



UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
DI PADOVA

UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI PADOVA

Dipartimento di Ingegneria Industriale DII

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Meccanica

CARATTERIZZAZIONE TERMO-STRUTTURALE DI
MOLIBDENO PRODOTTO MEDIANTE TECNOLOGIE
DI ADDITIVE MANUFACTURING PER APPLICAZIONI
AD ALTISSIMA TEMPERATURA

Relatore: Prof. Giovanni Meneghetti

Correlatori: Dott. Mattia Manzolaro

Dott. Michele Ballan

In collaborazione con l'Istituto Nazionale di Fisica Nucleare

Studente: Enrico Visconti

Matricola: 1176429

Anno Accademico 2019/2020

*Questo lavoro è dedicato alla mia famiglia che mi ha sempre sostenuto durante questo lungo percorso,
a Giulia che in così poco tempo è riuscita a trasmettermi così tanto,
ai nonni che hanno sempre sperato di potermi vedere laureato,
a tutti gli amici, coinquilini e i compagni di corso che ho incontrato in questa esperienza.*

Un ringraziamento speciale a tutti i colleghi dell'INFN che ho incontrato in questi mesi e che hanno reso possibile questo lavoro di tesi, in particolare Michele e Mattia per avermi assistito da vicino giorno dopo giorno, a Pietro per il lavoro fatto al DIAM, a Michele per il lavoro svolto in officina, a Stefano per le pratiche burocratiche e il supporto in laboratorio, a Luca e Davide con cui si è fatto gruppo.

"If you want something you've never had, you must be willing to do something you've never done"
Thomas Jefferson

Introduzione

Il seguente lavoro di tesi è stato svolto all'Istituto Nazionale di Fisica Nucleare presso i Laboratori Nazionali di Legnaro e tratta la caratterizzazione termica e strutturale di Molibdeno realizzato tramite tecnica di *Additive Manufacturing* per applicazioni ad altissime temperature. L'istituto fa parte di una rete di enti per la ricerca nucleare focalizzata sulla produzione di fasci radioattivi per la ricerca di base in fisica nucleare oltre che per applicazioni mediche ed industriali. Il progetto SPES (*Selective Production of Exotic Species*) ha come obiettivo la costruzione di una *facility* di tipo *ISOL* per la produzione di fasci radioattivi *neutron-rich*. Attraverso l'interazione di un fascio protonico generato da un ciclotrone con intensità $200 \mu A$ ed un'energia di $40 MeV$ e un bersaglio di carburo di uranio, verranno generate specie radioattive. Gli isotopi prodotti verranno successivamente estratti ed accelerati per andare a formare un fascio di ioni radioattivi.

La sorgente di ionizzazione, presente nella camera target subito dopo la *transfer line*, è quel componente che permette di conferire la carica adeguata agli elementi di interesse. Tra le sorgenti impiegate per la tecnologia *ISOL* le più complesse sono quelle di tipo *PIS* (*Plasma Ionization Source*) ovvero sorgenti di ionizzazione al plasma. Esse sono costituite da un anodo e un catodo di geometria molto complessa, in quanto composti da molti componenti, posti a una distanza ben precisa tra loro per garantirne il funzionamento efficiente. Questi componenti devono resistere ad una temperatura di $2000^{\circ}C$ per una durata continuativa di circa 15 giorni.

Questo lavoro di tesi si inserisce in questo contesto, con lo studio delle caratteristiche termiche e meccaniche del Molibdeno realizzato tramite tecnologie di *Additive Manufacturing*, con cui si prevede di produrre componenti di sorgenti di ionizzazione normalmente realizzati con metalli refrattari lavorati tramite tecnologie tradizionali di produzione come l'asportazione di truciolo e la saldatura. Il vantaggio di realizzare componenti tramite stampa 3D è quello di poter costruire geometrie molto complesse ed evitare procedure di assemblaggio e accoppiamenti piuttosto difficili tra molti piccoli componenti, rischiando di perdere gli standard di tolleranza richiesti. In particolare, l'anodo di queste sorgenti al plasma potrebbe essere realizzato con un notevole risparmio di numero di componenti e con il vantaggio di avere un auto-allineamento durante l'assemblaggio.

La caratterizzazione termica di un materiale consiste nella stima di tre principali proprietà del materiale stesso: l'emissività, la conducibilità termica e la temperatura limite di sublimazione. L'apparato sperimentale all'interno dei Laboratori Nazionali di Legnaro permette di stimare le proprietà elencate nel range di temperatura di funzionamento delle sorgenti, utilizzando campioni a forma di disco sottile con diametro compreso tra i 30 e i 40 mm. I pirometri in dotazione, che operano intorno ad $1 \mu m$ di lunghezza d'onda, consentono sia l'acquisizione della temperatura, sia di ricavare l'emissività spettrale del materiale. Attraverso una trattazione analitica è possibile ricavarsi l'emissività emisferica globale, che servirà come input per il modello numero realizzato ai Laboratori per la stima della conducibilità termica del materiale in esame. La temperatura limite di sublimazione è ricavabile osservando la perdita in peso di provini fatti stazionare per 24 ore a livelli di temperatura sempre più elevati.

La caratterizzazione strutturale invece prevede l'estrazione di parametri come il modulo elastico E , il coefficiente di Poisson ν , la deformazione ϵ , la tensione di snervamento σ_S e di rottura σ_R dalla curva *sforzo-deformazione* derivante dalle prove di trazione. Si è reso necessario eseguire delle prove di trazione in temperatura sul Molibdeno realizzato tramite tecnologia di *Additive Manufacturing*, dopo aver osservato che, già a temperatura ambiente, la differenza tra lo stesso Mo *AM* e dei provini ricavati da una barra trafilata, era molto evidente. Sono stati quindi prodotti dei provini a osso di cane tramite stampa 3D e sono stati eseguite le prove di trazione in temperatura presso un'azienda esterna, TEC-Eurolab. Visto che le prove di trazione verranno svolte in atmosfera, si sono resi necessari dei test preliminari sulla formazione di ossidi a temperature elevate da parte del Mo per valutare la temperatura massima oltre la quale l'ossidazione del provino avrebbe compromesso la prova.

Il presente elaborato è articolato in 4 capitoli, il cui contenuto è brevemente riassunto di seguito:

Capitolo 1 – Il progetto SPES ai Laboratori Nazionali di Legnaro

In questo capitolo viene fatta una breve introduzione alla fisica nucleare ed alla tecnica *ISOL* per la produzione di fasci di ioni radioattivi e successivamente si illustrano i principali aspetti del progetto SPES, in fase di sviluppo presso i Laboratori Nazionali di Legnaro. Infine, sono riportate le maggiori applicazioni dei fasci di ioni esotici nei campi della fisica e della medicina nucleare.

Capitolo 2 – Additive Manufacturing per materiali refrattari

In questo capitolo viene fatta una breve panoramica sulla tecnologia di *Additive Manufacturing*, mettendone in evidenza aspetti positivi e negativi. Vengono successivamente elencate le diverse tipologie di tecniche di *Additive Manufacturing*, focalizzandosi su quelle utilizzate per la stampa di materiali metallici. Infine, ci si concentra sulla tecnica del *Selective Laser Melting*, spiegandone i parametri di settaggio, l'applicazione ai materiali refrattari e come questa tecnologia può essere sfruttata con successo per la produzione delle sorgenti *ISOL* all'interno del progetto SPES.

Capitolo 3 – Caratterizzazione termica del Molibdeno AM

In questo capitolo vengono illustrate le proprietà oggetto della caratterizzazione termica, quali emissività e conducibilità termica; dopo aver illustrato l'apparato sperimentale presente ai LNL, vengono presentati i risultati dell'emissività spettrale ad $1\ \mu\text{m}$, della dipendenza dell'emissività dalla finitura superficiale dei campioni, della stima dell'emissività emisferica globale e della conducibilità termica ricavata tramite il metodo della funzione ottima. Infine, vengono presentati i test svolti per la stima della temperatura limite di sublimazione del Mo AM.

Capitolo 4 – Caratterizzazione strutturale del Molibdeno AM

In questo capitolo viene presentato lo stato dell'arte all'inizio di questo lavoro di tesi e le motivazioni che hanno portato alla necessità di svolgere delle prove di trazione in temperatura. Viene poi spiegato come sono stati prodotti i provini in Mo tramite tecnica di Additive Manufacturing, ed è presentato uno studio preliminare sulla problematica ossidativa delle prove in atmosfera. Infine, viene presentato l'apparato sperimentale per le prove di trazione presso TEC-Eurolab, azienda presso la quale sono stati svolti i test e vengono esposti i risultati delle prove.

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.....	3
1.4 La produzione di fasci ionici radioattivi	4
1.5 La facility SPES [8]	5
1.5.1 L'acceleratore primario	6
1.5.2 Il Front-End	7
1.5.3 Il target di produzione.....	8
1.5.4 Il processo di estrazione e ionizzazione degli isotopi	9
1.5.5 Separatori magnetici e post-accelerazione.....	11
1.5.6 Il sistema di movimentazione	12
1.6 Le applicazioni dei fasci esotici [10]	12
1.6.1 Fisica nucleare	12
1.6.2 Fisica allo stato solido	13
1.6.3 Medicina nucleare.....	13
1.6.4 Astrofisica.....	13
1.7 Conclusioni	14
CAPITOLO 2. Additive Manufacturing per materiali refrattari.....	15
2.1 Introduzione [11]	15
2.2 Tecniche di <i>Additive Manufacturing</i> [12].....	16
2.2.1 Binder Jetting.....	16
2.2.2 Electron Beam Melting (EBM)	17
2.2.3 Laser Powder Bed Fusion (LPBF).....	17
2.2.4 Direct Metal Laser Deposition (DMLD)	18
2.3 Tecnica <i>SLM</i>	18
2.3.1 La tecnica <i>SLM</i> applicata ai metalli refrattari [25].....	23
2.4 Applicazione della tecnica <i>SLM</i> alle sorgenti <i>ISOL</i>	28
2.4.1 Obiettivi della tesi.....	30
CAPITOLO 3. Caratterizzazione termica del Molibdeno AM.....	31
3.1. Introduzione	31
3.2. Le proprietà termiche	31
3.2.1. Emissività [35]–[37].....	31
3.2.2. Conducibilità termica [37].....	34
3.3. L'apparato sperimentale per l'emissività e la conducibilità [10], [37].....	35
3.4. Stima dell'emissività.....	38
3.4.1. Emissività spettrale ad 1 μm	38

3.4.2.	Influenza della finitura superficiale sull'emissività	43
3.4.3.	Spettro di emissione del Molibdeno e stima dell'emissività emisferica globale [36].....	45
3.5.	Stima della conducibilità termica [10], [37].....	48
3.5.1.	Metodo della funzione ottima.....	48
3.5.2.	Modellazione numerica	50
3.5.3.	Descrizione del modello numerico [45], [46]	51
3.5.4.	Stima della conducibilità termica	53
3.6.	Temperatura limite del Molibdeno Additive Manufacturing	59
3.6.1.	Forno di produzione ad alta temperatura [47].....	60
3.6.2.	Test sul Molibdeno	61
3.7.	Conclusioni	62
CAPITOLO 4. Caratterizzazione strutturale del Molibdeno AM.....		65
4.1	Introduzione	65
4.2	Stato dell'arte	65
4.3	Produzione dei campioni.....	68
4.4	Studio preliminare su problematiche ossidative.....	69
4.5	Apparato sperimentale presso TEC-Eurolab.....	71
4.6	Risultati.....	72
4.7	Conclusioni	74
Conclusioni		75
Appendice A – Macro dei materiali utilizzati		77
Appendice B – APDL del modello numerico.....		97
Appendice C – Prove con spettrometro		109
Appendice D – Data Sheet Mo (Plansee)		111
Appendice E – Tavola provino per prove di trazione.....		113
Bibliografia		115

CAPITOLO 1. Il progetto SPES ai Laboratori Nazionali di Legnaro

1.1 Introduzione

L'Istituto Nazionale di Fisica Nucleare (INFN) è un ente nazionale di ricerca, che ha come scopo lo studio dei costituenti fondamentali della materia e delle leggi che lo governano, attraverso attività di ricerca, teorica e sperimentale, nei campi della fisica subnucleare, nucleare e astroparticellare.

Le attività svolte all'interno dell'INFN sono rese possibili grazie a collaborazioni nazionali e internazionali ed allo stretto contatto con il mondo universitario italiano. La ricerca fondamentale in questi settori richiede l'uso di tecnologie e strumenti di ricerca all'avanguardia che l'INFN sviluppa sia nei propri laboratori sia in collaborazione con il mondo dell'industria. Questo permette l'inserimento di numerosi ricercatori e laureandi, non solo in Fisica, ma grazie al carattere multidisciplinare dell'ambiente di lavoro vi sono possibilità di tesi e di dottorato anche in Ingegneria, Chimica e Farmacia.

L'INFN è stato costituito l'8 agosto 1951 dalle Università di Roma, Padova, Torino e Milano con l'intento di proseguire e sviluppare la tradizione scientifica iniziata negli anni '30 con le ricerche teoriche e sperimentali di fisica nucleare di Enrico Fermi e della sua scuola. Tra le più importanti ricerche portate avanti negli anni vi sono quella dell'adroterapia per la cura dei tumori attraverso i protoni e gli ioni di carbonio, quella dello sviluppo della rete di supercalcolo e alle sue applicazioni ad altre discipline scientifiche, al commercio elettronico, alla cultura, e quella dell'analisi e dello studio con i propri strumenti dei beni culturali e dell'ambiente. [1]

L'attività dell'INFN viene svolta in due tipi di strutture di ricerca complementari: i quattro Laboratori Nazionali, con sede a Catania, Frascati, Legnaro e Gran Sasso, dove sono presenti grandi apparecchiature e infrastrutture messe a disposizione della comunità scientifica nazionale e internazionale, e una serie di sezioni a gruppi strettamente connessi con i Laboratori, aventi sedi nei dipartimenti universitari di fisica che possono così garantire una forte collaborazione tra istituto e università. [2]

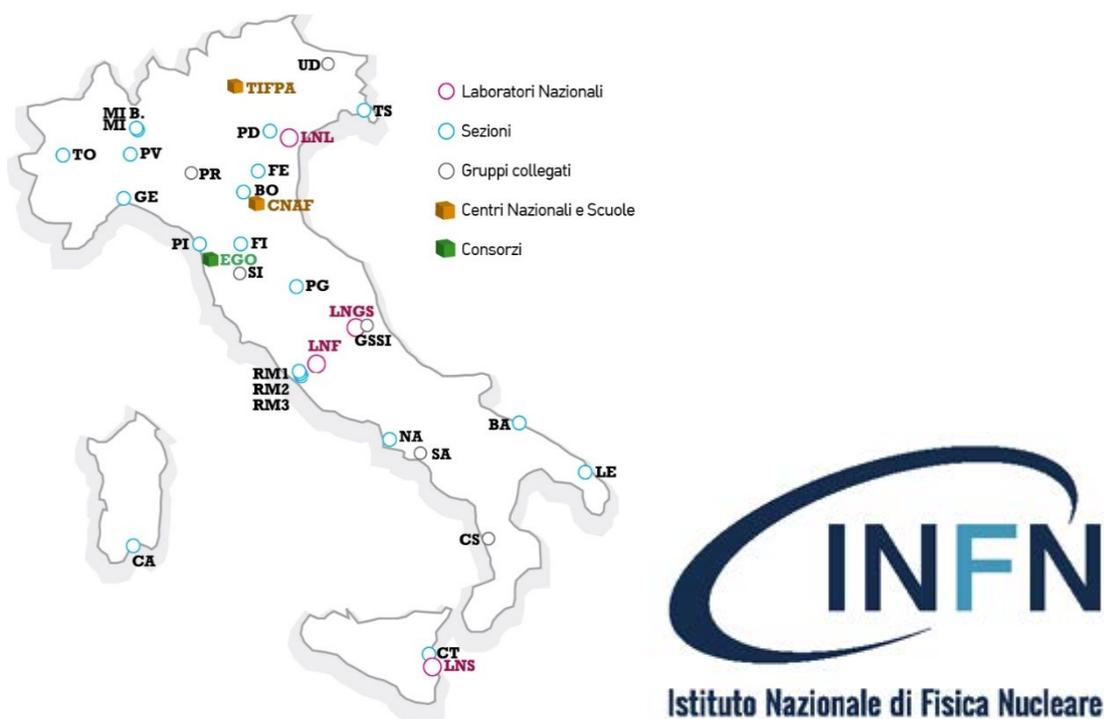


Figura 1.1 - A sinistra, geolocalizzazione delle strutture dell'INFN; a destra, il logo dell'Istituto

1.2 Le specie esotiche

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

I vari atomi, detti anche nuclidi, sono identificati mediante il numero di massa A , che indica il numero di nucleoni (cioè la somma del numero di protoni e del numero di neutroni) all'interno del nucleo atomico, mentre con Z ed N si identificano rispettivamente il numero di protoni e neutroni presenti. Vale quindi la relazione $A=Z+N$.

Lo stesso numero di protoni presente nel proprio nucleo identifica in modo esclusivo un elemento chimico e ne caratterizza la sua posizione all'interno della tavola periodica; il numero di neutroni invece può variare tra atomi dello stesso elemento. Vengono chiamati isotopi quegli atomi dello stesso elemento aventi differente numero di neutroni. Tutti gli isotopi attualmente conosciuti sono rappresentati nella carta dei nuclidi (Figura 1.2) che fornisce informazioni circa la stabilità o meno dei vari isotopi. Questa stabilità del nucleo è data dall'equilibrio di due forze: la forza elettrostatica repulsiva che si instaura tra corpi elettricamente carichi dello stesso segno, ossia i protoni, e la forza nucleare forte, che è un'interazione di tipo attrattivo che garantisce l'integrità atomica. Risultano quindi stabili solamente alcune delle possibili configurazioni del nucleo che rispettano determinati rapporti tra Z ed N ; tutte le altre comportano un disequilibrio tra le due interazioni fondamentali.

Un nucleo si dice stabile quando il suo numero di protoni e neutroni rimane costante nel tempo; al contrario, un nucleo instabile perde o acquisisce nucleoni nel tempo. Questo eccesso di energia generato dall'instabilità comporta la variazione del numero di massa atomico o la trasmutazione dei nucleoni, portando all'emissione di particelle ed onde elettromagnetiche, indicata come radioattività. [3]

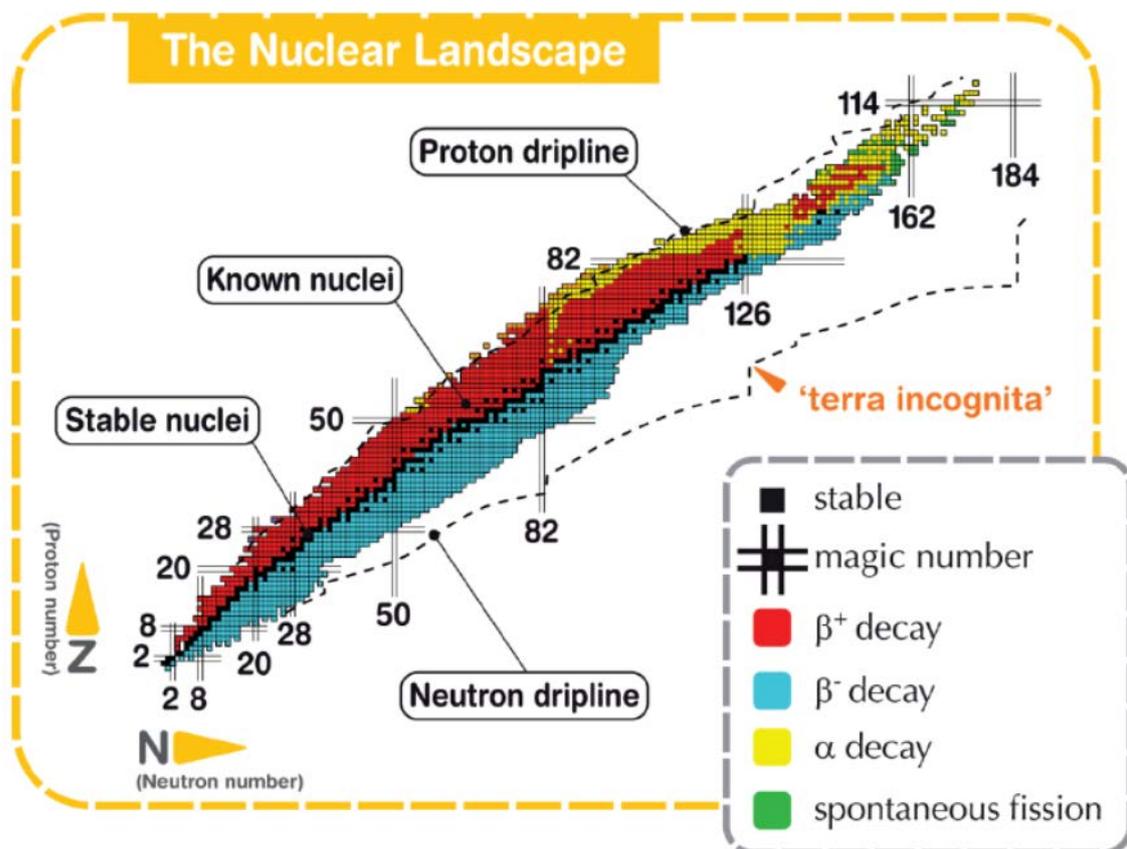


Figura 1.2 - Rappresentazione della carta dei nuclidi

Gli atomi radioattivi vengono anche chiamati esotici. Dalla carta dei nuclidi è facile riconoscere i nuclei stabili: per gli atomi con numero di massa A fino al valore di 40, si ha la stabilità con lo stesso numero di protoni e neutroni ($Z=N$), mentre per valori superiori di A la stabilità nucleare è garantita da un numero di neutroni superiore a quello dei protoni.

La carta dei nuclidi ha in ascissa il numero di neutroni N e in ordinata il numero di protoni Z . I nuclei stabili (indicati in nero) occupano il luogo geometrico descritto dalla bisettrice del primo quadrante, denominato *valle di stabilità*. Tutti i nuclei al di fuori di questa retta inclinata di 45° , sono quegli elementi aventi $Z \neq N$, chiamati *proton-rich* o *neutron-rich* a seconda che ci sia un difetto o un eccesso di neutroni rispetto alla configurazione stabile. La stessa carta dei nuclidi fornisce informazioni riguardo ciascun nucleo instabile sulla tipologia di particelle e radiazioni elettromagnetiche emesse durante il fenomeno del decadimento radioattivo (4 diversi tipi: decadimento *alfa*, decadimento *beta*, fissione spontanea, emissione di raggi γ). [4] Vengono infine evidenziati i cosiddetti *numeri magici*, ovvero quelle determinate configurazioni di protoni e neutroni che generano particolare stabilità all'atomo.

1.3 Il progetto SPES

SPES (*Selective Production of Exotic Species*) è un progetto realizzato all'interno dell'Istituto Nazionale di Fisica Nucleare di Legnaro, il cui obiettivo principale è quello di realizzare un apparato sperimentale in grado di produrre fasci di ioni radioattivi "RIB" (*Radioactive Ion Beam*) per studi di fisica nucleare fondamentale e per lo studio di nuclei atomici instabili non presenti naturalmente, ma prodotti durante le fasi finali della vita delle stelle. Nello specifico il progetto è basato sulla produzione di nuclei radioattivi *neutron-rich* attraverso una fissione nucleare indotta colpendo un target realizzato in carburo di uranio con un fascio di protoni di 40MeV di energia e 200 μ A di intensità di corrente (per una potenza totale di 8kW). [5]



Figura 1.3 - Logo del progetto SPES dei Laboratori Nazionali di Legnaro

La maggior parte delle conoscenze relative alle proprietà nucleari, ad oggi, deriva dallo studio di nuclei presenti nella valle di stabilità o da nuclei *proton-rich*. L'obiettivo finale vede come impieghi primari lo studio della fisica nucleare ed applicazioni mediche legate alla produzione di nuclei radioattivi.

Il progetto verrà realizzato attraverso l'attuazione di quattro diverse fasi (Figura 1.4):

- *SPES- α* : la prima fase prevede l'acquisizione, l'installazione e la messa in opera di un ciclotrone ad alte prestazioni, con una corrente di uscita di circa 0,7 mA e ad alta energia (fino a 70MeV). Il ciclotrone sarà caratterizzato da una doppia porta d'uscita per la generazione di due tipologie di fasci per la realizzazione della doppia missione del laboratorio: uno dedicato alla *facility* di fisica nucleare e uno per gli studi di fisica applicata.
- *SPES- β* : in questa fase è prevista la prima produzione di fasci di ioni di specie *neutron-rich*. Nella collisione del fascio di protoni con gli appositi target verranno prodotti nuovi nuclei, con un largo eccesso di neutroni, simili a quelli generati nelle fasi terminali della vita delle stelle, con lo scopo di comprendere e approfondire fenomeni legati all'evoluzione stellare.
- *SPES- γ* : questa fase ha come intento la produzione di radionuclidi di interesse medico, per giungere alla produzione di radiofarmaci di nuova generazione e di radionuclidi convenzionali con nuovi approcci basati sull'uso dell'acceleratore.
- *SPES- δ* : in quest'ultima fase è previsto lo sviluppo di un'intensa sorgente neutronica, irraggiando opportuni convertitori con il fascio uscente dal ciclotrone, oppure tramite un acceleratore lineare basato sulla RFQ (*radio-frequency quadruple technology*). Le applicazioni riguardano l'astrofisica nucleare, la caratterizzazione dei rifiuti nucleari e il trattamento sperimentale di tumori. [6]



Figura 1.4 - Il quadrifoglio contenente le quattro fasi del progetto, simbolo di SPES

1.4 La produzione di fasci ionici radioattivi

In chimica viene definito *ione* un'entità molecolare elettricamente carica, ovvero quando un atomo, o una molecola, o un gruppo di atomi legati tra loro cede o acquista uno o più elettroni. Se queste particelle vengono focalizzate in un fascio, questo viene denominato *fascio ionico radioattivo (RIB – Radioactive Ion Beams)*. Per la produzione e l'utilizzo pratico di ioni radioattivi, è necessario servirsi di sistemi acceleratori ed attrezzature capaci di garantire fasci ionici di elevata purezza, intensità ed energia. Per fare questo vengono sfruttate diverse tipologie di *facilities*, numerose sono quelle basate sul metodo ISOL (*Isotope Separation On-Line*). [7]

Le principali infrastrutture di una *facility ISOL* sono (Figura.1.5):

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

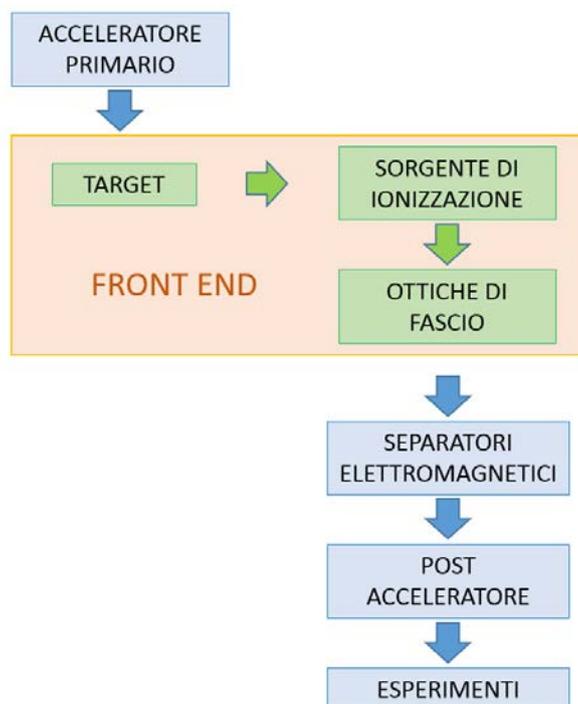


Figura.1.5 - Infrastrutture principali di una facility ISOL

Un fascio di particelle, proveniente dall'acceleratore primario ed avente l'energia desiderata, viene fatto collidere con un bersaglio (*target*) costituito di dischi di materiale fissile (UCx – carburi di uranio): da questa interazione hanno origine le reazioni nucleari che portano alla produzione di isotopi radioattivi. Grazie alle elevate temperature del bersaglio (oltre 2000°C), i radioisotopi prodotti possono uscire dal target grazie ai meccanismi di diffusione ed effusione; infine vengono ionizzati: in questo modo, per mezzo della carica acquisita, i radioisotopi potranno essere accelerati sfruttando una differenza di potenziale elettrico. Il primo stadio di accelerazione avviene nel *front-end* che attira gli ioni e li invia verso dei *separatori elettromagnetici* all'interno dei quali il fascio viene opportunamente focalizzato e selezionato in termini di massa. I separatori sono quindi necessari se si vuole ottenere un fascio chimicamente ed isobaricamente puro. Infine, gli ioni vengono post accelerati al livello di energia richiesto dal particolare esperimento.

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

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

dove:

- σ è la sezione d'urto per le reazioni nucleari, rappresenta quindi la probabilità che avvenga una certa reazione nucleare;
- 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.

I grandi vantaggi della tecnica ISOL, rispetto ad altre tecniche utilizzate per la produzione di fasci radioattivi, sono quelli di garantire una maggiore qualità ed una maggiore intensità del fascio prodotto grazie all'utilizzo di un fascio primario intenso e di un target avente un'elevata sezione d'urto. Lo svantaggio di questa tecnica invece è l'elevato tempo di ritardo legato alla lentezza dei processi di diffusione, effusione, ionizzazione ed estrazione dei nuclei esotici, che possono richiedere tempi complessivi superiori alla decina di millisecondi. Risulta quindi molto complicata la produzione di fasci di isotopi con vita media degli atomi radioattivi (*emivita*) estremamente breve.

1.5 La facility SPES [8]

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

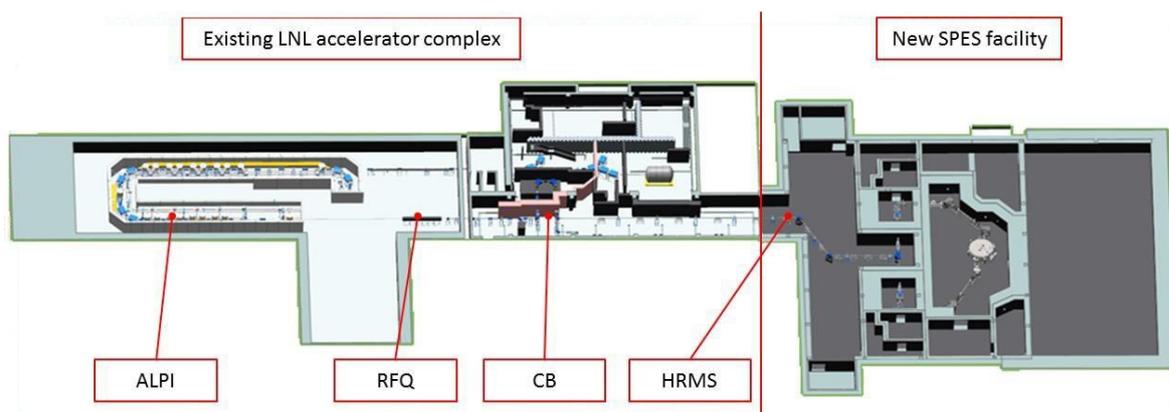


Figura.1.6 - Facility ISOL ai Laboratori Nazionali di Legnaro

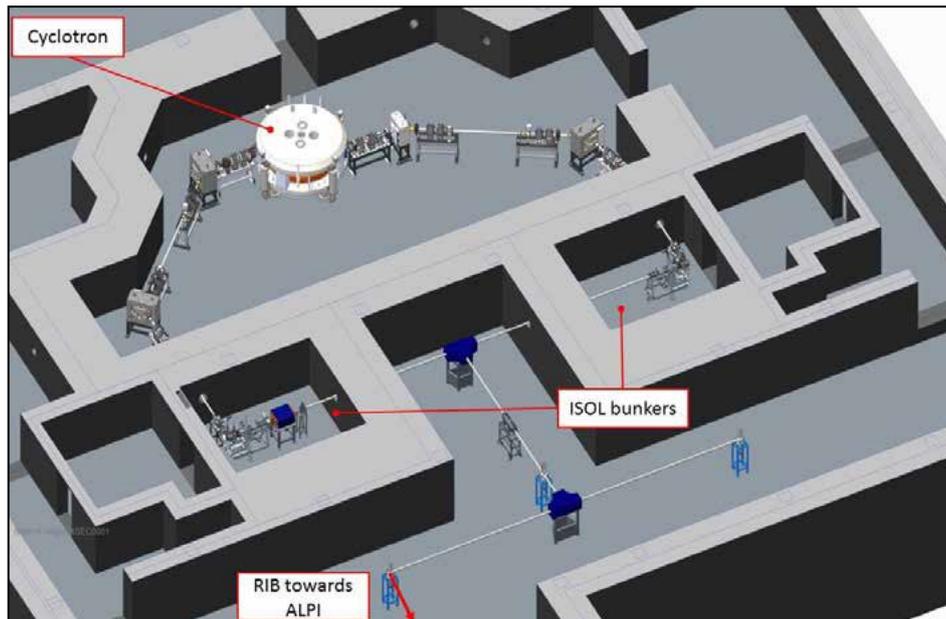


Figura.1.7 - Schema del layout del progetto SPES

I componenti principali sono:

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

1.5.1 L'acceleratore primario

L'acceleratore primario ha il compito di produrre un fascio protonico in grado di colpire il target di carburo di uranio in cui avviene la reazione di fissione nucleare. L'acceleratore utilizzato nell'ambito del progetto SPES è un ciclotrone: si tratta di un acceleratore circolare costituito da due elettrodi semicircolari alimentati a corrente alternata ad alta frequenza ed alta tensione, combinati con un campo magnetico ortogonale. Le particelle cariche (protoni), generate da una sorgente posta al centro della macchina, risentiranno di un campo elettrico che le accelererà e di una forza magnetica (*forza di Lorentz*) in grado di imprimere loro una traiettoria curva. Le particelle vengono quindi accelerate in traiettorie spiraliformi, come riportato in Figura.1.8, man mano che la loro energia viene aumentata.

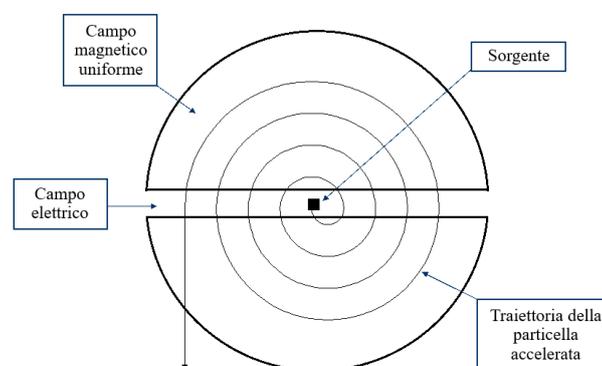


Figura.1.8 - Schema di funzionamento di un ciclotrone

Il ciclotrone impiegato per il progetto SPES è un BEST 70p realizzato dalla Best Cyclotron (Figura.1.9) ed è in grado di generare due fasci di protoni indipendenti fino a 70 MeV di energia ed aventi una corrente massima di 750 μA .



Figura.1.9 - Ciclotrone BEST 70p (Best Cyclotron System) presente all'interno della facility SPES ai Laboratori Nazionali di Legnaro

1.5.2 Il Front-End

Il Front-End (Figura 1.10) è quell'insieme finale di elementi che hanno lo scopo di garantire il corretto funzionamento e allineamento del bersaglio con il fascio di protoni, e di permettere la produzione ed il trasporto dei fasci di ioni radioattivi.

Il Front-End del progetto SPES, è diviso idealmente in due parti: [9]

- La prima parte, il Front-End protonico (FEP) responsabile del trasporto e dell'allineamento del fascio di protoni;
- La parte finale, il Front-End radioattivo (FER), utilizzata per il trasporto e l'accelerazione del fascio radioattivo.

Il Front-End è costruito in maniera modulare appositamente per facilitare la manutenzione dei vari sistemi: le zone più prossime alla camera target, infatti, essendo sottoposte ad elevate dosi di radioattività, sono di facile sostituzione, mentre le parti fisse meno soggette al degradamento per radiazioni sono soggette solamente a manutenzioni programmate.

Il sistema, quindi, garantisce sostegno e stabilità ai due canali di fascio, protonico e radioattivo, permette la realizzazione di un alto vuoto ($\sim 10^{-5}$ mbar) all'interno del sistema ed evitando anche l'ossidazione degli stessi componenti, provvede all'apporto di energia elettrica per il funzionamento degli strumenti e di acqua per il raffreddamento dei componenti. [9] È stato preferito l'alluminio all'acciaio per la realizzazione dei componenti, poiché quest'ultimo tende ad attivarsi in modo significativo e duraturo in presenza di radiazione neutronica.

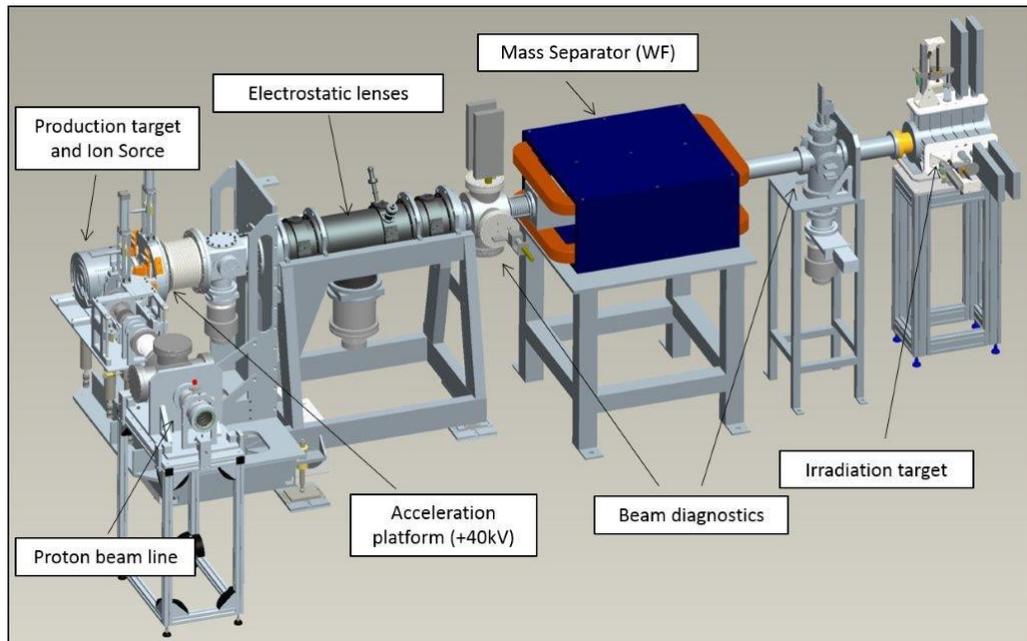


Figura 1.10 - Front-End del progetto SPES ai LNL

1.5.3 Il target di produzione

Il target (Figura.1.11) è composto da sette dischi coassiali in UCx, aventi diametro 40 mm e spessore di circa 1 mm, appositamente distanziati in direzione assiale così da dissipare, attraverso radiazione termica, la potenza sviluppata dal fascio di protoni e mantenere una temperatura sufficientemente omogenea.

I dischi sono contenuti in un tubo di grafite (*graphite box*) avente un diametro esterno di 49 mm e una lunghezza di 200 mm.

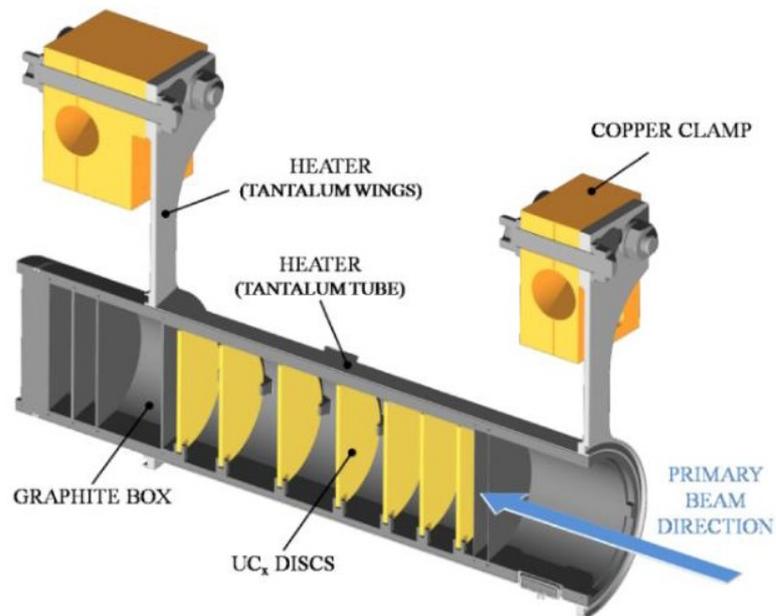


Figura.1.11 - Rappresentazione del sistema riscaldante del target

Per confinare la zona attiva, e quindi evitare la fuoriuscita delle specie radioattive, e per evitare un eccessivo raffreddamento del materiale fissile in corrispondenza dell'ingresso del fascio, il fascio di protoni, prima di impattare contro i dischi in UCx, viene confinato in una finestra molto sottile in grafite: questo passaggio provoca una leggera attenuazione dell'intensità del fascio ma garantisce una zona attiva più circoscritta.

Alla fine del sistema riscaldante del target sono posti tre *dumper* e un fondo scatola (*box base*) contro i quali il fascio primario va ad impattare, in modo da prevederne l'assorbimento definitivo, per evitare l'attivazione della camera esterna ed evitare la fuoriuscita di particelle dal lato posteriore del target.

Per poter estrarre i prodotti della fissione, la box deve mantenere una temperatura attorno ai 2000°C. Per portare il target al livello di temperatura richiesto, non risulta sufficiente la potenza del fascio di protoni; si rende quindi necessaria l'introduzione di un dispositivo indipendente con la funzione di riscaldare il target. Questo sistema permette anche di evitare improvvisi sbalzi di temperatura molto pericolosi per l'integrità strutturale dei dischi. Il riscaldatore (*heater*) è composto da un tubo molto sottile di tantalio (*tantalum tube*) saldato ai suoi estremi a due ali (*tantalum wings*), sempre in tantalio, direttamente collegate a morsetti in rame (*copper clamps*), attraverso i quali è possibile far dissipare, per effetto Joule, il desiderato quantitativo di potenza al riscaldatore. Il riscaldatore è realizzato in tantalio, in quanto altamente resistente alla corrosione, in grado di condurre energia elettrica e termica e di raggiungere temperature di esercizio molto elevate mantenendo caratteristiche meccaniche adatte allo scopo; per contro, il tantalio risulta essere molto reattivo chimicamente con il carburo di uranio, per tanto si rende necessario l'utilizzo della box in grafite.

È importante notare che il fascio protonico colpisce i dischi nella loro parte centrale aumentando notevolmente la temperatura in quella zona, mentre nella zona periferica rimangono ad una temperatura più bassa, generando così un campo di temperatura non uniforme e delle tensioni termiche che in alcuni casi potrebbero portare a rottura i dischi stessi. Il riscaldatore risulta quindi necessario per riscaldare le zone di periferia dei dischi, in modo da mitigare i gradienti termici pericolosi e mantenere l'intero sistema alle corrette temperature di esercizio.

1.5.4 Il processo di estrazione e ionizzazione degli isotopi

Gli isotopi prodotti dal target vengono estratti mediante la linea di trasferimento (*transfer line*), realizzata con un tubo sottile in tantalio, saldato ad un'estremità del riscaldatore e collegato alla sorgente di ionizzazione all'estremità opposta (Figura.1.12). Come per il riscaldatore, anche la *transfer line* si riscalda per effetto Joule garantendo così una temperatura di esercizio intorno ai 2300°C, necessari per far migrare gli isotopi dal target verso la sorgente di ionizzazione.

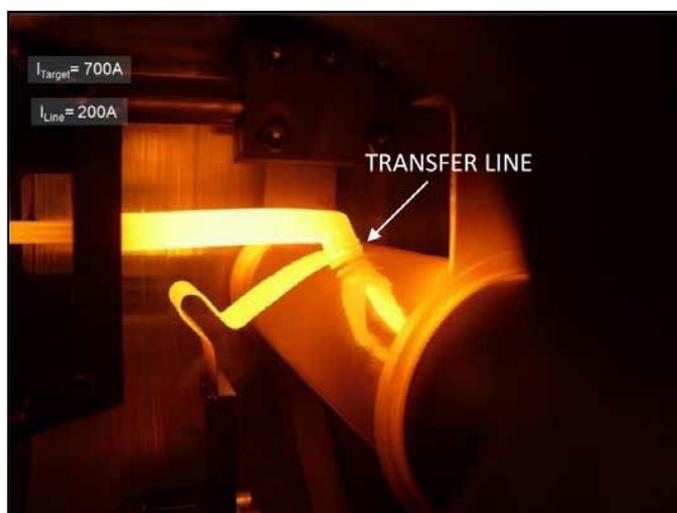


Figura.1.12 - Fotografia del target e della transfer line in esercizio

La sorgente di ionizzazione viene scelta in relazione alla qualità e all'intensità richieste per il fascio radioattivo. Vi sono diversi metodi di ionizzazione, che dipendono dal potenziale di prima ionizzazione di ciascun elemento, ovvero l'energia per portare un elettrone dalla sua sfera di valenza ad una distanza infinita dall'atomo. I metodi utilizzati nel sistema *Front-End* nell'ambito del progetto SPES sono i seguenti:

- Per bassi potenziali di ionizzazione viene utilizzata una sorgente di ionizzazione superficiale (*SIS – Surface Ionization Source*);
- Per valori intermedi di potenziale si utilizza una sorgente laser (*RILIS – Resonant Ionization Laser Ion Source*) che permette la ionizzazione selettiva degli elementi, in quanto è possibile regolare la

lunghezza d'onda del laser opportunamente su livelli spettrali tipici dell'elemento chimico di interesse.

- Per elementi ad alto potenziale di ionizzazione come i gas nobili, la sorgente di ionizzazione al plasma (*PSI – Plasma Ionization Source*) è in grado di conferire la carica adeguata agli elementi di interesse; questo però va a discapito della selettività, in quanto tutti gli elementi volatili presenti nel target sono ionizzati. Con questo tipo di sorgente, gli atomi vengono ionizzati grazie all'impatto con elettroni accelerati per effetto termoionico. Il processo si svolge in una struttura costituita da un anodo e un catodo. Il catodo viene riscaldato dal passaggio di corrente continua di circa 330-340 A e si porta a temperature elevate. Per effetto termoelettrico si conferisce agli elettroni un'energia superiore a quella di legame con l'atomo, tanto che si verifica l'emissione di elettroni da parte del catodo in una camera che funge da anodo. All'interno di questa camera, gli elettroni rilasciati dal catodo e accelerati da una differenza di potenziale di 150V, vengono a contatto con gli atomi da ionizzare: l'impatto elettronico causa la perdita di un elettrone da parte degli atomi dell'anodo (ioni positivi) creando quindi un plasma. La Figura 1.13 rappresenta il principio di funzionamento della ionizzazione PIS.

