



Agenzia Nazionale per le Nuove Tecnologie,
l'Energia e lo Sviluppo Economico Sostenibile



Ministero dello Sviluppo Economico

RICERCA DI SISTEMA ELETTRICO

Caratterizzazione di materiali ceramici compositi da impiegare in reattori nucleari di nuova generazione con qualifica dei metodi e delle apparecchiature impiegate
(Deliverable 1)

M. Marchetti, F. Agostinelli, F. Cioeta, P. Coluzzi, A. Grilli, C. Vassalli



Report RdS/2011/222

CARATTERIZZAZIONE DI MATERIALI CERAMICI COMPOSITI DA IMPIEGARE IN REATTORI
NUCLEARI DI NUOVA GENERAZIONE CON QUALIFICA DEI METODI E DELLE
APPARECCHIATURE IMPIEGATE – DELIVERABLE 1

M. Marchetti, F. Agostinelli, F. Cioeta, P. Coluzzi, A. Grilli, C. Vassalli – CIRTEN UNIROMA La
Sapienza

Settembre 2011

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico – ENEA

Area: Governo, Gestione e sviluppo del sistema elettrico nazionale

Progetto: Nuovo nucleare da fissione: collaborazioni internazionali e sviluppo competenze in
materia nucleare

Responsabile Progetto: Paride Meloni, ENEA

Indice:

1	Scopo	4
<i>1.1</i>	<i>MACCHINE UTILIZZATE</i>	<i>4</i>
1.1.1	Macchina Schenck Trebel.....	4
1.1.2	Dilatometro	5
1.1.3	Dispositivo di riscaldamento.....	7
<i>1.2</i>	<i>PROVA DI TRAZIONE.....</i>	<i>8</i>
1.2.1	Descrizione del test.....	8
1.2.2	Risultati.....	10
<i>1.3</i>	<i>COEFFICIENTE D'ESPANSIONE TERMICA.....</i>	<i>12</i>
1.3.1	Descrizione	12
2	Test campione D CC2/1	13
3	Test campione D CC2/2	14

1 Scopo

Lo scopo di questo Report è una campagna di test necessario per la caratterizzazione dei campioni forniti da FN S.p.A. di Bosco Marengo (AL).

Tutti i test sono eseguiti secondo le normative concordate con FN S.p.A.

1.1 MACCHINE UTILIZZATE

1.1.1 Macchina Schenck Trebel

Tutte le prove statiche sono state effettuate mediante una macchina Schenck Trebel a controllo di spostamento. L'impianto permette di misurare lo spostamento grazie ad un LVDT solidale alla traversa superiore mobile, inoltre la misura della forza applicata viene rilevata da una cella di carico posta sulla traversa stessa. La cella di carico può essere posta di varie dimensioni per adattare la sensibilità ed il campo di misura alle forze in gioco.

Nella prova di trazione, sono stati adoperati degli estensimetri che sono collegati al computer principale tramite un sistema CATMA di ponti di Weastone autobilanciati.



Figura 3.1 Macchina Schenck Trebel.

1.1.2 Dilatometro

Il dilatometro è utilizzato per la determinazione del coefficiente d'espansione termica del materiale. Consiste in una camera di forma cilindrica in cui è fatto il vuoto (fino a 10^{-3} bar) mediante un compressore esterno. All'interno della camera è presente una termocoppia utile a misurare la temperatura del campione e dell'ambiente interno, mentre la dilatazione del campione è rilevata con un LVDT. Il posizionamento del campione, opportunamente intagliato, deve essere eseguito con precisione su di un portacampione che può essere di quarzo o d'alluminio; la scelta del portacampione è funzione del range di temperature raggiunte nel test: infatti, il quarzo raggiunge temperature prossime ai 800-900 °C, mentre l'alluminio permette di ottenere misure a 1600 °C; per entrambi i portacampioni sono state effettuate delle curve di calibrazione al fine di valutare la dilatazione del portacampione per poter ottenere le curve di correzione del segnale uscente. Infatti, tale segnale comprende la dilatazione sia del campione sia del portacampione, quindi deve essere opportunamente modificato per ottenere la sola dilatazione del campione. Tutto il sistema viene raffreddato ad acqua corrente.

