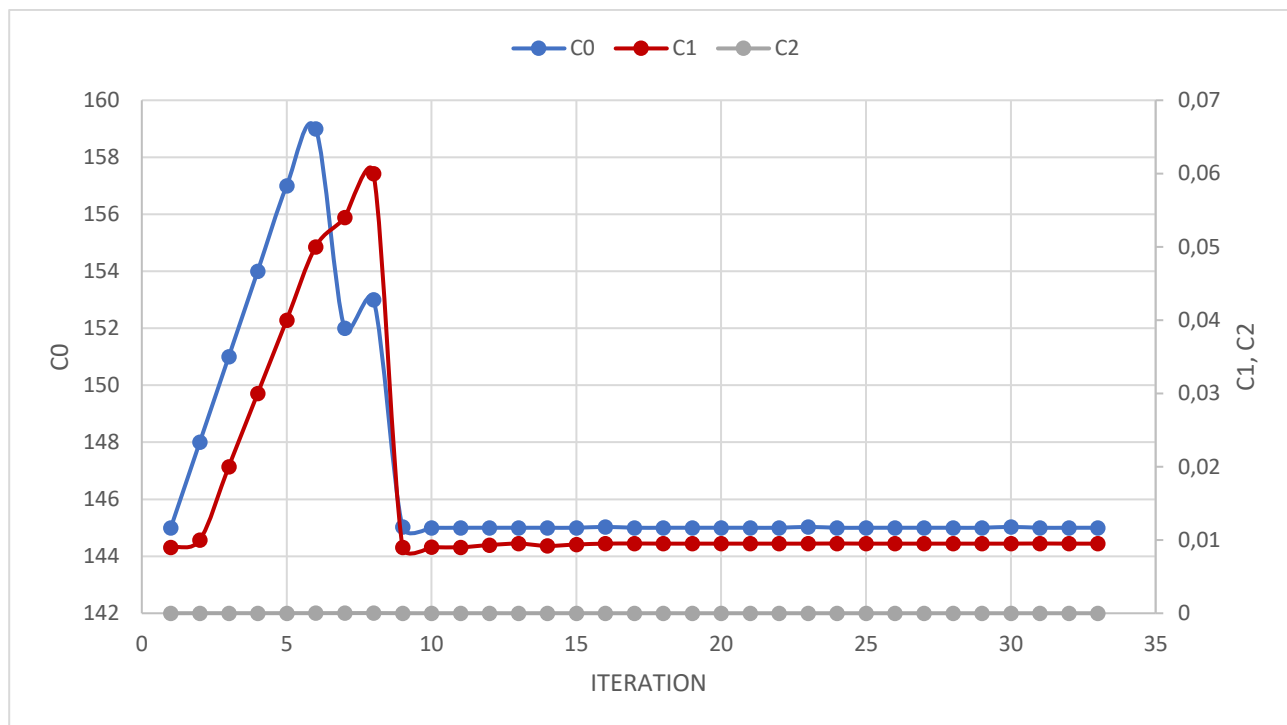


Grafico 3.27: ottimizzazione dei coefficienti per la parabola di conducibilità del campione 5_STD.

I valori numerici e sperimentali di temperatura ottenuti sono perfettamente sovrapposti, in quanto il minimo l'RQ risultante dalla simulazione è di 715. Il modello ha compiuto in totale 33 iterazioni.

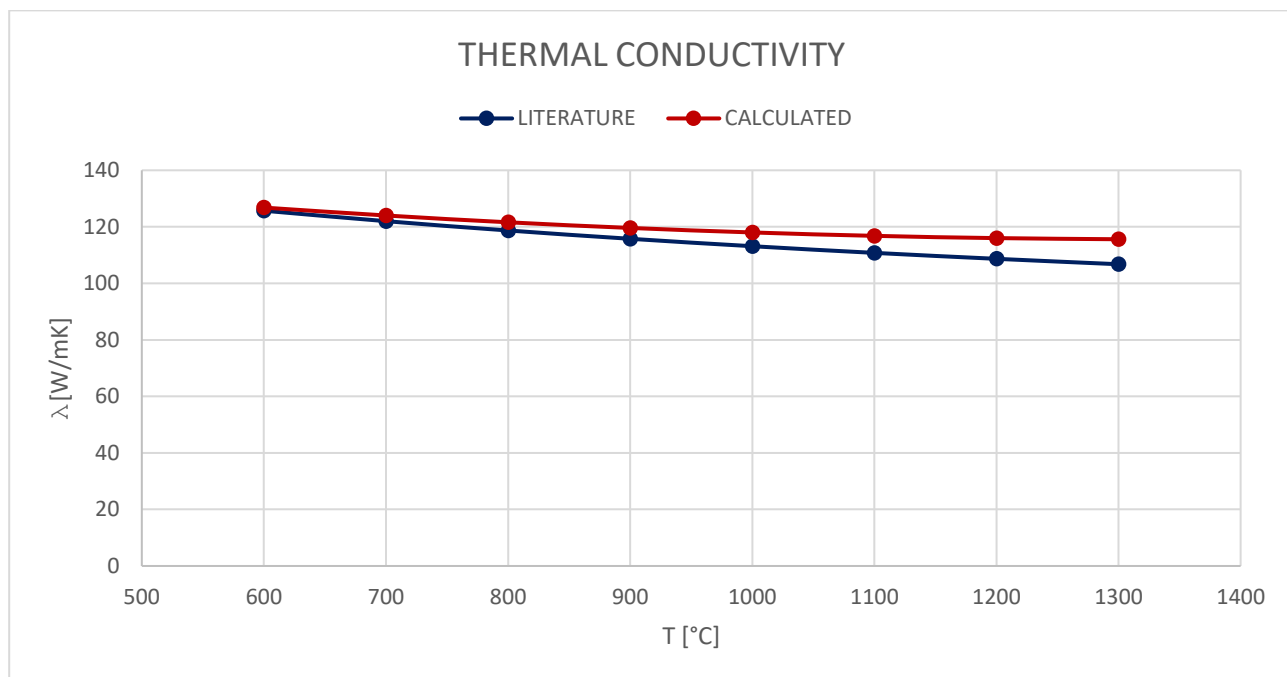


Grafico 3.28: confronto tra i valori di conducibilità termica di letteratura e del provino 5_STD in funzione di T.

Come si nota dal grafico, la conducibilità termica, ottenuta dai coefficienti di tabella 3.7, è risultata molto simile ai dati di letteratura.

C0	C1	C2
152	0,054	2,00E-05

Tabella 3.7: Coefficienti di ottimizzazione della parabola di conducibilità termica per il campione 5_STD.

3.5.2.: Provini in Tungsteno Additive Manufacturing

I provini in Tungsteno AM sono stati prodotti presso i laboratori della sezione di Padova, attraverso la tecnica Laser Powder Bed Fusion descritta al paragrafo 3 del secondo capitolo. In questo lavoro di tesi sono stati caratterizzati termicamente tre dischi stampati orizzontalmente, aventi spessore pari a 1 mm e diametro di 40 mm. In seguito al taglio per elettroerosione, effettuato per separare i pezzi dalla piattaforma in rame di costruzione, non sono state compiute altre lavorazioni superficiali, a differenza dei provini standard.

I valori di rugosità, pertanto, sono risultati molto simili tra loro e sono riassunti nella seguente tabella 3.6:

	Ra [μm]	Ra [μm]	Ra [μm]	Ra [μm]
	PRE RISCALDAMENTO		POST RISCALDAMENTO	
PROVINO	LATO A	LATO B	LATO A	LATO B
1_AM	2,617	2,589	2,590	2,637
2_AM	2,733	2,645	2,636	2,565
3_AM	2,547	2,511	2,528	2,619

Tabella 3.8: valori di rugosità superficiale per i provini W_AM.

Anche in questo caso non si notano particolari variazioni nella rugosità in seguito al riscaldamento.

3.5.2.1: Provino 1 AM

Il primo campione prodotto tramite tecnologia AM, rappresentato in figura 3.24, ha evidenziato valori di emissività normale spettrale intermedi tra quelli ottenuti per i campioni standard trattati con sabbiatura e quelli torniti.



Figura 3.24: a sinistra, provino 1_AM pre riscaldamento; a destra, provino 1_AM post riscaldamento.

I grafici 3.29 e 3.30 evidenziano l'andamento dell'emissività normale a $1\ \mu\text{m}$ e globale rispetto alla temperatura:

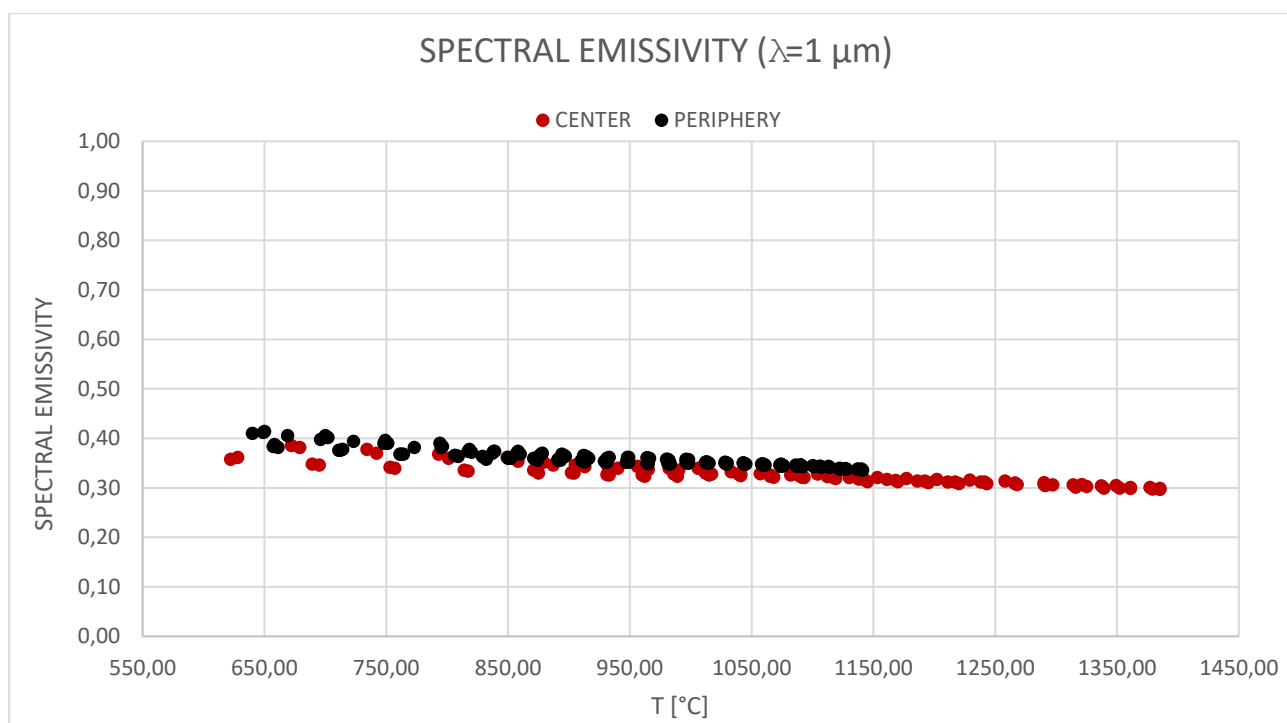


Grafico 3.29: andamento dell'emissività normale spettrale a $1\ \mu\text{m}$ in funzione della temperatura, al centro e in periferia del disco.

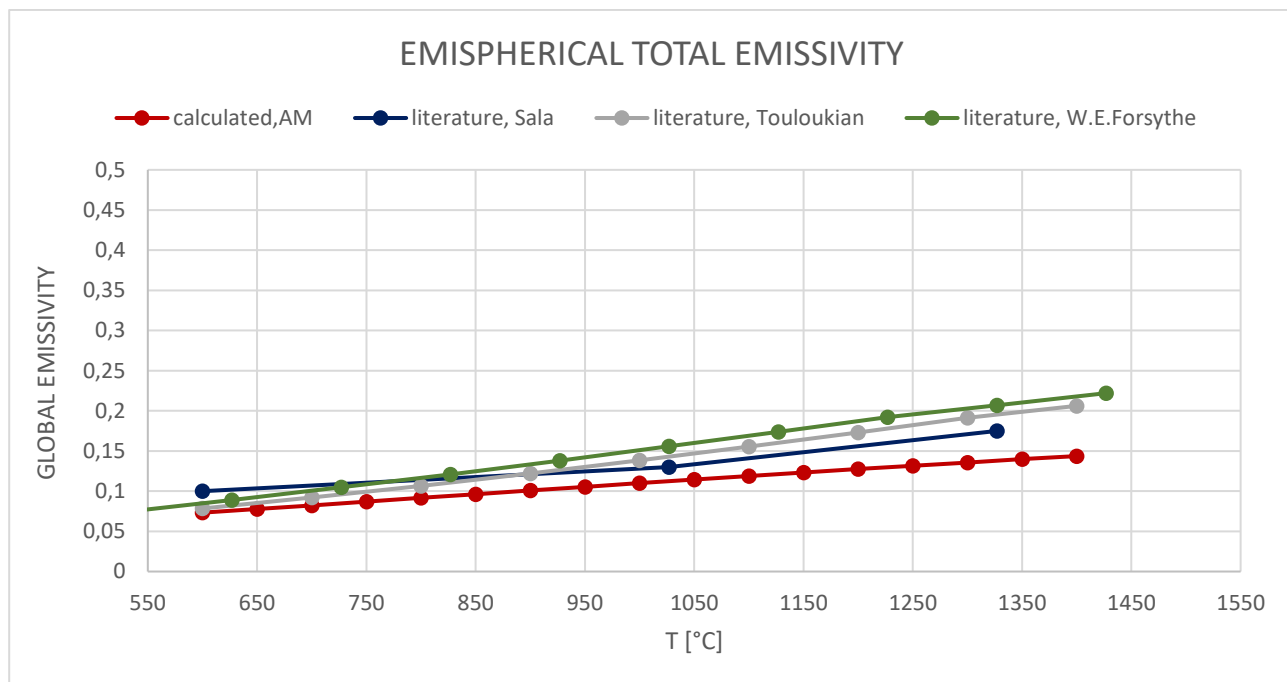


Grafico 3.30: confronto tra emissività emisferica globale del campione 1_AM con i dati di letteratura.

Gli andamenti delle curve sono analoghi a quelli trovati anche nel caso dei campioni standard; i valori di emissività emisferica globale risultano essere più bassi rispetto a quelli di letteratura per il Tungsteno tradizionale.

Per quanto riguarda le temperature sperimentali del centro del disco, queste sono risultate essere superiori rispetto a quelle misurate per i campioni standard a parità di corrente (anche per via del minor spessore di questi provini), mentre per questi provini è apparsa subito evidente la differenza di temperatura tra il centro e la periferia, chiaro segnale di un abbassamento della conducibilità termica del materiale. Questi aspetti sono riassunti nel Grafico 3.31:

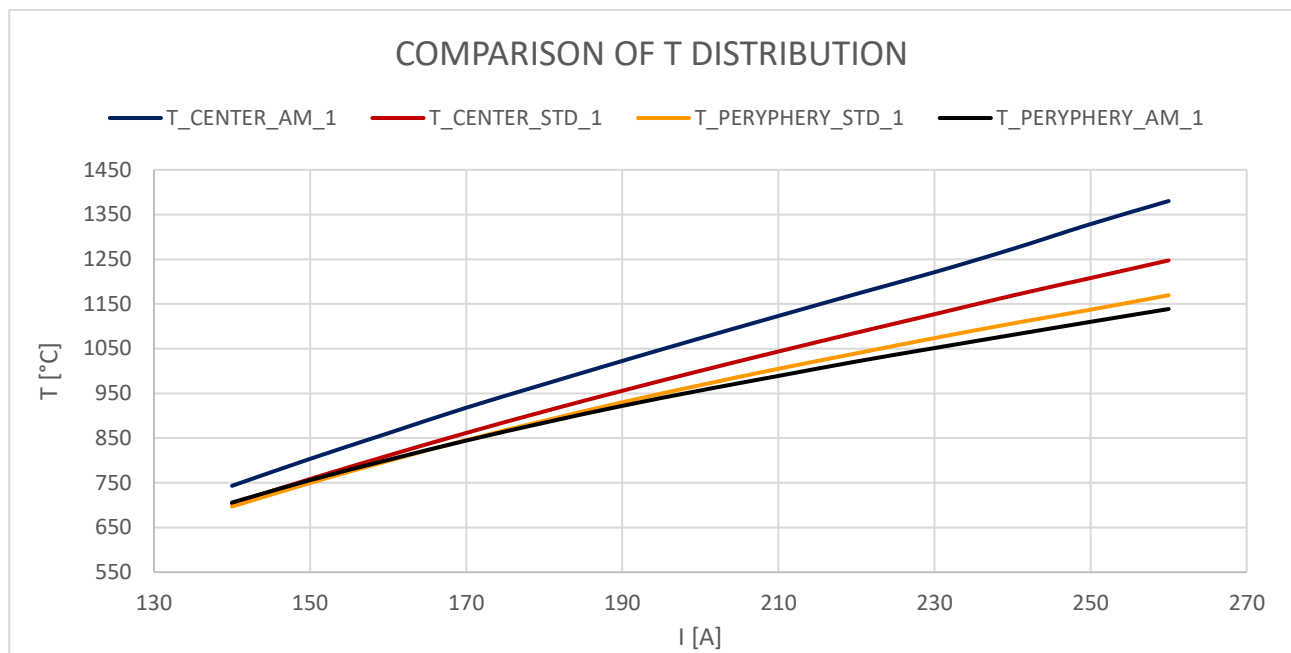


Grafico3.31: confronto tra la distribuzione di temperatura centro-periferia nel caso di provino standard e nel caso di provino AM.

Tenendo conto di questo, è stata svolta la simulazione numerica APDL ripetendo i medesimi passaggi dei campioni standard; nelle successive figure sono riassunti i principali risultati:

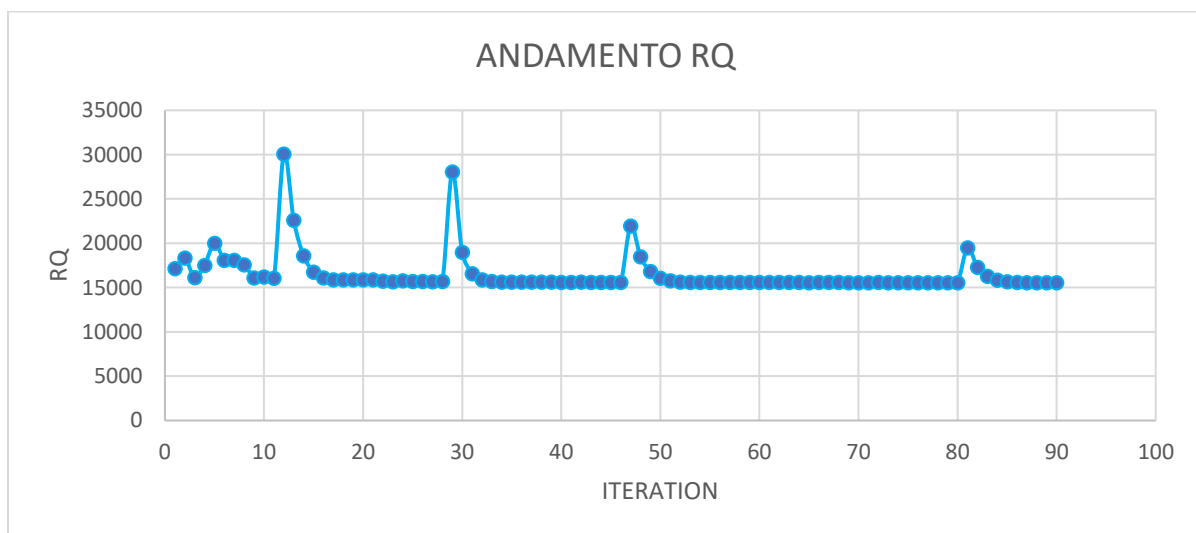


Grafico 3.32: andamento della funzione RQ per il provino 1_AM.

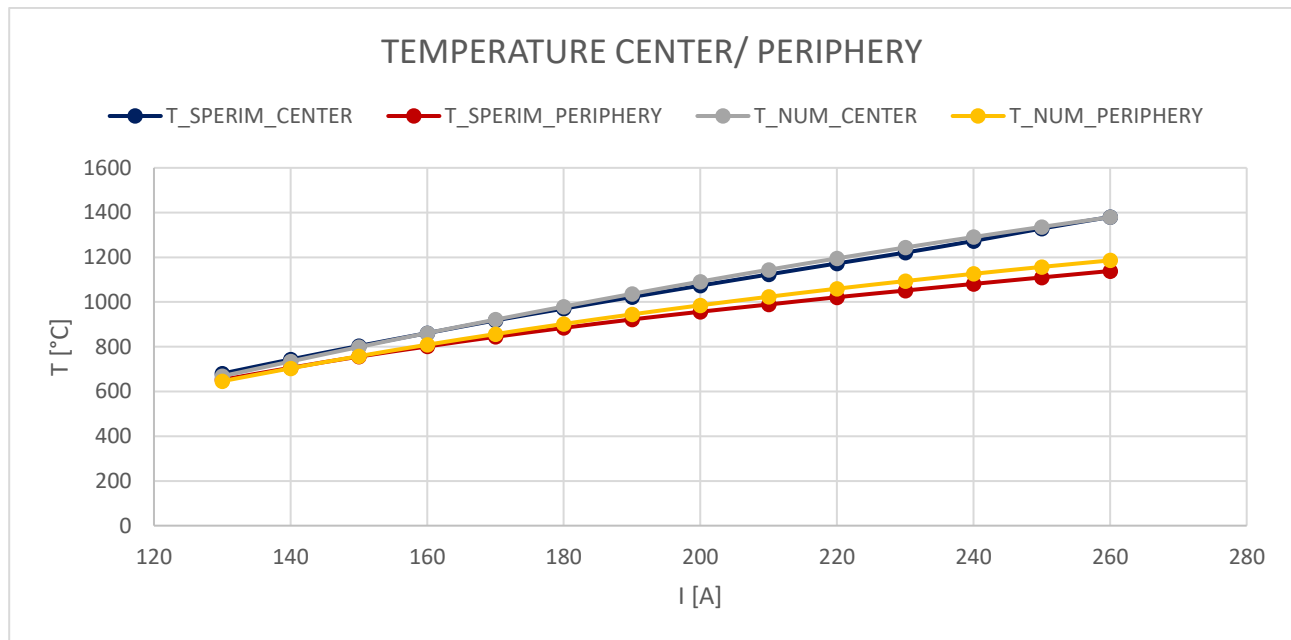


Grafico 3.33: confronto tra temperature sperimentali e numeriche del provino 1_AM.

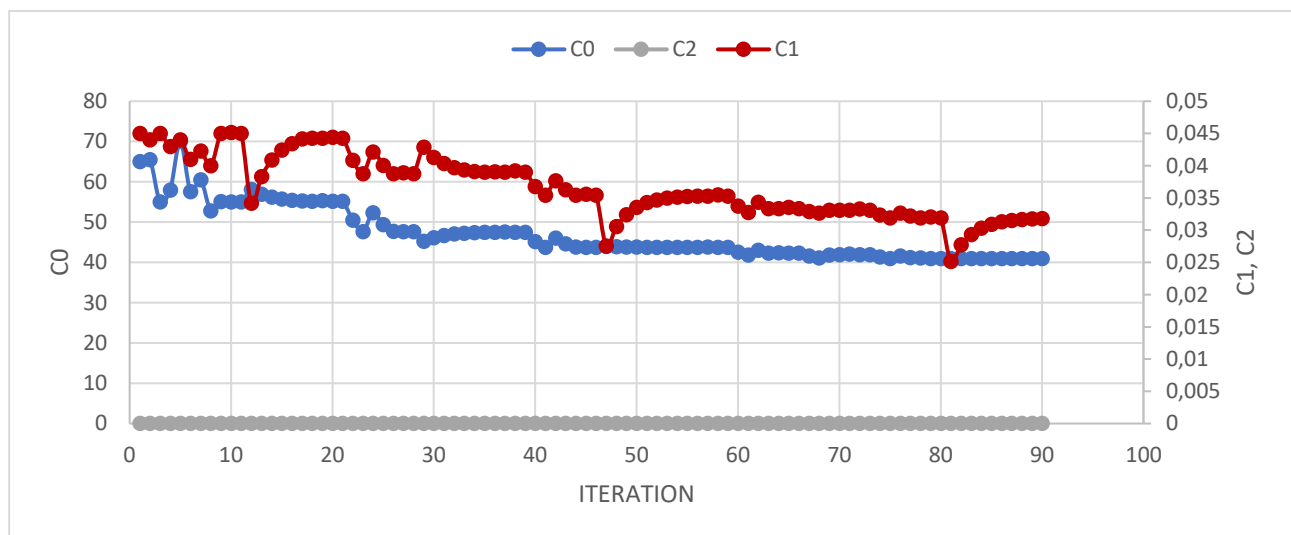


Grafico 3.34: ottimizzazione dei coefficienti per la parabola di conducibilità del campione 1_AM.

Le temperature numeriche e sperimentali del centro risultano perfettamente sovrapposte, mentre vi è una lieve differenza per quelle di periferia, a causa del forte gradiente termico instauratosi nel disco.

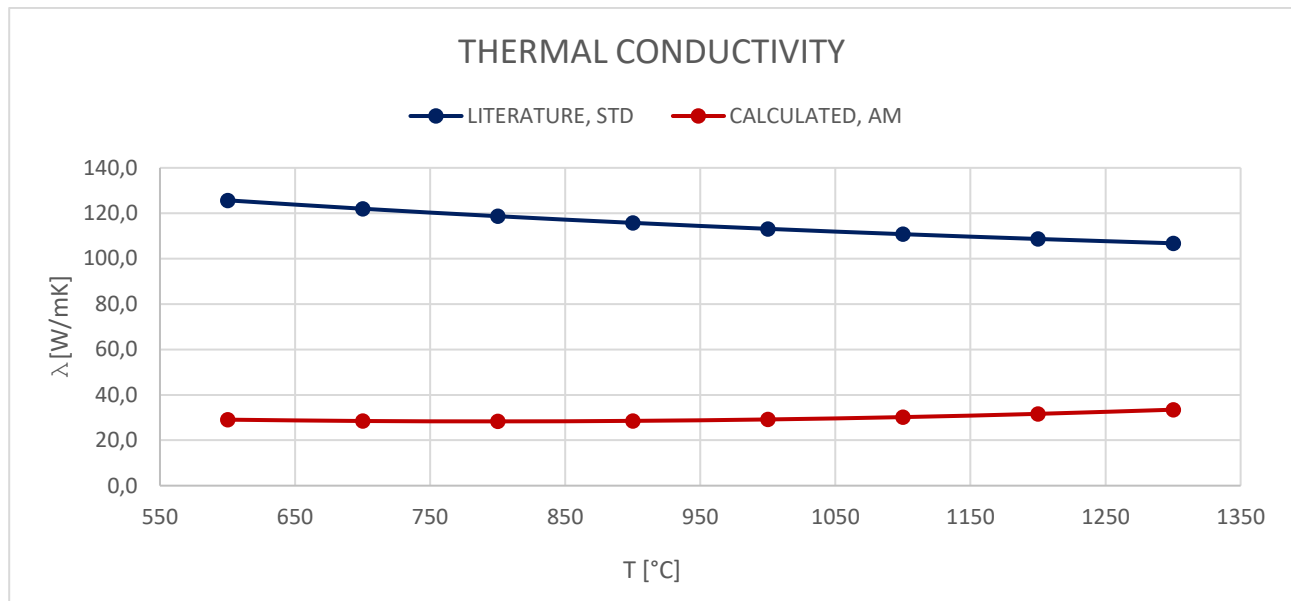


Grafico 3.35: confronto tra i valori di conducibilità termica di letteratura e del provino 1_AM in funzione di T.

Come si nota, la conducibilità termica del materiale AM risulta quasi quattro volte più bassa rispetto a quella del materiale in condizioni standard. Ciò è dovuto principalmente ai difetti originati dalla fusione della polvere metallica, come vuoti interni, cricche e tensioni residue. Nel capitolo successivo riguardante la caratterizzazione elettrica del Tungsteno verranno approfonditi questi aspetti microstrutturali, anche se per geometrie e volumi differenti.

Il modello numerico ha compiuto 90 iterazioni, con un RQ minimo di 15561. I coefficienti della parabola di conducibilità ottimizzati sono riassunti in tabella:

C0	C1	C2
40,97	0,03	2,01E-05

Tabella 3.9: Coefficienti di ottimizzazione della parabola di conducibilità termica per il campione 1_AM.

3.5.2.2: PROVINO 2 AM

Il secondo provino AM, mostrato in figura 3.25, è risultato essere molto simile al primo per emissività, in quanto, come detto, il trattamento superficiale e la rugosità erano analoghi. In questo caso, tuttavia, i valori di emissività spettrale per centro e periferia sono risultati perfettamente sovrapposti.

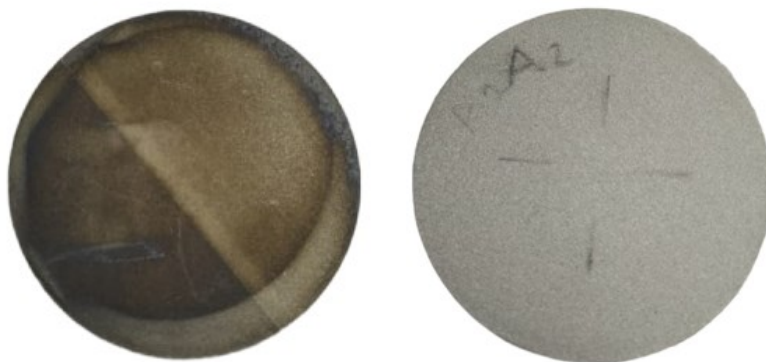


Figura 3.25: a sinistra, provino 2_AM pre riscaldamento; a destra, provino 2_AM post riscaldamento.

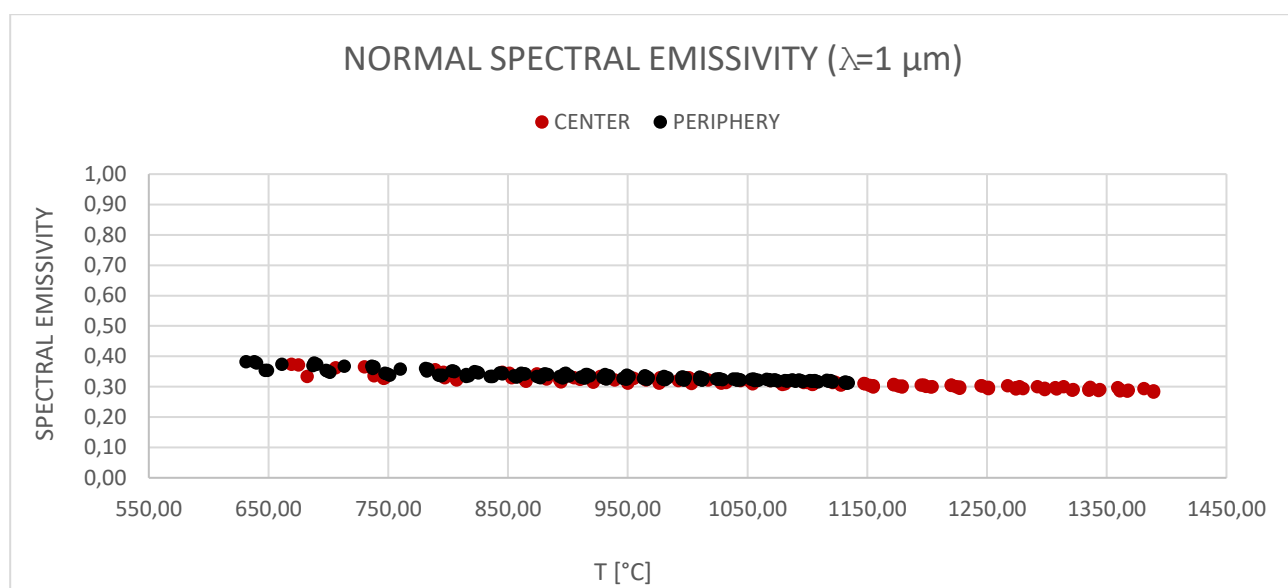


Grafico 3.36: andamento dell'emissività normale spettrale a $1 \mu\text{m}$ in funzione della temperatura, al centro e in periferia del disco.