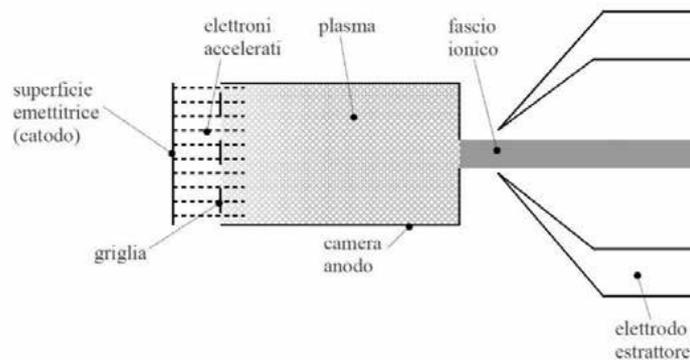


Figura 1.13 - Schema di funzionamento della modalità di ionizzazione PIS (Plasma Ion Source)

Nella tavola periodica riportata di seguito (Figura.1.14) sono illustrate le varie tipologie di ionizzazione per i diversi elementi. Gli elementi aventi un valore Z compreso da 40 e 45, a causa della loro bassa volatilità, possono essere prodotti dal target ma non sono estraibili.

		■ surface ionization mechanism ■ laser ionization mechanism ■ electron impact ionization mechanism ■ not extracted																
1	1	2											13	14	15	16	17	2
	H												B	C	N	O	F	Ne
2	3	4											5	6	7	8	9	10
	Li	Be											Al	Si	P	S	Cl	Ar
3	11	12	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
	Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar
4	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36
	K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
5	37	38	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54
	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
6	55	56	57	72	73	74	75	76	77	78	79	80	81	82	83	84	85	86
	Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
7	87	88	89	104	105	106	107	108	109	110	Main fission (p-> ²³⁸ U) fragments							
	Fr	Ra	Ac	Unq	Unp	Unh	Uns	Uno	Une	Unn								

Figura.1.14 - Tavola periodica raffigurante i vari meccanismi di ionizzazione in base all'elemento

Tra la camera target collegata al Front-End radioattivo opportunamente isolata, e il sistema di estrazione in esso ospitato, viene posta una differenza di potenziale fino a 40 kV, che permette di accelerare gli ioni prodotti. Il componente che accoglie gli ioni in uscita dalla sorgente di ionizzazione è un elettrodo realizzato in lega di titanio Ti6Al4V, che può essere avvicinato opportunamente alla camera target in alta tensione, per garantire un campo elettrico ottimale per il tipo di sorgente utilizzata (Figura.1.15). In questo modo si forma il fascio di ioni radioattivi che passerà attraverso dei separatori elettromagnetici ed il post acceleratore e sarà quindi pronto per essere inviato alle sale sperimentali.

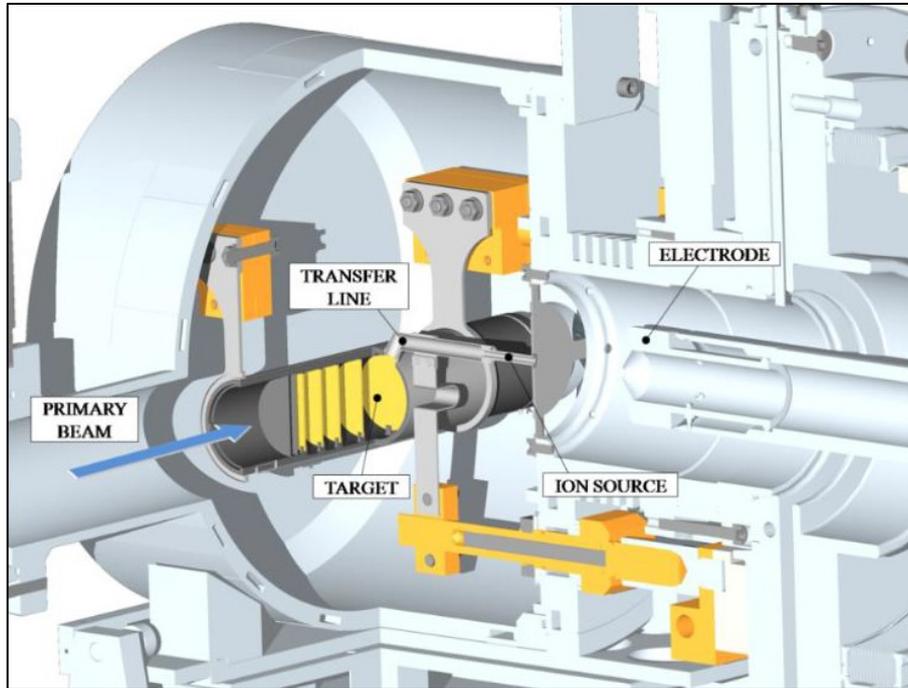


Figura.1.15 - Rappresentazione del sistema di ionizzazione e di estrazione

1.5.5 Separatori magnetici e post-accelerazione

Dopo la prima accelerazione nel Front-End radioattivo, il fascio estratto dalla sorgente di ionizzazione è sottoposto ad una prima fase di purificazione attraverso l'utilizzo di un separatore di massa (*mass separator*) dove vengono deviati e intrappolati i contaminanti presenti. Successivamente è posizionato un separatore isobaro che permette la divisione di isotopi tra loro isobari. A questo punto il fascio è pronto per l'utilizzo nei test sperimentali per fasci radioattivi a bassa energia, oppure può essere post-accelerato.

La fase di post-accelerazione è preceduta dal *Charge Breeder*, un dispositivo che incrementa la carica degli ioni prima dell'iniezione del fascio esotico nella post-accelerazione stessa in PIAVE prima dell'ingresso in ALPI (Figura.1.16).



Figura.1.16 - Post acceleratori già presenti ai LNL, PIAVE a sinistra ed ALPI a destra

1.5.6 Il sistema di movimentazione

La movimentazione nella camera target deve necessariamente essere compiuta in maniera completamente automatica, a causa dell'elevata attività radioattiva all'interno della camera stessa. La movimentazione è indispensabile per la sostituzione del materiale fissile e per evitare l'eccessiva degradazione dei componenti di tenuta.

Le fasi di movimentazione della camera target sono:

- Deposito della nuova camera target contenente un nuovo bersaglio-sorgente di ionizzazione sulla tavola di ammaraggio, il dispositivo automatico che gestisce il movimento della camera sul Front-End;
- Movimentazione della camera quando è posizionata sulla tavola di ammaraggio;
- Disaccoppiamento e prelevamento della camera irradiata per depositarla all'interno del sarcofago schermato per permettere la movimentazione fuori dal bunker;
- Stoccaggio del sarcofago contenente la camera irradiata.

Per tutte queste movimentazioni vengono impiegati due sistemi, il Sistema di Movimentazione Orizzontale (SMO) ed il Sistema di Movimentazione Verticale (SMV), gestendo le fasi di prelievo e di deposito nella tavola di ammaraggio (Figura.1.17). Il sistema verticale è progettato come emergenza nel caso di problemi con il SMO.

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

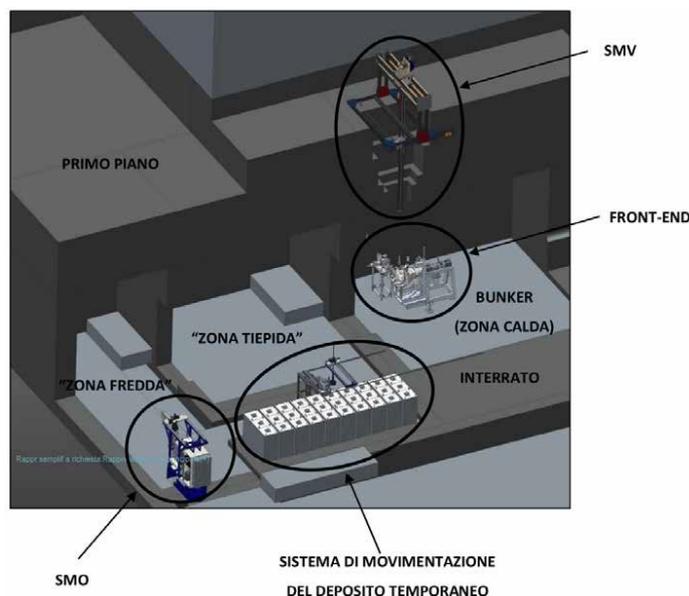


Figura.1.17 - Sistemi di movimentazione all'interno dell'edificio SPES

1.6 Le applicazioni dei fasci esotici [10]

Le applicazioni dei fasci esotici sono molto vaste e in più campi di studio, non solamente in fisica nucleare, ma anche nella fisica dello stato solido, nella medicina e in astrofisica.

Nei prossimi paragrafi vengono brevemente riportati alcuni esempi di applicazioni dei vari campi di ricerca.

1.6.1 Fisica nucleare

Le applicazioni dei fasci esotici sono molteplici nella fisica nucleare; di seguito si elencano gli ambiti all'interno dei Laboratori Nazionali di Legnaro dove verranno utilizzati i fasci ionici radioattivi:

- Miglioramento e approfondimento del *modello standard*. L'attuale modello è basato su tre delle quattro interazioni fondamentali: l'interazione nucleare forte, l'interazione nucleare debole e l'interazione elettromagnetica. Questo descrive le funzioni e le proprietà di tutte le particelle che

costituiscono la materia, basandosi su una serie di assunzioni che possono essere chiarite e confermate grazie ad una serie di complessi esperimenti di fisica nucleare

- Produzione di elementi superpesanti: questi elementi, la cui repulsione coulombiana assume valori elevati, riescono a formarsi intorno alla cosiddetta *isola di stabilità*, una configurazione formata da 114 protoni e 184 neutroni, che sembra garantire stabilità al nucleo. L'accoppiamento tra i fasci intensi costituiti da nuclei instabili *neutron-rich* e i target stabili, anch'essi ricchi di protoni, potrebbe portare ad approfondire questo fenomeno.
- Misure della dimensione del nucleo: in alcuni atomi le interazioni tra nucleoni possono diventare così piccole da non garantire la formazione di un nucleo sotto forma di aggregato e ciò comporta la formazione di nuclei ad anello, detti nuclei *halo*. È possibile determinare la distribuzione dei protoni e dei neutroni con esperimenti di spettroscopia atomica mediante l'utilizzo di fasci radioattivi di bassa energia e luce laser collimata o con fasci ad alta energia, come quelli prodotti nelle *facilities*.

1.6.2 Fisica allo stato solido

Nella fisica allo stato solido viene utilizzata la tecnica del *Radio Tracer Diffusion*, tramite il quale vengono impiantati dei nuclei radioattivi in un sistema solido con lo scopo di studiarne il decadimento grazie alla rilevazione delle particelle delle radiazioni gamma emesse. L'utilizzo di questa tecnica permette:

- Osservare, tramite i prodotti del decadimento, le interazioni tra l'atomo sonda e la struttura del reticolo cristallino che lo circonda;
- Ricavare informazioni riguardanti il campo elettrico e magnetico all'interno del reticolo cristallino;
- Studiare i processi diffusivi e le interazioni tra gli atomi sonda
- Evidenziare la presenza, la distribuzione e la tipologia dei difetti nel reticolo cristallino.

1.6.3 Medicina nucleare

I fasci di ioni radioattivi possono essere sfruttati in campo medico sia per la fase di diagnosi, sia per quella di trattamento di patologie tumorali.

Per quanto riguarda la fase di diagnostica medica, è molto utilizzata la tomografia ad emissione positronica (*PET – Positron Emission Tomography*), tecnologia che permette la creazione di mappe tridimensionali degli organi interni in osservazione, tramite un'iniezione endovenosa di isotopi traccianti e la scansione delle radiazioni elettromagnetiche emesse al decadimento del tracciante.

Per la fase di trattamento e cura, si sta studiando la produzione di radiofarmaci, molecole bioattive contenenti soprattutto radioisotopi *neutron-rich β -emitter*, con applicazioni terapeutiche molto promettenti. L'innovazione di questo processo è la produzione di radiofarmaci ad altissima purezza, privi di contaminanti. All'interno del progetto SPES, questo ramo relativo allo studio e alla produzione di radiofarmaci è stato chiamato ISOLPHARM, e vede la collaborazione con vari dipartimenti dell'Università di Padova, in particolare quello di Scienze Chimiche e di Scienze del Farmaco.

1.6.4 Astrofisica

L'astrofisica nucleare è molto importante per poter capire le strutture, l'evoluzione, le dinamiche e la composizione dell'universo e dei suoi costituenti.

All'interno delle stelle hanno luogo parecchie reazioni nucleari che liberano grandi quantità di energia e che coinvolgono nuclei stabili e instabili. Tramite queste reazioni è possibile comprendere l'evoluzione delle stesse, attraverso studi sulle reazioni nucleari utilizzando fasci radioattivi.

Le informazioni più importanti e più ricercate per la comprensione della formazione dell'universo sono i tempi di vita, le masse ed il decadimento dei nuclei instabili.

1.7 Conclusioni

Il progetto SPES, implementato presso i Laboratori Nazionali di Legnaro, rientra nell'ambito della realizzazione di una *facility* europea di tipo ISOL ad alte prestazioni (progetto EURISOL), grazie all'importanza acquisita dalla ricerca sui fasci radioattivi assunta negli anni. Con il costante sviluppo, la *facility* di dimensioni "intermedie" potrà essere in grado di raggiungere 10^{13} fissioni al secondo attraverso il bombardamento da parte di un fascio protonico di 40 MeV a 0,2 mA di un target di sette dischi in carburo di uranio.

Per il corretto funzionamento del complesso sistema che realizza i fasci radioattivi e per una garanzia di sicurezza in esercizio, è necessaria un'accurata e precisa progettazione di tutti i componenti, sia dal punto di vista strutturale che da quello termico; questo comporterà inoltre integrità strutturale ed elevati rendimenti. La camera target costituisce il focus principale di questa progettazione: in particolar modo, sui dischi target sono presenti forti gradienti termici sviluppati dall'interazione con il fascio protonico, che provocano delle tensioni termiche da monitorare e valutare durante i test. Si necessita quindi di fare uso di analisi termiche e strutturali con modelli che riproducano in maniera sempre più fedele l'impatto, in modo da poter valutare sempre più accuratamente le condizioni di esercizio ottimali e utilizzare i risultati come punto di partenza per un dimensionamento ed un utilizzo in sicurezza della *facility* SPES.

CAPITOLO 2. Additive Manufacturing per materiali refrattari

2.1 Introduzione [11]

L'*Additive Manufacturing (AM)* è una tecnologia che si è sviluppata negli anni '80 e '90 del secolo scorso grazie alla ricerca effettuata nelle università, nei laboratori di ricerca e nei reparti di *R&D* delle industrie. Tale tecnologia offre la possibilità di creare oggetti complessi con l'utilizzo di materiali polimerici e metallici, riducendo molti dei costosi passaggi di lavorazione, di attrezzature e di abilità nell'elaborazione dei metalli stessi.

Questa nuova tecnologia impone un innovativo modo di concepire la progettazione e la realizzazione dei componenti desiderati. Il processo è basato su qualcosa che cresce e non su materiale che viene asportato con le tradizionali tecnologie. Sono numerosi i vantaggi legati all'impiego dell'*Additive Manufacturing*: ad esempio i componenti possono vantare un'ingente riduzione di peso grazie all'uso di strutture alveolari realizzabili all'interno degli stessi; si possono realizzare geometrie piuttosto complesse, impensabili con altre tecnologie, e ad una velocità piuttosto elevata; sono sufficienti risorse umane limitate, infatti è necessario solo l'operatore della macchina per caricare il materiale e il codice di istruzioni e avviare il processo (durante il processo di produzione non è necessario alcun operatore). Infine, può essere necessario un ulteriore intervento per migliorare la finitura superficiale del pezzo. In aggiunta, si possono realizzare diverse personalizzazioni in base ad esigenze e requisiti individuali degli utenti finali, anche all'interno della stessa camera di costruzione, senza costi di processo aggiuntivi. Inoltre, con l'utilizzo di software adeguati, è possibile effettuare un'ottimizzazione topologica dei componenti, ovvero andare ad aggiungere materiale dove l'elemento è più sollecitato e a toglierne dove questo è più scarico. Un altro grande vantaggio dei processi di *Additive Manufacturing* è l'eliminazione degli utensili di lavorazione, la cui produzione è una delle fasi più costose, in termini di tempo e lavoro, del processo di sviluppo del prodotto nelle produzioni tradizionali; non avendo la necessità di produzione degli utensili, la stampa 3D industriale può abbattere costi, tempi di consegna e manodopera ad essi associati. I componenti possono essere progettati specificatamente per evitare requisiti di montaggio (toleranze) con geometrie e caratteristiche complesse che eliminano ulteriormente la manodopera e i costi associati ai processi di assemblaggio.

La stampa 3D sta anche emergendo come una tecnologia ad alta efficienza energetica in grado di fornire efficienze ambientali sia in termini di processo produttivo, utilizzando fino al 90% di materiali standard, e, quindi, creando meno rifiuti, ma anche per tutta la vita operativa del prodotto realizzato, grazie ad un design più leggero e resistente che impone una ridotta traccia di carbonio rispetto ai prodotti fabbricati tradizionalmente.

Infine, poiché le stampanti possono fabbricare i prodotti come e quando necessario, non è richiesta alcuna spesa per lo stoccaggio della merce.

Ovviamente questo processo presenta anche degli svantaggi e dei limiti: innanzitutto, le dimensioni delle parti che vengono stampate sono ancora molto ridotte e dipendono dalla grandezza delle stampanti. Attualmente la produzione in serie non è ancora largamente diffusa. L'*AM* trova fin dalle sue origini maggior sbocco nella prototipazione o nella customizzazione di componenti specifici, finalizzati ad esempio all'utilizzo nell'ambito biomedicale o aerospaziale. Ulteriori sviluppi tecnologici stanno adattando rapidamente la tecnologia ai fini di aumentarne l'utilizzo nella produzione di massa. Uno dei problemi principali, ad esempio, è il costo della polvere metallica per stampanti 3D ancora troppo superiore a quello dei materiali utilizzati per la produzione tradizionale e il costo delle stampanti non è ancora accessibile ad una popolazione media.

Il peso proprio dei componenti che vanno man mano formandosi, gioca un ruolo fondamentale nella stabilità degli stessi, infatti, molto spesso, bisogna pensare e produrre assieme al pezzo anche dei supporti che lo sorreggano nelle parti "a sbalzo" (supporti che andranno poi rimossi manualmente alla fine del processo di stampa); l'ultimo problema, ma non il meno importante, è la questione legata al tipo di materiale che si vuole utilizzare per le stampe: ad esempio, alcune tecnologie consentono di adoperare solamente materiali saldabili e rintracciabili sotto forma di polvere. Questo riduce notevolmente la quantità di materiali disponibili: oggi sono circa 100 le diverse materie prime reperibili per la stampa, numero insignificante rispetto all'enorme gamma di materie prime utilizzate nella produzione tradizionale. I materiali e le loro proprietà non sono ancora

stati completamente caratterizzati. In termini di qualità superficiale, anche i migliori processi di stampa necessitano di una lavorazione secondaria e di una lucidatura per raggiungere le tolleranze desiderate e finiture superficiali accettabili. Negli ultimi anni, quindi, i reparti di ricerca e sviluppo accademici e industriali si sono focalizzati su queste problematiche, cercando nuove tecniche per la produzione di polveri metalliche e nuovi parametri di processo per le più recenti leghe metalliche.

L'interesse industriale per la stampa 3D dei metalli è molto cresciuto negli anni recenti. Infatti, si tende a sostituire molti componenti realizzati con tecnologie tradizionali, con altri realizzati per Additive Manufacturing in molti settori, tra i quali l'automotive, il motorsport, l'aerospaziale, il medicale e il dentale, Oil & Gas, la realizzazione di utensili e stampi per la fusione.

2.2 Tecniche di *Additive Manufacturing* [12]

La classificazione delle varie tecniche di Additive Manufacturing viene fatta in base al tipo di materiale che viene stampato e alla tecnologia utilizzata. La prima grande divisione, quindi, è tra materiali polimerici e polveri metalliche.

Per la stampa di materiali polimerici, le tecniche più utilizzate sono quelle della *Stereolithography*, la *Fused Deposition Modeling*, la *Multijet Modeling* e la *Ultrasonic Consolidation*.

Per quanto riguarda le polveri metalliche invece, le tecniche più diffuse sono *Binder Jetting*, *Electron Beam Melting*, *Selective Laser Melting* e *Direct Metal Laser Deposition*. Nei prossimi paragrafi sono presentate nel dettaglio le varie tecnologie *Metal Additive Manufacturing (MAM)*, ovvero impiegate per la produzione di componenti metallici. Principale focalizzazione sarà sulla tecnologia conosciuta come *Selective Laser Melting (SLM)* e chiamata più correttamente *Laser Powder Bed Fusion (LPBF)* con la quale sono stati prodotti i componenti testati in questo lavoro di tesi.

2.2.1 Binder Jetting

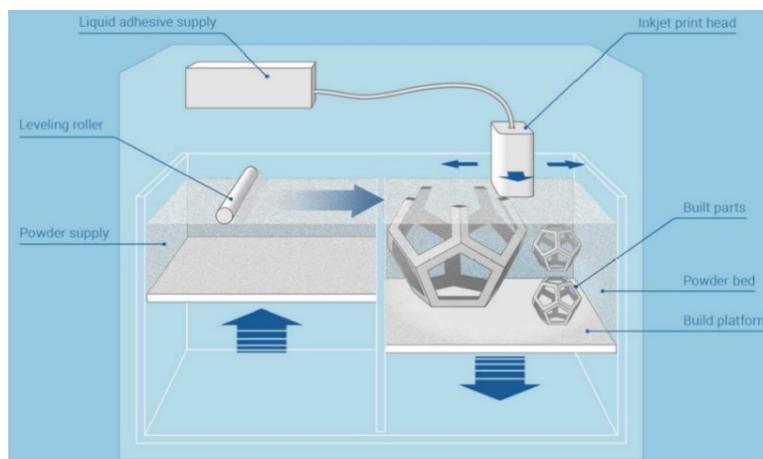


Figura 2.1 - Schema di funzionamento di una macchina *Binder Jetting* [13]

In un macchinario *Binder Jetting* (Figura 2.1) viene distribuito uno strato di polvere su una piattaforma di costruzione, viene poi applicato un agente legante liquido attraverso le testine di stampa a getto di inchiostro, successivamente la piattaforma viene abbassata e viene steso il seguente strato di polvere. Incollando le particelle insieme, la parte viene costruita strato dopo strato.

La tecnica del *Binder Jetting* non richiede nessuna struttura di supporto al pezzo che si sta stampando, che rimane nel letto di polvere non legata. Può quindi essere sfruttato l'intero volume di costruzione, riempiendolo con più parti. Con questa tecnologia è possibile utilizzare quasi tutti quei materiali reperibili sotto forma di polvere.

Questa tecnica permette quindi di lavorare con un'ampia gamma di materiali, il processo è veloce, semplice ed economico, ma i componenti, essendo formati solamente da particelle incollate tra loro, risultano fragili e con proprietà meccaniche limitate.

2.2.2 Electron Beam Melting (EBM)

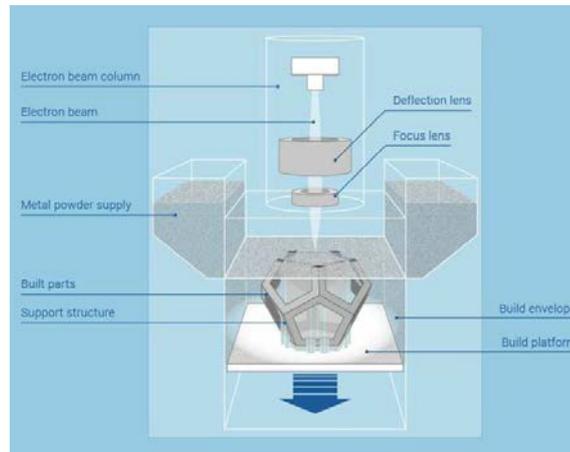


Figura 2.2 - Schema di funzionamento di una macchina Electron Laser Melting [13]

Con questa tecnologia la macchina distribuisce uno strato di polvere metallica sulla piattaforma di costruzione e successivamente un fascio di elettroni fonde il materiale depositato. La piattaforma si abbassa e viene distribuito un nuovo strato di polvere. Il processo di ricoprimento della polvere e di fusione viene ripetuto dove è necessario e la parte viene costruita *layer* dopo *layer* nel letto di polvere (Figura 2.2).

Le parti ottenute con questa tecnica hanno bisogno di strutture di supporto, che ancorano i componenti e le strutture a sbalzo direttamente alla piattaforma di costruzione. Questo permette il trasferimento del calore lontano da dove la polvere viene fusa ed inoltre riduce gli stress termici e previene la formazione di cricche. Il volume di costruzione può essere riempito da più parti che sono costruite in parallelo, purché siano tutte attaccate alla piattaforma di costruzione. Per realizzare componenti con questa tecnica è necessario creare il vuoto all'interno della camera di costruzione.

L'*Electron Laser Melting* permette la produzione di componenti in materiali standard con densità elevate (> 99%) e buone proprietà meccaniche, se comparate con le tradizionali tecnologie di produzione. Rispetto ad altre tecniche di AM (ad esempio il *Laser Melting*), produce meno stress termici sul componente, richiede meno strutture di supporto ed è un processo più rapido. In generale però è una tecnologia ancora lenta e costosa che lavora con una limitata gamma di materiali. I componenti, solitamente, richiedono parecchio lavoro di post-processing e, in confronto al LM, non si ottengono le stesse buone finiture superficiali.

2.2.3 Laser Powder Bed Fusion (LPBF)

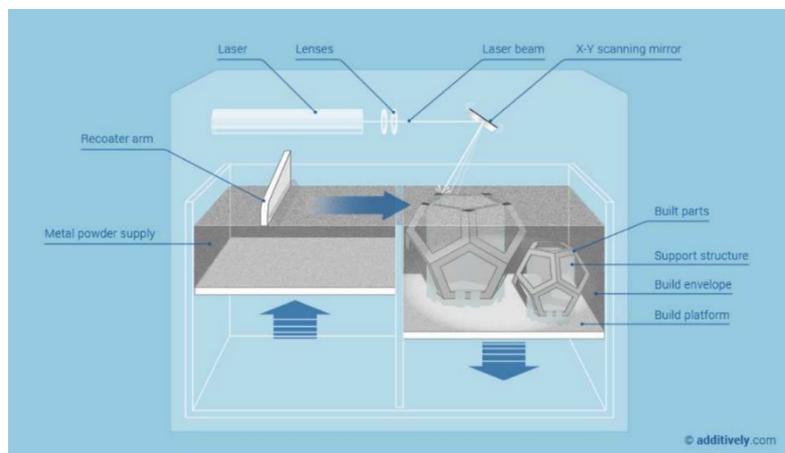


Figura 2.3 - Schema di funzionamento di una macchina Laser Powder Bed Fusion [13]

In questo processo un sottile strato di polvere metallica viene selettivamente fuso da un laser. La parte viene costruita *layer* dopo *layer* nel letto di polvere (Figura 2.3).

Questa tecnologia verrà approfondita successivamente perché oggetto specifico di questo lavoro di tesi, visto che i provini utilizzati in fase sperimentale, sono stati prodotti tramite *SLM*.

2.2.4 Direct Metal Laser Deposition (DMLD)

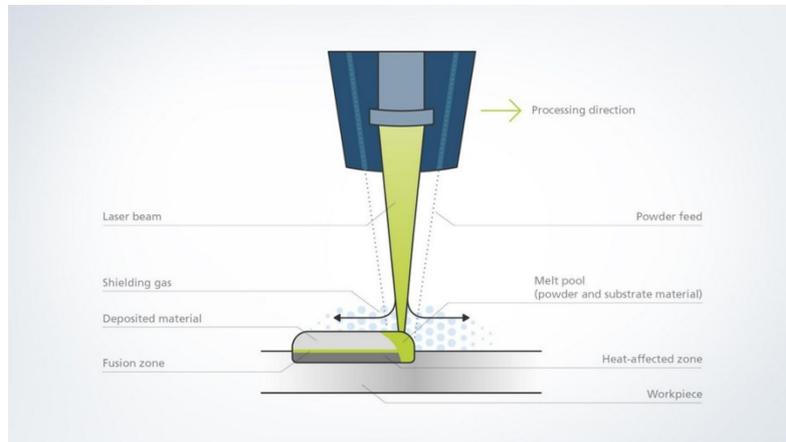


Figura 2.4 - Schema di funzionamento di una macchina Direct Metal Laser Deposition [14]

Questa tecnologia è molto particolare perché permette di indirizzare la polvere direttamente nella pozza di fusione del fascio laser senza l'utilizzo di un letto di polvere, consumandone quindi molta meno rispetto alle tecniche di *LM* (Figura 2.5). È un processo di riparazione e di rivestimento di componenti già esistenti, e quindi non richiede l'utilizzo di strutture di supporto, grazie anche al sistema di movimento a 5 assi della testina di fusione.

2.3 Tecnica SLM

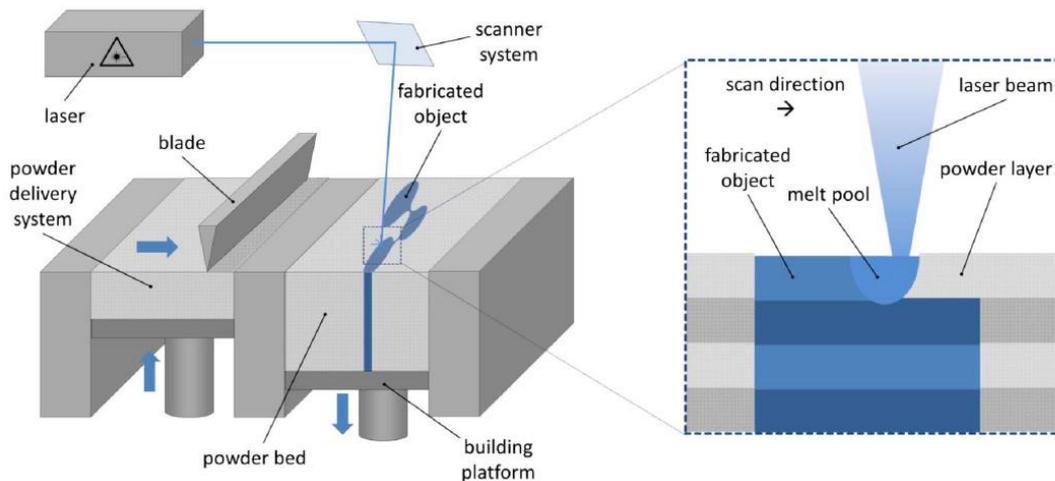


Figura 2.5 - Schema di funzionamento di una macchina Selective Laser Melting [15]

Il principio generale di funzionamento del processo a letto di polvere (*Laser Powder Bed Fusion System* o *Selective Laser Melting*) è basato su un laser che interagisce con uno strato di polvere appena depositato. Questo fascio laser fonde selettivamente lo strato di polvere sulla piattaforma di costruzione. Il letto di polvere e la parte vengono successivamente fatti scendere e ricoperti, grazie ad una lama o ad un rullo, da un nuovo strato

di polvere metallica per permettere la fusione del successivo strato per andare così via via, *layer* dopo *layer*, a formare la parte [11] (Figura 2.5).

È importante notare che lo spessore dello strato di polvere è maggiore dello spessore dello strato fuso che si è formato. La profondità di penetrazione è maggiore dello spessore dello strato depositato e spesso può penetrare tre o più strati in profondità per fondere completamente il deposito e garantendo così una maggior adesione tra i *layers* prodotti. [11]

Il processo di *SLM* è evoluto in maniera considerevole negli ultimi anni, fino al punto di poter ottenere componenti metallici con densità molto vicine al 100% direttamente da modelli 3D.

Per poter lavorare con nuove leghe metalliche e per poter ottenere dei componenti sempre più precisi è necessario interfacciarsi con una serie di parametri riguardanti il processo di stampa. Questi vanno studiati ed ottimizzati per ogni tipo di materiale.

I principali parametri del processo sono:

- La potenza W del laser
- Lo spessore t del *layer*
- La velocità di passata v del laser
- L'*hatching* (h), ovvero la distanza tra il centro del fascio laser tra due passate adiacenti
- La dimensione del raggio del laser
- La strategia di *scanning*
- La *Particle Size Distribution*, ovvero la dimensione delle particelle della polvere
- Le proprietà del materiale

Combinando questi parametri, è possibile ricavarsi l'energia volumetrica del laser, tramite la formula seguente:

$$E \left[\frac{J}{mm^3} \right] = \frac{\text{potenza del laser [W]}}{\text{velocità} \left[\frac{mm}{s} \right] \cdot \text{hatching [mm]} \cdot \text{spessore del layer [mm]}} \quad (2.1) [16]$$

I parametri, cioè i singoli valori delle diverse variabili (come la potenza, la velocità, l'*hatching*), definiscono un tipo di esposizione, ovvero una funzione con la quale sono caratterizzate determinate aree di una parte. Una collezione di un massimo di quattro tipi di esposizione determina una strategia, utile per ottenere le proprietà della parte desiderata.

Ora andiamo ad analizzare più nel dettaglio alcuni di questi parametri e strategie.

Nelle macchine a laser pulsanti, la velocità di passata (o *scan speed*) del laser è funzione della *point distance* (ovvero la distanza tra due punti consecutivi del laser) e l'*exposure time*, ovvero il tempo di esposizione di un singolo punto alla potenza del laser. Dall'equazione precedente si può notare come la *scan speed* sia inversamente proporzionale all'energia del laser, quindi è molto importante studiare e ottimizzare questo parametro per poter dare la giusta energia alla polvere da fondere (troppo poca rischierebbe di non essere sufficiente a fondere il metallo lasciando polveri non fuse e porosità nel metallo *bulk*, troppa potrebbe portare alla generazione di altre tipologie di difetti interni e superficiali). In altre macchine invece, come quelle utilizzate per produrre i campioni utilizzati in questo lavoro di tesi, in cui viene sfruttato il laser in continuo, si ha direttamente il parametro della velocità di passata del laser stesso.

Il fascio laser ha un suo raggio ben definito e modificabile per ogni tipo di materiale che si desidera stampare, ma il diametro della pozza fusa (*Melt Pool Diameter*) è decisamente più grande di questo raggio. Quindi durante il settaggio della macchina è importante tener conto di questo fattore e predisporre un certo *beam offset* per evitare una scarsa accuratezza geometrica del pezzo finito.

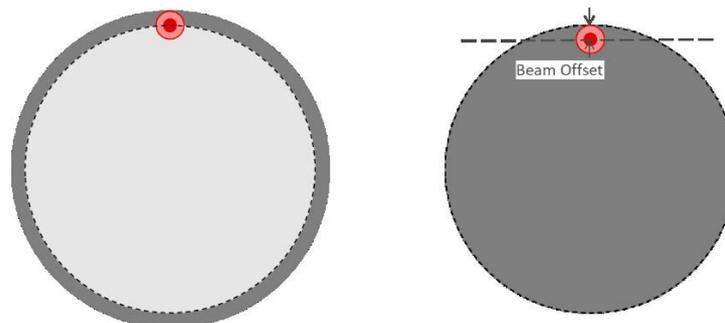


Figura 2.6 - A sinistra, stampa di un componente senza l'utilizzo del beam offset. A destra, il corretto utilizzo del beam offset calibrato sul raggio del fascio laser

Nella Figura 2.6, nell'immagine di sinistra, il tratteggio indica il contorno del pezzo indicato dal disegno CAD 3D. Il laser passerà esattamente sopra a questo contorno, realizzando un oggetto che non rispecchia quello desiderato (se è un corpo pieno sarà più grande, se è un foro sarà più piccolo, sempre di una quantità circa uguale a D_{MP}). La soluzione corretta è rappresentata nell'immagine di destra, in cui è previsto un *beam offset*, calibrato sul raggio del laser e sulla sua pozza di fusione, che permetterà quindi di realizzare un componente più preciso. [17]

Un altro parametro importante al quale fare attenzione durante la fase di pre-processing è l'*hatching*: in particolare, sia l'*hatch distance* (Figura 2.7), ovvero la distanza tra il centro del fascio laser tra due passate consecutive che determina la sovrapposizione o meno delle due passate, sia l'*hatch offset* (Figura 2.7), che rappresenta la distanza dal bordo geometrico del pezzo quando la direzione del laser è ortogonale al bordo stesso. Come per il parametro *scan speed*, anche per l'*hatching* è fondamentale individuare quella corretta finestra di valori che permetta di evitare quanto più possibile la generazione di difetti interni, superficiali e di *overheating*, che sfociano rispettivamente in problematiche relative a basse densità nel metallo *bulk*, alti valori di rugosità superficiale ed eccessivo tensionamento residuo dei componenti prodotti. Inoltre, un *hatch offset* errato porta a dimensioni finali del pezzo che non rispecchiano quelle del CAD.

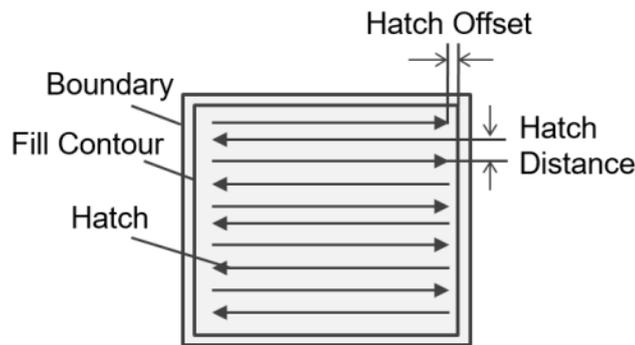


Figura 2.7 - Indicazione sui parametri di *hatch distance* e *hatch offset* [18]

Per una miglior finitura superficiale *as built* è importante definire delle differenti strategie di stampa a seconda che il *layer* in corso sia interno al volume del solido, su una faccia superiore del pezzo o su una inferiore (Figura 2.8). In particolare, bisogna prestare attenzione alla *Down Skin*: il problema da evitare è che la normale energia del fascio laser consenta la penetrazione nello strato sottostante e saldi gli strati insieme. Nelle facce rivolte verso il basso, questa energia si trasforma in polvere e crea una finitura superficiale scadente. L'obiettivo è quindi quello di ridurre l'energia del laser o aumentare la velocità di passata sulle parti a sbalzo del componente per ridurre la penetrazione e quindi una migliore finitura superficiale, mantenendo uniformi i bordi e le distanze dei contorni di riempimento.

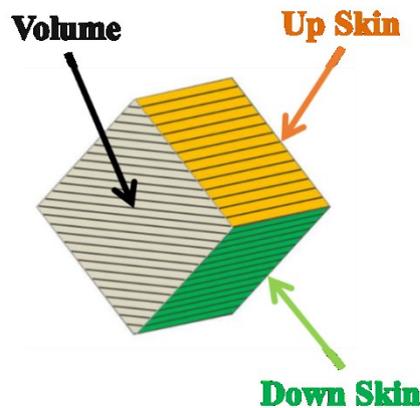


Figura 2.8 - Varie parti di un componente: volume interno, faccia superiore (*Up Skin*) e faccia inferiore (*Down Skin*)

Per quanto riguarda invece le strategie di *scanning*, ovvero che tipo di percorso compie il raggio laser per saldare i vari *layer*, ne sono presenti diversi (come indicato in Figura 2.9). I più comuni sono: *scanning* di tipo *Meander*, *Stripes*, *Chess* e *Contour*. [19]

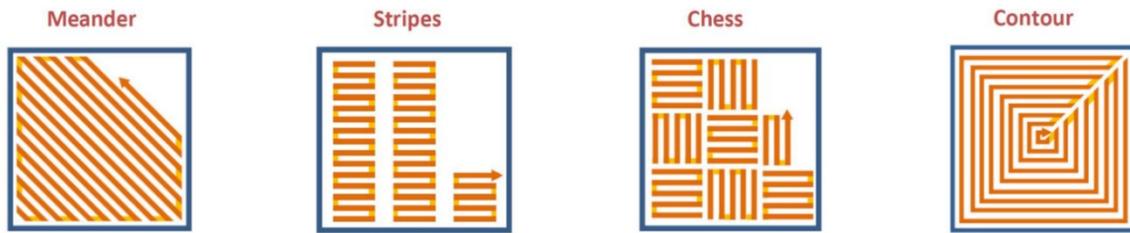


Figura 2.9 - Tipologie di scanning [20]

Il metodo *Meander* (*ZigZag* o *Bidirectional*) è ideale per componenti con una piccola sezione trasversale per mantenere una distribuzione del calore il più uniforme possibile in ogni strato, perché, come si può vedere dalla Figura 2.10, se la sezione è piuttosto ampia, negli angoli il fascio incontrerà le precedenti passate in rapida successione (A), sviluppando una temperatura più alta, mentre al centro passerà più tempo tra una passata e la successiva (B), facendo nascere una temperatura più bassa. [19]

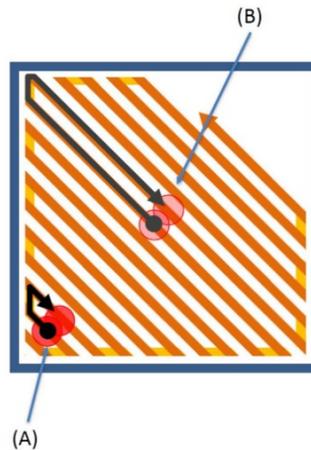


Figura 2.10 - Strategia Meander di scanning (Adattato da [20])

La strategia *Stripes* (Figura 2.11) prevede la divisione dello strato in strisce di larghezza definita dall'utente. Questo permette che il tempo intercorso tra due strisce successive sia costante e quindi sia mantenuta una temperatura più costante per tutto il tempo. Viene inoltre utilizzato uno *Stripe Offset* per sovrapporre le strisce adiacenti e prevenire la porosità del componente. Questo metodo è ideale per parti con grande sezione trasversale, ma risulta essere più lento rispetto al *Meander* perché sono necessari più salti da una parte all'altra da parte del *laser*. [19]

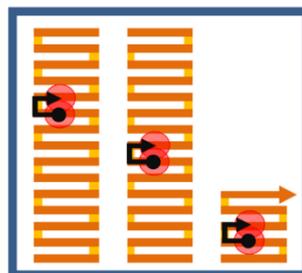


Figura 2.11 - Strategia Stripes di scanning (adattato da [20])

Nella tecnica *Chess* il *layer* è suddiviso in campi quadrati (solitamente $5 \times 5 \text{ mm}^2$), come una scacchiera. Ogni campo viene successivamente ruotato di 90° e vengono eseguiti prima tutti quelli in un senso (indicati con le frecce nere in Figura 2.12), poi tutti gli altri (frecce bianche in figura). Anche in questo caso viene applicato un *Field Offset* per sovrapporre i campi e prevenire la porosità. Con questo metodo si ottiene un leggero miglioramento rispetto alla strategia *Stripes*, ma risulta notevolmente più lento da eseguire ed è, per questo, il metodo comunemente meno utilizzato. [19]



Figura 2.12 - Strategia Chess di scanning (adattato da [20])

L'ultima tecnica è quella del *Contour* (Figura 2.13): l'intera area del *layer* viene riempita sfalsando le passate del fascio laser e non viene applicato nessun tipo di *hatching*. Questo metodo è utilizzato prevalentemente per i supporti, vista la superficie molto ridotta. [19]



Figura 2.13 - Strategia Contour di scanning (adattato da [20])

Una volta impostati tutti i settaggi riguardanti la stampa dei singoli componenti, bisogna occuparsi della disposizione del pezzo, o dei pezzi, sulla piattaforma di stampa. Il posizionamento all'interno dell'area di costruzione può avere effetti critici, ma sistemando i componenti in maniera strategica si possono ridurre al minimo gli impatti negativi. Gli effetti che si possono osservare in questo tipo di processo sono:

- il *Recoater Blade Loading* (il carico sulla lama di ricoprimento): un'ampia area di contatto tra la parte in costruzione e la lama di ricoprimento può causare pesanti carichi sulla lama stessa e provocare vibrazioni durante la fase di ricoprimento con nuova polvere metallica. Per evitare questo problema, quindi, è preferibile un singolo punto di attacco e un graduale aumento dell'area;
- il *Recoater Blade Jumping* (salto della lama di ricoprimento): l'eventuale contatto tra il ricopritore e la lama provoca danni e l'area interessata si estende per tutta la lunghezza della lama. Quindi è consigliabile non posizionare due o più componenti in una linea ortogonale alla direzione di avanzamento della lama, ma sfalsarsi e metterli in diagonale, in modo che un problema sul primo pezzo non interessi anche il secondo.
- il *Collateral Damage* (danno collaterale): dopo un eventuale contatto tra il ricopritore e la parte, quest'ultima (o frammenti di essa) viene spinta dalla lama lungo il suo percorso. È utile quindi non posizionare componenti allineati lungo la direzione di spostamento del *recoater*, per non comprometterne l'integrità. Anche in questo caso la soluzione è il posizionamento in diagonale.

Un altro aspetto da tenere in considerazione in fase di posizionamento dei componenti all'interno dell'area di costruzione è la direzione del flussaggio del gas inerte (Argon) nella camera. È consigliato sistemare le parti in modo che il flusso di gas spinga sempre eventuali condensa o schizzi verso un'area libera della camera, o

comunque verso parti sulle quali il laser ha già fuso la polvere di quello strato, in modo che il fascio laser non sia disturbato dal fumo durante la passata e che poi i componenti vengano ricoperti in maniera adeguata dal nuovo strato di polvere.

Bisogna ricordare che, a causa della loro temperatura di fusione molto elevata, per poter utilizzare questi materiali nella stampa 3D, è richiesta una temperatura di utilizzo molto elevata. Questo comporta la formazione di possibili difetti ottenuti dalla stampa dei metalli, in particolare cricche, e stress termici residui dati dal processo *SLM*. I gradienti termici e i successivi stress termici residui sul pezzo sono probabili fonti di alterate proprietà meccaniche nei test in laboratorio. [21]–[24]

In conclusione, il processo di stampa è un processo multi-fisico che comprende diversi ambiti: lo scambio termico, con i concetti di conduzione, convezione e irraggiamento, la fluidodinamica, con le dinamiche dettate dalla pozza di fusione e dagli effetti dei gas evaporati, la parte meccanica con lo sviluppo delle tensioni sui componenti ed infine la parte di ottica, nell'interazione tra laser e polvere, con il concetto dell'assorbimento. Per tutti questi motivi, il processo ha delle problematiche a tutti i livelli alle quali è necessario prestare molta attenzione per una buona riuscita della stampa: a livello microscopico sono preponderanti le questioni riguardanti le dinamiche della pozza di fusione, la formazione di schizzi e porosità, l'interazione tra il fascio laser e la polvere metallica, il flusso della polvere; a livello intermedio, e quindi dei singoli *layer*, le diverse criticità sono date dallo sviluppo temporale della temperatura a livello locale, dagli *hot/cold spots* e dai conseguenti stress residui; a livello macroscopico invece, i problemi precedenti, si traducono in tensioni residue e quindi deformazioni evidenti ad occhio nudo. Si possono affrontare queste problematiche con l'aiuto di simulazioni agli elementi finiti, la cui complessità numerica aumenta al diminuire della scala a cui si compie l'indagine. [15]

2.3.1 La tecnica SLM applicata ai metalli refrattari [25]

I metalli refrattari appartengono al gruppo dei metalli di transizione e sono anche chiamati *Ultra-High Temperatures Material* ($T_c \approx 2400^\circ\text{--}4700^\circ\text{C}$) Oltre alle alte temperature di fusione, i metalli refrattari hanno proprietà che li rendono adatti a molte applicazioni. [26] I metalli refrattari oggetto di questo studio per il processo *SLM* sono il Tungsteno (W), il Tantalio (Ta) e il Molibdeno (Mo).

