



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



*Ministero dello Sviluppo Economico*

## RICERCA DI SISTEMA ELETTRICO

Rapporto sui risultati del codice di modellazione dei materiali  
compositi e dei risultati delle prove meccaniche sul composito  
ceramico SiC/SiC

*A. Moriani, L. Bettinali*

RAPPORTO SUI RISULTATI DEL CODICE DI MODELLAZIONE DEI MATERIALI COMPOSITI E DEI  
RISULTATI DELLE PROVE MECCANICHE SUL COMPOSITO CERAMICO SIC/SIC

A. Moriani, L. Bettinali (ENEA)

Novembre 2011


Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico – ENEA

Area: Governo, gestione e sviluppo del sistema elettrico nazionale

Progetto: Fusione nucleare: Attività di fisica e tecnologia della fusione complementari ad ITER,  
denominate "Broader Approach"

Responsabile Progetto: Aldo Pizzuto, ENEA

 <b>UTFUS – TF JT60SA</b>	<b>Sigla di identificazione</b>	<b>Distrib.</b>	<b>Pag.</b>	<b>di</b>
	RT-JT60-SA-010	L	1	86

### Titolo

Rapporto sui risultati del codice di modellazione dei materiali compositi e dei risultati delle prove meccaniche sul composito ceramico SiC/SiC

### Descrittori

**Tipologia del documento:** Rapporto Tecnico

**Collocazione contrattuale:** Ricerca Sistema Elettrico AdP ENEA-MSE PAR2010 1.3.2.b

**Argomenti trattati:** materiali compositi ceramici, modellazione, prove meccaniche

### Sommario

Nella sua prima parte questo rapporto descrive il lavoro di modellazione relativo allo sviluppo di una metodologia multiscala applicata alla modellazione dei materiali compositi.

Successivamente, viene esposto il programma sperimentale relativo alle prove di caratterizzazione meccanica da realizzare sui materiali che saranno forniti da FN.

### Note

Copia n.

In carico a:

2			NOME			
			FIRMA			
1			NOME	L. Bettinali		
			FIRMA			
0	EMISSIONE	30/11/2011	NOME	A. Moriani		
			FIRMA			
REV.	DESCRIZIONE	DATA		REDAZIONE	CONVALIDA	APPROVAZIONE

## Tabella dei contenuti

1. Premessa.....	6
2. Development of a multi-scale methodology for composite structural modelling and validation of modelling procedure by mechanical testing.....	7
3. Prove meccaniche sul composito ceramico SiC/SiC realizzato da FN.....	35
4. ALLEGATO 1 Rapporto tecnico CVI032 R368 edito da FN.....	56
5. ALLEGATO 2 Allegati di riferimento al capitolo delle prove meccaniche sul composito ceramico SiC/SiC realizzato da FN .....	89

## **Premessa**

Nella sua prima parte questo rapporto descrive il lavoro di modellazione relativo allo sviluppo di una metodologia multiscala applicata alla modellazione dei materiali compositi.

Successivamente, viene esposto il programma sperimentale relativo alle prove di caratterizzazione meccanica da realizzare sui materiali che saranno forniti da FN.

**DEVELOPMENT OF A MULTI-SCALE METHODOLOGY FOR  
COMPOSITE STRUCTURAL MODELLING AND VALIDATION OF  
MODELLING PROCEDURE BY MECHANICAL TESTING**

## **1 – Introduction**

A technique to describe the mechanical behaviour is the multiscale methodology which allows to link the macroscopic behaviour with the microstructural characteristics and results to be a more predictive approach (with respect to phenomenological models) with the possibility to estimate the effect of a change in the fibres and matrix arrangement on the composite behaviour. Practically, the approach consists in the description of the behaviour at the scale of the constituents, fibre and matrix, (microscale) where each constituent is modelled by using continuum mechanics relationships. Afterwards, the homogenisation treatment will allow to create a mesoscale structure (e.g., layer) and finally to deduce the macroscopic behaviour. The findings and results of this study can be implemented in a finite element code by means of a user subroutine. A similar approach can be attempted for thermal properties.

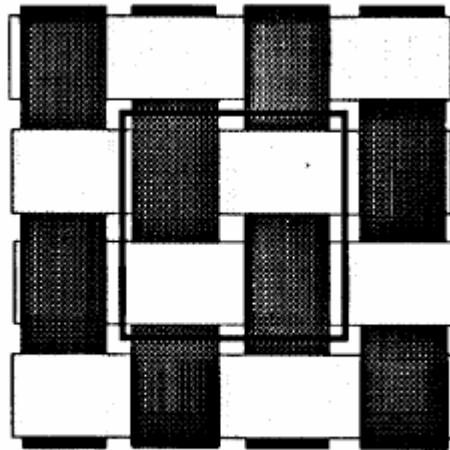
An important part of the task is the validation of the modelling by testing. These tests are aimed both at the determination of the basic constituent properties (fibre and matrix), fibre-matrix interface behaviour and composite macroscopic properties. The tests include fibre tensile and composite tensile and bending.

## **2 – Constitutive model for a balanced plain weave fabric**

The research for a possible commercial environment had shown that in commercially there are finite element codes based on computational composite engineering micromechanics that could be a good solution for our problems. After the research what emerges is that such products are almost totally developed from the NASA ((National Aeronautics and Space Administration) and when commercialized they are characterized by exorbitant costs.

The high cost of the commercial code that could represent a possible environment for development of a model for the structural analysis of ceramic matrix composite material, has brought us to the decision to internally develop a multiscale code based on the commercial software ABAQUS.

This work deals of developing a constitutive model for balanced plain weave fabric (figure 2.1). The micromechanical model was implemented in Fortran [1] programs and user material subroutine for ABAQUS [2], called UMAT, was created out of these programs.



(a) plain weave

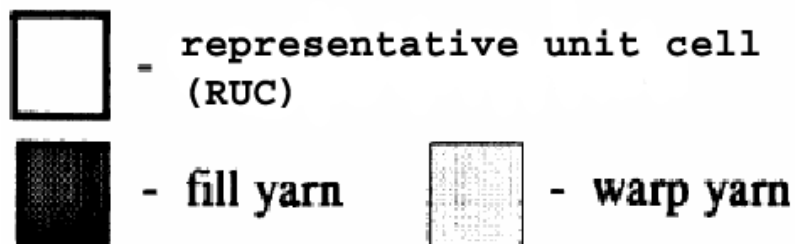


Figure 2.1: Plane weave fabric.

This model starting from geometrical parameter and mechanical parameter of the single constituents (fiber and matrix), determines the effective moduli of the representative unit cell (RUC) shown in figure 2.2 [3].

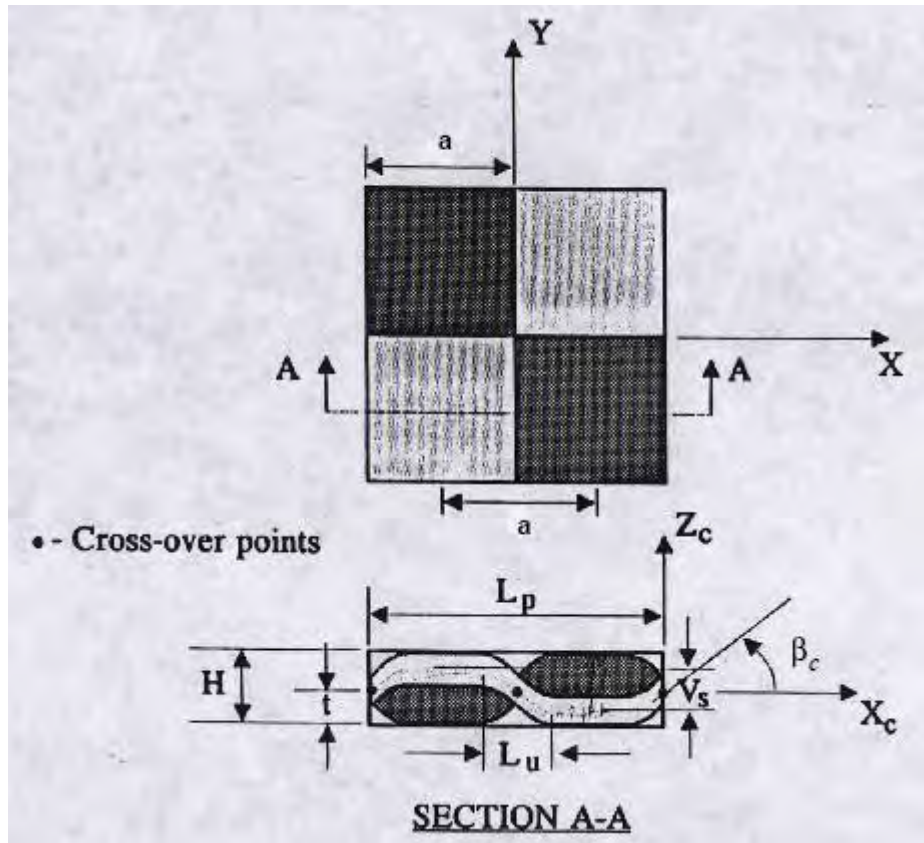


Figure 2.2: Plain weave RUC geometry and notation.

This model was implemented in the structural analysis software system ABAQUS, writing a specific subroutine called UMAT. This UMAT subroutine provides the capability to combine a new material model with the powerful numerical algorithms for structural analysis available in ABAQUS.

The last part of this job was to determine a material failure mechanism theory for balanced plain weave architecture and implement this model in a specific subroutine in the ABAQUS structural analysis software.

The geometric model was developed with the following assumptions:

1. The yarn spacing (quantity  $a$  in figure 2.3) for the fill and warp yarns are assumed to be equal.
2. There is no gap between adjacent yarns.
3. The centreline of the yarn path consists of undulation portions and straight portions, with the centreline of undulating portions described by the sine function as drawn in figure 2.4.
4. The cross-section area and the thickness of the yarn normal to its centreline are uniform along the arc-length of the centreline.

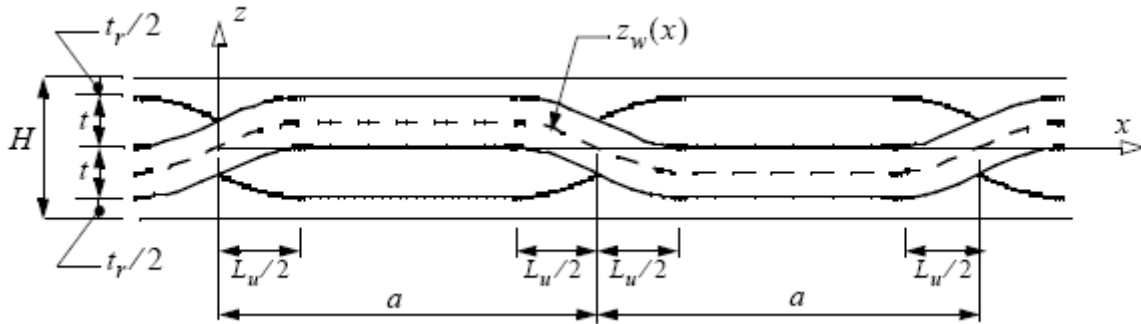


Figure 2.3: Cross section of the RUC along the warp yarn.