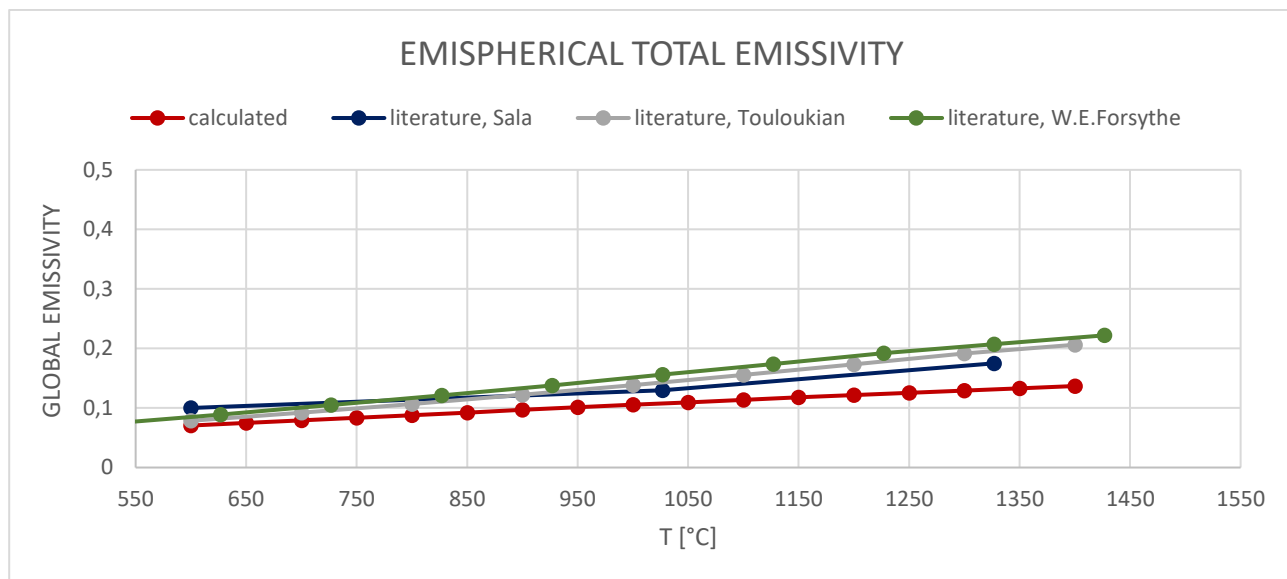


Grafico 3.37: confronto tra emissività emisferica globale del campione 2_AM con i dati di letteratura.

Implementando il modello numerico APDL, si è ottenuta una distribuzione di temperatura analoga al campione 1 AM, con valori di conducibilità sempre pari a circa $\frac{1}{4}$ del Tungsteno standard. I risultati sono riassunti qui di seguito:

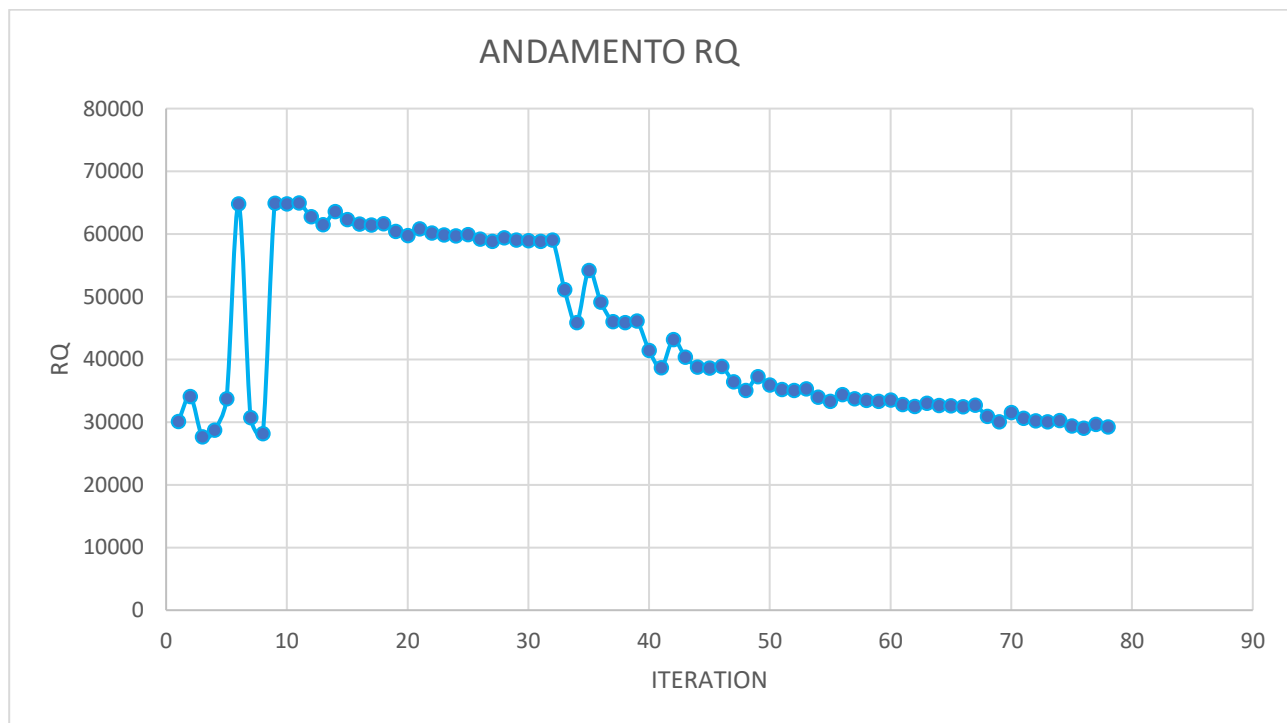


Grafico 3.38: andamento della funzione RQ per il provino 2_AM.

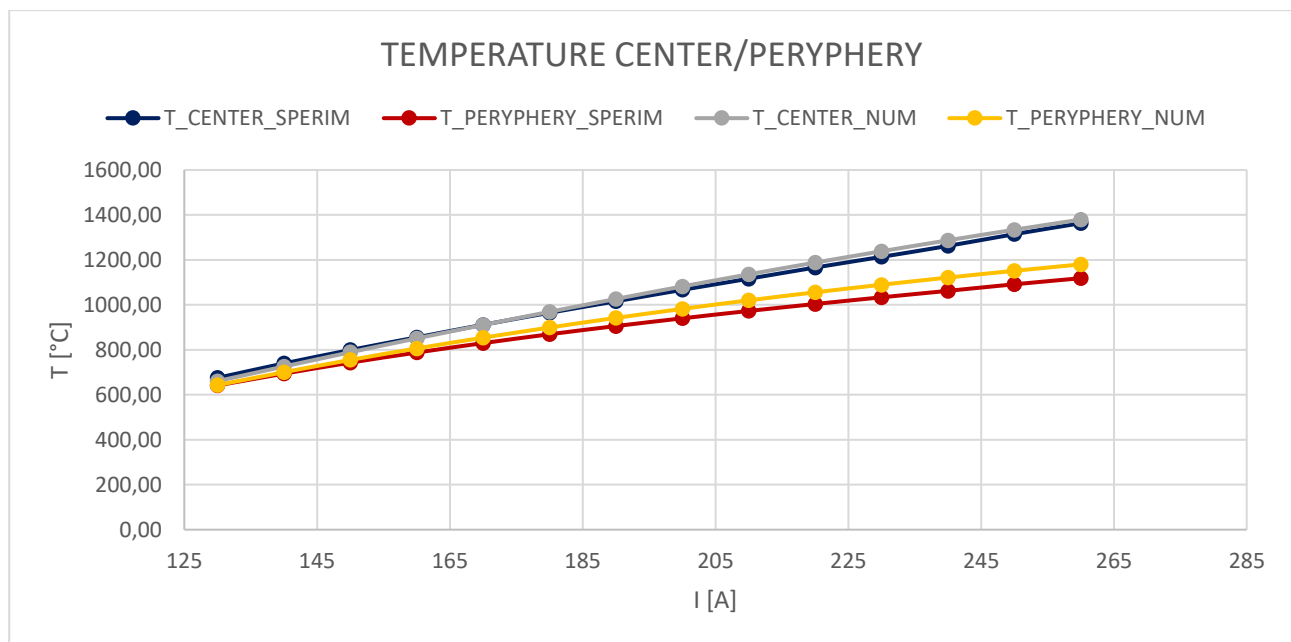


Grafico 3.39: confronto tra temperature sperimentali e numeriche del provino 2_AM.

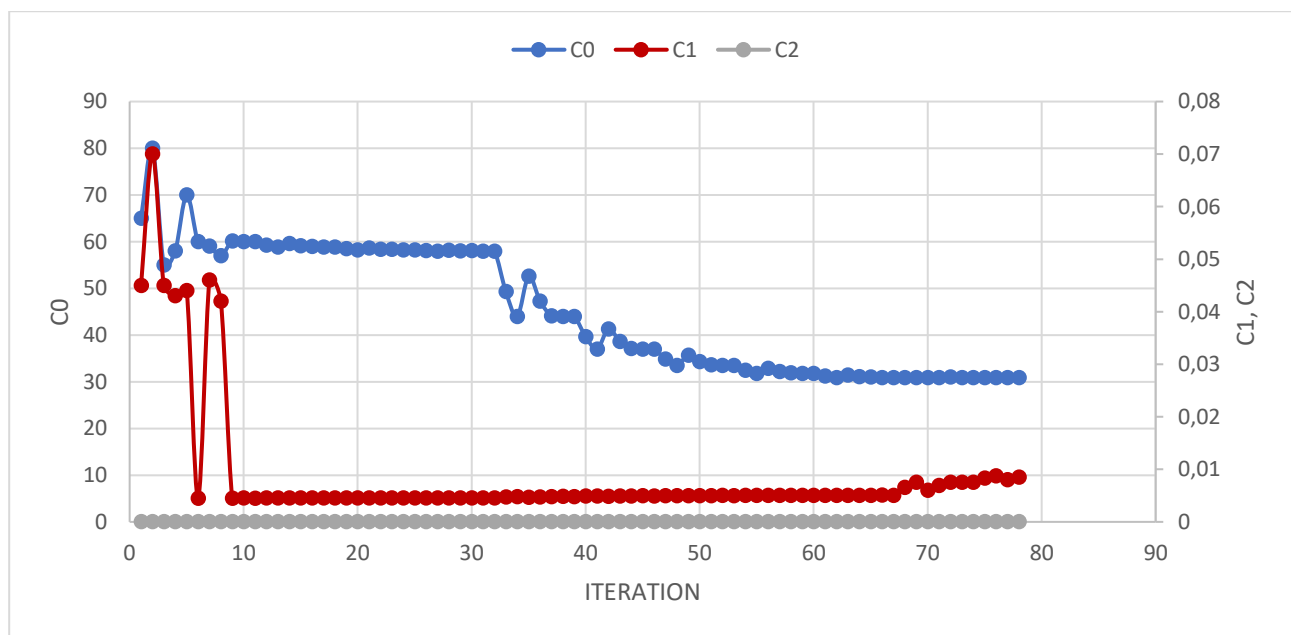


Grafico 3.40: ottimizzazione dei coefficienti per la parabola di conducibilità del campione 2_AM.

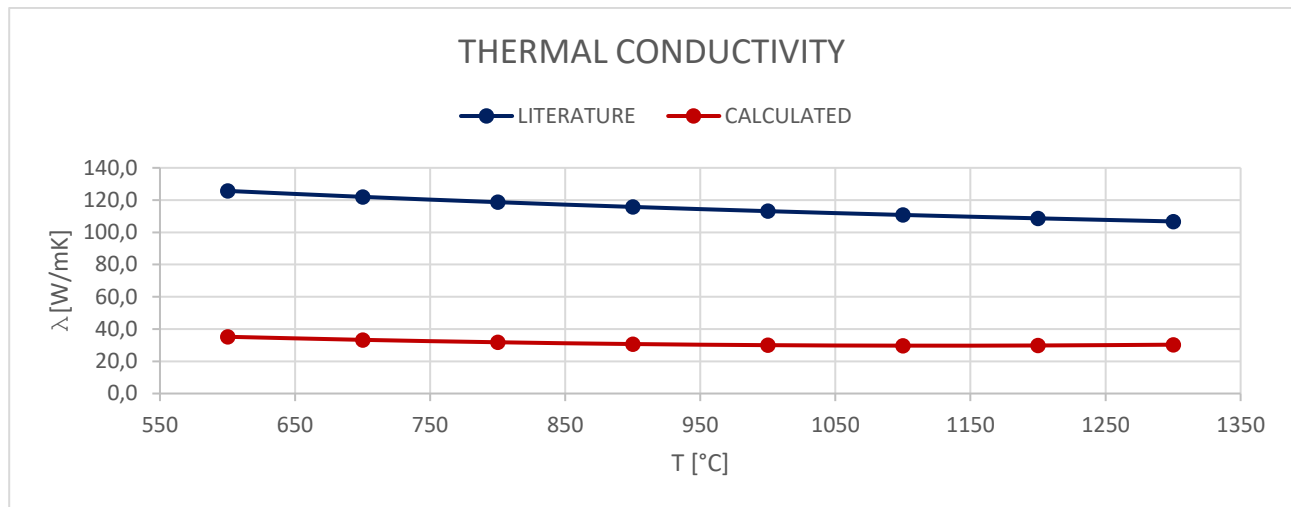


Grafico 3.41: confronto tra i valori di conducibilità termica di letteratura e del provino 2_AM in funzione di T.

La simulazione, in questo caso, si è conclusa con 78 iterazioni ed RQ minimo di 27643. In tabella... sono presentati i coefficienti C0, C1, C2:

C0	C1	C2
55,00	0,045	2,00E-05

Tabella 3.10: Coefficienti di ottimizzazione della parabola di conducibilità termica per il campione 2_AM.

3.5.2.3: PROVINO 3 AM

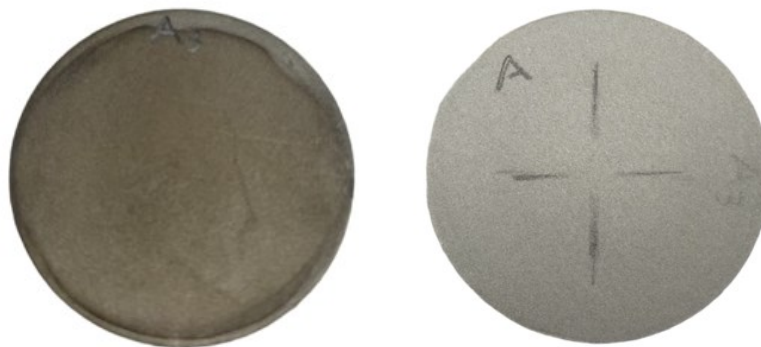


Figura 3.26: a sinistra, provino 3_AM pre riscaldamento; a destra, provino 3_AM post riscaldamento.

Anche nel caso del terzo provino AM i risultati di emissività e di conducibilità termica precedenti sono stati confermati, con valori di emissività spettrale sovrapposti al centro e in periferia e valori di emissività

globale più bassi rispetto alla letteratura relativa al Tungsteno standard. Di seguito vengono presentati i grafici relativi all'emissività spettrale e globale:

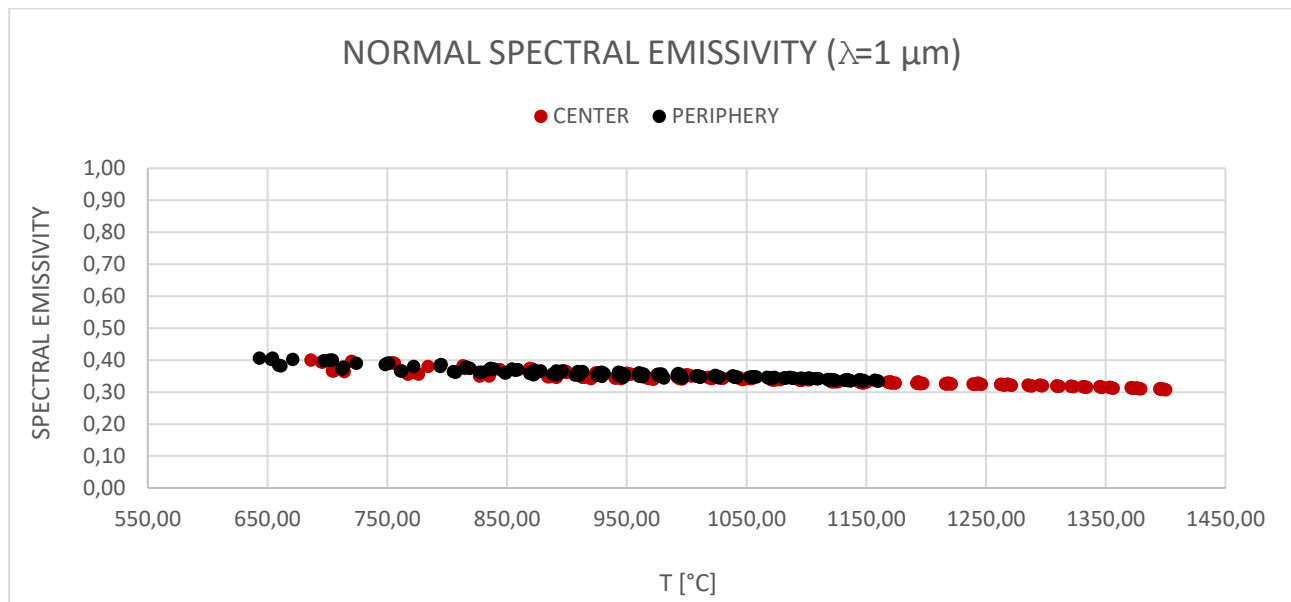


Grafico 3.42: andamento dell'emissività normale spettrale a $1 \mu\text{m}$ in funzione della temperatura, al centro e in periferia del disco.

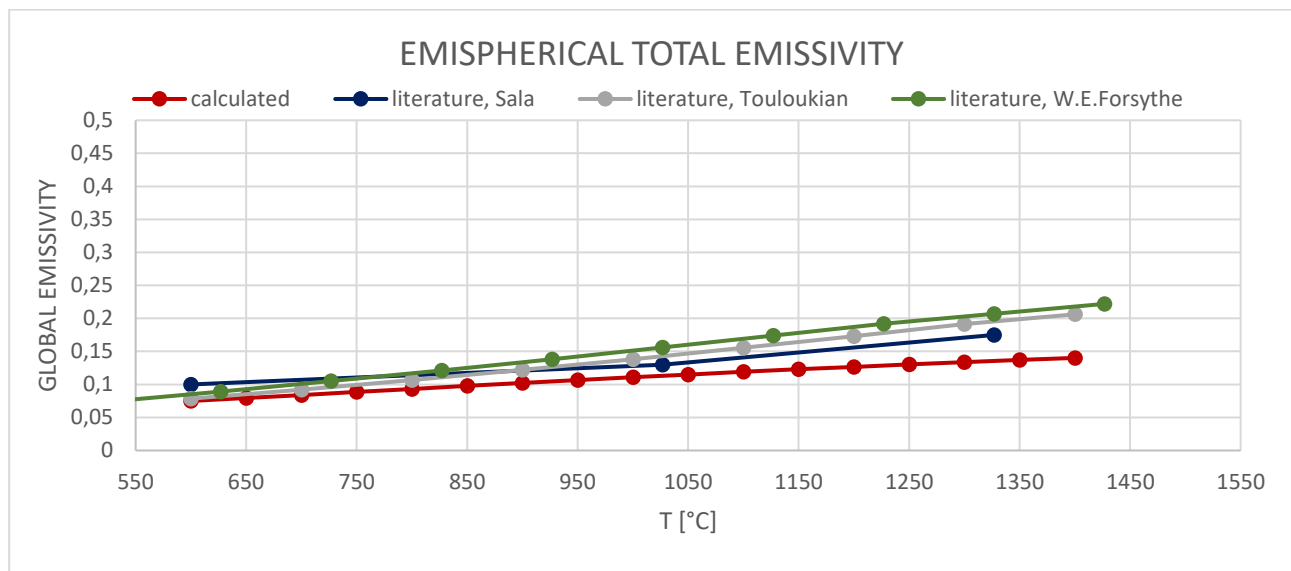


Grafico 3.43: confronto tra emissività emisferica globale del campione 3_AM con i dati di letteratura.

Dal modello numerico Ansys, si è ottenuto un RQ di 14370 all'iterazione 91, che è stata anche l'ultima. La conducibilità termica è stata confermata essere intorno ai 30 W/mK anche in questo caso.

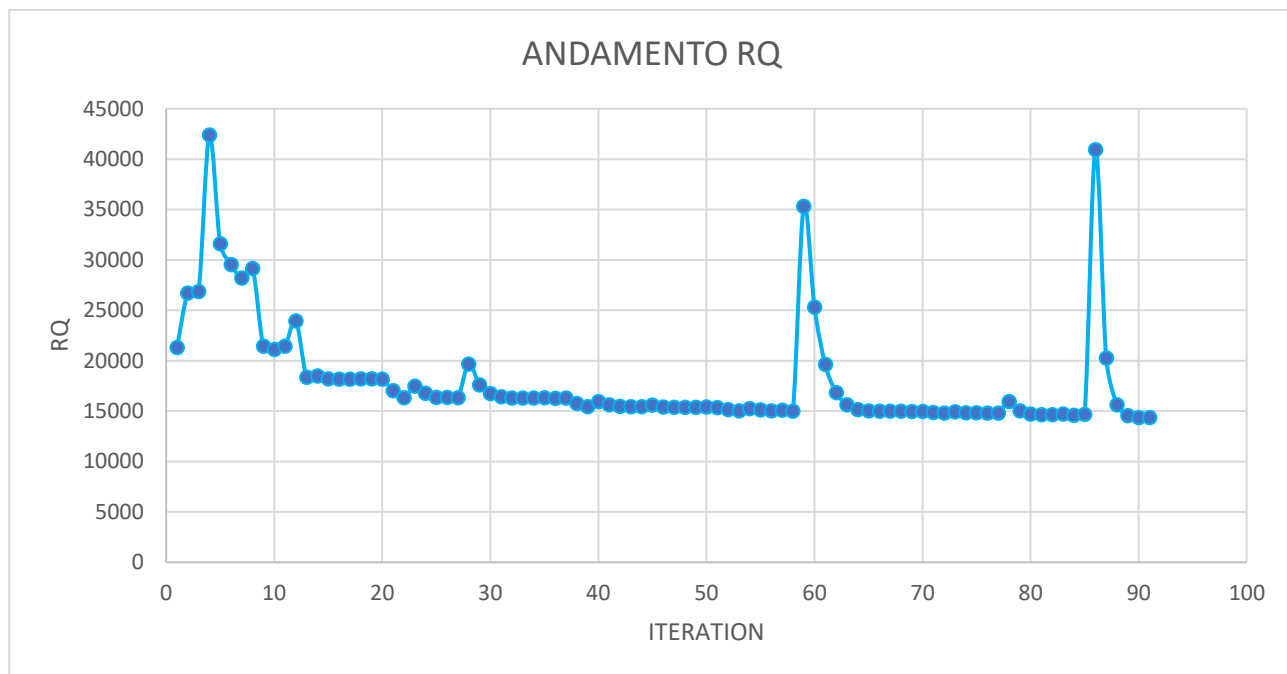


Grafico 3.44: andamento della funzione RQ per il provino 3_AM.

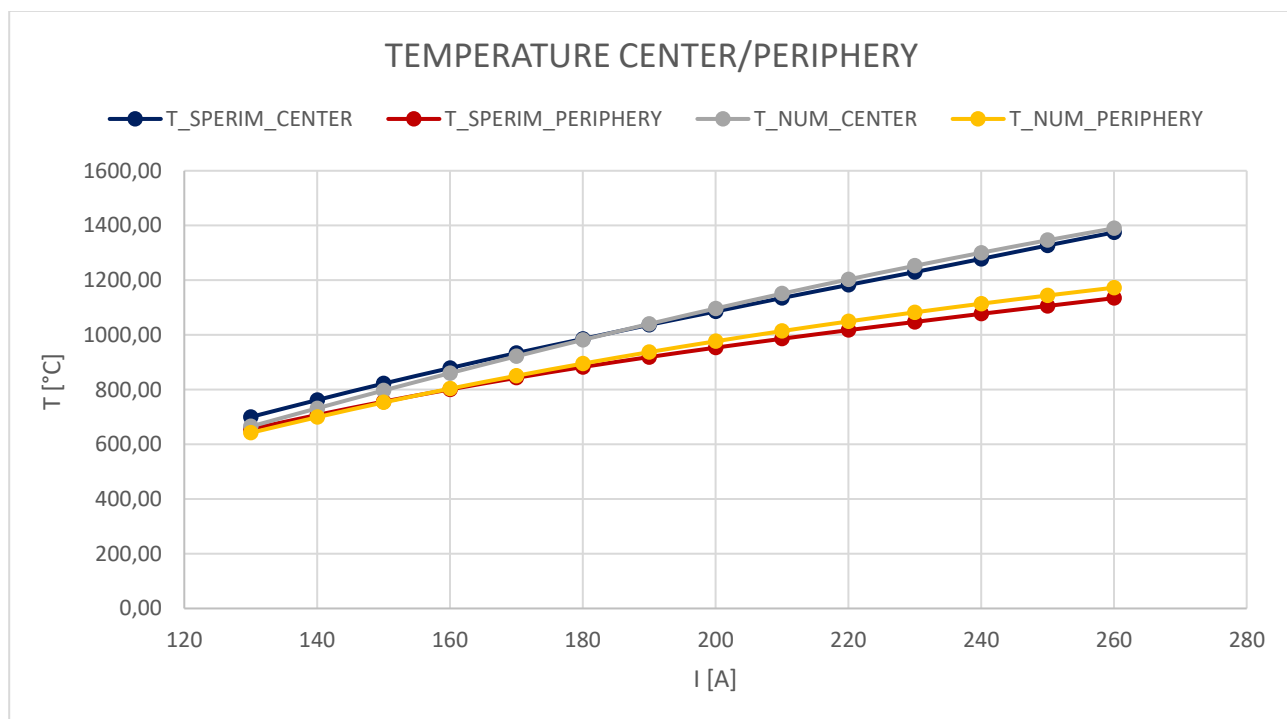


Grafico 3.45: confronto tra temperature sperimentali e numeriche del provino 3_AM.

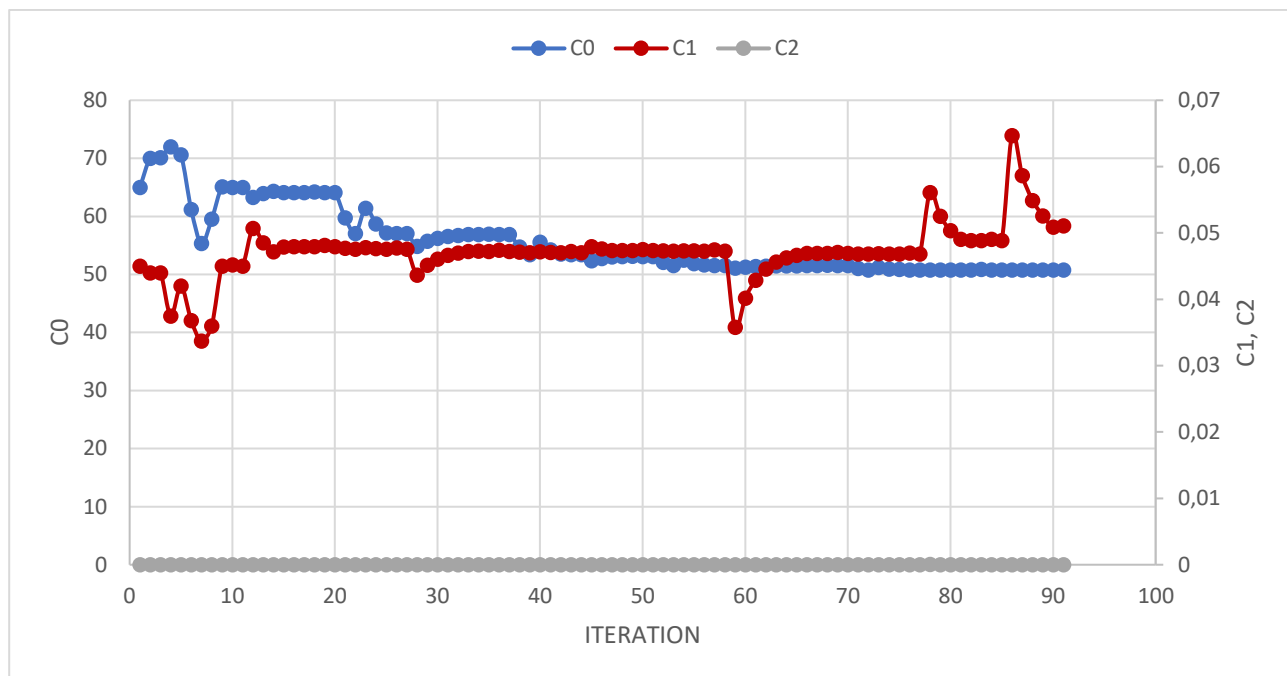


Grafico 3.46: ottimizzazione dei coefficienti per la parabola di conducibilità del campione 3_AM.

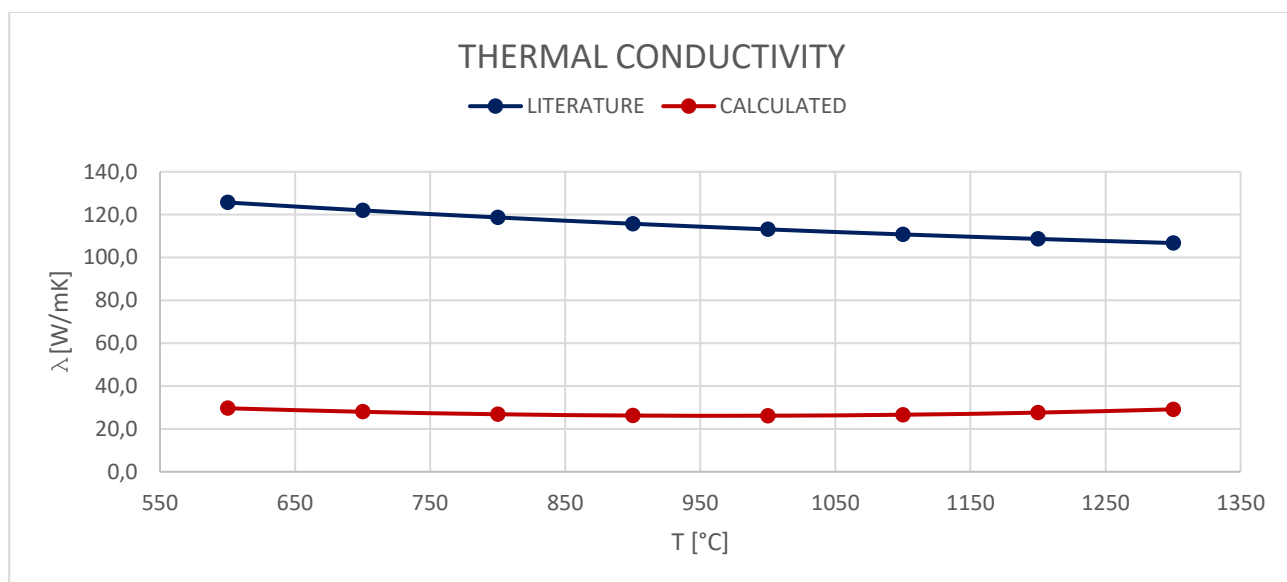


Grafico 3.47: confronto tra i valori di conducibilità termica di letteratura e del provino 3_AM in funzione di T .

I coefficienti di ottimizzazione della conducibilità termica sono presentati nella tabella qui sotto:

C0	C1	C2
51	0,05	2,65E-05

Tabella 3.11: Coefficienti di ottimizzazione della conducibilità termica per il campione 3_AM.

3.6: Provini in Tungsteno Additive Manufacturing prodotti all'SCK CEN

Come accennato all'inizio di questo paragrafo, questi provini sono stati prodotti presso il centro di ricerca di fisica nucleare dell'SCK CEN, situato nella provincia di Donk, in Belgio. Per la stampa LPBF è stata utilizzata la macchina EoS M290, mostrata in figura 3.27:



Figura 3.27: stampante 3D EoS M290.

Riguardo le dimensioni delle polveri e la tecnica di stampa, non sono state fornite sufficienti informazioni; tuttavia, la macchina utilizzata per la produzione è in grado di produrre un fascio laser fino a 400 W di potenza, con una scan speed massima di 7 m/s [54].

3.6.1: Preparazione del sistema di supporto per le prove termiche

A differenza dei provini standard e AM testati in precedenza, in questo caso le dimensioni del diametro dei dischi sono risultate dimezzate, di conseguenza sono sorte alcune problematiche per il sostegno dei provini al di sopra del crogiolo in grafite durante riscaldamento. A tal proposito, è stato necessario realizzare un sottile anello in Tantalio dal diametro esterno di 30 mm e interno di 24 mm, da posizionare al di sopra delle tre astine (sempre in Tantalio) per creare una superficie di appoggio per i provini.