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18				
1 H Idrogeno 20	Temperatura di ebollizione (K)																He Elio 4				
2 Li Litio 1615	Be Berillio 2744	Molibdeno 4912														B Boro 3923.15	C Carbonio 3823.15	N Azoto 77	O Ossige... 90	F Fluoro 85	Ne Neon 27
3 Na Sodio 1156	Mg Magne 1363															Al Allumi... 2792	Si Silicio 3553	P Fosforo 553	S Zolfo 718	Cl Cloro 238	Ar Argon 87
4 K Potassio 1033	Ca Calcio 1757	Sc Scandio 3109	Ti Titanio 3560	V Vanadio 3680	Cr Cromo 2945	Mn Manga... 2334	Fe Ferro 3134	Co Cobalto 3200	Ni Nichel 3186	Cu Rame 2840	Zn Zinco 1180	Ga Gallio 2477	Ge Germa... 3103	As Arsenico 958	Se Selenio 958	Br Bromo 332	Kr Cripton 121				
5 Rb Rubidio 959	Sr Sorenzio 1657	Y Ittrio 3818	Zr Zirconio 4682	Nb Niobio 5015	Mo Molibd... 4912	Tc Tecnazio 4538	Ru Rutenio 4423	Rh Rodio 3968	Pd Palladio 3236	Ag Argento 2435	Cd Cadmio 1038	In Indio 2345	Sn Stagno 2875	Sb Antimo... 1860	Te Tellurio 1261	I Iodio 457	Xe Xenon 166				
6 Cs Cesio 942	Ba Bario 2170	La Lanta... 3727	Hf Afrio 4875	Ta Tantalio 5986	W Tungst... 5928	Re Renio 5900	Os Osmio 5300	Ir Iridio 4823	Pt Platino 4100	Au Oro 3129	Hg Mercurio 630	Tl Tallio 1746	Pb Piombo 2013	Bi Bismuto 1833	Po Polonio 1235	At Astato 610	Rn Radon 211				
7 Fr Francio 950	Ra Radio 1413	Ac Attinio 3492	Rf Rutherfordio	Db Dubnio	Sg Seabor... /	Bh Bohrio	Hs Hassio	Mt Meitne... /	Ds Darms... /	Rg Roentg... /	Cn Copern... /	Nh Nihonio	Fl Flerovio	Mc Mosco... /	Lv Liverm... /	Ts Tennes... /	Og Ogane... /				
Ce Cerio 3697	Pr Praseo... 3793	Nd Neodi... 3347	Pm Prome... 2730	Sm Samario 2051	Eu Europio 1870	Gd Gadoli... 3546	Tb Terbio 3503	Dy Dispro... 2840	Ho Olmio 2993	Er Erbio 3141	Tm Tullio 2223	Yb Itterbio 11700	Lu Lutezio 3588								
Th Torio 5061	Pa Protoa... 4023	U Uranio 4404	Np Nettunio 4173	Pu Plutonio 3501	Am America 2284	Cm Curio /	Bk Berkelio /	Cf Califor... /	Es Einstei... /	Fm Fermio /	Md Mende... /	No Nobelio /	Lr Lauren... /								

Figura 2.14 - Tavola periodica degli elementi nella quale è indicata la temperatura di ebollizione in K [27]

Il tungsteno, il metallo refrattario con il punto di fusione più alto ($T_f=3422^\circ\text{C}$) ha molte proprietà fisiche e chimiche uniche, tra cui alta conducibilità termica, alta densità, alta resistenza e durezza a temperatura ambiente ed elevata ed alta temperatura di ricristallizzazione. Per questi motivi, il tungsteno e le sue leghe sono stati utilizzati in numerosi campi, tra cui l'ingegneria dell'illuminazione, applicazioni mediche, produzione

elettronica, militare, aerospaziale, energia nucleare e ricerca. Nel contesto delle applicazioni nucleari, il tungsteno rappresenta il candidato promettente per i materiali che si interfacciano con il plasma (*PFM*) nei futuri dispositivi di fusione nucleare come l'International *Thermonuclear Experimental Reactor (ITER)*.

Un altro materiale interessante per proprietà e prestazioni è il tantalio. L'alto punto di fusione ($T_f=3017^\circ\text{C}$) correlato alle sue buone proprietà meccaniche, rende il Tantalio adatto per componenti strutturali che lavorano ciclicamente ad alte temperature. È il caso delle sorgenti ioniche utilizzate per la produzione di *RIB* mediante la tecnica *ISOL*, che sono sottoposte a frequenti cicli di riscaldamento e raffreddamento.

Il Molibdeno è un materiale estremamente duro e possiede uno dei più elevati punti di fusione tra tutti gli elementi puri ($T_f=2623^\circ\text{C}$). [26] È ampiamente utilizzato come componente in applicazioni aeronautiche, in applicazioni elettroniche, nella produzione del vetro, come filamento in lampade o tubi. Grazie alla sua elevata conducibilità termica ed alla bassa resistività elettrica, viene spesso utilizzato nell'industria delle alte temperature come schermo, come resistenza scaldante o in forma di crogiolo.

È stato deciso di iniziare a studiare le caratteristiche dei materiali refrattari utilizzati per produrre componenti tramite *Additive Manufacturing* a partire da quest'ultimo, perché di più facile reperibilità rispetto ad altri sottoforma di polvere e di costi più contenuti.

Il tradizionale processo sottrattivo per i componenti metallici refrattari è complicato e costoso, sia per lo spreco di materiale che viene asportato, sia per il costo degli utensili adatti a metalli duri come W, Ta e Mo. Ad esempio, la temperatura di fusione estremamente elevata, oltre alla loro elevata affinità verso l'ossigeno, rende difficile talvolta impossibile, senza un'atmosfera controllata, elaborare dei componenti in questi materiali tramite le tecnologie di lavorazione convenzionali. La soluzione è quella di utilizzare una tecnica di *Additive Manufacturing* per produrre componenti con la polvere di questi metalli, ed in particolare tramite SLM.

Presso i laboratori del *DIAM (Development & Innovation on Additive Manufacturing)* nella divisione di Padova dell'INFN è stata eseguita la caratterizzazione di questi materiali attraverso l'ottimizzazione della densificazione, l'analisi della microstruttura, lo studio dei limiti geometrici e tecnologici ed infine le prestazioni meccaniche e termiche. Le misurazioni della densità sono state eseguite con il metodo di Archimede e con un picnometro ad elio, le analisi microstrutturali con microscopio ottico, microscopico elettronico a scansione (*SEM*) e diffrazione di raggi X (*XRD*). Infine, è stata studiata l'integrità del materiale al variare dello spessore, al fine di definire parametri di processo ottimali per produrre componenti con pareti sottili o geometrie complesse come strutture reticolari.

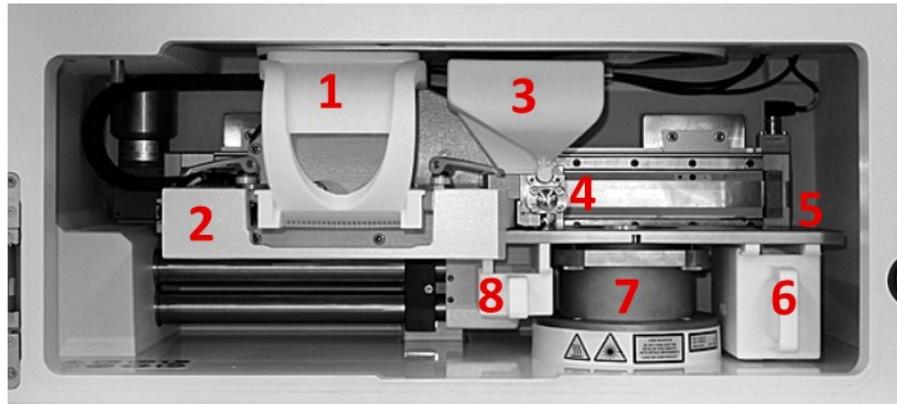
Al *DIAM* di Padova sono presenti tre macchine specifiche per il *Selective Laser Melting* (Figura 2.15):

- EOS M100 (potenza massima del laser 200 W, spazio di costruzione: $d=100\text{ mm}$, $h=100\text{ mm}$) (Figura 2.16)
- EOSint M280 (potenza massima del laser 370 W; spazio di costruzione: $250\times 250\times 300\text{ mm}$)
- Sharebot Metal One (potenza massima del laser 250 W; spazio di costruzione: $65\times 65\times 100\text{ mm}$)

Inoltre, sono presenti sistemi ausiliari come aspirazione e setacciatura, per il corretto funzionamento delle precedenti apparecchiature.



Figura 2.15 - I tre macchinari di *Selective Laser Melting* e i sistemi ausiliari presenti al *DIAM* di Padova



- | | |
|---------------------|-------------------------|
| 1 Building module | 5 Building plate |
| 2 Recoater unit | 6 Collector bin (large) |
| 3 Powder supply bin | 7 Building duct |
| 4 Dosing unit | 8 Collector bin (small) |

Figura 2.16 - Vista dell'interno della macchina EOS M100

La curva di distribuzione dimensionale (o *Particle Size Distribution*, acronimo *PSD*) sulla polvere fornita ai laboratori di Padova per la produzione di componenti (Figura 2.17), ha evidenziato una grandezza media dei granuli (identificata con l'indicatore D_{50}) di $16.2 \mu\text{m}$. Inoltre il 10% della polvere non superava i $10.9 \mu\text{m}$ (D_{10}) e il 90% non era più grande di $24.1 \mu\text{m}$ (D_{90}).

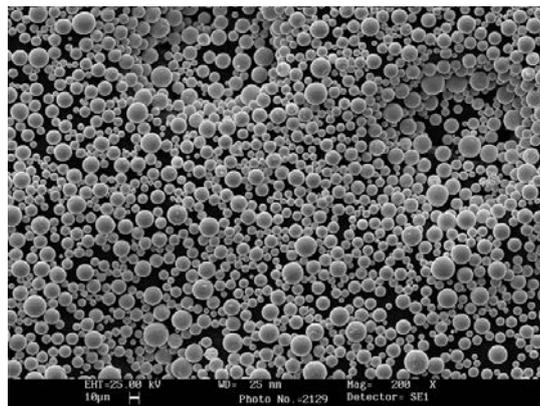


Figura 2.17 - Vista della polvere di Molibdeno al microscopio elettronico (SEM)

Da questi numeri si può capire che la polvere fornita ha in generale una dimensione piuttosto piccola rispetto ad altri materiali utilizzati per l'*Additive Manufacturing* (leghe di titanio e acciaio $15 \div 45 \mu\text{m}$, leghe di alluminio $30 \div 70 \mu\text{m}$), ma soprattutto che il range entro il quale stanno tutti i granuli è molto stretto. Questo è molto importante e molto utile in fase di stampa, perché una conformazione più omogenea previene la formazione di zone non ben fuse e quindi la formazione di cricche all'interno o sulla superficie del componente realizzato. [22]–[24], [28]

La polvere si presentava carica di umidità e con una cattiva fluidità e quindi, prima di essere utilizzata, è stata sottoposta ad un trattamento di essiccazione e setacciatura.

L'ottimizzazione dei parametri di produzione tramite *SLM* del Molibdeno è stata eseguita per via sperimentale. L'obiettivo era quello di trovare la finestra dei possibili parametri di processo.

Come primo step è stata lanciata la stampa di 36 blocchetti di Molibdeno con 3 diversi valori di potenza del fascio laser (170, 150, 130 W), 4 differenti velocità di passata del laser (700, 800, 900, 1000 mm/s) e 3 diversi valori di hatching (0.3, 0.4, 0.5 mm). [15], [16], [22], [24], [28], [29] Dalla Figura 2.18 si può osservare come solamente alcuni di questi blocchetti abbiano raggiunto la fine della stampa, e in particolare quelli con una velocità di passata del laser di 700 e 800 mm/s. Tutti gli altri hanno presentato delle criticità durante lo

sviluppo, a diversi *layer* di stampa, e sono stati così fermati, per non compromettere l'integrità del macchinario e la prosecuzione degli altri blocchetti.



Figura 2.18 - 36 provini dopo il primo step di ottimizzazione dei parametri

Il primo problema che è stato rilevato è stato quello dell'adesione del materiale alla piattaforma: su piattaforme di acciaio inossidabile e C45, il Molibdeno non aveva un comportamento ideale (come si può vedere dall'immagine a sinistra della Figura 2.19), mentre su piattaforme di rame e su piattaforme con un foglio di 2 mm di Molibdeno si è osservato un ottimo sviluppo del materiale (immagine a destra della Figura 2.19)

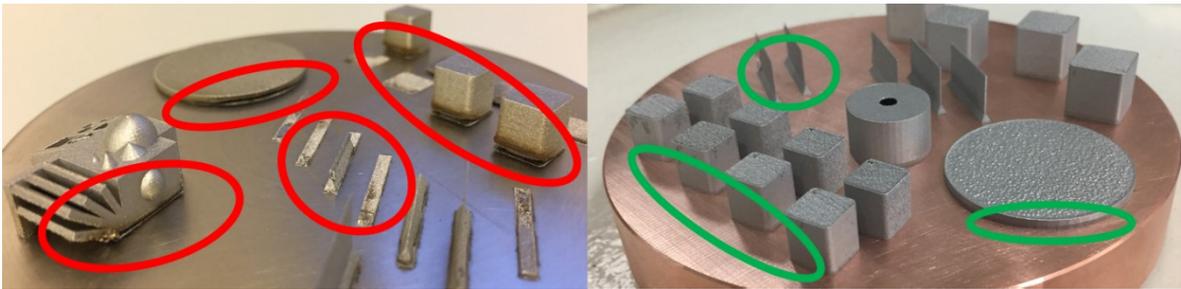


Figura 2.19 - Confronto tra la piattaforma in acciaio (sinistra) e quella in rame (destra)

Le microstrutture e la resistenza alla corrosione delle leghe fuse realizzate con acciaio inossidabile di tipo 316L con l'aggiunta di Molibdeno sono affetti sia da cambiamenti della composizione dell'austenite che dalla generazione di nuovi intermetallici. L'aggiunta di Molibdeno ha portato quindi a contenuti di Mo più elevati nella fase austenitica e alla formazione di fasi σ (come si può notare dalla Figura 2.20). [23], [30]

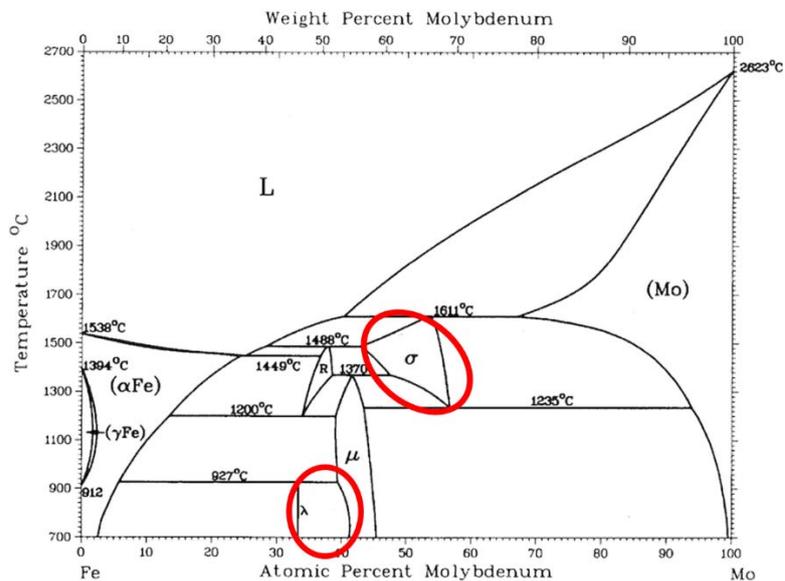


Figura 2.20 - Formazione di fasi σ e λ nel diagramma di fase Fe-Mo (adattato da [31])

Per il secondo step del processo di ricerca dei parametri ottimali di stampa, sono stati costruiti altri 12 blocchetti di Mo (Figura 2.21), questa volta facendo variare la potenza del laser (da 120 a 170 W) e tenendo fissi tutti gli altri parametri, in modo da poter vedere solamente l'effetto della potenza stessa.



Figura 2.21 - I 12 provini dopo il secondo step di ottimizzazione dei parametri

In Figura 2.22 si può notare come la pozza di fusione del Mo (e del Tungsteno) sia circolare e molto regolare, a differenza di quella dell'acciaio e del Titanio che presentano una forma molto più allungata. Grazie a questa caratteristica e tramite un corretto settaggio del parametro dell'*hatch distance*, è possibile ottenere una finitura superficiale *as built* migliore con polveri di Mo e W, rispetto ad acciaio e Ti.

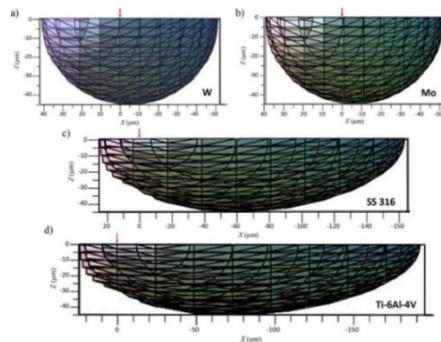


Figura 2.22 – Risultati di simulazione del processo di fusione rappresentanti le pozze di fusione di W, Mo, SS 316 e Ti [29]

Con questi parametri impostati, tutti e 12 i blocchetti sono giunti a conclusione, quindi come parametro di confronto per decidere quale combinazione di settaggi fosse meglio delle altre, è stata la densità. Sono state effettuate delle misurazioni di densità con il metodo di Archimede e con l'ausilio di un picnometro ad elio. I valori di densità più elevati (> 99.5%) si sono ottenuti con una potenza del laser di 150 W.

Il terzo ed ultimo step della strategia sperimentale prevedeva di lasciare costanti tutte le variabili di stampa, ad eccezione della velocità di passata, fatta variare tra i valori di 650 e 800 mm/s. Anche in questo caso il criterio per determinare quale set di parametri fosse l'ottimale è stata la percentuale di densità. La velocità che ha dato valori di densità più alti è stata quella di 750 mm/s (Figura 2.23).

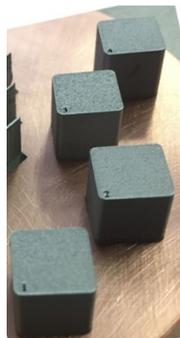


Figura 2.23 – Ultimi 4 provini del terzo step di ottimizzazione dei parametri

Un altro studio che è stato fatto è quello relativo all'integrità del materiale al variare dello spessore. Con l'ottimizzazione dei parametri di stampa si è riusciti ad arrivare a stampare pareti di spessore 0.1 mm, realizzate tramite una sola passata del fascio laser, tramite l'ottimizzazione dell'*hatch offset*, e intagli di 0.13 mm. Queste misure sono state rese possibili dalla grandezza molto ridotta dei granuli della polvere di partenza e soprattutto dalla loro omogeneità.

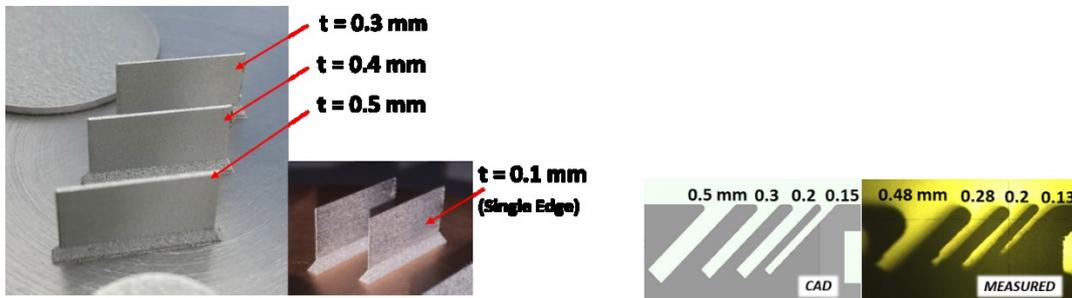


Figura 2.24 - Risultati delle stampe per piccoli spessori e intagli

2.4 Applicazione della tecnica SLM alle sorgenti ISOL

L'obiettivo di questo lavoro di tesi è la caratterizzazione termica e strutturale del Molibdeno prodotto mediante tecnologie di *Additive Manufacturing*, in particolare tramite *Selective Laser Melting*, ad altissime temperature. Questa caratterizzazione servirà per studiare il comportamento del materiale quando saranno realizzati i componenti che andranno in esercizio. I componenti in questione sono quelli che costituiscono la sorgente di ionizzazione al plasma (Figura 2.25) utilizzata nell'ambito del progetto SPES ai Laboratori Nazionali di Legnaro. [32]–[34] Questo pezzo deve resistere ad una temperatura di 2000°C per un tempo continuativo di circa 15 giorni. Risulta quindi fondamentale studiarne le caratteristiche termiche e meccaniche per poterne poi prevedere i comportamenti in fase di esercizio.

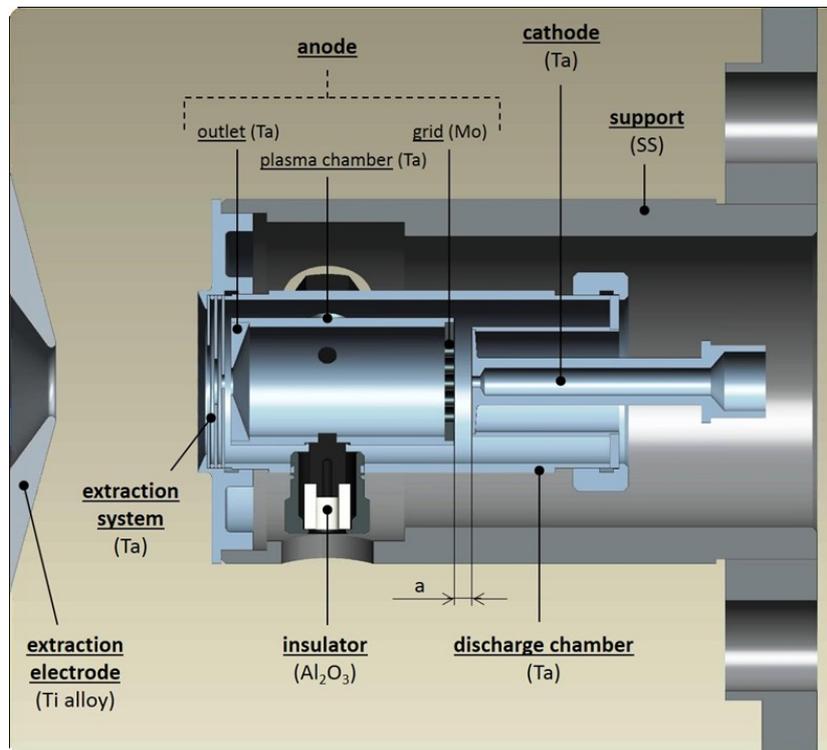


Figura 2.25 - Sezione dell'assembly della sorgente al plasma

Inoltre, al momento la sorgente si compone di più di 20 componenti (Figura 2.26) che vengono assemblati e allineati manualmente con un oneroso dispendio di energie da parte dell'operatore incaricato.

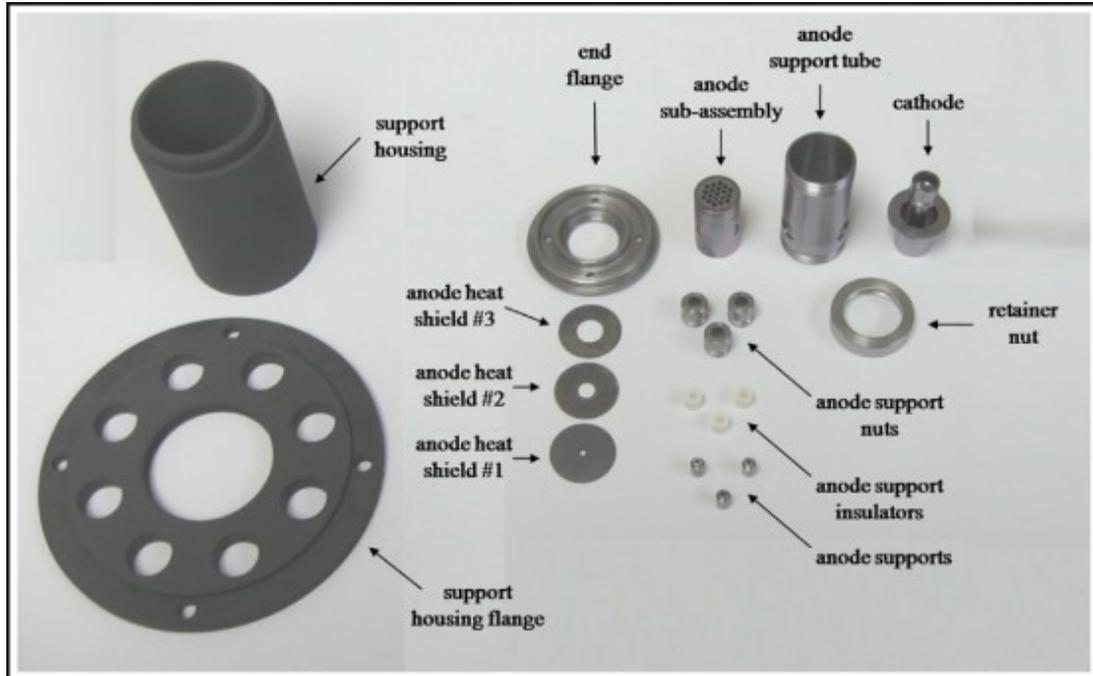


Figura 2.26 - Tutti i componenti della sorgente al plasma, realizzati con tecniche tradizionali



Figura 2.27 - Prototipi realizzati in AlSi10Mg tramite SLM

Lo scopo dell'utilizzo dell'Additive Manufacturing, ed in particolare della tecnica di SLM, come metodo di realizzazione dei componenti, è quello di sostituire tutti questi componenti con un numero decisamente minore (da uno studio preliminare sono risultati essere solamente 8, in Figura 2.27) con il vantaggio di avere un auto-allineamento degli stessi durante l'assemblaggio. Nello specifico, il componente più sollecitato termicamente e quello più complicato da realizzare tramite tecnologie tradizionali (presenta dimensioni molto ridotte ed è formato da più componenti che poi vanno saldati tra loro con tolleranze molto strette) è l'anodo. La realizzazione tramite tecnologia AM è importante per uno studio in ottica di *design for assembly*, per conseguire cioè una semplificazione nel montaggio ed una riduzione dei tempi e della possibilità di errore (Figura 2.28).

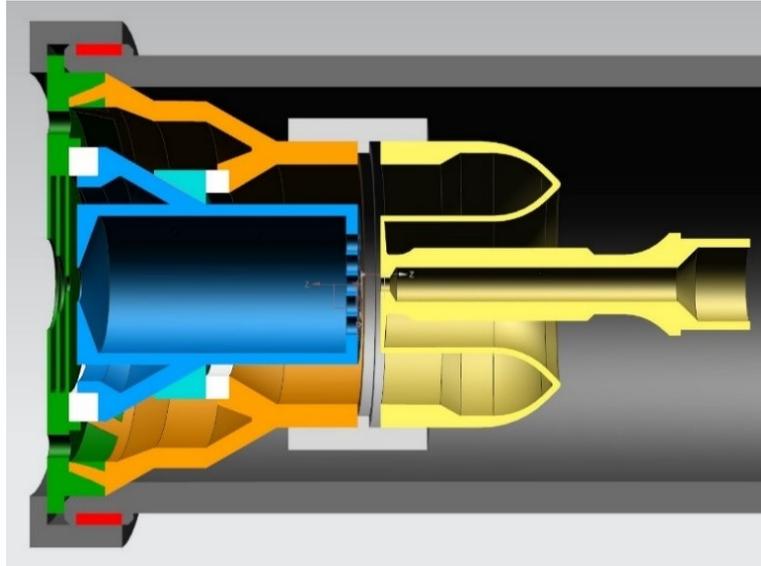


Figura 2.28 - Soluzione innovativa per la sorgente al plasma, da realizzare tramite Additive Manufacturing

2.4.1 Obiettivi della tesi

L'obiettivo di questo lavoro di tesi, quindi, è la caratterizzazione termica e strutturale del Molibdeno prodotto tramite *Additive Manufacturing*. Verranno utilizzati dei campioni a forma di disco sottile di spessore circa 1 mm e diametro 40 mm per la caratterizzazione termica: grazie all'apparato sperimentale presente ai LNL verranno stimati i valori di emissività dei vari campioni e successivamente, tramite l'utilizzo di simulazioni *FEM*, verrà stimato l'andamento della conducibilità termica. Inoltre, con l'utilizzo di piccoli campioni cilindrici di materiale, utilizzando una piccola camera target, verrà trovato il valore della temperatura limite di sublimazione. La caratterizzazione strutturale verrà effettuata eseguendo delle prove di trazione a caldo su provini ad osso di cane e verranno ricavate le curve sforzo-deformazione per diverse temperature di particolare interesse.

CAPITOLO 3. Caratterizzazione termica del Molibdeno AM

3.1. Introduzione

Una caratterizzazione termica molto accurata è un passaggio fondamentale nella conoscenza di un nuovo materiale che dovrà operare ad altissime temperature e grazie a questa sarà così possibile prevederne le condizioni ottimali di impiego. L'obiettivo principale del capitolo 3 sarà quello di determinare le proprietà del materiale che ne regolano il campo di temperatura in condizioni stazionarie, ovvero l'emissività e la conducibilità termica. Un ulteriore studio verrà effettuato sulla temperatura limite di sublimazione del materiale, per comprenderne meglio il comportamento durante la permanenza ad altissime temperature. Nel corso del capitolo verranno illustrate la strumentazione utilizzata, presente nel laboratorio di alte temperature dell'INFN-LNL, e gli approcci impiegati per la stima delle proprietà termiche del Molibdeno realizzato tramite tecnologia di *Additive Manufacturing*.

3.2. Le proprietà termiche

3.2.1. Emissività [35]–[37]

La radiazione termica costituisce, con la conduzione e la convezione, uno dei modi elementari di trasmissione dell'energia termica; la caratteristica fondamentale della trasmissione del calore per radiazione termica è di non necessitare di supporto materiale, potendo avvenire anche attraverso il vuoto.

Tutti i corpi materiali emettono energia sotto forma di radiazioni elettromagnetiche, e sono inoltre in grado di assorbire tale energia radiante: tra i corpi è quindi possibile uno scambio di energia per radiazione termica. Poiché l'energia irradiata aumenta fortemente all'aumentare della temperatura del corpo materiale emittente, lo scambio termico per radiazione può essere molto intenso ad alta temperatura, e può assumere un ruolo preponderante rispetto agli altri modi di trasmissione termica eventualmente concomitanti.

Le radiazioni elettromagnetiche risultanti da fenomeni fisici di differente natura (radiazione termica, radioonde, raggi X, raggi γ) si distinguono solo perché interessano principali campi diversi dello spettro di lunghezze d'onda possibili. In Figura 3.1 vengono illustrati i campi di lunghezze d'onda delle radiazioni elettromagnetiche di differente origine. La radiazione termica ha luogo principalmente tra le lunghezze d'onda $10^2 \div 10^{-2} \mu m$; entro questo campo vi è lo spettro del visibile che, compreso tra le lunghezze d'onda limiti $0,40 \div 0,70 \mu m$, è l'intervallo di lunghezze d'onda a cui l'occhio umano è sensibile. Le lunghezze d'onda superiori alla lunghezza d'onda frontiera di visibilità di $0,70 \mu m$ costituiscono il campo dell'infrarosso; quelle inferiori a $0,40 \mu m$ il campo dell'ultravioletto.

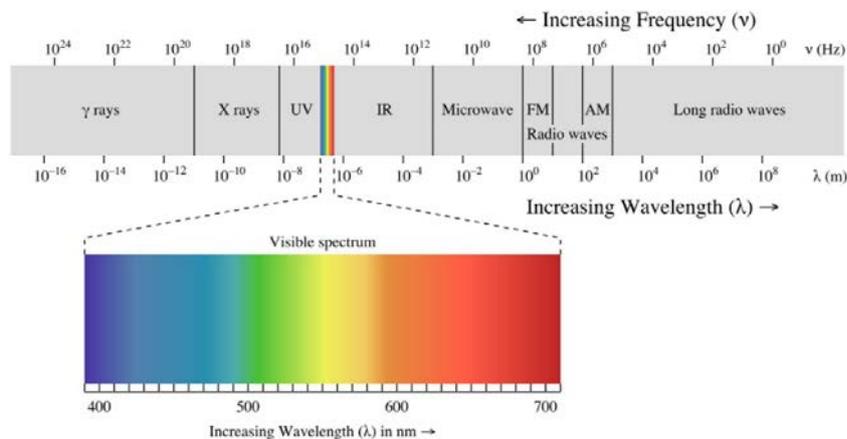


Figura 3.1 - Spettro di lunghezze d'onda delle radiazioni elettromagnetiche, con focus su intervallo del visibile

Per poter quantificare l'entità della radiazione emessa da un corpo bisogna introdurre il concetto di potere emissivo, che può essere considerato su base monocromatica o totale. Il potere emissivo monocromatico E_λ rappresenta il flusso di radiazione emesso nell'unità di tempo dall'unità di superficie di un corpo, per un'unità di intervallo $d\lambda$; si esprime in $W/m^2 \cdot \mu m$. Il potere emissivo totale invece rappresenta la quantità di energia emessa per unità di area e di tempo su tutto lo spettro, in tutte le direzioni e si misura in W/m^2 . Poiché descrive il flusso di calore emesso da una superficie per unità di area, lo si può indicare anche come

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

dove

$$E_{\lambda,b} = \frac{C_1}{\lambda^5 (e^{\frac{C_2}{\lambda T}} - 1)} \quad (3.2)$$

nota come la *legge di Plank*, con:

- $C_1 = 2\pi c^2 h = 3,742 \cdot 10^8 \text{ W} \cdot \mu m^4 / m^2$
- $C_2 = \frac{hc}{k} = 1,439 \cdot 10^4 \mu m \cdot K$
- $h = 6,6256 \cdot 10^{-34} \text{ J} \cdot s$
- $k = 1,3805 \cdot 10^{-23} \text{ J/K}$
- $c = 2,998 \cdot 10^8 \text{ m/s}$.

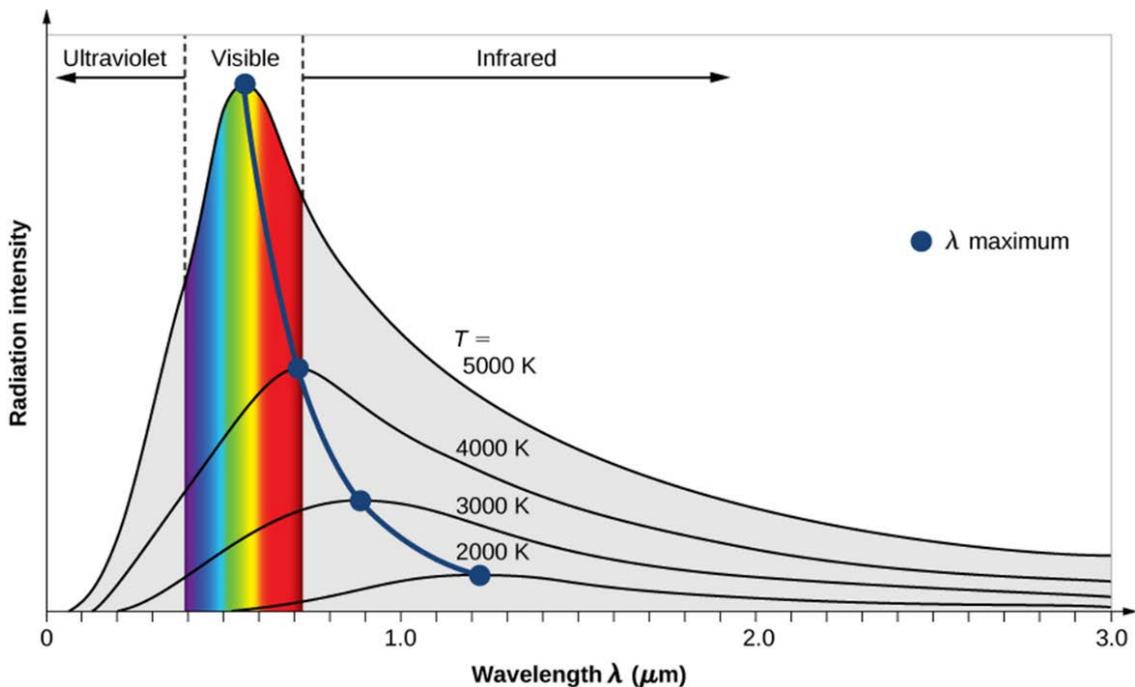


Figura 3.2 - Potere emissivo monocromatico in funzione della lunghezza d'onda [38]

Gli spettri di emissione isoterma del corpo nero (Figura 3.2) mettono in evidenza che ad ogni temperatura il corpo nero irradia energia in un vasto intervallo di lunghezze d'onda, che ad ogni lunghezza d'onda l'emissione monocromatica aumenta all'aumentare della temperatura, che ad ogni temperatura l'emissione monocromatica ha un valore massimo in corrispondenza ad una lunghezza d'onda caratteristica λ_{max} , che la lunghezza d'onda λ_{max} a cui si ha il massimo dell'emissione monocromatica si sposta verso valori minori all'aumentare della temperatura. Quest'ultimo fatto è espresso quantitativamente dalla *legge di Wien*

$$\lambda_{max} T = 2898 \mu m K \quad (3.3)$$

la quale stabilisce che il valore della lunghezza d'onda λ_{max} corrispondente al massimo dell'emissione monocromatica è inversamente proporzionale alla temperatura assoluta del corpo nero radiante.

Tramite integrazione dell'eq. (3.2) è possibile ricavare l'espressione

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

con $\sigma = 5.670 \cdot 10^{-8} \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}^4$, detta *costante di radiazione del corpo nero*. L'espressione (3.4) viene chiamata *legge di Stefan-Boltzmann*, in quanto enunciata su base sperimentale da Stefan e ricavata da considerazioni di termodinamica classica da Boltzmann prima dell'enunciazione della legge di Plank.

Le leggi di emissione esposte sono relative al caso del corpo nero, cioè un corpo ideale che emette la massima energia termica radiante in corrispondenza di ogni temperatura e ogni lunghezza d'onda. Nella realtà si incontrano corpi che emettono radiazioni in misura minore. L'energia emessa dai corpi reali può essere valutata introducendo una proprietà nota come *emissività* ε , definita come il rapporto tra l'energia emessa da una superficie e quella che, a parità di condizioni, avrebbe emesso un corpo nero. L'emissività ha valore 1 nel caso di corpo nero, quindi per tutti gli altri corpi è compresa tra 0 e 1 (Figura 3.3). Quindi l'andamento della curva spettrale di un corpo grigio è uguale a quello del corpo nero, ma l'altezza è ridotta del valore numerico dell'emissività.

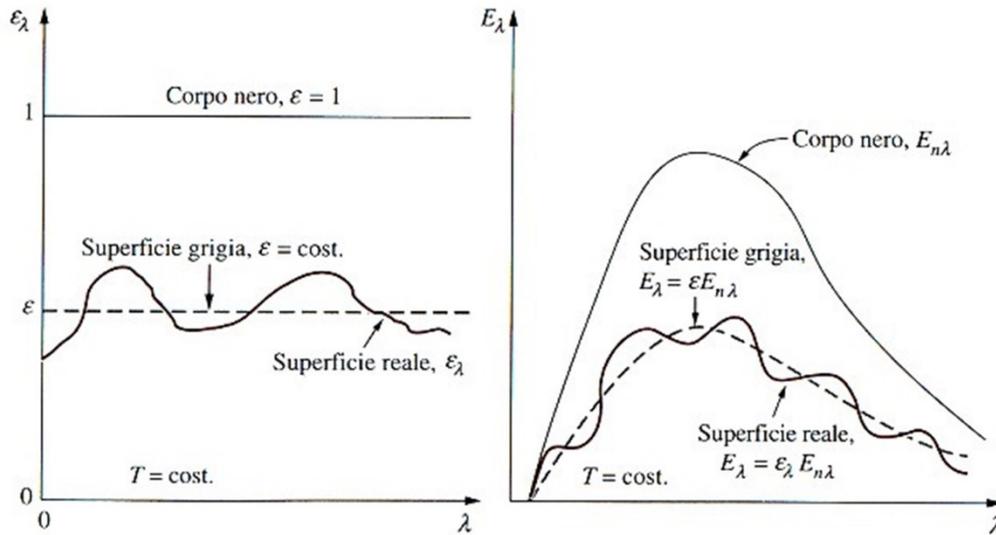


Figura 3.3 - Andamento delle emissività di un corpo nero, una superficie grigia e una superficie reale. A sinistra, in un grafico ε - λ , a destra in un grafico E - λ

Se con $E_{\lambda,b}(\lambda, T)$ si indica il potere emissivo monocromatico di un corpo nero, il potere emissivo monocromatico ed integrale di una superficie reale, che si trovi nelle stesse condizioni di temperatura, sono indicati con

$$E_\lambda(\lambda, T) = \varepsilon(\lambda, T) \cdot E_{\lambda,b}(\lambda, T) \quad (3.5)$$

$$E = \int_0^\infty E_\lambda(\lambda, T) = \int_0^\infty \varepsilon(\lambda, T) \cdot E_{\lambda,b}(\lambda, T) \quad (3.6)$$

Pertanto, il potere emissivo integrale di una superficie reale vale:

$$\frac{q}{A} = \varepsilon(T) \cdot \int_0^\infty E_b(\lambda, T) d\lambda = \varepsilon \cdot \sigma \cdot T^4 \quad (3.7)$$

3.2.2. Conducibilità termica [37]

La conducibilità termica è una grandezza fisica che misura l'attitudine di una sostanza a trasmettere il calore attraverso la conduzione termica. In particolare, descrive il trasporto di energia sotto forma di calore attraverso un corpo nel quale è presente un gradiente di temperatura. Lo scambio di calore non prevede il trasporto di materia, ma solamente dell'energia tra zone a temperature differenti. Per la trattazione analitica della conducibilità termica si utilizza il modello rappresentato in Figura 3.4 che prevede una serie di ipotesi semplificative del sistema:

- corpo uniforme, continuo ed isotropo
- caratteristiche del materiale costanti nel tempo ed indipendenti dalla variazione di temperatura

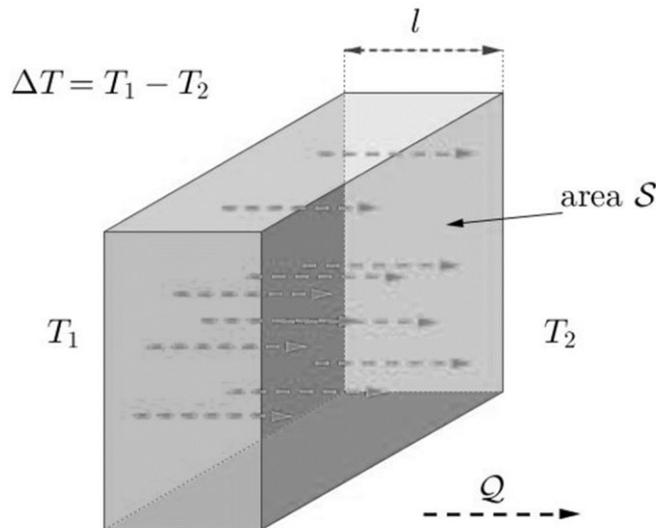


Figura 3.4 - Lastra con superfici piane, raffigurante i parametri principali per la valutazione della conducibilità termica

La trasmissione del calore è descritta dalla relazione

$$Q = \lambda S \frac{T_1 - T_2}{l} \Delta\tau \quad (3.8)$$

con:

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

Considerando le due superfici parallele alle temperature T e $T + \Delta T$ ed avendo distanza x e $x + \Delta x$ dall'origine, è possibile esprimere il flusso termico q :

$$q = \lim_{\Delta\tau \rightarrow 0} \frac{Q}{\Delta\tau} \quad (3.9)$$

Introducendo le ipotesi di proprietà costanti nel tempo e con la temperatura, è possibile inserire l'espressione della quantità di calore (3.8) in quella del flusso termico (3.9) e ricavare la forma differenziale

$$q = -\lambda S \lim_{\Delta\tau \rightarrow 0} \frac{Q}{\Delta\tau} = -\lambda S \frac{\delta T}{\delta x} \quad (3.10)$$

Si può così ottenere la formula della conducibilità termica:

$$\lambda = \frac{q \cdot l}{S \cdot \Delta T} \quad \left[\frac{W}{m \cdot ^\circ C} \right] \quad (3.11)$$

La conducibilità termica risulta così essere il rapporto tra il flusso di calore e la differenza di temperatura che lo genera.

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

- il movimento libero degli elettroni
- le vibrazioni degli atomi del reticolo cristallino, che porta, grazie agli stretti legami tra gli atomi, ad un aumento di vibrazioni e successivamente ad un aumento di temperatura tra elementi adiacenti.

Questo fenomeno viene chiamato *scambio fononico*.

La conducibilità può essere vista come somma di questi due fattori: elettrico e fononico.

$$\lambda = \lambda_e + \lambda_f \quad (3.12)$$

I valori caratteristici della conducibilità termica dividono i materiali in due gruppi principali: conduttori, aventi elevata conducibilità, e isolanti, con valori di conducibilità inferiori a $1 \frac{W}{m \cdot ^\circ C}$.

Come è facile immaginare, per l'utilizzo come materiale per la sorgente al plasma, si necessita di materiali conduttori, in grado di generare campi di temperatura piuttosto omogenei, ma con valori di conducibilità termica non troppo elevati, in modo da non dissipare troppo facilmente e velocemente il calore fornitogli, in modo da non sprecare troppa potenza riscaldante.

3.3. L'apparato sperimentale per l'emissività e la conducibilità [10], [37]

In Figura 3.5 è riportata la rappresentazione del dispositivo presente ai Laboratori Nazionali di Legnaro, in particolare presso il laboratorio Alte Temperature (*HT*), per la produzione di gradienti termici sui provini in forma di dischi sottili con diametro compreso tra i 30 mm e i 40 mm.