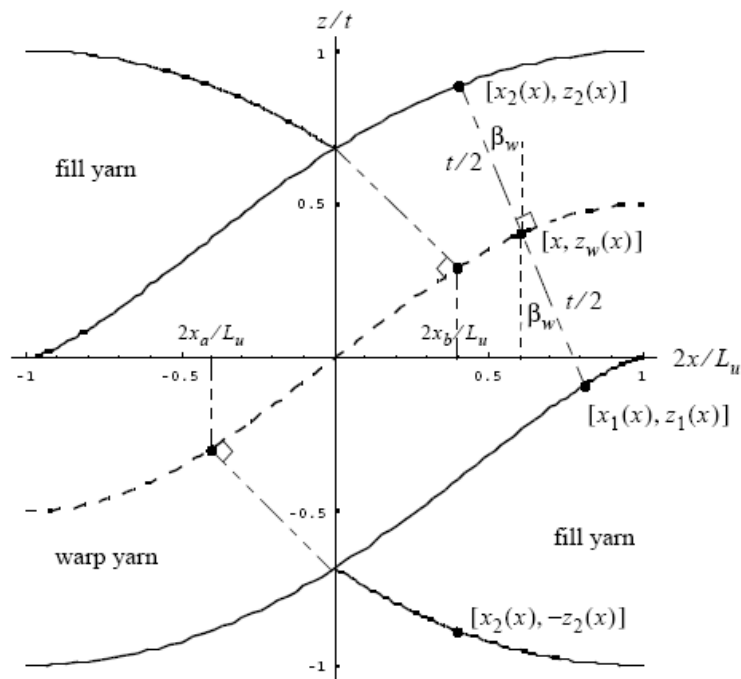


Figure 2.4: Geometry of an undulation region along the warp yarn.

The input parameters for the Fortran subroutine that solve the nonlinear equations describing the geometry of the balanced plane weave architecture are shown in the flow chart in figure 2.5.

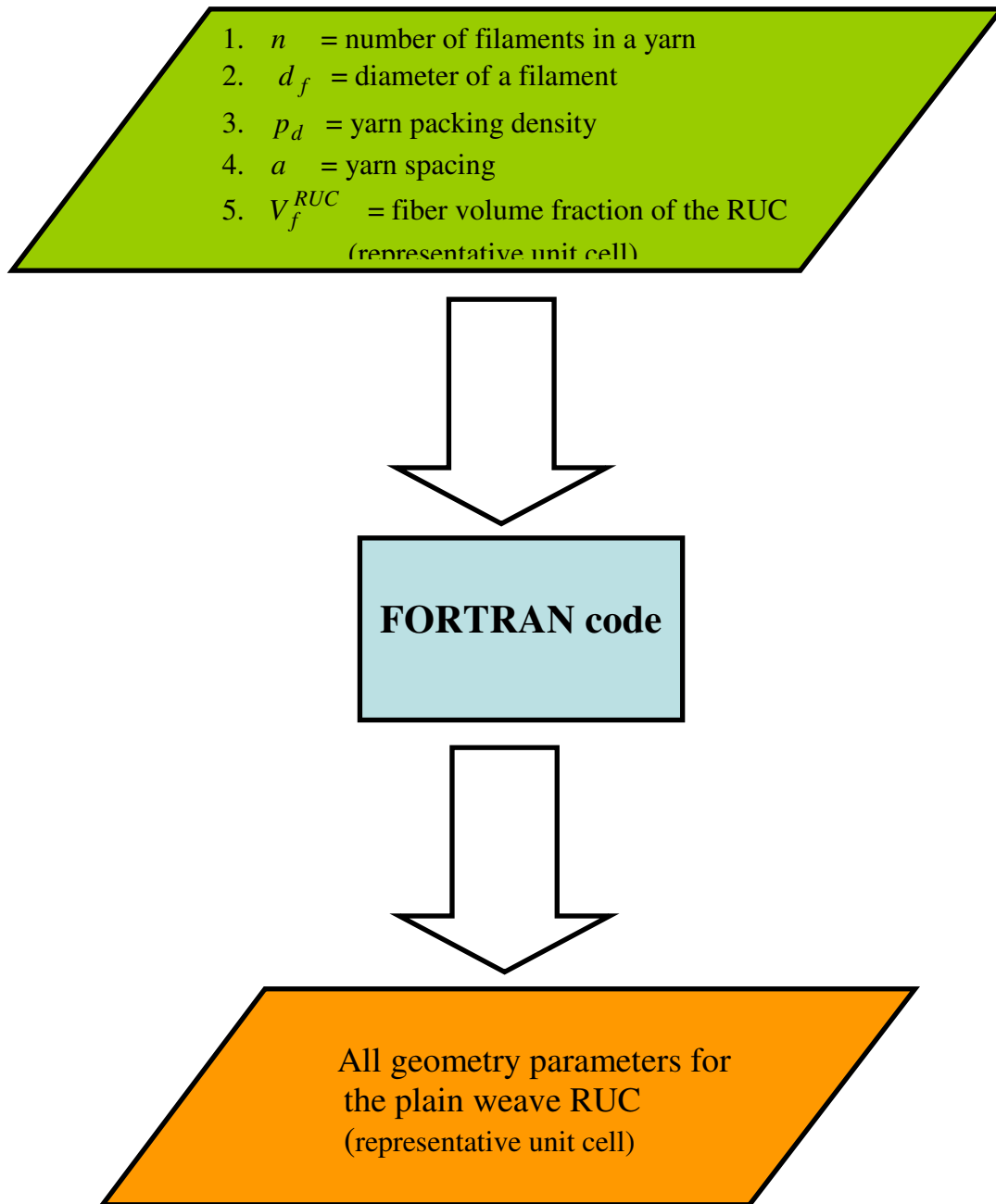


Figure 2.5: Flow chart to resolve the geometry.

The first three parameters describe that the warp and fill yarns contain the same number of filaments  $n$ , with all filaments having the same diameter  $d_f$ , and the same packing density  $p_d$ , that represents the ratio between the whole area of the filaments and the yarn cross section area (figure 2.6).

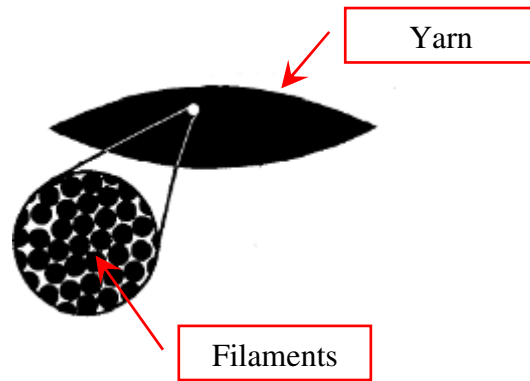
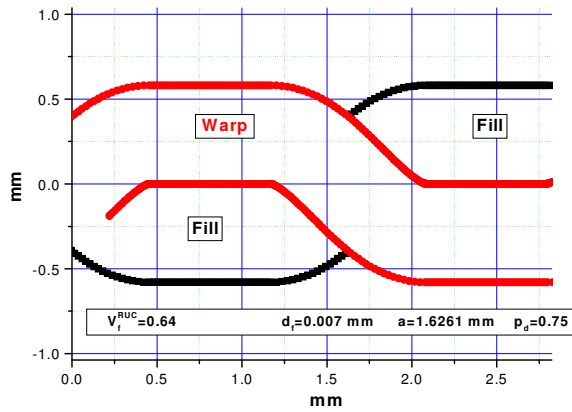


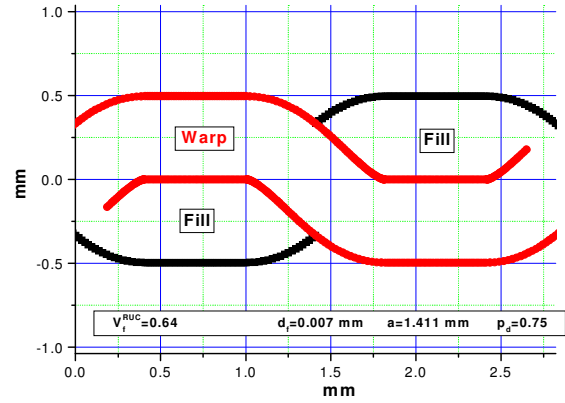
Figure 2.6: The yarn is made with  $n$  filaments.

Numerical results of the geometric model, for several values of number of filaments in a yarn, are shown in figure 2.7. In these examples the fibre volume fraction is  $V_f^{RUC} = 0.64$ , the diameter of a filament is  $d_f = 0.007mm$ , the yarn spacing is  $a = 1.411mm$  and the packing density is  $p_d = 0.75$  while the number of filaments is changed from 4000 to 14000. In the figure 2.7 it is possible to see the change in the geometry of the balanced plane weave as a function of the number of the filaments; and it is interesting to note that when this number becomes too large, the codes, to avoid discontinuity in the slope, change in automatic way the value of the yarn spacing that for  $n = 14000$  becomes  $a = 1.626mm$ .

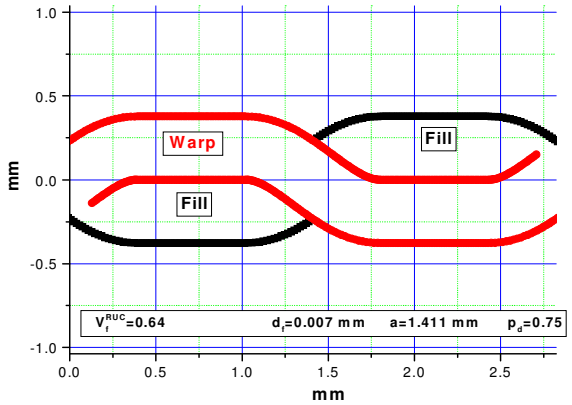
Balanced plain weave number of yarn filaments  $n=14000$



Balanced plain weave number of yarn filaments  $n=10000$



Balanced plain weave number of yarn filaments  $n=8000$



Balanced plain weave number of yarn filaments  $n=4000$

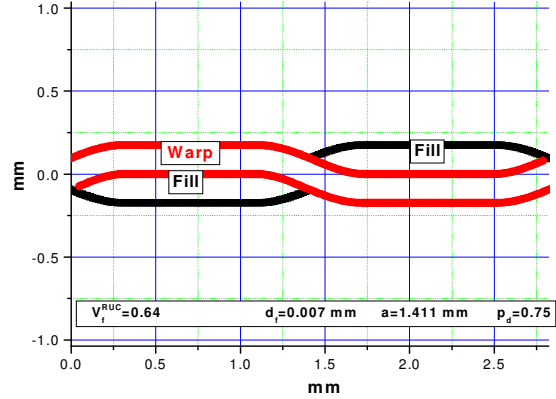


Figure 2.7: Some geometric results.

The calculation of the effective moduli of the representative unit cell (RUC) was developed with the following assumptions:

1. The representative unit cell (RUC) is treated as a spatially oriented fibre composite composed of yarns with transversely isotropic material properties and longitudinal material axes oriented at known angles  $\beta$  and  $\theta$  how draw in figure 2.8.
2. The RUC (representative unit cell) is composed of three linear elastic phases: two warp yarns, two fill yarns and matrix.
3. Homogenization of the RUC (representative unit cell) to determine its effective moduli is based on iso-strain assumption.

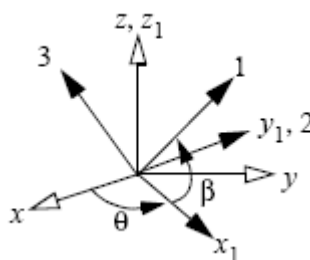


Figure 2.8: Rotations from RUC directions(  $x, y, z$  ) to yarn directions(  $1,2,3$  ).