La figura 3.28 mostra il nuovo settaggio del sistema di supporto, creato appositamente per queste prove:

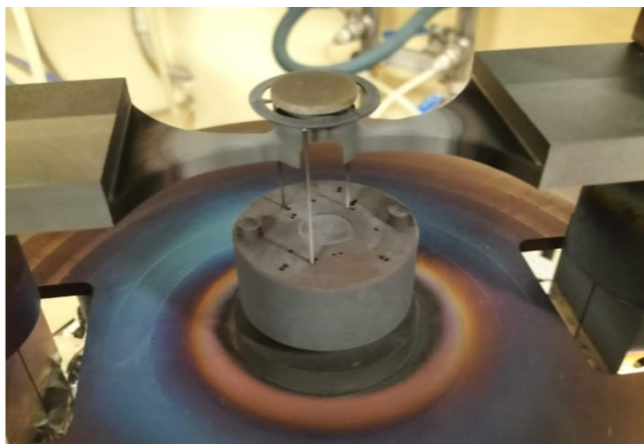


Figura 3.28: sistema di supporto del provino discoidale, dopo l'aggiunta dell'anello in Tantalio.

In questo modo è stato possibile ottenere un riscaldamento prolungato e omogeneo dei provini, mantenendo invariata la rampa di corrente utilizzata (fig. 3.11).

I risultati ottenuti sono riassunti qui di seguito:

3.6.2: Provino 1

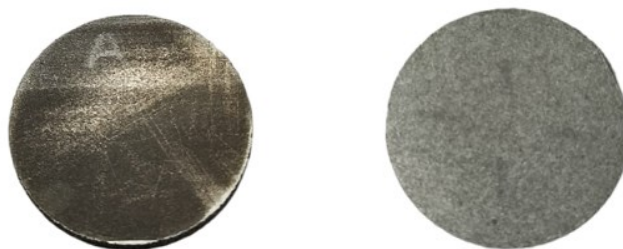


Figura 3.29: immagini del campione 1 AM prodotto in Belgio, pre e post riscaldamento.

Per prima cosa, è stata misurata la rugosità del campione, che ha mostrato valori inferiori rispetto a quelli dei campioni in Additive Manufacturing prodotti ai laboratori di Padova:

RUGOSITÀ [μm]			
PRE RISCALDAMENTO		POST RISCALDAMENTO	
LATO A	LATO B	LATO A	LATO B
1,357	1,553	1,41	1,608

Tabella 3.12: valori di rugosità del campione 1 prima e dopo il riscaldamento.

In seguito al riscaldamento del provino, i valori di emissività spettrale sono risultati molto simili agli altri campioni LPBF, così come per quelli di emissività emisferica globale. I grafici 3.48 e 3.49 riportano i rispettivi andamenti:

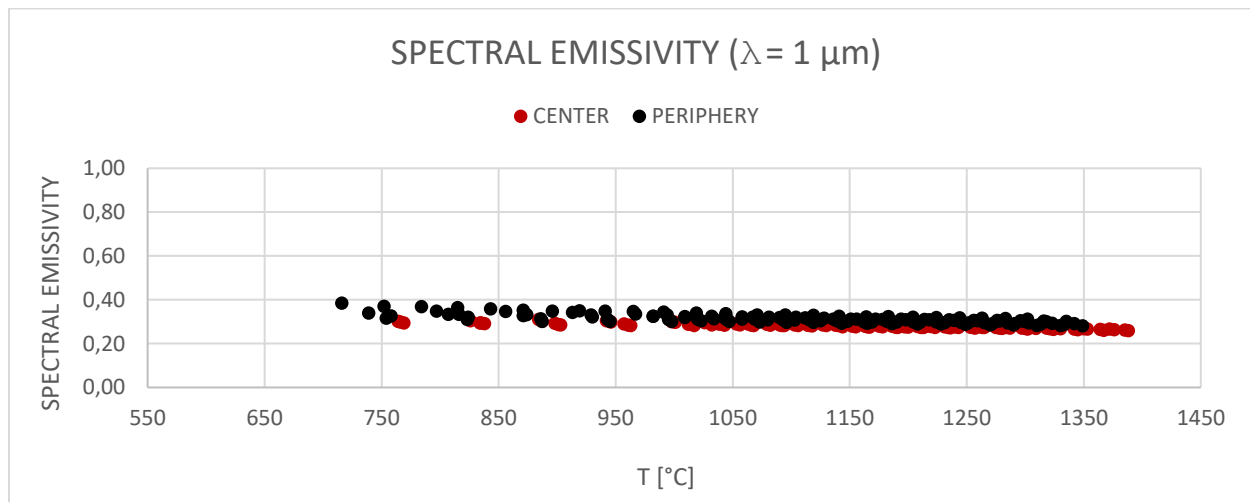


Grafico 3.48: andamento dell'emissività normale spettrale in funzione di T per il campione 1.

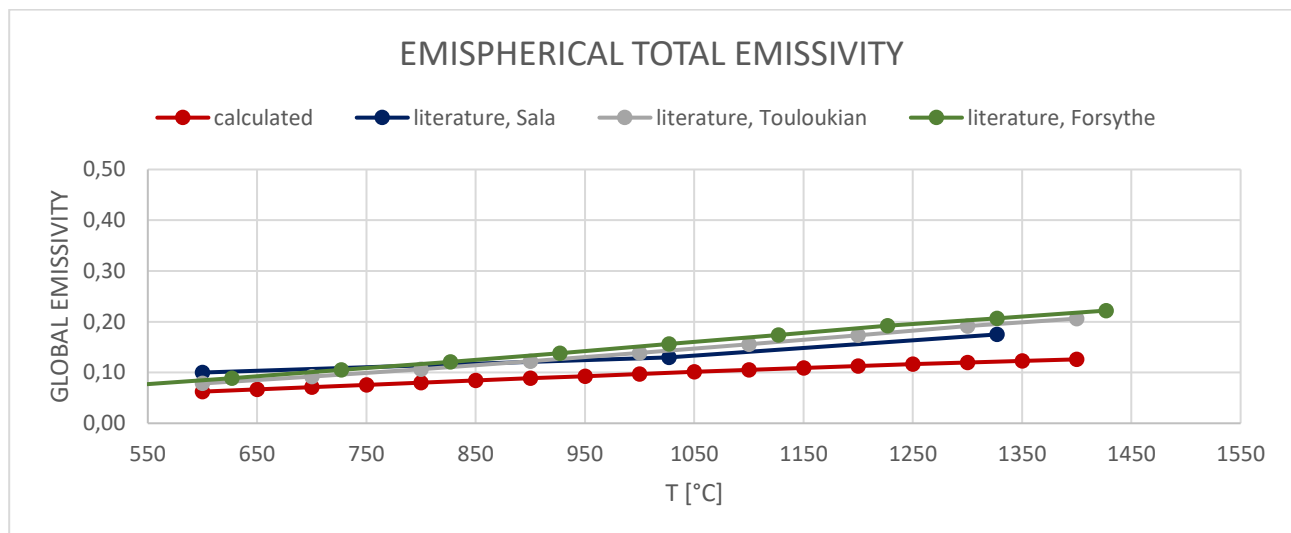


Grafico 3.49: Emissività emisferica globale del campione 1 in funzione di T.

In seguito alle stime di emissività, è stato implementato il modello Ansys APDL, tuttavia quest'ultimo non ha riportato soddisfacenti risultati in termini di conducibilità termica e di valori di RQ: questo principalmente per due ragioni: innanzitutto, le ridotte dimensioni dei provini hanno portato ad un bassissimo gradiente termico tra centro e periferia del disco (grafico 3.50):

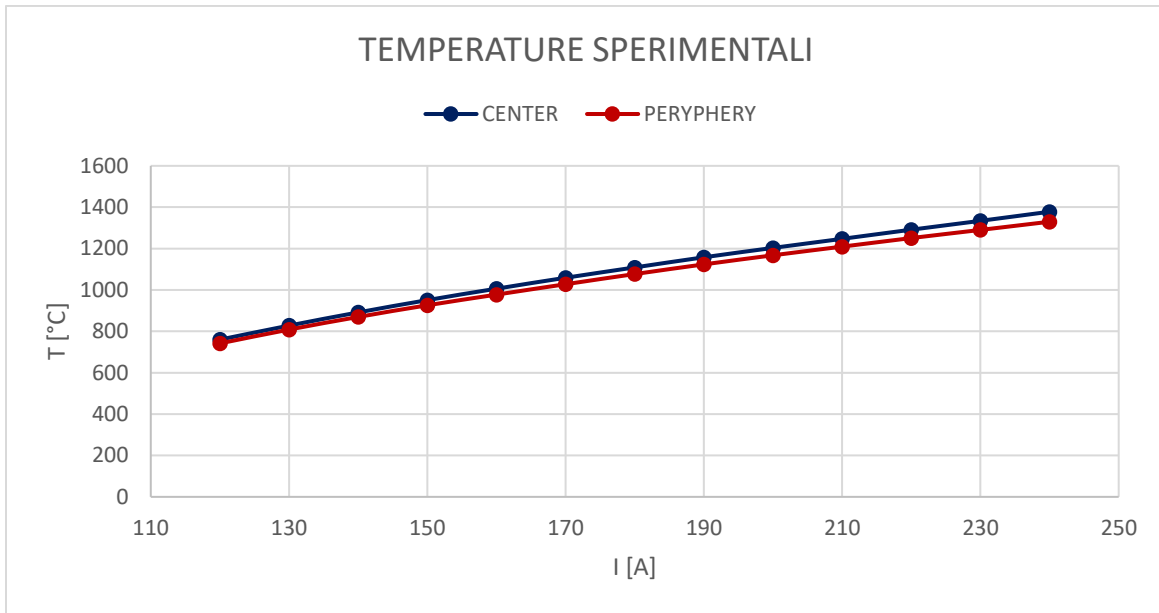


Grafico 3.50: confronto tra Temperature del centro e della periferia in funzione dell'intensità di corrente.

In secondo luogo, l'aggiunta dell'anello in Tantalio per sorreggere i campioni ha sicuramente alterato il campo termico e i fenomeni di trasmissione di calore all'interno dell'apparato strumentale, e ciò non è stato tenuto in considerazione durante la simulazione agli elementi finiti.

3.6.3: Provino 2



Figura 3.30: campione 2 AM prodotto in Belgio pre e post riscaldamento.

I valori di rugosità, simili del tutto al precedente provino, sono riportati nella tabella sottostante:

RUGOSITÀ [μm]			
PRE RISCALDAMENTO		POST RISCALDAMENTO	
LATO A	LATO B	LATO A	LATO B
0,916	1,697	1,133	1,705

Tabella 3.13: valori di rugosità pre e post riscaldamento per il campione 2.

Come si può notare, anche in questo caso il riscaldamento non ha portato a rilevanti cambiamenti della rugosità superficiale.

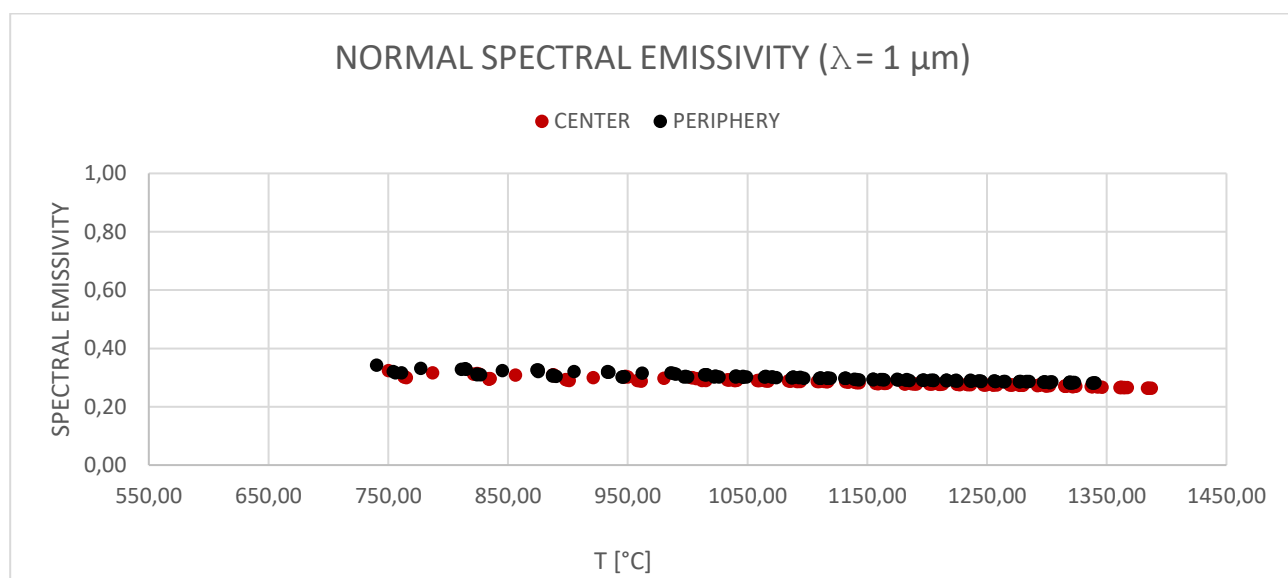


Grafico 3.51: Emissività normale spettrale per il campione 2.

Qui i valori di emissività spettrale risultano essere molto simili tra centro e periferia del disco. Il Grafico 3.52 riassume infine l'andamento dell'emissività globale in funzione della temperatura, che presenta valori in linea con i risultati precedenti.

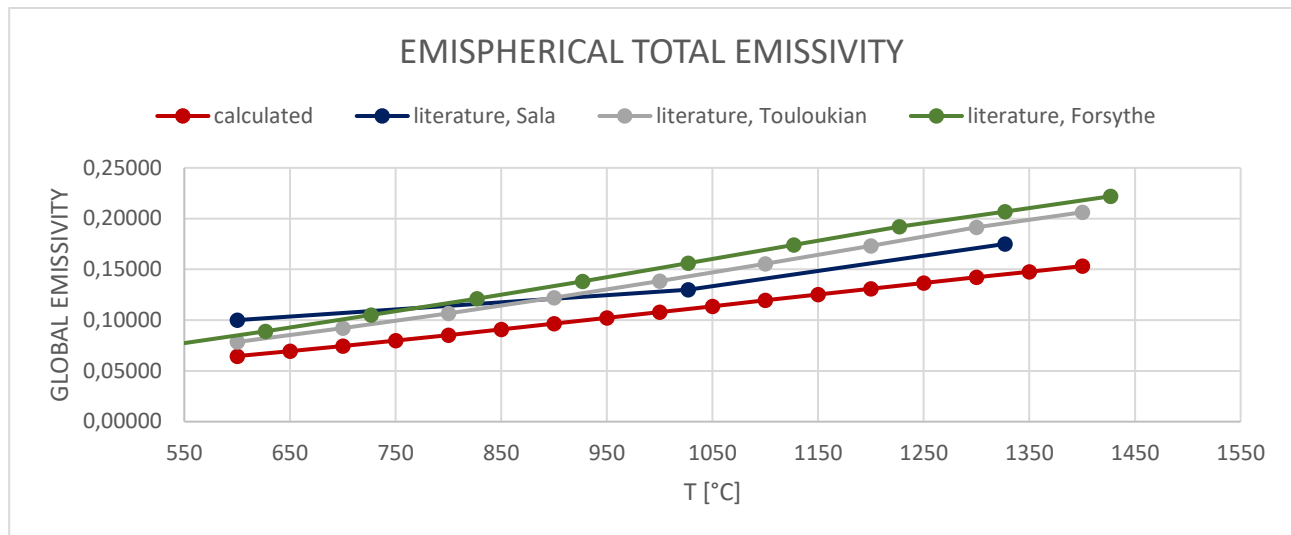


Grafico 3.52: emissività emisferica globale del campione 2.

3.7: Confronto dei risultati

In quest'ultima sezione del capitolo 3, vengono presentati i grafici riassuntivi più significativi ottenuti dalle prove di caratterizzazione termica, in funzione dei dati sperimentali ricavati.

3.7.1: Misure di rugosità

Dai dati ottenuti dalle misure di rugosità dei diversi campioni, si può concludere che questa proprietà risulta essere piuttosto influenzata dal tipo di trattamento superficiale effettuato, mentre non si sono rilevate variazioni significative tra pre e post riscaldamento dei campioni. La tornitura, si è dimostrata essere il trattamento superficiale che ha portato più anisotropia sulla superficie dei campioni, tanto che nel caso dei campioni 1_STD e 5_STD si è reso necessario effettuare un successivo trattamento di sabbiatura.

3.7.2: Misure di emissività

Per quanto riguarda i valori di emissività spettrale, questi sono risultati essere omogenei per i provini caratterizzati dalla stessa finitura superficiale; tuttavia, in alcuni casi ad una maggiore rugosità superficiale media non è corrisposta un'emissività più elevata, come atteso da precedenti risultati sperimentali.

I valori di emissività emisferica globale, invece, hanno mostrato in tutti i casi un andamento analogo ai dati presenti in letteratura, con valori più alti per i provini 2_STD e 3_STD, torniti.

Il Grafico 3.48 riassume i valori medi di emissività globale per i campioni in W Standard torniti, W Standard sabbiati, W AM prodotti al DIAM di Padova e W AM prodotti al CEN, confrontati con quelli di letteratura:

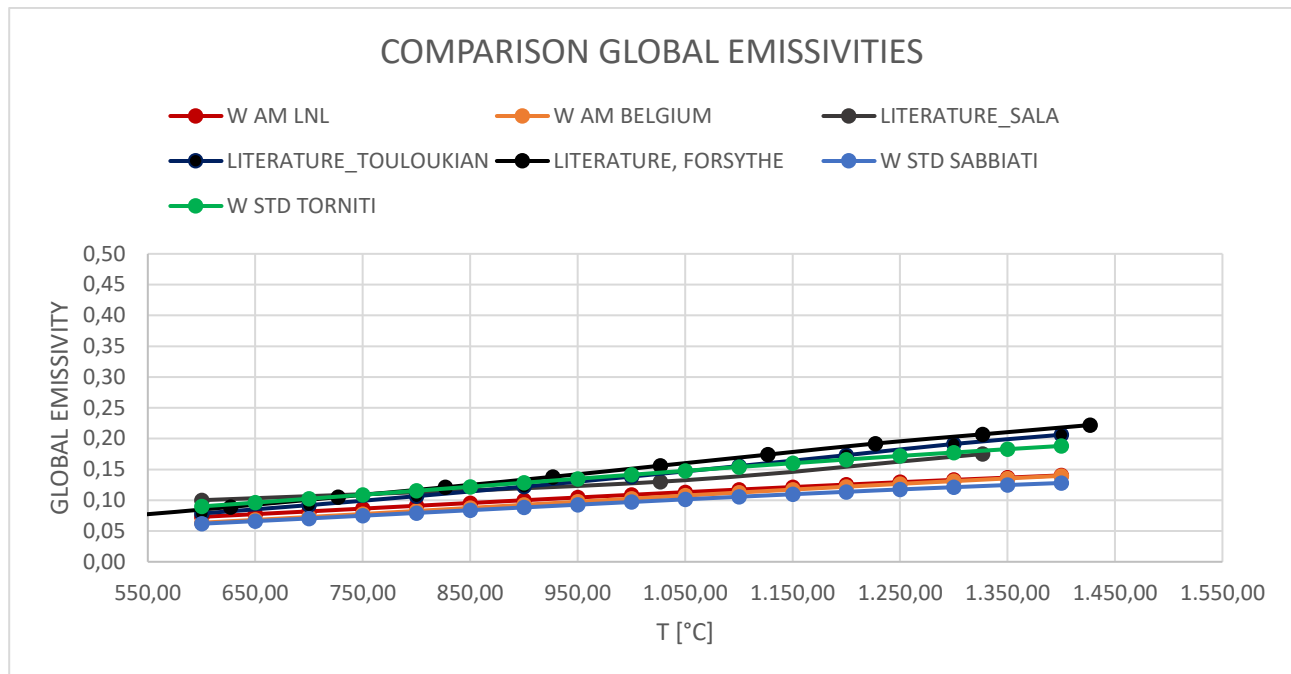


Grafico 3.51: confronto dei valori medi di emissività globale in funzione di T.

3.7.3: Misure di conducibilità

I valori di conducibilità termica al variare della temperatura ottenuti, si sono rivelati sovrapponibili a quelli di letteratura per quanto riguarda i provini in Tungsteno Standard, mentre sono risultati abbattuti di circa un fattore 4 per quanto riguarda i campioni in Tungsteno AM prodotti al DIAM. La ragione principale di questo abbassamento della conducibilità è da imputare soprattutto alle cricche e alle tensioni residue presenti in questi provini, dovuti alla tecnica di produzione LPBF e all' elevata fragilità del Tungsteno come metallo.

Per quanto riguarda la conducibilità dei campioni prodotti al CEN, a causa delle ridotte dimensioni e dell'aggiunta del supporto in Tantalio per sostenere i provini al di sopra del crogiolo in grafite, non è stato possibile ottenere dei risultati soddisfacenti dai modelli numerici APDL, che hanno fornito distribuzioni di temperature non in linea con i dati sperimentali.

Il Grafico 3.52 riporta il confronto tra la conducibilità termica del Tungsteno Standard e Additive, paragonate ai valori presenti in letteratura:

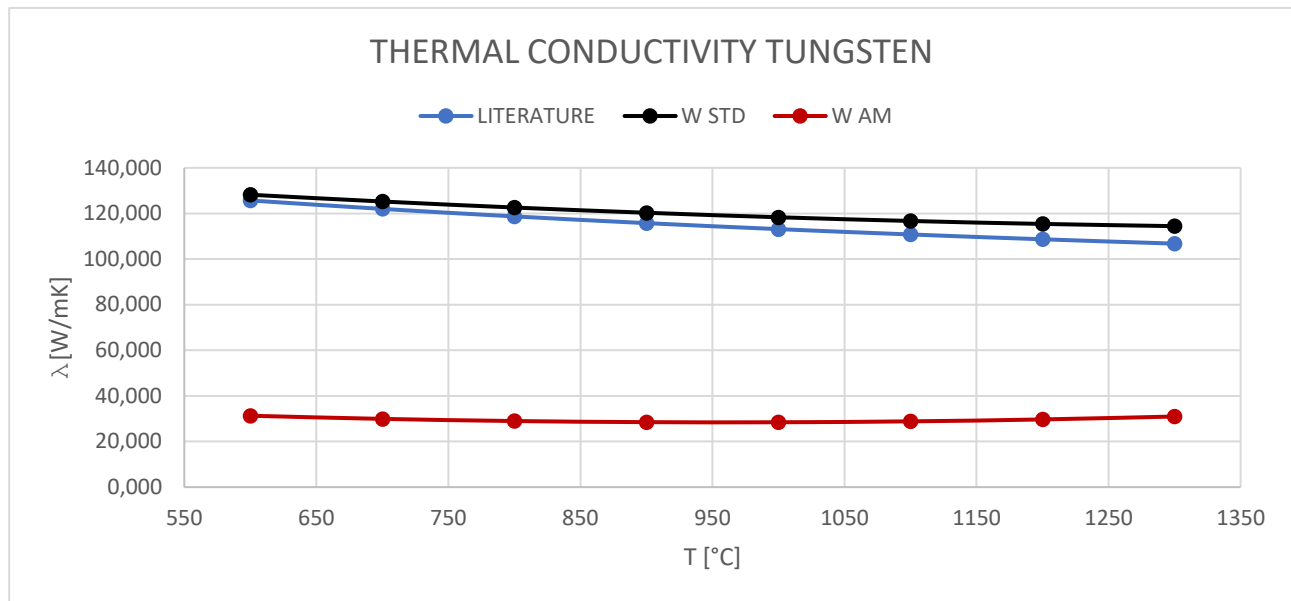


Grafico 3.52: confronto dei valori medi di conducibilità termica in funzione di T.

I valori ottenuti sono risultati attendibili nel caso di tutti i test effettuati, dati il basso valore di RQ ottenuto e la buona sovrapposizione delle temperature tra dati sperimentali e numerici.

3.8: Conclusioni

In questo capitolo sono state definite le principali proprietà indagate nella caratterizzazione termica del Tungsteno, quali l'emissività normale spettrale, l'emissività emisferica globale e la conducibilità termica. È stata poi fornita la descrizione dell'apparecchiatura usata ai LNL per l'esecuzione dei test di riscaldamento su provini discoidali e del modello numerico APDL utilizzato per la simulazione FEM all'interno di Ansys®. Infine, sono stati riassunti i principali risultati ottenuti per avere un confronto diretto delle proprietà termiche tra Tungsteno Standard e AM. In generale si è osservato che il valore di emissività è principalmente dipendente dalla finitura superficiale del provino, mentre la conducibilità termica risente della microstruttura. Infatti, i campioni LPBF che presentano una microstruttura a grani tendenzialmente colonnari, con un'elevata presenza di cricche, hanno mostrato una conducibilità termica circa 4-5 volte inferiore al Tungsteno standard.

CAPITOLO 4: CARATTERIZZAZIONE ELETTRICA DEL TUNGSTENO LPBF:

In questo capitolo viene trattata la caratterizzazione elettrica del Tungsteno prodotto tramite tecnica LPBF. L'obiettivo è quello di stimare la resistività elettrica al variare della temperatura e di confrontare tali valori con quelli del Tungsteno inteso come standard, prendendo come riferimento i dati di letteratura e quelli ricavati dalle prove sperimentali, effettuate ai Laboratori Nazionali di Legnaro. Il metodo per la stima della resistività sarà dunque di tipo empirico, in cui i valori di quest'ultima sono calcolati attraverso la legge di Ohm.

Prima di riportare i principali risultati ottenuti, nei successivi paragrafi viene fornita una descrizione dell'apparato utilizzato per questi test e dell'approccio sperimentale adottato.

4.1: La resistività elettrica

La resistività elettrica è una proprietà fondamentale per determinare il comportamento di un materiale conduttore in un circuito elettrico: essa è la proprietà fisica che quantifica la resistenza di un materiale al passaggio di corrente elettrica attraverso di esso; al crescere della resistività elettrica aumenta quindi la resistenza. Questa proprietà è di tipo intensivo, in quanto non dipende dalla quantità di materia, ma solo dall'elemento: ad esempio, un filo di rame usato per i cavi elettrici di un'abitazione possiede la stessa resistività elettrica di un filo di rame utilizzato per i cavi dell'alta tensione. La resistività elettrica, indicata con il simbolo ρ_{el} , è definita dall'equazione

$$\rho_{el} = \frac{R \cdot A}{L} = \frac{V \cdot A}{I \cdot L} \quad (4.1)$$

In cui:

- R è la resistenza complessiva offerta dal materiale;
- A è la sezione netta attraversata dalla corrente;
- L è la lunghezza del campione considerato;
- V è la caduta di potenziale nel tratto utile del campione;
- I è l'intensità di corrente elettrica registrata su di esso.

L'unità di misura della resistività elettrica è $\Omega \cdot m$, come si può dedurre dall'equazione (4.1).

Considerando una scala di osservazione a livello microscopico [55], la resistività elettrica di un materiale può essere vista come la difficoltà che incontrano gli elettroni al suo interno nel movimento, quando risentono di una differenza di potenziale. Durante questo movimento gli elettroni liberi vanno a costituire una corrente elettrica e collidono contro gli atomi "stazionari", che ne rallentano il passaggio. La figura 4.1, riporta lo schema semplificato di questo fenomeno:

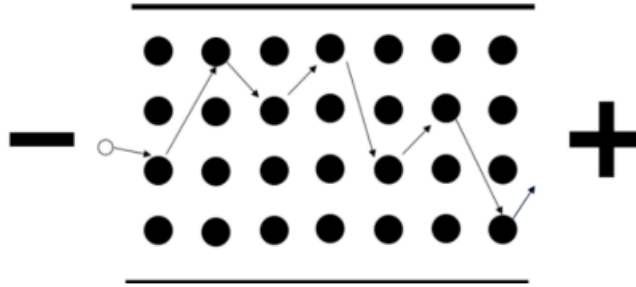


Figura 4.3: immagine rappresentativa semplificata del passaggio di corrente elettrica; l'elettrone è rappresentato in bianco mentre gli atomi "stazionari" in nero.

Esprimendo la resistività elettrica attraverso le proprietà fisiche dell'elettrone, questa grandezza può essere espressa anche dall'equazione (4.2):

$$\rho_{el} = \frac{m}{n \cdot e^2 \cdot \tau} \quad (4.2)$$

Dove:

- m è la massa dell'elettrone;
- n è il numero di elettroni che trasportano corrente per unità di volume;
- e è la carica dell'elettrone;
- τ è il tempo medio di collisione tra l'elettrone e un atomo "stazionario".

Come tutti i materiali metallici puri, il Tungsteno presenta valori estremamente bassi di resistività elettrica, nell'ordine dei 10^{-8} - $10^{-7} \Omega \cdot m$, in quanto all'interno della struttura cristallina è presente un elevato numero di elettroni liberi, debolmente legati agli atomi e in grado di muoversi qualora risentissero di una differenza di potenziale.

4.2: Metodi empirici per la determinazione della resistività elettrica

Come testimoniato da diversi esempi in letteratura, le metodologie esistenti utilizzabili per determinare la resistività elettrica sono molteplici [56-60]: le principali differenze tra queste riguardano il numero e la complessità dei componenti utilizzati nei diversi approcci e l'utilizzo della corrente continua o alternata (rispettivamente DC e AC) durante l'esecuzione delle prove. Nei paragrafi successivi vengono esplorate le tecniche più comuni.

4.2.1: Metodo a 2 fili

Nel metodo a due fili, vengono collegati in serie al provino un amperometro, un voltmetro e un generatore di tensione o corrente, come indicato in figura 4.2:

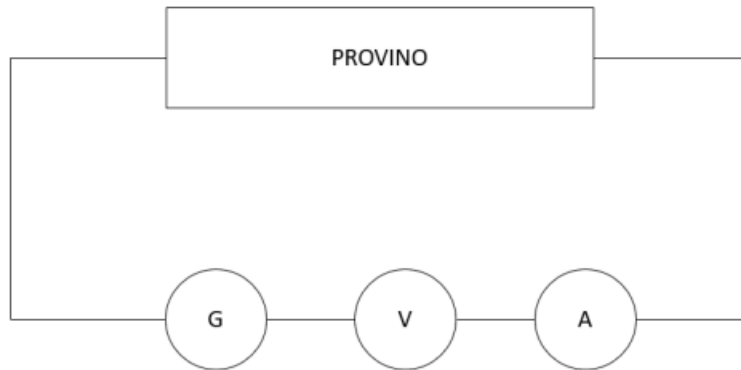


Figura 4.2: schema del metodo a due fili: “G” è il generatore; “V” è il voltmetro e “A” è l’amperometro.

Note la corrente circolante e la differenza di potenziale nel circuito, la resistività è data dalla formula

$$\rho_{el} = \frac{V \cdot A}{I \cdot L} \quad (4.3)$$

In cui A ed L sono, rispettivamente, la sezione netta e la lunghezza del provino.

Questo metodo ha il vantaggio di essere molto semplice nella realizzazione dell’apparato sperimentale; tuttavia, la caduta di potenziale registrata dal voltmetro si riferisce all’intero circuito e non al solo provino. Questo si traduce in un errore nella valutazione della resistività, soprattutto nel caso di materiali caratterizzati da bassi valori di quest’ultima, come i metalli, in quanto la resistenza “dominante” è rappresentata dai fili di collegamento e dagli strumenti di misura. Il metodo a 2 fili può essere utilizzato sia in DC sia in AC.

4.2.2: Metodo a 4 fili (o metodo Kelvin)

Questo metodo è molto simile al precedente, con la differenza di posizionare i cavi del voltmetro alle estremità o all’interno del provino, Figura 4.3:

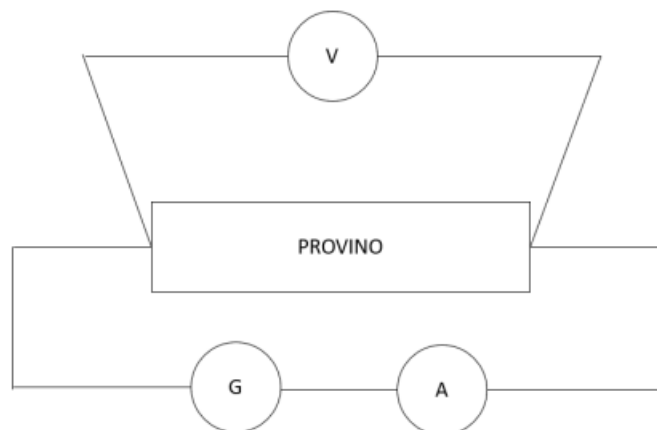


Figura 4.3: illustrazione del metodo a 4 fili.

La realizzazione di due circuiti separati permette di valutare la caduta di tensione effettiva, causata dalla sola resistenza del provino, escludendo così le resistenze “parassite” (cavi di collegamento e strumentazione). In questo modo la resistività si ricava da:

$$\rho_{el} = \frac{V_D \cdot A}{I \cdot L_D} \quad (4.4)$$

dove V_D è la caduta di potenziale nel tratto utile del provino e L_D è la lunghezza del tratto utile di quest'ultimo.