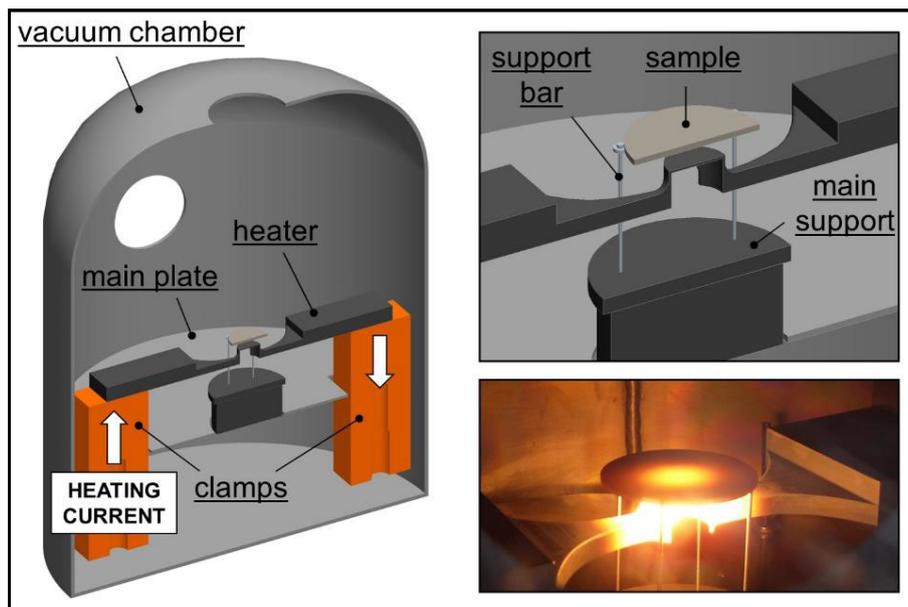


Figura 3.5 - Rappresentazione del dispositivo per la riproduzione di forti gradienti termici sui dischi

L'apparato sperimentale prevede l'utilizzo di un crogiolo (*heater*) percorso da una corrente (*heating current*) fornita da due morsetti (*clamps*); il crogiolo si riscalda per effetto Joule e, grazie alla sua particolare geometria,

è in grado di generare uno spot circolare ad altissima temperatura, al di sopra del quale è posizionato il disco (*sample*) oggetto dello studio.

Lo scambio termico tra crogiolo e disco avviene esclusivamente per irraggiamento visto che entrambi si trovano all'interno di una campana (*vacuum chamber*) nella quale viene realizzato alto vuoto. La convezione non è permessa a causa della mancanza di un mezzo convettivo (aria) e la conduzione tra provino e supporti del provino risulta trascurabile data l'esigua superficie d'appoggio.

L'apparato sperimentale è composto da vari componenti:

- Camera da vuoto: svolge il compito di isolare la zona riscaldata dall'ambiente esterno (Figura 3.6)

La camera da vuoto è realizzata in acciaio inox con la geometria che ricorda quella di una campana. Al suo interno è possibile raggiungere livelli di vuoto dell'ordine di 10^{-6} mbar (alto vuoto); valori così bassi di pressione e l'assenza di ossigeno riducono al minimo la possibilità che si verifichino reazioni chimiche indesiderate, favorite dalle elevate temperature che raggiungono gli elementi interni. Questi valori di vuoto riproducono fedelmente le condizioni di esercizio della sorgente al plasma di cui si sta caratterizzando il materiale di costruzione.

La camera è dotata di due oblò in vetro silicato: uno superiore che permette l'installazione del pirometro per effettuare le misurazioni, e uno laterale per poter monitorare l'attività di riscaldamento all'interno della campana.

La camera necessita di un sistema di raffreddamento per essere mantenuta a livelli di temperatura adeguati: la superficie esterna presenta una serpentina in rame nella quale scorre dell'acqua raffreddata da un *chiller* installato esternamente all'edificio.



Figura 3.6 - Camera per il vuoto; si nota la serpentina del circuito di raffreddamento che la percorre

- Sistema riscaldatore: consente il corretto riscaldamento del sistema

Il sistema riscaldante è composto da più elementi che svolgono la funzione di alimentare e gestire la corrente elettrica necessaria al crogiolo per fornire la potenza termica riscaldante ai provini da testare.

In Figura 3.7 è possibile osservare il crogiolo in grafite, i morsetti in rame che consentono il collegamento elettrico tra il crogiolo all'interno della camera da vuoto e l'alimentatore all'esterno, e gli schermi in tantalio che, grazie ad un'elevata refrattarietà e una bassa emissività, schermano e riflettono parte della potenza radiante



Figura 3.7 - Sistema riscaldante situato all'interno della camera

- Alimentatore:
Installato all'interno di un rack, assieme ad un PLC, ha il compito di comunicare con il PC del laboratorio, comandare l'alimentatore e salvare i dati delle misurazioni su una scheda di memoria. L'alimentatore è in grado di erogare una potenza di 10 kW ad una tensione di 10 V ad una corrente di 1000 A. Questo viene pilotato dal PLC in modo tale che la tensione in uscita sia sempre quella massima erogabile, cioè 10 V facendo variare il valore di corrente.
- Supporto provini: consente il corretto posizionamento dei provini sopra il crogiolo (Figura 3.8)
Il sistema di supporto dei provini consente il corretto posizionamento dei provini stessi al di sopra del crogiolo, con la possibilità di variare la distanza tra i due. I componenti principali sono: tre astine, in tungsteno, di diametro molto ridotto per limitare al massimo lo scambio termico di conduzione con il provino, sulle quali poggia effettivamente il provino; la base, su cui sono incastonate le astine e la cui altezza può essere variate tramite una vite; la piastra, che svolge un'azione schermante nei confronti di tutti i componenti al di sotto di essa; la vite, che consente la movimentazione della base per regolare la distanza tra crogiolo e disco. Tutti questi componenti, escluse le astine, sono realizzati in grafite.

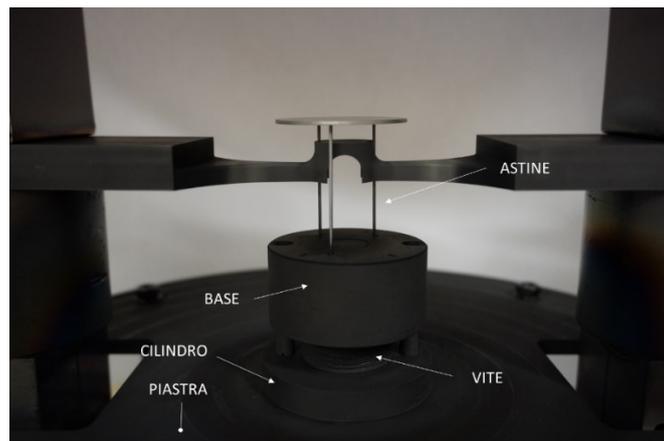


Figura 3.8 - Sistema di supporto con i vari componenti

- Sistema ausiliario per il vuoto
Ha la funzione di raggiungere e mantenere il vuoto nella camera durante tutto il tempo del test, in modo da contrastare il verificarsi di reazioni chimiche e ossidative. L'apparato presente nel laboratorio HT dei LNL prevede l'impiego di due pompe da vuoto: una prima pompa rotativa che consente di portare il livello di vuoto dalla pressione atmosferica fino a 10^{-3} mbar, ed una seconda pompa turbomolecolare, collegata

in serie all'aspirazione della pompa rotativa, che permette di migliorare ulteriormente le condizioni di vuoto, fino ad un valore di 10^{-6} mbar.

- Strumenti di misura

Consentono di effettuare misurazioni di diversa natura monitorando i parametri principali del sistema

Pirometri

Per la misura della temperatura, vengono utilizzati dei pirometri bicolore nel campo degli infrarossi, due *Ircon Modeline® 5 Series 5R Sensor* e un *FLUKE® Endurance Series EIRL*: si tratta di strumenti in grado di effettuare misure senza contatto, in cui la temperatura viene monitorata in modo continuo da un sensore sensibile all'energia irradiata dagli oggetti nel campo degli infrarossi. Questi strumenti impiegano due sensori che rilevano l'intensità della radiazione elettromagnetica che li investe su due range di lunghezze d'onda differenti nel campo dell'infrarosso ($0,8 \div 1,05 \mu m$ e $1,0 \div 1,1 \mu$); [39], [40] questi range sono sufficientemente piccoli da poter essere considerati come frequenze singole.

I pirometri sono dotati di due modalità di misura:

- *one-color mode*: in questa modalità, il pirometro necessita di conoscere il valore di emissività del materiale per poter fornire il suo valore di temperatura;
- *two-color mode*: in questa modalità, il pirometro è in grado di fornire il valore di temperatura del materiale senza conoscerne l'emissività. Di contro, in questa modalità, il pirometro necessita in input un parametro chiamato *E-slope*, indicante il rapporto tra i valori di emissività del materiale in corrispondenza delle due lunghezze d'onda in cui il pirometro lavora; nel caso di metalli non ossidati, la cui emissività è dipendente dalla lunghezza d'onda, come il Molibdeno, il parametro *E-slope* assume il valore di 1,06.

Durante le prove sperimentali si procede impostando il pirometro in modalità *bicromatica* e si definisce il valore dell'*E-slope* in funzione del materiale di cui è costituito il misurando; in questo modo, il pirometro restituisce il valore di temperatura del componente. Successivamente, il pirometro esegue lo switch alla modalità *monocromatica* in cui varia l'emissività fino a quando non ritrova il valore di temperatura misurato a due colori, determinando così univocamente il valore di emissività del materiale a quella temperatura.

I pirometri utilizzati nel presente lavoro di tesi sono uno di bassa temperatura (*LT – Low Temperature*) con un range di funzionamento tra i $600^{\circ}C$ e i $1400^{\circ}C$, uno di alta temperatura (*HT – High Temperature*) con un range tra i $1000^{\circ}C$ e i $3000^{\circ}C$ e uno con un range di temperatura intermedio (*MT – Middle Temperature*) tra i $600^{\circ}C$ e i $1800^{\circ}C$.

La misura mediante l'utilizzo dei pirometri è possibile grazie all'utilizzo dell'oblò superiore presente sulla campana, come spiegato in precedenza. Quando si esegue una misurazione bisogna tenere conto della risoluzione ottica e della focalizzazione dello strumento. Il sensore ottico presente nel pirometro risulta sensibile alla radiazione termica delle porzioni di superficie che rientrano dell'area del cono di visione: il diametro del cono di visione in corrispondenza della superficie da misurare determina l'area entro la quale viene eseguita la misurazione di temperatura. Lo strumento darà come risultato la media integrale delle temperature misurate all'interno di quell'area circoscritta dal diametro del cono. Il posizionamento corretto del pirometro avviene se l'area di misura è disposta sulla superficie da misurare e si dice che il pirometro è *a fuoco*. Per tutti e tre i pirometri utilizzati, il diametro dell'area di misura è di 4 mm.

Vacuometri

Per il monitoraggio della pressione all'interno della camera da vuoto, è necessario l'utilizzo di alcuni vacuometri. In particolare, si utilizza un misuratore denominato *APGX* per garantire il prevuoto alla pompa rotativa (misurando la pressione nel condotto posto tra le due pompe); mentre per monitorare la pressione all'interno della campana, sono necessari due diversi vacuometri, uno per il basso vuoto, chiamato *APGM*, e uno per l'alto vuoto, denominato *AIMS*, entrambi posizionati in corrispondenza di condotti esterni alla camera ed aventi la medesima pressione di quest'ultima.

3.4. Stima dell'emissività

3.4.1. Emissività spettrale ad $1 \mu m$

L'emissività può essere misurata direttamente grazie all'interfaccia software di cui sono dotati i pirometri utilizzati per questo lavoro di tesi. Di default viene prevista la modalità di misura denominata *two-color mode*.

Una volta impostato il corretto valore di *E-slope*, il software di controllo è in grado di fornire in output la temperatura rilevata e il valore di emissività.

Per tutte le prove sono state impiegate delle rampe termiche che prevedevano una corrente massima di 280 A con step di corrente di 10 A fino a 70 A, mentre uno step di 5 A da 70 A a 280 A con un mantenimento di 4 minuti per ogni step, raggiungendo 4 volte il picco massimo (Grafico 3.1).

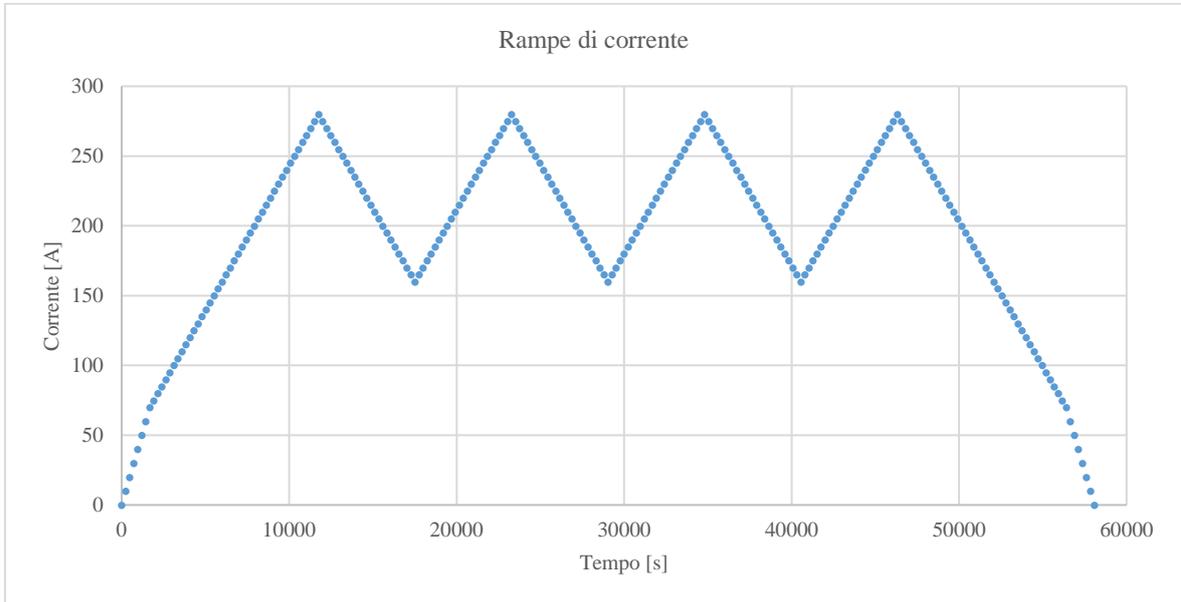


Grafico 3.1 - Rampe di corrente utilizzate per i test

PROVINO 3 40 mm PRODOTTO TRAMITE ADDITIVE MANUFACTURING

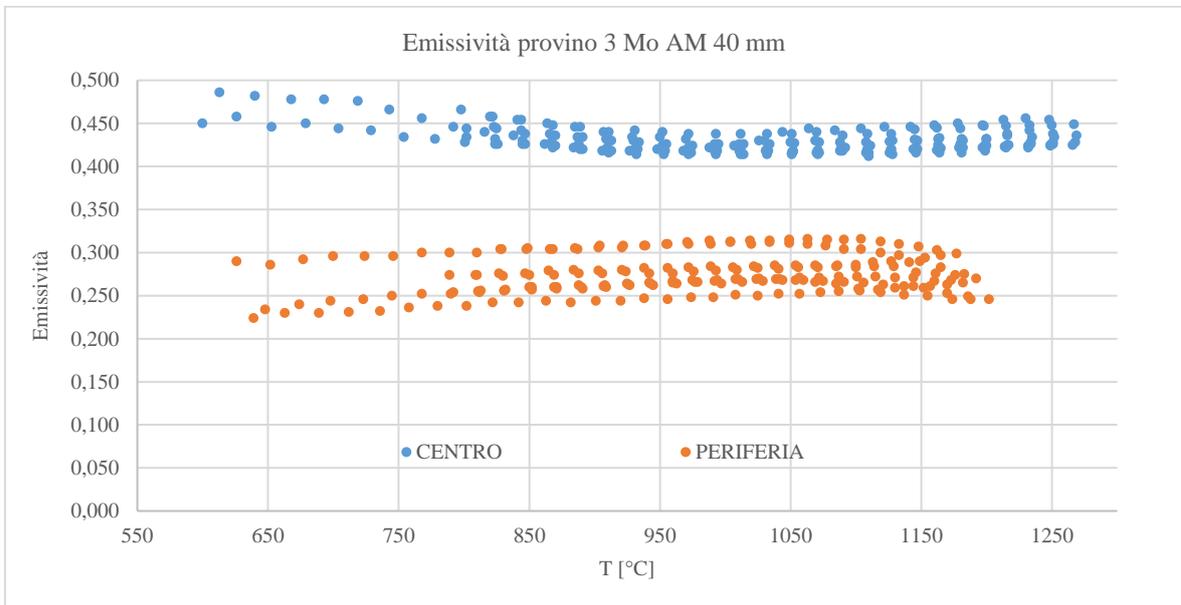


Grafico 3.2 - Valori di emissività al centro e alla periferia del provino 3 AM 40 mm

Da questo grafico (Grafico 3.2), che è stato ricavato portando in temperatura un provino a forma di disco con diametro 40 mm realizzato tramite tecnica di Additive Manufacturing, si può notare come l'emissività in periferia sia intorno ad un valore medio di 0,26 – 0,27, mentre al centro è ben maggiore, circa 0,42 – 0,43. Questa differenza è da imputare ad un effetto di ricristallizzazione che si verifica sul provino dopo alcuni cicli termici sopra la temperatura di 1100°C, [26] e che si sviluppa a partire dal centro del campione, come si può

notare dalla Figura 3.9 fino ad espandersi, col passare del tempo al di sopra della temperatura indicata in precedenza, anche alla periferia (questo è dovuto allo spot di temperatura molto elevata che genera la particolare geometria del crogiolo sottostante).

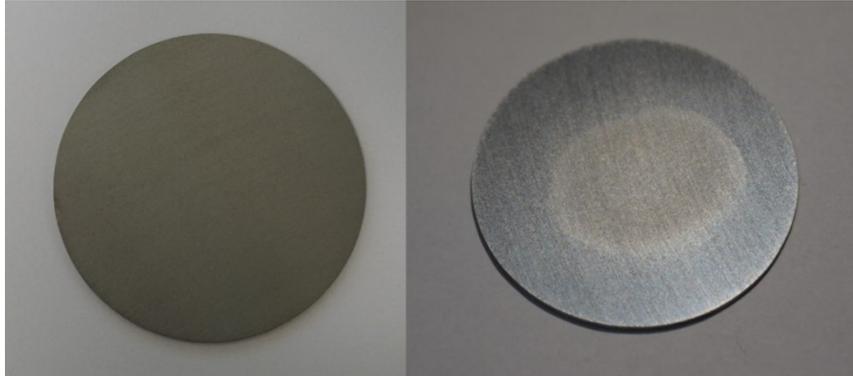


Figura 3.9 - Provino 3 AM prima e dopo i riscaldamenti

PROVINO 2 40 mm PRODOTTO TRAMITE ADDITIVE MANUFACTURING

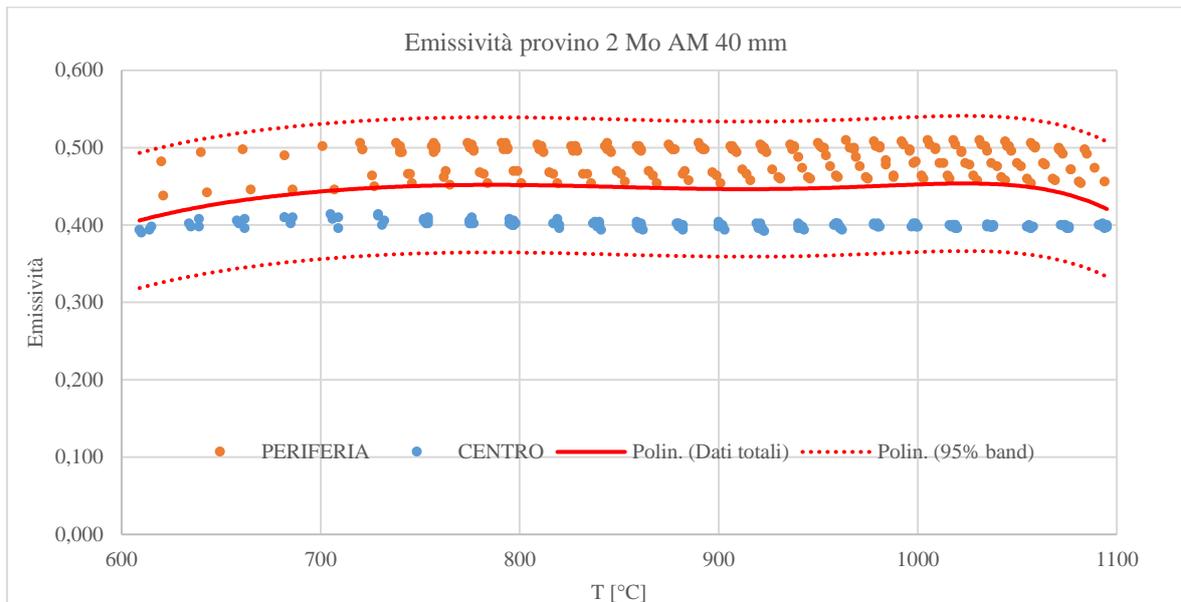


Grafico 3.3 - Valori di emissività al centro e alla periferia del provino 2 AM 40 mm

In questo secondo provino realizzato tramite Additive Manufacturing, si può notare come i valori di emissività tra centro e periferia siano sostanzialmente gli stessi (Grafico 3.1); questo accade perché, come si può notare dalla Figura 3.10, la struttura del campione ha completamente ricristallizzato, essendo stato più tempo rispetto al precedente oltre la temperatura critica per la ricristallizzazione del Mo. L'emissività presenta valori intorno a $0,43 \div 0,44$, quindi circa il 65% in più rispetto ai valori ottenuti sul campione precedente non ricristallizzato.



Figura 3.10 - Provino 2 AM dopo i riscaldamenti, sul quale si possono notare i grani ricristallizzati

PROVINO 1 30 mm PRODOTTO TRAMITE ADDITIVE MANUFACTURING

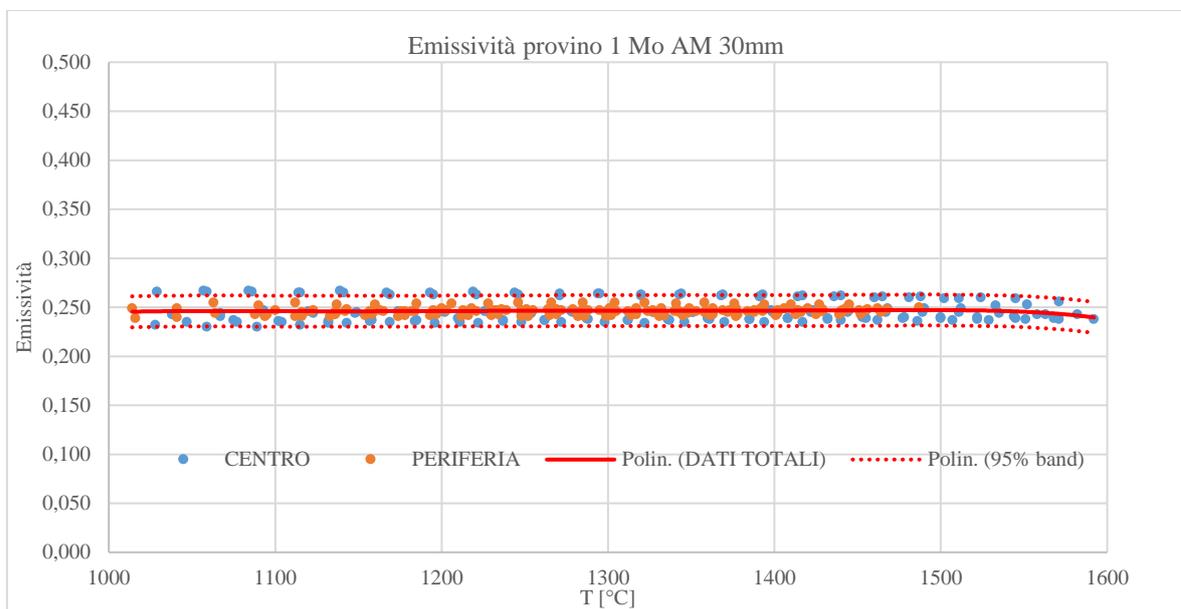


Grafico 3.4 - Valori di emissività al centro e alla periferia del provino 1 AM 30 mm

In quest'altro campione invece, di diametro 30 mm, si è riusciti ad acquisire i dati di emissività al centro prima che questo ricristallizzasse, e quindi i dati con la periferia sono perfettamente sovrapponibili, intorno ad un valore di 0,25 (Grafico 3.4). Dalla Figura 3.11 si nota comunque la *macchia* al centro del provino, dovuta appunto alla ricristallizzazione, perché non è stato possibile immortalare il campione prima che sviluppasse questo fenomeno.

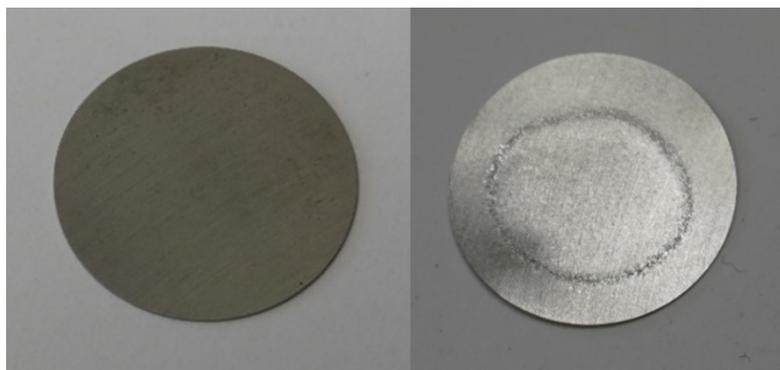


Figura 3.11 - Provino 1 30 mm prima e dopo i riscaldamenti

PROVINO 4 40 mm DI MOLIBDENO STANDARD

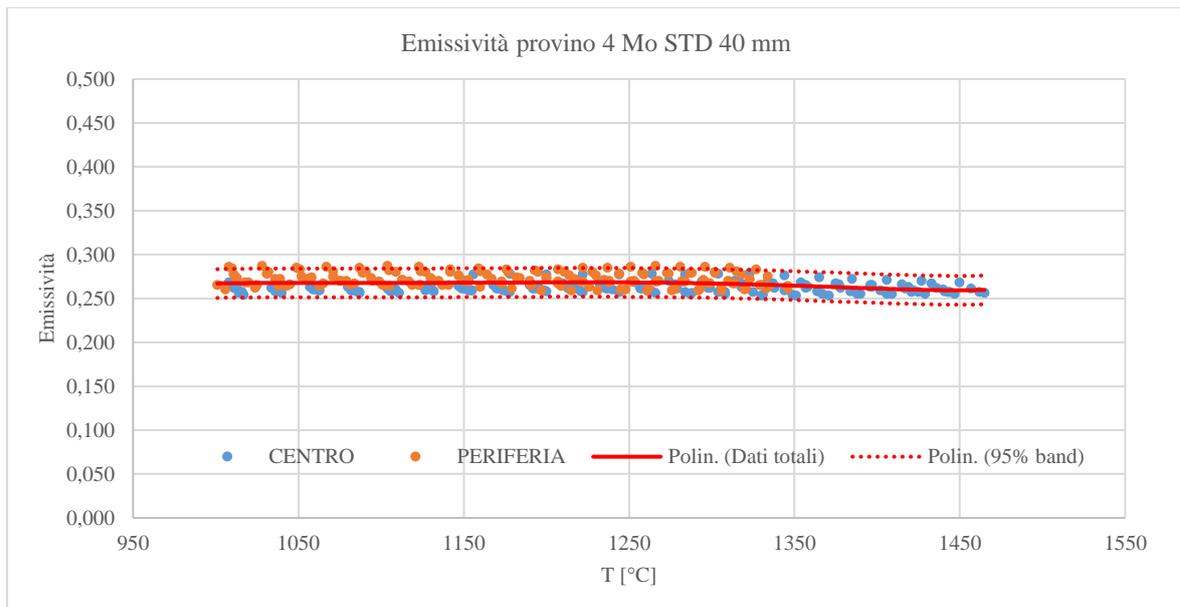


Grafico 3.5 - Valori di emissività al centro e alla periferia del provino 4 Mo STD 40 mm

Infine, è stato eseguito lo stesso test su un disco di Molibdeno ricavato da una billetta di diametro 40 mm. Si è voluto procedere con questo esperimento per avere un confronto tra i due tipi di realizzazione con cui è stato ottenuto il materiale.

In questo caso, come si nota dal Grafico 3.5 le misure di emissività in centro e in periferia del campione non hanno evidenziato differenza, ma soprattutto il campione non ha presentato evidenti formazioni di ricristallizzazione (Figura 3.12). Questo porta a pensare che i trattamenti termici che subisce una billetta ottenuta per estrusione con una produzione industriale, facciano sì che il materiale sviluppi una resistenza più elevata alla ricristallizzazione che avviene intorno ai 1100°C. [26]

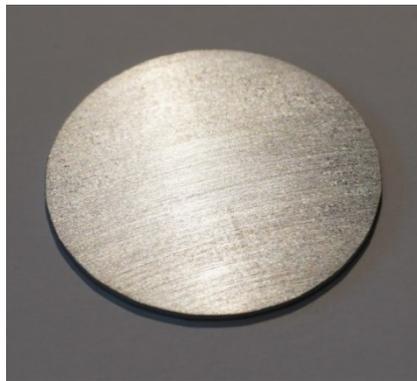


Figura 3.12 - Provino 4 STD dopo i riscaldamenti

Dalle misurazioni fatte si può concludere che l'andamento dell'emissività del provino di Mo standard, realizzato quindi con tecnologie tradizionali, è molto regolare e stabile al variare della temperatura, anche dopo un certo numero di cicli termici. Per i motivi espressi in precedenza, ovvero per la sua possibilità di realizzare forme e geometrie molto più complesse, si preferisce utilizzare il Mo realizzato tramite tecnologia SLM: questo presenta valori di emissività bassi e costanti per un periodo limitato ad altissime temperature, ovvero prima della sua ricristallizzazione alla temperatura di 1100°, [26] successivamente inizia una fase di transizione in cui i grani del materiale sono soggetti alla ricristallizzazione, a partire dai punti più caldi del campione per poi espandersi via via a tutto il pezzo, ed infine, quando tutti i grani di tutto il componente hanno completato la loro trasformazione, i valori di emissività tornano ad essere stabili, ma decisamente più alti di quelli di partenza.

Rimane, come possibile sviluppo futuro, da indagare in maniera quantitativa, dopo quanti cicli termici ad altissime temperature i valori di emissività iniziano a stabilizzarsi.

3.4.2. Influenza della finitura superficiale sull'emissività

La caratteristica che classifica la finitura superficiale è la *rugosità*: questa è la proprietà che ha una superficie di un corpo costituita da microimperfezioni geometriche intrinseche o risultanti da lavorazioni meccaniche; tali imperfezioni di presentano generalmente in forma di solchi o scalfiture, di forma, di profondità e di direzione variabili. La rugosità di una superficie può essere misurata mediante strumenti denominati *rugosimetri*. Il procedimento di misura consiste nella registrazione del profilo della superficie ottenuto lungo una determinata linea di misura; tale parametro viene poi analizzato definendo un parametro numerico che costituisce la misura della rugosità vera e propria.

La misura della rugosità Ra , espressa in *micron*, è il valore medio aritmetico degli scostamenti (presi in valore assoluto) del profilo reale della superficie rispetto alla linea media. Tale misura è riferita ad una lunghezza di base del profilo analizzato per evitare l'influenza di altri tipi di irregolarità. [41]

Ai Laboratori Nazionali di Legnaro è presente un rugosimetro Mitutoyo®, il Surftest SJ-210 (Figura 3.13): un rilevatore (o stilo) fissato alla testina saldatrice (o *unità detector*) rileva le minime irregolarità della superficie del componente in esame. L'oscillazione verticale dello stilo durante la rilevazione viene elaborata e visualizzata sul display digitale.



Figura 3.13 - Rugosimetro Mitutoyo® Surftest SJ-210 presente ai Laboratori Nazionali di Legnaro

Come prime misurazioni, sono state rilevate le rugosità dei campioni di cui si è trattato nel paragrafo 3.4.1 prima e dopo il riscaldamento che hanno subito, per indagare una possibile dipendenza della variazione dell'emissività dall'esposizione continuativa ad altissime temperature. Da questi rilevamenti è emerso (Tabella 3.1) che la rugosità rimane invariata tra *pre* e *post* riscaldamento sulla superficie del campione su cui vengono misurate temperatura ed emissività con il pirometro (indicata in tabella con LATO A).

Quindi si deduce che la ricristallizzazione non modifica la finitura superficiale del provino in Molibdeno, ma, visto che la variazione di emissività è sostanziale, ne influenza la lettura a livello ottico.

RUGOSITÀ PROVINO 2 [μm]			
prima del risc		dopo il risc	
LATO A	LATO B	LATO A	LATO B
0,347	0,228	0,396	0,446

RUGOSITÀ PROVINO 3 [μm]			
prima del risc		dopo il risc	
LATO A	LATO B	LATO A	LATO B
0,327	0,220	0,337	0,237

RUGOSITÀ PROVINO 4 Mo STD [μm]			
prima del risc		dopo il risc	
LATO A	LATO B	LATO A	LATO B
1,196	0,998	1,139	1,051

Tabella 3.1 - Valori di rugosità sui tre provini, prima e dopo i riscaldamenti. Con LATO A si indica la faccia del provino rivolta verso il pirometro, ossia quella interessata direttamente dalla misura di emissività

Si è reso dunque necessario, per evidenziare dei differenti valori di emissività in relazione a differenti rugosità, eseguire dei test su campioni che in partenza presentano una finitura superficiale differente e che abbiano subito dei trattamenti superficiali differenti tra loro. Questa operazione di misurazione della temperatura su superfici con finitura superficiale diversa è consentita dal manuale dei pirometri, che riportano la dicitura “*clean, smooth, unoxidized surface*” per i metalli, tra cui il Molibdeno, con un valore di *E-slope* pari a 1,06. [39], [40]

Sono stati scelti tre campioni esemplificativi con tre finiture superficiali via via sempre più raffinate: un campione è stato testato *as built*, ovvero senza trattamento superficiale, così come è risultato dopo il processo di stampa tramite SLM, un provino è stato sottoposto a trattamento di sabbiatura, mentre il terzo campione è stato lucidato tramite l'utilizzo di carta abrasiva con grana da 320 (

Tabella 3.2).

	Rugosità [μm]
Provino lucidatura	0,266
Provino sabbiatura	4,863
Provino as built	4,601

Tabella 3.2 - Valori di rugosità sui tre campioni con differente finitura superficiale

I risultati ottenuti da questi test sono visibili nel Grafico 3.6 ed evidenziano una dipendenza dell'emissività dalla rugosità: i due campioni con una finitura superficiale più grezza, e quindi con una rugosità più elevata, presentano valori di emissività più alti e simili tra loro (come i valori di emissività) rispetto a quelli trovati per il provino lucidato. Quindi la differenza di rugosità tra i campioni (un ordine di grandezza tra le finiture più grossolane e quella più fine) si traduce in una discrepanza di circa 0,06 tra le due misurazioni, che equivale ad un incremento del 25%.

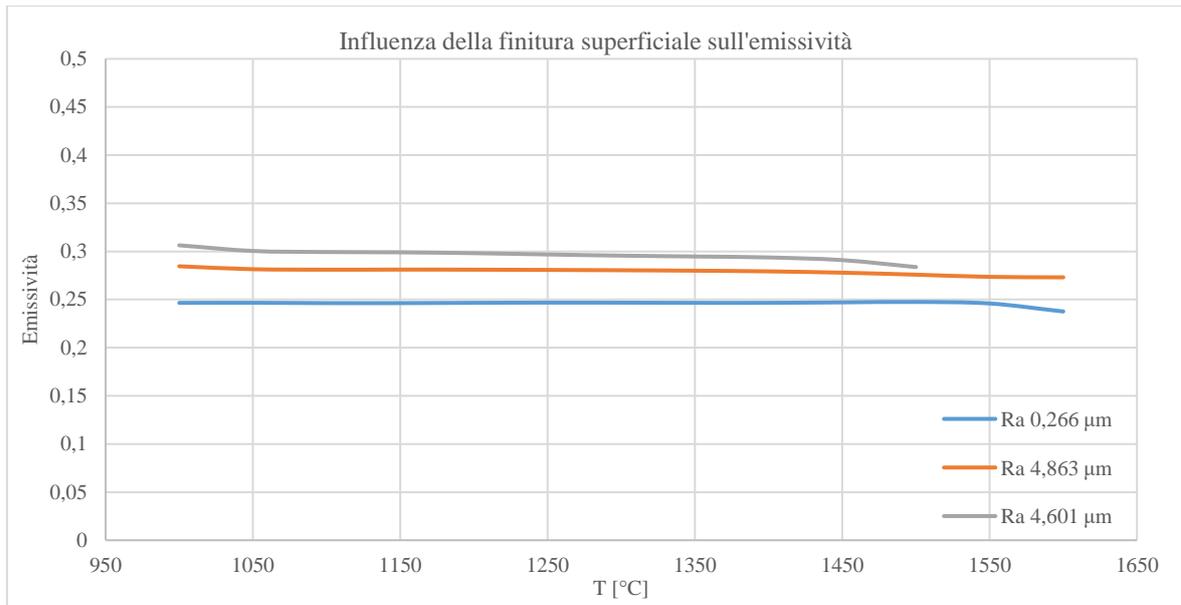


Grafico 3.6 - Dipendenza dell'emissività dalla finitura superficiale

3.4.3. Spettro di emissione del Molibdeno e stima dell'emissività emisferica globale [36]

Una volta effettuate le misure con i pirometri in laboratorio *HT* su un campione di Molibdeno realizzato con tecnica *Additive Manufacturing*, e ottenuti i valori di emissività spettrale ad $1 \mu m$, si vuole ricavare il valore dell'emissività emisferica globale per determinati valori di temperatura. Questi andranno a popolare la tabella presente nella macro del materiale, presente come input nelle simulazioni *FEM* su *Ansys* per la stima della conducibilità termica del materiale.

Per fare questa operazione si è partiti dai valori di emissività spettrale del Mo standard ad ogni lunghezza d'onda nell'intervallo $0,4 \mu m \div 5 \mu m$ per diversi valori di temperatura [42] (Grafico 3.7).

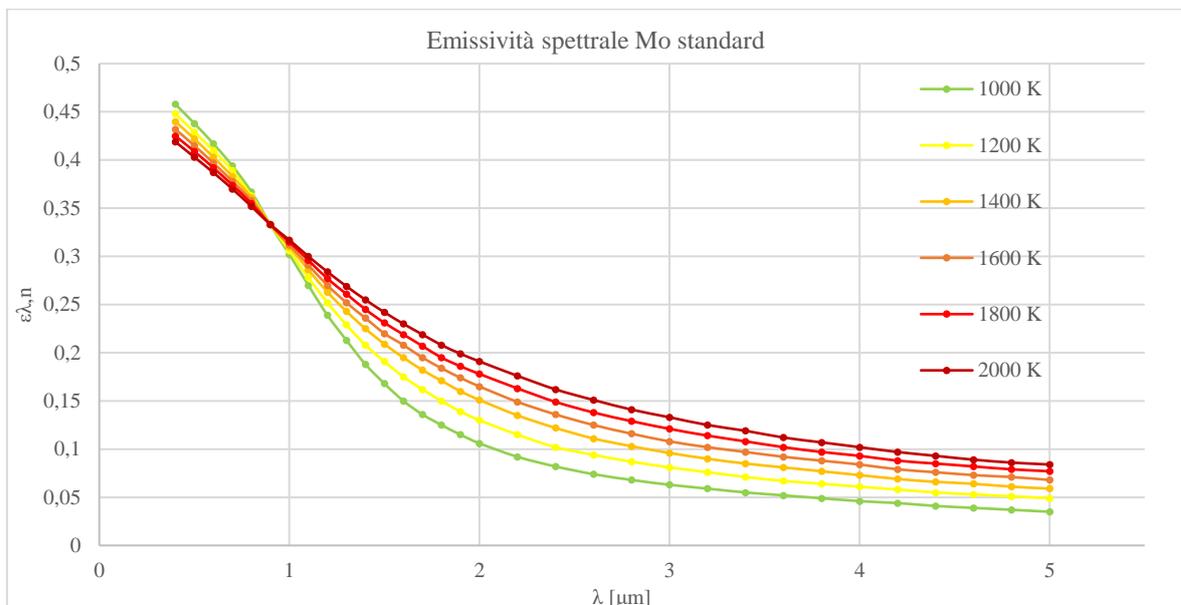


Grafico 3.7 - Emissività spettrale del Molibdeno standard nell'intervallo $0,4 \mu m \div 5 \mu m$

L'assunzione che è stata fatta, per il proseguo della trattazione, è quella che l'andamento dell'emissività spettrale in quell'intervallo di lunghezze d'onda sia il medesimo tra Mo standard e Mo AM. Ci si è dunque

calcolati i rapporti tra le emissività alle varie λ e quella ad $1 \mu m$. Dalle prove sperimentali si è cercato il valore dell'emissività spettrale a quelle determinate temperature fornite dalla letteratura ed è stato così possibile ricavare, tramite il prodotto con il rapporto prima indicato, ricavare i valori di emissività spettrale del Mo AM per tutti i valori di lunghezza nell'intervallo $0,4 \mu m \div 5 \mu m$. A questo punto, visto che i punti di temperatura forniti dalla letteratura erano pochi, si è dovuto procedere con una interpolazione lineare per ricavarci l'emissività spettrale alle temperature richieste nella Macro del materiale (Grafico 3.8).

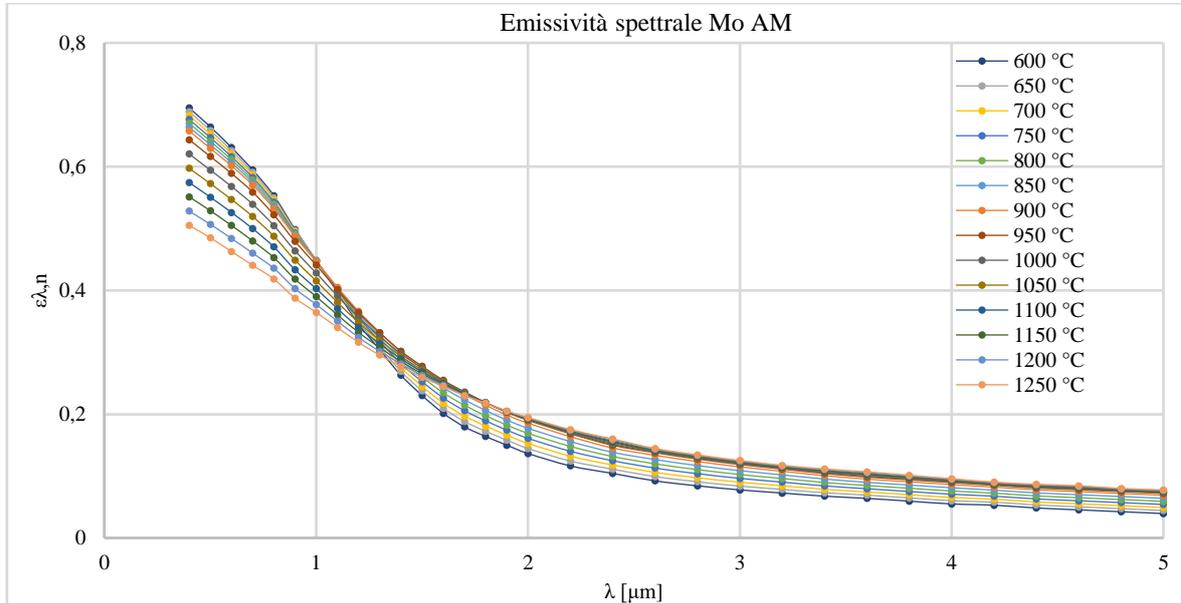


Grafico 3.8 - Emissività spettrale ricavata del Mo AM nell'intervallo $0,4 \mu m \div 5 \mu m$

Per poter calcolare l'emissività emisferica globale, assumendo che il campione abbia un'emissività diffusa, ovvero che questa non dipenda dall'angolo con cui viene misurata, si applica la formula:

$$\varepsilon(T) = \frac{\int_0^{\infty} \varepsilon_{\lambda}(T) E_{\lambda,b}(T) d\lambda}{E_b(T)} \quad (3.13)$$

dove

$$\varepsilon_{\lambda}(T) = 2 \int_0^{\pi/2} \varepsilon_{\lambda,\theta}(\lambda, \theta, T) \cos\theta \sin\theta d\theta \quad (3.14)$$

è l'emissività emisferica spettrale, la quale, con l'assunzione iniziale, perde la dipendenza dall'angolo θ con cui viene effettuata la misura;

$$E_{\lambda,b}(T) = \frac{C_1}{\lambda^5 (e^{\frac{C_2}{\lambda T}} - 1)} \quad (3.15)$$

la potenza emissiva spettrale e

$$E_b(T) = \sigma T^4 \quad \text{con } \sigma = 5.670 \cdot 10^{-8} \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}^4 \quad (3.16)$$

la potenza emissiva totale di un corpo nero.

È possibile risolvere l'equazione (1.1) dividendo l'integrale in intervalli e ottenere quindi:

$$\varepsilon = \sum_i \frac{\varepsilon_i \int_{\lambda_{i-1}}^{\lambda_i} E_{\lambda,b} d\lambda_i}{E_b} \quad \text{con } \varepsilon_i = \varepsilon(\lambda_i) \quad (3.17)$$

Possiamo anche scrivere

$$\frac{\varepsilon_i \int_0^i E_{\lambda_i,b} d\lambda_i}{E_b} - \frac{\varepsilon_i \int_0^{i-1} E_{\lambda_i,b} d\lambda_i}{E_b} = \varepsilon_i (F_i(\lambda_i T) - F_{i-1}(\lambda_i T)) \quad (3.18) [43]$$

che equivale alla scrittura:

$$\varepsilon = \sum_i \varepsilon_i (F_i - F_{i-1}) \quad (3.19)$$

dove F_i è il fattore di forma. Tramite la Tabella 1.1 è possibile risalire al valore dei fattori di forma, conoscendo il prodotto $\lambda \cdot T$ e quindi ricavare l'emissività emisferica globale tramite una semplice somma di fattori.

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

Per trovare i valori intermedi a quelli proposti dalla tabella, si è resa necessaria un'interpolazione con una *spline* cubica Figura 3.14 per poter essere più precisi possibili.