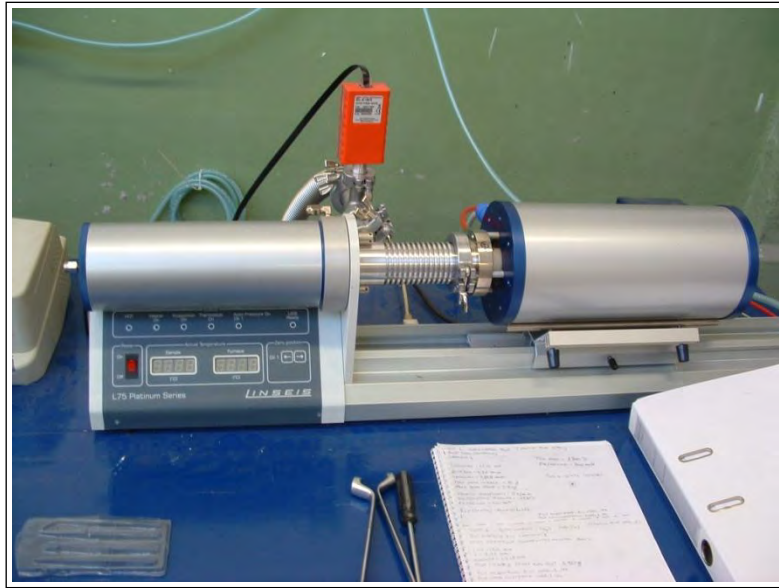


Figura 3.2 Dilatometro.

1.1.3 Dispositivo di riscaldamento

Per le prove meccaniche da effettuarsi in temperatura viene utilizzato un dispositivo ceramico rappresentato nella foto seguente:



Il dispositivo consiste in un cilindro di acciaio che viene riscaldato da una resistenza e termoregolato attraverso un controllore PLC. La termoregolazione avviene per mezzo di una termocoppia opportunamente posizionata a contatto con il cilindro in modo da assicurare la massima precisione in termini di temperatura effettivamente raggiunta dal cilindro stesso. Il dispositivo viene posizionato sulla macchina a trazione Schenck Trebel in modo da avvolgere il campione da testare che, grazie alla distanza tra le pareti del cilindro ed il campione stesso, raggiungerà la temperatura di prova.

1.2 PROVA DI TRAZIONE

1.2.1 Descrizione del test

La prova di trazione è la prima delle prove che portano alla caratterizzazione del materiale. Per eseguire il test ci si è basati sulla normativa ASTM C1359.

Si è scelto un tipo d'afferraggio passivo che agisca sui bordi di campioni intagliati ad osso di cane, come si può vedere dalle Fig. 1, Fig. 2, Fig. 3 e Fig. 4

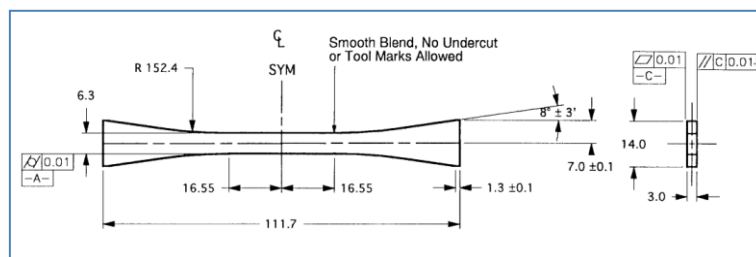


Fig. 1: Provino per prove di trazione:

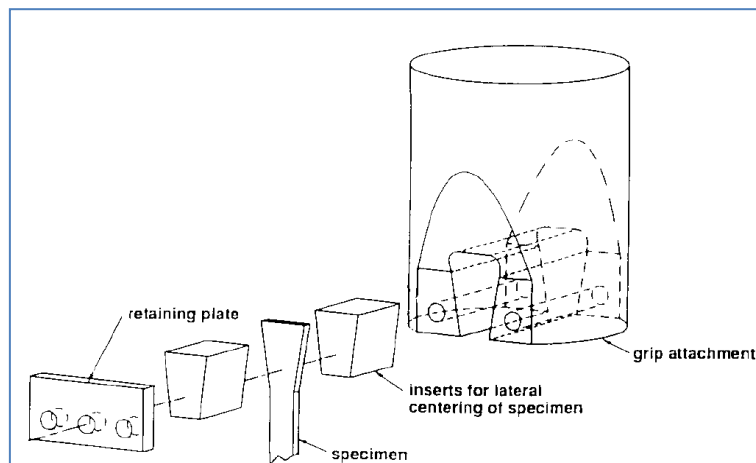


Fig. 2: Disegni dell'afferraggio



Fig. 3: Vista d'insieme dei campioni



Fig. 4: Particolare afferraggio

Gli afferraggi sono stati realizzati appositamente per il test in un acciaio resistente ad alte temperature per poter essere utilizzati per test di resistenza tensionale ad alta temperatura.