Questo metodo può essere utilizzato sia in DC sia in AC e permette di ottenere valori più accurati nella determinazione della resistività elettrica, al netto di una maggiore complessità del setup della prova rispetto al metodo a 2 fili.

4.2.3: Metodo di Van der Pauw

Con il metodo van der Pauw può essere valutata la resistività elettrica di un campione di qualsiasi forma; per utilizzare questo metodo, devono essere rispettate le seguenti condizioni:

- lo spessore del campione deve essere costante;
- nel campione non devono essere presenti fori, esso deve quindi essere continuo in tutto il volume;
- i contatti inseriti per misurare la corrente elettrica e la differenza di potenziale devono essere puntiformi;
- la misurazione della corrente elettrica e della differenza di potenziale deve essere effettuata lungo il contorno del campione.

In figura 4.4 è riportato un esempio di sistema per il quale le suddette condizioni sono soddisfatte, dove i punti A, B, C e D rappresentano le zone di contatto delle sonde di misura con il campione.

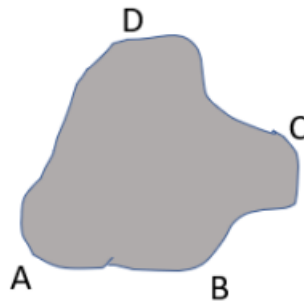


Figura 4.4: schema di rappresentazione del metodo Van der Pauw.

Osservando la figura, vengono introdotte le seguenti definizioni:

- $R_{AB,CD}$: rapporto tra la differenza di potenziale tra i punti D e C e la corrente passante attraverso i punti A e B (in A “entra” la corrente e in B “esce”);
- $R_{BC,DA}$: rapporto tra la differenza di potenziale tra i punti D e A e la corrente passante attraverso i punti B e C (in B “entra” la corrente e in C “esce”).

La resistività elettrica viene calcolata risolvendo la seguente equazione implicita:

$$\exp\left(\frac{-\pi * R_{AB,CD} * d}{\rho_{el}}\right) + \exp\left(\frac{-\pi * R_{BC,AD} * d}{\rho_{el}}\right) = 1 \quad (4.5)$$

Dove con “d” si indica lo spessore del provino.

Un aspetto fondamentale di cui tener conto quando si utilizza questo metodo, è quello di non effettuare misurazioni di segnali di corrente e di tensione disponendo i rispettivi percorsi a “croce” (ciò accade, ad esempio, se i punti A e C vengono utilizzati per la corrente e i punti B e D per la tensione). Se i due percorsi dovessero incrociarsi, si verrebbe a creare infatti un ulteriore errore nella valutazione della resistività elettrica, a causa della reciproca influenza dei segnali di corrente e di tensione.

4.2.4: Scelta del metodo

Tra i vari metodi descritti nei precedenti paragrafi, si è deciso di utilizzare il metodo a 4 fili, poiché questa metodologia è in grado di fornire una misura della resistività elettrica molto precisa ed accurata, senza peraltro dover ricorrere ad apparecchiature troppo sofisticate. Essa, inoltre, si presta molto bene per l'utilizzo in funzione dell'apparecchiatura sperimentale disponibile ai LNL, la cui descrizione è fornita nel paragrafo successivo.

4.3: Descrizione dell'apparato sperimentale

L'apparato sperimentale utilizzato per la determinazione resistività elettrica, si trova nel laboratorio di alte temperature (High Temperature Laboratory, HTL) presso i LNL. Esso è composto da diversi componenti: una camera da alto vuoto, un sistema riscaldante, un alimentatore, due pompe da vuoto e gli strumenti di misura. Di seguito vengono illustrati tutti i diversi strumenti che costituiscono questo complesso apparato.

4.3.1. Camera da vuoto

La camera da vuoto è composta da tre elementi, realizzati in acciaio inox, aventi la funzione di isolare i componenti al suo interno dall'ambiente circostante. All'interno è possibile raggiungere un livello di vuoto fino ai $10^{-7} \div 10^{-6}$ mbar, in modo da minimizzare le reazioni chimiche che possono avvenire, in particolare l'ossidazione, che potrebbero alterare i risultati sperimentali. Questi valori di vuoto spinto, inoltre, sono molto vicini a quelli della sorgente di ionizzazione in fase di esercizio. Sulla parte esterna della camera è stata ricavata una serpentina, al cui interno scorre dell'acqua proveniente da un chiller, al fine di mantenere la temperatura della camera entro valori adeguati. Sulla camera, vi sono inoltre due finestre in vetro borosilicato, per permettere la lettura della temperatura del provino attraverso un apposito pirometro. In Figura 4.5 è riportata un'immagine della camera vista dall'esterno:



Figura 4.5: immagine della camera da vuoto chiusa, vista dall'esterno.

4.3.2: Sistema riscaldante

Il sistema riscaldante è costituito da due elettrodi in rame in cui scorre la corrente elettrica erogata dall'alimentatore e aventi l'ulteriore funzione di supporto del campione durante la prova. All'interno, gli elettrodi sono cavi e presentano una divisione: questo in modo tale da permettere lo scorrimento dell'acqua di raffreddamento per mantenere la temperatura al di sotto di valori critici.

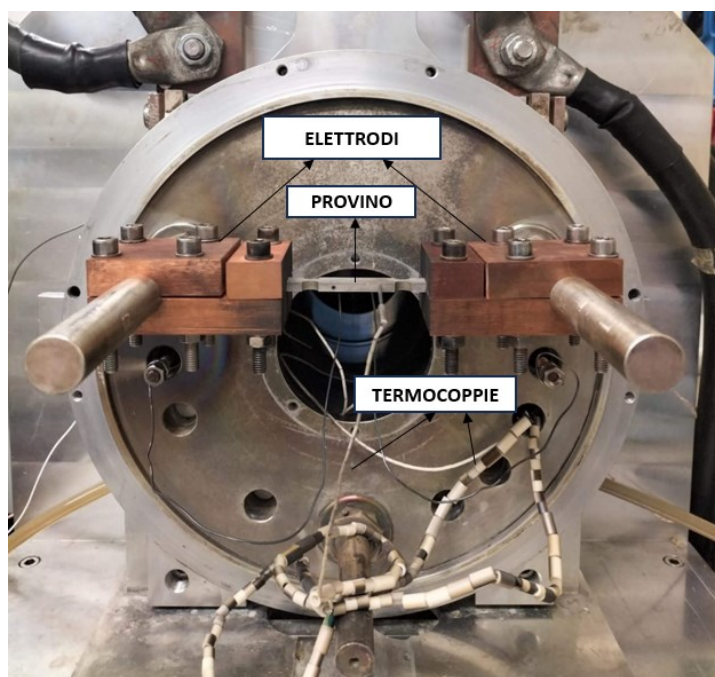


Figura 4.6: immagine del sistema riscaldante con gli elettrodi e il provino.

4.3.3: Alimentatori

Permettono di impostare i valori di corrente elettrica e di potenziale agenti sull'intero sistema: essi sono due e sono collegati in parallelo, arrivando ad una massima corrente erogabile pari a 1000 A ciascuno, e ad una tensione massima di 10 V. Per la regolazione dei valori di corrente e di potenziale elettrico, viene utilizzato un PLC (programmable logic controller).

4.3.4: Pompe da vuoto

Per raggiungere valori di vuoto elevati, sono state installate in serie una pompa rotativa e una turbomolecolare. La pompa rotativa può portare ad un livello di vuoto di $5 \cdot 10^{-2}$ mbar, mentre la pompa turbomolecolare, azionata in seguito, permette di coprire il range dai 10^{-2} ai 10^{-7} mbar.

4.3.5: Strumenti di misura

Gli strumenti di misura utilizzati in queste prove sono: un registratore Nanodac™ Eurotherm®, una coppia di termocoppie, un pirometro e dei vacuometri. Il registratore permette di leggere la caduta di potenziale che si verifica all'interno del provino e di visualizzare la temperatura registrata dalle termocoppie. Queste sono di tipo C e hanno un range termico di funzionamento da 0 a 2320 °C. Il pirometro utilizzato è l'HT02 la cui descrizione è stata fornita al paragrafo 3.3 del capitolo precedente. Come nel caso del forno per la conducibilità termica, i vacuometri hanno la funzione di monitoraggio della pressione: viene utilizzato un misuratore APGX per misurare la pressione nel condotto tra le due pompe, mentre per il monitoraggio della pressione all'interno della camera vengono usati due diversi misuratori, un AIMS e un APGM, rispettivamente per rilevare l'alto e il basso vuoto.

4.4: Definizione della geometria del provino

La geometria del provino è stata sviluppata in un precedente lavoro di tesi riguardante il Tantalio [41], in cui si è scelta la configurazione in grado di garantire una distribuzione il più possibile uniforme della temperatura nel "tratto utile" del campione, ovvero nella zona in cui si effettuano le misure della caduta di potenziale e di temperatura tramite un pirometro e due termocoppie. L'immagine 4.7 raffigura la geometria dei provini scelta:

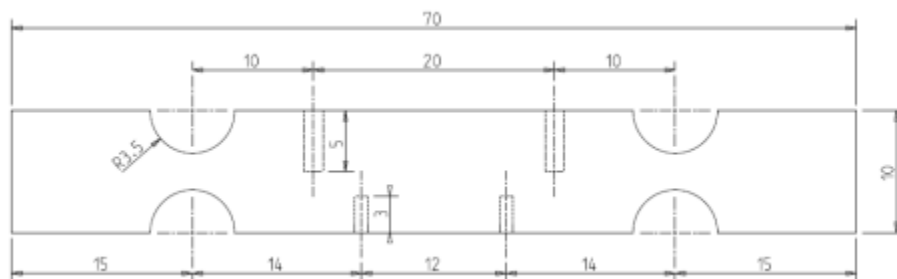


Figura 4.7: geometria dei provini utilizzata per le prove di resistività elettrica.

Questa geometria è stata ottenuta partendo da un volume "lordo" di $70 \times 10 \times 4 \text{ mm}^3$, da questo blocco sono stati poi ricavati gli intagli e i fori per alloggiare le termocoppie e i sottili fili in Tantalio utilizzati per

la misura della caduta di potenziale nel tratto utile. Anche le dimensioni ideali dei fori e degli intagli è stata valutata con dei test specifici, in modo da valutare la loro influenza sulla distribuzione della temperatura.

4.5. Metodo empirico per la stima della resistività elettrica

Questo metodo non prevede l'utilizzo di software, in quanto la resistività elettrica viene calcolata attraverso l'equazione (4.4), in cui la corrente elettrica è nota dall'alimentatore, la caduta di potenziale è registrata dal sistema NanodacTM e la geometria è nota dalla figura 4.7. In linea di principio, la curva resistività elettrica -temperatura viene realizzata sia in funzione del valore di temperatura registrato dalle termocoppie, sia da quello letto sul pirometro HT. Durante l'esecuzione delle prove, tuttavia, le misure di temperatura con le termocoppie sono state effettuate solo nel test del primo campione AM, come verrà spiegato in seguito.

4.6: Risultati sperimentali

In questo paragrafo verranno mostrati i principali risultati ottenuti tramite il modello empirico per la misura della resistività elettrica, confrontati con i valori già presenti in letteratura. L'obiettivo è quello di valutare tale proprietà fino ad una temperatura di 2000°C, in modo da conoscere il comportamento del materiale in condizioni prossime a quelle della sorgente di ionizzazione durante l'esercizio.

4.6.1: Resistività elettrica Tungsteno da letteratura

Prima della discussione dei risultati sperimentali ottenuti ai LNL, viene riportato il grafico della resistività elettrica del Tungsteno standard, ricavato prendendo come riferimento i dati presenti nel file *Macro* del materiale [61] e quelli relativi ad un articolo scientifico riguardante le proprietà termo-elettriche del Tungsteno [62].

Dal grafico 4.1 riportato, si può notare che la resistività elettrica, nel range 0°C – 2000°C, ha un andamento crescente con la temperatura, quasi lineare:

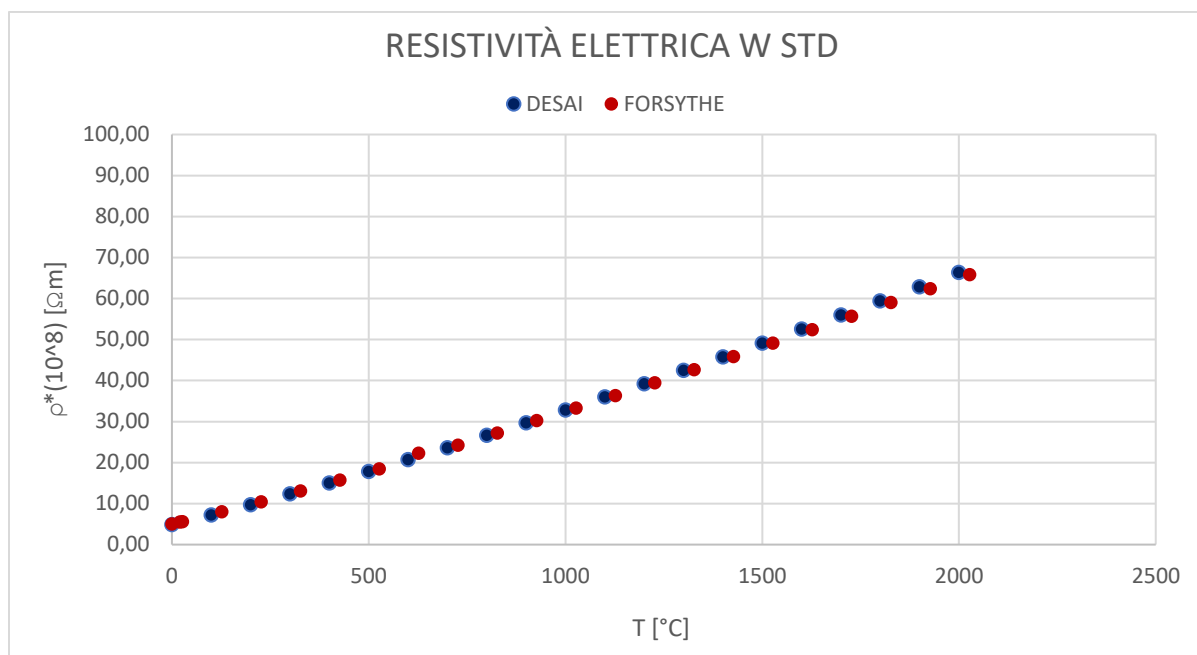


Grafico 4.1: dati di resistività elettrica del Tungsteno presi da letteratura.

All'aumentare della temperatura, pertanto, il movimento degli elettroni all'interno del metallo risulta essere sempre più ostacolato dagli atomi del reticolo, nonostante i valori si mantengano comunque nettamente inferiori rispetto ad altri materiali più isolanti.

4.6.2: Resistività elettrica Tungsteno standard

Inizialmente si è deciso di testare un provino del metallo standard, della geometria descritta al paragrafo 4.4 e ricavato dalla barra di Tungsteno commerciale, realizzata da Plansee (Austria), utilizzata per i precedenti campioni di conducibilità termica. L'obiettivo è quello di verificare il corretto funzionamento dell'apparecchiatura e di ottenere dei dati il più possibile prossimi a quelli di letteratura. Per fare ciò, sono state eseguite tre rampe di riscaldamento, con step di 25 A di corrente ogni 5 minuti, sia per consentire ai valori di caduta di potenziale e di temperatura di stabilizzarsi, che per evitare un riscaldamento del provino troppo repentino, vista l'elevata fragilità di questo metallo. Il massimo di corrente cui ci si è spinti è stato di 1100 A (secondo e terzo riscaldamento), così da giungere ad una temperatura del tratto utile di poco superiore ai 2000°C. A causa dell'elevata durezza del materiale e dalla scarsa lavorabilità, tuttavia, non è stato possibile realizzare dei fori per alloggiare le due termocoppie, ma ci si è limitati a quelli per la rilevazione della caduta di potenziale, fondamentali ai fini empirici. Per la valutazione della temperatura, pertanto, è stato utilizzato esclusivamente un pirometro HT, alloggiato al di sopra della finestra superiore della camera e puntato esattamente al centro del tratto utile del pezzo.

Il grafico 4.2, riporta i valori della caduta di potenziale al variare della corrente rilevati nelle tre rampe di riscaldamento eseguite:

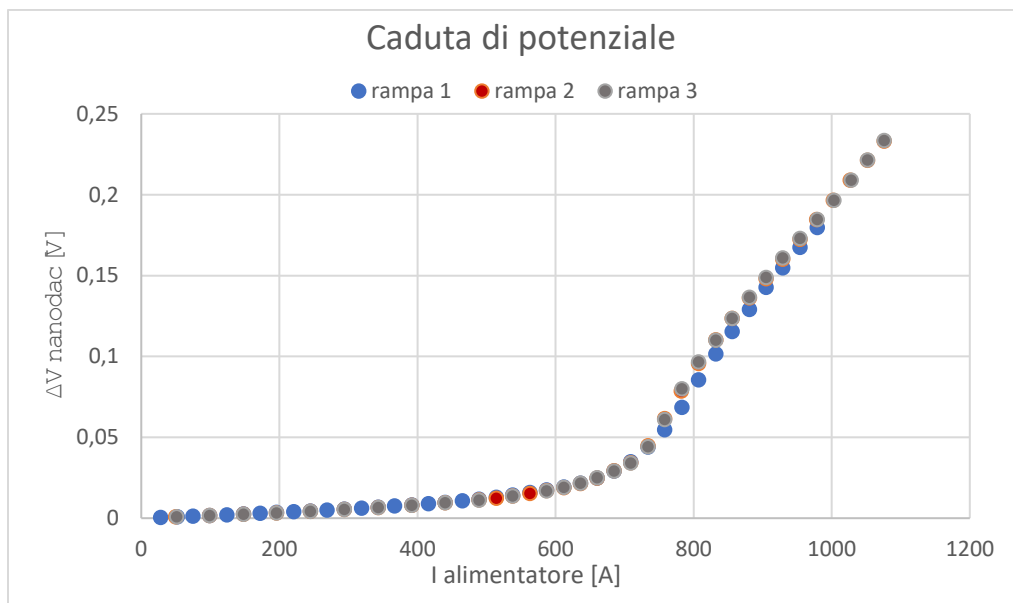


Grafico 4.2: caduta di potenziale in funzione dell'intensità di corrente.

L'andamento è sovrapponibile nel caso di tutti e tre i riscaldamenti e per quanto riguarda la prima rampa, non sono stati registrati valori più alti della caduta di potenziale, segno che il provino era già in buono stato (probabilmente per le lavorazioni e la storia termica della barra) e che la microstruttura non ha subito importanti modifiche. A partire da circa 700 A di corrente, la caduta di potenziale mostra un innalzamento repentino, segno di un cambio di comportamento del materiale: in questa soglia di corrente, è probabile che si passi dal comportamento fragile a quello duttile del Tungsteno, compreso tra i 200°C e i 500°C.

Nel grafico seguente, vengono forniti i valori di resistività elettrica ottenuti dall'equazione (4.4), per ciascun riscaldamento:

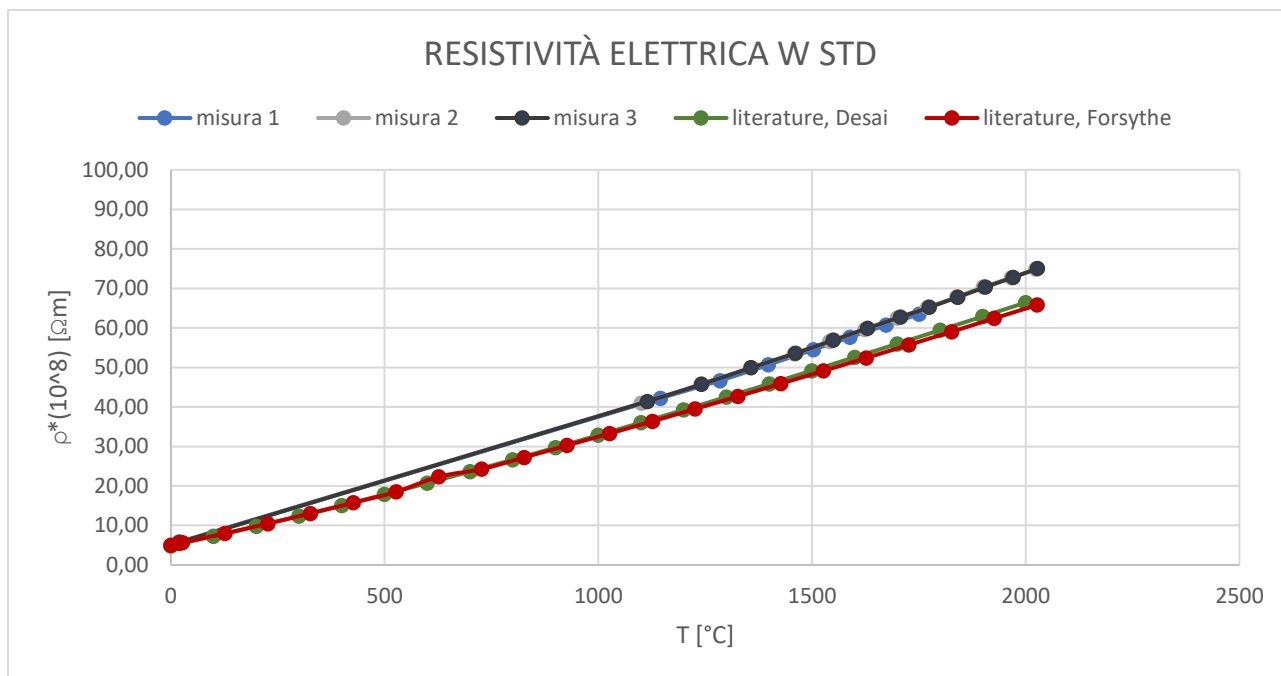


Grafico 4.3: resistività elettrica calcolata per il Tungsteno standard.

Dato che il pirometro HT rileva le temperature comprese tra i 1000°C e i 2000°C, si è supposto un andamento lineare della resistività anche nel caso del campione testato, in accordo con i dati di letteratura, in modo da estrapolare i dati a partire da 0°C. La caduta di potenziale era infatti stata valutata per ogni step di corrente, quindi anche a temperature inferiori ai 1000°C.

I valori trovati presentano un andamento analogo alla letteratura, con valori di poco superiori visti i bassi valori di questa proprietà.

4.6.2.1: Microstruttura Tungsteno standard

Per l'analisi microstrutturale del provino W standard, è stato utilizzato il microscopio elettronico a scansione presente ai Laboratori Nazionali di Legnaro, la cui camera interna è rappresentata in figura 4.8:



Figura 4.8: vista dell'interno della camera interna del microscopio elettronico a scansione (SEM) ai LNL.

Le prime immagini sono state effettuate con ingrandimento 1000x, considerando la zona in corrispondenza dell'afferraggio, dell'intaglio e del centro del campione come riferimento:

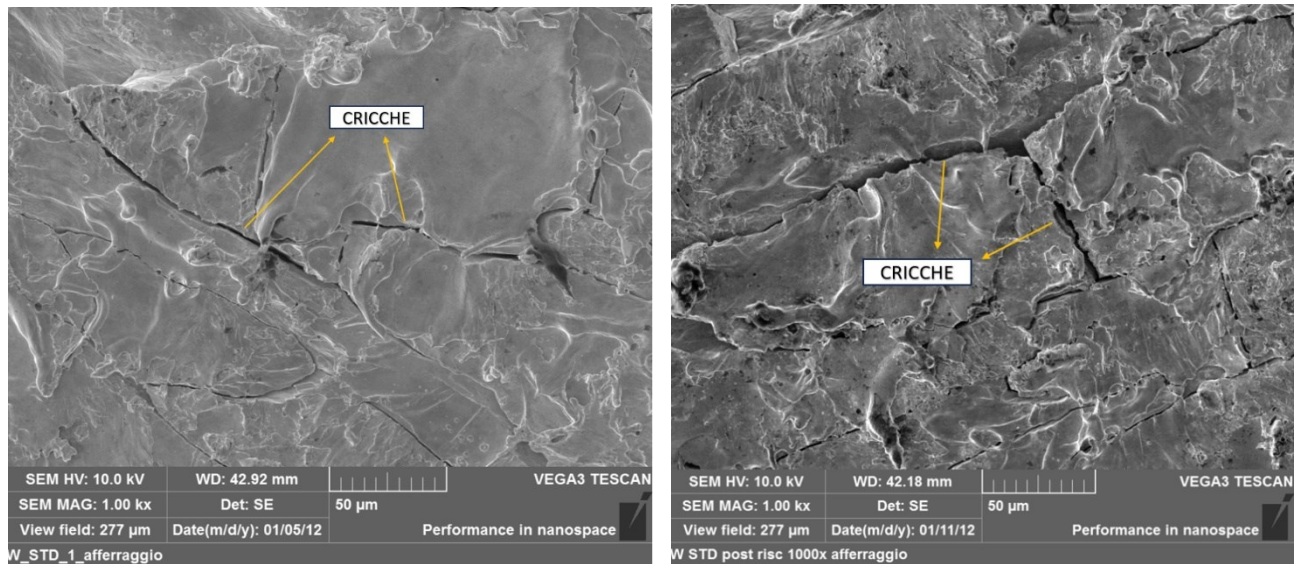


Figura 4.9: immagini SEM della zona di afferraggio prima (sx) e dopo (dx) il riscaldamento, ingrandimento 1000x.

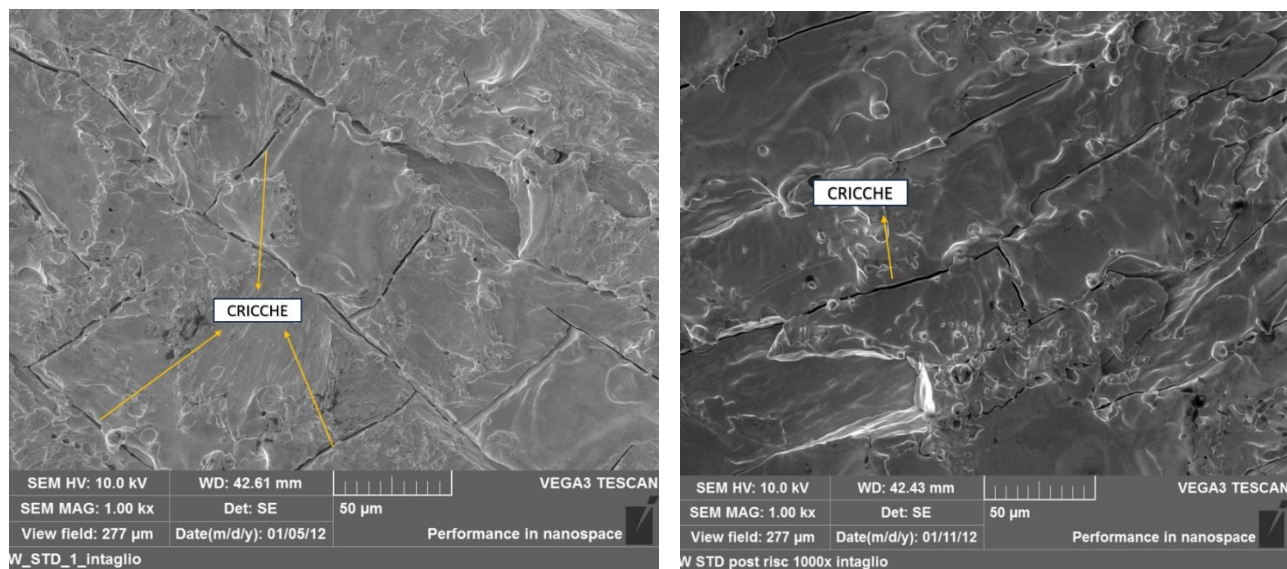


Figura 4.10: immagini SEM della zona in corrispondenza dell'intaglio, prima (sx) e dopo (dx) il riscaldamento. Ingrandimento a 1000x.

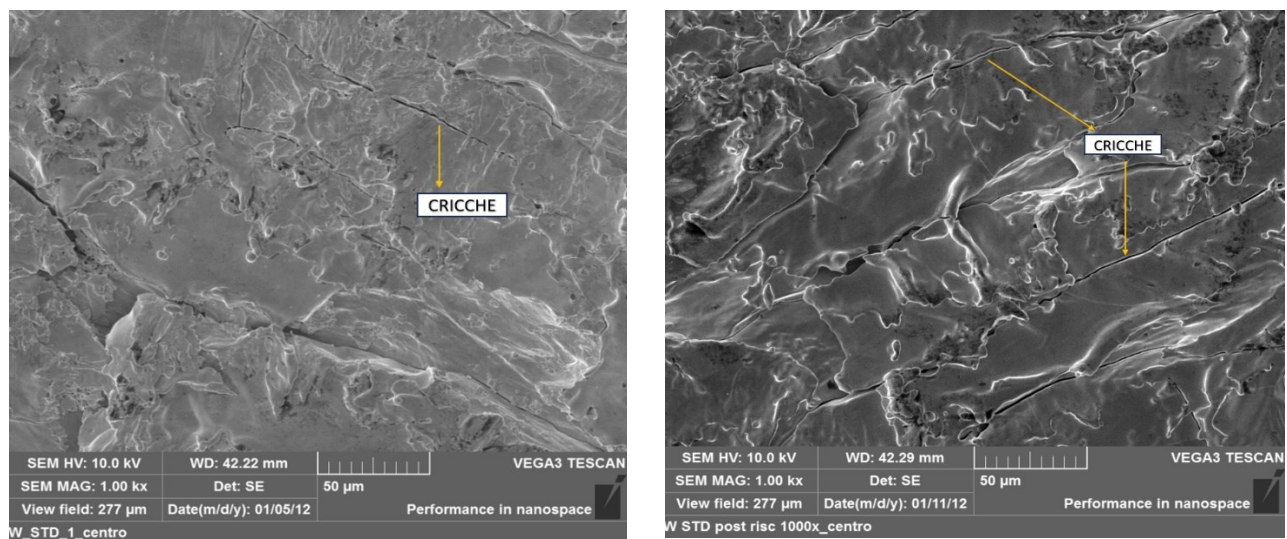


Figura 4.11: immagini SEM in corrispondenza del centro del provino, prima (sx) e dopo (dx) il riscaldamento. Ingrandimento a 1000x.

Da queste immagini, si può osservare una maggiore presenza delle cricche nella zona di afferraggio e centrale del provino, anche se le dimensioni di questi difetti rimangono sostanzialmente invariate. Si rileva invece una certa distribuzione di ossido superficiale, probabilmente WO_3 [63], formatosi in seguito al riscaldamento: questo potrebbe aver leggermente alterato i valori di temperatura rilevati dal

pirometro, anche se va sottolineato che la sua formazione risulta limitata dall'elevato livello di vuoto raggiunto.

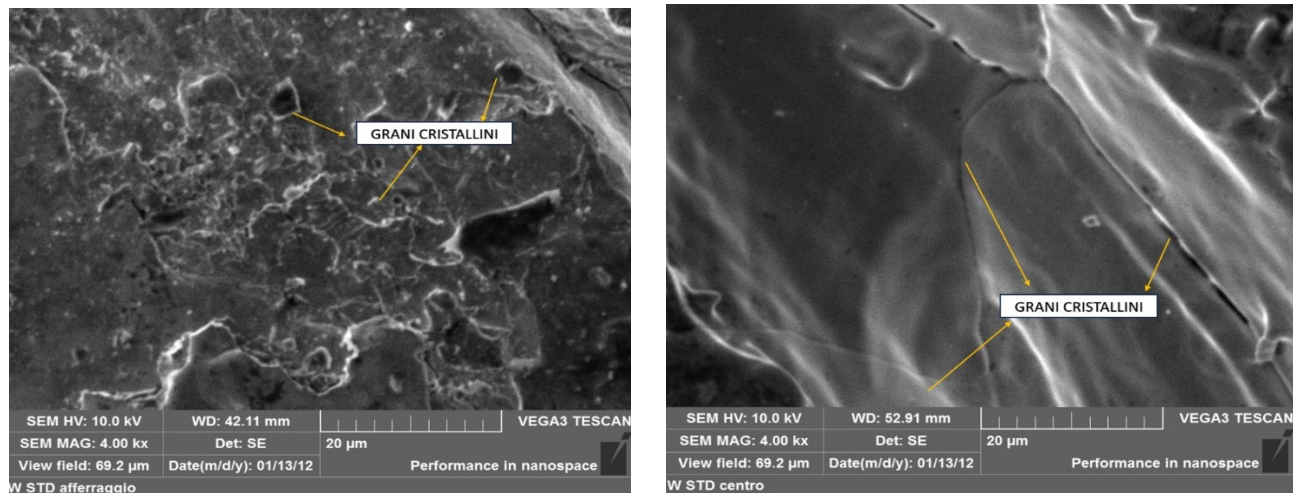


Figura 4.11: immagini SEM della zona di afferraggio (sx) e del centro (dx) post riscaldamento. Ingrandimento a 4000x.