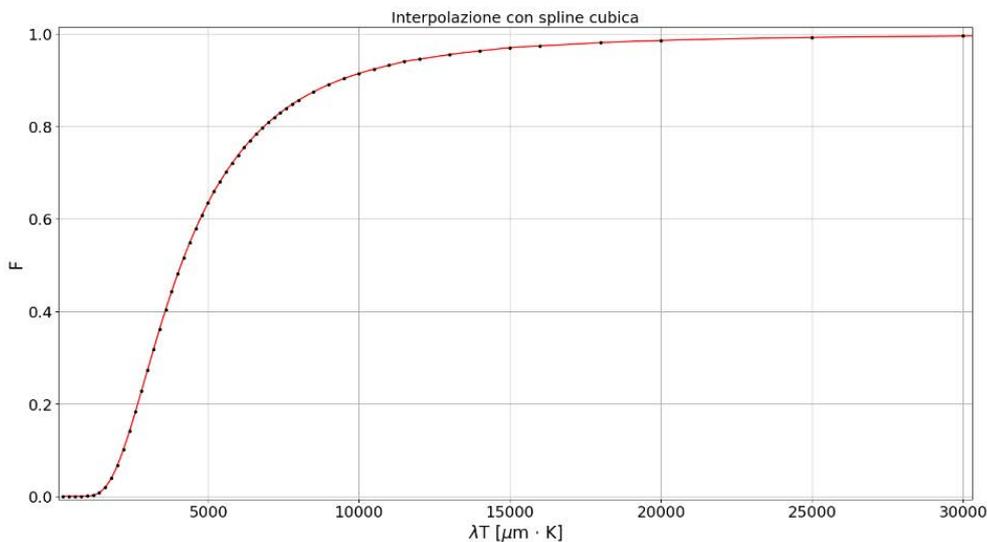


Figura 3.14 - Interpolazione dei dati λT - F tramite una spline cubica

È importante far notare come sia fondamentale assumere che l'emissività spettrale sia costante fino all'infinito dopo la lunghezza d'onda di $5 \mu m$. Questa assunzione è giustificata dall'andamento delle curve rappresentate nel Grafico 3.8 che presentano un inizio di *plateau* in corrispondenza di quel valore. Questa osservazione porta a dover aggiungere un ulteriore contributo prima di poter fare la somma finale per ottenere l'emissività emisferica globale, ovvero:

$$\varepsilon_{5\mu m} (1 - F_{0 \rightarrow 5\mu m}) \quad (3.19) [43]$$

In modo da poter estendere l'integrale fino all'infinito.

Sommando, quindi, tutti i valori trovati con la formula 3.18 e il termine espresso dalla 3.19 è possibile ottenere l'emissività emisferica globale per una determinata temperatura.

Di seguito viene riportato il Grafico 3.9 che rappresentano l'andamento dell'emissività emisferica globale in funzione della temperatura dei provini 2 40 mm Mo AM, 1 30 mm Mo AM, 3 40 mm Mo AM e 4 40 mm Mo STD. Si può notare come le curve siano compatibili con la monotona crescente trovata in bibliografia [44] riferita al Mo standard. Le emissività dei provini non ricristallizzati risultano essere tutte molto simili tra loro, mentre si posiziona a valori leggermente superiori quella del provino ricristallizzato.

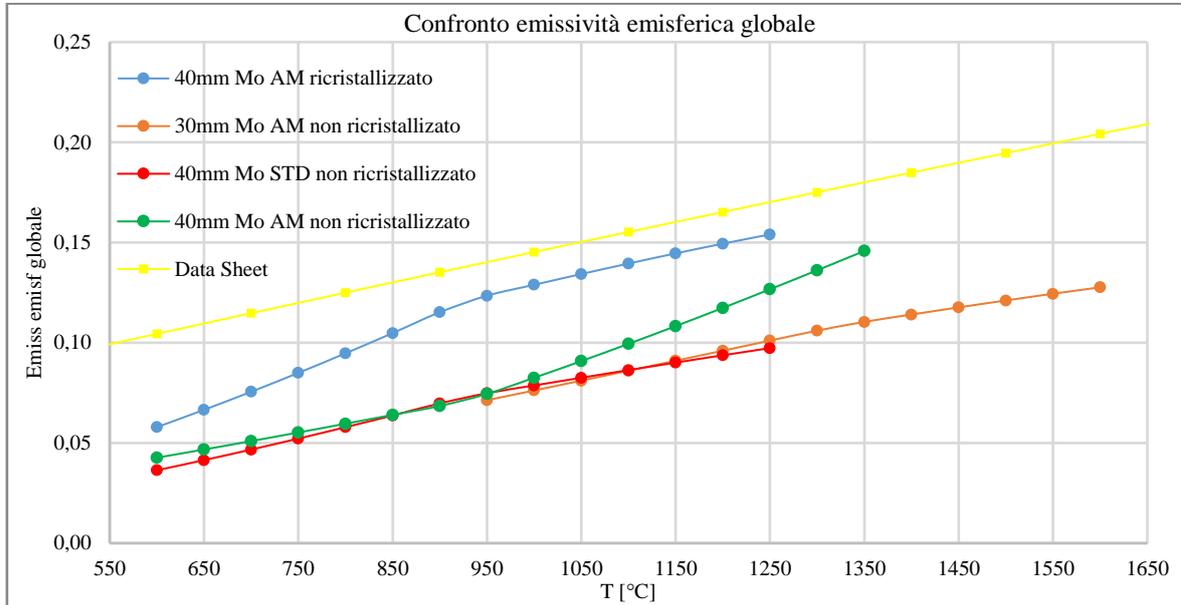


Grafico 3.9 - Confronto tra le emissività emisferiche globali dei vari provini testati

3.5. Stima della conducibilità termica [10], [37]

3.5.1. Metodo della funzione ottima

Per questo lavoro di tesi è stato il *metodo della funzione ottima* per la stima della conducibilità termica del Molibdeno. Questo è stato sviluppato e perfezionato col passare degli anni presso i Laboratori Nazionali di Legnaro. Il metodo prevede l'utilizzo dell'apparato sperimentale impiegato per le misure di emissività (illustrato in precedenza, paragrafo 3.3). Grazie alla sua particolare geometria, il crogiolo in grafite è in grado di concentrare in uno spot gran parte della potenza termica irraggiata generando un gradiente termico radiale sul disco in Molibdeno usato come provino: il centro presenterà una temperatura più alta rispetto alla periferia (Figura 3.15).

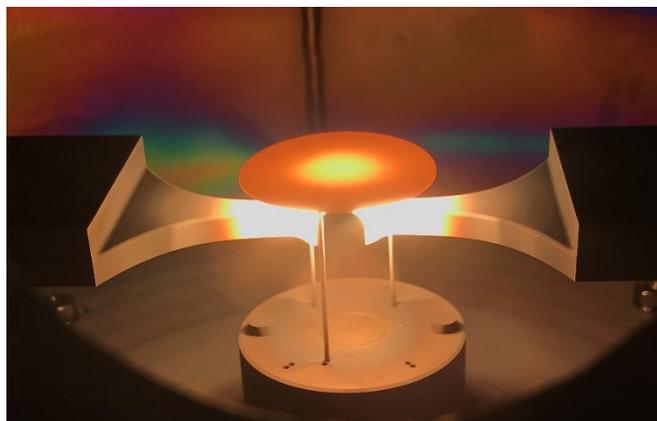


Figura 3.15 - Provino in temperatura all'interno del forno a campana ai LNL

La conducibilità termica determinerà la distribuzione di temperatura nei provini: materiali che presentano un basso valore di conducibilità termica daranno luogo ad un gradiente termico maggiore.

Il metodo utilizzato sfrutta questa differenza di temperatura consentendo di determinare la variazione di conducibilità termica in funzione della temperatura stessa. I dati ottenuti dalla prova sperimentale verranno elaborati grazie ad un modello agli elementi finiti; è fondamentale che la calibrazione del modello FEM sia corretta in modo tale che il grado di approssimazione con la realtà sia il minore possibile.

Il primo step del metodo della funzione ottima prevede la misurazione della temperatura in due punti del provino: uno al centro e uno alla periferia (come mostrato in Figura 3.16)

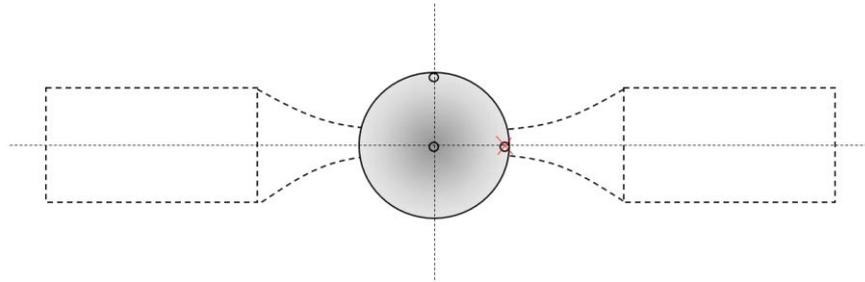


Figura 3.16 - Rappresentazione grafica dei due punti in cui viene misurata la temperatura sui campioni

Lo spot di misura della temperatura alla periferia non deve trovarsi sopra uno dei due bracci del crogiolo, altrimenti risentirebbe del calore irraggiato da questo, ma deve essere ortogonale all'asse del crogiolo stesso, per rilevare la temperatura più bassa presente sul campione. Durante l'acquisizione, il crogiolo viene alimentato da una rampa di corrente e, per ogni step, viene registrato il corrispondente valore di temperatura al centro e alla periferia del provino. In questo caso si può definire il gradiente termico presente sul disco come:

$$\Delta T = T_{centro} - T_{periferia} \quad (3.19)$$

Il Grafico 3.10 riporta un tipico esempio di andamento della temperatura misurato al centro e alla periferia al variare della corrente di alimentazione del crogiolo.

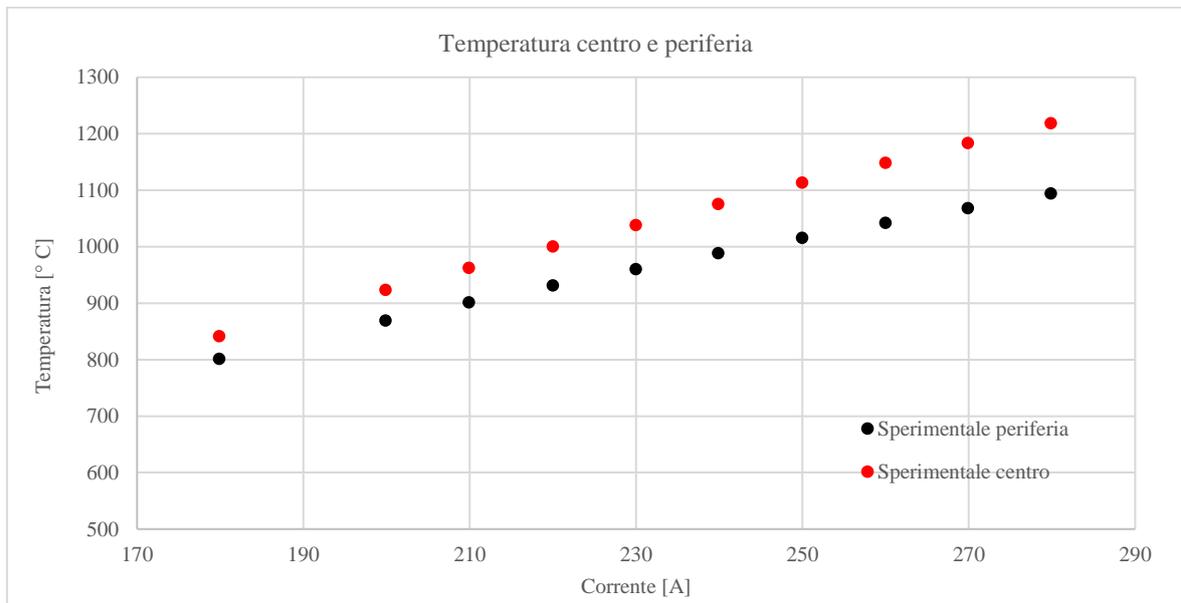


Grafico 3.10 - Andamento valori di temperatura al centro e alla periferia al variare della corrente

Una volta terminata la serie di acquisizioni delle temperature, si passa all'analisi numerica: in questo lavoro di tesi è stato impiegato il software *Ansys*, ed in particolare il pacchetto *Mechanical APDL 19.2*. L'elaborazione numerica prevede l'introduzione dei dati sperimentali dell'ambiente di simulazione; il software, tramite un

processo iterativo, modifica i valori di conducibilità termica del materiale in modo tale da far coincidere le temperature sperimentali con quelle numeriche. Il problema di ottimizzazione necessita delle seguenti variabili:

- Variabili di design: il loro valore numerico non ha dipendenza da altri parametri della simulazione e vengono modificate in modo da ottenere il design ottimale
- Variabili obiettivo: sono quelle che si cerca di ottimizzare e presentano una dipendenza da altri parametri della simulazione
- Variabili di stato: la simulazione deve rispettare determinati valori numerici che vincolano i parametri

Il sistema assume configurazioni diverse a seconda dei valori assegnati alle variabili. Per ogni set di variabili viene calcolato il valore della funzione obiettivo. Nel caso specifico della simulazione impiegata per la determinazione della costante di conducibilità termica, la funzione obiettivo è stata definita a partire dal metodo dei minimi quadrati:

$$RQ = \sum_{i=I_{min}}^{I_{max}} (TCS_i - TCN_i)^2 + (TPS_i - TPN_i)^2 \quad (3.20)$$

in cui TCS_i e TPS_i sono le temperature sperimentali misurate al centro e alla periferia del disco, mentre TPN_i e TCN_i sono le temperature numeriche degli stessi punti di misurazione. L'ottenimento di un valore corretto di conducibilità termica è confermato dalla restituzione del valore più basso possibile della funzione obiettivo RQ . Nello specifico caso in analisi, la variabile di design del materiale è la conducibilità termica, che Ansys consente di definire come funzione polinomiale della temperatura, ricorrendo ai vari termini C_i del polinomio:

$$\lambda(T) = C_0 + C_1 \cdot T + C_2 \cdot T^2 = \sum_{i=0}^2 C_i \cdot T^i \quad (3.21)$$

Il valore delle costanti C_0 , C_1 e C_2 viene modificato ad ogni iterazione in modo da rendere minimo il valore di RQ . Lo schema iterativo seguito durante il processo viene illustrato con lo schema a blocchi in Figura 3.17.

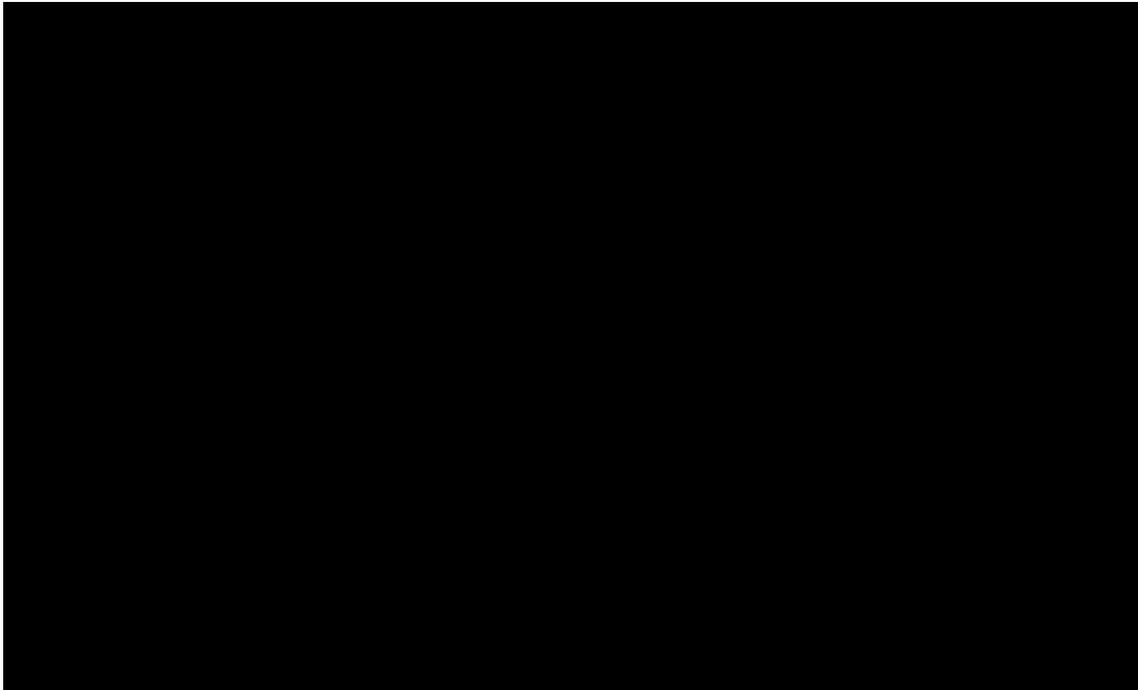


Figura 3.17 - Schema a blocchi della procedura iterativa per la ricerca del valore di conducibilità termica

3.5.2. Modellazione numerica

Il *metodo della funzione ottima*, come qualsiasi altra simulazione ad elementi finiti, richiede un modello numerico che rispecchi la realtà sperimentale entro un certo grado di approssimazione. Questo non si limita

solo a determinare la conducibilità termica, ma consente anche di poter eseguire delle stime sul comportamento del sistema. Il modello numerico sviluppato presso i Laboratori Nazionali di Legnaro è in grado di fare una previsione del gradiente termico che si verifica sul provino, a partire dalle temperature misurate. Il modello *FEM* utilizzato darà come output la distribuzione di temperatura sul campione determinando il valore di conducibilità termica in funzione della temperatura. Per arrivare ad ottenere questo risultato, il software deve calcolare le relative distribuzioni di temperatura di tutti i componenti dell'apparato sperimentale inseriti nel modello e risalire, così, al contributo termico che ognuno di essi apporta.

Il problema non è solo di natura termica: la presenza del crogiolo comporta una generazione interna di calore per effetto Joule e questo porta, quindi, anche alla risoluzione di un problema elettrico. Il modello è ulteriormente complicato dal punto di vista matematico per il fatto che le proprietà termiche e di conduzione presentano una dipendenza dalla temperatura. Si renderà quindi necessario un processo iterativo caratterizzato da un loop i cui le soluzioni del problema termico saranno l'input per il problema elettrico, fino all'ottenimento di una soluzione di convergenza.

Un ulteriore aspetto da considerare durante la costruzione del modello, che ne causa un'ulteriore complicazione matematica, è la presenza del vuoto nella camera dell'apparato sperimentale. In questa particolare condizione, lo scambio termico convettivo è totalmente assente, mentre si hanno solo fenomeni conduttivi che interessano le superfici a contatto e fenomeni di irraggiamento che interessano le superfici che non sono a contatto. Il problema numerico che riguarda la conduzione e l'irraggiamento prevede la soluzione e l'iterazione delle equazioni che governano la diffusione del calore e l'irraggiamento. In questo caso, la soluzione del problema di diffusione termica costituisce la condizione al contorno per la radiazione termica; invece le soluzioni del problema di determinazione dei flussi termici irraggiati saranno le condizioni iniziali per la conduzione nella successiva iterazione.

3.5.3. Descrizione del modello numerico [45], [46]

Una simulazione ad elementi finiti necessita di un accurato modello 3D che rappresenti i dettagli geometrici del sistema in esame. Un modello *CAD* ricco di dettagli riproduce in maniera più fedele il sistema reale ma richiede maggiori tempi di calcolo, portando a risultati di poco differenti rispetto ad un modello con geometrie semplificate in modo adeguato, che richiederà un tempo di analisi minore. Risulta quindi fondamentale, ai fini delle tempistiche di calcolo, semplificare in maniera sensata, dove possibile, le geometrie. La Figura 3.18 mostra l'evoluzione che subisce l'apparato sperimentale, dal file *CAD* 3D a quello da importare nel software per la simulazione agli elementi finiti.

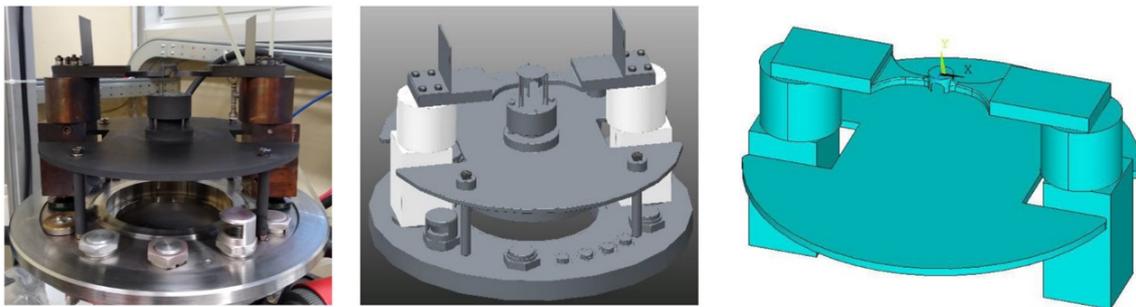


Figura 3.18 - Da sinistra, modello reale, modello CAD, e geometria semplificata per il modello FEM

Una volta definita la geometria del modello e semplificati i volumi di cui è composta, questi possono essere importati nell'ambiente di simulazione *Ansys Mechanical APDL* salvandoli del formato *IGES (Initial Graphics Exchange Specification)*. Successivamente è necessario definire la continuità tra le superfici in contatto dei vari volumi, per poter così ottenere una mesh continua. Si esegue questa operazione tramite il comando *VGLUE* che unisce le superfici in contatto selezionate. Una volta uniti i volumi, è necessario assegnare ad ogni volume la tipologia corretta di elemento per poter dare al programma tutte le informazioni che caratterizzano quel volume:

- viene impiegato l'elemento *SOLID226*, che descrive le proprietà termoelettriche, per quei componenti attraverso i quali è previsto un passaggio di corrente elettrica, come avviene per il crogiolo;
- viene assegnato l'elemento *SOLID90* a tutti gli altri volumi che non sono interessati da un passaggio di corrente, dato che l'unica variabile di interesse è la temperatura.

Svolta questa operazione di assegnazione delle varie tipologie di elementi, deve essere definita la *mesh* per ogni componente del modello geometrico. Come per il grado di dettaglio del modello *CAD*, anche in questo caso, una *mesh* molto fitta consente una precisione più accurata nell'analisi a discapito delle tempistiche di calcolo, mentre *mesh* più grossolane implicano meno precisione ma tempi di calcolo inferiori. Quindi, fatte queste considerazioni, viene scelta una *mesh* più fitta per gli elementi di maggior rilevanza ai fini del risultato della simulazione e una più grossolana per quelli di minor importanza: come si può notare in Figura 3.19, la *mesh* utilizzata sui bracci del crogiolo e sul disco è più accurata e fitta rispetto a quella del resto dei volumi, perché di maggior interesse ai fini dell'analisi. Le proprietà specifiche del materiale di ogni elemento della geometria vengono assegnate grazie ad una *macro* specifica durante la fase di *mesh*. La *macro* consente di definire la variazione delle varie proprietà del materiale in funzione della temperatura.

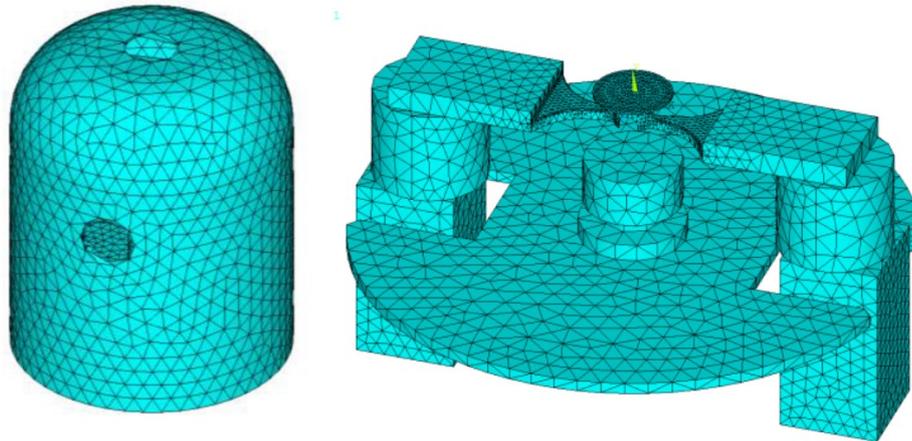


Figura 3.19 - Mesh dei volumi dei principali elementi che caratterizzano l'apparato sperimentale

Per lo svolgimento della simulazione, è necessario imporre delle condizioni al contorno relative al sistema su cui si intende svolgere l'analisi; per questo particolare sistema sono state definite le seguenti:

- la temperatura della superficie esterna della campana viene imposta costante e pari a 18°C, dovuta all'impianto di raffreddamento presente al suo esterno
- il carico di irraggiamento su tutte le superfici tra cui avviene scambio termico per irraggiamento (Figura 3.20), dipendente dall'emissività di ciascuna superficie (questo parametro è tabulato all'interno delle macro di ciascun materiale)
- la temperatura iniziale di tutti i nodi pari alla temperatura ambiente (20°C)
- il passaggio di corrente sui morsetti di rame, effettuata imponendo una tensione nulla sulla superficie inferiore di un elettrodo e il valore della corrente sull'altro (Figura 3.20).

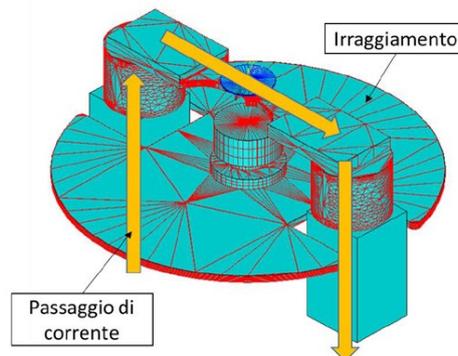


Figura 3.20 - Definizione del passaggio di corrente e imposizione del carico dovuto all'irraggiamento

3.5.4. Stima della conducibilità termica

L'apparato sperimentale presente ai Laboratori Nazionali di Legnaro non permette una stima della conducibilità termica del materiale in esame tramite un metodo diretto; come spiegato precedentemente, il metodo della funzione ottima si basa su un approccio di tipo semi-empirico, facendo uso di strumenti sia sperimentali sia numerici. Il metodo può essere diviso in due step principali: il primo prevede la misurazione dei valori di temperatura ed emissività del campione, mentre il secondo consiste nell'inserimento dei valori misurati nel modello numerico.

Di seguito vengono riportati i grafici dei parametri ottenuti dalle simulazioni *FEM* per le varie tipologie di provini:

- provino 2 40 mm Mo AM

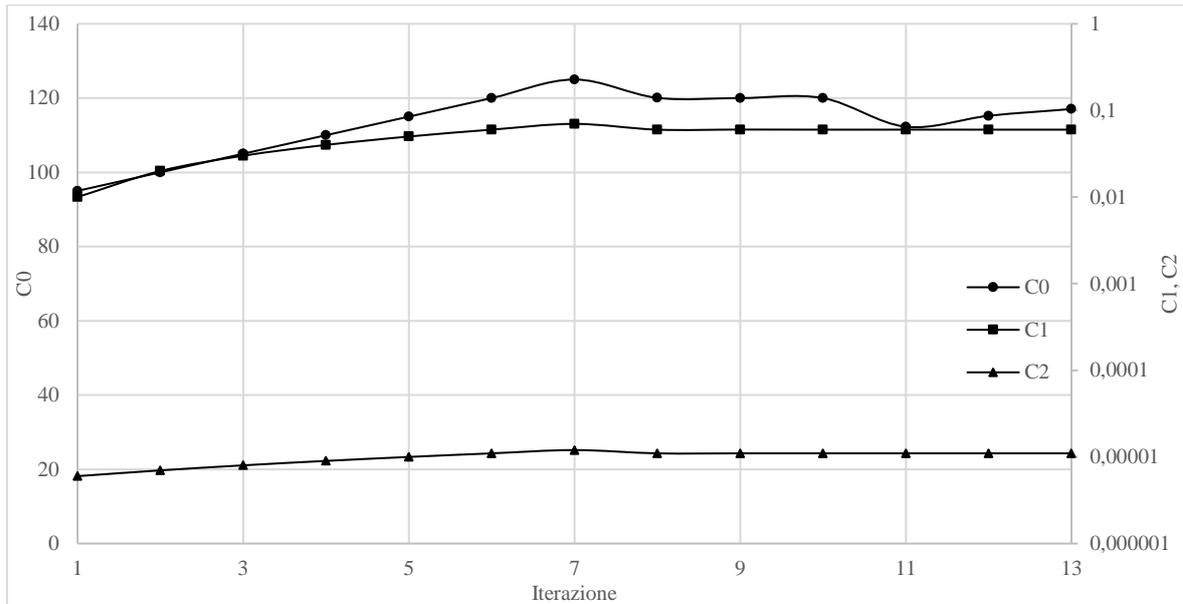


Grafico 3.11 - Variazione del valore delle costanti di conducibilità termica per ogni iterazione

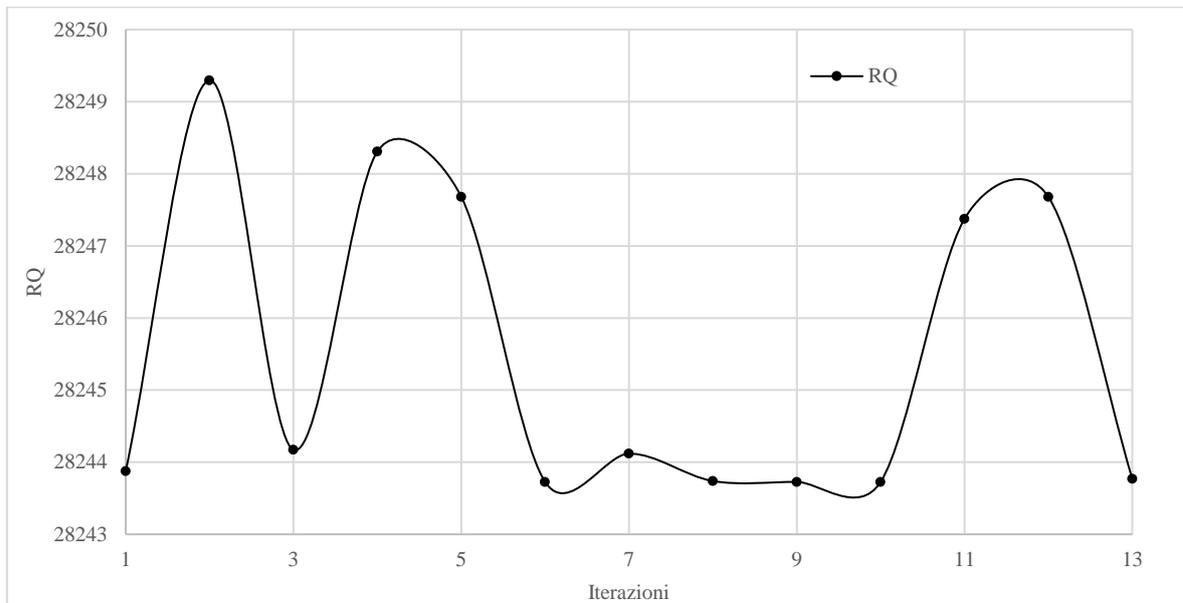


Grafico 3.12 - Variazione del valore dei minimi quadrati RQ per ogni iterazione

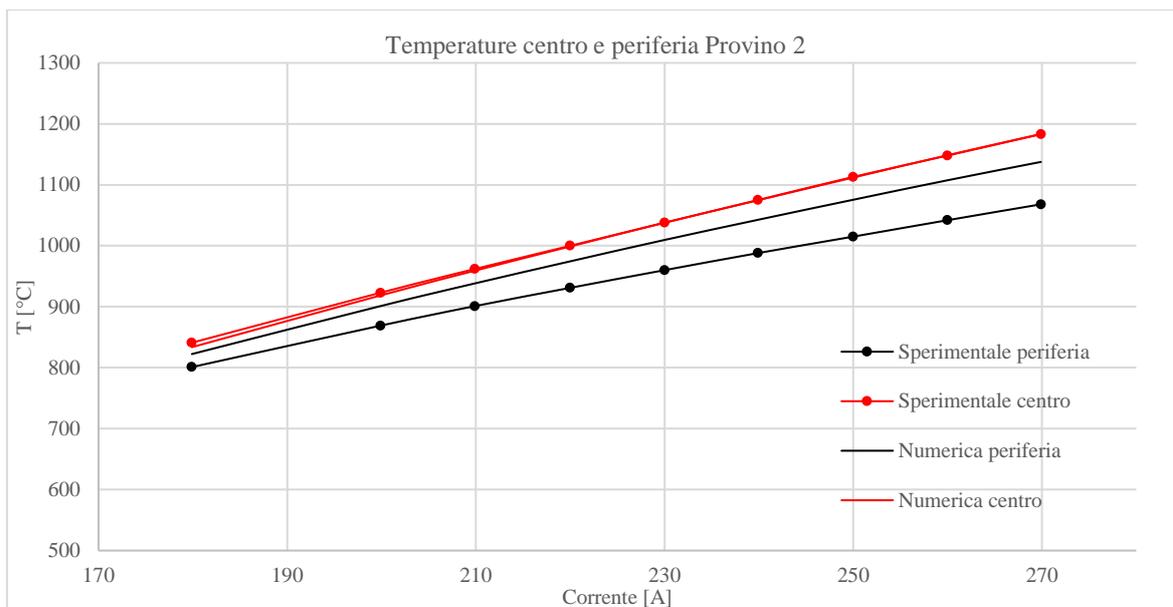


Grafico 3.13 - Comparazione tra le temperature sperimentali e quelle ottenute dalla simulazione FEM con valore di RQ minore

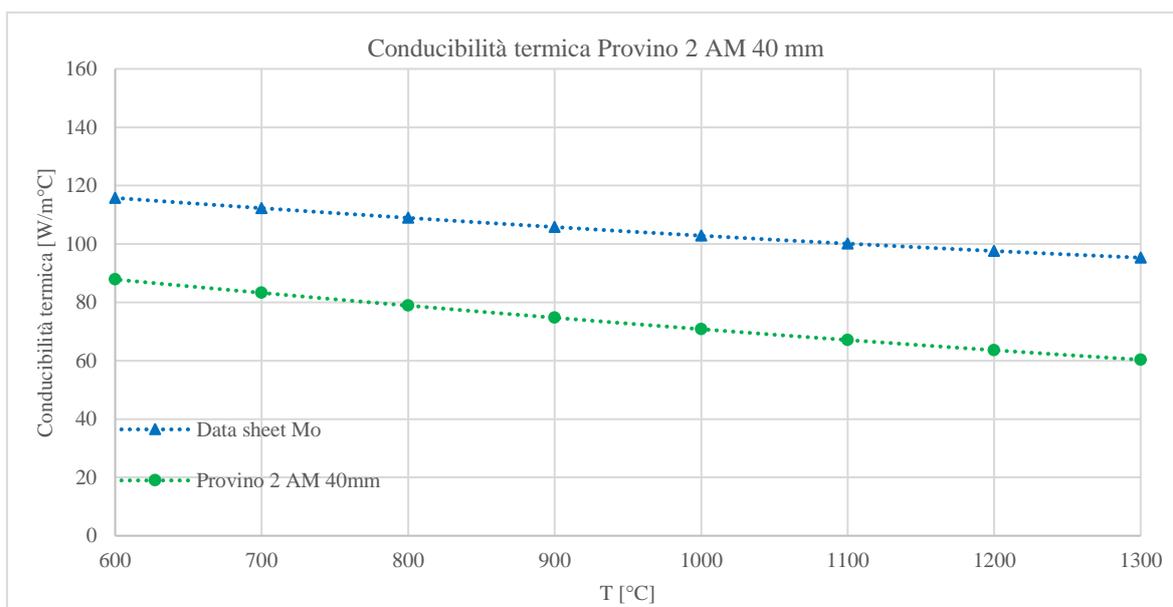


Grafico 3.14 - Confronto tra conducibilità termica da Data Sheet e quella ricavata dalla simulazione FEM

Per questo provino è possibile notare come i valori di RQ siano piuttosto bassi (Grafico 3.12), ovvero che la differenza tra le temperature rilevate sperimentalmente e quelle calcolate dal FEM (Grafico 3.13) è molto esigua. Questo significa che l'andamento della conducibilità termica ottenuta dal modello numerico è aderente alla realtà sperimentale nel *range* di temperatura considerato. Per quanto riguarda l'andamento della conducibilità termica in funzione della temperatura del provino totalmente ricristallizzato, si nota che questo è molto simile a quello fornito da *Data Sheet* del materiale standard (Grafico 3.14). La curva è leggermente più bassa per due motivi: le tensioni residue presenti nel campione e una struttura cristallina piuttosto irregolare e a grana più grossolana, rispetto a quella ottenuta tramite trafilatura, ostacolano e impediscono un'ottimale trasmissione del calore attraverso il provino stesso.

- provino 3 40 mm Mo AM

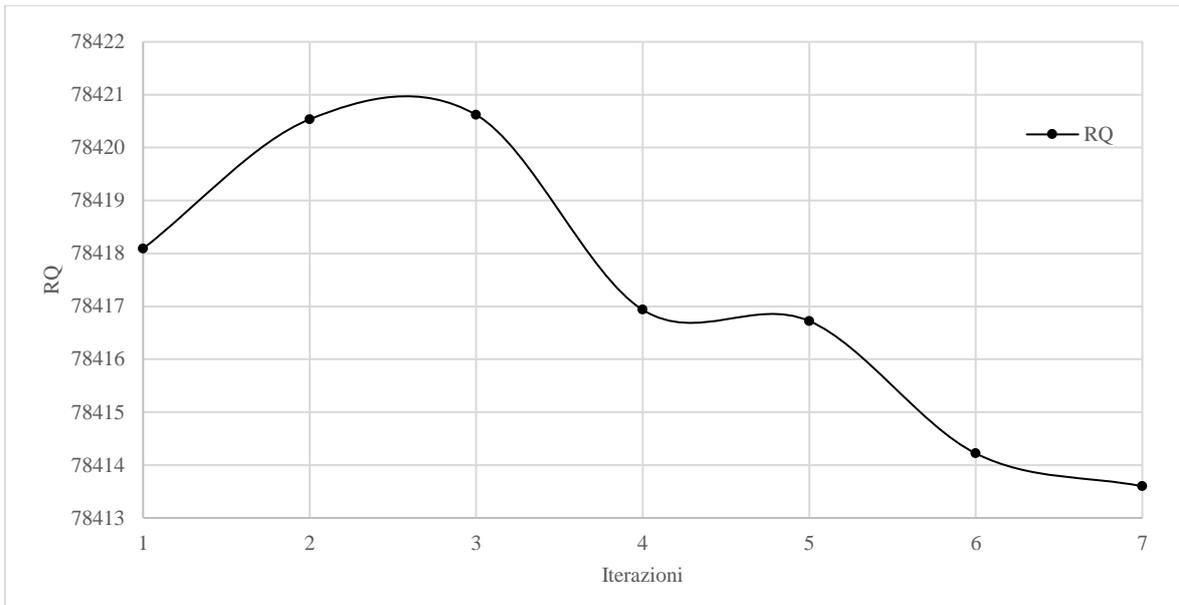


Grafico 3.15 - Variazione del valore dei minimi quadrati RQ per ogni iterazione

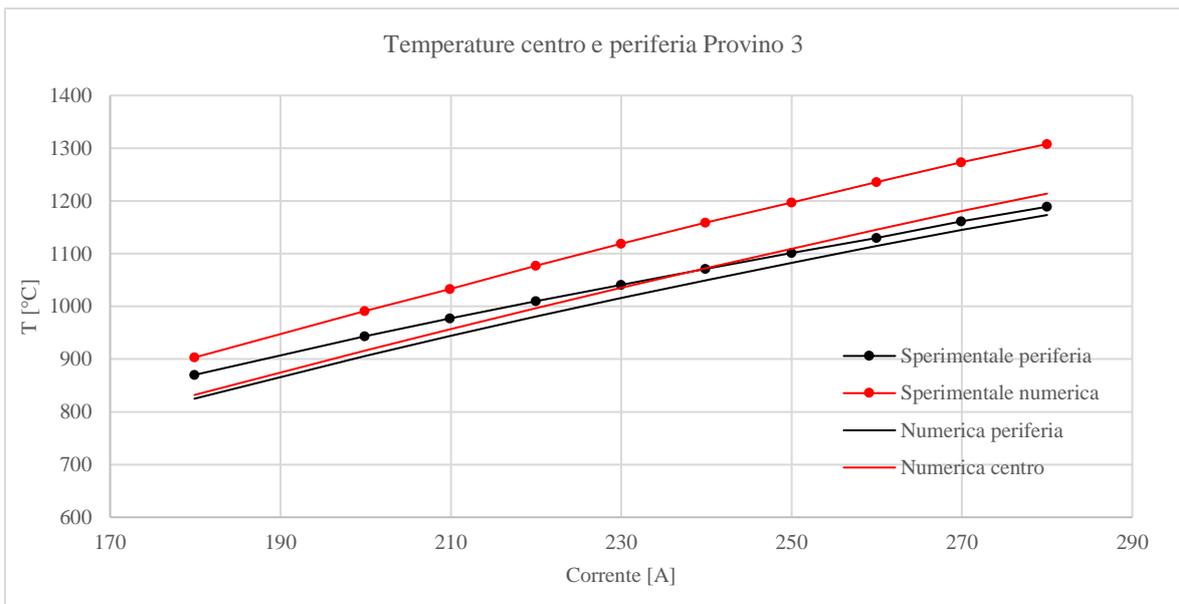


Grafico 3.16 - Comparazione tra le temperature sperimentali e quelle ottenute dalla simulazione FEM con valore di RQ minore

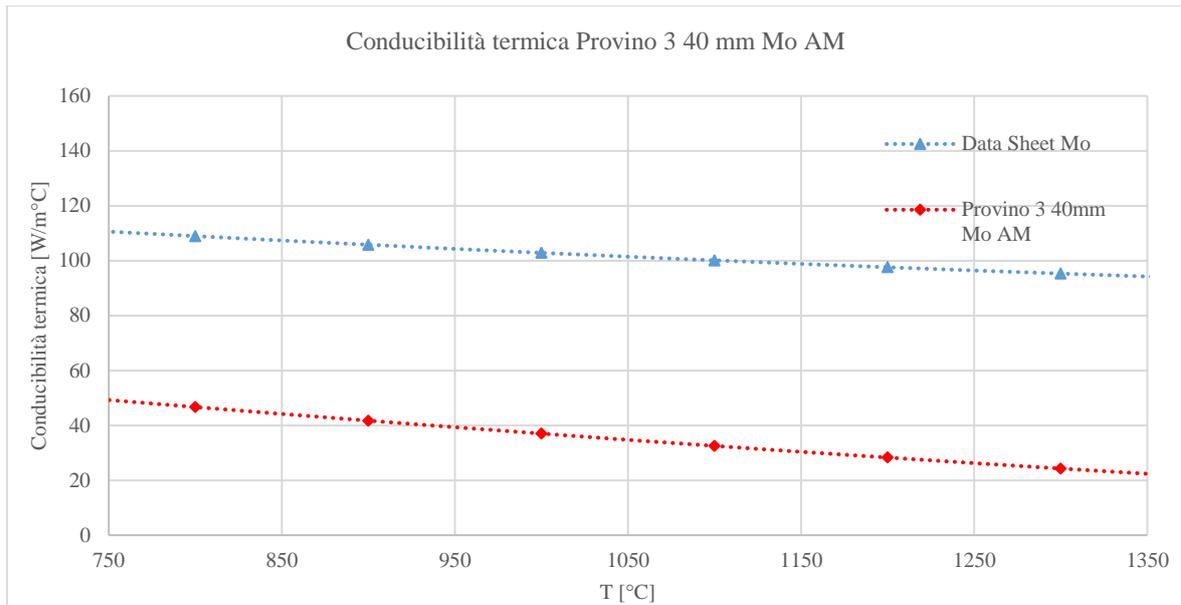


Grafico 3.17 - Confronto tra conducibilità termica da Data Sheet e quella ricavata dalla simulazione FEM

Per quanto riguarda questo provino, ovvero quello per il quale si è cercato di ottenere dati sperimentali prima dell'insorgenza del fenomeno di ricristallizzazione, il problema principale sono i valori di RQ molto elevati (Grafico 3.15). La motivazione risiede nella ingente differenza presente tra le temperature sperimentali e quelle risultanti dalla simulazione *FEM* (Grafico 3.16). Il valore elevato di RQ è sicuramente da imputare ad una raccolta dati, in fase sperimentale, non ottimale causata appunto dal voler acquisire i valori di temperatura ed emissività prima che cambiasse la struttura cristallina del campione, ovvero solamente nella prima salita della prima rampa di riscaldamento. Poiché il fenomeno di ricristallizzazione si manifesta già dal primo riscaldamento, è ragionevole affermare che l'instabilità della struttura cristallina ha comportato un cambiamento della conducibilità nel corso della prova. Dal momento che le misure di temperatura al centro e alla periferia sono state eseguite in due momenti distinti e consecutivi, è probabile che le temperature rilevate nelle ultime prove risentissero già dell'effetto di una microstruttura diversa rispetto a quella presente nelle prime rilevazioni. Il Grafico 3.17 dà comunque un'informazione qualitativa dell'andamento della conducibilità di questo provino: la forma della curva è molto simile a quella del Mo *STD*, ma è molto più bassa perché, non avendo ancora subito il processo di ricristallizzazione, i grani di forma molto piccola e irregolare (generalmente allungata) ostacolano lo scambio fononico e quindi rallentano l'aumento di vibrazioni degli atomi adiacenti e quindi il successivo aumento di temperatura.