The equivalent elasticity matrix for the RUC is defined by:

$$C_{eq} = \frac{1}{V} \left( \int_{V_{warp}} C_{warp} dV + \int_{V_{fill}} C_{fill} dV + \int_{V_{matrix}} C_{matrix} dV \right) \quad (2.1)$$

Where it is evident that the RUC is assumed to be composed of three linear elastic phases: two warp yarns, two fill yarns and resin matrix. In the formula (2.1)  $V$  is the volume of the RUC,  $C_{warp}$  is the elasticity matrix of the warp,  $C_{fill}$  is the elasticity matrix of the fill and  $C_{matrix}$  is the elasticity matrix of the matrix.

The (2.1) equation can be re-written in the form:

$$C_{eq} = v_w \cdot C_{eqw} + v_f \cdot C_{eqf} + v_r \cdot C_{eqr} \quad (2.2)$$

Where  $v_w$ ,  $v_f$  and  $v_r$  are the volume fractions of the warp yarns, the fill yarns, and the resin and  $C_{eqw}$ ,  $C_{eqf}$  and  $C_{eqr}$  are the equivalent elasticity matrices for the warp and fill yarns and for the resin.

The input parameters for the Fortran subroutine that calculated the effective moduli of the RUC for the balanced plane weave architecture are shown in the flow chart in figure 2.9.

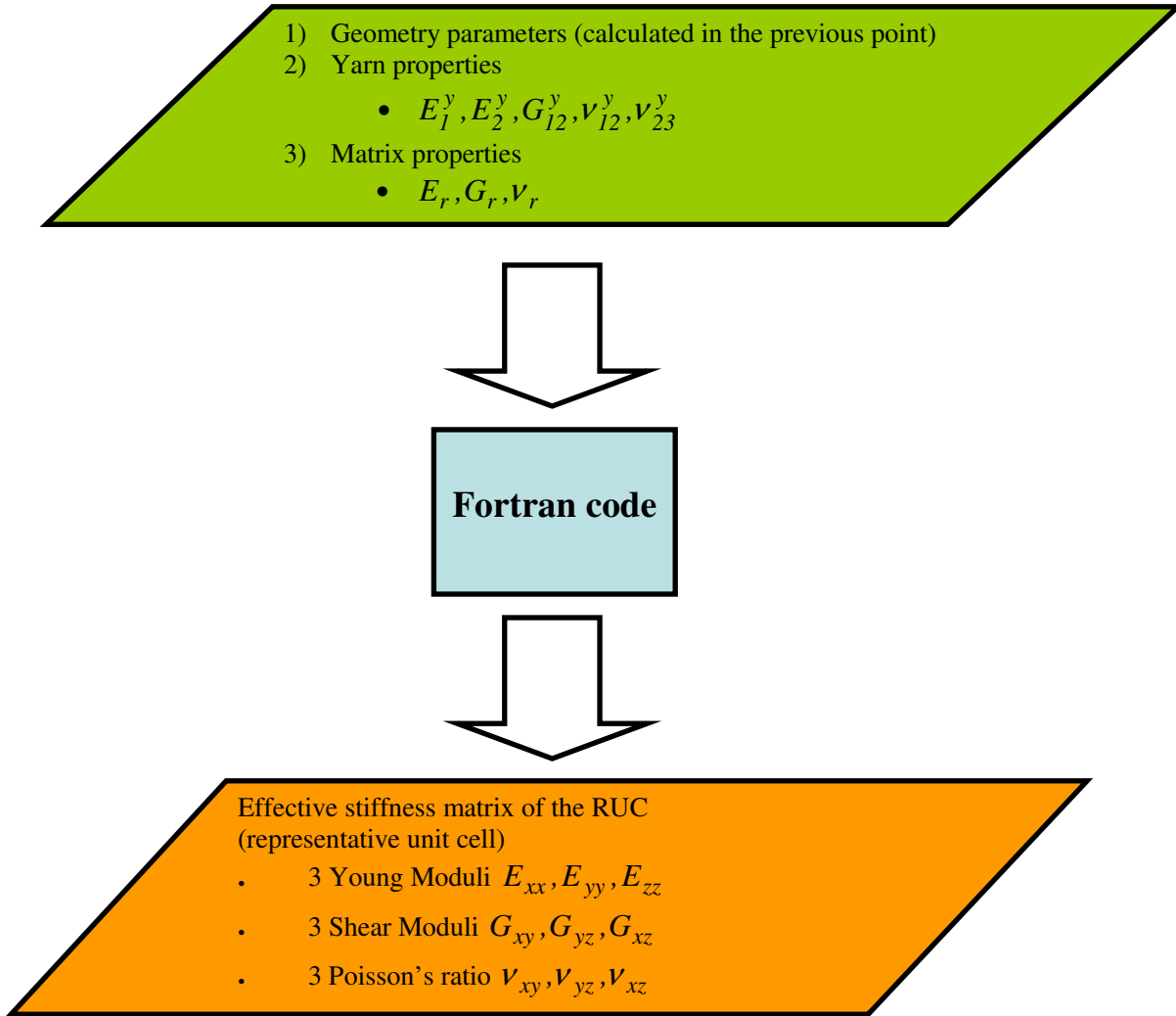


Figure 2.9: Flow chart to calculate the effective moduli of the RUC.

Therefore the calculation of the effective moduli of the RUC needs, knowing the mechanical elastic properties of the warp and fill yarns and the resin mechanical elastic properties, the determination of the following quantities:

- A. Elasticity matrix for the warp yarn in the global coordinate directions that we identified with  $C_I[\theta, \beta_w(x)]$ , where  $\theta = 0$  and  $\beta_w$  denotes the angle between the x-axis and the tangent to the centreline. This quantity will be function of the direction x. In figure 2.10 are shown some results for the input data reported in table 2.1.
- B. Elasticity matrix for the fill yarn in the global coordinate directions that we identified with  $C_I\left[\frac{\pi}{2}, \beta_f(y)\right]$ , where  $\theta = \pi/2$  and  $\beta_f$  denotes the angle between the y-axis and the tangent to the centreline. This quantity will be function of the direction y. In figure 2.11 are shown some results for the input data reported in table 2.1.

C. Elasticity matrix for the resin in the RUC. The resin elasticity matrix is assumed to be homogeneous and isotropic, so it isn't function of the orientation angles.

**Table 2.1:**

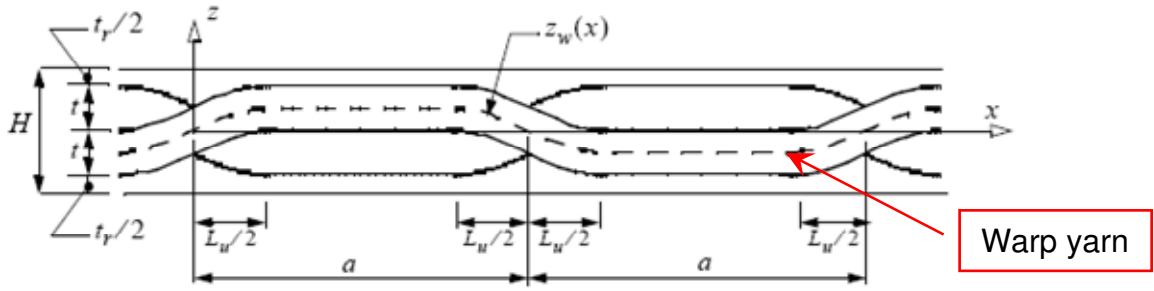
Geometry and Mechanical INPUT					
$n = 10000 \quad a = 1.411 \text{ mm} \quad t = 0.4727 \text{ mm} \quad L_u = 0.7812 \text{ mm}$					
Material	$E_1^y, E_r$ [GPa]	$E_2^y, E_r$ [GPa]	$G_{12}^y, G_r$ [GPa]	$\nu_{12}^y, \nu_r$ [GPa]	$\nu_{23}^y, \nu_r$ [GPa]
<b>Yarn</b>	144.80	11.73	5.52	0.23	0.30
<b>Resin</b>	3.45	3.45	1.28	0.35	0.35

The elasticity matrix for the yarn that we have identified with  $C_l$  is the off-axis matrix that is calculated from the on-axis symmetric six-by-six elasticity matrix  $C_0$  and the transformation of the stress and strain orthogonal six-by-six matrices  $T_\sigma$  and  $T_\epsilon$ . The relation is defined by:

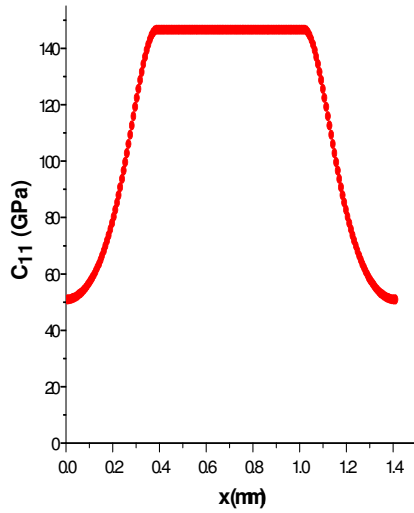
$$C_l(\theta, \beta) = T_\epsilon^T \cdot C_0 \cdot T_\sigma \quad (2.3)$$

For the warp yarn angle  $\theta = 0$  and the angle  $\beta = \beta_w(x)$ . For the fill yarn angle  $\theta = \pi/2$  and the angle  $\beta = \beta_f(y)$ .

I would like to remember that since the yarns are isotropic in the plane orthogonal to their direction we need five independent material properties.



Element of the elasticity matrix  $C_I(0, \beta_w(x))$



Specific element of the elasticity matrix for the warp yarn

Elasticity matrix for warp yarn:

$$C_I[0, \beta_w(x)] = \begin{bmatrix} \blacksquare & \blacksquare & \blacksquare & 0 & \blacksquare & 0 \\ \blacksquare & \blacksquare & \blacksquare & 0 & \blacksquare & 0 \\ \blacksquare & \blacksquare & \blacksquare & 0 & \blacksquare & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \blacksquare & 0 & \blacksquare \\ \blacksquare & \blacksquare & \blacksquare & 0 & \blacksquare & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \blacksquare & 0 & \blacksquare \end{bmatrix}$$

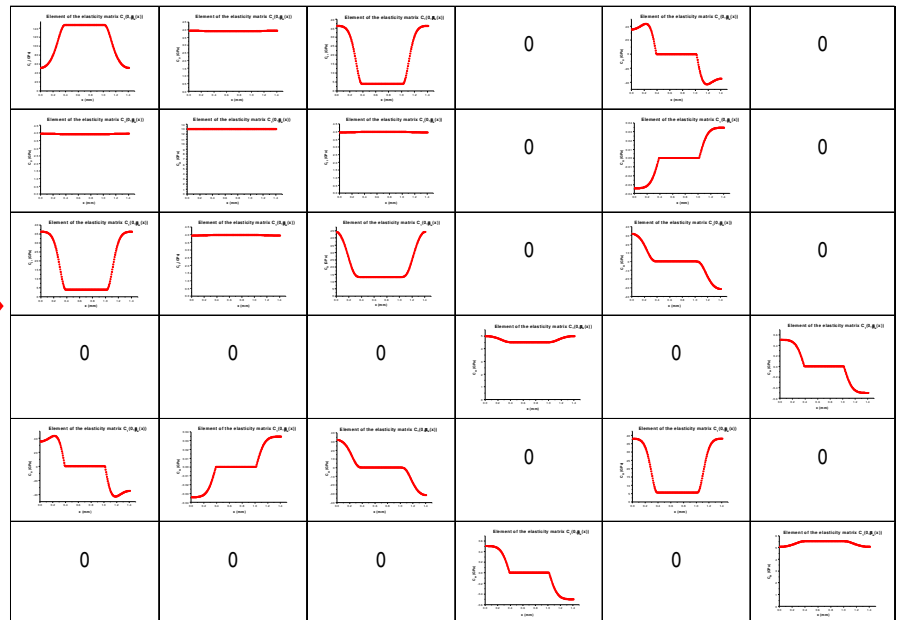


Figure 2.10: Elasticity matrix for the warp yarn.