Attraverso un ingrandimento 4000x, sempre con il SEM presente ai Laboratori Nazionali di Legnaro, è stata analizzata più nel dettaglio la microstruttura del campione, in seguito al riscaldamento: come si può notare, la grana cristallina risulta essere molto più fine nelle zone dell'afferraggio rispetto alla zona centrale, e ciò per il gradiente termico instauratosi durante la prova: la zona centrale, infatti, è stata portata a temperature superiori ai 2000°C e questo ha comportato un fenomeno di ricristallizzazione e all'ingrossamento della grana.

4.6.2.2: Stima della resistività elettrica con la legge di Wiedemann – Franz

Per concludere, è stata condotta un'analisi di verifica applicando la Legge di *Wiedemann–Franz* per la valutazione della resistività elettrica a partire dai dati di conducibilità termica presenti in letteratura per il Tungsteno. Questa legge stabilisce proprio una correlazione diretta tra la conducibilità termica λ e la

conducibilità elettrica σ_{el} di un materiale, il cui reciproco è proprio la resistività elettrica cercata. L'equazione (4.6) definisce tale legge:

$$\lambda = \frac{\pi^2}{3} \cdot \left(\frac{K_B}{e}\right)^2 \sigma_{el} \cdot T \quad (4.6)$$

Dove λ è la conducibilità termica, K_B è la costante di Boltzmann, T è la temperatura espressa in Kelvin e σ_{el} è la conducibilità elettrica.

Invertendo opportunamente la (4.6) si può dunque ottenere la resistività elettrica in funzione della conducibilità termica:

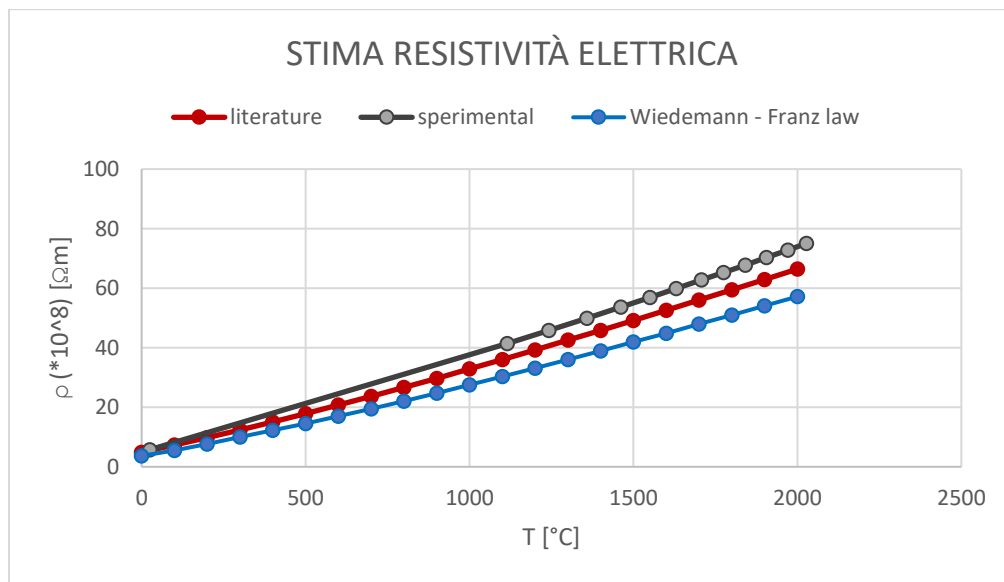


Grafico 4.4: stima della resistività elettrica a partire dalla legge di Wiedemann - Franz.

Come si può notare, l'andamento trovato con l'equazione 4.6 è simile sia ai dati sperimentali, che a quelli di letteratura, nonostante i valori presentati siano di poco inferiori a questi ultimi.

4.6.3: Resistività elettrica Tungsteno AM

Successivamente al provino standard, sono stati testati due campioni prodotti tramite LPBF, denominati rispettivamente 'W AM 2' e 'W AM 3'. Inizialmente era stato previsto di effettuare anche dei test su un ulteriore provino, detto 'W AM 1', tuttavia quest'ultimo si è rotto all'inizio della prima rampa a causa di un'anomalia nel sistema di alimentazione della corrente.

Vengono quindi riportati i risultati ottenuti per i due campioni testati:

4.6.3.1: Campione W AM 2

Per questo provino sono state effettuate tre rampe di corrente fino ad un massimo di 1000 A, che hanno permesso di arrivare a quasi 2000°C di temperatura nel tratto utile. Oltre al pirometro, in questo campione è stata utilizzata anche una termocoppia per la misura della temperatura, in modo da ampliarne il range e l'accuratezza. Il grafico seguente riporta innanzitutto la caduta di potenziale nel tratto utile al variare della corrente, nelle tre rampe eseguite:

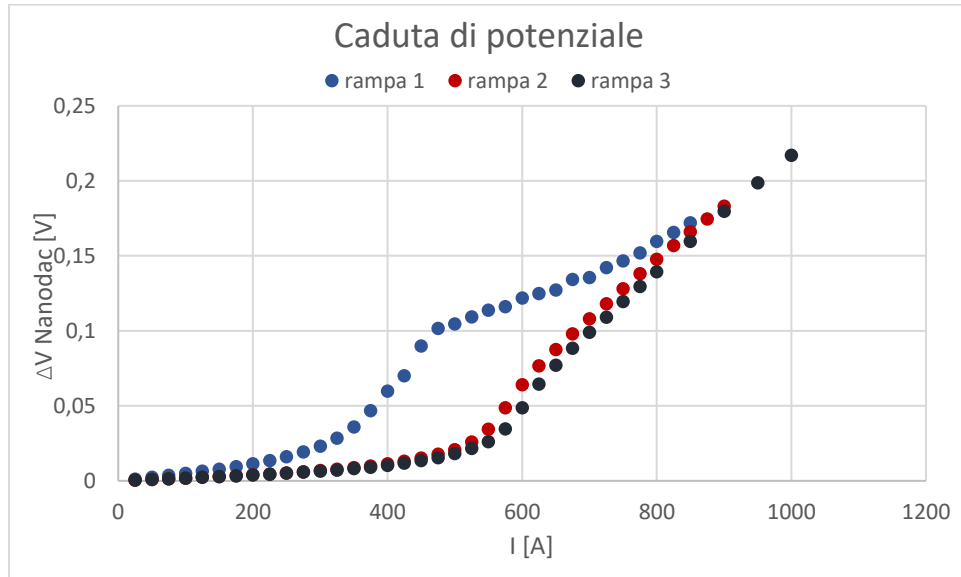


Grafico 4.5: andamento della caduta di potenziale in funzione dell'intensità di corrente.

Nella prima rampa si nota un andamento molto diverso dalle successive, in quanto al primo riscaldamento avvengono sempre un rilassamento delle tensioni e un cambiamento importante a livello microstrutturale [64]. I campioni in Tungsteno prodotti tramite LPBF presentano infatti notevoli stress residui e cricche, che verranno mostrate nelle successivamente con le immagini al SEM.

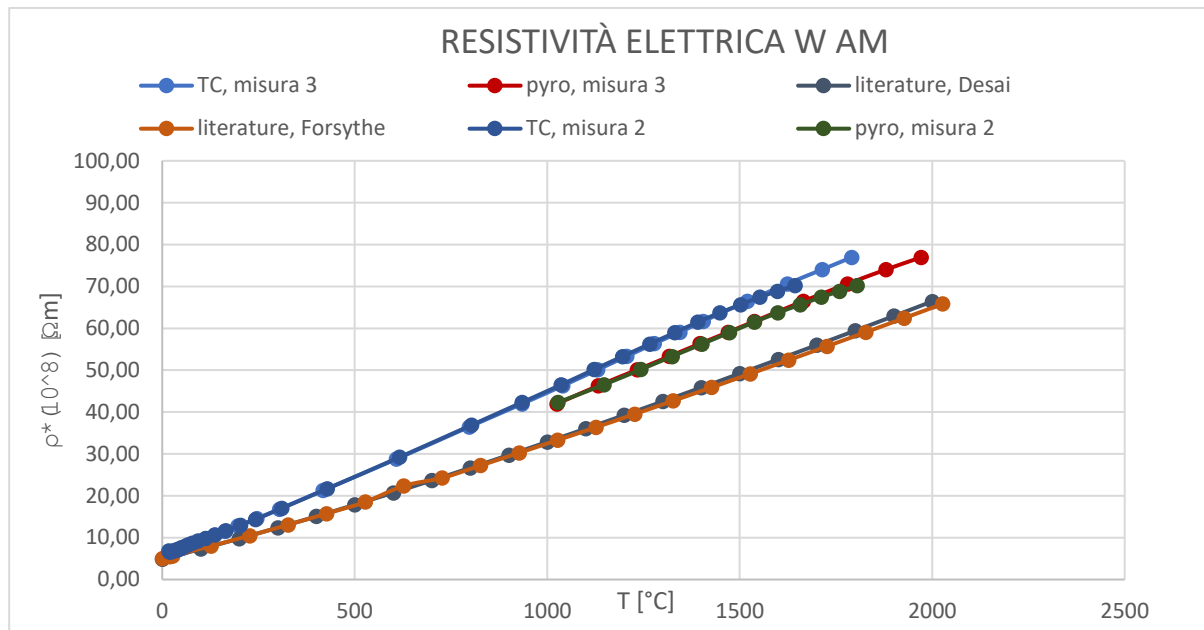


Grafico 4.6: andamento della resistività elettrica del provino W AM 2 in funzione della temperatura.

I valori di resistività elettrica riportati risultano essere superiori a quelli del W di letteratura, e questo era prevedibile anche dai valori di conducibilità termica discussi nel capitolo 3, nel caso della produzione tramite LPBF. Le temperature misurate con il pirometro sono risultate tuttavia superiori di circa 100°C rispetto a quelle rilevate dalla termocoppia a parità di corrente: questo è dovuto all'ossido superficiale che si è formato e che ha condizionato la lettura del pirometro e si riflette nei valori di resistività elettrica più bassi in quest'ultimo caso.

Al termine delle prove e del raffreddamento del forno, sono sorti dei problemi per la rimozione della termocoppia in Tantalio dall'apposito foro nel provino, a causa di una forte affinità tra i due metalli. Per tale motivo, si è optato dunque di testare il successivo campione esclusivamente con il pirometro.

4.6.3.2: Campione W AM 3

La figura 4.12 riporta le immagini di questo provino prima e dopo il riscaldamento:

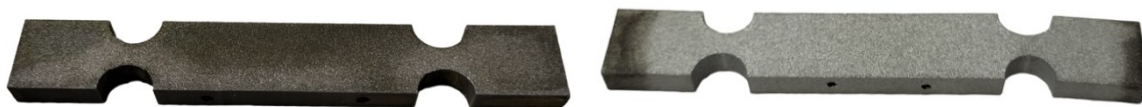


Figura 4.12: provino W AM 3 prima (sx) e dopo (dx) il riscaldamento.

L'andamento della caduta di potenziale in funzione della corrente è mostrato nel grafico sottostante:

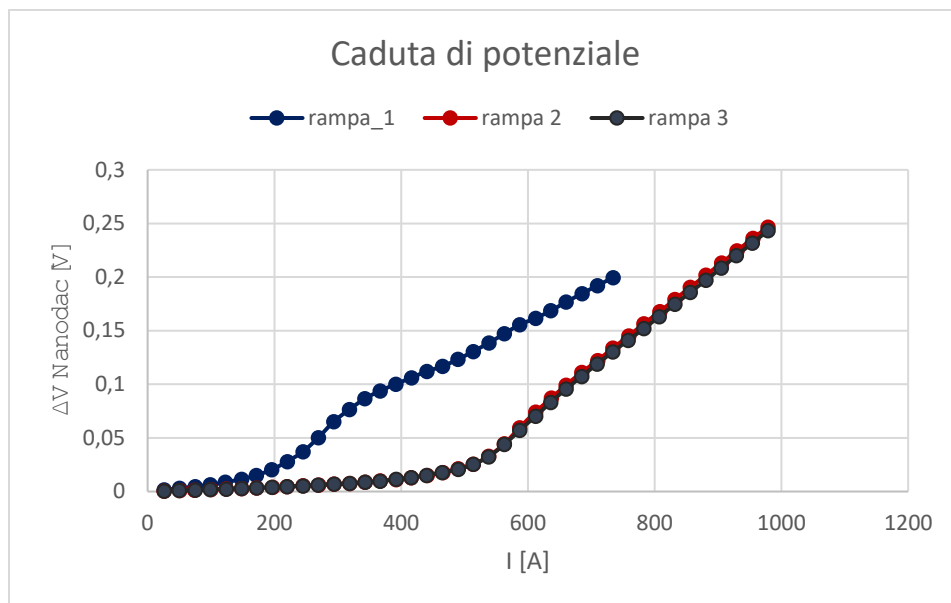


Grafico 4.7: andamento della caduta di potenziale in funzione dell'intensità di corrente per il provino W AM 3.

Anche in questo caso, nella prima rampa la caduta di potenziale risulta essere molto più elevata a parità di corrente, segno che la microstruttura è stata modificata, oltre che della presenza di cricche e tensioni residue. I valori di resistività elettrica per la seconda e la terza rampa risultano essere invece molto simili tra loro e più elevati rispetto a quelli del Tungsteno standard, come per il provino 2.

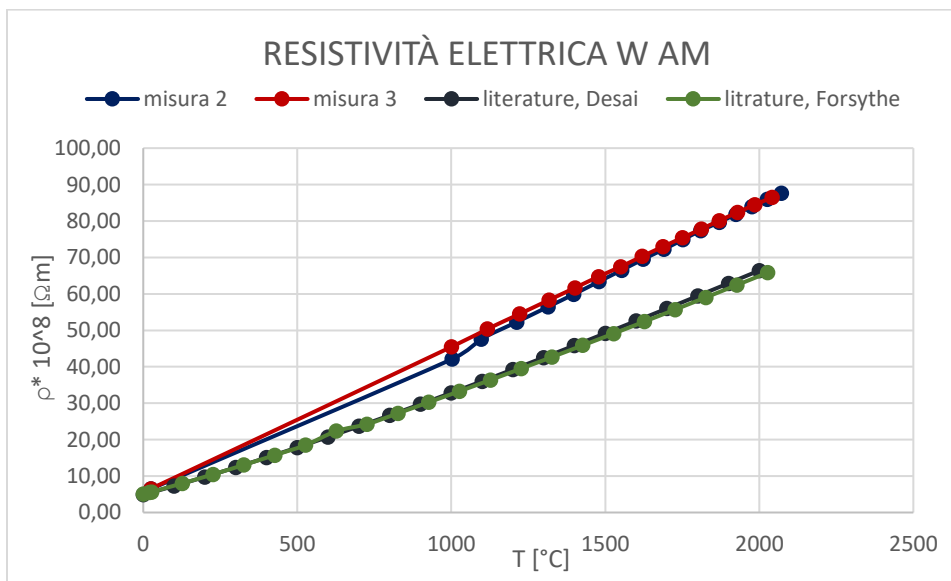


Grafico 4.8: andamento della resistività elettrica in funzione della temperatura per il provino 3 AM.

4.6.3.3: Analisi microstrutturale W AM

Per il campione W AM 3, analogamente a quello standard, sono state effettuate delle analisi al SEM prima e dopo il riscaldamento, in modo da valutare l'effetto dei riscaldamenti sulla microstruttura.

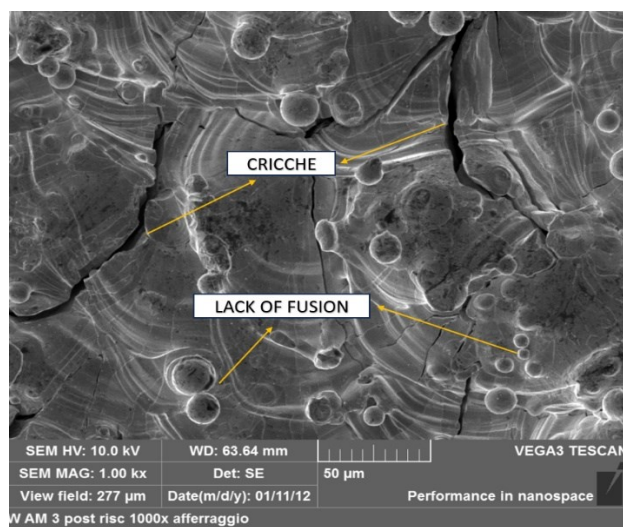
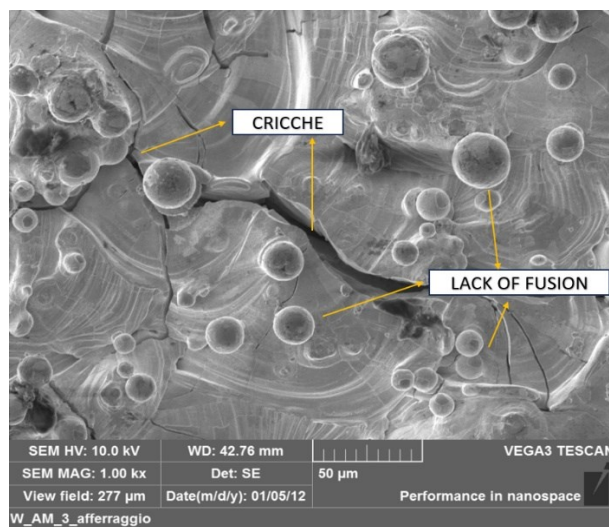


Figura 4.13: immagini SEM della zona di afferraggio del campione W AM 3, prima (sx) e dopo (dx) il riscaldamento. Ingrandimento 1000x

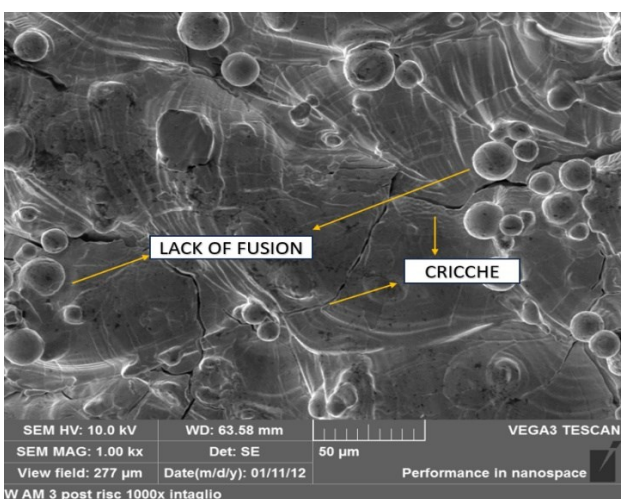
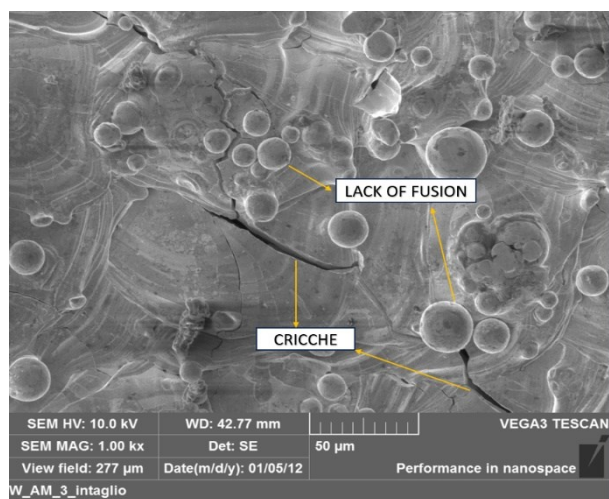


Figura 4.14: immagini SEM della zona in corrispondenza dell'intaglio del campione W AM 3, prima (sx) e dopo (dx) il riscaldamento. Ingrandimento a 1000x.

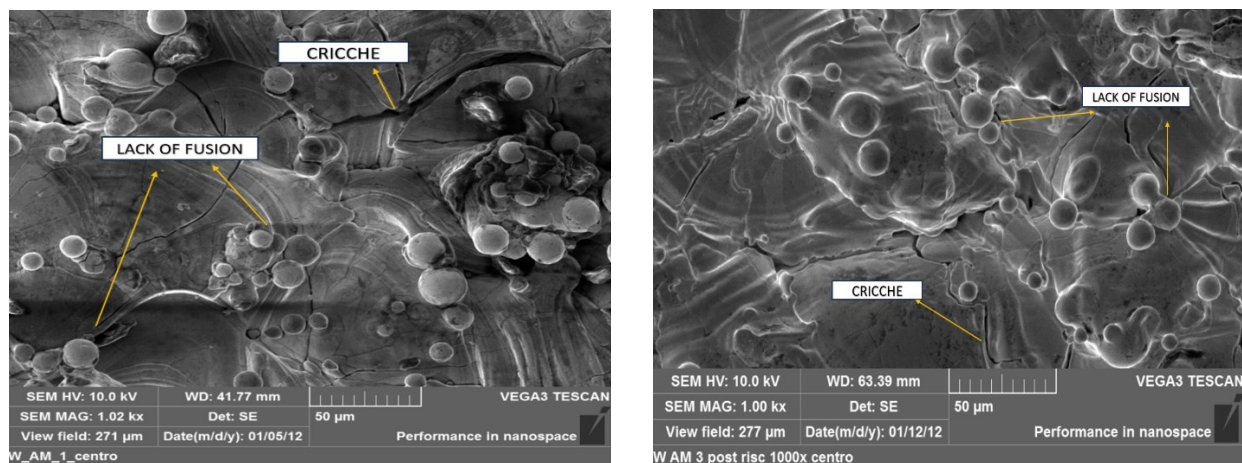


Figura 4.15: immagini SEM in corrispondenza del centro del provino, prima (sx) e dopo (dx) il riscaldamento del provino W AM 3. Ingrandimento a 1000x.

Osservando le figure 4.13 – 4.15, si nota che il riscaldamento ha avuto un effetto benefico per quanto riguarda le cricche [63] al centro del provino, ovvero nel tratto più riscaldato: esse sono infatti più piccole, come se l'alta temperatura della superficie avesse aiutato la loro chiusura attraverso la sinterizzazione. Questo ha comportato l'abbassamento dei valori di caduta di potenziale e resistività elettrica nel secondo e nel terzo riscaldamento. Nelle zone corrispondenti agli afferraggi e all'intaglio, tuttavia, il medesimo effetto di mitigazione delle cricche non è stato notato.

Per questo provino, a differenza di quello standard, la microstruttura è risultata essere più frastagliata e andando a 4000x – 5000x di ingrandimento non si è potuto apprezzare la riorganizzazione della grana cristallina come nel caso precedente.

4.6.4: Stima della resistività elettrica con la legge di Wiedemann – Franz

Come per il provino standard, anche per il W AM 3 sono stati calcolati i valori di resistività elettrica attraverso l'equazione (4.6), considerando come valori di conducibilità termica quelli calcolati in precedenza per i provini AM, nel range 600°C – 1400°C. In questo caso, i valori trovati differiscono notevolmente da quelli sperimentali. È possibile infatti che anche nel caso delle prove termiche la microstruttura del campione abbia influito in modo marcato sui dati di conducibilità termica, sottostimandone i valori a causa dei difetti interni. Inoltre, le prove termiche hanno portato i provini ad una temperatura massima di 1400°C, nettamente inferiore ai 2000°C delle prove elettriche. Un interessante sviluppo potrebbe essere quello di portare i provini termici a temperature più elevate, e successivamente calcolarne la conducibilità termica e l'eventuale innalzamento.

Di seguito, viene comunque riportato il grafico di confronto per la resistività elettrica sperimentale e calcolata con la legge di W-F:

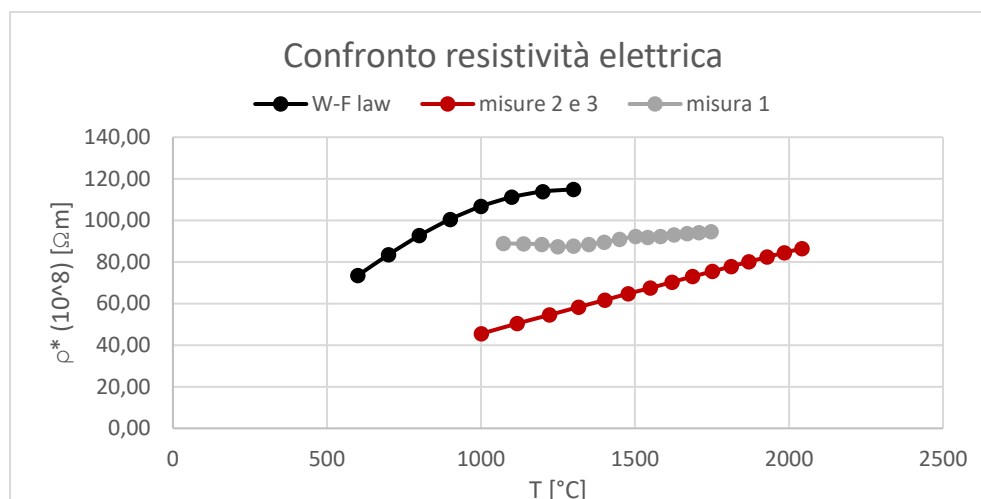


Grafico 4.9: confronto resistività elettrica sperimentale e stimata dalla legge di Wiedemann-Franz.

I valori sperimentali della prima rampa di riscaldamento sono più vicini a quelli stimati dalla legge, nonostante il confronto risulti complicato dalla differenza nel range di temperature considerato.

4.7: Conclusioni

In questo capitolo è stata presentata la caratterizzazione elettrica del Tungsteno, prodotto sia tramite tecnologie standard, che attraverso la tecnica LPBF. Nella prima parte sono stati esposti i principali metodi utilizzati per la determinazione empirica di tale proprietà e l'apparecchiatura utilizzata ai LNL per le prove di riscaldamento in alto vuoto, con la successiva descrizione della geometria dei provini utilizzata. La seconda parte del capitolo è stata invece dedicata all'analisi dei risultati ottenuti, associando ad essi osservazioni sulla microstruttura dei campioni, nell'ottica di interpretare i fenomeni avvenuti in seguito al mantenimento ad alta temperatura. Dai valori ottenuti, la resistività elettrica è risultata essere più elevata nel caso del Tungsteno AM, a parità di temperatura: questa evidenza sperimentale è stata dimostrata anche dalle immagini scattate al microscopio elettronico a scansione, che hanno evidenziato un maggior numero di cricche e difetti interni per i campioni LPBF. Infine, i risultati sperimentali di resistività elettrica ottenuti sono stati confrontati con la legge di Wiedemann-Franz, la quale ha permesso di ottenere curve di resistività simili tra loro per il W standard, mentre nel caso del W AM i valori ottenuti tramite tale legge sono risultati essere molto più elevati, aprendo nuovi scenari di sviluppo di analisi riguardanti l'effetto del riscaldamento su tali provini a temperature prossime ai 2000°C.

CAPITOLO 5: CARATTERIZZAZIONE MECCANICO - STRUTTURALE DEL TUNGSTENO:

5.1: Introduzione

Quest'ultimo capitolo tratta la caratterizzazione meccanico – strutturale del Tungsteno, prodotto sia tramite tecniche tradizionali, che tramite Laser Powder Bed Fusion, in modo tale da avere un diretto confronto delle principali proprietà meccaniche di questo materiale. Le prove svolte riguardano alcuni test di compressione a temperatura ambiente e prove di flessione a quattro punti, effettuate a temperatura ambiente. Nell'ottica di estendere lo studio a temperature più elevate, si è valutata la possibilità di effettuare prove in temperatura in condizioni atmosferiche. Poiché il Tungsteno, come tutti i metalli referattari, è soggetto ad ossidazione, questa valutazione ha previsto il riscaldamento in atmosfera di alcuni provini a livelli di temperature noti. Il valore di temperature per cui si osserva l'insorgenza di rilevanti fenomeni ossidativi rappresenterà il limite tecnologico per lo svolgimento di tali test futuri.

5.2: Prove di compressione a temperatura ambiente

Inizialmente si è deciso di testare dei provini di geometria predefinita a compressione, presso i laboratori del Dipartimento di Ingegneria Industriale (DII) a Padova. Questo tipo di test, infatti, è preferibile rispetto alla trazione per materiali particolarmente fragili, come nel caso specifico del Tungsteno.

La macchina utilizzata per i test, prodotta dalla Galdabini®, è la Quasar 25, rappresentata in figura 5.1: essa è in grado di esercitare una forza massima di 25 kN, ed è dotata di due piatti in acciaio di diametro 110 mm, quello inferiore fisso e quello superiore mobile.

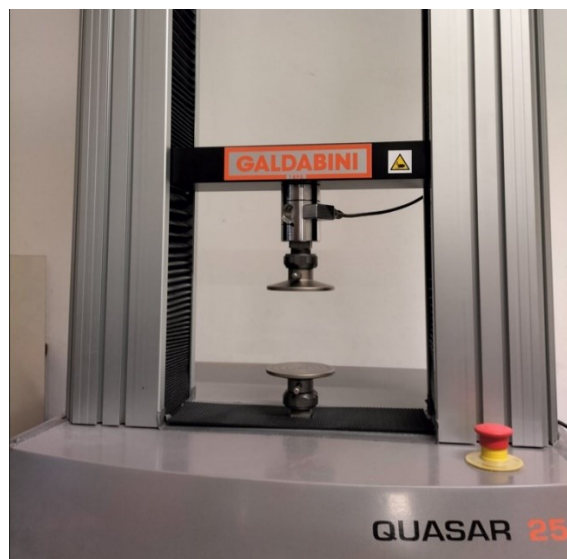


Figura 5.1: immagine della macchina Galdabini® Quasar 25, utilizzata per le prove a compressione.

5.2.1: Geometria dei provini

Per quanto riguarda la geometria dei provini prodotti tramite tecnologia LPBF, è stato preso a riferimento uno studio riguardante la Grafite [64], materiale che mostra un cedimento tipicamente fragile, con una limitata deformazione plastica residua. Infatti ci si aspetta un comportamento simile da parte del Tungsteno ed è stato inoltre verificato che in letteratura non sono riportati altri studi sul materiale di interesse che possano suggerire una standardizzazione della prova. In particolare, le geometrie considerate sono state la 'Uniaxial' e la 'Hourglass I', le cui tavole quotate sono mostrate in Appendice.

In figura 5.2, si possono apprezzare le immagini dei delle due tipologie di provini, con le rispettive quote:

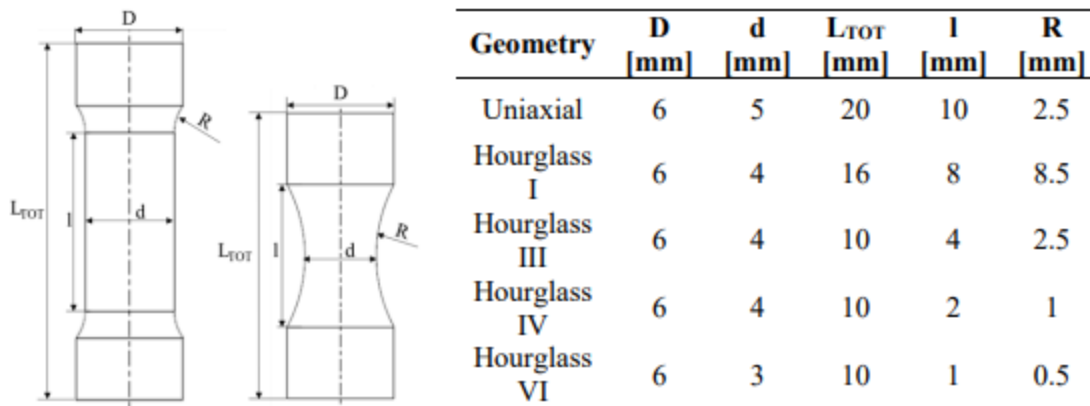


Figura 5.2: immagini quotate dei provini 'Uniaxial' (a sinistra) e 'Hourglass I' (a destra) [65].

Rispetto alle normative riguardanti questo tipo di prova per i metalli, la sezione nominale e l'altezza del provino sono risultate essere inferiori, principalmente per due ragioni:

- Limitatezza della forza applicabile dalla macchina di prova: una sezione troppo ampia del provino avrebbe comportato la necessità di forze troppo elevate per portare i campioni a rottura;
- Limitata disponibilità di polvere di Tungsteno: dato che i provini sono stati realizzati con direzione di crescita *verticale*, per produrre pezzi più alti sarebbe stata necessaria molta più polvere.