- provino 1 30 mm Mo AM

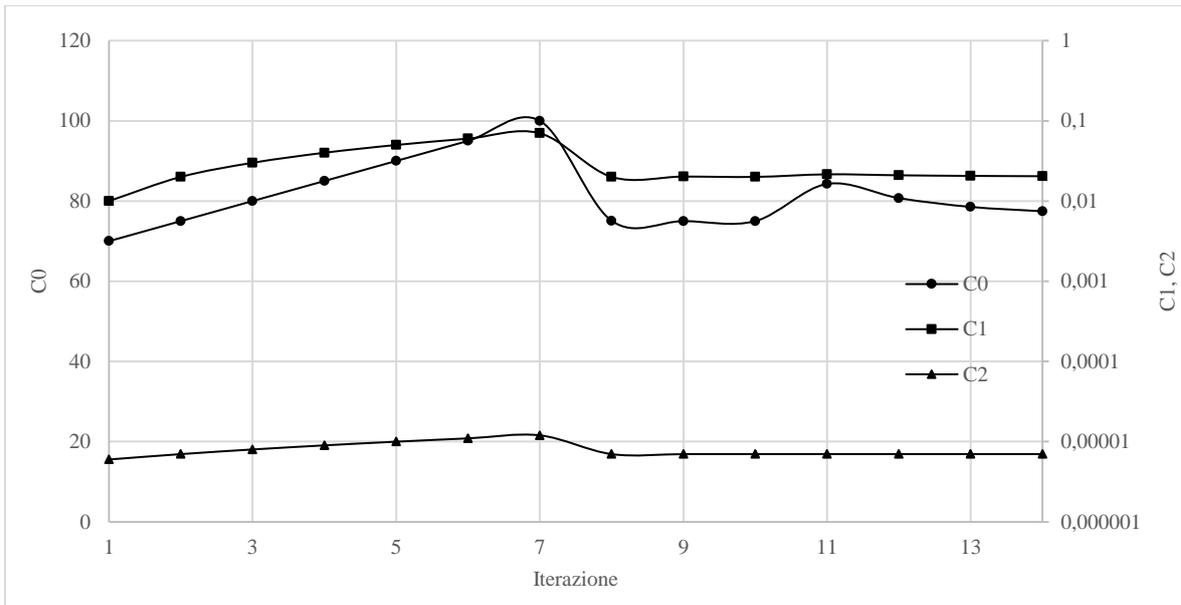


Grafico 3.18 - Variazione del valore delle costanti di conducibilità termica per ogni iterazione

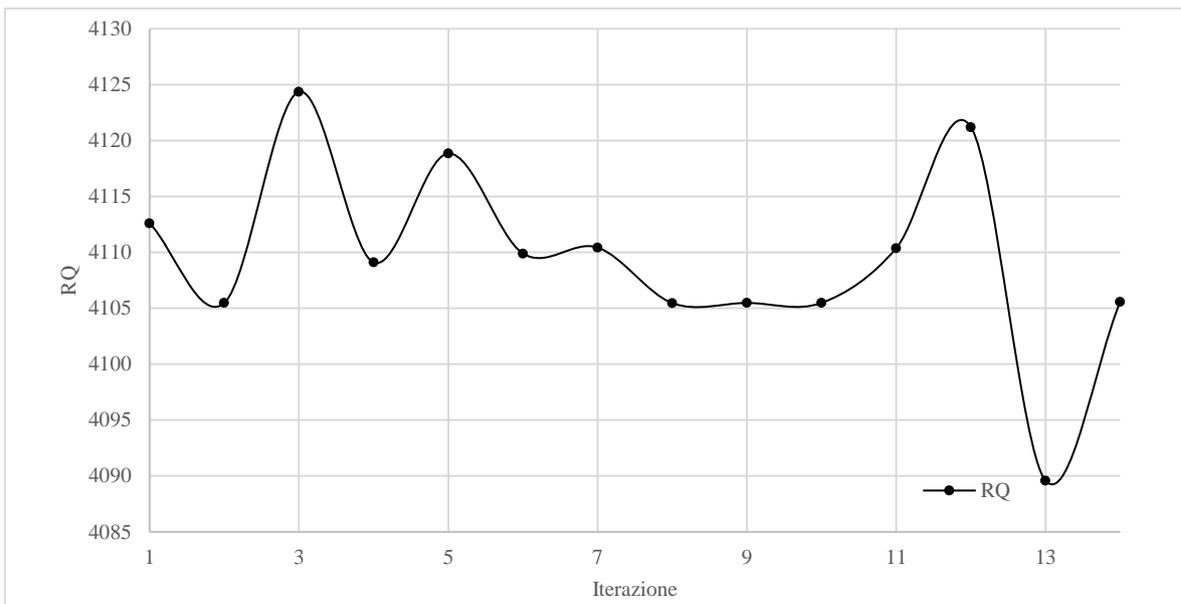


Grafico 3.19 - Variazione del valore dei minimi quadrati RQ per ogni iterazione

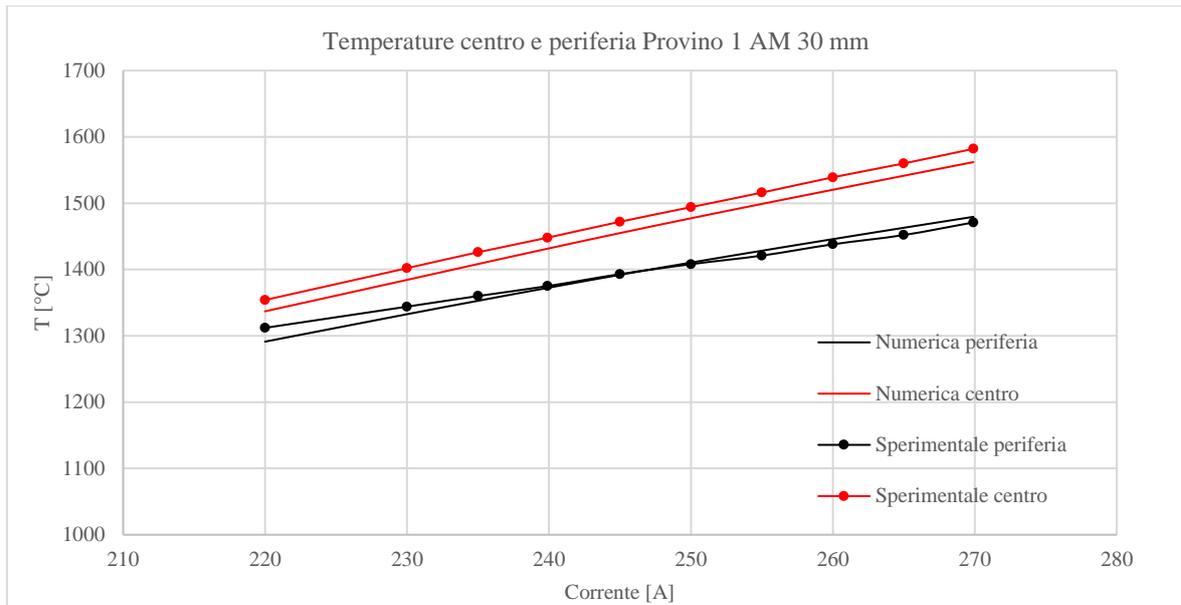


Grafico 3.20 - Comparazione tra le temperature sperimentali e quelle ottenute dalla simulazione FEM con valore di RQ minore

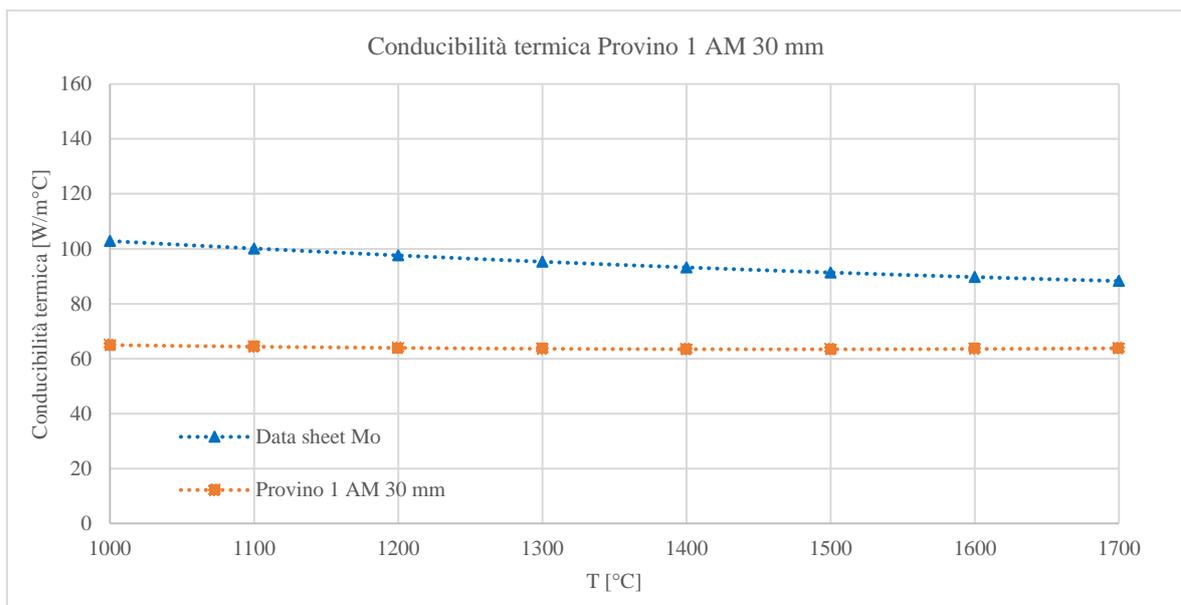


Grafico 3.21 - Confronto tra conducibilità termica da Data Sheet e quella ricavata dalla simulazione FEM

In questo caso, i valori di RQ sono leggermente più contenuti (Grafico 3.19) rispetto alle simulazioni effettuate sul provino precedente, quindi i risultati sono più attendibili. Anche in questo caso, comunque, le curve delle temperature sperimentali e numeriche non sono perfettamente sovrapponibili, in particolare quelle relative alla periferia del campione (Grafico 3.20). Questa differenza è a ancora da imputare al fatto che anche in questo caso si è cercato di effettuare le misure prima che il provino ricristallizzasse in maniera eccessiva, per avere il più possibile dei dati riferiti ad un provino di Mo AM che non abbia subito una variazione nella sua struttura cristallina. La struttura cristallina poco regolare, derivante direttamente dal processo di stampa 3D, è la principale causa della differenza tra la conducibilità termica del campione in esame e quella derivante dal *Data Sheet* del materiale standard (Grafico 3.21).

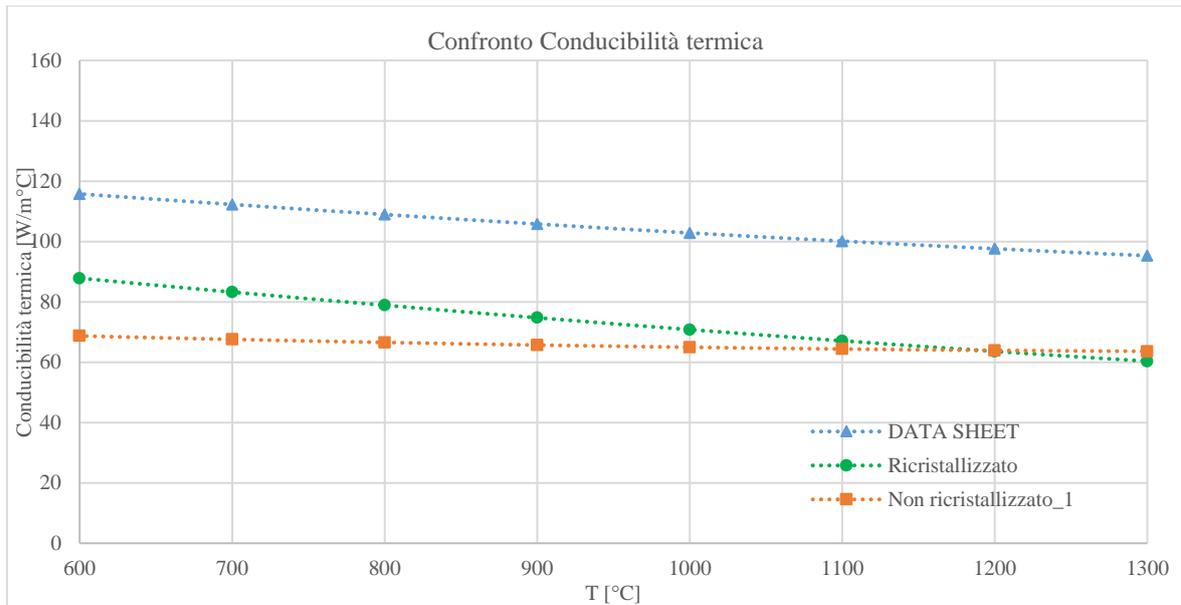


Grafico 3.22 - Confronto tra le conducibilità termiche da Data Sheet, campione ricristallizzato e campione non ricristallizzato

Il Grafico 3.22 mostra come la conducibilità termica del Molibdeno *STD* sia comunque sempre più alta rispetto a quella del Mo *AM*. Questo molto probabilmente perché la billetta da cui sono stati ricavati questi dati ha subito dei trattamenti termici post-produzione che hanno incentivato l'ordine della struttura cristallina. Il provino 1 *30 mm* ha la conducibilità termica peggiore proprio perché la sua struttura non è ricristallizzata, e quindi poco ordinata, ne limita la trasmissione delle vibrazioni. Il provino 2 invece mostra dei valori intermedi tra i due campioni precedenti, più vicini a quelli del Mo *STD* soprattutto ad alte temperature. Questo è molto importante per l'utilizzo in esercizio di un componente realizzato in Mo tramite *Additive Manufacturing*: dopo un certo tempo in temperatura, la struttura del materiale si riordina e le sue proprietà rimangono stabili nel tempo.

3.6. Temperatura limite del Molibdeno Additive Manufacturing

La sorgente al plasma deve mantenere le sue caratteristiche fisiche anche dopo un certo tempo in esercizio, non deve degradarsi. Questa è soggetta ad una temperatura di 2000°C per un periodo continuativo di circa 15 giorni: il materiale con cui è realizzata, quindi, deve essere in grado di sostenere un utilizzo ad alte temperature senza cambi di fase, modifiche della composizione o perdite di peso.

Una piena caratterizzazione del materiale passa anche per lo studio della temperatura limite che può sostenere quel materiale, correlata al tempo a quelle determinate temperature. In questo lavoro di tesi, sono stati eseguiti una serie di test per valutare il comportamento all'aumentare della temperatura del Molibdeno realizzato mediante tecnica di *Additive Manufacturing*. Per eseguire questi test è stato utilizzato un apparato sperimentale differente dai test per la stima dell'emissività e della conducibilità termica. Infatti, il forno ad alta temperatura, presente nel laboratorio *HT* dei Laboratori Nazionali di Legnaro, permette il raggiungimento di una temperatura uniforme sulla zona riscaldata così da garantire il raggiungimento della temperatura massima su tutto il provino in esame. [8]

Per questo tipo di test sono stati utilizzati dei cubetti di lato *7 mm* di Molibdeno stampato tramite *Additive Manufacturing* (Figura 3.21).



Figura 3.21 - Cubetti di Mo AM utilizzati per la stima della temperatura limite di sublimazione

3.6.1. Forno di produzione ad alta temperatura [47]

Le prove sperimentali per la stima della temperatura del Molibdeno AM sono state eseguite nel laboratorio alte temperature (HT) dei Laboratori Nazionali di Legnaro. L'apparato strumentale che è stato utilizzato (Figura 3.22) consiste in un forno in cui è riprodotto il blocco target ed è possibile accoppiare le camere standard di SPES con una procedura manuale anziché ad azionamento pneumatico. Anche questo apparato è dotato di due pompe per il vuoto, una a lobi e una turbomolecolare, di alimentatori elettrici e di connessioni per l'acqua di raffreddamento della camera. Inoltre, garantisce la possibilità di effettuare delle misurazioni tramite un pirometro.

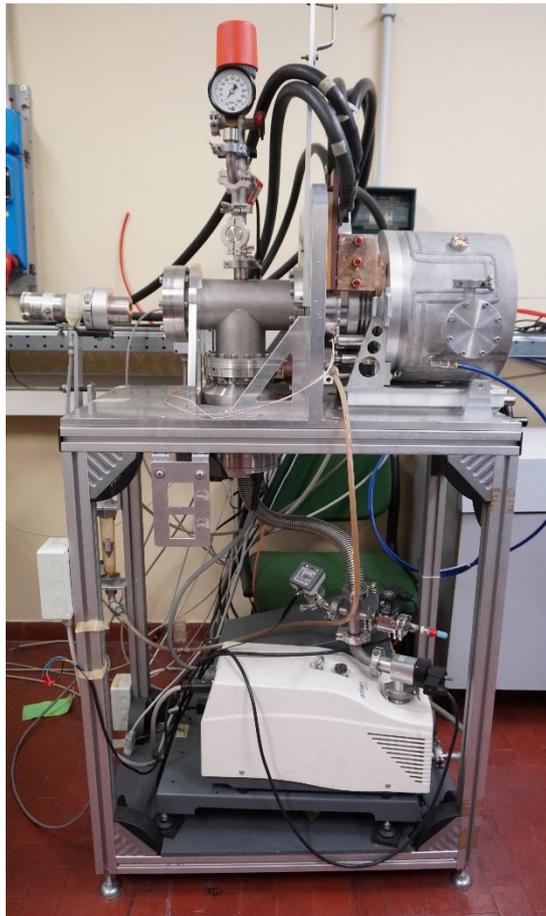


Figura 3.22 - Apparato sperimentale utilizzato per la stima della temperatura limite

Per mantenere i provini a livelli di temperature noti, è stato utilizzato il riscaldatore ohmico in tantalio in figura 3.23, costituito da un corpo cilindrico cavo lungo 100mm di diametro 20 mm. Al suo interno è collocata una scatola target in grafite a forma di cilindro cavo, all'interno della quale sono stati posizionati i provini.

La camera target utilizzata per i test e la scatola target in grafite sono mostrate in Figura 3.23. Al suo interno è stato posizionato il cubetto di Molibdeno.

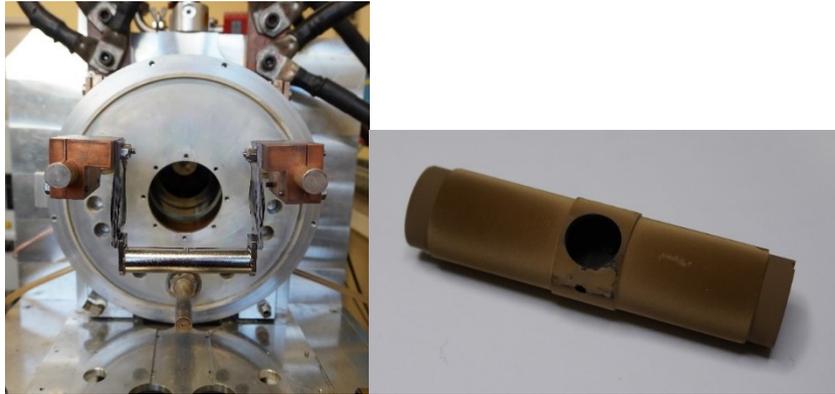


Figura 3.23 - Camera target utilizzata per i test

Anche questo forno, come quello a campana, è dotato di oblò in vetro silicato, caratterizzato da ridotto coefficiente di dilatazione termica e quindi elevata resistenza agli shock termici; questo permette di effettuare le misurazioni di temperatura tramite un pirometro esterno.

L'alimentatore utilizzato eroga una potenza massima di 10 kW (10 V e 999 A) e, tramite le apposite manopole, è possibile fornire manualmente la corrente e la differenza di potenziale desiderati. Il forno è gestito da un PLC che controlla il vuoto, il circuito di raffreddamento del piatto e gli alimentatori. Prima di procedere con l'accensione della corrente elettrica è necessario che il vuoto e la portata del circuito di raffreddamento siano nei range di sicurezza stabiliti.

3.6.2. Test sul Molibdeno

Nei seguenti grafici vengono riportati, in funzione della temperatura, il peso finale del campione di Mo dopo ogni prova in temperatura (Grafico 3.23) e le variazioni relative e percentuali della perdita di peso del provino di Mo (Grafico 3.24).

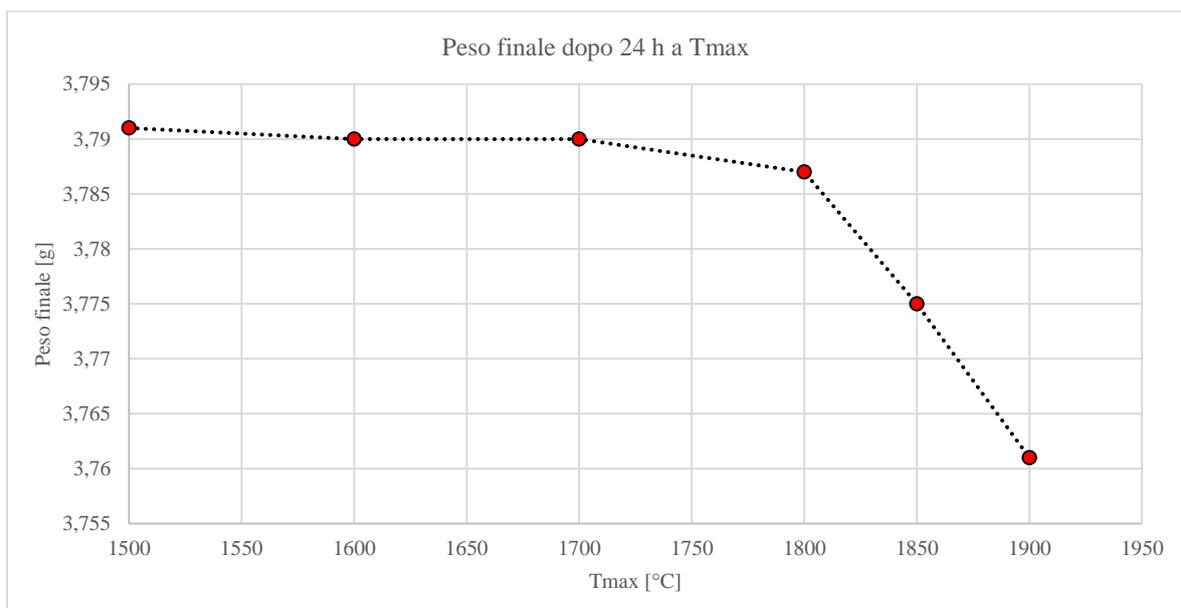


Grafico 3.23 - Peso finale del campione dopo 24 h a temperatura massima

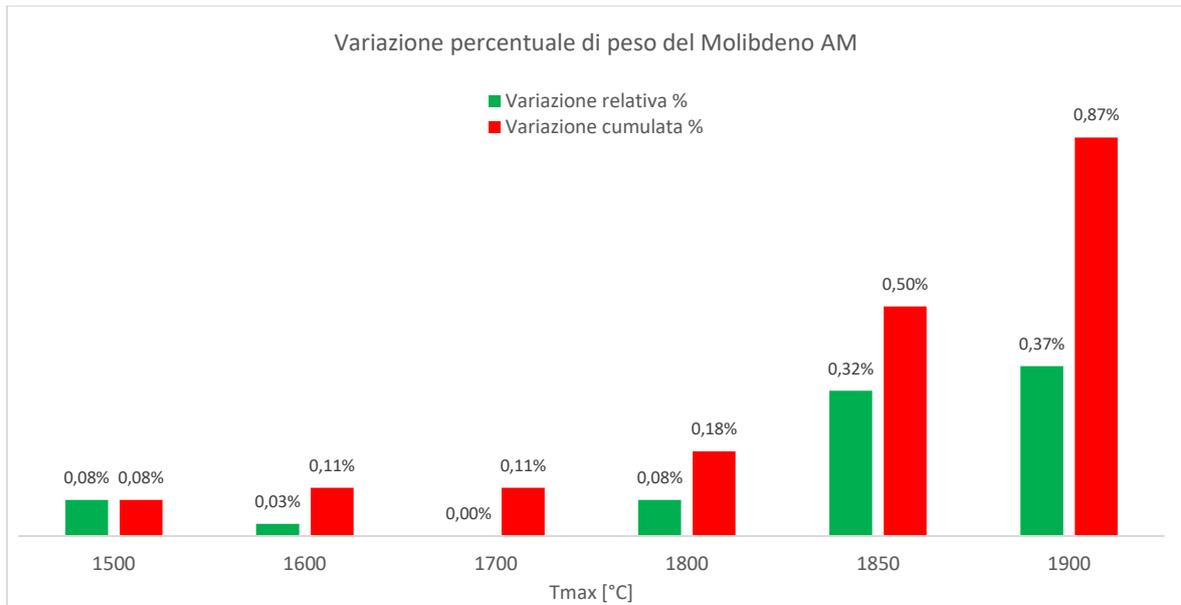


Grafico 3.24 - Variazione percentuale di peso del provino di Mo AM dopo ogni prova in temperatura

Come si può osservare, fino a 1900°C non si registra una sostanziale perdita di peso del campione utilizzato. Le ultime due diminuzioni di peso sono probabilmente da imputare ad una carburizzazione del Mo a contatto con la grafite, come si può vedere dalla Figura 3.24. Per ovviare questo problema e poter valutare l'eventuale perdita di peso a temperature più elevate si suggerisce di ripetere i test rivestendo le superfici interne della scatola in grafite con un foglio di Molibdeno o Tantalio, in modo tale da evitare il contatto diretto tra il provino e la grafite.

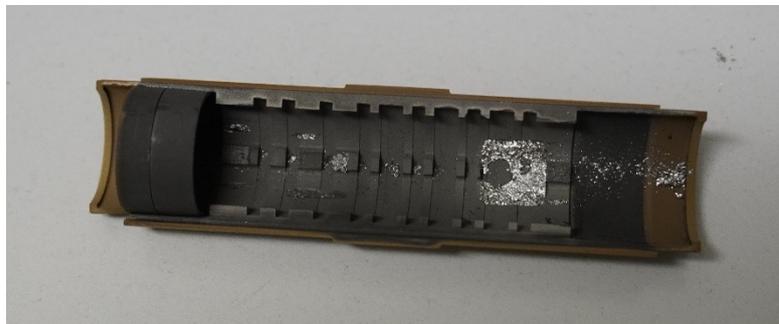


Figura 3.24 - Carburizzazione del Mo all'interno della box graphite

3.7. Conclusioni

La caratterizzazione termica del Mo AM ha portato alla conoscenza dei valori di emissività spettrale ed emisferica globale sia dopo l'insorgenza del fenomeno della ricristallizzazione sia prima che questo avvenisse: si è osservato come l'emissività dei provini non ricristallizzati sia più bassa rispetto ai campioni con grani più grandi e omogenei ed una struttura cristallina più ordinata. Il fenomeno importante rilevato ai fini di un utilizzo del materiale per la costruzione di sorgenti al plasma, è che, una volta che il materiale ricristallizza, la sua emissività, seppur più alta, rimane costante, suggerendo che dopo alcuni cicli termici di transizione, la struttura cristallina, e quindi anche le proprietà del materiale si stabilizzano.

Per quanto riguarda la conducibilità termica si è osservato che la ricristallizzazione porta questa proprietà verso valori più alti, non raggiungendo comunque quelli del Mo STD. Questa osservazione è molto importante in fase di utilizzo del materiale in esercizio: durante la progettazione bisogna tenere conto che un materiale con un'elevata conducibilità termica tende ad espellere velocemente il calore dal proprio volume, rispetto ad un

materiale più isolante. Questo andrà ad incidere sulla potenza riscaldante necessaria per mantenere il componente in temperatura.

I test effettuati per la stima della temperatura limite del Mo *AM* non hanno evidenziato una sostanziale diminuzione di peso. Per poter salire ancora con la temperatura, e quindi essere più vicini al *range* di utilizzo in esercizio, è necessario adottare alcuni accorgimenti durante le prove, come ad esempio l'interposizione di un foglio di Mo tra il provino e la scatola in grafite.

CAPITOLO 4. Caratterizzazione strutturale del Molibdeno AM

4.1 Introduzione

In questo capitolo verranno presentate le prove che sono state eseguite per svolgere una completa caratterizzazione strutturale del Molibdeno realizzato tramite tecnologia di *Additive Manufacturing*. I test in questione sono delle prove di trazione, a temperatura ambiente e successivamente a temperatura più elevata, di provini con una forma *a doppio T* o *osso di cane*. L'obiettivo di questa caratterizzazione, attraverso le prove di trazione, è quello di ricavarsi i parametri standard forniti da questo tipo di test: la curva *sforzo-deformazione* del materiale, dalla quale sarà possibile ricavarsi il modulo elastico E , il coefficiente di Poisson ν , la deformazione ε , la tensione di snervamento $\sigma_{S,0.2}$ e di rottura σ_R .

4.2 Stato dell'arte

Precedentemente a questo lavoro di tesi, sono state svolte delle prove di trazione a temperatura ambiente presso i laboratori del Dipartimento di Ingegneria Industriale (DII) a Padova. I test sono stati effettuati con campioni di Mo standard e di Mo *Additive Manufacturing*, per evidenziarne le differenze e fare un confronto tra i provini realizzati con due diverse tecnologie di produzione.

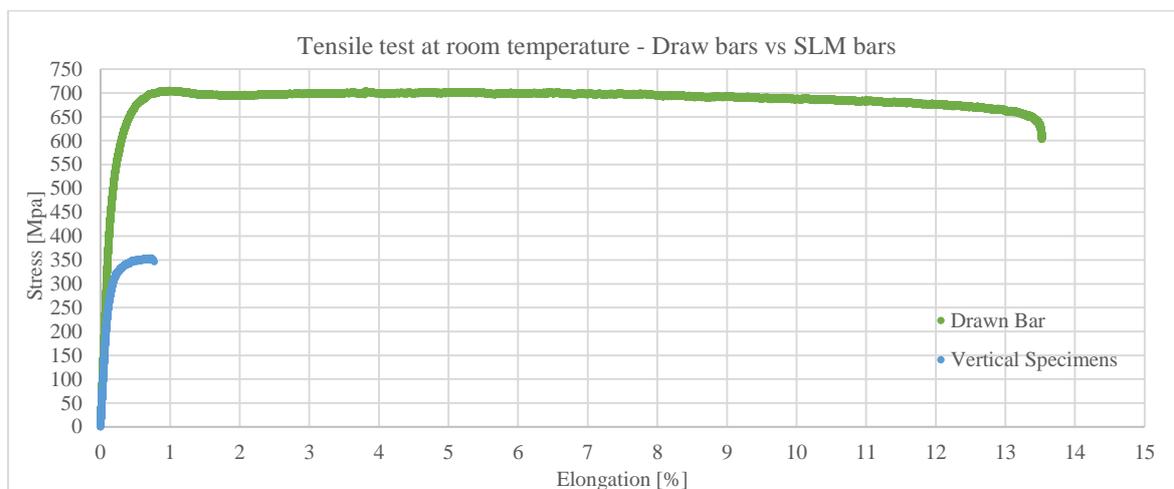


Grafico 4.1 - Confronto tra provini in Mo AM e Mo STD

In particolare, sono state effettuate tre prove con dei provini ricavati da una barra trafilata di Molibdeno, tre prove con provini realizzati tramite *Additive Manufacturing*, stampati in direzione verticale, e tre provini *Additive Manufacturing* stampati in direzione orizzontale.

Come si può notare dal Grafico 4.1, i provini ricavati da Mo standard hanno una resistenza allo snervamento e alla rottura che è chiaramente più alta rispetto a quelli realizzati mediante la stampa 3D, addirittura con un fattore circa 2 di differenza.

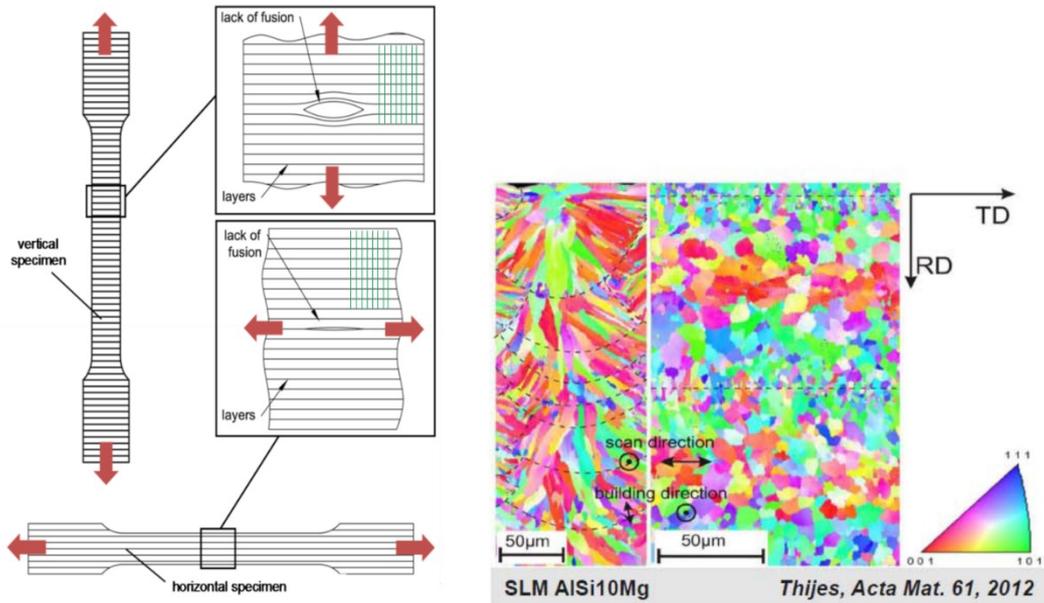


Figura 4.1 - A sinistra, vengono indicate le direzioni di stampa dei due provini con la disposizione dei grani; a destra, i cristalli dell'Aisi10Mg prodotto tramite SLM, visti con la diffrazione da retrodiffusione elettronica [48]

La differenza, invece, tra le due tipologie di provini realizzati con tecnica AM è ancora più evidente (Grafico 4.2): si presenta addirittura un cambio di ordine di grandezza a favore dei provini stampati in direzione verticale. La motivazione di questa disparità di prestazione tra le due tipologie di provini risiede nella microstruttura degli stessi, come si può notare dalla Figura 4.1 a destra: osservando i campioni con la diffrazione da retrodiffusione elettronica (EBSD) è possibile notare come i cristalli di forma allungata, simili a fibre, siano disposti seguendo la direzione di stampa (linee verdi nella Figura 4.1 di sinistra), quindi con i bordi grano disposti in direzione longitudinale. Andando a sottoporre i provini a prove di trazione, nel caso del provino stampato orizzontalmente, si andrà ad applicare la forza nella direzione sfavorevole rispetto alle fibre ed incentivandone la separazione e l'apertura di eventuali micro-cricche; nel caso invece del provino realizzato in direzione verticale, la forza applicata avrà un effetto benefico sulla chiusura e sulla compattazione delle fibre e delle cricche. Il problema, quindi, non è l'eventuale separazione tra *layer* e *layer*, come sarebbe lecito immaginare, ma la disposizione dei bordi grano. Per il motivo appena presentato, in questo lavoro di tesi è stato deciso di realizzare e sottoporre a prove di trazione solamente i campioni più prestazionali, ovvero quelli realizzati con una direzione verticale.

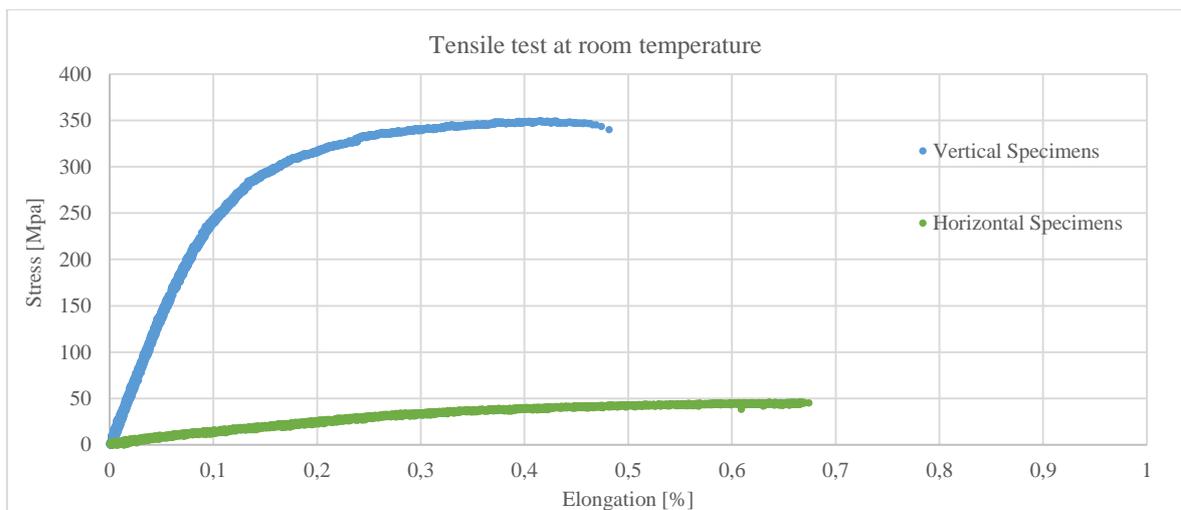


Grafico 4.2 - Confronto tra i provini in Mo AM stampati in direzione verticale e in direzione orizzontale

La letteratura ci offre dei dati affidabili su alcuni parametri del Mo standard in funzione della temperatura: in particolare ci interessano i valori di *modulo elastico* [49] (Grafico 4.3), *coefficiente di Poisson* (Grafico 4.4) e *coefficiente di dilatazione termica* [50] (Grafico 4.5).

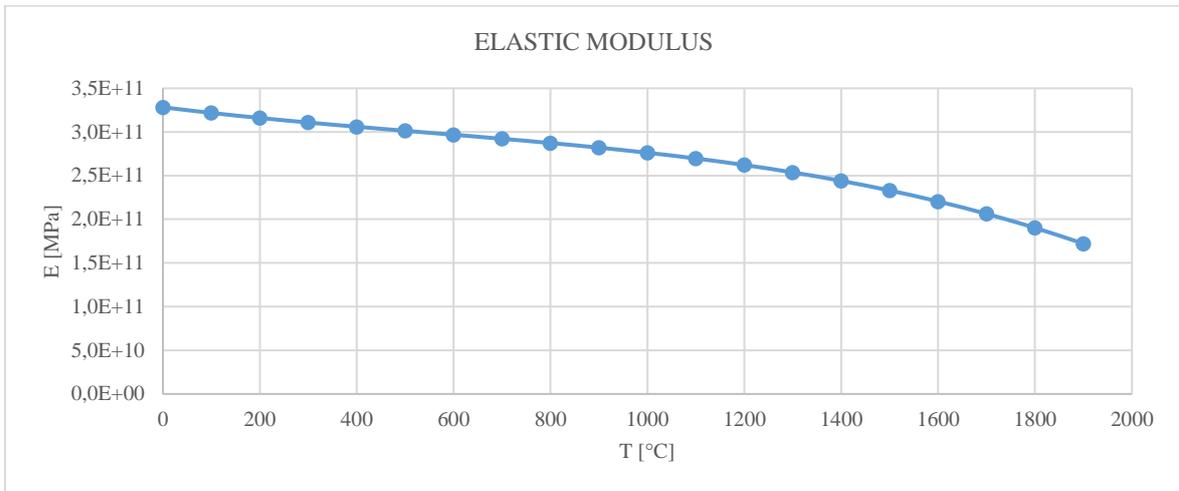


Grafico 4.3 - Andamento di E in funzione della temperatura del Mo STD

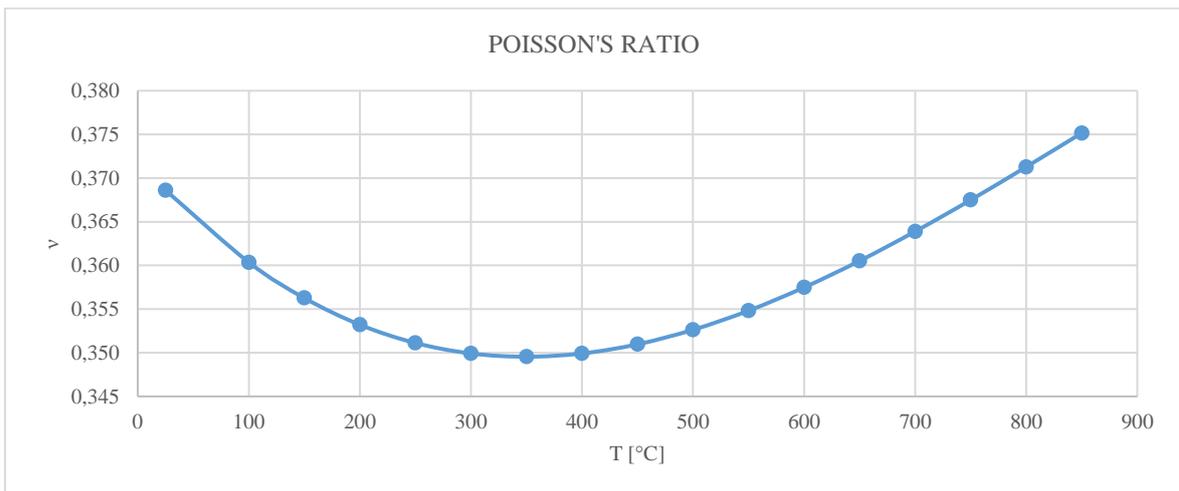


Grafico 4.4 - Andamento di ν in funzione della temperatura del Mo STD

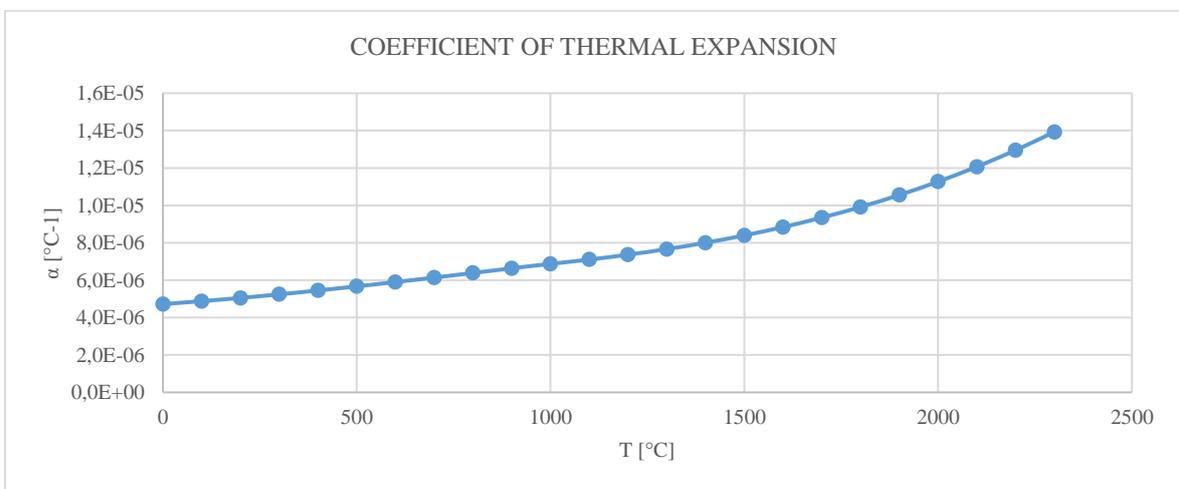


Grafico 4.5 - Andamento di α in funzione della temperatura del Mo STD

Osservando come i provini di Mo AM si siano comportati in maniera così diversa dal Mo standard già a temperatura ambiente nelle prove di trazione, è lecito pensare che la differenza sia evidente anche con l'aumentare della temperatura. Per poter quindi ricavare l'andamento dei parametri precedenti al variare della temperatura, si è reso necessario eseguire delle prove di trazione in temperatura.

Non è stato possibile eseguire questo tipo di test ai Laboratori Nazionali di Legnaro, ma ci si è dovuti affidare ad un'azienda esterna, TEC-Eurolab, con sede in provincia di Modena. Presso questa azienda, i macchinari disponibili offrivano la possibilità di eseguire le prove fino ad una temperatura di 1000°C: per i problemi successivamente presentati nel paragrafo 4.4, è stato deciso di eseguire solamente le prove a temperatura ambiente (o *room temperature* - *RT*), per allinearsi con i dati precedentemente ottenuti nei Laboratori di Padova, e a 600°C. Ogni prova è stata ripetuta tre volte per dare una notazione statistica allo studio.

4.3 Produzione dei campioni

La geometria dei campioni utilizzati per le prove di trazione a caldo è stata concordata con l'azienda TEC-Eurolab che dispone dell'apparato sperimentale per effettuare i test. La geometria è stata realizzata secondo la normativa ASTM E21 (Figura 4.1).

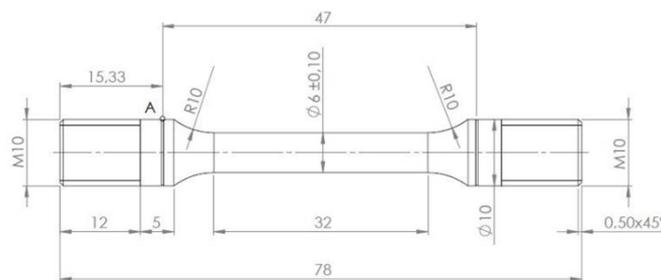


Figura 4.2 - Disegno tecnico del provino realizzato per le prove di trazione

Una volta definita la geometria del campione si è passati alla fase di produzione: i provini sono stati realizzati nel laboratorio del DIAM nella sezione dell'INFN di Padova.

Come indicato in precedenza, i campioni sono stati stampati in verticale per assicurare delle caratteristiche meccaniche più elevate. Si è reso necessario stampare il numero totale dei provini in due *tranche* per permettere una maggior attenzione durante il periodo di stampa e per la capacità ridotta della tramoggia della polvere di Molibdeno. In Figura 4.3 si possono notare i provini stampati sulla piattaforma di rame. Verranno successivamente sottoposti ad un taglio ad elettroerosione per essere separati dalla piattaforma stessa.



Figura 4.3 - Provini in Mo AM stampati al DIAM su una piattaforma in rame

La lavorazione successiva eseguita sui campioni è stata quella della filettatura (Figura 4.4). Questa lavorazione, come il taglio ad elettroerosione, è stata eseguita nell'officina meccanica dei Laboratori Nazionali di Legnaro. Il tratto utile del provino è stato stampato senza uno strato di sovrametallo e non verrà ripreso alle macchine utensili. Questo perché si è deciso di testare i provini nella condizione più vicina possibile al componente (anodo) che poi andrà in esercizio, che non subirà appunto nessuna lavorazione e verrà messo in opera *as built*.



Figura 4.4 - Provini in Mo AM filettati nelle officine del LNL

4.4 Studio preliminare su problematiche ossidative

Come si vedrà in seguito, una delle caratteristiche fondamentali dell'apparato sperimentale presente presso TEC-Eurolab è il fatto di svolgere le prove in atmosfera, e non in vuoto. Questa tipologia di setup potrebbe portare alla formazione di ossido da parte dei campioni di Molibdeno, che può influenzare significativamente la validità dei risultati, in quanto la resistenza del provino risulta compromessa. Si è reso quindi necessario eseguire uno studio preliminare sulla formazione di ossido su alcuni campioni di Molibdeno realizzato tramite *Additive Manufacturing*. Per eseguire i test si è utilizzato un forno elettrico a muffola presente nel laboratorio di chimica ai Laboratori Nazionali di Legnaro (Figura 4.5)



Figura 4.5 - Forno elettrico a muffola presente nel laboratorio di chimica dei LNL

I test sono stati eseguiti utilizzando dei piccoli cilindri di diametro e altezza 9 mm o dei cubetti di lato 9 mm di Molibdeno AM, che sono stati lasciati alla temperatura massima della rampa per un tempo continuativo di 2 ore. Per poter osservare a quale temperatura la formazione di ossido sulla superficie dei campioni risultava considerevole, sono stati eseguiti test a partire dalla temperatura di 200°C, facendo poi 400°C, 600°C, 800°C, ed infine 1000°C. Nelle immagini seguenti, scattate successivamente ad ogni prova in temperatura nel forno, si può notare che a 200°C non si è sviluppata nessuna formazione di ossido (Figura 4.6); il campione che ha stazionato a 400°C presenta una leggera brunitura (Figura 4.7), così come il provino portato a 600°C (Figura 4.8). All'apertura del forno del test con il campione portato a 800°C si è notata la formazione di triossido di Mo (MoO_3) sottoforma di *pulviscolo* diffuso all'interno del forno stesso; inoltre, il campione cilindrico presentava una diminuzione di peso superiore al 50% (Figura 4.9). Per il test a 1000°C si è riscontrata la totale evaporazione del campione, lasciando solamente l'ossido sottoforma di micro-cristalli (Figura 4.10); all'interno del forno non era più presente il pulviscolo di ossido come nella prova precedente. Questa problematica, come anticipato in precedenza, ha portato alla decisione di non eseguire le prove di trazione a temperature superiori a 600°C.