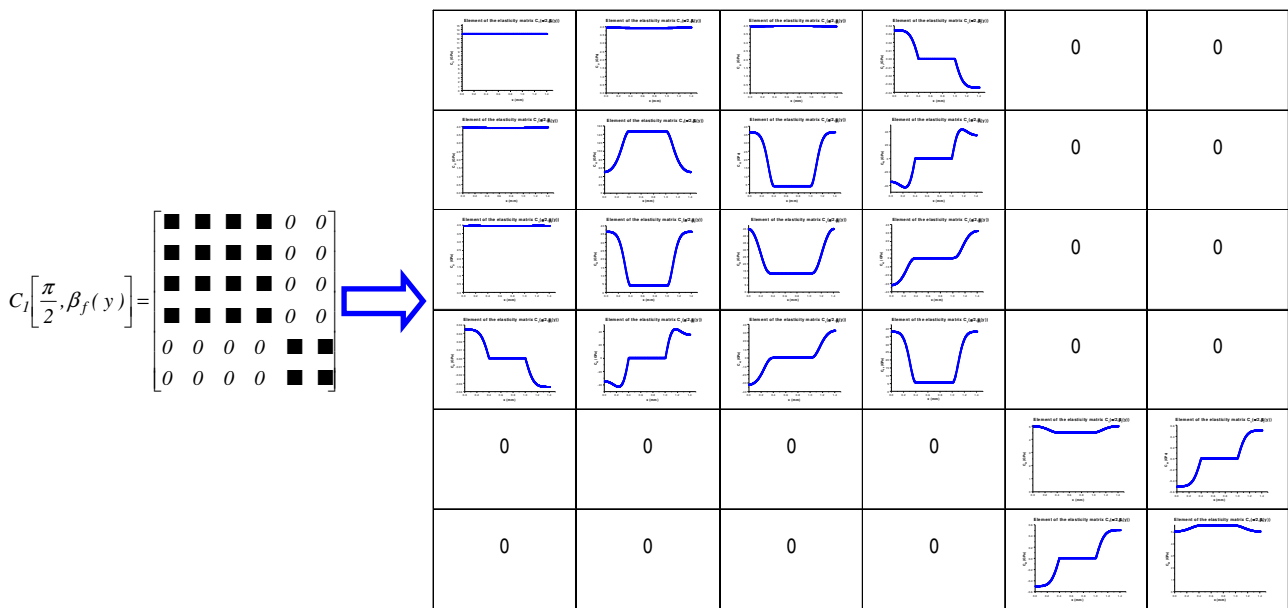
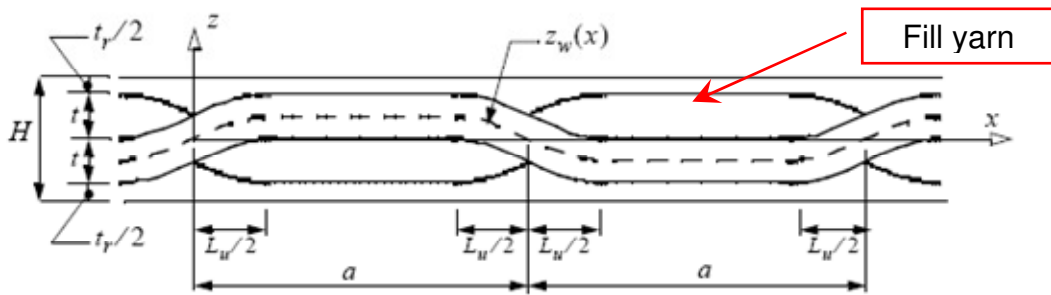


Figure 2.11: Elasticity matrix for the fill yarn

The equivalent elasticity matrices for the warp and fill yarns in equation (2.2) can be expressed as line integrals rather than three dimensional integrals through the following equations:

$$C_{eqw} = \int_0^{2a} function[C_I(0, \beta_w)] \cdot dx = \begin{bmatrix} \blacksquare & \blacksquare & \blacksquare & 0 & 0 & 0 \\ \blacksquare & \blacksquare & \blacksquare & 0 & 0 & 0 \\ \blacksquare & \blacksquare & \blacksquare & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \blacksquare & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \blacksquare & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \blacksquare \end{bmatrix}$$

(2.4)

$$C_{eqf} = \int_0^{2a} function[C_1(\frac{\pi}{2}, \beta_f)] \cdot dy = \begin{bmatrix} \blacksquare & \blacksquare & \blacksquare & 0 & 0 & 0 \\ \blacksquare & \blacksquare & \blacksquare & 0 & 0 & 0 \\ \blacksquare & \blacksquare & \blacksquare & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \blacksquare & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \blacksquare & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \blacksquare \end{bmatrix}$$

Where the elements in the matrices indicated by filled squares denote non-zero values. It can be noted how the material couplings indicated in the equations in figure 2.10 and 2.11 between shear stress and normal strains, and between shear stresses and shear strains, vanish when the integrations in equations (2.4) are performed over the unit cell so the form of the equivalent elasticity matrices for the warp and fill yarns have the same form as for an orthotropic material.

With the input data reported in table 2.1 the results are:

$$C_{eqw} = \int_0^{2a} function[C_1(0, \beta_w)] \cdot dx = \begin{bmatrix} \blacksquare & \blacksquare & \blacksquare & 0 & 0 & 0 \\ \blacksquare & \blacksquare & \blacksquare & 0 & 0 & 0 \\ \blacksquare & \blacksquare & \blacksquare & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \blacksquare & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \blacksquare & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \blacksquare \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 107.17 & 3.90 & 18.41 & 0 & 0 & 0 \\ 3.90 & 12.95 & 3.95 & 0 & 0 & 0 \\ 18.41 & 3.95 & 22.88 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 4.68 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 20.03 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 5.32 \end{bmatrix} \quad (2.5)$$

$$C_{eqf} = \int_0^{2a} function[C_1(\frac{\pi}{2}, \beta_f)] \cdot dy = \begin{bmatrix} \blacksquare & \blacksquare & \blacksquare & 0 & 0 & 0 \\ \blacksquare & \blacksquare & \blacksquare & 0 & 0 & 0 \\ \blacksquare & \blacksquare & \blacksquare & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \blacksquare & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \blacksquare & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \blacksquare \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 12.95 & 3.90 & 3.95 & 0 & 0 & 0 \\ 3.90 & 107.17 & 18.41 & 0 & 0 & 0 \\ 3.95 & 18.41 & 22.88 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 20.07 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 4.68 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 5.32 \end{bmatrix}$$

As we have just said the resin is assumed to be homogeneous and isotropic therefore to build the elasticity matrix we need two independent material properties: the

modulus of elasticity  $E_r$  and the Poisson's ratio  $\nu_r$ . With the input data reported in table 2.1 the equivalent elasticity matrix for the resin is:

$$C_{eqr} = \frac{I}{V_{resin}} \int_{V_{resin}} C_{resin} \cdot dV = \begin{bmatrix} \blacksquare & \blacksquare & \blacksquare & 0 & 0 & 0 \\ \blacksquare & \blacksquare & \blacksquare & 0 & 0 & 0 \\ \blacksquare & \blacksquare & \blacksquare & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \blacksquare & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \blacksquare & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \blacksquare \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 5.54 & 2.98 & 2.98 & 0 & 0 & 0 \\ 2.98 & 5.54 & 2.98 & 0 & 0 & 0 \\ 2.98 & 2.98 & 5.54 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1.28 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1.28 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1.28 \end{bmatrix} \quad (2.6)$$

Knowing the equivalent elasticity matrices for the warp and fill yarns and for the resin, it is possible, by applying the equation (2.2), to calculate the equivalent elasticity matrix for the RUC.

$$C_{eq} = \nu_w \cdot C_{eqw} + \nu_f \cdot C_{eqf} + \nu_r \cdot C_{eqr} = \begin{bmatrix} 50.13 & 3.73 & 9.69 & 0 & 0 & 0 \\ 3.73 & 50.13 & 9.69 & 0 & 0 & 0 \\ 9.69 & 9.69 & 19.72 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 10.34 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 10.34 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 4.58 \end{bmatrix} \quad (2.7)$$

From the equivalent elasticity matrix it is possible to calculate the compliance matrix [4]:

$$S_{eq} = C_{eq}^{-1} = \begin{bmatrix} 0.022051 & 0.000497 & -0.011076 & 0 & 0 & 0 \\ 0.000497 & 0.022051 & -0.011076 & 0 & 0 & 0 \\ -0.011076 & -0.011076 & 0.061590 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0.096736 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0.096736 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0.218221 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_{xx}} & -\frac{\nu_{yx}}{E_{yy}} & -\frac{\nu_{zx}}{E_{zz}} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{xy}}{E_{xx}} & \frac{1}{E_{yy}} & -\frac{\nu_{zy}}{E_{zz}} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{xz}}{E_{xx}} & -\frac{\nu_{yz}}{E_{yy}} & \frac{1}{E_{zz}} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{yz}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{xz}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{xy}} \end{bmatrix} \quad (2.8)$$

Now we can calculate the effective material coefficients for the RUC using the relation between the elements of the compliance matrix and the elastic engineering material constants shown in equation (2.8).

In particular for the input data reported in table 2.1 we have gotten the results shown in table (2.2), where the RUC material properties are represented with the three

Young moduli  $E_{xx}$ ,  $E_{yy}$  and  $E_{zz}$  the three shear moduli  $G_{xy}$ ,  $G_{yz}$  and  $G_{xz}$  the three Poisson's ratio  $\nu_{xy}$ ,  $\nu_{yz}$  and  $\nu_{xz}$ .

**Table 2.2:**

$E_{xx} = 45.35GPa$ ; $E_{yy} = 45.35GPa$ ; $E_{zz} = 16.24GPa$ ; $G_{yz} = 10.34GPa$ ; $G_{xz} = 10.34GPa$ ; $G_{xy} = 4.58GPa$ $\nu_{yz} = 0.50229$ ; $\nu_{xz} = 0.50229$ ; $\nu_{xy} = -0.02256$
---

The geometry module and the module to calculated the effective moduli of the RUC are been integrated following the flow chart shown in figure 2.12.