Il montaggio degli afferraggi è un'operazione che richiede particolare attenzione, infatti, l'allineamento tra la parte superiore ed inferiore deve essere perfetto sia in termini di centraggio sia d'angolo rispetto al loro asse per garantire un corretto svolgimento della prova.

Il posizionamento del provino all'interno degli afferraggi deve essere fatto con particolare cura per assicurarsi che non sia presente la flessione durante il test, ma solo sforzi tensionali. I provini sono

centrati tramite dei riempimenti d'acciaio sagomati per combaciare con le prese dell'afferraggio e serrati da viti. Il centramento dei provini ed il loro corretto allineamento al momento della prova è fondamentale per evitare che si crei un momento flettente sul pezzo che andrebbe ad alterare il risultato della prova, che invece si basa sulla sola presenza della tensione normale di trazione.

La geometria dei campioni a forma d'osso di cane e l'afferraggio passivo che applica la forza sui bordi del provino garantiscono che la rottura avvenga nella zona centrale, distante dagli afferraggi. Quindi, la condizione che la rottura avvenga nella zona centrale del provino, lontana dagli afferraggi, è una condizione necessaria affinché il test sia valido.

L'afferraggio di tipo passivo, che applica la forza sui bordi dei provini ha richiesto che in tali punti i campioni fossero rinforzati mediante una resina epossidica EC 130 LV miscelata ad un indurente W342 in rapporto di peso pari a 100:30. S'è applicata tale resina sui bordi per rinforzarli e s'è atteso il tempo d'indurimento di 24 prima di effettuare le prove (Fig. 3).

Durante il test di tensione, che viene eseguito ad una velocità pari a 1 mm/min, si eseguono le misure di forza applicata tramite la cella di carico della macchina e di deformazione tramite gli estensimetri con una frequenza d'acquisizione pari a 2 Hz. La forza applicata diviso l'area resistente iniziale serve a trovare la tensione agente sul pezzo, mentre gli estensimetri misurano la deformazione. In questa maniera si ottengono le curve di tensione-deformazione del composito e il valore della resistenza massima del materiale.

$$\sigma = \frac{F}{A}$$

Dove: σ è la tensione agente sul pezzo, espressa in MPa (N/mm^2).

F è la forza di trazione agente, misurata in N.

A è l'area della sezione resistente, misurata in mm.

Tutti i campioni sono stati tirati quando la temperatura registrata sul campione è stata pari a 700°C.

1.2.2 Risultati

Si sono misurati durante il test il tempo e lo spostamento della traversa della macchina solo a fini di controllo, mentre si è effettuata la misura della forza applicata tramite una cella di carico HBM Z4

da 100 KN, e le deformazioni tramite potenziometro solidale alla traversa della macchina Schenck Trebel.

Provino	Sezione resistente mm ²	Forza max N	sigma max MPa
1	14,15	1668	117,9
2	14,17	1896	133,8
3	14,23	1740	122,2
4	13,98	1734	124,1
5	13,76	1812	131,7
media		1770,0	124,6
dev. Stand.	0,173	77,8	6,7
Dev. Stand. %	1,23	4,4	5,4

Tab. 1: Risultati prove a trazione

Come si può notare i test riportano risultati molto simili con una bassa deviazione standard che porta a considerare la bontà dl materiale studiato e della metodologia di prova.

In particolare si può notare come il valore della tensione massima ammissibile sia situato intorno ai 125 MPa

Il materiale non presenta zone d'incrudimento o snervamento, ma si comporta in maniera elastica fino alla rottura, che avviene in maniera fragile ed è accompagnata da sensibili rumori di rottura delle fibre. Tali rumori s'iniziano a sentire qualche istante prima della rottura e sono derivati dalla rottura delle singole fibre all'interno della matrice. Nell'istante della rottura, localizzata sempre nella zona centrale del campione in modo da garantire la validità del test, viene rilasciata nell'aria una polvere di carbonio che si stacca dalla matrice.

1.3 COEFFICIENTE D'ESPANSIONE TERMICA

1.3.1 Descrizione

L'analisi del Coefficiente di Espansione Termica è stata richiesta per un numero di campioni pari a 5 provini indicanti l'id: D CC2/1, D CC2/2, D CC2/3, D CC2/4, D CC2/5.