Figura 4.6 - Provino riscaldato a 200°C: prima (a sinistra) e dopo (a destra)

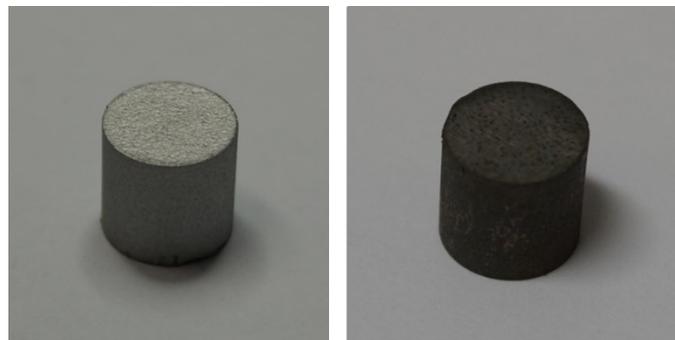


Figura 4.7 - Provino riscaldato a 400°C: prima (a sinistra) e dopo (a destra)



Figura 4.8 - Provino riscaldato a 600°C: prima (a sinistra) e dopo (a destra)



Figura 4.9 - Provino riscaldato a 800°C: prima (a sinistra) e dopo (a destra)



Figura 4.10 - Il provino portato a 1000°C completamente evaporato

	m_{pre} [g]	m_{post} [g]	variazione %
200°C	5,567	5,567	0%
400°C	5,65	5,667	0,30%
600°C	5,051	5,066	0,30%
800°C	5,94	2,777	-53,20%
1000°C	3,961	0,03	-99,20%

Tabella 4.1 - Perdite di peso percentuali tra prima e dopo il riscaldamento

4.5 Apparato sperimentale presso TEC-Eurolab

Nella seguente immagine (Figura 4.11) viene mostrato il *setup* della macchina di trazione presso i laboratori dell'azienda TEC-Eurolab per la prova a temperatura ambiente. Si possono notare il provino in Mo AM in posizione avvitato agli afferraggi della macchina stessa e i bracci dell'estensometro che andranno ad appoggiarsi successivamente al provino.

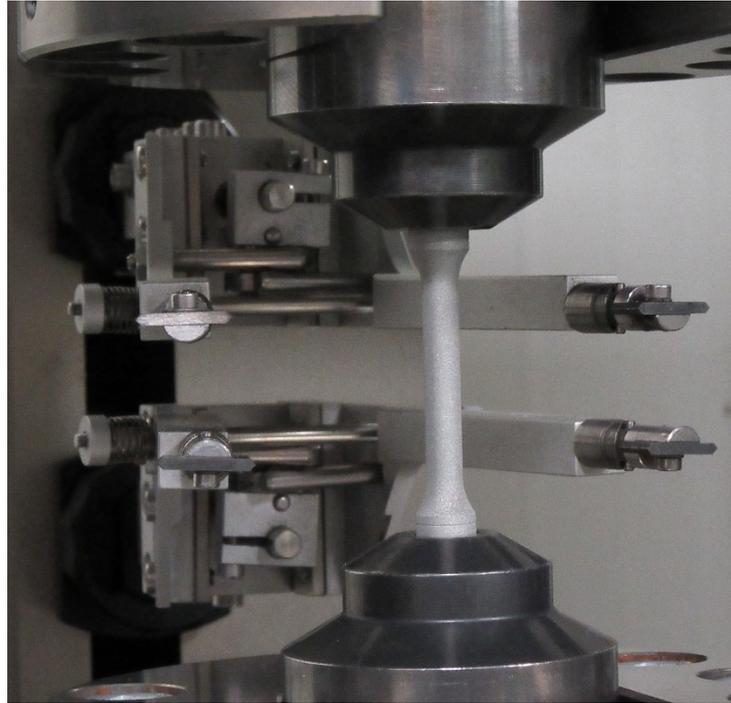


Figura 4.11 - Setup macchina di trazione presso TEC-Eurolab (cortesia di TEC-Eurolab)

Per le prove di trazione in temperatura, il *setup* subisce delle variazioni: la macchina di trazione è racchiusa all'interno di un forno ricoperto internamente da materiale refrattario per il mantenimento della temperatura e viene adottato un estensometro di tipo ottico.

4.6 Risultati

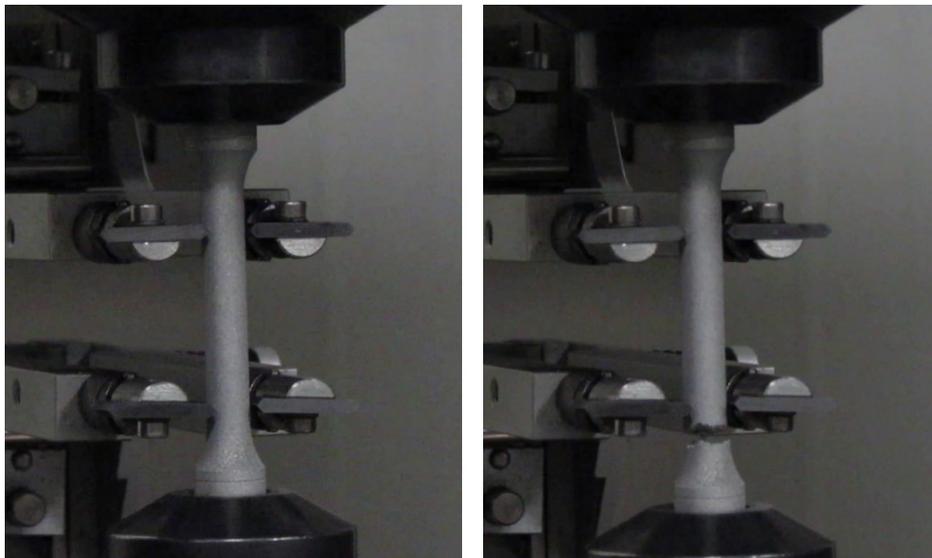


Figura 4.12 - Due frame raffiguranti il provino in tensione e il momento della rottura

Presso i laboratori di TEC-Eurolab sono state svolte delle prove a temperatura ambiente, in particolare tre (per dare una notazione statistica alla trattazione), per potersi allineare e poter confrontare i risultati con le prove analoghe svolte presso i laboratori del Dipartimento di Ingegneria Industriale a Padova. Di seguito (Grafico 4.6) vengono riportati i risultati di entrambe le prove: si può notare come siano sovrapponibili, data l'esigua differenza tra i due andamenti.

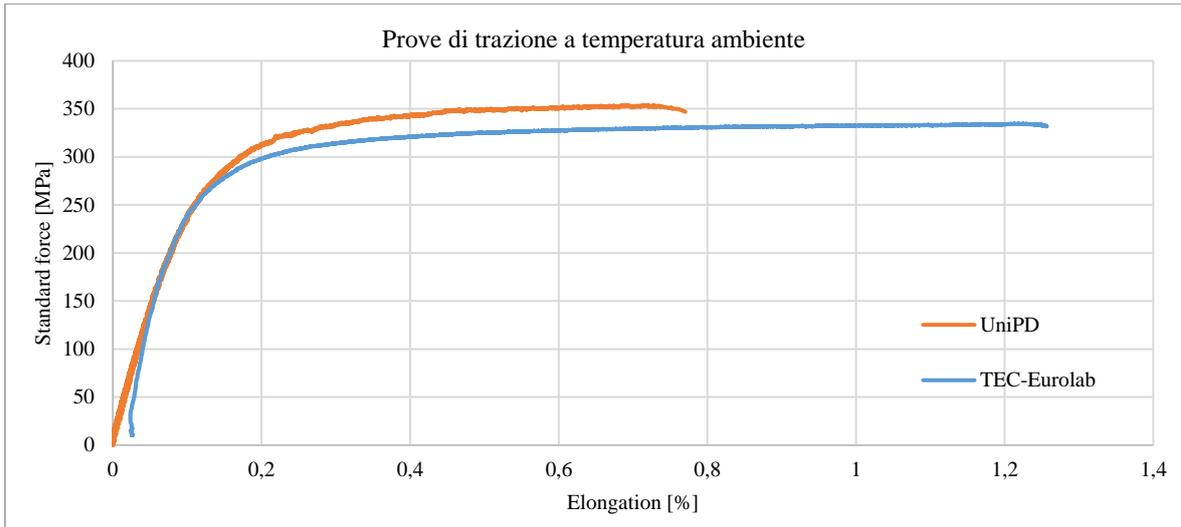


Grafico 4.6 - Confronto tra le prove di trazione eseguite all'UniPD e presso TEC-Eurolab

Nel grafico seguente invece (Grafico 4.7), è riportato il confronto tra i risultati ottenuti dalle prove a temperatura ambiente (*room temperature* – RT) e quelle svolte alla temperatura di 600°C. Si può notare come le proprietà del materiale siano decisamente inferiori per i provini che hanno subito la prova di trazione in temperatura. Rispetto al Molibdeno *STD*, il modulo elastico è dimezzato, mentre le tensioni di snervamento e rottura sono abbattute di un fattore 3. Rispetto invece al Mo *AM* testato a temperatura ambiente, mediamente, modulo elastico, tensione di snervamento e di rottura hanno subito un abbassamento del 30% (Tabella 4.2). In Figura 4.13 è possibile notare un provino rotto dopo una prova a RT.

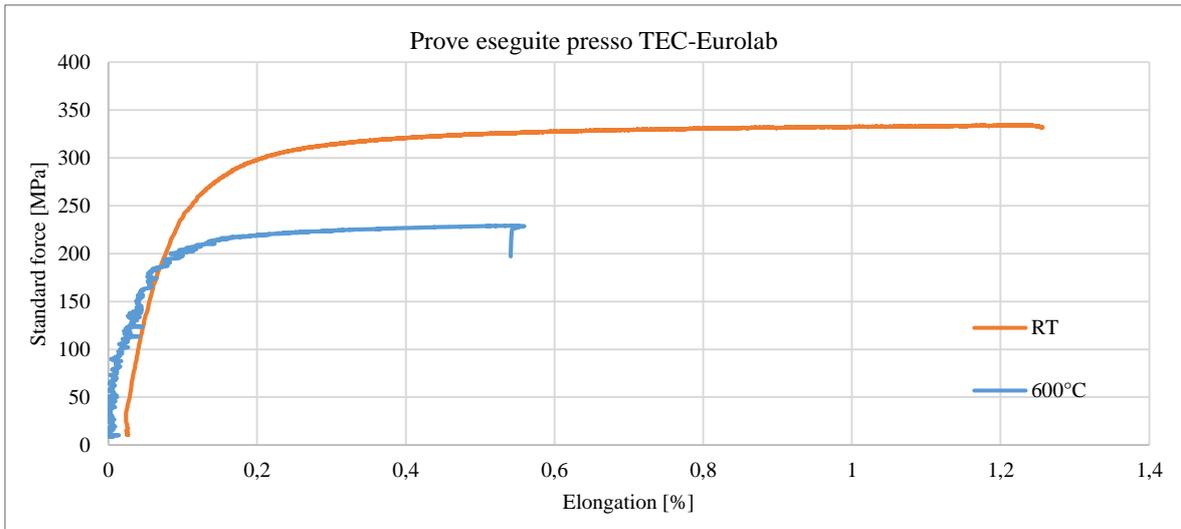


Grafico 4.7 - Confronto tra le prove eseguite a temperatura ambiente (RT) e a 600°C

	Mo <i>STD</i> RT	Mo AM RT	Mo AM 600°C
E [GPa]	363	270	183
$\sigma_{S,0.2}$ [MPa]	627	317	222
σ_R [MPa]	695	335	229

Tabella 4.2 - Valori di modulo elastico, tensione di snervamento e di rottura



Figura 4.13 - Provino rotto dopo la prova a RT

4.7 Conclusioni

In conclusione, è stato utile effettuare le prove di trazione in temperatura per il Mo AM per notare come degradano le proprietà meccaniche rispetto alle prove a temperatura ambiente. La soluzione ottimale sarebbe quella di poter programmare delle prove a temperature più elevate, visto il *range*, a cui è soggetta la sorgente al plasma, ovviamente non in atmosfera, ma sfruttando delle macchine che realizzino il vuoto attorno alla prova di trazione. In questo modo si potrebbe aumentare notevolmente la temperatura della prova per verificare il comportamento del Mo fino a 2000°C, ossia nel *range* di temperatura di funzionamento dei componenti che si intende realizzare per SPES.

Conclusioni

Il progetto *SPES* dei Laboratori Nazionali di Legnaro dell'Istituto Nazionale di Fisica Nucleare ha come 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 in carburo di uranio genera tali ioni. Inizialmente, e poi in un secondo momento, verranno utilizzate altre tipologie di materiali, prima per testare la *facility* e poi per la produzione di specie esotiche di interesse per la fisica e per la medicina nucleare.

Gran parte dei componenti che costituiscono l'intera *facility* sono sottoposti a condizioni estreme di utilizzo: in queste determinate condizioni, il progettista delle varie parti ha bisogno di essere a conoscenza di tutte le proprietà termo-fisiche e strutturali dei materiali impiegati. In particolare, la sorgente di ionizzazione al plasma è un assieme di una ventina di componenti, costruita con materiali refrattari lavorati con tecniche di produzione tradizionali, che deve resistere ad altissime temperature, intorno ai 2000°C , per una durata continuativa di circa 15 giorni. Tali condizioni di utilizzo sono molto gravose per il componente in questione: per questo è utile conoscere in maniera dettagliata il comportamento del materiale che lo costituisce e poter quindi procedere con una progettazione adeguata. Inoltre, visto il numero elevato di piccoli componenti di cui dispone una sorgente al plasma e gli standard di tolleranza richiesti molto elevati, diventa difficoltoso produrre queste parti tramite tecnologie tradizionali di produzione come l'asportazione di truciolo e successiva saldatura.

Il presente lavoro di tesi si inserisce nel contesto del progetto *SPES* con l'obiettivo di studiare le caratteristiche termiche e strutturali del Molibdeno prodotto tramite tecnologie di *Additive Manufacturing* per le applicazioni ad altissima temperatura esposte in precedenza. L'idea è quella di poter realizzare la sorgente di ionizzazione con il Mo stampato 3D per poter realizzare delle geometrie molto complesse ed evitare procedure di assemblaggio e accoppiamenti piuttosto difficili tra i componenti. 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, i parametri ricercati sono l'emissività spettrale ad $1\ \mu\text{m}$ ed emisferica globale, la conducibilità termica e la temperatura limite di sublimazione.

Per la stima dell'emissività sono stati riscaldati nell'apparato sperimentale presente ai LNL, dei provini di Mo *AM* a forma di disco di diametro $30\ \text{mm}$ e $40\ \text{mm}$ e di spessore circa $1\ \text{mm}$; tramite l'impiego di pirometri che lavorano con la modalità *two-color*, è stato possibile misurare l'emissività spettrale ad $1\ \mu\text{m}$. I campioni hanno rivelato valori intorno allo 0,25 ai primi riscaldamenti, mentre un valore superiore, circa 0,4, dopo qualche ciclo di riscaldamento. Tale differenza è dovuta alla ricristallizzazione del materiale che avviene dopo un certo tempo di permanenza oltre i 1100°C . Si è notata inoltre una dipendenza dei valori di emissività spettrale dalla finitura superficiale dei provini: finiture più grossolane della superficie, e quindi valori di rugosità più elevati, portano a *range* di emissività più alti.

I valori di emissività spettrale sono inoltre serviti per potersi calcolare, tramite trattazione analitica, l'emissività emisferica globale del materiale in funzione della temperatura. Questa, assieme al gradiente termico radiale sviluppato sui campioni grazie ad uno spot di grafite ad altissima temperatura, è servita da input per la stima della conducibilità termica tramite il metodo della funzione ottima, implementato nel pacchetto *Mechanical APDL 19.2* di *Ansys*. Anche per questo parametro si è notata una dipendenza dalla struttura cristallina del materiale: il provino sul quale sono state eseguite le misurazioni prima dell'insorgenza del fenomeno della ricristallizzazione presenta valori di conducibilità termica piuttosto bassi al variare della temperatura; la curva invece si alza quando si va ad analizzare il campione che è rimasto in temperatura più a lungo e quindi presenta una struttura cristallina più ordinata. Entrambi queste curve sono comunque più basse di quella del Mo ricavato da una barra trafilata. Tale effetto è dovuto al fatto che quest'ultimo ha subito dei trattamenti termici post-produzione che hanno permesso una microstruttura più regolare e uniforme del materiale. Questi risultati sono da tenere in considerazione in fase di progettazione perché influiscono sulla potenza elettrica riscaldante necessaria per mantenere in temperatura la sorgente: un materiale con una elevata conducibilità termica smaltisce meglio il calore, raggiungendo quindi temperature più basse a parità di potenza dissipata per effetto Joule

Per quanto riguarda la stima della temperatura limite di sublimazione del Mo *AM* si è proceduto a mantenere un campione in temperatura per una durata continuativa di $24\ \text{h}$, a step di temperatura via via più alti, avvicinandosi il più possibile a quella di esercizio della sorgente al plasma. Tra una prova e l'altra è monitorato il peso del campione per osservarne o meno una diminuzione: non si sono rilevate perdite sostanziali di peso fino alla temperatura massima di 1950°C . Negli ultimi riscaldamenti è vero che la massa del campione è calata (una

variazione percentuale sempre minore dello 0,4%), ma questo è da imputare ad un fenomeno di carburizzazione del Mo a contatto con la *scatola in grafite*. Per poter effettuare test a più alte temperature si rende necessaria l'interposizione di foglio di Molibdeno o Tantalio tra il campione stesso e la grafite, per avere delle misure del peso non affette da altri fenomeni.

Per la caratterizzazione strutturale del Mo *AM*, l'obiettivo prefissato era quello di ottenere l'andamento di parametri come il modulo elastico E , il coefficiente di Poisson ν , la deformazione ε , la tensione di snervamento $\sigma_{S,0.2}$ e di rottura σ_R in funzione della temperatura, eseguendo delle prove di trazione a temperature via via sempre maggiori. Il macchinario per le prove presso TEC-Eurolab, azienda in collaborazione con la quale sono state svolte le prove, prevedeva lo svolgimento del test in atmosfera e non in vuoto. Questa particolarità ha portato a svolgere presso i LNL dei test preliminari per osservare il fenomeno dell'ossidazione nel Mo *AM*. I test hanno evidenziato un'ingente formazione di triossido di Mo (MoO_3) ed una vistosa perdita di peso del provino (più del 50%) già nella prova ad $800^\circ C$. Nella prova a $1000^\circ C$ l'ossidazione e degradazione del materiale è stata addirittura totale. Per questo motivo è stato possibile eseguire le prove di trazione solamente a temperatura ambiente, per allinearsi a prove precedentemente fatte presso i laboratori del DII a Padova e a $600^\circ C$. Le prove hanno evidenziato una diminuzione del modulo elastico a $600^\circ C$ del 50% rispetto al Mo *STD* e del 30% rispetto al Mo *AM*, entrambi testati a temperatura ambiente. Le tensioni di snervamento e di rottura del materiale portato a $600^\circ C$ sono abbattute di un fattore 3 rispetto al Mo *STD* e più basse del 30% rispetto al Mo *AM*, testati a temperatura ambiente.

Un importante sviluppo futuro che potrebbe essere intrapreso presso i LNL è la costruzione di una macchina da trazione in vuoto: questo permetterebbe di ovviare al problema principale della formazione di ossido e permetterebbe così il raggiungimento di temperature molto più elevate di quelle raggiunte in questo lavoro di tesi e che si potrebbero raggiungere quelle effettive di utilizzo della sorgente di ionizzazione al plasma.

Appendice A – Macro dei materiali utilizzati

Di seguito sono riportate le macro dei materiali utilizzate per le simulazioni *FEM*

PROVINO 2 Mo AM (RICRISTALLIZZATO)

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

!*****
!Molibdenum

!*****
!create by
!Nicola Baccini
!University of Padova
!Phone: +39 3289455733
!e-mail: nicola.baccini@yahoo.it
!*****
!
!Ver. 1.0 - 9 Sept 2009
!*****

!PREP7

Mo=33          !material number in the ANSYS library
MPDELE,ALL,Mo

!*****
!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)
!*****

!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,

!Electrical resistivity table [ohm m]
MPDATA,RSVX,Mo, 1,    4.9147E-08,    7.3993E-08,    9.9298E-08,
MPDATA,RSVX,Mo, 4,    1.2505E-07,    1.5122E-07,    1.7780E-07,
MPDATA,RSVX,Mo, 7,    2.0478E-07,    2.3214E-07,    2.5986E-07,
MPDATA,RSVX,Mo, 10,   2.8792E-07,    3.1632E-07,    3.4503E-07,
```

MPDATA,RSVX,Mo, 13,	3.7404E-07,	4.0333E-07,	4.3288E-07,
MPDATA,RSVX,Mo, 16,	4.6269E-07,	4.9273E-07,	5.2299E-07,
MPDATA,RSVX,Mo, 19,	5.5345E-07,	5.8410E-07,	6.1492E-07,
MPDATA,RSVX,Mo, 22,	6.4589E-07,	6.7700E-07,	7.0823E-07,

!*****

!THERMAL CONDUCTIVITY

!Composition: 99.95%

!Note: well-annealed with residual resistivity of 0.167 uohm-cm;

!error is 4% near RT, 4-10% at others

!Reference: Thermophysical Properties of Matter, v1,

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

!*****

!Temperature table [°C]

MPTEMP !erase previous table

MPTEMP, 1,	0,	100,	200,
MPTEMP, 4,	300,	400,	500,
MPTEMP, 7,	600,	700,	800,
MPTEMP, 10,	900,	1000,	1100,
MPTEMP, 13,	1200,	1300,	1400,
MPTEMP, 16,	1500,	1600,	1700,
MPTEMP, 19,	1800,	1900,	2000,
MPTEMP, 22,	2100,	2200,	2300,

!Thermal conductivity table [W/m°C]

MPDATA,KXX,Mo, 1,	1.3904E+02,	1.3505E+02,	1.3106E+02,
MPDATA,KXX,Mo, 4,	1.2711E+02,	1.2322E+02,	1.1944E+02,
MPDATA,KXX,Mo, 7,	1.1578E+02,	1.1228E+02,	1.0895E+02,
MPDATA,KXX,Mo, 10,	1.0580E+02,	1.0285E+02,	1.0012E+02,
MPDATA,KXX,Mo, 13,	9.7601E+01,	9.5305E+01,	9.3229E+01,
MPDATA,KXX,Mo, 16,	9.1369E+01,	8.9720E+01,	8.8270E+01,
MPDATA,KXX,Mo, 19,	8.7006E+01,	8.5910E+01,	8.4962E+01,
MPDATA,KXX,Mo, 22,	8.4138E+01,	8.3411E+01,	8.2750E+01,

!*****

!HEMISPHERICAL TOTAL EMISSIVITY

!note: polished; 25% error

!Reference: Ricavata supponendo un andamento uguale a quello trovato in letteratura per il Mo standard nel libro: Radiant Properties of Materials: Tables of Radiant Values for Black Body and real Materials, Sala A., 1986

!*****

!Temperature table [°C]

MPTEMP !erase previous table

MPTEMP, 1,	600,	650,	700,
MPTEMP, 4,	750,	800,	850,
MPTEMP, 7,	900,	950,	1000,
MPTEMP, 10,	1050,	1100,	1150,
MPTEMP, 13,	1200,	1250,	

!Emissivity table

MPDATA,EMIS,Mo, 1,	0.057886828664,0.066539482139,0.075559314270,
MPDATA,EMIS,Mo, 4,	0.084965039776,0.094729514930,0.104825074288,
MPDATA,EMIS,Mo, 7,	0.115225818056,0.123467309429,0.128917699874,
MPDATA,EMIS,Mo, 10,	0.134282444263,0.139517052820,0.144578631613,
MPDATA,EMIS,Mo, 13,	0.149426523914,0.154045301847,

!*****

!DENSITY

!calculated from the linear expansion

!*****

!Temperature table [°C]

! MPTEMP	!erase previous table			
! MPTEMP, 1,	00,	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,	

!Density table [Kg/m^3]

! MPDATA,DENS,Mo, 1,	1.0203E+04,	1.0188E+04,	1.0172E+04,
! MPDATA,DENS,Mo, 4,	1.0156E+04,	1.0140E+04,	1.0124E+04,
! MPDATA,DENS,Mo, 7,	1.0107E+04,	1.0089E+04,	1.0071E+04,
! MPDATA,DENS,Mo, 10,	1.0052E+04,	1.0033E+04,	1.0012E+04,
! MPDATA,DENS,Mo, 13,	9.9907E+03,	9.9681E+03,	9.9444E+03,
! MPDATA,DENS,Mo, 16,	9.9194E+03,	9.8931E+03,	9.8654E+03,
! MPDATA,DENS,Mo, 19,	9.8362E+03,	9.8055E+03,	9.7732E+03,
! MPDATA,DENS,Mo, 22,	9.7392E+03,	9.7035E+03,	9.6660E+03,

! --- constant value assigned ---

MP,DENS,Mo,9.7732E+03 !density [kg/m^3]

! --- constant value assigned ---

!*****

!SPECIFIC HEAT

!Note: for the non-superconducting state; 1.5% to 3% error

!Reference: P.D. Desai, J. Phys. Chem. Ref. Data, v16(1), p91 (1987)

!*****

!Temperature table [°C]

! 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,

Appendice A

! MPTEMP, 16, 1500, 1600, 1700,
! MPTEMP, 19, 1800, 1900, 2000,
! MPTEMP, 22, 2100, 2200, 2300,

!Specific Heat table

! MPDATA,C,Mo, 1, 2.4386E+02, 2.5699E+02, 2.6611E+02,
! MPDATA,C,Mo, 4, 2.7284E+02, 2.7841E+02, 2.8334E+02,
! MPDATA,C,Mo, 7, 2.8804E+02, 2.9290E+02, 2.9817E+02,
! MPDATA,C,Mo, 10, 3.0406E+02, 3.1069E+02, 3.1810E+02,
! MPDATA,C,Mo, 13, 3.2626E+02, 3.3504E+02, 3.4426E+02,
! MPDATA,C,Mo, 16, 3.5363E+02, 3.6282E+02, 3.7388E+02,
! MPDATA,C,Mo, 19, 3.8675E+02, 4.0055E+02, 4.1529E+02,
! MPDATA,C,Mo, 22, 4.3128E+02, 4.4910E+02, 4.6967E+02,

! --- constant value assigned ---

MP,C,Mo,4.1529E+02 !specific heat [J/kg°C]

! --- constant value assigned ---

!*****

!COEFFICIENT OF THERMAL EXPANSION

!Note: the reference temperature is 20C; 3% error below 900K, 5% above 900K

!Reference: Thermophysical Properties of Matter, v12,

!Y.S. Touloukian, R.K. Kirby, R.E. Taylor & P.D. Desai, 1975, IFI/Plenum, NY, NY

!*****

!Temperature table [°C]

! MPTEMP !erase previous table
! MPTEMP, 1, 0, 100, 200,
! MPTEMP, 4, 300, 400, 500,
! MPTEMP, 7, 600, 700, 800,
! MPTEMP, 10, 900, 1000, 1100,
! MPTEMP, 13, 1200, 1300, 1400,
! MPTEMP, 16, 1500, 1600, 1700,
! MPTEMP, 19, 1800, 1900, 2000,
! MPTEMP, 22, 2100, 2200, 2300,

!Coefficient of thermal expansion table

! MPDATA,ALPX,Mo, 1, 4.7229E-06, 4.8771E-06, 5.0508E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 4, 5.2420E-06, 5.4486E-06, 5.6683E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 7, 5.8990E-06, 6.1386E-06, 6.3849E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 10, 6.6358E-06, 6.8732E-06, 7.1020E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 13, 7.3632E-06, 7.6622E-06, 8.0045E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 16, 8.3955E-06, 8.8407E-06, 9.3454E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 19, 9.9151E-06, 1.0555E-05, 1.1271E-05,
! MPDATA,ALPX,Mo, 22, 1.2069E-05, 1.2952E-05, 1.3929E-05,

!*****

!ELASTIC MODULUS

!Composition: commercially pure

!Note: values below 298K were decreased by 2% to match the high temperature values

!Reference: ASM Handbook, vol 2, 10th edition, ASM International (1992);
 !below 273K W. Koester, Z. Metallkde., v39(1), p1 (1948) (in German)

!*****

!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,

!Elastic modulus table

! MPDATA,EX,Mo, 1, 3.2827E+11, 3.2179E+11, 3.1602E+11,
 ! MPDATA,EX,Mo, 4, 3.1080E+11, 3.0596E+11, 3.0135E+11,
 ! MPDATA,EX,Mo, 7, 2.9681E+11, 2.9219E+11, 2.8731E+11,
 ! MPDATA,EX,Mo, 10, 2.8203E+11, 2.7619E+11, 2.6963E+11,
 ! MPDATA,EX,Mo, 13, 2.6218E+11, 2.5370E+11, 2.4402E+11,
 ! MPDATA,EX,Mo, 16, 2.3299E+11, 2.2044E+11, 2.0623E+11,
 ! MPDATA,EX,Mo, 19, 1.9018E+11, 1.7215E+11,

!*****

!POISSON'S RATIO

!Note: calculated from E and G; errors may be large

!Reference: see E and G

!*****

!Temperature table [°C]

! MPTEMP !erase previous table
 ! MPTEMP, 1, 25, 100, 150,
 ! MPTEMP, 4, 200, 250, 300,
 ! MPTEMP, 7, 350, 400, 450,
 ! MPTEMP, 10, 500, 550, 600,
 ! MPTEMP, 13, 650, 700, 750,
 ! MPTEMP, 16, 800, 850,

! Poisson's ratio table

! MPDATA,PRXY,Mo, 1, 3.6861E-01, 3.6036E-01, 3.5627E-01,
 ! MPDATA,PRXY,Mo, 4, 3.5321E-01, 3.5112E-01, 3.4992E-01,
 ! MPDATA,PRXY,Mo, 7, 3.4955E-01, 3.4992E-01, 3.5097E-01,
 ! MPDATA,PRXY,Mo, 10, 3.5263E-01, 3.5482E-01, 3.5748E-01,
 ! MPDATA,PRXY,Mo, 13, 3.6052E-01, 3.6389E-01, 3.6749E-01,
 ! MPDATA,PRXY,Mo, 16, 3.7128E-01, 3.7516E-01,

PROVINO 3 Mo AM (NON RICRISTALLIZZATO)

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

!*****
!Molibdenum

!*****
!create by
!Nicola Baccini
!University of Padova
!Phone: +39 3289455733
!e-mail: nicola.baccini@yahoo.it

!*****
!
!Ver. 1.0 - 9 Sept 2009
!*****

!PREP7

Mo=33 !material number in the ANSYS library
MPDELE,ALL,Mo

!*****
!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)
!*****

!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,

!Electrical resistivity table [ohm m]
MPDATA,RSVX,Mo, 1, 4.9147E-08, 7.3993E-08, 9.9298E-08,
MPDATA,RSVX,Mo, 4, 1.2505E-07, 1.5122E-07, 1.7780E-07,
MPDATA,RSVX,Mo, 7, 2.0478E-07, 2.3214E-07, 2.5986E-07,
MPDATA,RSVX,Mo, 10, 2.8792E-07, 3.1632E-07, 3.4503E-07,
MPDATA,RSVX,Mo, 13, 3.7404E-07, 4.0333E-07, 4.3288E-07,
MPDATA,RSVX,Mo, 16, 4.6269E-07, 4.9273E-07, 5.2299E-07,
MPDATA,RSVX,Mo, 19, 5.5345E-07, 5.8410E-07, 6.1492E-07,
MPDATA,RSVX,Mo, 22, 6.4589E-07, 6.7700E-07, 7.0823E-07,

```

!*****
!THERMAL CONDUCTIVITY
!Composition: 99.95%
!Note: well-annealed with residual resistivity of 0.167 uohm-cm;
!error is 4% near RT, 4-10% at others
!Reference: Thermophysical Properties of Matter, v1,
!Y.S. Touloukian, R.W. Powell, C.Y. Ho & P.G. Klemens, 1970, IFI/Plenum, NY, NY
!*****

```

```

!Temperature table [°C]
MPTEMP      !erase previous table
MPTEMP,    1,    0,    100,   200,
MPTEMP,    4,    300,   400,   500,
MPTEMP,    7,    600,   700,   800,
MPTEMP,   10,    900,  1000,  1100,
MPTEMP,   13,   1200,  1300,  1400,
MPTEMP,   16,   1500,  1600,  1700,
MPTEMP,   19,   1800,  1900,  2000,
MPTEMP,   22,   2100,  2200,  2300,

```

```

!Thermal conductivity table [W/m°C]
MPDATA,KXX,Mo,  1,    1.3904E+02,  1.3505E+02,  1.3106E+02,
MPDATA,KXX,Mo,  4,    1.2711E+02,  1.2322E+02,  1.1944E+02,
MPDATA,KXX,Mo,  7,    1.1578E+02,  1.1228E+02,  1.0895E+02,
MPDATA,KXX,Mo, 10,    1.0580E+02,  1.0285E+02,  1.0012E+02,
MPDATA,KXX,Mo, 13,    9.7601E+01,  9.5305E+01,  9.3229E+01,
MPDATA,KXX,Mo, 16,    9.1369E+01,  8.9720E+01,  8.8270E+01,
MPDATA,KXX,Mo, 19,    8.7006E+01,  8.5910E+01,  8.4962E+01,
MPDATA,KXX,Mo, 22,    8.4138E+01,  8.3411E+01,  8.2750E+01,

```

```

!*****
!HEMISPHERICAL TOTAL EMISSIVITY
!note: polished; 25% error
!Reference: Ricavata supponendo un andamento uguale a quello trovato in letteratura per il Mo standard nel
libro: Radiant Properties of Materials: Tables of Radiant Values for Black Body and real Materials, Sala A.,
1986
!*****

```

```

!Temperature table [°C]
MPTEMP      !erase previous table
MPTEMP,    1,    600,   650,   700,
MPTEMP,    4,    750,   800,   850,
MPTEMP,    7,    900,   950,  1000,
MPTEMP,   10,   1050,  1100,  1150,
MPTEMP,   13,   1200,  1250,  1300,
MPTEMP,   16,   1350,

```

```

!Emissivity table
MPDATA,EMIS,Mo,  1,    0.04265340707, 0.04673963431, 0.05093221084,
MPDATA,EMIS,Mo,  4,    0.05523190527, 0.05960935903, 0.06403662123,

```

Appendice A

MPDATA,EMIS,Mo, 7, 0.06848795106, 0.07449658289, 0.08253326346,
 MPDATA,EMIS,Mo, 10, 0.09086031397, 0.09945809253, 0.10830636511,
 MPDATA,EMIS,Mo, 13, 0.11738481846, 0.12669279842, 0.13615113232,
 MPDATA,EMIS,Mo, 16, 0.14580131229,

!*****

!DENSITY

!calculated from the linear expansion

!*****

!Temperature table [°C]

! MPTEMP !erase previous table
 ! MPTEMP, 1, 00, 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,

!Density table [Kg/m³]

! MPDATA,DENS,Mo, 1, 1.0203E+04, 1.0188E+04, 1.0172E+04,
 ! MPDATA,DENS,Mo, 4, 1.0156E+04, 1.0140E+04, 1.0124E+04,
 ! MPDATA,DENS,Mo, 7, 1.0107E+04, 1.0089E+04, 1.0071E+04,
 ! MPDATA,DENS,Mo, 10, 1.0052E+04, 1.0033E+04, 1.0012E+04,
 ! MPDATA,DENS,Mo, 13, 9.9907E+03, 9.9681E+03, 9.9444E+03,
 ! MPDATA,DENS,Mo, 16, 9.9194E+03, 9.8931E+03, 9.8654E+03,
 ! MPDATA,DENS,Mo, 19, 9.8362E+03, 9.8055E+03, 9.7732E+03,
 ! MPDATA,DENS,Mo, 22, 9.7392E+03, 9.7035E+03, 9.6660E+03,

! --- constant value assigned ---

MP,DENS,Mo,9.7732E+03 !density [kg/m³]

! --- constant value assigned ---

!*****

!SPECIFIC HEAT

!Note: for the non-superconducting state; 1.5% to 3% error

!Reference: P.D. Desai, J. Phys. Chem. Ref. Data, v16(1), p91 (1987)

!*****

!Temperature table [°C]

! 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,

!Specific Heat table

```
! MPDATA,C,Mo, 1, 2.4386E+02, 2.5699E+02, 2.6611E+02,
! MPDATA,C,Mo, 4, 2.7284E+02, 2.7841E+02, 2.8334E+02,
! MPDATA,C,Mo, 7, 2.8804E+02, 2.9290E+02, 2.9817E+02,
! MPDATA,C,Mo, 10, 3.0406E+02, 3.1069E+02, 3.1810E+02,
! MPDATA,C,Mo, 13, 3.2626E+02, 3.3504E+02, 3.4426E+02,
! MPDATA,C,Mo, 16, 3.5363E+02, 3.6282E+02, 3.7388E+02,
! MPDATA,C,Mo, 19, 3.8675E+02, 4.0055E+02, 4.1529E+02,
! MPDATA,C,Mo, 22, 4.3128E+02, 4.4910E+02, 4.6967E+02,
```

```
! --- constant value assigned ---
MP,C,Mo,4.1529E+02 !specific heat [J/kg°C]
! --- constant value assigned ---
```

```
!*****
!COEFFICIENT OF THERMAL EXPANSION
!Note: the reference temperature is 20C; 3% error below 900K, 5% above 900K
!Reference: Thermophysical Properties of Matter, v12,
!Y.S. Touloukian, R.K. Kirby, R.E. Taylor & P.D. Desai, 1975, IFI/Plenum, NY, NY
!*****
```

```
!Temperature table [°C]
! MPTEMP !erase previous table
! MPTEMP, 1, 0, 100, 200,
! MPTEMP, 4, 300, 400, 500,
! MPTEMP, 7, 600, 700, 800,
! MPTEMP, 10, 900, 1000, 1100,
! MPTEMP, 13, 1200, 1300, 1400,
! MPTEMP, 16, 1500, 1600, 1700,
! MPTEMP, 19, 1800, 1900, 2000,
! MPTEMP, 22, 2100, 2200, 2300,
```

```
!Coefficient of thermal expansion table
! MPDATA,ALPX,Mo, 1, 4.7229E-06, 4.8771E-06, 5.0508E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 4, 5.2420E-06, 5.4486E-06, 5.6683E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 7, 5.8990E-06, 6.1386E-06, 6.3849E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 10, 6.6358E-06, 6.8732E-06, 7.1020E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 13, 7.3632E-06, 7.6622E-06, 8.0045E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 16, 8.3955E-06, 8.8407E-06, 9.3454E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 19, 9.9151E-06, 1.0555E-05, 1.1271E-05,
! MPDATA,ALPX,Mo, 22, 1.2069E-05, 1.2952E-05, 1.3929E-05,
```

```
!*****
!ELASTIC MODULUS
!Composition: commercially pure
!Note: values below 298K were decreased by 2% to match the high temperature values
!Reference: ASM Handbook, vol 2, 10th edition, ASM International (1992);
!below 273K W. Koester, Z. Metallkde., v39(1), p1 (1948) (in German)
!*****
```

```
!Temperature table [°C]
```

Appendice A

```

! 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,

```

!Elastic modulus table

```

! MPDATA,EX,Mo, 1,      3.2827E+11,  3.2179E+11,  3.1602E+11,
! MPDATA,EX,Mo, 4,      3.1080E+11,  3.0596E+11,  3.0135E+11,
! MPDATA,EX,Mo, 7,      2.9681E+11,  2.9219E+11,  2.8731E+11,
! MPDATA,EX,Mo, 10,     2.8203E+11,  2.7619E+11,  2.6963E+11,
! MPDATA,EX,Mo, 13,     2.6218E+11,  2.5370E+11,  2.4402E+11,
! MPDATA,EX,Mo, 16,     2.3299E+11,  2.2044E+11,  2.0623E+11,
! MPDATA,EX,Mo, 19,     1.9018E+11,  1.7215E+11,

```

!*****

!POISSON'S RATIO

!Note: calculated from E and G; errors may be large

!Reference: see E and G

!*****

!Temperature table [°C]

```

! MPTEMP      !erase previous table
! MPTEMP,    1,      25,      100,    150,
! MPTEMP,    4,      200,    250,    300,
! MPTEMP,    7,      350,    400,    450,
! MPTEMP,   10,      500,    550,    600,
! MPTEMP,   13,      650,    700,    750,
! MPTEMP,   16,      800,    850,

```

! Poisson's ratio table

```

! MPDATA,PRXY,Mo, 1,      3.6861E-01,  3.6036E-01,  3.5627E-01,
! MPDATA,PRXY,Mo, 4,      3.5321E-01,  3.5112E-01,  3.4992E-01,
! MPDATA,PRXY,Mo, 7,      3.4955E-01,  3.4992E-01,  3.5097E-01,
! MPDATA,PRXY,Mo, 10,     3.5263E-01,  3.5482E-01,  3.5748E-01,
! MPDATA,PRXY,Mo, 13,     3.6052E-01,  3.6389E-01,  3.6749E-01,
! MPDATA,PRXY,Mo, 16,     3.7128E-01,  3.7516E-01,

```

PROVINO 4 Mo STD

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

!*****
!Molibdenum

!*****
!create by
!Nicola Baccini
!University of Padova
!Phone: +39 3289455733
!e-mail: nicola.baccini@yahoo.it

!*****
!
!Ver. 1.0 - 9 Sept 2009
!*****

!PREP7

Mo=33 !material number in the ANSYS library
MPDELE,ALL,Mo

!*****
!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)
!*****

!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,

!Electrical resistivity table [ohm m]
MPDATA,RSVX,Mo, 1, 4.9147E-08, 7.3993E-08, 9.9298E-08,
MPDATA,RSVX,Mo, 4, 1.2505E-07, 1.5122E-07, 1.7780E-07,
MPDATA,RSVX,Mo, 7, 2.0478E-07, 2.3214E-07, 2.5986E-07,
MPDATA,RSVX,Mo, 10, 2.8792E-07, 3.1632E-07, 3.4503E-07,
MPDATA,RSVX,Mo, 13, 3.7404E-07, 4.0333E-07, 4.3288E-07,
MPDATA,RSVX,Mo, 16, 4.6269E-07, 4.9273E-07, 5.2299E-07,
MPDATA,RSVX,Mo, 19, 5.5345E-07, 5.8410E-07, 6.1492E-07,
MPDATA,RSVX,Mo, 22, 6.4589E-07, 6.7700E-07, 7.0823E-07,

```

!*****
!THERMAL CONDUCTIVITY
!Composition: 99.95%
!Note: well-annealed with residual resistivity of 0.167 uohm-cm;
!error is 4% near RT, 4-10% at others
!Reference: Thermophysical Properties of Matter, v1,
!Y.S. Touloukian, R.W. Powell, C.Y. Ho & P.G. Klemens, 1970, IFI/Plenum, NY, NY
!*****

```

```

!Temperature table [°C]
MPTEMP      !erase previous table
MPTEMP,    1,    0,    100,   200,
MPTEMP,    4,    300,   400,   500,
MPTEMP,    7,    600,   700,   800,
MPTEMP,   10,    900,  1000,  1100,
MPTEMP,   13,   1200,  1300,  1400,
MPTEMP,   16,   1500,  1600,  1700,
MPTEMP,   19,   1800,  1900,  2000,
MPTEMP,   22,   2100,  2200,  2300,

```

```

!Thermal conductivity table [W/m°C]
MPDATA,KXX,Mo,  1,    1.3904E+02,   1.3505E+02,   1.3106E+02,
MPDATA,KXX,Mo,  4,    1.2711E+02,   1.2322E+02,   1.1944E+02,
MPDATA,KXX,Mo,  7,    1.1578E+02,   1.1228E+02,   1.0895E+02,
MPDATA,KXX,Mo, 10,    1.0580E+02,   1.0285E+02,   1.0012E+02,
MPDATA,KXX,Mo, 13,    9.7601E+01,   9.5305E+01,   9.3229E+01,
MPDATA,KXX,Mo, 16,    9.1369E+01,   8.9720E+01,   8.8270E+01,
MPDATA,KXX,Mo, 19,    8.7006E+01,   8.5910E+01,   8.4962E+01,
MPDATA,KXX,Mo, 22,    8.4138E+01,   8.3411E+01,   8.2750E+01,

```

```

!*****

```

!HEMISPHERICAL TOTAL EMISSIVITY

!note: polished; 25% error

!Reference: Ricavata supponendo un andamento uguale a quello trovato in letteratura per il Mo standard nel libro: Radiant Properties of Materials: Tables of Radiant Values for Black Body and real Materials, Sala A., 1986

```

!*****

```

```

!Temperature table [°C]
MPTEMP      !erase previous table
MPTEMP,    1,    600,   650,   700,
MPTEMP,    4,    750,   800,   850,
MPTEMP,    7,    900,   950,  1000,
MPTEMP,   10,  1050,  1100,  1150,
MPTEMP,   13,  1200,  1250,

```

!Emissivity table

```

MPDATA,EMIS,Mo,  1,    0.483148014,   0.449249908,   0.419180066,
MPDATA,EMIS,Mo,  4,    0.391557252,   0.368313446,   0.347560644,
MPDATA,EMIS,Mo,  7,    0.329230425,   0.313162922,   0.299157840,

```

MPDATA,EMIS,Mo, 10, 0.286972452, 0.276399849, 0.267251034,
 MPDATA,EMIS,Mo, 13, 0.259352042, 0.252532052

!*****

!DENSITY

!calculated from the linear expansion

!*****

!Temperature table [°C]

! MPTEMP !erase previous table
 ! MPTEMP, 1, 00, 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,

!Density table [Kg/m^3]

! MPDATA,DENS,Mo, 1, 1.0203E+04, 1.0188E+04, 1.0172E+04,
 ! MPDATA,DENS,Mo, 4, 1.0156E+04, 1.0140E+04, 1.0124E+04,
 ! MPDATA,DENS,Mo, 7, 1.0107E+04, 1.0089E+04, 1.0071E+04,
 ! MPDATA,DENS,Mo, 10, 1.0052E+04, 1.0033E+04, 1.0012E+04,
 ! MPDATA,DENS,Mo, 13, 9.9907E+03, 9.9681E+03, 9.9444E+03,
 ! MPDATA,DENS,Mo, 16, 9.9194E+03, 9.8931E+03, 9.8654E+03,
 ! MPDATA,DENS,Mo, 19, 9.8362E+03, 9.8055E+03, 9.7732E+03,
 ! MPDATA,DENS,Mo, 22, 9.7392E+03, 9.7035E+03, 9.6660E+03,

!--- constant value assigned ---

MP,DENS,Mo,9.7732E+03 !density [kg/m^3]

!--- constant value assigned ---

!*****

!SPECIFIC HEAT

!Note: for the non-superconducting state; 1.5% to 3% error

!Reference: P.D. Desai, J. Phys. Chem. Ref. Data, v16(1), p91 (1987)

!*****

!Temperature table [°C]

! 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,

!Specific Heat table

Appendice A

```
! MPDATA,C,Mo, 1, 2.4386E+02, 2.5699E+02, 2.6611E+02,
! MPDATA,C,Mo, 4, 2.7284E+02, 2.7841E+02, 2.8334E+02,
! MPDATA,C,Mo, 7, 2.8804E+02, 2.9290E+02, 2.9817E+02,
! MPDATA,C,Mo, 10, 3.0406E+02, 3.1069E+02, 3.1810E+02,
! MPDATA,C,Mo, 13, 3.2626E+02, 3.3504E+02, 3.4426E+02,
! MPDATA,C,Mo, 16, 3.5363E+02, 3.6282E+02, 3.7388E+02,
! MPDATA,C,Mo, 19, 3.8675E+02, 4.0055E+02, 4.1529E+02,
! MPDATA,C,Mo, 22, 4.3128E+02, 4.4910E+02, 4.6967E+02,
```