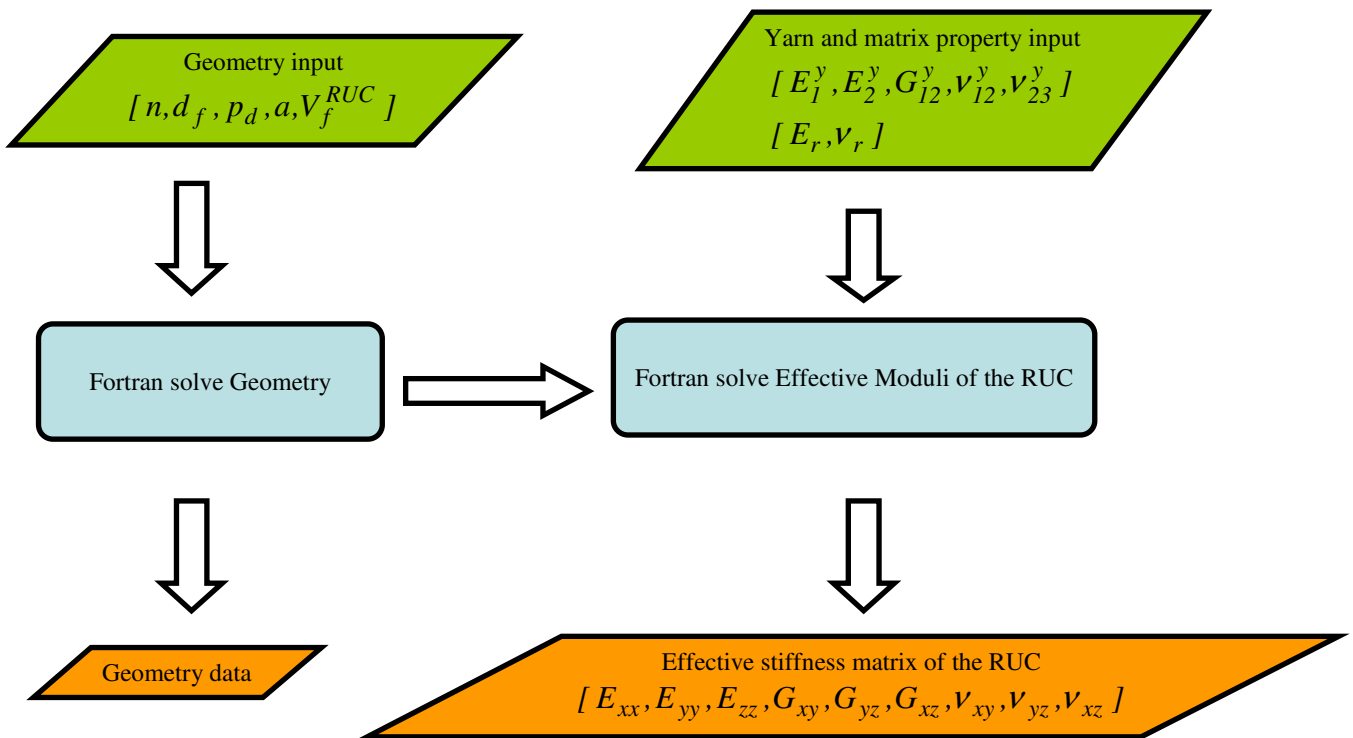


Figure 2.12: Integration of Geometric Modelling and Effective Moduli Calculation.

Numerical results of this integrated model, for several values of number of filaments in a yarn, are shown in figure 2.13. The mechanical properties of the yarns and the resin are that shown in table 2.1. Also the geometry inputs are in table 2.1, but the number of filaments is changed from 2000 to 14000. In the figure 2.13 it is possible to see the change in the geometry and the elastic engineering material constants of the balanced plane weave as function of the number of the filaments. The possibility to change the mechanical properties varying the fabrication architectures enable

advanced design concepts including structural tailoring, multifunctional feature and performance enhancements.

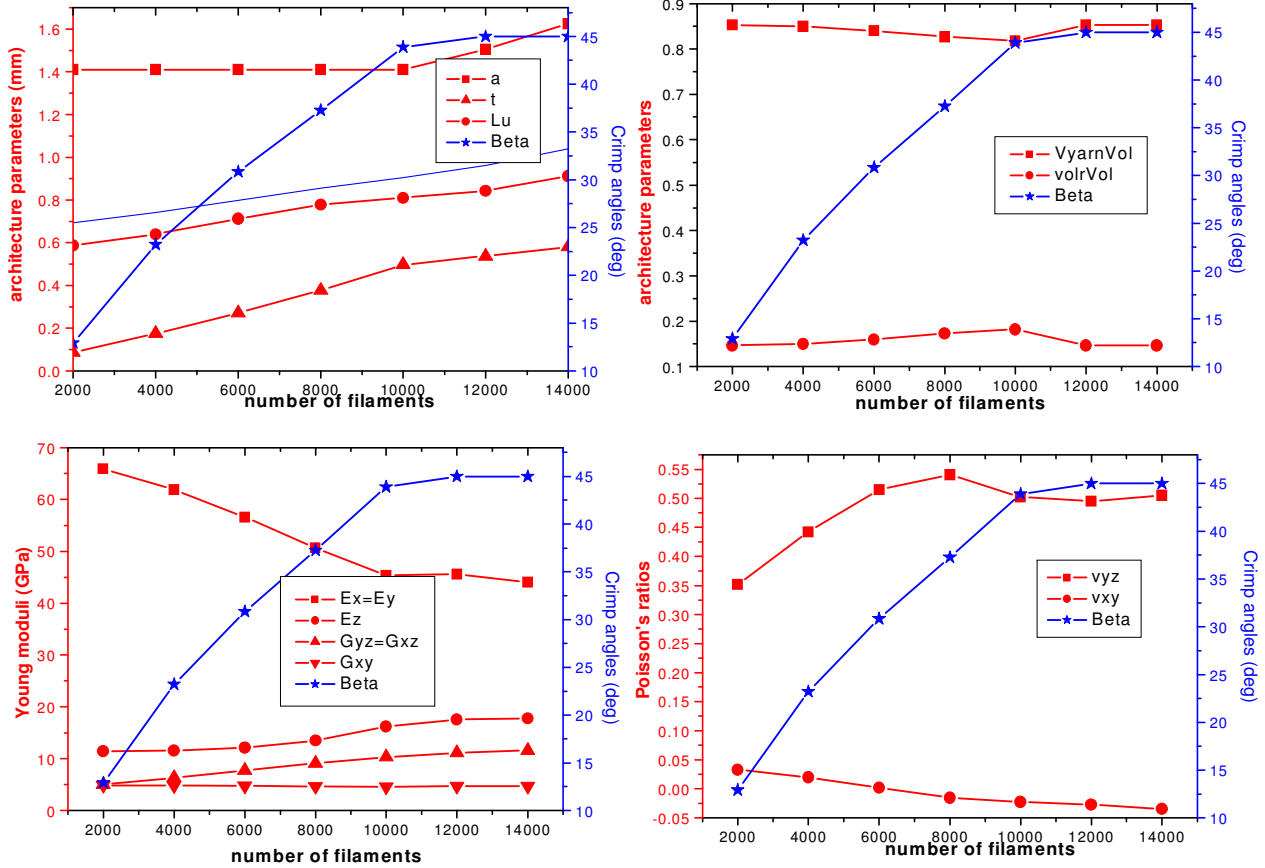


Figure 2.13: Geometric Modelling and Effective Moduli Calculation.

In figure 2.13 the symbols have the following meaning:

$Beta = \beta_c =$  tangent of the undulation region where  $x=0$  (Crimp angle);

$t =$  thickness of the yarn;  $a =$  yarn spacing;

$L_u =$  length of the undulation region;  $E_{**} =$  Young moduli;

$G_{**} =$  Shear moduli;  $\nu_{**} =$  Poisson's ratios;

$V_{yarnVol} = V_f^{RUC} =$  volume fraction of the yarns;  $V_{olrVol} = V_r^{RUC} =$  volume fraction of the resin.

Until now we have developed a numerical constitutive model to determine the plain weave effective stiffness matrix. The next step was to implement these constitutive models in the ABAQUS structural analysis software system and to define an incremental finite element approach to progressive failure. Therefore in this last phase we had to determine a material failure mechanism theory for the balanced plain weave architecture.

The prediction of failure at each increment step was obtained by using a quadratic failure criterion, applied to the local strains with stiffness and strength reduction

scheme to account for damage within the yarns. In particular we thought to use the Tsai theory [5] to account for progressive degradation of the strengths and stiffnesses of the yarns. The theory does not consider delamination phenomena at the interface between the yarn and the resin system within the RUC.

The Tsai-Wu quadratic criterion in the strain space is:

$$G_{11}\varepsilon_1^2 + 2G_{12}\varepsilon_1\varepsilon_2 + G_{22}\varepsilon_2^2 + G_{66}\varepsilon_6^2 + G_1\varepsilon_1 + G_2\varepsilon_2 = 1 \quad (2.9)$$

Where the parameters  $G$  are:

$$\begin{aligned} G_{11} &= F_{11}Q_{11}^2 + 2F_{12}Q_{11}Q_{12} + F_{22}Q_{12}^2 \\ G_{22} &= F_{11}Q_{12}^2 + 2F_{12}Q_{12}Q_{22} + F_{22}Q_{22}^2 \\ G_{12} &= F_{11}Q_{11}Q_{12} + F_{12}(Q_{11}Q_{22} + Q_{12}^2) + F_{22}Q_{12}Q_{22} \\ G_{66} &= F_{66}Q_{66}^2 \\ G_1 &= F_1Q_{11} + F_2Q_{12} \\ G_2 &= F_1Q_{12} + F_2Q_{22} \end{aligned} \quad (2.10)$$

The strength parameters  $F$  are given as function of the material strengths for the yarns. They are: the tensile strength in the yarn direction  $X_t$ , the compressive strength in the yarn direction  $X_c$ , the tensile strength in the transverse direction  $Y_t$ , the compressive strength in the transverse direction  $Y_c$  and the in-plane longitudinal shear strength  $S$ .

$$\begin{aligned} F_{11} &= \frac{1}{X_t X_c} \\ F_{22} &= \frac{1}{Y_t Y_c} \\ F_1 &= \frac{1}{X_t} - \frac{1}{X_c} \\ F_2 &= \frac{1}{Y_t} - \frac{1}{Y_c} \\ F_{66} &= \frac{1}{S^2} \\ F_{12} &= \frac{F_{12}^*}{\sqrt{X_t X_c Y_t Y_c}} \end{aligned} \quad (2.11)$$

Where  $-1 \leq F_{12}^* \leq 1$  and we take the generalized von Mises value  $F_{12}^* = -1/2$ .