Fig. 5: Totale dei campioni di testare

In base alle specifiche richieste, in cui non viene fornita una precisa temperatura di riferimento cui testare i campioni ma soltanto un range tra gli 800 e i 1000°C, si è stabilito di condurre tutte le prove ad una temperatura di 900°C con un gradiente di 3°C al minuto per consentire al sistema di acquisire lentamente l'aumentare della temperatura ottenendo così risultati più precisi e stabili.

2 Test campione D CC2/1

Il campione D CC2/1 presenta un andamento coerente con quello del CTE ma con valori inizialmente negativi, cioè definendo una contrazione del materiale a temperature intorno ai 500°C per poi stabilizzarsi ad un andamento positivo e quindi di dilatazione verso i 600°C e mantenendo tali valori fino ai 900°C imposti.

Temperatura [°C]	CTE[E ⁻⁶ /K]	Delta L [μm]	delta l %
30	-2.3	-0.2	-0.08
500	-0.8	-1.0	-0.038
600	0.1	0.2	0.002
800	2.2	5.2	0.169
900	0.5	1.6	0.039

Tab. 2: Risultati del CTE e dilatazione ottenuti con il primo ciclo termico sul provino D CC2/1

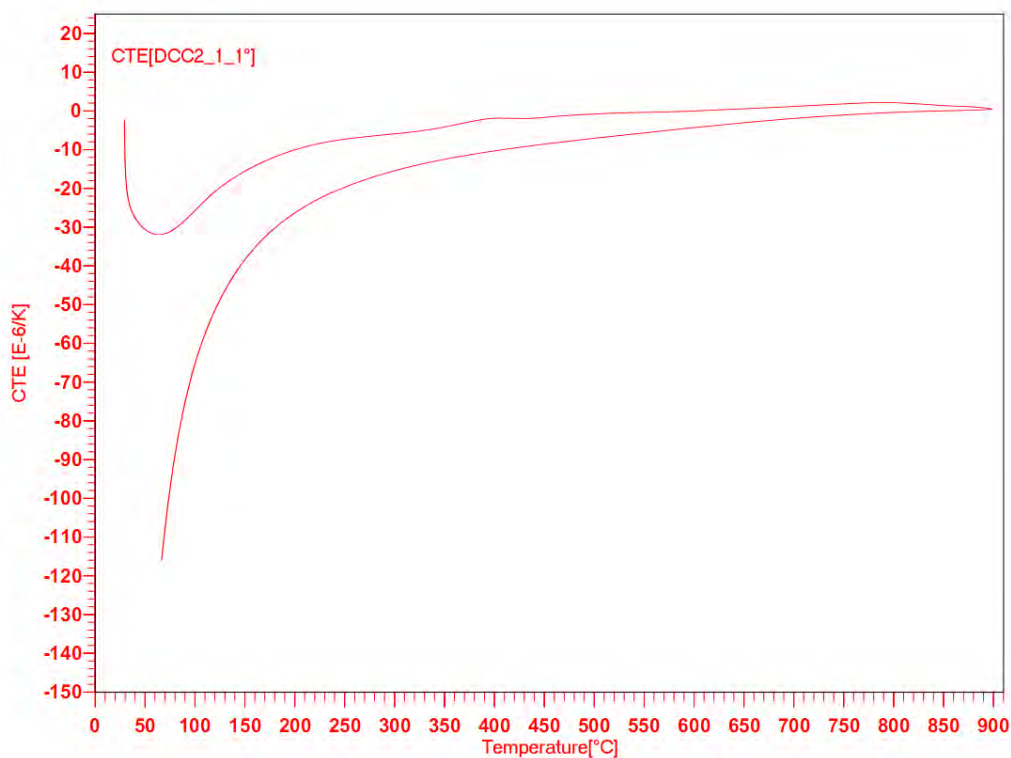


Fig. 6: Andamento del CTE per il provino D CC2/1

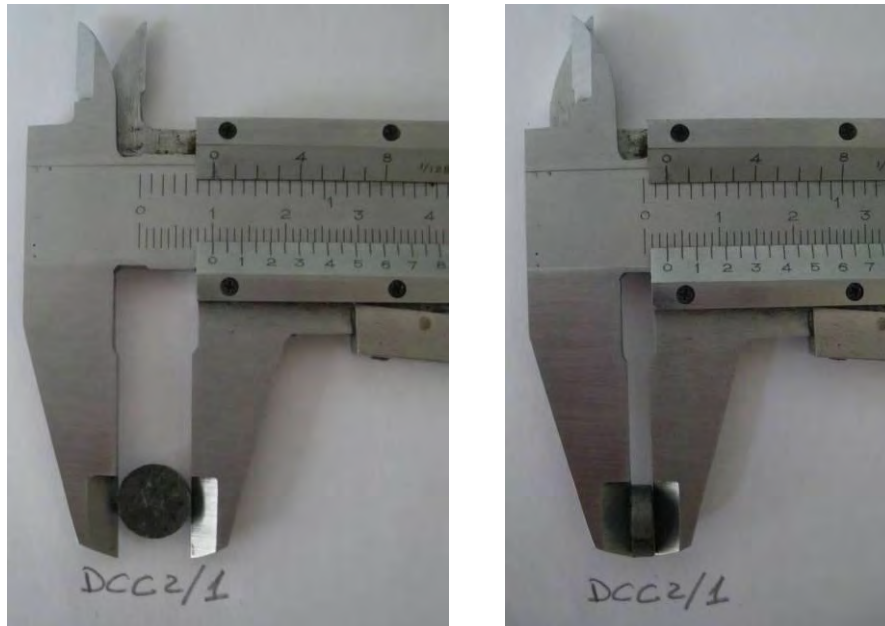


Fig. 7: Misurazione del campione D CC2/1 prima del ciclo termico.

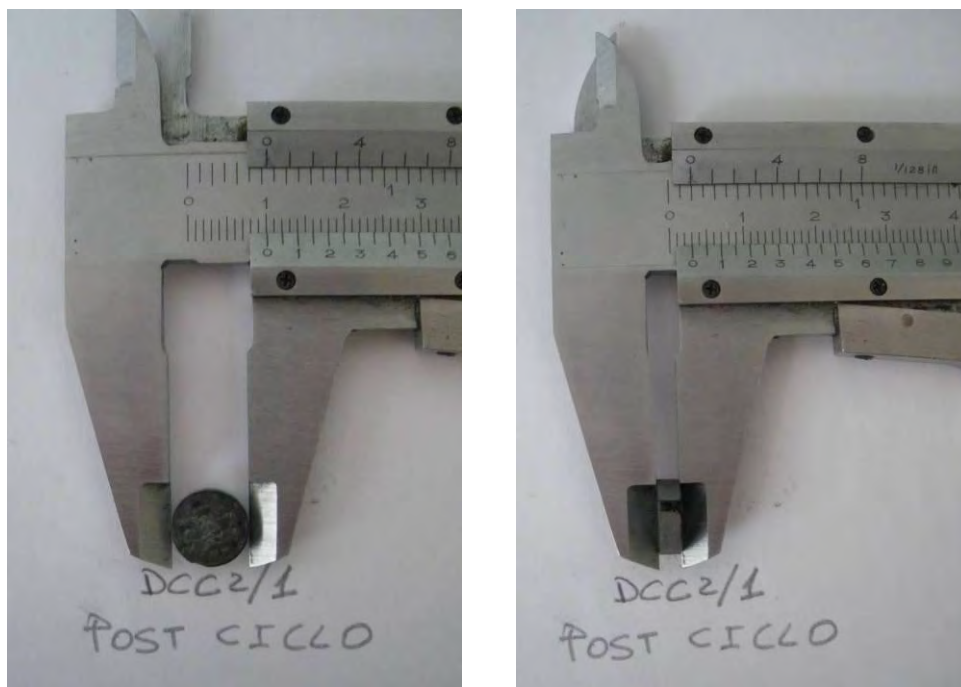


Fig. 8: Misurazione dei campioni D CC2/1 dopo il ciclo termico.

Le Fig. 7e Fig. 8 mostrano che il campione ha mantenuto le stesse dimensioni anche dopo il ciclo termico.

3 Test campione D CC2/2

Il campione D CC2/2 presenta anch'esso un andamento coerente con l'andamento letterale del CTE ma sono evidenti delle differenze nei risultati rispetto al provino precedente.

Pur presentando inizialmente valori negativi, quindi una contrazione del materiale a temperature intorno ai 500°C, esso assume valori positivi intorno ai 540°C, quindi in anticipo rispetto al D CC2/1, per poi stabilizzarsi con tale andamento positivo fino agli 800°C e cambiare nuovamente andamento verso i 900°C imposti.