```
! --- constant value assigned ---
MP,C,Mo,4.1529E+02 !specific heat [J/kg°C]
! --- constant value assigned ---
```

```
!*****
!COEFFICIENT OF THERMAL EXPANSION
!Note: the reference temperature is 20C; 3% error below 900K, 5% above 900K
!Reference: Thermophysical Properties of Matter, v12,
!Y.S. Touloukian, R.K. Kirby, R.E. Taylor & P.D. Desai, 1975, IFI/Plenum, NY, NY
!*****
```

```
!Temperature table [°C]
! MPTEMP !erase previous table
! MPTEMP, 1, 0, 100, 200,
! MPTEMP, 4, 300, 400, 500,
! MPTEMP, 7, 600, 700, 800,
! MPTEMP, 10, 900, 1000, 1100,
! MPTEMP, 13, 1200, 1300, 1400,
! MPTEMP, 16, 1500, 1600, 1700,
! MPTEMP, 19, 1800, 1900, 2000,
! MPTEMP, 22, 2100, 2200, 2300,
```

```
!Coefficient of thermal expansion table
! MPDATA,ALPX,Mo, 1, 4.7229E-06, 4.8771E-06, 5.0508E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 4, 5.2420E-06, 5.4486E-06, 5.6683E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 7, 5.8990E-06, 6.1386E-06, 6.3849E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 10, 6.6358E-06, 6.8732E-06, 7.1020E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 13, 7.3632E-06, 7.6622E-06, 8.0045E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 16, 8.3955E-06, 8.8407E-06, 9.3454E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 19, 9.9151E-06, 1.0555E-05, 1.1271E-05,
! MPDATA,ALPX,Mo, 22, 1.2069E-05, 1.2952E-05, 1.3929E-05,
```

```
!*****
!ELASTIC MODULUS
!Composition: commercially pure
!Note: values below 298K were decreased by 2% to match the high temperature values
!Reference: ASM Handbook, vol 2, 10th edition, ASM International (1992);
!below 273K W. Koester, Z. Metallkde., v39(1), p1 (1948) (in German)
!*****
```

```
!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,
```

!Elastic modulus table

```
! MPDATA,EX,Mo, 1,    3.2827E+11,    3.2179E+11,    3.1602E+11,
! MPDATA,EX,Mo, 4,    3.1080E+11,    3.0596E+11,    3.0135E+11,
! MPDATA,EX,Mo, 7,    2.9681E+11,    2.9219E+11,    2.8731E+11,
! MPDATA,EX,Mo, 10,   2.8203E+11,    2.7619E+11,    2.6963E+11,
! MPDATA,EX,Mo, 13,   2.6218E+11,    2.5370E+11,    2.4402E+11,
! MPDATA,EX,Mo, 16,   2.3299E+11,    2.2044E+11,    2.0623E+11,
! MPDATA,EX,Mo, 19,   1.9018E+11,    1.7215E+11,
```

!*****

!POISSON'S RATIO

!Note: calculated from E and G; errors may be large

!Reference: see E and G

!*****

!Temperature table [°C]

```
! MPTEMP      !erase previous table
! MPTEMP,    1,    25,    100,    150,
! MPTEMP,    4,    200,    250,    300,
! MPTEMP,    7,    350,    400,    450,
! MPTEMP,   10,    500,    550,    600,
! MPTEMP,   13,    650,    700,    750,
! MPTEMP,   16,    800,    850,
```

! Poisson's ratio table

```
! MPDATA,PRXY,Mo, 1,    3.6861E-01,    3.6036E-01,    3.5627E-01,
! MPDATA,PRXY,Mo, 4,    3.5321E-01,    3.5112E-01,    3.4992E-01,
! MPDATA,PRXY,Mo, 7,    3.4955E-01,    3.4992E-01,    3.5097E-01,
! MPDATA,PRXY,Mo, 10,   3.5263E-01,    3.5482E-01,    3.5748E-01,
! MPDATA,PRXY,Mo, 13,   3.6052E-01,    3.6389E-01,    3.6749E-01,
! MPDATA,PRXY,Mo, 16,   3.7128E-01,    3.7516E-01,
```

PROVINO 1 30 mm Mo AM (NON RICRISTALLIZZATO)

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

!*****
!Molibdenum

!*****
!create by
!Nicola Baccini
!University of Padova
!Phone: +39 3289455733
!e-mail: nicola.baccini@yahoo.it

!*****
!
!Ver. 1.0 - 9 Sept 2009
!*****

!PREP7

Mo=33 !material number in the ANSYS library
MPDELE,ALL,Mo

!*****
!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)
!*****

!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,

!Electrical resistivity table [ohm m]
MPDATA,RSVX,Mo, 1, 4.9147E-08, 7.3993E-08, 9.9298E-08,
MPDATA,RSVX,Mo, 4, 1.2505E-07, 1.5122E-07, 1.7780E-07,
MPDATA,RSVX,Mo, 7, 2.0478E-07, 2.3214E-07, 2.5986E-07,
MPDATA,RSVX,Mo, 10, 2.8792E-07, 3.1632E-07, 3.4503E-07,
MPDATA,RSVX,Mo, 13, 3.7404E-07, 4.0333E-07, 4.3288E-07,
MPDATA,RSVX,Mo, 16, 4.6269E-07, 4.9273E-07, 5.2299E-07,
MPDATA,RSVX,Mo, 19, 5.5345E-07, 5.8410E-07, 6.1492E-07,
MPDATA,RSVX,Mo, 22, 6.4589E-07, 6.7700E-07, 7.0823E-07,

!*****
 !THERMAL CONDUCTIVITY
 !Composition: 99.95%
 !Note: well-annealed with residual resistivity of 0.167 uohm-cm;
 !error is 4% near RT, 4-10% at others
 !Reference: Thermophysical Properties of Matter, v1,
 !Y.S. Touloukian, R.W. Powell, C.Y. Ho & P.G. Klemens, 1970, IFI/Plenum, NY, NY
 !*****

!Temperature table [°C]
 MPTEMP !erase previous table
 MPTEMP, 1, 0, 100, 200,
 MPTEMP, 4, 300, 400, 500,
 MPTEMP, 7, 600, 700, 800,
 MPTEMP, 10, 900, 1000, 1100,
 MPTEMP, 13, 1200, 1300, 1400,
 MPTEMP, 16, 1500, 1600, 1700,
 MPTEMP, 19, 1800, 1900, 2000,
 MPTEMP, 22, 2100, 2200, 2300,

!Thermal conductivity table [W/m°C]
 MPDATA,KXX,Mo, 1, 1.3904E+02, 1.3505E+02, 1.3106E+02,
 MPDATA,KXX,Mo, 4, 1.2711E+02, 1.2322E+02, 1.1944E+02,
 MPDATA,KXX,Mo, 7, 1.1578E+02, 1.1228E+02, 1.0895E+02,
 MPDATA,KXX,Mo, 10, 1.0580E+02, 1.0285E+02, 1.0012E+02,
 MPDATA,KXX,Mo, 13, 9.7601E+01, 9.5305E+01, 9.3229E+01,
 MPDATA,KXX,Mo, 16, 9.1369E+01, 8.9720E+01, 8.8270E+01,
 MPDATA,KXX,Mo, 19, 8.7006E+01, 8.5910E+01, 8.4962E+01,
 MPDATA,KXX,Mo, 22, 8.4138E+01, 8.3411E+01, 8.2750E+01,

!*****
 !HEMISPHERICAL TOTAL EMISSIVITY
 !note: polished; 25% error
 !Reference: Thermophysical Properties of Matter, v7,
 !Y.S. Touloukian & D.P. DeWitt, 1970, IFI/Plenum, NY, NY
 !*****

!Temperature table [°C]
 MPTEMP !erase previous table
 MPTEMP, 1, 950, 1000, 1050,
 MPTEMP, 4, 1100, 1150, 1200,
 MPTEMP, 7, 1250, 1300, 1350,
 MPTEMP, 10, 1400, 1450, 1500,
 MPTEMP, 13, 1550, 1600,

!Emissivity table
 MPDATA,EMIS,Mo, 1, 0.07135087, 0.07619635, 0.08110471,
 MPDATA,EMIS,Mo, 4, 0.08605890, 0.09104255, 0.09604063,
 MPDATA,EMIS,Mo, 7, 0.10105495, 0.10602294, 0.11041770,
 MPDATA,EMIS,Mo, 10, 0.11407975, 0.11764525, 0.12109813,

MPDATA,EMIS,Mo, 13, 0.12443839, 0.12765646,

!*****

!DENSITY

!calculated from the linear expansion

!*****

!Temperature table [°C]

! MPTEMP !erase previous table
 ! MPTEMP, 1, 00, 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,

!Density table [Kg/m^3]

! MPDATA,DENS,Mo, 1, 1.0203E+04, 1.0188E+04, 1.0172E+04,
 ! MPDATA,DENS,Mo, 4, 1.0156E+04, 1.0140E+04, 1.0124E+04,
 ! MPDATA,DENS,Mo, 7, 1.0107E+04, 1.0089E+04, 1.0071E+04,
 ! MPDATA,DENS,Mo, 10, 1.0052E+04, 1.0033E+04, 1.0012E+04,
 ! MPDATA,DENS,Mo, 13, 9.9907E+03, 9.9681E+03, 9.9444E+03,
 ! MPDATA,DENS,Mo, 16, 9.9194E+03, 9.8931E+03, 9.8654E+03,
 ! MPDATA,DENS,Mo, 19, 9.8362E+03, 9.8055E+03, 9.7732E+03,
 ! MPDATA,DENS,Mo, 22, 9.7392E+03, 9.7035E+03, 9.6660E+03,

! --- constant value assigned ---

MP,DENS,Mo,9.7732E+03 !density [kg/m^3]

! --- constant value assigned ---

!*****

!SPECIFIC HEAT

!Note: for the non-superconducting state; 1.5% to 3% error

!Reference: P.D. Desai, J. Phys. Chem. Ref. Data, v16(1), p91 (1987)

!*****

!Temperature table [°C]

! 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,

!Specific Heat table

! MPDATA,C,Mo, 1, 2.4386E+02, 2.5699E+02, 2.6611E+02,
 ! MPDATA,C,Mo, 4, 2.7284E+02, 2.7841E+02, 2.8334E+02,

```

! MPDATA,C,Mo, 7, 2.8804E+02, 2.9290E+02, 2.9817E+02,
! MPDATA,C,Mo, 10, 3.0406E+02, 3.1069E+02, 3.1810E+02,
! MPDATA,C,Mo, 13, 3.2626E+02, 3.3504E+02, 3.4426E+02,
! MPDATA,C,Mo, 16, 3.5363E+02, 3.6282E+02, 3.7388E+02,
! MPDATA,C,Mo, 19, 3.8675E+02, 4.0055E+02, 4.1529E+02,
! MPDATA,C,Mo, 22, 4.3128E+02, 4.4910E+02, 4.6967E+02,

```

```

! --- constant value assigned ---
MP,C,Mo,4.1529E+02 !specific heat [J/kg°C]
! --- constant value assigned ---

```

```

!*****
!COEFFICIENT OF THERMAL EXPANSION
!Note: the reference temperature is 20C; 3% error below 900K, 5% above 900K
!Reference: Thermophysical Properties of Matter, v12,
!Y.S. Touloukian, R.K. Kirby, R.E. Taylor & P.D. Desai, 1975, IFI/Plenum, NY, NY
!*****

```

```
!Temperature table [°C]
```

```

! MPTEMP !erase previous table
! MPTEMP, 1, 0, 100, 200,
! MPTEMP, 4, 300, 400, 500,
! MPTEMP, 7, 600, 700, 800,
! MPTEMP, 10, 900, 1000, 1100,
! MPTEMP, 13, 1200, 1300, 1400,
! MPTEMP, 16, 1500, 1600, 1700,
! MPTEMP, 19, 1800, 1900, 2000,
! MPTEMP, 22, 2100, 2200, 2300,

```

```
!Coefficient of thermal expansion table
```

```

! MPDATA,ALPX,Mo, 1, 4.7229E-06, 4.8771E-06, 5.0508E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 4, 5.2420E-06, 5.4486E-06, 5.6683E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 7, 5.8990E-06, 6.1386E-06, 6.3849E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 10, 6.6358E-06, 6.8732E-06, 7.1020E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 13, 7.3632E-06, 7.6622E-06, 8.0045E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 16, 8.3955E-06, 8.8407E-06, 9.3454E-06,
! MPDATA,ALPX,Mo, 19, 9.9151E-06, 1.0555E-05, 1.1271E-05,
! MPDATA,ALPX,Mo, 22, 1.2069E-05, 1.2952E-05, 1.3929E-05,

```

```

!*****
!ELASTIC MODULUS
!Composition: commercially pure
!Note: values below 298K were decreased by 2% to match the high temperature values
!Reference: ASM Handbook, vol 2, 10th edition, ASM International (1992);
!below 273K W. Koester, Z. Metallkde., v39(1), p1 (1948) (in German)
!*****

```

```
!Temperature table [°C]
```

```

! MPTEMP !erase previous table
! MPTEMP, 1, 0, 100, 200,

```

Appendice A

```
! 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,
```

!Elastic modulus table

```
! MPDATA,EX,Mo, 1, 3.2827E+11, 3.2179E+11, 3.1602E+11,
! MPDATA,EX,Mo, 4, 3.1080E+11, 3.0596E+11, 3.0135E+11,
! MPDATA,EX,Mo, 7, 2.9681E+11, 2.9219E+11, 2.8731E+11,
! MPDATA,EX,Mo, 10, 2.8203E+11, 2.7619E+11, 2.6963E+11,
! MPDATA,EX,Mo, 13, 2.6218E+11, 2.5370E+11, 2.4402E+11,
! MPDATA,EX,Mo, 16, 2.3299E+11, 2.2044E+11, 2.0623E+11,
! MPDATA,EX,Mo, 19, 1.9018E+11, 1.7215E+11,
```

!*****

!POISSON'S RATIO

!Note: calculated from E and G; errors may be large

!Reference: see E and G

!*****

!Temperature table [°C]

```
! MPTEMP !erase previous table
! MPTEMP, 1, 25, 100, 150,
! MPTEMP, 4, 200, 250, 300,
! MPTEMP, 7, 350, 400, 450,
! MPTEMP, 10, 500, 550, 600,
! MPTEMP, 13, 650, 700, 750,
! MPTEMP, 16, 800, 850,
```

! Poisson's ratio table

```
! MPDATA,PRXY,Mo, 1, 3.6861E-01, 3.6036E-01, 3.5627E-01,
! MPDATA,PRXY,Mo, 4, 3.5321E-01, 3.5112E-01, 3.4992E-01,
! MPDATA,PRXY,Mo, 7, 3.4955E-01, 3.4992E-01, 3.5097E-01,
! MPDATA,PRXY,Mo, 10, 3.5263E-01, 3.5482E-01, 3.5748E-01,
! MPDATA,PRXY,Mo, 13, 3.6052E-01, 3.6389E-01, 3.6749E-01,
! MPDATA,PRXY,Mo, 16, 3.7128E-01, 3.7516E-01,
```

Appendice B – APDL del modello numerico

Di seguito è riportato uno *script* utilizzato per Ansys APDL per l'ottimizzazione 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=10
!Scrivere il numero di colonne contenenti numeri
COLUMN=3
*DIM,TSper,ARRAY,ROW,COLUMN,,TCROG,TEMP !Definizione della
matrice, nome matrice, tipo, numero righe, numero colonne, numero piani,nome variabili righe, nome variabili
colonne, nome variabili piani
*VREAD,TSper(1,1),TSperimentali,txt,,JIK,COLUMN,ROW,1,1 !Lettura vettore da
file esterno,vettore e punto di partenza,nomefile,estensione--,lettura del file scandagliando prima J(colonne)
poi I(righe) poi K(piani),N°colonne,N° righe, N°piani,N°righe saltate
(F12.7,4x,F12.7,4x,F12.7) !Formato di testo e disposizione dei
numeri
!*****

LAMBDA MIN=C0-C1*TSper(ROW,COLUMN)+C2*(TSper(ROW,COLUMN))**2
*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND
*VWRITE,'n',n
(A8,9x,F12.7)
*VWRITE,'C0',C0
(A8,9x,F12.7)
*VWRITE,'C1',C1
(A8,9x,F12.7)
*VWRITE,'C2',C2
(A8,9x,F12.7)
*VWRITE,'lamb min',LAMBDA MIN
(A8,9x,F12.7)
*CFCLOSE

ET,1,SOLID226,110 !termo-elettrico 12 nodi per circuito principale
ET,2,SOLID90 !termico 12 nodi per sistema di regolazione
M27INOX !acciaio inox campana
M28Cu !Rame elettrodo/cilindro
M10C_EDM3 !Graphite crogiolo/piastra/vite
M33Mo !Molibdeno disco

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
```

Appendice C

```
Diam=0.04          !diametro del disco [m]
Depth=0.001       !spessore del disco [m]
!+++++
!Coordinate in [m] per spostamento del disco dalla posizione di default (Y=0.005m)
XOffset=0
YOffset=-0.0002 !Distanza target crogiolo 4.8[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,,,,Depth*1000
APLOT
WPCSYS,-1

!Creazione della base
WPRO,,-90.000000,
```

WPOFFS,0,0,-58+YOffset*1000
 CYL4,0,0,50/2,,,,,25
 APLOT
 WPCSYS,-1

!Creazione elemento cilindrico centro piastra
 WPRO,,-90.000000,
 WPOFFS,0,0,-77
 CYL4,0,0,55/2,,,,,9
 APLOT
 WPCSYS,-1

!Creazione vite altezza cilindro dipende dalla posizione del disco
 WPRO,,-90.000000,
 WPOFFS,0,0,-68
 CYL4,0,0,30/2, , , 10+YOffset*1000
 APLOT
 WPCSYS,-1

ALLSEL,ALL
 VPLOT

FINISH

!-----
 !Scala dei volumi creati
 /PREP7
 VLSCALE,ALL,,0.001,0.001,0.001,,0,1 !scalare i volumi da [mm]

!a [m]

FINISH

!-----
 !Unione volumi e compattazione numerazione

/PREP7
 VGLUE,1,2,3,4,5 !Unione dei volumi del circuito primario
 VPLOT
 NUMCMP,VOLU !Comprime la numerazione dei volumi
 NUMCMP,AREA !Comprime la numerazione delle aree
 NUMCMP,LINE !Comprime la numerazione delle linee

VGLUE,1,4,5,6 !Unione dei volumi piastra, cilindro sopra
 !piastra, vite e base della campana

VPLOT
 NUMCMP,VOLU !Comprime la numerazione dei volumi
 NUMCMP,AREA !Comprime la numerazione delle aree
 NUMCMP,LINE !Comprime la numerazione delle linee
 FINISH

!-----
 !Mesh dei volumi con elementi solidi
 /PREP7

!MESH disco - volume 2
 ESIZE,DEFA
 DESIZE,DEFA

Appendice C

TYPE,2
MAT,Mo
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
VSEL,S,,,2
ASLV,S
AESIZE,ALL,0.002
VMESH,2
ALLSEL,ALL

!MESH Crogiolo - volume 8
DIMEL=0.0025

!Dimensione dell'elemento sulla
!superficie del crogiolo

ANGEL=DIMEL*360/(ACOS(-1)*0.018)
ESIZE,DEFA
DESIZE,DEFA
TYPE,1
MAT,C_EDM3
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
DESIZE,1,1,9999,ANGEL,ANGEL,DIMEL,1,1,4,
VMESH,8

FR=0.60

!MESH della piastra - volume 11
ESIZE,DEFA
DESIZE,DEFA
TYPE,2
MAT,C_EDM3
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
ESIZE,0.020*FR
VMESH,11

!MESH base - volume 9
ESIZE,DEFA
DESIZE,DEFA
TYPE,2
MAT,C_EDM3
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
ESIZE,0.020*FR
VMESH,9

!MESH vite - volume 3
ESIZE,DEFA
DESIZE,DEFA
TYPE,2
MAT,C_EDM3
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
ESIZE,0.020*FR
VSWEEP,3

!MESH cilindro sopra piastra - volume 10

ESIZE,DEFA
 DESIZE,DEFA
 TYPE,2
 MAT,C_EDM3
 MSHAPE,1,3D
 MSHKEY,0
 ESIZE,0.020*FR
 VMESH,10

!MESH cilindro_rame - volume 4, 5

ESIZE,DEFA
 DESIZE,DEFA
 TYPE,1
 MAT,Cu
 MSHAPE,1,3D
 MSHKEY,0
 ESIZE,0.012
 VMESH,4,5

!MESH elettrodo - volume 6, 7

ESIZE,DEFA
 DESIZE,DEFA
 TYPE,1
 MAT,Cu
 MSHAPE,1,3D
 MSHKEY,0
 ESIZE,0.008
 VMESH,6,7

!Mesh campana - volume 1

TYPE,2
 MAT,INOX
 MSHAPE,1,3D
 MSHKEY,0
 ESIZE,0.020
 VMESH,1

!imposta la mesh su "free"

!dimensione elementi

!*****

! CONDIZIONI TERMICHE AL CONTORNO

!*****

!Condizione iniziale di temperatura per tutti i nodi

ALLSEL,ALL

TUNIF,20

!temperatura ambiente

!superfici raffreddate

!-----

!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

Appendice C

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,-Mo,1

APLOT

ALLSEL,ALL

!Superfici del crogiolo

VSEL,S,VOLU,,8

ASLV,S

ASEL,U,AREA,,119

!Deselezionare area comune cilindro rame

```

ASEL,U,AREA,,110          !Deselezionare area comune cilindro rame
SFA,ALL,,RDSF,-C_EDM3,1
APLOT
ALLSEL,ALL
APLOT

!Superfici del cilindro in rame
VSEL,S,VOLU,,4,5,1
ASLV,S
ASEL,U,AREA,,119          !Deselezionare area comune crogiolo
ASEL,U,AREA,,110          !Deselezionare area comune crogiolo
ASEL,U,AREA,,114          !Deselezionare area comune elettrodo
ASEL,U,AREA,,123          !Deselezionare area comune elettrodo
ASEL,U,AREA,,107          !Deselezionare area comune elettrodo (circ)
ASEL,U,AREA,,115          !Deselezionare area comune elettrodo (circ)
SFA,ALL,,RDSF,-C_EDM3,1
APLOT
ALLSEL,ALL
APLOT

!*****
!c: RADIOSITY SOLVER options
!*****

!c: OPTIONS

!c: SPACE Temperature definition (open enclosure)
SPCTEMP,1,25              !defines a free-space ambient temperature for radiation using the Radiosity
method [°C], la camera è raffreddata a 50°C

!c: defining Solution Options
STEF,5.67e-8              !specifies Stefan-Boltzmann radiation constant [W/(m^2*K^4)]
RADOPT,,0.0001,0,20000,0.1,0.1 !specifies Gauss-Seidel Radiosity Solver options
TOFFST,273.15             !specifies the temperature offset from absolute zero to zero [°C]

!c: defining View Factor Options
HEMIOPT,100               !specifies options for Hemicube view factor calculation
VFOPT,OFF                  !specifies options for view factor file

FINISH                     !exits normally from a processor

!*****
!c: ELECTRIC boundary conditions
!*****

/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)

```

Appendice C

```
*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,DISCO,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,'[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

```

Appendice C

```
/opt
n=0
opclr
opanl,OptFun,mac
opvar,C0,dv,95,125,1
opvar,C1,dv,0.001,0.1,0.001
opvar,C2,dv,0.000002,0.00002,0.000001
opvar,LAMBDA MIN,sv,0,120,2
opvar,RQ,obj,0,,
OPPRNT,on
opkeep,on
OPLOOP,,IGNORE,ALL
```

```
*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND
*VWRITE,'Single L','oop run'
(A8,A8)
*CFCLOS
C0=95
C1=0.01
C2=0.000006
opexe
```

```
*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND
*VWRITE,'Single L','oop run'
(A8,A8)
*CFCLOS
C0=100
C1=0.02
C2=0.000007
opexe
```

```
*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND
*VWRITE,'Single L','oop run'
(A8,A8)
*CFCLOS
C0=105
C1=0.03
C2=0.000008
opexe
```

```
*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND
*VWRITE,'Single L','oop run'
(A8,A8)
*CFCLOS
C0=110
C1=0.04
C2=0.000009
opexe
```

```
*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND
*VWRITE,'Single L','oop run'
(A8,A8)
*CFCLOS
C0=115
```

```

C1=0.05
C2=0.00001
opexe

*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND
*VWRITE,'Single L','oop run'
(A8,A8)
*CFCLOS
C0=120
C1=0.06
C2=0.000011
opexe

*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND
*VWRITE,'Single L','oop run'
(A8,A8)
*CFCLOS
C0=125
C1=0.07
C2=0.000012
opexe

*CFOPEN,OPTIMIZATIONSTATE,txt,,APPEND
*VWRITE,'FIRST'
(A8)
*CFCLOS
opsave
oplist,all,,1
OPRESU,,,
OPSEL,-1

opanl,OptFun,mac
opvar,C0,dv,95,125,1
opvar,C1,dv,0.001,0.1,0.001
opvar,C2,dv,0.000002,0.00002,0.000001
opvar,LAMBDA MIN,sv,0,120,2
opvar,RQ,obj,0,,

OPPRNT,on
opkeep,on
OPLOOP,,IGNORE,ALL
optype,first
OPFRST,,50
status
opexe
opsave
oplist,all,,1
opsel,1

plvaropt,C0
plvaropt,C1
plvaropt,RQ
finish

```


Appendice C – Prove con spettrometro

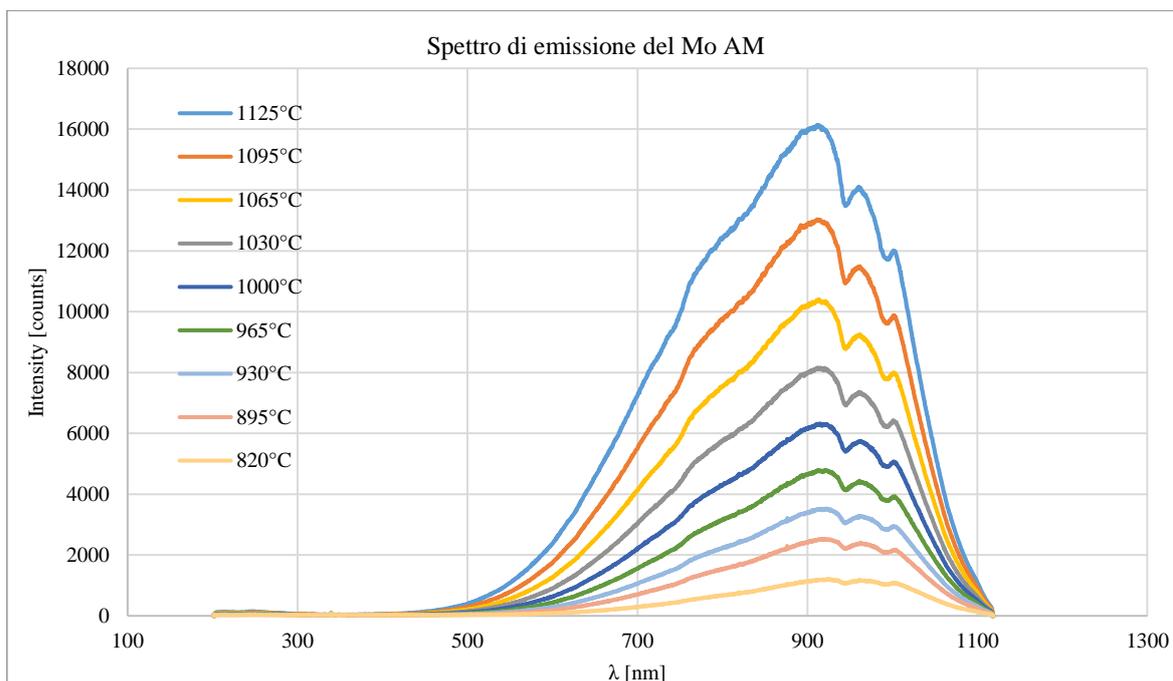


Grafico 0.1 - Spettro di emissione del Mo AM in funzione della temperatura

Nel corso del lavoro di tesi sono state svolte delle misure di intensità radiante mediante l'utilizzo di uno spettrometro, che si serve di una fibra ottica per l'acquisizione dati. Per i test è stato utilizzato il forno a campana (come mostrato in Figura 0.1), posizionando lo strumento, inserito in un opportuno supporto, sull'oblò superiore del forno. È stato inoltre oscurato l'oblò frontale del forno per non fare entrare luce dall'esterno che avrebbe falsificato le prove.

Come si vede dal Grafico 0.1 sono state rilevate le curve per differenti step di temperatura. Le temperature indicate sono una media tra quelle rilevate al centro e alla periferia del provino 2, utilizzato per le prove con lo spettrometro, in una precedente prova. Attraverso gli step di corrente imposti, è stato possibile dedurre i valori di corrente.

Per poter ottenere dei valori più precisi e più affidabili, si rende necessaria la costruzione di un tubo di grafite da posizionare all'interno del forno, per poter avvicinare la fibra ottica al campione e quindi permettere a questa di rilevare solamente la luce proveniente dal campione riscaldante. Il tubo impedirebbe la lettura di tutte le riflessioni di luce che si vengono a creare all'interno della campana una volta che il campione è in temperatura.

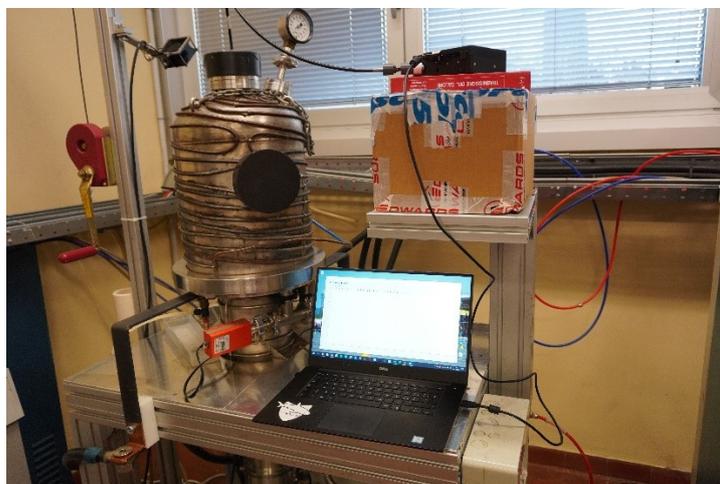


Figura 0.1 - Apparato sperimentale utilizzato

Appendice D – Data Sheet Mo (Plansee)

PLANSEE Metall GmbH
A - 6900 Reute
Tel: +43(0)672/600-0
Fax: +43(0)672/600-500
http://www.plansee.com



CERTIFICATO DI COLLAUDO

secondo DIN EN 10204 - 3.1

Certificato No.: **86680865000020**
 Data: **16.02.2010**
 Cliente: **Istituto Nazionale / IT**
 Conferma PLANSEE/Pos.: **7527981 / 40**
 No. Materiale PLANSEE: **Z141144**
 Segmento PLANSEE / Riferente / **☒ / Cantarella 414**
 N. d'ordine del cliente: **1097 del 15.12.2009**
 Specificazione No.: **giusta specifica PS-GR100**

Materiale / Prodotto: **MO / MO BARRA dia 40 +/-0,300 X 200 mm**
 Stato di fornitura / Qualità **not machined / annealed**

Dimensioni: **dia 40 +/-0,300 X 200 mm**
 Pezzi / Peso: **2,590 KG / KG**
 Lotti(i): **0090598417 2,590 KG**

ANALISI CHIMICA GARANTITA: secondo spec.-PAG A001

Mo min. 99,97 %*					
Ag max. 10 µg/g	Al max. 10 µg/g	As max. 5 µg/g			
Ba max. 5 µg/g	Ca max. 20 µg/g	Cd max. 5 µg/g			
Co max. 10 µg/g	Cr max. 20 µg/g	Cu max. 20 µg/g			
Fe max. 60 µg/g	K max. 10 µg/g	Mg max. 10 µg/g			
Mn max. 2 µg/g	Na max. 10 µg/g	Nb max. 10 µg/g			
Ni max. 10 µg/g	Pb max. 10 µg/g	Ta max. 20 µg/g			
Ti max. 10 µg/g	Zn max. 10 µg/g	Zr max. 10 µg/g			
W max. 250 µg/g					
C max. 30 µg/g	H max. 10 µg/g	N max. 5 µg/g			
O max. 40 µg/g	P max. 20 µg/g	S max. 10 µg/g			
Si max. 30 µg/g	* Purity metallica senza W				

Carico unitario di scostamento dalla proporzionalità 0,2 %:	DIN EN 10002-1 639 - 640 N/mm ²
Carico unitario di rottura:	DIN EN 10002-1 671 - 675 N/mm ²
Allungamento percentuale dopo rottura:	DIN EN 10002-1 38,6 - 41,3 %
Durezza HV:	EN ISO 6507-1 218 - 223

100 % Controllo con ultrasuoni secondo MIL-STD-2154.

In conformità a DIN EN 10204 confermiamo che la fornitura sopraindicata è stata controllata sia nelle dimensioni che visualmente e corrisponde in tutti i punti ai dati d'ordine.

Questo certificato è stato elaborato a macchina e secondo EN 10204 è valido anche senza firma.

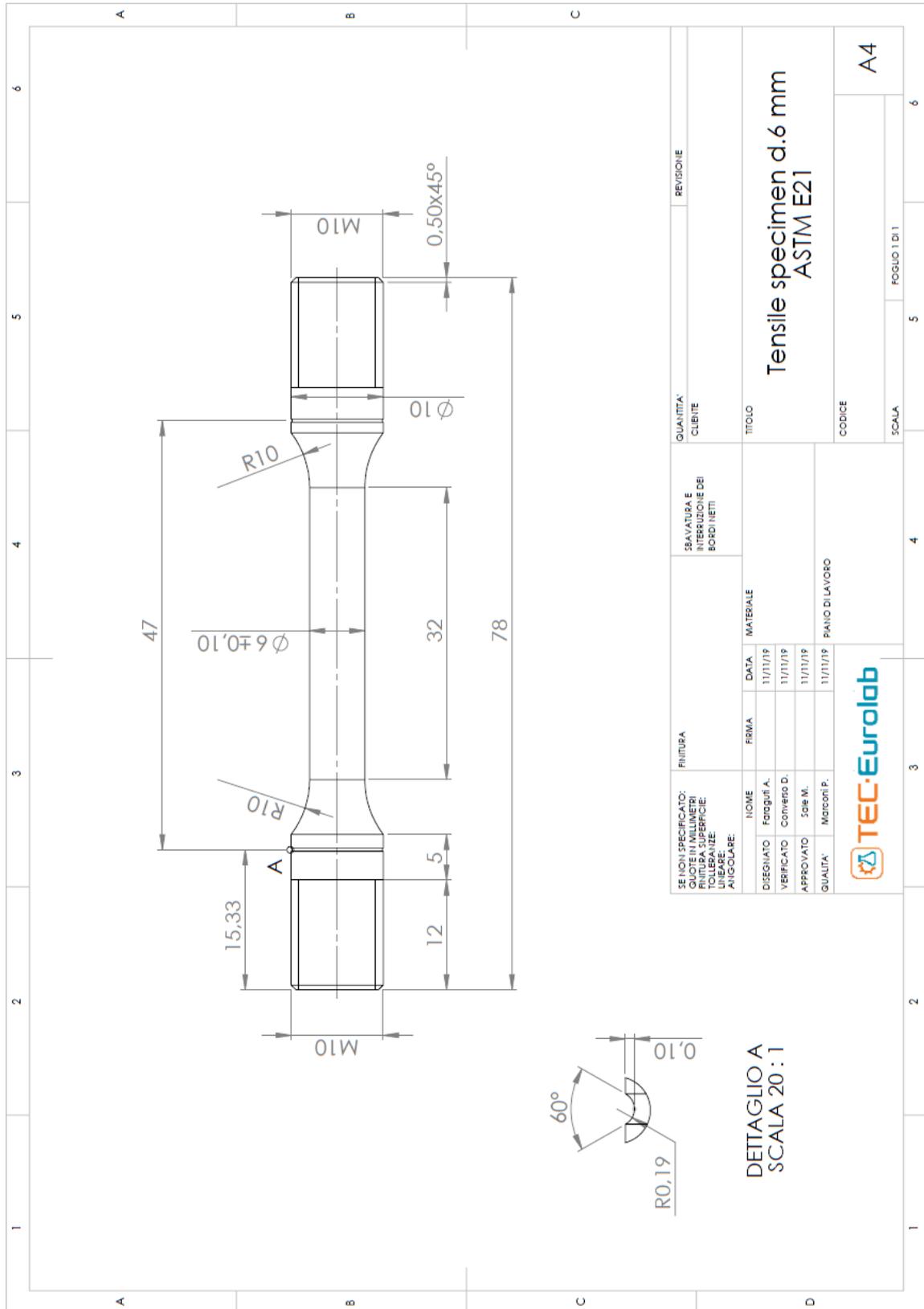
Rappresentante autorizzato

(Dr. Thurner)

PLANSEE Metall GmbH
High Performance Materials
Controllo della Qualità QM

(Partner)

Appendice E – Tavola provino per prove di trazione



SE NON SPECIFICATO: QUOTE IN MILLIMETRI FINITURA SUPERFICIE TOLLERANZE ANGOLARE		FRITURA		ISVATURA E INTERRUZIONE DEI BORDI NETTI		QUANTITA' CLIENTE		REVISIONE	
DISEGNATO	Forgiuti A.	FRIMA	DATA	MATERIALE		TITOLO			
VERIFICATO	Comerio D.		11/11/19			Tensile specimen d.6 mm ASTM E21			
APPROVATO	Sole M.		11/11/19			CODICE			
QUALITA'	Marconi P.		11/11/19	PIANO DI LAVORO		SCALA			
						FOGLIO 1 DI 1		A4	

DETTAGLIO A
SCALA 20 : 1

Bibliografia

- [1] INFN, “INFN - La missione e le sue origini.” <http://home.infn.it/it/istituto/la-missione-e-le-sue-origini>.
- [2] INFN, “INFN - Le strutture sul territorio.” <http://home.infn.it/it/la-struttura/le-strutture-sul-territorio>.
- [3] A. Minini, “La stabilità del nucleo atomico.” http://www.andreaminini.org/fisica/atoms/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] A. Andrighetto, “The SPES Project at LNL,” *AIP (American Institute of Physics)*, 2009.
- [6] M. Agostini, “Progettazione del sistema di controllo del deposito temporaneo dell’ambito del progetto SPES, Tesi di Laurea in Ingegneria Meccatronica,” Università degli Studi di Padova, 2016.
- [7] M. Lindroos, “Review of ISOL-type radioactive beam facilities,” *EPAC*, 2004.
- [8] R. Salomoni, “Studio dei meccanismi di frattura di dischi in materiale ceramico sottoposti a gradienti di temperatura radiali, Tesi di Laurea Magistrale in Ingegneria Meccanica,” 2019.
- [9] E. Boratto, “Progettazione ed ingegnerizzazione del Front-End protonico del progetto SPES, Tesi di Laurea in Ingegneria Meccanica,” Università degli Studi di Padova, 2015.
- [10] M. Sturaro, “Caratterizzazione termo-strutturale di materiali ceramici per applicazioni in fisica e medicina nucleare, Tesi di laurea magistrale in Ingegneria Meccanica,” 2018.
- [11] J. O. Milewski, *Additive Manufacturing of Metals*. 2017.
- [12] F. Bariani, “Additive Manufacturing, Slides from course ‘Digital Manufacturing,’” 2018.
- [13] Additively, “additively.” <https://www.additively.com/en/>.
- [14] Trumpf, “TRUMPF.” https://www.trumpf.com/en_SG/solutions/applications/additive-manufacturing/laser-metal-deposition-lmd/.
- [15] K.-H. Leitz *et al.*, “Fundamental analysis of the influence of powder characteristics in Selective Laser Melting of molybdenum based on a multi-physical simulation model,” *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 72, pp. 1–8, 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2017.11.034>.
- [16] D. Faidel, D. Jonas, G. Natour, and W. Behr, “Investigation of the selective laser melting process with molybdenum powder,” *Addit. Manuf.*, vol. 8, pp. 88–94, 2015, doi: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2015.09.002>.
- [17] W. Shifeng, L. Shuai, W. Qingsong, C. Yan, Z. Sheng, and S. Yusheng, “Effect of molten pool boundaries on the mechanical properties of selective laser melting parts,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 214, no. 11, pp. 2660–2667, 2014, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2014.06.002>.
- [18] B. Schiller, A. Edelmann, and R. Hellmann, “Characterization of Surface Quality for Inconel 625 Components Manufactured by Selective Laser Melting,” 2017, doi: 10.26649/musci.2017.022.
- [19] H. Ali, H. Ghadbeigi, and K. Mumtaz, “Effect of scanning strategies on residual stress and mechanical properties of Selective Laser Melted Ti6Al4V,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 712, pp. 175–187, 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.103>.
- [20] D. Bettinardi and P. Tkac, “Dissolution of Additively Manufactured Mo disks and Structures for Accelerator Based Production of Mo-99.” 2020.
- [21] L. Zhou, T. Yuan, R. Li, J. Tang, M. Wang, and F. Mei, “Anisotropic mechanical behavior of biomedical Ti-13Nb-13Zr alloy manufactured by selective laser melting,” *J. Alloys Compd.*, vol. 762, pp. 289–300, 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.05.179>.
- [22] D. Wang, C. Yu, J. Ma, W. Liu, and Z. Shen, “Densification and crack suppression in selective laser melting of pure molybdenum,” *Mater. Des.*, vol. 129, pp. 44–52, 2017, doi: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.04.094>.
- [23] L. Kaserer *et al.*, “Fully dense and crack free molybdenum manufactured by Selective Laser Melting through alloying with carbon,” *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 84, p. 105000, 2019, doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2019.105000>.
- [24] J. Braun *et al.*, “Molybdenum and tungsten manufactured by selective laser melting: Analysis of defect structure and solidification mechanisms,” *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 84, p. 104999, 2019,

- doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2019.104999>.
- [25] R. D. and A. P. P. Rebesan, M. Bonesso, C. Gennari, M. Vedani, “Tungsten and Molybdenum Fabricated by Laser Powder Bed Fusion,” 2020.
- [26] I. Shabalin, “Introduction to Ultra-High Temperature Materials,” 2014, pp. 1–6.
- [27] Zanichelli, “Tavola periodica Zanichelli.” <https://tavolaperiodica.zanichelli.it/>.
- [28] P. Bajaj, “SLM Manufacturing of Molybdenum,” 2016.
- [29] P. Bajaj, J. Wright, I. Todd, and E. A. Jäggle, “Predictive process parameter selection for Selective Laser Melting Manufacturing: Applications to high thermal conductivity alloys,” *Addit. Manuf.*, vol. 27, pp. 246–258, 2019, doi: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.12.003>.
- [30] T. Rahman, W. L. Ebert, and J. E. Indacochea, “Effect of molybdenum additions on the microstructures and corrosion behaviours of 316L stainless steel-based alloys,” *Corros. Eng. Sci. Technol.*, vol. 53, no. 3, pp. 226–233, 2018, doi: 10.1080/1478422X.2018.1443991.
- [31] R. Morales-Estrella, D. Sichen, S. Seetharaman, and I. Arvanitidis, “Reduction of Fe₂MoO₄ by hydrogen gas,” *Metall. Mater. Trans. B*, vol. 33, 2002, doi: 10.1007/s11663-002-0038-x.
- [32] M. Manzolaro, “Off-line ionization tests using the surface and the plasma ion sources of the SPES project,” *Rev. Sci. Instrum*, 2012.
- [33] M. Manzolaro, “Ongoing characterization of the forced electron beam induced arc discharge ion source for the selective production of exotic species facility,” *Rev. Sci. Instrum*, 2014.
- [34] and F. D. M. Manzolaro, G. Meneghetti, A. Andrighetto, G. Vivian, “Thermal-electric coupled-field finite element modeling and experimental testing of high-temperature ion sources for the production of radioactive ion beams,” *Rev. Sci. Instrum*, 2016.
- [35] C. Bonacina, A. Cavallini, and L. Mattarolo, *Trasmissione del calore*. CLEUP, 1989.
- [36] T. L. Bergman, F. P. Incropera, D. P. DeWitt, and A. S. Lavine, *Fundamentals of Heat and Mass Transfer*. Wiley, 2011.
- [37] E. Pitarresi, “Caratterizzazione termo-strutturale e studio dei meccanismi di frattura di dischi in carburo di titanio TiC per applicazioni nucleari, Tesi di Laurea Magistrale in Ingegneria dei Materiali,” 2020.
- [38] S. J. Ling, J. Sanny, and W. Moebis, *University Physics Volume 3*. Samurai Media Limited, 2017.
- [39] Modline, “Modline 5 infrared Thermometer installation and operation Manual.” 2007.
- [40] FLUKE, “Product Manuals.” <https://www.flukeprocessinstruments.com/en-us/downloads/productmanuals>.
- [41] Wikipedia, “Wikipedia.” <https://it.wikipedia.org/wiki/Rugosità>.
- [42] A. Sala, *Radiant Properties of Materials: Tables of Radiant Values for Black Body and Real Materials*. Elsevier, 1986.
- [43] R. Siegel, *Thermal Radiation Heat Transfer, Fourth Edition*. Taylor & Francis, 2001.
- [44] Y. S. Touloukian, D. P. DeWitt, THERMOPHYSICAL, and E. P. I. A. C. L. IN., *Thermophysical Properties of Matter - The TPRC Data Series. Volume 7. Thermal Radiative Properties - Metallic Elements and Alloys*. Defense Technical Information Center, 1970.
- [45] G. Meneghetti, M. Manzolaro, and M. Quaresimin, *Introduction to the structural analysis with Ansys numerical code*. 2018.
- [46] G. Meneghetti and M. Manzolaro, *Introduction to the thermal analysis with Ansys numerical code*. 2016.
- [47] A. Mario, “Progettazione termo-strutturale, ingegnerizzazione e test ad alta temperatura del target diretto SPES per fasci di protoni da 40 MeV e fino a 20 μA di intensità, Tesi di Laurea Magistrale in Ingegneria Meccanica,” 2017.
- [48] L. Thijs, K. Kempen, J.-P. Kruth, and J. Van Humbeeck, “Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder,” *Acta Mater.*, vol. 61, no. 5, pp. 1809–1819, 2013, doi: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.11.052>.
- [49] A. S. M. I. H. Committee, *ASM Handbook: Formerly Tenth Edition, Metals Handbook. Properties and selection: nonferrous alloys and special-purpose materials*, no. v. 2. ASM International, American Society of Materials, 1998.
- [50] Y. S. TOULOUKIAN, *Thermophysical Properties of Matter Vol 12 Thermal Expansion Metallic Elements and Alloys [Vol 12]*. .