The reduced stiffnesses for the yarns along the axis are obtained from the five yarn independent material properties that are the modulus of elasticity along the yarn  $E_1^y$ , the modulus of elasticity transversally to the yarn  $E_2^y$ , the Poisson ratio  $\nu_{12}^y = \nu_{13}^y$ , the Poisson ratio  $\nu_{23}^y$  and the shear modulus  $G_{12}^y$ .

$$\begin{aligned}
 Q_{11} &= \frac{E_1^y}{(1 - \nu_{12}^y \nu_{21}^y)} \\
 Q_{22} &= \frac{E_2^y}{(1 - \nu_{12}^y \nu_{21}^y)} \\
 Q_{12} &= \nu_{21}^y Q_{11} = \nu_{12}^y Q_{22} \\
 Q_{66} &= G_{12}^y
 \end{aligned} \tag{2.12}$$

As you can note we assume that the users know the material properties of the yarns. But the code can start the analysis from the properties of the constituents of the yarn therefore filaments and resin. We have used a modified rule of mixtures based on the definition of the stress partitioning parameter that is treated as an empirical constant, so the model needs to have as input two stress partitioning parameters: one for the transverse Young's modulus  $P_y^*$  and one for the longitudinal shear modulus  $P_s^*$ . The input to the micromechanic module are the filament properties that is assumed to be transversely isotropic so we need five independent parameters: the modulus of elasticity along the filament  $E_1^f$ , the modulus of elasticity transversally to the filament  $E_2^f$ , the Poisson ratio  $\nu_{12}^f = \nu_{13}^f$ , the Poisson ratio  $\nu_{23}^f$  and the shear modulus  $G_{12}^f$ . We also need to know the properties of the resin into the yarn that is assumed to be isotropic so there are two independent parameters the modulus of elasticity  $E_r^y$  and the Poisson's ratio  $\nu_r^y$ . The relations are:

$$\begin{aligned}
 E_1^y &= V_f^y \cdot E_1^f + (1 - V_f^y) \cdot E_r^y \\
 \nu_{12}^y &= V_f^y \cdot \nu_{12}^f + (1 - V_f^y) \cdot \nu_r^y
 \end{aligned}$$

$$\frac{1}{E_2^y} = \frac{1}{1 + P_y^*} \cdot \left( \frac{1}{E_2^f} + \frac{P_y^*}{E_r^y} \right) \quad (2.13)$$

$$\frac{1}{G_{12}^y} = \frac{1}{1 + P_s^*} \cdot \left( \frac{1}{G_{12}^f} + \frac{P_s^*}{G_r^y} \right)$$

$$\frac{1}{G_{23}^y} = \frac{1}{1 + P_s^*} \cdot \left( \frac{1}{G_{23}^f} + \frac{P_s^*}{G_r^y} \right)$$

Where:

$$G_r^y = \frac{E_r^y}{2 \cdot (1 + \nu_r^y)} \quad (2.14)$$

$$G_{23}^y = \frac{E_2^y}{2 \cdot (1 + \nu_{23}^y)}$$

Tsai developed a method to account for degradation of lamina strength and stiffness that we can use for the yarn. This model is based on the sign of the local (on-axis) transverse normal strain to determine if there is matrix or filament failure in the yarn. If the transverse yarn strain is positive, and there is no prior failure to this yarn, the event is assumed to be a matrix failure inside the yarn. Matrix stiffness and transverse strength are reduced but filament stiffness is retained.

If the transverse yarn strain is negative, or a prior failure has occurred in the yarn, the event is assumed to be a filament failure inside the yarn. This time is used an alternate material degradation model which also reduces the axial stiffness.

The stiffness and strength parameters that are modified in case of damage are: the modulus of elasticity along the yarn  $E_1^y$ , the modulus of elasticity transversally to the yarn  $E_2^y$ , the Poisson ratio  $\nu_{12}^y$ , the shear modulus  $G_{12}^y$ , the compressive strength in the yarn direction  $X_c$  and the parameter  $F_{12}^*$  that we can write in a row form:

$$\left[ E_1^y \quad E_2^y \quad \nu_{12}^y \quad G_{12}^y \quad X_c \quad F_{12}^* \right] \quad (2.15)$$

If either matrix or filament failure is detected within a yarn, degradation of the local effective yarn stiffnesses and material strengths is obtained by multiplying the yarn material data subject to be modified, equation (2.15), by the following associated column factors:

$$D_m = \begin{bmatrix} 1 \\ \frac{E_2^{ydm}}{E_2^y} \\ E_m^* \\ \frac{G_{12}^{ydm}}{G_{12}^y} \\ \left( \frac{G_{12}^{ydm}}{G_{12}^y} \right)^{n^*} \\ E_m^* \end{bmatrix} \quad (2.16)$$

$$D_f = \begin{bmatrix} E_f^* \\ \frac{E_2^{ydf}}{E_2^y} \\ E_f^* \\ \frac{G_{12}^{ydf}}{G_{12}^y} \\ \left( \frac{G_{12}^{ydf}}{G_{12}^y} \right)^{n^*} \\ E_f^* \end{bmatrix}$$

Constants  $E_m^*$  and  $E_f^*$  are, respectively, the matrix and filament degradation factors while  $n^*$  is a constant that governs the reduction in axial compression strength  $X_c$ . The quantities  $E_2^{ydm}$  and  $E_2^{ydf}$  are, respectively, the degraded modulus of transverse elasticity to the yarn due to matrix and filament damage:

$$\frac{1}{E_2^{ydm}} = \frac{1}{1 + P_y^*} \cdot \left( \frac{1}{E_2^f} + \frac{P_y^*}{E_m^* \cdot E_r^y} \right) \quad (2.17)$$

$$\frac{1}{E_2^{ydf}} = \frac{1}{1 + P_y^*} \cdot \left( \frac{1}{E_2^f} + \frac{P_y^*}{E_f^* \cdot E_r^y} \right)$$

The quantities  $G_{12}^{ydm}$  and  $G_{12}^{ydf}$  are, respectively, the degraded shear modulus to the yarn due to matrix and filament damage:

$$\frac{1}{G_{12}^{ydm}} = \frac{1}{1 + P_s^*} \cdot \left( \frac{1}{G_{12}^f} + \frac{P_s^*}{E_m^* \cdot G_r^y} \right) \quad (2.18)$$

$$\frac{1}{G_{12}^{ydf}} = \frac{1}{1 + P_s^*} \cdot \left( \frac{1}{G_{12}^f} + \frac{P_s^*}{E_f^* \cdot G_r^y} \right)$$

In a RUC we have two warp yarns and two fill yarns. The matrix failure can precede a filament failure. Filament failure can occur once for yarn and a second indication of filament failure is interpreted as ultimate failure and the strength and stiffnesses are not degraded further. In figure 2.14 is shown the flow chart of the progressive failure analysis algorithm.

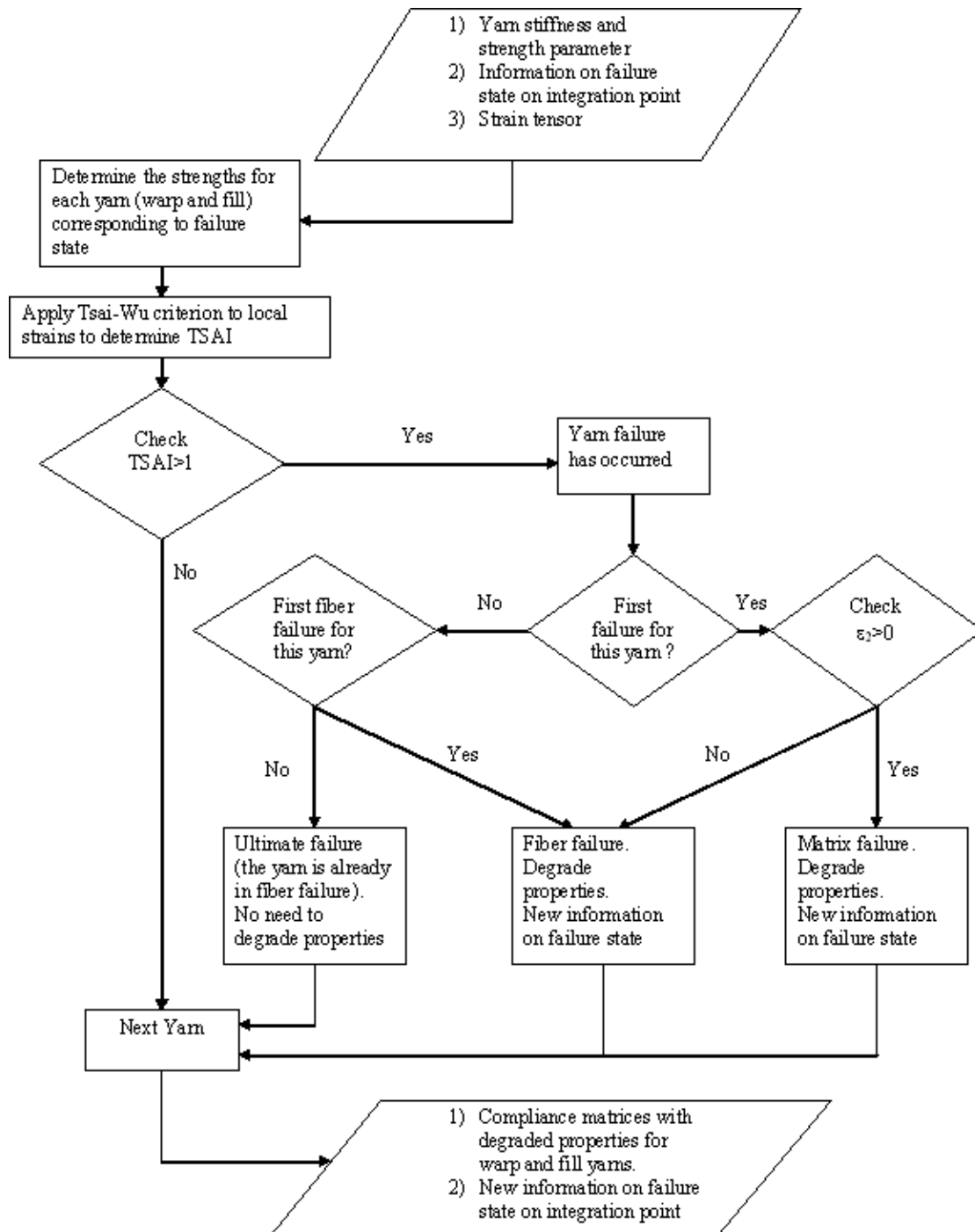


Figure 2.14: Flow chart of the progressive failure analysis algorithm.

We have discretized the warp and fill yarns into slices and for every slice we have computed the Tsai-Wu criterion (figure 2.15).

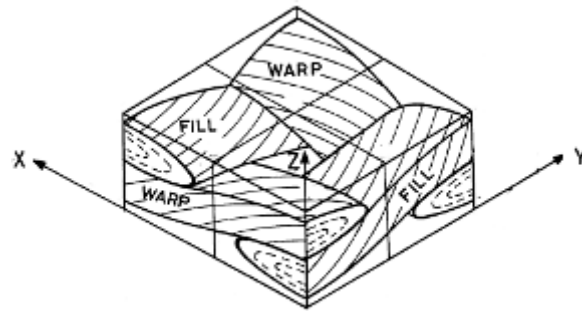


Figure 2.15: Sketch of a part of the RUC subject to discretization.

The yarns in the RUC can be either in one of the four failure states: (1) No failure; (2) Matrix failure; (3) Single filament failure; (4) Matrix failure followed by filament failure. The information on the warp and fill yarns failure states are contained in a specific array in the ABAQUS environmental. The name is STATEV(NSTATV) and it contains the solution-dependent state variables; the values can be updated in the user subroutine. The first row corresponds to the warp yarn and the second row to the fill yarn. Therefore the array STATEV can take four different integer values related to four failure states. NSTATV is the number of solution dependent state variables that are associated with this material and they are defined in the \*DEPVAR ABAQUS option.

The geometric model, the effective moduli calculation and the material failure model for a balanced plain weave fabric are been included within ABAQUS using the user subroutine UMAT that allows the definition of a particular material's mechanical behaviour. This subroutine is called, in the ABAQUS analysis process, at all material calculation points of elements for which the material definition includes the \*USER MATERIAL option.

In figure 2.16 is shown the flow chart of the implementation of the code in ABAQUS.

A basic concept in ABAQUS is the division of the problem history into steps. Within each step, a number of solution increments may be performed depending on the type of analysis for that solution step. The time increment variable is used to scale the applied loads and displacements.