Temperatura [°C]	CTE [E ⁻⁶ /K]	Delta L [μm]	delta L%
30	-7.5	-0.24	-0.08
500	-0.5	-0.73	-0.024
540	0.1	0.18	0.005
800	1.8	4.09	0.137
900	0.0	-0.14	-0.004

Tab. 3: Risultati del CTE ottenuti con il primo ciclo termico sul provino D CC2/2

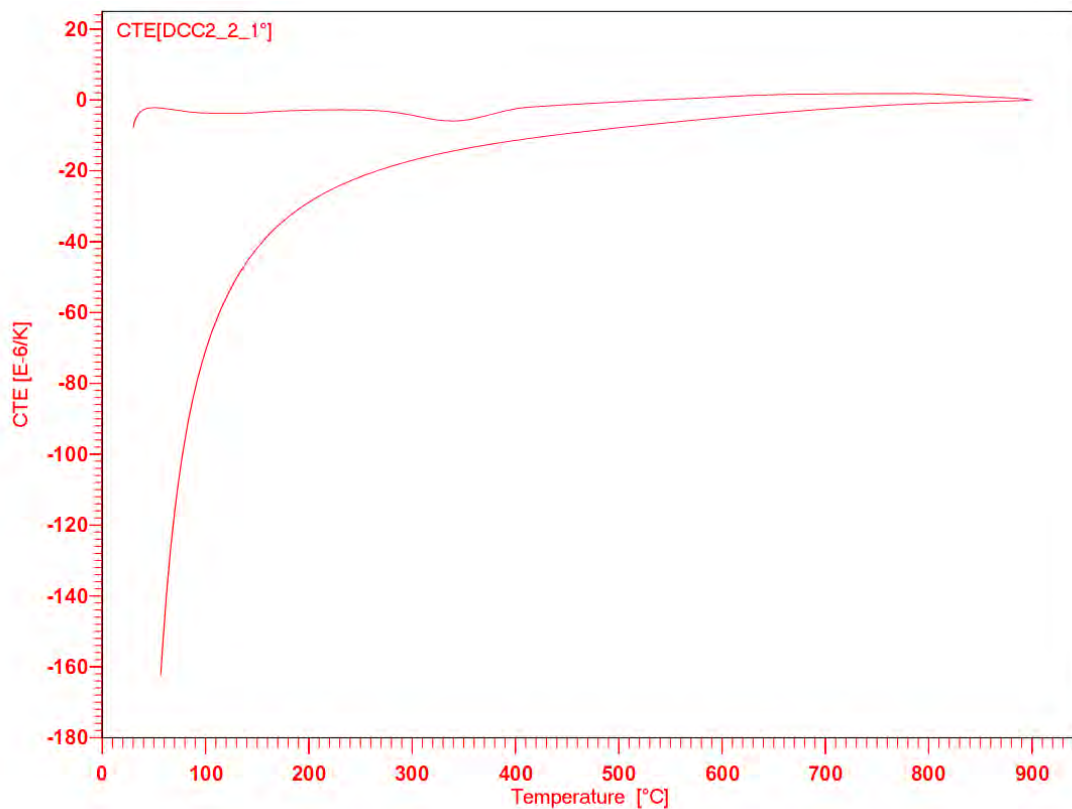


Fig. 9: Andamento del CTE per il provino D CC2/2



Fig. 10: Misurazione del campione D CC2/2 prima del ciclo termico

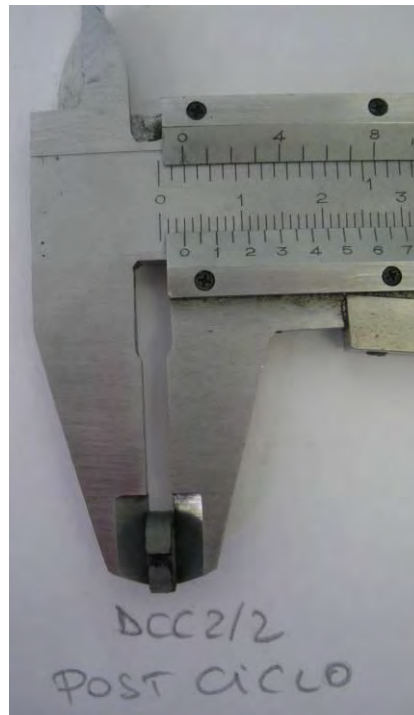


Fig. 11: Misurazione del campione D CC2/2 dopo il ciclo termico

Le Fig. 10 e Fig. 11 mostrano che il campione ha mantenuto le stesse dimensioni anche dopo il ciclo termico.