5.2.2: Produzione dei campioni

Per la produzione dei provini appena descritti, sono state seguite le operazioni definite al paragrafo 2.5 del capitolo 2: per prima cosa, dunque, è stato creato il modello 3D dei provini attraverso il software 'CREO' e lo si è convertito in formato '.stl', in modo da poter essere importato all'interno del programma 'Magics'. Qui, all'interno della piattaforma virtuale della macchina di stampa, si sono posizionati in modo strategico i diversi pezzi da realizzare, considerando di produrre venti campioni per ciascuna geometria. Per la stampa 3D, non sono stati aggiunti supporti, l'unica ulteriore accortezza è stata quella di considerare uno strato di 2 mm di spessore aggiuntivo tra il campione vero e proprio e la piastra di supporto in Rame, in modo da considerare la perdita di materiale a seguito del taglio ad elettroerosione. Terminati questi step, il file di elaborazione è stato importato in un apposito programma, per suddividere il componente nelle diverse *slices* di spessore predefinito. Per concludere, l'intero processo è stato simulato nel programma 'EoS print', collegato attraverso la rete alla macchina di stampa

utilizzata, con l'inserimento dei parametri di stampa apposti per il Tungsteno, già discussi al capitolo 2. La macchina utilizzata è la EoS M100, situata nel laboratorio del DIAM di Padova. Al termine della stampa, la piattaforma contenente i campioni è stata portata ai Laboratori Nazionali di Legnaro per il taglio ad elettroerosione.

5.2.3: Risultati sperimentali

Le prove di compressione sono state eseguite in controllo di deformazione, imponendo una velocità di discesa del crosshead pari a 0,5 mm/min e applicando un pre-carico di 2 N, in modo da verificare la stabilità del campione e garantire la corretta applicazione della forza. Dato che i piatti del macchinario che entrano in contatto con il provino in Tungsteno sono in acciaio, si è pensato di interporre tra le due interfacce (superiore e inferiore), un ulteriore disco in acciaio di diametro leggermente superiore ai piatti della macchina, per prevenire il danneggiamento di questi ultimi. Inoltre, è stato aggiunto in entrambe le parti anche un disco in Tungsteno più piccolo per limitare il più possibile deformazioni diverse da quelle del provino.

Per salvaguardare ulteriormente la macchina, si è stabilita una forza massima applicabile pari a 24,5 kN, leggermente inferiore al limite massimo dichiarato.

5.2.3.1: Provini 'Hourglass I'

Questi provini a forma di clessidra hanno evidenziato da subito problemi nell'esecuzione dei test, in quanto al raggiungimento del picco di sforzo massimo non è giunti ad una rottura netta, ma ad un collasso della sezione di mezzera (più stretta), che andava a comportare una grande componente di deformazione plastica nella curva sforzo-deformazione. Le cause di questo fenomeno sono essenzialmente l'altezza ridotta di questi provini (16 mm) e il raggio di curvatura, che ne hanno impedito la rottura istantanea.

A titolo esemplificativo, vengono comunque riportate le curve dei tre provini testati:

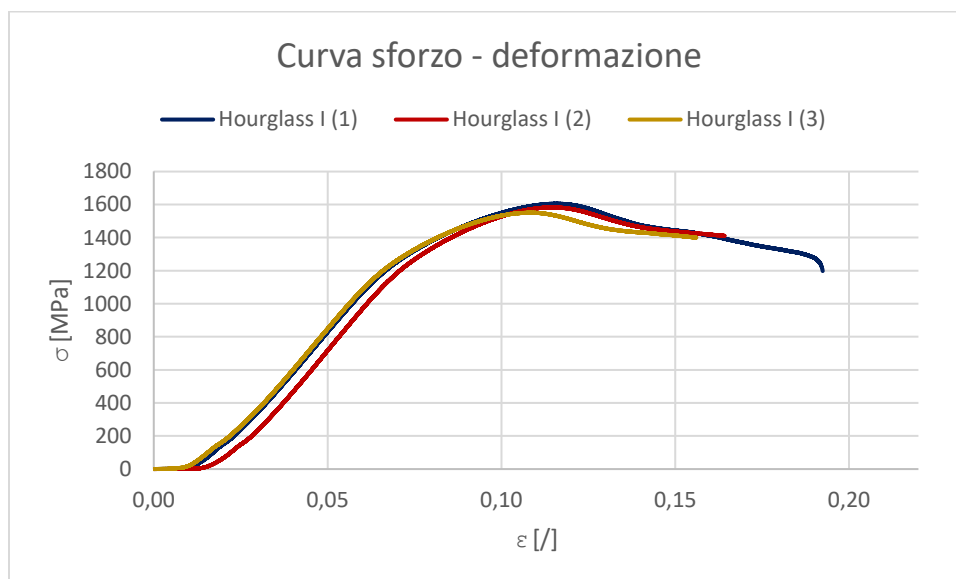


Grafico 5.1: curve sforzo-deformazione per i provini Hourglass I.

Rispetto ai dati già presenti in letteratura riguardo alcune prove a compressione di Tungsteno LPBF [65], le curve e i valori ottenuti non sono risultati attendibili, a causa dei motivi appena esposti. È probabile, inoltre, che questa geometria dei campioni comporti l'insorgenza di uno stato di tensione biassiale, sviluppando una seconda componente di sforzo ortogonale all'asse del provino.

5.2.3.2: Provini 'Uniaxial'

Successivamente, sono stati testati i provini di geometria 'Uniaxial', di altezza pari a 20 mm e diametro in mezzzeria di 5 mm; privi del raggio di curvatura, contrariamente agli Hourglass I. In questo caso, pertanto, l'unica componente di tensione che ci si attende è quella parallela all'asse del campione (stato di tensione monoassiale) [64].

Complessivamente, sono stati testati sei provini di questa geometria, dai quali è stato possibile ottenere curve sforzo-deformazione dall'andamento sovrapponibile ai dati di letteratura, con valori di sforzo a rottura leggermente più elevati. Con questi provini, il cedimento è venuto in maniera più repentina, nonostante sia stata rilevata comunque una certa componente plastica di deformazione.

Il grafico 5.2 riporta le curve ottenute per questi campioni:

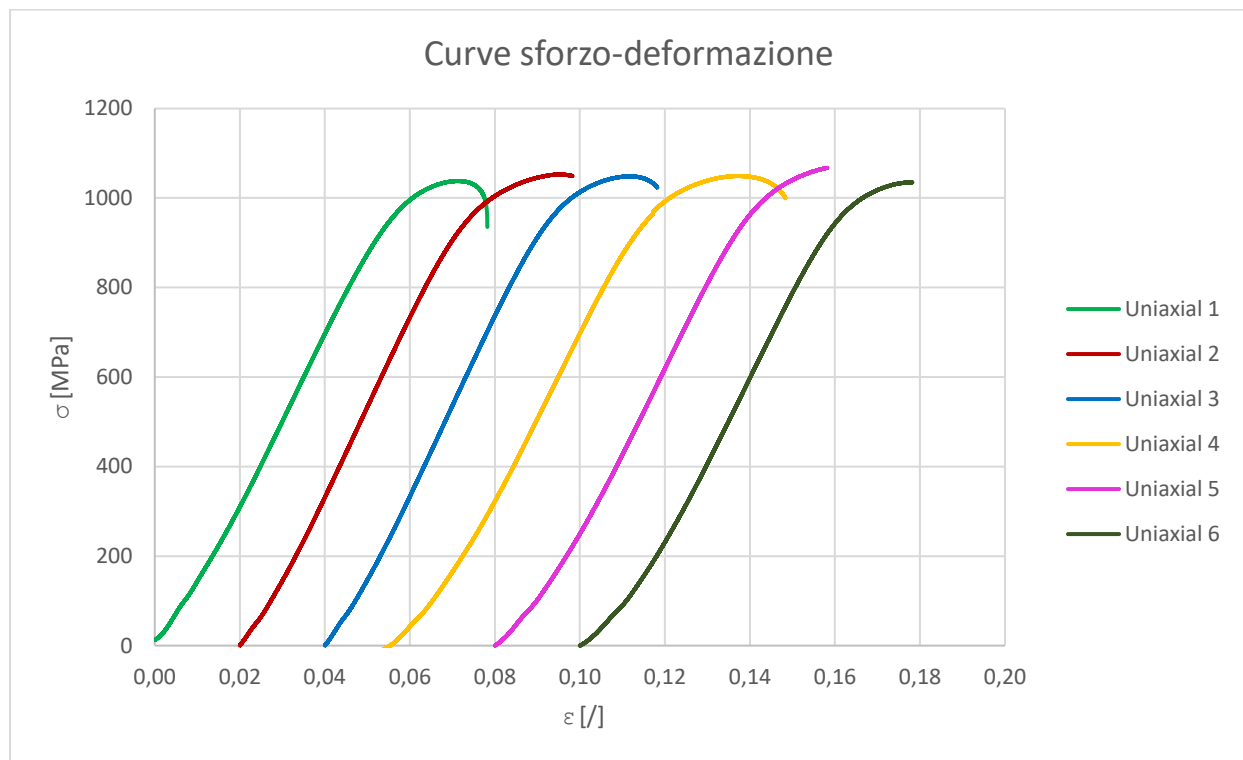


Grafico 5.2: curve sforzo-deformazione per i provini Uniaxial.

Da queste curve, sono stati ricavati i valori del modulo elastico E e dello sforzo massimo a rottura σ_R , riportati nella seguente tabella:

Proprietà	Uniaxial 1	Uniaxial 2	Uniaxial 3	Uniaxial 4	Uniaxial 5	Uniaxial 6
E [MPa]	18519	19617	19679	18125	17894	17719
σ_R [Mpa]	1038	1101	1083	1079	1090	1051

Tabella 5.1: valori di modulo elastico e tensione a rottura dei provini 'Uniaxial'.

I valori dello sforzo trovati sono leggermente superiori a quelli trovati in letteratura, mentre il modulo elastico è più basso di circa 2 Gpa: questo aspetto verrà approfondito successivamente attraverso le immagini al microscopio ottico a scansione delle superfici di rottura; tuttavia, è essenzialmente dovuto ad una maggior deformazione subita dai provini nel corso della prova.

5.2.3.4: Immagini SEM della superficie di rottura

Analizzando la superficie di rottura di uno dei provini 'Uniaxial', si può osservare dalla figura 5.2 che le particelle non fuse di polvere metallica sono state notevolmente appiattite durante la prova: questa variazione nella morfologia superficiale si è chiaramente riflessa sui valori elevati di sforzo e di deformazione a rottura: quest'ultima, in particolare, è risultata essere molto elevata, fino ad arrivare quasi all'8% al termine di ciascuna prova. Dalle immagini al SEM della superficie di rottura, si possono osservare due tipi di frattura: quella inter-cristallina nelle zone più scure e la cosiddetta '*cleavage fracture*', dovuta al distacco delle due parti del provino [67].

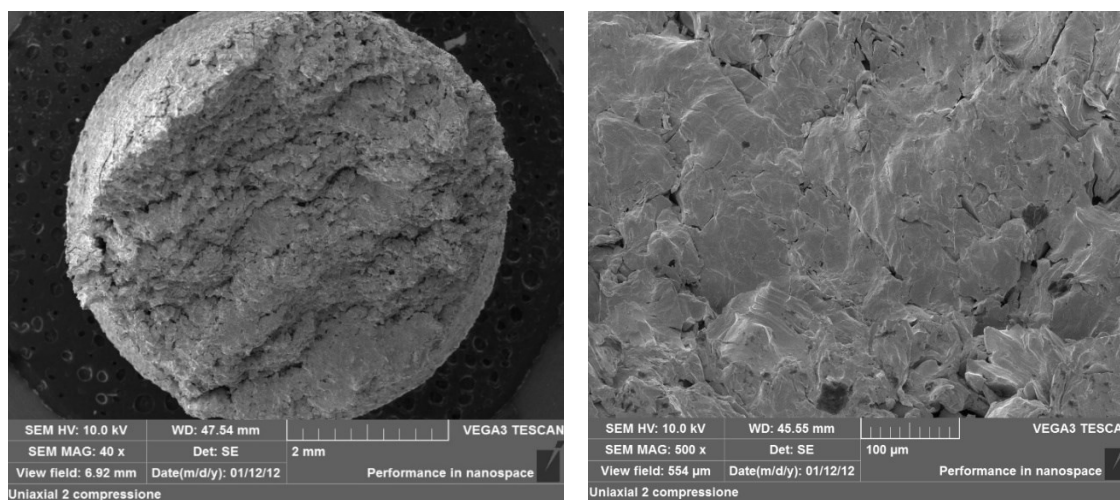


Figura 5.3: immagini SEM della superficie di rottura di un provino 'Uniaxial'. Ingrandimento 40x a sinistra e 500x a destra.

5.2.3.5: Provini Tungsteno standard

Per avere un confronto diretto con il materiale inteso come standard, sono stati prodotti ai LNL tre provini cilindrici di diametro 5 mm e altezza 20 mm, in modo da mantenere una geometria il più possibile simile a quella dei campioni AM. A causa della poca lavorabilità del Tungsteno, la sezione in

questo caso è stata mantenuta costante, prendendo come riferimento il diametro nella sezione centrale dei provini 'Uniaxial'.

Il test a compressione a temperatura ambiente è stato eseguito con la medesima macchina adoperata per i provini AM, seguendo le stesse specifiche di prova. I risultati ottenuti per il Tungsteno standard, tuttavia, non sono stati soddisfacenti, in quanto la forza applicabile dalla macchina non è risultata sufficiente per portare a rottura i provini. Dall'osservazione dei dati di letteratura sui valori di sforzo di rottura a compressione per questo materiale in condizioni standard e dalla conoscenza della sezione resistente dei campioni testati, è emerso che la forza massima applicata dalla macchina si è comunque avvicinata molto a quella di rottura dei provini, senza che questi abbiano subito importanti deformazioni. Come si è notato al termine della prova, è probabile che la maggior parte della componente di deformazione plastica sia stata causata dai dischi in Tungsteno AM interposti tra i piatti della macchina e il pezzo, poiché una volta estratti hanno evidenziato un'importante indentazione in corrispondenza dell'area di contatto con i provini. Da ciò si può concludere che per effettuare prove di compressione di Tungsteno standard, sono necessarie forze maggiori applicabili e soprattutto rivestimenti dei piatti più duri e rigidi di questo materiale, in modo da eliminare componenti di deformazione diverse da quella del campione.

5.3: Prove di flessione a 4 punti

La prova di flessione a quattro punti prevede di posizionare il campione su due appoggi, in modo da vincolarlo, e di applicare superiormente un carico su due punti, posti ad una prefissata distanza.

Questi test sono stati effettuati sempre ai laboratori del DII, utilizzando, come nel caso della compressione, la macchina Galdabini® Quasar 25. Seguendo le specifiche date dalla normativa ISO21712:2020 riguardante questa prova, la velocità di deformazione è stata mantenuta pari a 0,5 mm/min ed è stato settato un *preload* di 2 N per garantire una corretta esecuzione della prova. A differenza delle prove di compressione, in questo caso la forza massima esercitabile dalla macchina è stata impostata pari a 10 kN.

In figura 5.4, viene mostrato il setup della macchina di prova:

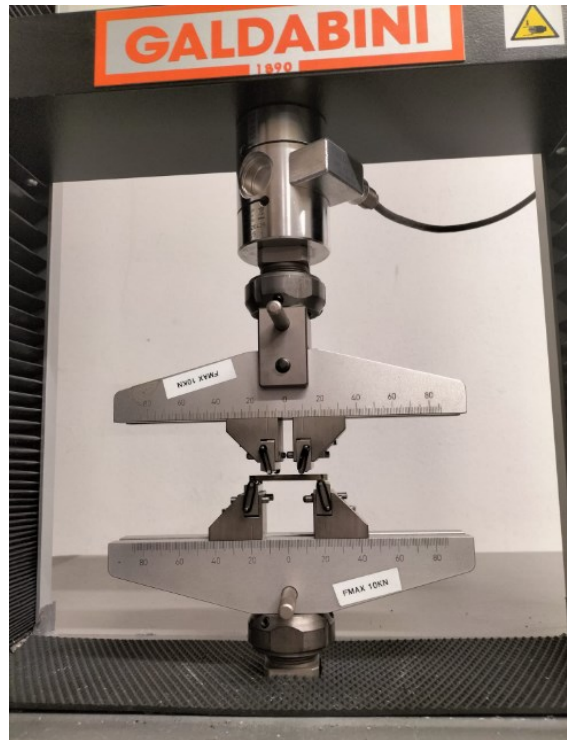


Figura 5.4: immagine del setup della macchina Galdabini® Quasar 25 per le prove di flessione a quattro punti.

La scelta della prova di flessione a quattro punti è dovuta all'elevata sensibilità del Tungsteno agli sforzi di taglio, come accade per tutti i materiali fragili. Applicando il carico su due punti posti ad una prefissata distanza tra loro, si eliminano nel tratto centrale queste componenti di sollecitazione che abbasserebbero la resistenza del provino.

5.3.1: Geometria dei provini per le prove di flessione a quattro punti

I provini utilizzati per questi test, sono stati ricavati tramite taglio ad elettroerosione a partire dalla barra di Tungsteno utilizzata per i provini standard di conducibilità termica e di resistività elettrica.

Per quanto riguarda la geometria, per questo test è stata mantenuta quella utilizzata per le prove di flessione eseguiti in un precedente lavoro sul Tungsteno AM [40], sempre considerando le specifiche della normativa ISO21712:2020.

La figura 5.5 rappresenta la tipologia di provini utilizzati per queste prove:

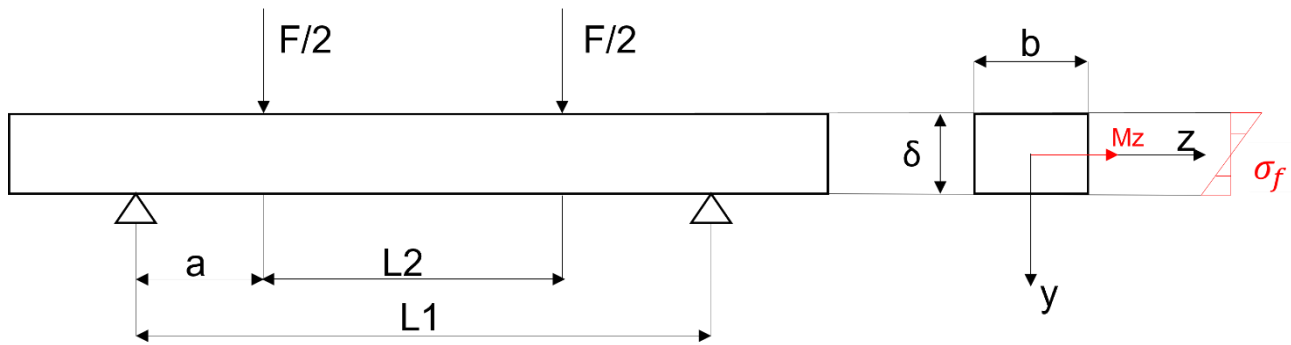


Figura 5.5: geometria dei provini utilizzati per le prove di flessione a quattro punti.

5.3.2: Risultati sperimentali

Il grafico 5.3 riporta l'andamento della forza applicata e dello spostamento del crosshead della macchina per i tre test eseguiti:

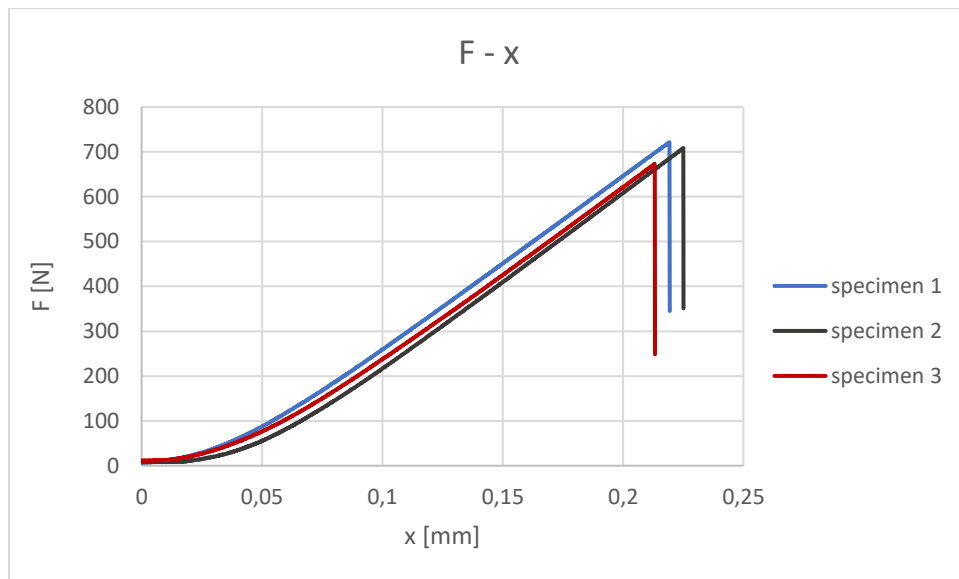


Grafico 5.3: Curve di Forza vs Spostamento per la flessione a quattro punti dei provini in W standard.

Come si può osservare, la rottura è avvenuta a forze intorno ai 700 N, in campo lineare elastico, segno del comportamento fragile del Tungsteno.

Sempre dalla normativa utilizzata per questi test, è stato possibile risalire allo sforzo ultimo di rottura nel caso di sezione rettangolare, dato dalla seguente equazione:

$$\sigma_R = \frac{3 \cdot F \cdot a}{b \cdot \delta^2} \quad (5.1)$$

Nella tabella sottostante sono riportati i valori di sforzo a rottura calcolati con la (5.1):

	SPECIMEN 1	SPECIMEN 2	SPECIMEN 3	MEDIA	ST. DEV.
σ_R [Mpa]	496,99	488,09	463,51	482,86	17,34

Tabella 5.2: valori di sforzo a rottura per i provini testati a flessione.

I valori di sforzo a rottura ottenuti, sono all'interno del range indicato per questo materiale allo stato ricotto (0,3 – 0,6 GPa) [69], come nel caso specifico della barra da cui sono stati ricavati. Per un confronto con i dati ricavati dai provini in W LPBF, di seguito si riporta il grafico delle prove di flessione eseguite in precedenza per i provini Additive Manufacturing:

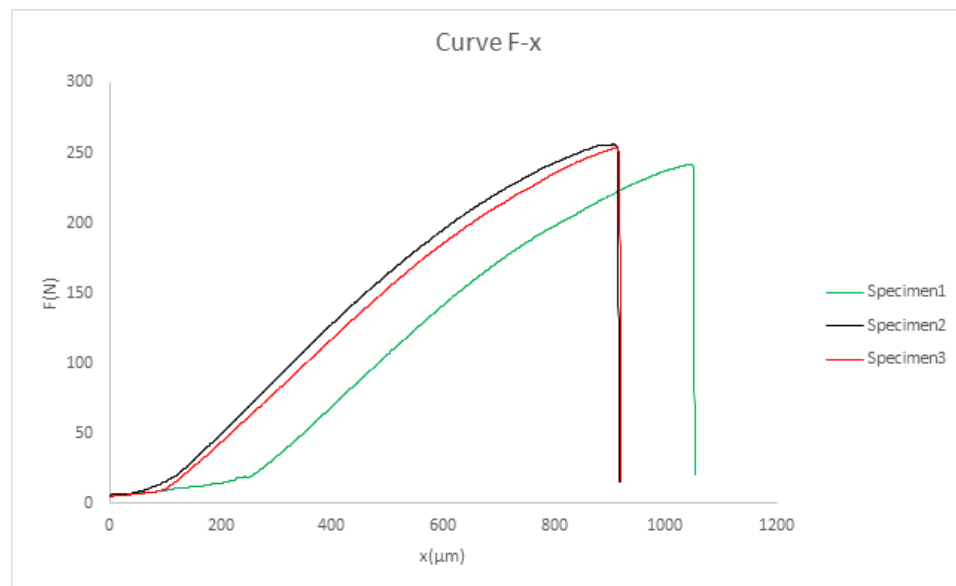


Grafico 5.4: andamento delle curve Forza - Spostamento per le prove di flessione a quattro punti, nel caso del W LPBF [40].

Come si può notare, i valori di forza a rottura registrati risultano essere molto inferiori in questo caso, così come lo spostamento x del crosshead a rottura e i valori di sforzo, presentati nella seguente tabella:

	Specimen1	Specimen2	Specimen3	σ_{avg} (MPa)	dev.standard
σ_{br} (MPa)	163.85	173.33	173.00	170.06	5.38

Tabella 5.3: valori di sforzo a rottura per i provini in W LPBF.

Un'altra proprietà fondamentale da calcolare è il modulo elastico del materiale: solitamente il metodo più diretto per valutare il modulo elastico a partire dalle curve del grafico 5.3, è quello di calcolare nel tratto lineare elastico la pendenza della retta, a partire dai valori di sforzo e di deformazione. Nel caso dello sforzo agente in mezzzeria, questo è calcolabile tramite l'equazione 5.1, mentre nel caso della

deformazione, questa risulta molto più complessa da valutare, poiché nei test e nel provino non è stato possibile inserire un estensimetro.

Per valutare il modulo elastico, pertanto, si ricorre alla teoria della linea elastica, nel caso della trave appoggiata soggetta a due carichi concentrati. Da questa trattazione, verificata anche nel caso di filamenti di carburo di Titanio e da altri testi di riferimento riguardanti le travi sottoposte a flessione [68], il modulo elastico può essere espresso come:

$$E = \frac{F \cdot (a)^2}{12 \cdot v(a)} \cdot \frac{(3L - 4a)}{I} \quad (5.2)$$

Dove:

- F è la forza registrata dalla cella di carico, in Newton;
- a è la distanza tra l'appoggio inferiore e il punto di applicazione del carico più vicino;
- v(a) è la freccia in corrispondenza di x=a;
- L è il tratto di provino compreso tra i due appoggi inferiori;
- I è il momento d'inerzia della trave (per sezione rettangolare $I = \frac{1}{12} b \cdot h^3$).

Dalla geometria specifica di questi provini e dal setup della prova si ha che (Figura 5,5):

- a = 10 mm;
- L = 40 mm;
- b = 4 mm;
- h = 3,3 mm.

Sostituendo i valori sperimentali di forza e di spostamento del crosshead ottenuti a rottura, per i tre provini testati si sono calcolati i seguenti valori di modulo elastico:

	SPECIMEN 1	SPECIMEN 2	SPECIMEN 3	MEDIA	ST. DEV.
E [Mpa]	214481	219066	213774	215774	2873,07

Tabella 5.4: valori del modulo elastico per i provini in W STD.

Come si può notare, il modulo elastico risulta quasi dimezzato rispetto ai valori di letteratura per il Tungsteno puro: questo effetto è dovuto principalmente al trattamento termico di ricottura effettuato sulla barra di Tungsteno [49], oltre che ad una non completa isotropia del materiale. Portando questo materiale a circa 2300°C per un periodo prolungato, secondo le specifiche della ricottura, si registra infatti un calo importante del modulo elastico [69].

Poiché i dati ricavati dal Tungsteno LPBF riportavano una formula diversa e non coerente con la teoria della trave, sono stati rielaborati anche questi ultimi dati riguardanti il modulo elastico a flessione. Da queste prove, sono emersi i seguenti valori, riportati in tabella:

	SPECIMEN 1	SPECIMEN 2	SPECIMEN 3	MEDIA	ST. DEV.
E [Mpa]	16064	16976	17048	16696	548,33

Tabella 5.5: valori del modulo elastico ricalcolati, per i provini in W LPBF.

In questo caso il modulo di Young risulta essere inferiore di oltre un ordine di grandezza rispetto al Tungsteno standard; i dati ottenuti, tuttavia, sono molto vicini a quelli ricavati nel caso della compressione dei provini AM (tabella 5.1).

5.4: Prove di riscaldamento in atmosfera

Questi test di riscaldamento sono stati effettuati al laboratorio di chimica dei LNL, utilizzando il forno elettrico a muffola mostrato in figura 5.5:



Figura 5.5: forno a muffola utilizzato per le prove di riscaldamento in aria.

L'obiettivo è stato quello di valutare l'effetto della formazione di ossido sui campioni in Tungsteno AM, nell'ottica di valutare la possibilità di eseguire test di compressione in temperatura in condizioni atmosferiche per alcuni dei provini stampati: queste prove, potranno essere eseguite una volta identificato un opportuno set-up sperimentale. In questo lavoro di tesi si è valutata la possibilità di impiegare la macchina presente ai laboratori del DII, tuttavia le temperature raggiungibili con la configurazione attuale di questo apparato non risultano sufficientemente elevate per poter osservare una variazione significativa delle proprietà. I dati ottenuti da queste prove di valutazione della temperatura limite raggiungibile dal materiale, in atmosfera normale, possono essere comunque tenuti in considerazione qualora, in futuri lavori, si debbano eseguire dei test meccanici in temperatura.

Com'è noto, i composti più comuni che il Tungsteno forma con l'ossigeno sono il WO_2 e il WO_3 ; la concentrazione di questi ultimi è fortemente influenzata dalla temperatura e dalla quantità di ossigeno presente. Il WO_2 si forma a temperature generalmente più basse rispetto al triossido di Tungsteno ed è caratterizzato da colore blu scuro, con struttura a celle monoclina; il WO_3 , al contrario, si forma a temperature più elevate ed ha un colore tendente al giallo. Esso assume diverse strutture cristalline a seconda della temperatura: fino a 300°C ha configurazione monoclina, tra i 300°C e i 740°C ortorombica e al di sopra dei 740°C , tetragonale. In generale, la formazione di ossido di Tungsteno comporta un peggioramento delle proprietà meccaniche dei componenti, sia in termini di tensione di snervamento, che di tensione a rottura. L'ossido, inoltre, causa un infragilimento del componente in Tungsteno, andando ad innalzare la temperatura di transizione fragile-duttile del materiale [66].

Per i test, sono stati selezionati tre provini dal set degli 'Hourglass I' prodotti, in quanto questi si sono rivelati non adatti per le prove di compressione a temperatura ambiente, come spiegato in precedenza. Prima di essere messi all'interno del forno, questi sono stati alloggiati all'interno di una vaschetta in materiale refrattario, sul cui fondo è stata preventivamente depositata della polvere di Allumina, per evitare che il pezzo rimanesse attaccato al fondo del contenitore.

5.4.1: Riscaldamento a 600°C

Il primo campione è stato riscaldato fino ad una temperatura massima di 600°C , secondo la seguente rampa:

- riscaldamento da T ambiente fino ai 600°C , con aumento di 10°C al minuto;
- permanenza a $T = 600^\circ\text{C}$ per 2 ore;
- raffreddamento molto lento, non impostabile nel forno.

La scelta di una temperatura limite di 600°C è stata valutata in base a prove analoghe, eseguite in precedenza sul Molibdeno [42].

Al termine della rampa di riscaldamento, sul provino è stata rilevata la presenza di triossido di Tungsteno, per via del suo colore caratteristico. Non è stata invece registrata alcuna variazione in termini di massa, segno che la concentrazione di ossido è rimasta comunque al di sotto di livelli critici.

Oltre alla diversità nel colore, la geometria del provino e le sue dimensioni sono rimaste invariate.

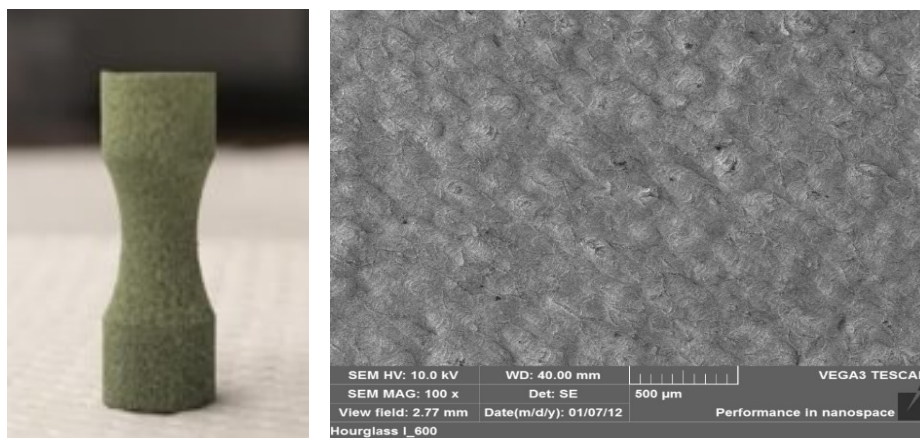


Figura 5.6: immagine del provino sottoposto a riscaldamento a 600°C a sinistra; microstruttura della superficie dello stesso provino a destra.

Dalla figura 5.6, si nota che la superficie risulta non essere eccessivamente intaccata dall'ossido e le cricche che sono presenti non sono tali da raggiungere dimensioni critiche. La superficie è rimasta nel complesso omogenea.

5.4.2: Riscaldamento a 1000°C

Visti i risultati positivi del primo test, il secondo provino è stato portato fino ad una temperatura limite di 1000°C, eseguendo una rampa uguale a quella precedente.