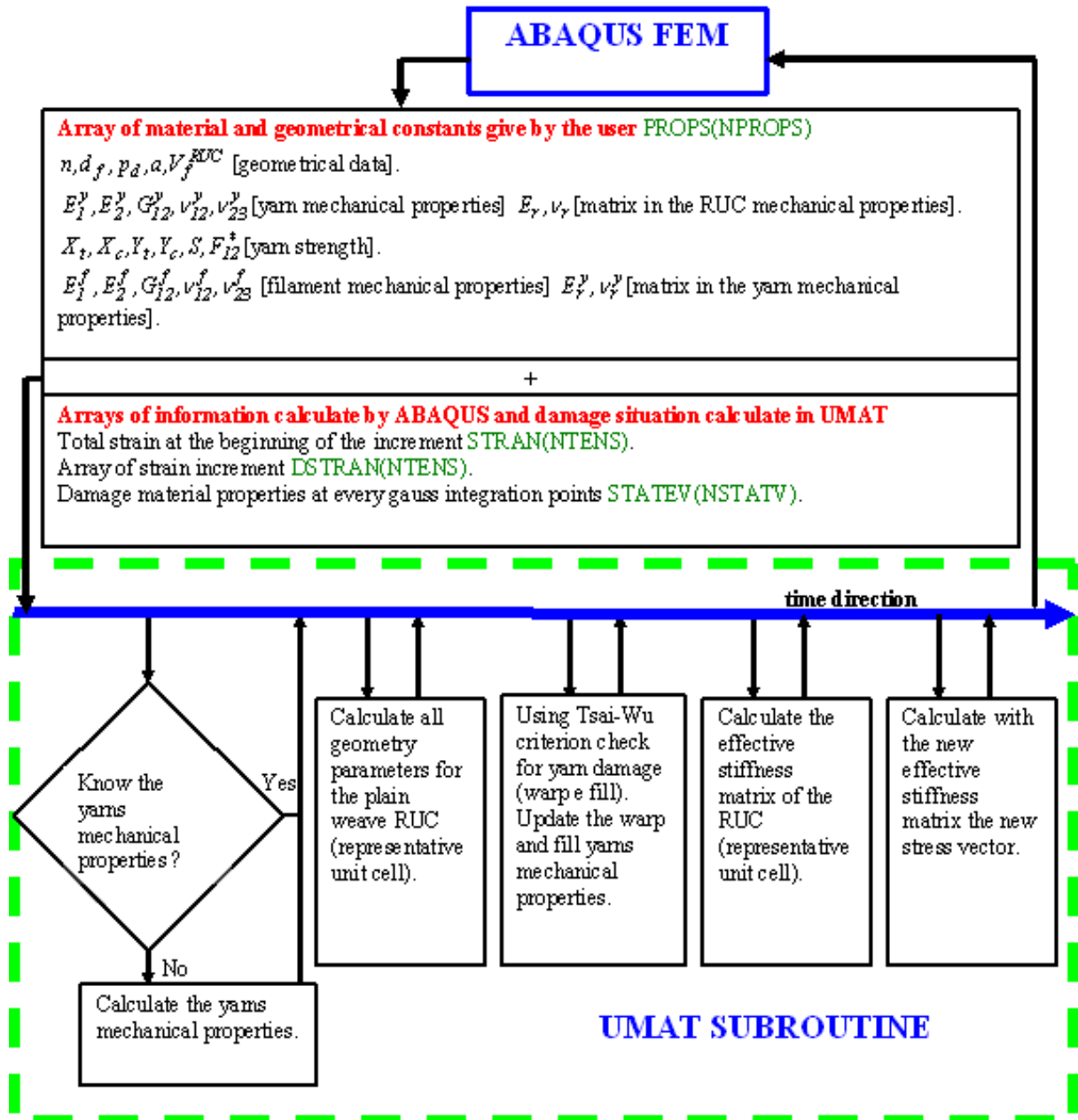


Figure 2.16: Flow chart of the implementation of the code in ABAQUS.

For the  $k + 1^{th}$  solution increment, the strains may be written:

$$\boldsymbol{\varepsilon}_{k+1}^i = \boldsymbol{\varepsilon}_k^\infty + \Delta \boldsymbol{\varepsilon}_{k+1}^i \quad (2.19)$$

Where  $\boldsymbol{\varepsilon}_k^\infty$  represents the strains from the previous  $k^{th}$  converged solution increment (denoted by letting the iteration index  $i$  go to infinity),  $\Delta \boldsymbol{\varepsilon}_{k+1}^i$  represents the increment of strain from the previous  $k^{th}$  converged step to the  $i^{th}$  iteration of the current  $k + 1^{th}$  solution increment, and  $\boldsymbol{\varepsilon}_{k+1}^i$  represents the estimate of the strains for the strains for the  $i^{th}$  iteration of the current  $k + 1^{th}$  solution increment. The total strains at the beginning of the increment  $\boldsymbol{\varepsilon}_k^\infty$  are provided to the subroutine UMAT

through the array STRAN(NTENS) while the strain increment  $\Delta\epsilon_{k+1}^i$  are provided through the array DSTRAN(NTENS) where NTEN is the size of the strain component array.

As it is shown in figure 2.16 the current version of the UMAT subroutine requires the user to specify 26 input values that define the geometric and material properties. These values are provided through the array PROPS(NPROPS) in the \*USER MATERIAL ABAQUS option.

With these variables passed, the user subroutine UMAT calculated the yarns mechanical properties by taking into consideration the information on the warp and fill yarns failure states that are contained in the array STATEV(NSTATV). Then it is calculated the current total strains for the present iteration by summing the total strains from the previous increment and the corresponding iterative increments of strain.

The yarns in the RUC are discretized into slices and for every slice is calculated the value of the Tsai-Wu quadratic criterion in the strain space (2.9). If a new failure mode is detected the stiffnesses and strengths of the yarns are reduced. With the mechanical properties updated, of the warp and fill yarns, it is calculated the effective stiffness matrix of the RUC. Now it is possible to calculate the stress state, using the reference deformation state defined by the previous converged solution, and the increment of stress computed using the current local stiffness matrix. As result, the stress strain relations are written as:

$$\sigma_{k+1}^i = \sigma_k^\infty + \Delta\sigma_{k+1}^i = \sigma_k^\infty + J_{k+1}^i \cdot \Delta\epsilon_{k+1}^i \quad (2.20)$$

Where  $\sigma_k^\infty$  represents the stress state at the previous  $k^{th}$  converged solution increment,  $J_{k+1}^i$  represents the local stiffness matrix for the  $i^{th}$  iteration of the current  $k + 1^{th}$  solution increment.

Example problems have been solved using this user subroutine. We have studied a square panel of side 600 mm and thickness 3.43 mm where all the edges are clamped and the load is a uniform pressure applied to the bottom surface.

The input records for the UMAT subroutine are shown in figure 2.17.

```

** =====
** =====

*DEPVAR
  2,
** UMAT Property Data Definitions
** props(1-8):  $V_f^{RCU}, d_f, a, p_d, n, E_1^y, E_2^y, G_{12}^y$ 
** props(9-16):  $\nu_{12}^y, \nu_{23}^y, E_r, \nu_r, X_t, X_c, Y_t, Y_c$ 
** props(17-24):  $S, F_{12}^*, E_1^f, \nu_1^f, E_2^f, \nu_{12}^f, \nu_{23}^f$ 
** props(25-26):  $G_{12}^f, V_f^y$ 
** =====
*USER MATERIAL, CONSTANTS=26
  0.64, 0.007, 1.411, 0.75, 10000., 0., 11730., 5520.
  0.23, 0.3, 3500., 0.35, 1500., 1500., 40., 246.
  68., -0.5, 3400., 0.35, 258000., 18700., 0.26, 0.35
  19680., 0.7
** =====
** =====

```

Figure 2.17: Input records for the UMAT subroutine.

The full plate was modelled using 10X10 eight node linear brick C3D8I of the ABAQUS element library. The results of the progressive failure method are shown in figure 2.18. For the post processing visualization we used a specific method developed to represent the results of a progressive failure analysis in composite materials [6]. A pressure increase of 0.09 MPa was used for the analyses and the number of load step was 59. In the right top there is the load central deflection graph; on its left it is possible to see the deformation of the plate. In the bottom there are representation of the type and the defect positions. The change in the central deflection respect to the situation without damage around the pressure of 0.63 MPa was due to the start of the filaments breakage failure in the yarns, while the change at 1.48 MPa was imputable to the rapid increase of the filaments failure.

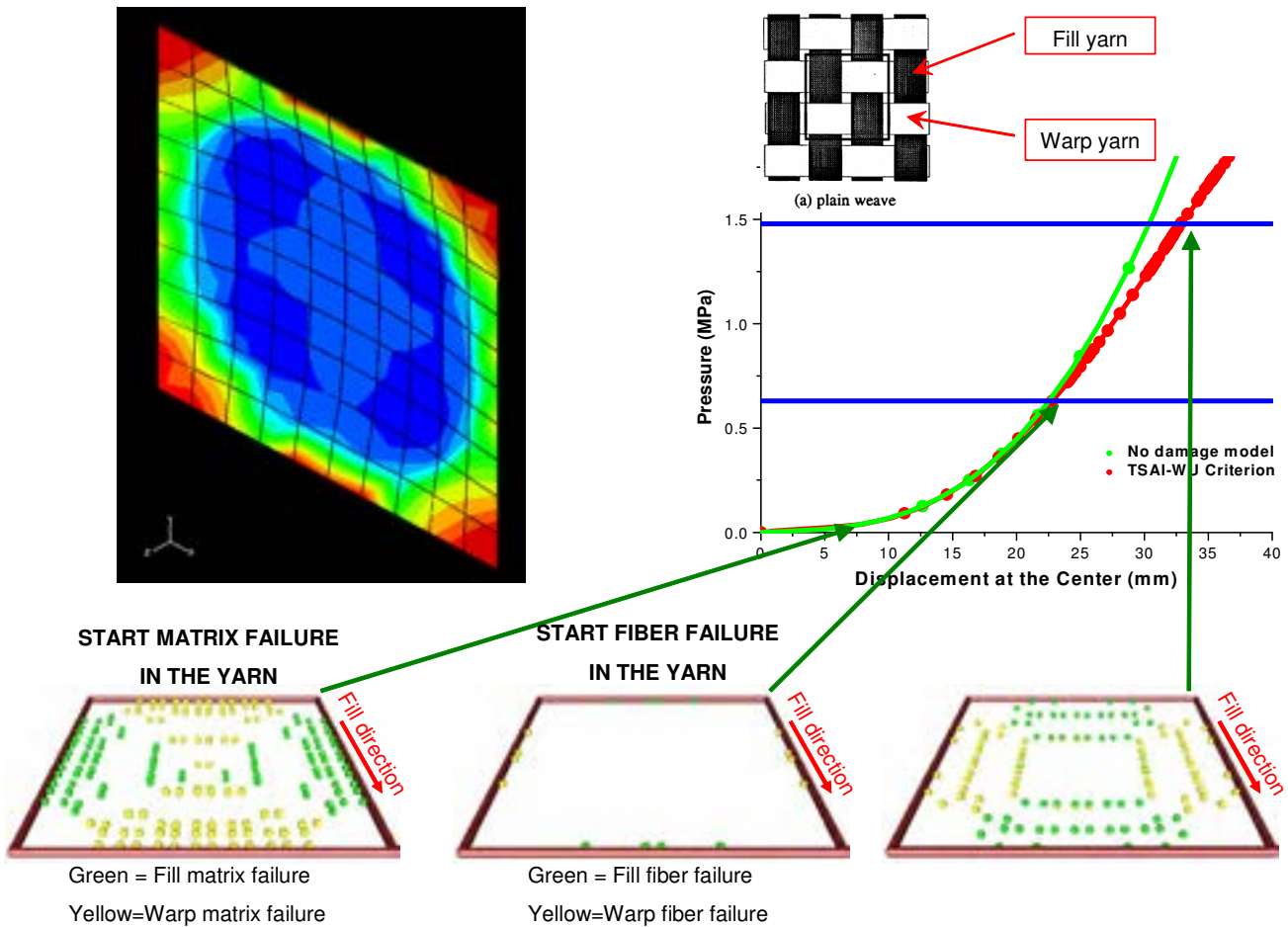


Figure 2.18: Graphical visualization of the results.