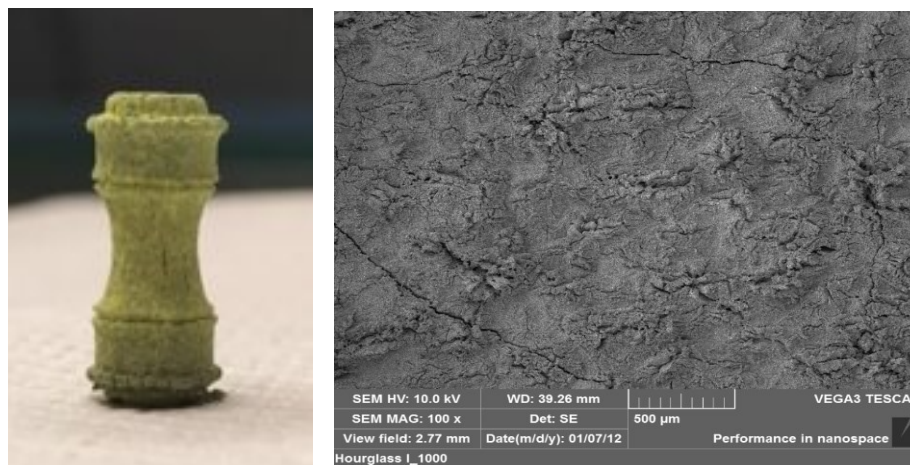


Figura 5.7: immagine del provino riscaldato a 1000°C a sinistra; immagine della superficie del medesimo campione a destra.

Come si può notare già da questa immagine, in questo caso il livello di ossidazione è risultato essere molto più significativo, tanto da portare ad una modifica della geometria del provino stesso e a cricche superficiali molto più evidenti rispetto al caso precedente. L'ossido formatosi è comunque il WO_3 anche in questo caso, e si può dire che scaldando fino ai 1000°C la temperatura limite di questo materiale, in presenza di ossigeno, è stata superata. Inoltre, la massa del campione ha subito un incremento pari al 3,93%, passando da 6,75g a 7,016g: questo poiché il triossido di Tungsteno ha un peso specifico maggiore del Tungsteno stesso, che va a compensare la perdita di volume subita.

5.4.3: Riscaldamento a 800°C

Alla luce dei risultati di questo secondo test, si è deciso di effettuare l'ultimo ad una temperatura massima intermedia alle precedenti, pari a 800°C:

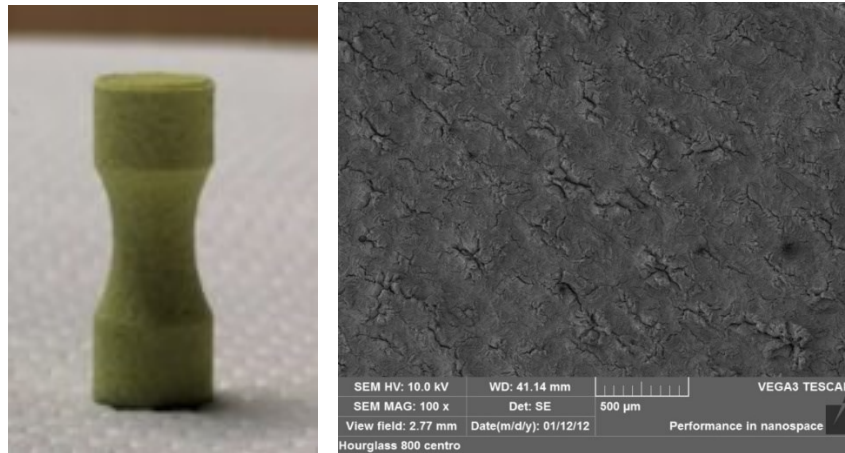


Figura 5.8: immagine del provino riscaldato a 1000°C a sinistra; immagine della superficie del medesimo campione a destra.

In quest'ultimo caso, si può notare una distribuzione delle cricche intermedia ai precedenti due casi con il WO_3 che comunque risulta essere presente in discreta quantità. Osservando la porzione di sezione superiore del provino (fig.5.8 a sinistra), si nota anche una leggera modifica della sezione resistente, segno dell'inizio del cedimento.

La variazione di massa rilevata resta comunque inferiore allo 0,5%, segno che la concentrazione di ossido è rimasta molto bassa.

5.5: Conclusioni

In questo capitolo è stata trattata la caratterizzazione meccanico – strutturale del Tungsteno: attraverso le prove di compressione a temperatura ambiente eseguite su provini LPBF di geometria specifica, è stato possibile risalire a valori di sforzi a rottura prossimi ai 1100 Mpa, in accordo con i dati di letteratura e a valori di modulo elastico nettamente inferiori rispetto a quelli del Tungsteno standard. Le successive prove di compressione effettuate su provini cilindrici in Tungsteno standard, tuttavia, hanno evidenziato alcune criticità nell'esecuzione e non è stato possibile ottenere risultati attendibili.

Per quanto riguarda le prove di flessione a quattro punti, invece, la rottura dei provini in W standard è avvenuta in modo fragile, a valori di sforzo a rottura di quasi 500 Mpa. Poiché le prove sono state eseguite senza estensimetro, i valori di modulo elastico sono stati calcolati a partire dall'equazione della linea elastica, considerando il caso della trave appoggiata caricata su due punti. I valori ottenuti hanno evidenziato un Modulo di Young notevolmente inferiore a quello del Tungsteno puro: questo calo evidente è principalmente dovuto al trattamento di ricottura effettuato sulla barra, come specificato nella rispettiva scheda tecnica.

Al fine di una completa e coerente trattazione, anche per i campioni LPBF testati in un precedente lavoro sono stati ricalcolati i valori del modulo di Young, i quali sono risultati molto vicini a quelli ricavati dalle prove a compressione e inferiori di oltre un ordine di grandezza rispetto al materiale standard utilizzato. Per concludere, sono state effettuate delle prove di riscaldamento in atmosfera, finalizzate a valutare la resistenza all'ossidazione dei provini, all'aumentare della temperatura. Attraverso, l'ispezione dei provini e le analisi microstrutturali eseguite al SEM, è stata stabilita una temperatura massima raggiungibile dal materiale pari a circa 700 °C: questo valore indicativo può risultare utile per l'esecuzione di alcuni test in compressione di questo materiale, qualora non sia possibile effettuarli in condizioni di alto vuoto.

CONCLUSIONI DELLA TESI

Il progetto SPES, in via di sviluppo ai Laboratori Nazionali di Legnaro dell'Istituto Nazionale di Fisica Nucleare, si pone come principale obiettivo la costruzione di una facility di tipo ISOL per la produzione di fasci di ioni radioattivi. L'interazione di un fascio protonico ad alta energia con un target realizzato in carburo di Uranio genera una serie di isotopi radioattivi, che vengono successivamente ionizzati da un'apposita sorgente di ionizzazione. Tra le varie tipologie di sorgente disponibili, quella al plasma è la più comune e adatta in questo tipo di applicazioni. Le parti da cui è costituita, così come gran parte dei componenti dell'intera facility, sono sottoposti a condizioni estreme in esercizio: a tal proposito, i progettisti delle varie parti hanno bisogno di essere a conoscenza di tutte le proprietà termo-fisiche e strutturali dei materiali impiegati. In particolare, la sorgente di ionizzazione al plasma realizzata in metalli refrattari lavorati secondo le tecnologie tradizionali, è costruita a partire da una ventina di componenti, i quali devono resistere ad altissime temperature, superiori ai 2000°C , per una durata continuativa di circa 15 giorni. Tali condizioni di utilizzo sono molto gravose per le parti in questione: per questo è utile conoscere in maniera dettagliata il comportamento dei materiali che la compongono e poter quindi procedere con una progettazione adeguata. Dato il numero elevato di piccoli componenti di cui è composta una sorgente al plasma e gli standard di tolleranza richiesti molto stringenti, diventa difficoltoso produrre queste parti tramite tecnologie tradizionali come l'asportazione di truciolo e successiva saldatura; pertanto, sono in fase di studio tecnologie alternative per la realizzazione dei componenti basate su approcci di tipo Additive Manufacturing. Il presente lavoro di tesi si colloca nel contesto del progetto SPES ed è finalizzato allo studio delle caratteristiche termiche, elettriche e strutturali del Tungsteno, prodotto tramite tecnologie di Additive Manufacturing per le applicazioni ad altissima temperatura esposte in precedenza. Per poter fare questo, è necessario conoscere nel dettaglio quale sia l'andamento delle principali proprietà del materiale nel range di temperature a cui andrà ad operare la sorgente. Per quanto riguarda la caratterizzazione termica, a partire dalle misure sperimentali dell'emissività normale spettrale a $1\mu\text{m}$ e del gradiente di temperatura al variare della potenza riscaldante del provino, sono state calcolate l'emissività emisferica globale e la conducibilità termica di provini discoidali in Tungsteno, prodotti sia tramite LPBF che secondo lavorazioni standard. Per la stima della conducibilità termica, è stato necessario l'utilizzo di un modello numerico agli elementi finiti, in grado di riprodurre la distribuzione delle temperature sperimentali rilevate al centro e in periferia dei provini. I principali risultati ottenuti, finalizzati ad ottenere un confronto diretto delle proprietà termiche tra Tungsteno Standard e AM, hanno evidenziato in generale che il valore di emissività è principalmente influenzato dalla finitura superficiale del provino, mentre la conducibilità termica risente maggiormente della microstruttura. Infatti, i campioni LPBF che presentano una microstruttura a grani tendenzialmente colonnari, con un'elevata presenza di cricche, hanno mostrato una conducibilità termica circa 4-5 volte inferiore al Tungsteno standard.

Per quanto riguarda la caratterizzazione elettrica del Tungsteno, la valutazione della resistività elettrica è stata effettuata mediante l'utilizzo di una procedura empirica, in particolare con l'utilizzo del metodo a quattro fili. I campioni testati, di geometria adatta per l'apparecchiatura dei Laboratori Nazionali di Legnaro, sono stati prodotti sia tramite AM, che tramite tecnologie tradizionali, in modo da confrontare il comportamento elettrico nei due casi. Dai valori ottenuti, la resistività elettrica è risultata essere più elevata nel caso del Tungsteno AM, a parità di temperatura: questa evidenza sperimentale è stata dimostrata anche dalle immagini ottenute tramite il microscopio elettronico a scansione, le quali hanno

evidenziato un maggior numero di cricche e difetti interni per i campioni LPBF. I risultati sperimentali di resistività elettrica ottenuti sono stati confrontati con la legge di Widemann-Franz, la quale ha permesso di ottenere valori di resistività simili tra loro nel caso del W standard, mentre nel caso del W AM i valori ottenuti tramite tale legge sono risultati molto più elevati.

Infine, è stata effettuata la caratterizzazione meccanico – strutturale del Tungsteno: i test eseguiti sono state prove di compressione a temperatura ambiente e prove di flessione a quattro punti; nel caso di queste ultime, sono stati testati esclusivamente provini in W standard, in quanto per il Tungsteno LPBF è stato sufficiente rielaborare i dati di rottura raccolti in prove precedenti a questo lavoro di tesi. Dai risultati ottenuti, si può dire che la tensione di rottura dei provini AM è sovrapponibile a quella presente dai dati di letteratura per campioni analoghi. Per quanto riguarda il modulo elastico, i valori ottenuti sono sempre simili ai dati di letteratura per il caso di compressione di W LPBF; tuttavia, i valori calcolati sono risultati notevolmente inferiori a quelli del modulo elastico a compressione del materiale standard. Le prove a flessione, invece, hanno evidenziato valori di tensione di rottura del Tungsteno standard perfettamente all'interno del range indicato in letteratura per questo materiale allo stato ricotto, mentre per quanto riguarda il modulo elastico, esso è risultato essere dimezzato rispetto ai valori del Tungsteno puro: probabilmente questo abbassamento è dovuto alla modifica microstrutturale indotta dalla ricottura, solitamente eseguita intorno ai 2300°C per questo materiale. Rielaborando i dati sulle prove di flessione per i campioni in W LPBF, sono stati ricavati valori di E inferiori di oltre un ordine di grandezza rispetto allo standard.

È stato anche effettuato uno studio preliminare volto alla valutazione della massima temperatura ammissibile per lo svolgimento di prove di compressione in condizioni atmosferiche. Tale studio ha previsto il riscaldamento in aria di provini in W AM a temperature fino a 1000°C. Da questi test di riscaldamento è emerso che l'effetto di ossidazione è presente anche ben al di sotto dei 1000°C, tuttavia questo fenomeno risulta compromettere l'integrità strutturale e geometrica dei provini a partire da una temperatura intorno ai 700°C.

BIBLIOGRAFIA

- [1] INFN, L'istituto-La missione e le sue origini, <https://home.infn.it/it/istituto>
- [2] INFN, Strutture-Le strutture sul territorio, <https://home.infn.it/it/la-struttura>
- [3] A. Minini, «La stabilità del nucleo atomico», [Online]. Available: http://www.andreaminini.org/fisica/atomo/stabilita-nucleo-atomico#il_significato_di_nucleo_stabile
- [4] F. Borgna, Potenzialità della tecnologia Isotope Separation On-Line (ISOL) per la realizzazione di un radiofarmaco a base di ^{89}Sr e preliminare sviluppo tecnologico della forma farmaceutica, Tesi di Laurea in Farmacia, Università degli Studi di Padova, 2014.
- [5] INFN, The SPES Project, <https://web.infn.it/epics/index.php/internal-projects/spes/11-the-spes-project>
- [6] A. Andrichetto, The SPES Project at LNL, AIP (American Institute of Physics), 2009.
- [7] M. Agostini, Progettazione del sistema di controllo del deposito temporaneo dell'ambito del progetto SPES, Tesi di Laurea in Ingegneria Meccatronica, Università degli Studi di Padova, 2016.
- [8] M. Lindroos, Review of ISOL-type radioactive beam facilities, EPAC, 2004.
- [9] Ganil, «Ganil - Spiral2 - EURISOL,» [Online]. Available: <http://www.ganil-spiral2.eu/eurisol>.
- [10] Best™ Cyclotron System, http://www.bestcyclotron.com/product_70p.html
- [11] E. Boratto, Progettazione ed ingegnerizzazione del Front-End protonico del progetto SPES, Tesi di Laurea in Ingegneria Meccanica, Università degli Studi di Padova, 2015.
- [12] L. Martin, Progettazione meccanica delle box di diagnostica del Front-End del progetto SPES, Tesi di Laurea in Ingegneria Meccanica, Università degli Studi di Padova, 2015.
- [13] ASTM F2792, Standard terminology for Additive Manufacturing Technologies
- [14] Savio E. (2019), Additive Manufacturing, Slide del Corso “Digital Manufacturing”
- [15] Leach Richard and Carmignato Simone, Eds., *Precision Metal Additive manufacturing*. 2021.
- [16] I. Gibson, D. Rosen, B. Stucker, and M. Khorasani, *Additive Manufacturing Technologies*. Cham: Springer International Publishing, 2021. doi: 10.1007/978-3-030-56127-7.
- [17] Additively, <https://www.additively.com/en>
- [18] Vat Photopolymerization, <https://theadditivemanufacturing.com/what-is-vat-photopolymerization/>

- [19] Elsayed H., Rebesan P., Giacomello G., Pasetto M., Gardin C., Ferroni L., Zavan B. and Biasetto L (2019), Direct ink writing of porous titanium (Ti6Al4V) lattice structures, Materials Science & Engineering C 103 109794
- [20] XJet, <https://www.xjet3d.com/technology/>
- [21] Manufacturing Guide, <https://www.manufacturingguide.com/en>
- [22] Ambrosi A. and Pumera M. (2016), 3-D printing technologies for electrochemical applications, Chemical Society Reviews 10
- [23] Rebesan P., Ballan M., Bonesso M., Campagnolo A., Corradetti S., Dima R., Gennari C., Longo G., Mancin S., Manzolaro M., Meneghetti G., Pepato A., Visconti E. and Vedani M. (2021), Pure molybdenum manufactured by Laser Powder Bed Fusion: Thermal and mechanical characterization at room and high temperature, Additive Manufacturing 47
- [24] Zanichelli, "Tavola periodica Zanichelli." <https://tavolaperiodica.zanichelli.it/it/>
- [25] Calignano F, Manfredi D, Ambrosio E, Iuliano L, Fino P, Influence of process parameters on surface roughness of aluminium parts produced by DLMS
- [26] Dorow-Gerspach D, Kirchner A, Loewenhoff Th, Pintsuk G, Weißgärber T, Weißgärber T, Additive manufacturing of high density pure tungsten by electron beam melting
- [27] Rebesan P, Bonesso M, Gennari C, Dima R, Pepato A, Vedani M, Tungsten Fabricated By Laser Powder Bed Fusion, 2021
- [28] Thijs L., Verhaeghe F., Craeghs T., Van Humbeeck J. and Kruth J. (2010), A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti-6Al4V, Acta Materialia 58 3303-3312
- [29] King W., Barth H., Castillo V., Gallegos G., Gibbs J., Hahn D., Kamath C. and Rubenchik A. (2014), Observation of keyhole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing, Journal of Materials Processing Technology 214 2915-2925
- [30] Young Z., Guo Q., Parab N., Zhao C., Qu M., Escano I., Fezzaa K., Everhart W., Sun T. and Chen L. (2020), Types of spatter and their formation mechanisms in laser powder bed fusion additive manufacturing process, Additive Manufacturing 36
- [31] Aversa A., Moshiri M., Librera E., Hadi M., Marchese G., Manfredi D., Lorusso M., Calignano F., Biamino S., Lombardi M. and Pavese M. (2018), Single scan track analyses on aluminium based powders, Journal of Materials Processing Tech. 255 17-25 BIBLIOGRAFIA 112
- [32] X. Zhou, X. Liu, D. Zhang, Z. Shen, and W. Liu (2015), Balling phenomena in selective laser melted tungsten, J. Mater. Process. Tech. 222 33–42
- [33] Brunello P. (2017), Lezioni di fisica tecnica, Ed. EdiSES S.r.l. – Napoli
- [34] Bergman T. L., Incropera F. P., DeWitt D. P., and Lavine A. S. (2011), Fundamentals of Heat and Mass Transfer, Wiley

- [35] Poco Graphite, Inc., "Properties and characteristics of graphite" <https://fliphtml5.com/ornh/ifkd/basic>
- [36] Modline (2007), "Modline 5 infrared Thermometer installation and operation Manual"
- [37] FLUKE, "Endurance® High Temperature Infrared Pyrometers" FLUKE, "Endurance" <https://www.flukeprocessinstruments.com/en-us/products/infrared-temperature-solutions/spotpyrometers/endurance>
- [38] FLUKE, "How Do Ratio Pyrometers Work?", <https://www.flukeprocessinstruments.com/enus/service-and-support/knowledge-center/infrared-technology/how-do-ratio-pyrometers-work>
- [39] Sala A. (1986), Radiant Properties of Materials, Elsevier Science Publishing B.V.
- [40] Dal Bello G., 'Caratterizzazione termo-strutturale e studio dei meccanismi di rottura di dischi in tungsteno prodotti mediante Additive Manufacturing per applicazioni ad altissima temperatura', Università degli Studi di Padova, 2020.
- [41] Cappuzzo L., 'Misure di proprietà elettriche, termiche e meccaniche di metalli refrattari prodotti mediante tecnologia di Additive Manufacturing', Università degli Studi di Padova, 2022.
- [42] Visconti E., 'Caratterizzazione termo-strutturale di Molibdeno prodotto mediante tecnologie di Additive Manufacturing per applicazioni ad altissime temperature', Università degli Studi di Padova, 2020.
- [43] Todesco P., 'Sviluppo di un set-up sperimentale per la misura della conducibilità termica di carburi di titanio per applicazioni in fisica e medicina nucleare', Università degli Studi di Padova, 2017.
- [44] Milanese A., 'Caratterizzazione termo-strutturale e studio dei meccanismi di frattura di dischi in materiale ceramico per applicazioni nucleari', Università degli Studi di Padova, 2019.
- [45] Salomoni R., 'Studio dei meccanismi di frattura di dischi in materiale ceramico sottoposti a gradienti di temperatura radiali', Università degli Studi di Padova, 2019.
- [46] Sturaro M., 'Caratterizzazione termo-strutturale di materiali ceramici per applicazioni in fisica e medicina nucleare', Università degli Studi di Padova, 2018.
- [47] Meneghetti G., Manzolaro M. and Quaresimin M. (2018), Introduction to the structural analysis with Ansys® numerical code, Ed. Libreria Progetto
- [48] Meneghetti G. and Manzolaro M. (2016), Introduction to the thermal analysis with Ansys® numerical code, Ed. Libreria Progetto
- [49] Plansee, "W rod", <https://www.plansee.com/shop/product/standardprodukte/rundstaebe/w-rundstab-40,0-mm,-geschmiedet>
- [50] Thermophysical Properties of Matter, v1, Y.S. Touloukian, R.W.Powell, C.Y. Ho & P.G. Klemens, 1970, IFI/Plenum, NY, NY.

- [51] Thermophysical Properties of Matter, v7, Y.S. Touloukian & D.P. DeWitt, 1970, IFI/Plenum, NY, NY.
- [52] Pappalardo, F., Romero Lairado, F., Louis de Canonville, C., Martin, C., Giacometti, G., Serin, G., Salomon, E., Angot, T., Gallais, L., Bisson, R., & Minissale, M. (2022). Optical Properties of Tungsten: A Parametric Study to Characterize the Role of Roughness, Surface Composition and Temperature. *Optics*, 3(3), 216–224. <https://doi.org/10.3390/opt3030021>
- [53] Brodu, E., Balat-Pichelin, M., Sans, J.-L., & Kasper, J. C. (2015). Evolution of the emissivity of tungsten at high temperature with and without proton bombardment. *Acta Materialia*, 84, 305–316. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.10.050>
- [54] EoS M290 Machine, <https://www.eos.info/en/industrial-3d-printer/metal/eos-m-290>.
- [55] Heaney B. M. (2003), Electrical Conductivity and Resistivity, Electrical Measurement, Signal Processing, and Displays. Ed. John G. Webster. CRC Press, 7-1
- [56] Borup K., Toberer E., Zoltan L., Nakatsukasa G., Errico M., Fleurial J., Iversen B. and Snyder G. (2012), Measurement of the electrical resistivity and Hall coefficient at high temperatures, Rev. Sci. Instrum. 83, 123902
- [57] Zhou Z. and Uher C. (2005), Apparatus for Seebeck coefficient and electrical resistivity measurements of bulk thermoelectric materials at high temperatures, Rev. Sci. Instrum. 76, 023901
- [58] Singh Y. (2013), Electrical resistivity measurements: a review, Int. J. Mod. Phys. Conf. Ser. 22, 745-756
- [59] van der Pauw L. J. (1958), A method of measuring specific resistivity and Hall coefficient of discs of arbitrary shape, Philips Res. Repts, 13, 1-9
- [60] Basak D., Overfelt R. A., and Wang D. (2003), Measurement of Specific Heat Capacity and Electrical Resistivity of Industrial Alloys Using Pulse Heating Techniques, International Journal of Thermophysics, 24, 1721-1733
- [61] P.D. Desai, T.K. Chu, H.M. James and C.Y. Ho, J. Phys. Ref. Data, vol 13, no. 4, p1069 (1984).
- [62] W. E. Forsythe and E. M. Watson. (n.d.). Resistance and Radiation of Tungsten as a Function of Temperature (Vol. 24).
- [63] Christopher J. Howard et al 2002 J. Phys.: Condens. Matter 14 37
- [64] L. Centofante, A. Monetti, and G. Meneghetti, ‘High temperature biaxial compressive strength of a commercial isotropic ultrafine grain graphite’, *IOP Conf Ser Mater Sci Eng*, vol. 1038, no. 1, p. 012037, Feb. 2021, doi: 10.1088/1757-899X/1038/1/012037.
- [65] C. Tan, K. Zhou, W. Ma, B. Attard, P. Zhang, and T. Kuang, ‘Selective laser melting of high-performance pure tungsten: parameter design, densification behavior and mechanical properties’, *Sci Technol Adv Mater*, vol. 19, no. 1, pp. 370–380, Dec. 2018, doi: 10.1080/14686996.2018.1455154.

- [66] Joseph R. Stephens, 'Effect of Oxygen on mechanical properties of Tungsten', Lewis Research Center, Cleveland, Ohio, 1963.
- [67] S. Wen *et al.*, 'High-density tungsten fabricated by selective laser melting: Densification, microstructure, mechanical and thermal performance', *Opt Laser Technol*, vol. 116, pp. 128–138, Aug. 2019, doi: 10.1016/j.optlastec.2019.03.018.
- [68] Breda A., 'Caratterizzazione meccanica e strutturale di componenti in carburo di Titanio realizzati mediante tecnica Direct Ink Writing', Università degli Studi di Padova, 2023.
- [69] I. L. Shabalin, *Ultra-High Temperature Materials I*. Dordrecht: Springer Netherlands, 2014. doi: 10.1007/978-94-007-7587-9.

APPENDICI

Appendice A: Macro del Tungsteno standard con i valori di letteratura

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

!-----

!Tungsten

!-----

!create by

!Mirko Libralato

!University of Padova

!Phone: +39 3348246350

!e-mail: Mirko.Libralato@gmail.com

!-----

!

!Ver. 1.0 - 13 Oct 2008

!-----

!PREP7

W=27 !material number in the ANSYS library

MPDELE,ALL,W

!-----

!ELECTRICAL RESISTIVITY

!

! Reference: - P.D. Desai, T.K. Chu, H.M. James and C.Y. Ho,

! J. Phys. Ref. Data, vol 13, no. 4, p1069 (1984).

! Composition: - purity 99.9% or higher;

! Note: - data below 200K is for a residual resistivity

! of $0.000015 \times 10^{-8} \text{ ohm-m}$;

! _ not corrected for thermal expansion;

! - 5% error;

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

!Temperature table [$^{\circ}\text{C}$]

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

MPTEMP, 28, 2700, 2800, 2900

MPTEMP, 31, 3000, 3100, 3200

!Electrical resistivity table [ohm m]

MPDATA,RSVX,W, 1, 4.8825E-08, 7.2753E-08, 9.7768E-08

MPDATA,RSVX,W, 4, 1.2380E-07, 1.5076E-07, 1.7859E-07

MPDATA,RSVX,W, 7, 2.0722E-07, 2.3659E-07, 2.6664E-07

MPDATA,RSVX,W, 10, 2.9731E-07, 3.2856E-07, 3.6034E-07

MPDATA,RSVX,W, 13, 3.9260E-07, 4.2530E-07, 4.5842E-07

MPDATA,RSVX,W, 16, 4.9191E-07, 5.2575E-07, 5.5992E-07

MPDATA,RSVX,W, 19, 5.9439E-07, 6.2915E-07, 6.6419E-07

MPDATA,RSVX,W, 22, 6.9950E-07, 7.3507E-07, 7.7090E-07

MPDATA,RSVX,W, 25, 8.0700E-07, 8.4337E-07, 8.8002E-07

MPDATA,RSVX,W, 28, 9.1697E-07, 9.5424E-07, 9.9184E-07

MPDATA,RSVX,W, 31, 1.0298E-06, 1.0682E-06, 1.1070E-06

!-----

!THERMAL CONDUCTIVITY

!

! Reference: - Thermophysical Properties of Matter, v1, Y.S. Touloukian,

! R.W.Powell, C.Y. Ho & P.G. Klemens, 1970, IFI/Plenum, NY, NY.

! Composition: - purity 99.9%

! Note: - well-annealed with residual resistivity of 0.00170 uohm-cm;

! - error is 3% near RT, 3-5% at others;

! - 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

MPTEMP, 28, 2700, 2800, 2900

MPTEMP, 31, 3000, 3100, 3200

!Thermal conductivity table [W/m°C]

MPDATA,KXX,W, 1, 1.8170E+02, 1.6693E+02, 1.5210E+02

MPDATA,KXX,W, 4, 1.4029E+02, 1.3445E+02, 1.2982E+02

MPDATA,KXX,W, 7, 1.2569E+02, 1.2199E+02, 1.1870E+02

MPDATA,KXX,W, 10, 1.1576E+02, 1.1313E+02, 1.1078E+02

MPDATA,KXX,W, 13, 1.0867E+02, 1.0676E+02, 1.0504E+02

MPDATA,KXX,W, 16, 1.0346E+02, 1.0202E+02, 1.0069E+02

MPDATA,KXX,W, 19, 9.9449E+01, 9.8288E+01, 9.7194E+01

MPDATA,KXX,W, 22, 9.6161E+01, 9.5182E+01, 9.4256E+01

MPDATA,KXX,W, 25, 9.3383E+01, 9.2567E+01, 9.1815E+01

MPDATA,KXX,W, 28, 9.1137E+01, 9.0546E+01, 9.0057E+01

MPDATA,KXX,W, 31, 8.9689E+01, 8.9465E+01, 8.9408E+01

!-----

!HEMISPHERICAL TOTAL EMISSIVITY

!

! Reference: - Thermophysical Properties of Matter, v7,

! Y.S. Touloukian & D.P. DeWitt, 1970, IFI/Plenum, NY, NY.

! Note: - polished; 5% error;

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

!Temperature table [°C]

MPTEMP !erase previous table

MPTEMP, 1, 127, 200, 300

MPTEMP, 4, 400, 500, 600

MPTEMP, 7, 650, 700, 750

MPTEMP, 10, 0800, 0850, 0900

MPTEMP, 13, 0950, 1000, 1050

MPTEMP, 16, 1100, 1150, 1200

MPTEMP, 19, 1250, 1300, 1350

MPTEMP, 22, 1400, 2200, 2300

MPTEMP, 25, 2400, 2500, 2700

MPTEMP, 28, 2800, 2900, 3000

MPTEMP, 31, 3100

!Emissivity table

MPDATA,EMIS,W, 1, 3.1903E-02, 3.6965E-02, 4.5249E-02

MPDATA,EMIS,W, 4, 5.4998E-02, 6.6105E-02, 6.0736E-02

MPDATA,EMIS,W, 7, 6.4859E-02, 6.9076E-02, 7.3356E-02

MPDATA,EMIS,W, 10, 7.7671E-02, 8.1990E-02, 8.6286E-02

MPDATA,EMIS,W, 13, 9.0517E-02, 9.4691E-02, 9.8770E-02

MPDATA,EMIS,W, 16, 1.0274E-01, 1.0657E-01, 1.1026E-01

MPDATA,EMIS,W, 19, 1.1381E-01, 1.1715E-01, 1.2034E-01

MPDATA,EMIS,W, 22, 1.2335E-01, 2.9168E-01, 2.9775E-01

MPDATA,EMIS,W, 25, 3.0329E-01, 3.0836E-01, 3.1300E-01

MPDATA,EMIS,W, 28, 3.1726E-01, 3.2117E-01, 3.2480E-01

MPDATA,EMIS,W, 31, 3.2817E-01

!-----

!DENSITY

!

! Reference: - calculated from the linear expansion.

! Note: - 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
 MPTEMP, 28, 2700, 2800, 2900
 MPTEMP, 31, 3000, 3100, 3200
 MPTEMP, 34, 3300

!Density table [kg/m^3]

MPDATA,DENS,W, 1, 1.9304E+04, 1.9278E+04, 1.9252E+04
 MPDATA,DENS,W, 4, 1.9226E+04, 1.9199E+04, 1.9172E+04
 MPDATA,DENS,W, 7, 1.9144E+04, 1.9115E+04, 1.9086E+04
 MPDATA,DENS,W, 10, 1.9057E+04, 1.9027E+04, 1.8997E+04
 MPDATA,DENS,W, 13, 1.8966E+04, 1.8934E+04, 1.8902E+04
 MPDATA,DENS,W, 16, 1.8869E+04, 1.8835E+04, 1.8801E+04
 MPDATA,DENS,W, 19, 1.8766E+04, 1.8729E+04, 1.8692E+04
 MPDATA,DENS,W, 22, 1.8654E+04, 1.8614E+04, 1.8573E+04
 MPDATA,DENS,W, 25, 1.8531E+04, 1.8487E+04, 1.8441E+04
 MPDATA,DENS,W, 28, 1.8394E+04, 1.8344E+04, 1.8293E+04
 MPDATA,DENS,W, 31, 1.8239E+04, 1.8183E+04, 1.8124E+04
 MPDATA,DENS,W, 34, 1.8062E+04

!-----

!SPECIFIC HEAT

!

! Reference: - G.K. White and S.J. Collocott, J. Phys. Chem. Ref. Data,

! vol 13, no 4, p1251 (1984)

! Note: - error less than 2%

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

!Temperature table [°C]

MPTEMP !erase previous table

MPTEMP, 1, 0, 100, 200

MPTEMP, 4, 300, 400, 500

MPTEMP, 7, 600, 700, 800

MPTEMP, 10, 900, 1000, 1100

MPTEMP, 13, 1200, 1300, 1400

MPTEMP, 16, 1500, 1600, 1700

MPTEMP, 19, 1800, 1900, 2000

MPTEMP, 22, 2100, 2200, 2300

MPTEMP, 25, 2400, 2500, 2600

MPTEMP, 28, 2700, 2800, 2900

MPTEMP, 31, 3000, 3100

!Specific heat table [J/kg°C]

MPDATA,C,W, 1, 1.3092E+02, 1.3412E+02, 1.3652E+02

MPDATA,C,W, 4, 1.3884E+02, 1.4108E+02, 1.4326E+02

MPDATA,C,W, 7, 1.4538E+02, 1.4747E+02, 1.4953E+02

MPDATA,C,W, 10, 1.5158E+02, 1.5365E+02, 1.5576E+02

MPDATA,C,W, 13, 1.5793E+02, 1.6020E+02, 1.6257E+02

MPDATA,C,W, 16, 1.6510E+02, 1.6780E+02, 1.7072E+02

MPDATA,C,W, 19, 1.7389E+02, 1.7735E+02, 1.8114E+02

MPDATA,C,W, 22, 1.8531E+02, 1.8988E+02, 1.9493E+02

MPDATA,C,W, 25, 2.0048E+02, 2.0660E+02, 2.1333E+02

MPDATA,C,W, 28, 2.2074E+02, 2.2887E+02, 2.3778E+02

MPDATA,C,W, 31, 2.4754E+02, 2.5821E+02

!-----

!COEFFICIENT OF THERMAL EXPANSION

!

! Reference: - Thermophysical Properties of Matter, v12, Y.S. Touloukian,

! R.K.Kirby, R.E. Taylor & P.D. Desai, 1975, IFI/Plenum, NY, NY

! Note: - 3% error ;

! - 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

MPTEMP, 28, 2700, 2800, 2900

MPTEMP, 31, 3000, 3100, 3200

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

MPDATA,ALPX,W, 1, 4.4951E-06, 4.5000E-06, 4.5818E-06

MPDATA,ALPX,W, 4, 4.6916E-06, 4.7994E-06, 4.9046E-06

MPDATA,ALPX,W, 7, 5.0065E-06, 5.1046E-06, 5.1981E-06

MPDATA,ALPX,W, 10, 5.2864E-06, 5.3689E-06, 5.4450E-06
 MPDATA,ALPX,W, 13, 5.5140E-06, 5.5752E-06, 5.6474E-06
 MPDATA,ALPX,W, 16, 5.7551E-06, 5.8952E-06, 6.0660E-06
 MPDATA,ALPX,W, 19, 6.2657E-06, 6.4924E-06, 6.7444E-06
 MPDATA,ALPX,W, 22, 7.0198E-06, 7.3169E-06, 7.6338E-06
 MPDATA,ALPX,W, 25, 7.9687E-06, 8.3198E-06, 8.6854E-06
 MPDATA,ALPX,W, 28, 9.0635E-06, 9.4525E-06, 9.8504E-06
 MPDATA,ALPX,W, 31, 1.0256E-05, 1.0666E-05, 1.1080E-05

!-----

!ELASTIC MODULUS

!

! Reference: - Lowrie R. and Gonas A.M., J. Applied Physics,
 ! v.38, p.4505, (1967);
 ! - below 298K W. Koester, Z. Metallkde.,
 ! v39(1), p1 (1948) (in German);
 ! - above 2073K P.E. Armstrong and H.L. Brown,
 ! Trans. AIME, v230, p962 (1964).

! Composition: - 10 ppm C, 3 ppm O, < 1 ppm H, 3 ppm N

!

! Note: - fully annealed;
 ! - values above 2073K were decreased by 1.5%
 ! to match the lower temperature values;
 ! - values above 2400°C are kept constant at 2.1917E+11 Pa (assumption);
 ! - 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

MPTEMP, 28, 2700, 2800, 2900

!Elastic modulus [Pa]

MPDATA,EX,W, 1, 4.0011E+11, 3.9614E+11, 3.9201E+11

MPDATA,EX,W, 4, 3.8773E+11, 3.8330E+11, 3.7872E+11

MPDATA,EX,W, 7, 3.7399E+11, 3.6910E+11, 3.6407E+11

MPDATA,EX,W, 10, 3.5888E+11, 3.5355E+11, 3.4806E+11

MPDATA,EX,W, 13, 3.4242E+11, 3.3664E+11, 3.3070E+11

MPDATA,EX,W, 16, 3.2460E+11, 3.1836E+11, 3.1197E+11

MPDATA,EX,W, 19, 3.0543E+11, 2.9348E+11, 2.8055E+11

MPDATA,EX,W, 22, 2.6666E+11, 2.5180E+11, 2.3597E+11

MPDATA,EX,W, 25, 2.1917E+11, 2.1917E+11, 2.1917E+11

MPDATA,EX,W, 28, 2.1917E+11, 2.1917E+11, 2.1917E+11

!-----

!POISSON'S RATIO

!

! Note: - calculated from E and G;

! - errors may be large;

! - values above 1800°C are kept constant at 3.1517E-01 (assumption);

! - 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

MPTEMP, 28, 2700, 2800, 2900

!Poisson's ratio

MPDATA,PRXY,W, 1, 2.8202E-01, 2.8295E-01, 2.8398E-01

MPDATA,PRXY,W, 4, 2.8512E-01, 2.8636E-01, 2.8772E-01

MPDATA,PRXY,W, 7, 2.8918E-01, 2.9075E-01, 2.9243E-01

MPDATA,PRXY,W, 10, 2.9422E-01, 2.9612E-01, 2.9812E-01

MPDATA,PRXY,W, 13, 3.0023E-01, 3.0245E-01, 3.0478E-01

MPDATA,PRXY,W, 16, 3.0721E-01, 3.0976E-01, 3.1241E-01

MPDATA,PRXY,W, 19, 3.1517E-01, 3.1517E-01, 3.1517E-01

MPDATA,PRXY,W, 22, 3.1517E-01, 3.1517E-01, 3.1517E-01

MPDATA,PRXY,W, 25, 3.1517E-01, 3.1517E-01, 3.1517E-01

MPDATA,PRXY,W, 28, 3.1517E-01, 3.1517E-01, 3.1517E-01

Appendice B: APDL del modello numerico per la determinazione 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 (escludendo quelle di intestazione) ovvero il numero di righe
contenenti numeri

ROW=14

!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,,JK,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',LAMBDA MIN

(A8,9x,F12.7)

*CFCLOS

ET,1,SOLID226,110 !termo-elettrico 12 nodi per circuito principale

ET,2,SOLID90 !termico 12 nodi per sistema di regolazione

M45INOX !acciaio inox campana

M28Cu !Rame elettrodo/cilindro

M10C_EDM3 !Graphite crogiolo/piastra/vite

M27W !Campione Tungsteno STD

FINISH

!+++++

!Emissività della superficie interna della camera (misura del 2012)

EMISCAMERA=0.73

!+++++

!Posizione di default del disco: 0.005 [m] dal crogiolo(x,y,z=0)

!Dimensione del dischetto

Diam=0.040335 !diametro del disco [m]

Depht=0.00135 !spessore del disco [m]

!+++++

!Coordinate in [m] per spostamento del disco dalla posizione di default (Y=0.005m)

XOffset=0

YOffset=-0.00377 !Distanza target crogiolo 1.23[mm]

ZOffset=0

!+++++

!*****

! INSERIMENTO DELLE GEOMETRIE

!*****

/AUX15

!Enters the IGES file transfer processor

!opzioni importazione .igs

IOPTN,IGES,SMOOTH

IOPTN,MERGE,YES

IOPTN,SOLID,YES

IOPTN,SMALL,YES

IOPTN,GTOLER,0.00001

!importazione .igs

IGESIN,'crogiolo','igs',' '

VPLOT

IGESIN,'cilindro_rame','igs',' '

VPLOT

IGESIN,'cilindro_rame_cpy_1','igs',' '

VPLOT

IGESIN,'elettrodo','igs',' '

VPLOT

IGESIN,'elettrodo_cpy_1','igs',' '

VPLOT

IGESIN,'piastra_v2','igs',' '

VPLOT

IGESIN,'campana','igs',' '

VPLOT

FINISH

VPLOT

FINISH

!Generazione dei volumi mancanti

WPSTYLE,,,,,,,,1

/PREP7

!Creazione disco

WPRO,, -90.000000,

WPOFFS,0,0,5+YOffset*1000

CYL4,0,0,Diam*1000/2,,,,Depht*1000

APLOT

WPCSYS,-1

!Creazione della base

WPRO,, -90.000000,

WPOFFS,0,0,-58+YOffset*1000

CYL4,0,0,50/2,,,,25

APLOT

WPCSYS,-1

!Creazione elemento cilindrico centro piastra

WPRO,, -90.000000,

WPOFFS,0,0,-77

CYL4,0,0,55/2,,,,9

APLOT

WPCSYS,-1

!Creazione vite altezza cilindro dipende dalla posizione del disco

```
WPRO,, -90.000000,
WPOFFS,0,0,-68
CYL4,0,0,30/2,, , ,10+YOffset*1000
APLOT
WPCSYS,-1
```

```
ALLSEL,ALL
VPLOT
```

```
FINISH
```

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

```
!Scala dei volumi creati
```

```
/PREP7
```

```
VLSCALE,ALL,,,0.001,0.001,0.001,,0,1 !scalare i volumi da [mm]
```

```
!a [m]
```

```
FINISH
```

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

```
!Unione volumi e compattazione numerazione
```

```
/PREP7
```

```
VGLUE,1,2,3,4,5 !Unione dei volumi del circuito primario
```

```
VPLOT
```

```
NUMCMP,VOLU !Comprime la numerazione dei volumi
```

```
NUMCMP,AREA !Comprime la numerazione delle aree
```

```
NUMCMP,LINE !Comprime la numerazione delle linee
```

```
VGLUE,1,4,5,6 !Unione dei volumi piastra, cilindro sopra
```

```
!piastra, vite e base della campana
```

VPLOT

NUMCMP,VOLU !Comprime la numerazione dei volumi

NUMCMP,AREA !Comprime la numerazione delle aree

NUMCMP,LINE !Comprime la numerazione delle linee

FINISH

!-----

!Mesh dei volumi con elementi solidi

/PREP7

!MESH campione - volume 2

ESIZE,DEFA

DESIZE,DEFA

TYPE,2

MAT,W

MSHAPE,1,3D

MSHKEY,0

VSEL,S,,,2

ASLV,S

AESIZE,ALL,0.002

VMESH,2

ALLSEL,ALL

!MESH Crogiolo - volume 8

DIMEL=0.0025 !Dimensione dell'elemento sulla

!superficie del crogiolo

ANGEL=DIMEL*360/(ACOS(-1)*0.018)

ESIZE,DEFA

DESIZE,DEFA

TYPE,1
MAT,C_EDM3
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
DESIZE,1,1,9999,ANGEL,ANGEL,DIMEL,1,1,4,
VMESH,8

FR=0.60

!MESH della piastra - volume 11

ESIZE,DEFA
DESIZE,DEFA
TYPE,2
MAT,C_EDM3
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
ESIZE,0.020*FR
VMESH,11

!MESH base - volume 9

ESIZE,DEFA
DESIZE,DEFA
TYPE,2
MAT,C_EDM3
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
ESIZE,0.020*FR
VMESH,9

!MESH vite - volume 3

ESIZE,DEFA

DESIZE,DEFA

TYPE,2

MAT,C_EDM3

MSHAPE,1,3D

MSHKEY,0

ESIZE,0.020*FR

VSWEEP,3

!MESH cilindro sopra piastra - volume 10

ESIZE,DEFA

DESIZE,DEFA

TYPE,2

MAT,C_EDM3

MSHAPE,1,3D

MSHKEY,0

ESIZE,0.020*FR

VMESH,10

!MESH cilindro_rame - volume 4, 5

ESIZE,DEFA

DESIZE,DEFA

TYPE,1

MAT,Cu

MSHAPE,1,3D

MSHKEY,0

ESIZE,0.012

VMESH,4,5

!MESH elettrodo - volume 6, 7

ESIZE,DEFA

DESIZE,DEFA

TYPE,1

MAT,Cu

MSHAPE,1,3D

MSHKEY,0

ESIZE,0.008

VMESH,6,7

!Mesh campana - volume 1

TYPE,2

MAT,INOX

MSHAPE,1,3D

MSHKEY,0

!imposta la mesh su "free"

ESIZE,0.020

!dimensione elementi

VMESH,1

!*****

! CONDIZIONI TERMICHE AL CONTORNO

!*****

!Condizione iniziale di temperatura per tutti i nodi

ALLSEL,ALL

TUNIF,20

!temperatura ambiente

!superfici raffreddate

!-----

!Superfici esterne della campana

ASEL,S,AREA,,36,41,1

DA,ALL,TEMP,18

!temperatura in uscita dal chiller

ALLSEL,ALL

!Superfici interne degli elettrodi

ASEL,S,AREA,,10,11,1

ASEL,A,AREA,,14,15,1

DA,ALL,TEMP,18

!temperatura in uscita dal chiller

ALLSEL,ALL

!Elementi irraggianti

!-----

!Elementi irraggianti

!Superfici interne della campana

ASEL,S,AREA,,98,103,1

SFA,ALL,,RDSF,EMISCAMERA,1

APLOT

ALLSEL,ALL

!Superfici della piastra

VSEL,S,VOLU,,11

ASLV,S

ASEL,U,AREA,,16

!Deselezionare area comune con cilindro

SFA,ALL,,RDSF,-C_EDM3,1

APLOT

ALLSEL,ALL

!Superfici del cilindro sopra la piastra

VSEL,S,VOLU,,10

ASLV,S

ASEL,U,AREA,,16

!Deselezionare area comune con piastra

ASEL,U,AREA,,19

!Deselezionare area comune con vite

SFA,ALL,,RDSF,-C_EDM3,1

APLOT

ALLSEL,ALL

!Superfici della vite

VSEL,S,VOLU,,3

ASLV,S

ASEL,U,AREA,,20

!Deselezionare area comune con base

ASEL,U,AREA,,19

!Deselezionare area comune cilindro

SFA,ALL,,RDSF,-C_EDM3,1

APLOT

ALLSEL,ALL

!Superfici della base

VSEL,S,VOLU,,9

ASLV,S

ASEL,U,AREA,,20

!Deselezionare area comune con vite

SFA,ALL,,RDSF,-C_EDM3,1

APLOT

ALLSEL,ALL

!Superfici del disco

VSEL,S,VOLU,,2

ASLV,S

SFA,ALL,,RDSF,-W,1

APLOT

ALLSEL,ALL

!Superfici del crogiolo

VSEL,S,VOLU,,8

ASLV,S

ASEL,U,AREA,,119

!Deselezionare area comune cilindro rame

ASEL,U,AREA,,110

!Deselezionare area comune cilindro rame

SFA,ALL,,RDSF,-C_EDM3,1

APLOT

ALLSEL,ALL

APLOT

!Superfici del cilindro in rame

VSEL,S,VOLU,,4,5,1

ASLV,S

ASEL,U,AREA,,119

!Deselezionare area comune crogiolo

ASEL,U,AREA,,110

!Deselezionare area comune crogiolo

ASEL,U,AREA,,114

!Deselezionare area comune elettrodo

ASEL,U,AREA,,123

!Deselezionare area comune elettrodo

ASEL,U,AREA,,107

!Deselezionare area comune elettrodo (circ)

ASEL,U,AREA,,115

!Deselezionare area comune elettrodo (circ)

SFA,ALL,,RDSF,-Cu,1

APLOT

ALLSEL,ALL

APLOT

!*****

!c: RADIOSITY SOLVER options

!*****

!c: OPTIONS

!c: SPACE Temperature definition (open enclosure)

SPCTEMP,1,25 !defines a free-space ambient temperature for radiation using the Radiosity method
[°C], la camera è raffreddata a 50°C

!c: defining Solution Options

STEF,5.67e-8 !specifies Stefan-Boltzmann radiation constant [W/(m²*K⁴)]

RADOPT,,0.0001,0,20000,0.1,0.1 !specifies Gauss-Seidel Radiosity Solver options

TOFFST,273.15 !specifies the temperature offset from absolute zero to zero [°C]

!c: defining View Factor Options

HEMIOPT,100 !specifies options for Hemicube view factor calculation

VFOPT,OFF !specifies options for view factor file

FINISH !exits normally from a processor

!*****

!c: ELECTRIC boundary conditions

!*****

/prep7

!tensione

ASEL,S,AREA,,13 !area inferiore elettrodo di dx

DA,ALL,VOLT,0

!corrente !area inferiore elettrodo di sx

```

ASEL,S,AREA,,8

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,W,C0,-C1,C2


VPLOT

*DO,I,1,ROW,1

    TIME,I*3000

    LSWRITE,I

*ENDDO

SAVE,,,,ALL

FINISH

```

!*****

!c: START SOLUTION

!*****

/SOLU

ANTYPE,TRANS !tipo di analisi

OUTRES,NSOL,ALL !Controllo dei risultati scritti

SOLCONTROL,ON !optimized nonlinear solution defaults and enhanced
internal solution algorithms

AUTOTS,ON !timestepping automatico

DELTIM,0.05,0.05,500

*GET,Tinizio,ACTIVE,0,TIME,CPU

LSSOLVE,1,ROW,1 !inizio soluzione per gli step

*GET,Tfine,ACTIVE,0,TIME,CPU

FINISH

/POST1

ALLSEL,ALL

*DIM,TNum,ARRAY,ROW,COLUMN,,CURRENT,TEMP

*DO,I,1,ROW,1

SET,I,LAST,1 !Defines the data set to be read from the results file

PATH,T_PER,2,6,20 !Definisce il nome del Path, i punti, le serie di dati associati al
percorso, le divisioni della linea tra 2 punti

PPATH,1,,XOffset,Depht+0.005+YOffset,ZOffset+Diam/2-0.004 !Fissa il primo punto del path

```

PPATH,2,,XOffset,Depht+0.005+YOffset,ZOffset+Diam/2      !Fissa il secondo punto del path

PDEF,T_PER,TEMP      !Definisce i parametri da associare nel path definito

PCALC,INTG,INT_T_PER,T_PER,S,0.004**(-1),    !Crea una nuovo parametro calcolando l'integrale della
variabile lungo il path e lo moltiplica per 0.004**(-1)

*GET,TPN,PATH,0,MAX,INT_T_PER      !Ottieni il valore massimo del path T_INT_PER

PATH,T_CEN,2,6,20

PPATH,1,,XOffset,Depht+0.005+YOffset,ZOffset-0.002

PPATH,2,,XOffset,Depht+0.005+YOffset,ZOffset+0.002

PDEF,T_CEN,TEMP

PCALC,INTG,INT_T_CEN,T_CEN,S,0.004**(-1),

*GET,TCN,PATH,0,MAX,INT_T_CEN

ALLSEL,ALL

TNum(I,1)=TSper(I,1)

TNum(I,2)=TPN

TNum(I,3)=TCN

*ENDDO

RQ=0

*DO,I,1,ROW,1

    *DO,J,2,COLUMN,1

        RQ=RQ+(Tnum(I,J)-Tsper(I,J))**2

    *ENDDO

*ENDDO

FINISH

*CFOPEN,TNumeriche,txt,,APPEND

*VWRITE,' '

(A8)

*VWRITE,'n',n

(A8,9x,F12.7)

```

```

*VWRITE,'I[A]','TPN','TCN'
(A8,8x,A8,8x,A8)
*VWRITE,TNum(1,1),TNum(1,2),TNum(1,3)
(F12.7,4x,F12.7,4x,F12.7)
*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,130,165,1
opvar,C1,dv,0.001,0.1,0.001
opvar,C2,dv,0.000001,0.00002,0.000001
opvar,LAMBDAMIN,sv,0,150,2
opvar,RQ,obj,0,,1
OPPRNT,on
opkeep,on
OPLOOP,,IGNORE,ALL

```

*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND

*VWRITE,'Single L','oop run'

(A8,A8)

*CFCLOS

C0=130

C1=0.009

C2=0.000007

opexe

*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND

*VWRITE,'Single L','oop run'

(A8,A8)

*CFCLOS

C0=135

C1=0.01

C2=0.000008

opexe

*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND

*VWRITE,'Single L','oop run'

(A8,A8)

*CFCLOS

C0=140

C1=0.02

C2=0.000009

opexe

*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND

*VWRITE,'Single L','oop run'

(A8,A8)

*CFCLOS

C0=145

C1=0.03

C2=0.00001

opexe

*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND

*VWRITE,'Single L','oop run'

(A8,A8)

*CFCLOS

C0=150

C1=0.04

C2=0.000012

opexe

*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND

*VWRITE,'Single L','oop run'

(A8,A8)

*CFCLOS

C0=155

C1=0.05

C2=0.000015

opexe

*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND

*VWRITE,'Single L','oop run'

(A8,A8)

*CFCLOS

C0=160

C1=0.054

C2=0.00002

opexe

*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND

*VWRITE,'Single L','oop run'

(A8,A8)

*CFCLOS

C0=165

C1=0.06

C2=0.000025

opexe

*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND

*VWRITE,'FIRST'

(A8)

*CFCLOS

opsave

oplist,all,,,1

OPRESU,,,

OPSEL,-1

opanl,OptFun,mac

opvar,C0,dv,130,165,1

opvar,C1,dv,0.001,0.01,0.001

opvar,C2,dv,0.000001,0.00002,0.000001

opvar,LAMBDAMIN,sv,0,150,2

opvar,RQ,obj,0,,1

OPPRNT,on

opkeep,on

OPLOOP,,IGNORE,ALL

optype,first

OPFRST,,50

status

opexe

opsave

oplist,all,,,1

opsl,1

!plvaropt,C0

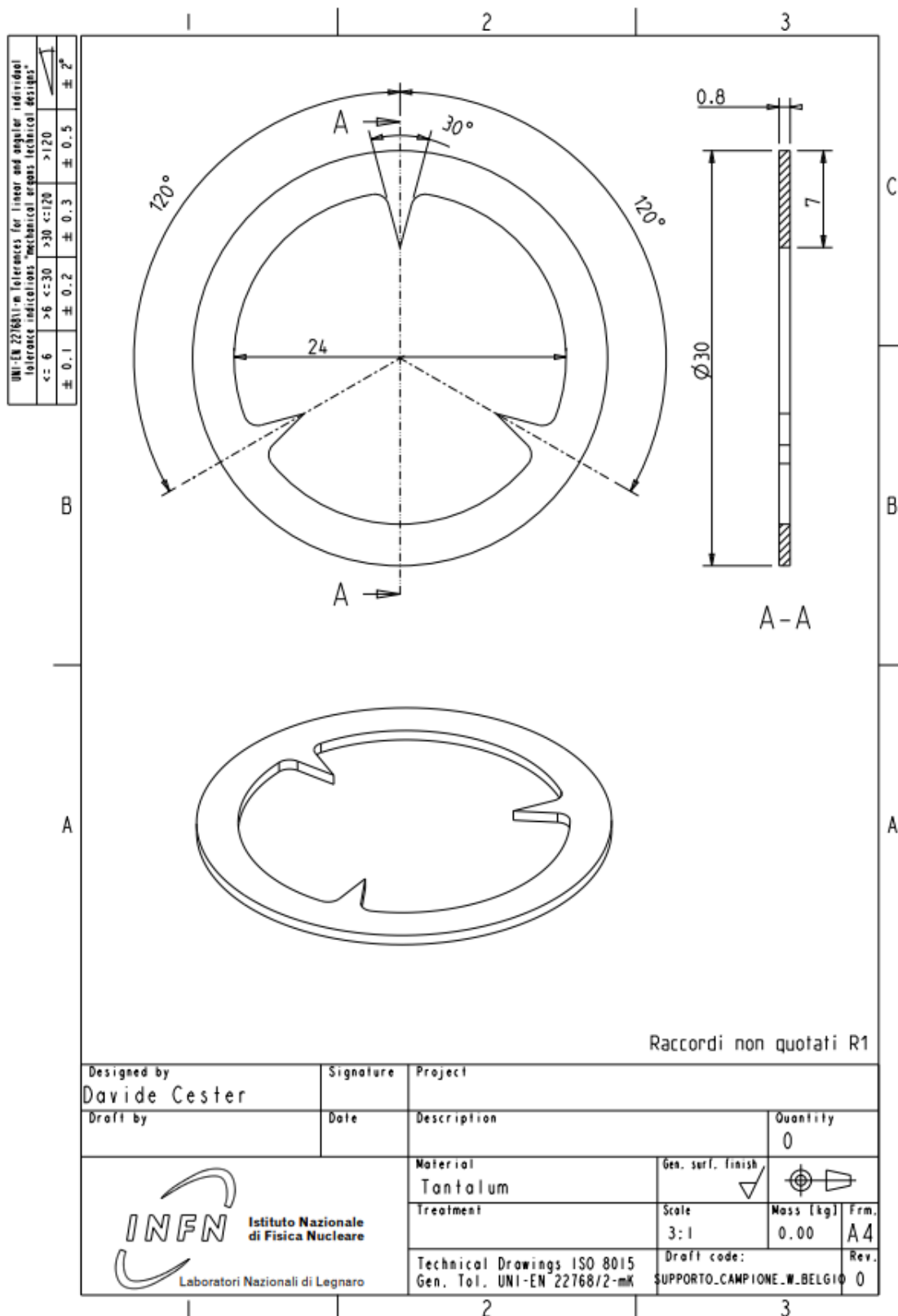
!plvaropt,C1

!plvaropt,C2

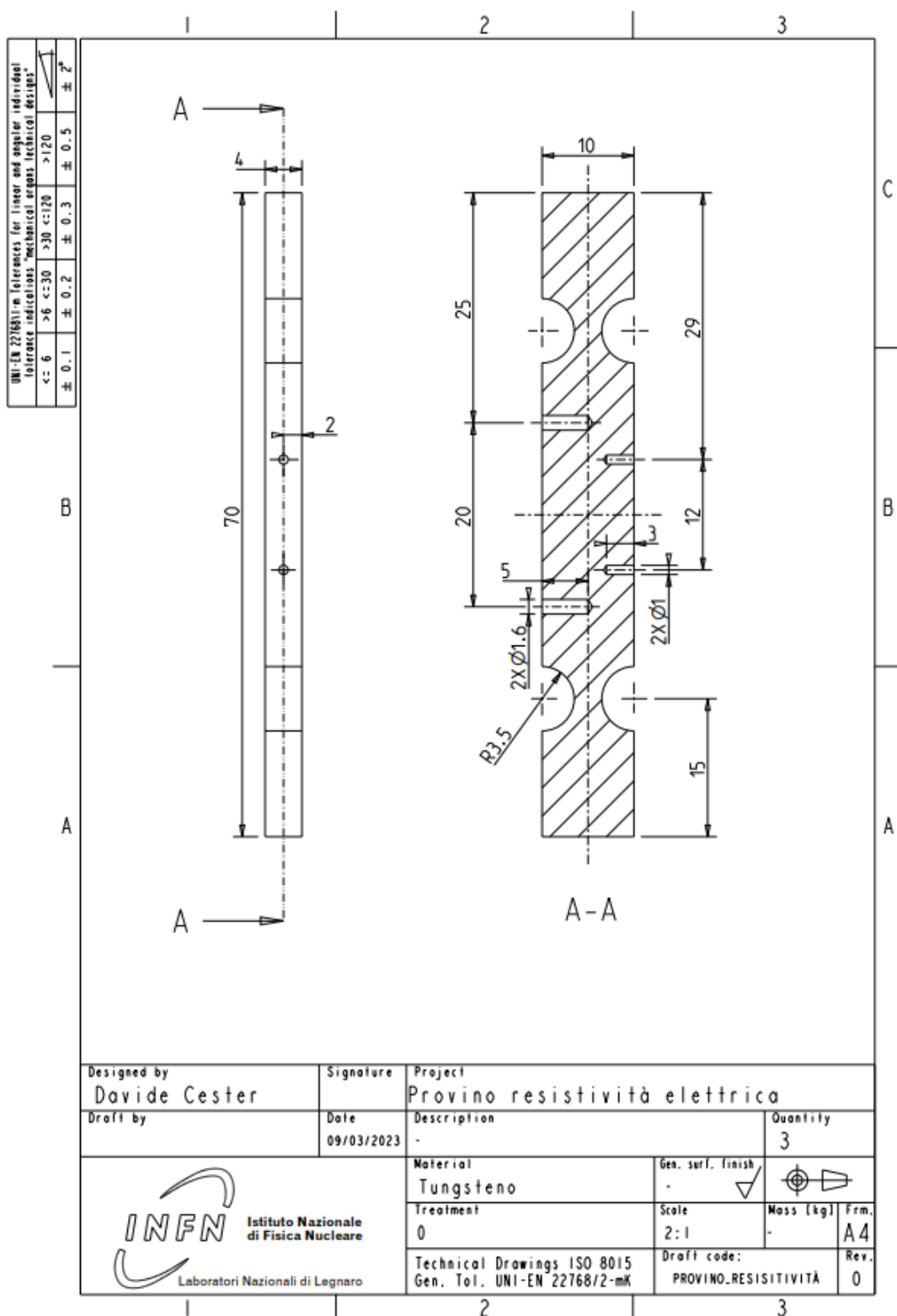
!plvaropt,RQ

Finish

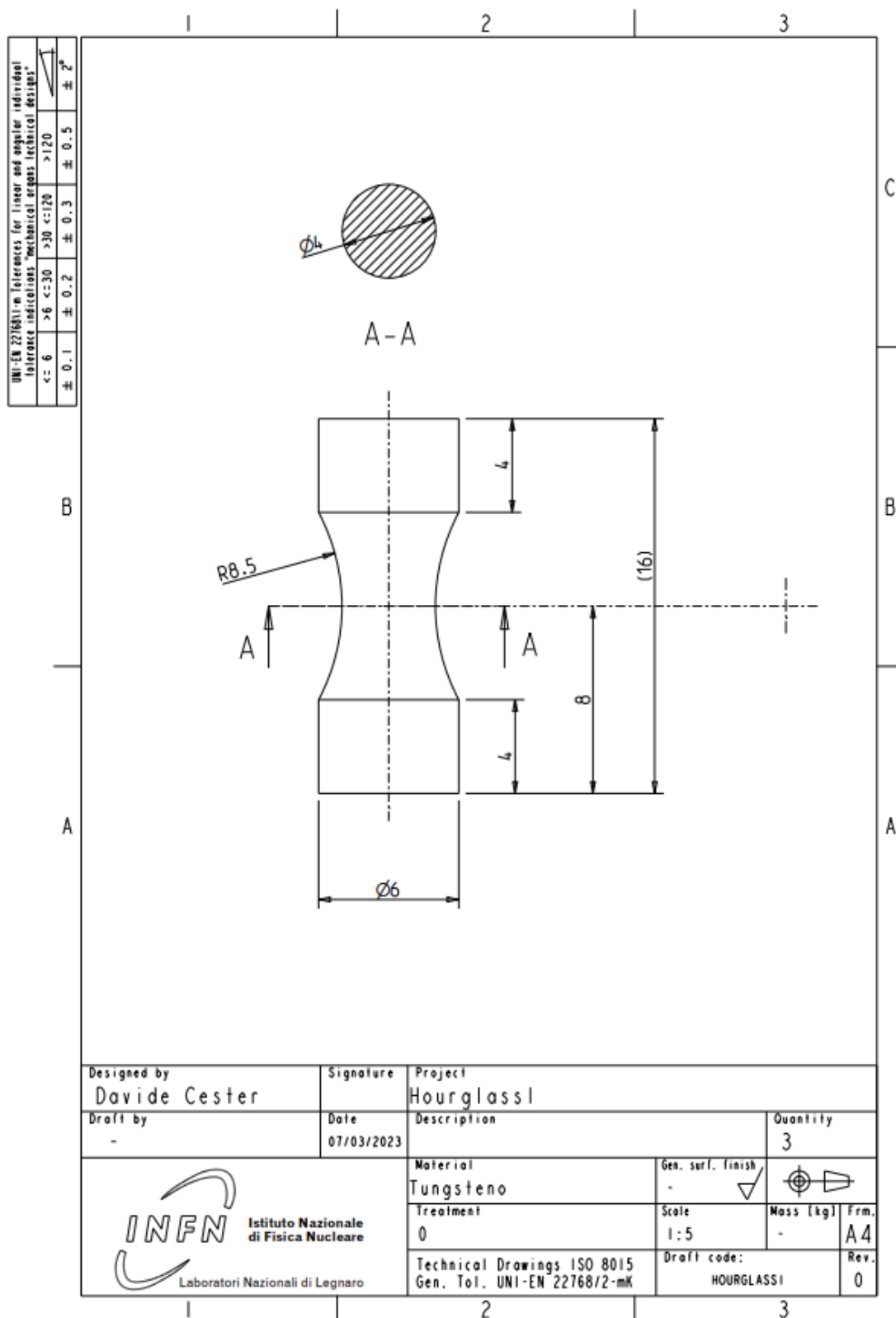
Appendice C: tavola del supporto per i provini LPBF dell'SCK CEN



Appendice D: tavola del provino per le prove di resistività elettrica



Appendice E: tavola del provino 'Hourglass I' per le prove meccaniche



Appendice F: tavola del provino 'Uniaxial' per le prove di compressione