### 3 – Conclusions

After an intense search of a possible environment for development of a model for the structural analysis of ceramic matrix composite material, economic evaluations have brought us to the decision to internally develop a multiscale code based on the commercial software ABAQUS. A Fortran code has been developed that resolves the geometry and the computation of the equivalent elasticity matrix to a balanced plain weave fabric. We have also determined a material failure mechanism theory for the balanced plain weave architecture. All these models were implemented into a specific subroutine in the ABAQUS structural analysis software and they are under investigation.

We are waiting for results of mechanical tests on plane weave SiC/SiC composite material made with CVI (Chemical vapour infiltration) method in a facility in Italy. At the same time we are studying the results obtained by the Japanese colleagues for a reference CVI- SiC/SiC composites shown in part 2 of the final report RP IFERC-R-T1-09-JA-002. This report refers to a plain-weave 2D SiC/SiC composite, fabricated by the CVI method that could be used as reference material for the verification of the code.

## REFERENCES

- [1] David, R., “Problem solving with fortran 90”.
- [2] ABAQUS/Standard User’s Manual. Hibbit Karlson and Soresen Inc. (1998) Pawtucket RI.
- [3] Naik, R.A., “Analysis of Woven and Braided Fabric Reinforced Composites”, NASA Contract Report CR-194930, 1994.
- [4] Reddy, J.N., “Mechanics of laminated composite plates and shells”, CRC Press, 2004.
- [5] Tsai, S.W., “Theory of composites design”, Think composites, 1992.
- [6] Moriani, A., “A method to represent the results about a progressive failure model in composite materials”, 8<sup>th</sup> Seminar on Experimental Techniques and Design in Composite Materials – ETDCM8, 2007.

# PROVE MECCANICHE SUL COMPOSITO CERAMICO SiC/SiC REALIZZATO DA FN

## 1. Introduzione

Il composito ceramico in carburo di silicio rinforzato con fibre in carburo di silicio rappresenta un interessante materiale per un possibile utilizzo come materiale strutturale nei reattori a fusione. Diventa importante allo stato attuale caratterizzare meccanicamente tale materiale per poter valutare se la tecnologia attuale sia in grado di fornire un materiale che possa essere considerato come riferimento per tali applicazioni nucleari. Problematiche nella realizzazione di tali materiali spaziano, infatti, dal danneggiamento dell'inter-layer tra fibra e matrice durante la fabbricazione alla scarsa densificazione del composito.

I compositi in generale esibiscono una frattura quasi duttile cosa totalmente diversa da quella duttile dei metalli, tale fenomeno è imputabile essenzialmente all'effetto cumulativo di danneggiamenti

irreversibili come lo scollamento all'interfaccia, fibre pull-out, rottura di fibra che rappresentano dei danneggiamenti e non rotture ultime del materiale. Tali danneggiamenti compromettono importanti funzionalità e la stabilità strutturale del composito quindi diventa importante sviluppare metodologie di prova per indagare tali danneggiamenti.

Vista l'applicazione diventa inoltre importante indagare l'effetto della radiazione sulle proprietà fisiche del composito ceramico SiC/SiC in funzione di temperatura e dose.

## 2. Preparazione del materiale SiC/SiC

Vista l'esperienza già maturata da FN e la disponibilità di tessuti con architettura plane weave si può pensare di realizzare piastre e tubi con tale architettura. Si dovrà richiedere alla ditta fornitrice di realizzare un tessuto bilanciato (balanced plain weave architecture) dove cioè la spaziatura tra yarns adiacenti sia quanto più possibile piccola.

Le dimensioni dei manufatti, compatibili con le attrezzature disponibili in FN, dovranno essere le più grandi possibili con spessori tali da poter garantire una buona infiltrazione e quindi una densità minima significativa. Si richiede comunque uno spessore minimo, una volta lavorate le superfici, di almeno 3 mm in quanto tale valore rappresenta lo spessore minimo per i provini di molte prove meccaniche. Le fibre dovranno essere cristalline come ad esempio Tiranno SA 3rd-grade della Ube Industries. Lo spessore del carbonio depositato piroliticamente sarà un parametro che in base all'esperienza di FN potrà essere variato per studiarne l'influenza. Il rapporto in volume delle fibre potrà essere intorno a circa il 37%.

L'obiettivo riguardo alla densità del prodotto finito dovrà essere di circa 2.5 g/cm<sup>3</sup>.

Prima che ENEA proceda alla caratterizzazione del materiale, FN dovrà effettuare una caratterizzazione fisico-strutturale preliminare per la quale si suggeriscono le seguenti indagini:

1. Analisi diffrattometrica necessaria per evidenziare la natura cristallina del materiale.
2. Analisi microstrutturale con microscopio a scansione elettronica (SEM)
3. Densità geometrica
4. Porosità
5. Densità picnometrica
6. Resistenza a flessione

## 3. Ulteriori considerazioni

L'utilizzo del composito ceramico SiC/SiC impone la realizzazione di prove meccaniche ad alta temperatura e di fatica e creep. La realizzazione di una completa banca dati utilizzabile dai progettisti richiede l'esecuzione di prove standard, ma molte delle procedure sviluppate sono riferite a compositi ceramici con un'interfaccia debole tra fibra e matrice mentre gli attuali materiali ceramici SiC/SiC sono caratterizzati da un'interfaccia forte che quindi impone una riscrittura delle metodologie di prova. La struttura del composito costituita da fibre, matrice e un'interfaccia rende il materiale anisotropo e quindi valutare le proprietà meccaniche fuori asse è un obiettivo importante. L'anisotropia dipende significativamente dal tipo di danneggiamento che dipenderà dal tipo di sollecitazione per esempio trazione, compressione e taglio e dal tipo d'architettura scelta che potrà determinare danneggiamento nel piano o interlaminare. Diventa quindi importante definire prove meccaniche per i vari modi individuali di rottura.

Quando si studiano metodologie di prova per materiali compositi d'interesse nucleare, diventa importante studiare la possibilità di utilizzare piccoli campioni (small specimen test technology SSTT) che si prestano ad esperimenti d'irraggiamento neutronico. I benefici sono dovuti al limitato volume delle capsule d'irraggiamento ed anche ai problemi di contaminazione e smaltimento. Utilizzando campioni miniaturizzati il costo d'irraggiamento, dei campioni, potrà essere ridotto. Anche la loro gestione sarà più agevole sotto l'aspetto della radiazione indotta. Diventa quindi importante rivedere le prove standard su campioni di grandi dimensioni alla luce di queste nuove considerazioni.

Sintetizzando per costruire base dati utili per i progettisti si devono definire metodologie di prova includendo quelle su piccoli campioni per valutare le proprietà ad alta temperatura e di resistenza anisotropa.

#### 4. Rottura quasi duttile nei compositi

Una caratteristica dei materiali compositi utilizzati come componenti strutturali è il comportamento quasi duttile che risulta diverso dal comportamento duttile dei materiali metallici. Il comportamento quasi duttile si verifica come risultato dell'accumulazione di danneggiamenti permanenti irreversibili come ad esempio lo scollamento d'interfaccia, la fibra pull-out e la rottura di fibra. Il comportamento a rottura come ad esempio l'inizio della rottura della matrice e l'estensione della cricca determinano il comportamento quasi duttile quindi va valutata, poiché determina la funzionalità e stabilità strutturale del componente. Tale rottura dipende molto dal tipo e distribuzione dei vuoti interni al composito che rappresentano inneschi per la rottura, si capisce quindi come i vari tipi di compositi varieranno tali caratteristiche. Con frattura si intende l'evento che rompe in due parti il composito senza alcuna possibilità di condividere il carico.

#### 5. Resistenza alla rottura e tolleranza al danneggiamento del composito

Durante il danneggiamento, danni permanenti sono indotti nel composito attraverso la rottura della matrice. Sotto il profilo della stabilità strutturale di questi materiali diventa quindi importante determinare sperimentalmente la rottura della matrice che identificheremo con resistenza alla rottura.

La funzionalità del composito comunque si mantiene anche se danneggiato e il composito in genere non si rompe immediatamente dopo tali rotture. Il concetto di progetto sicuro presuppone quindi la definizione di una tolleranza di danneggiamento.

L'identificazione dell'inizio del danneggiamento costituisce un ruolo importante ed è auspicabile che anche attraverso lo sviluppo di un modello analitico predittivo lo si possa prevedere.

#### 6. Stato delle prove meccaniche standard sui compositi

Molte metodologie di prova di materiali compositi sono standardizzate, come riportato nella tabella riportata sotto:

Failure mode		ASTM	JIS	ISO
Tension	Room temp.	C1275	R1656	15733
	High temp.	C1359	-	-
	Off-axis	D3518(PMC)	-	-
	Trans-thickness	C1468	-	-
	Creep	C1337	-	-
Fatigue	C1360	-	-	
Compression	Room-temp.	C1358	R1673	20504
Flexure		C1341	R1663	-
Shear	Interlaminar	C1292	R1643	20505
	High-temp. Interlaminar losipesco	C1425 D5379m	-	20506
Fracture energy	In-plane mode-I	-	R1662	-
	Interlaminar mode-I	D5528(FRP) D6671m(FRP)	-	-
Others	Fiber tension	C1557	R1657	-
	Joint strength	C1469	R1624, 1630	-
	Coating scratch	C1624	-	20502

Tuttavia, tali metodologie risultano incomplete un esempio vi è la necessità di ottimizzare le metodologie di prova per la valutazione del danneggiamento e della rottura. Inoltre non esistono standard per campioni di piccole dimensioni (SSTT).

## 7. Metodologie di prova meccanica

### A. Prova di flessione (Flexural Test):

Le prove di flessione a tre o quattro appoggi sono convenzionalmente usate per valutare la resistenza dei compositi. Contrariamente alla semplicità della prova, l'analisi dei dati è molto complessa. La distribuzione dello stress nel materiale non sarà simmetrica perché coesistono i modi di rottura di tensione compressione e di taglio. Inoltre la rottura inter-laminare può diventare importante in funzione delle dimensioni del campione. C'è anche da considerare la rottura e piegamento che avviene nei punti di contatto che possono invalidare la prova. La prova di flessione è quindi consigliata come un modo pratico per selezionare piuttosto che come fonte di dati.

### B. Prova di compressione (Compression Test):

Molti materiali ceramici generalmente hanno una grande resistenza a compressione piuttosto che a trazione. I compositi ceramici manifestano invece una resistenza a compressione inferiore dovuta alla presenza d'interfacce deboli tra fibra e matrice. In questo caso diventa importante avere dati sulla resistenza a compressione ai fini progettuali.

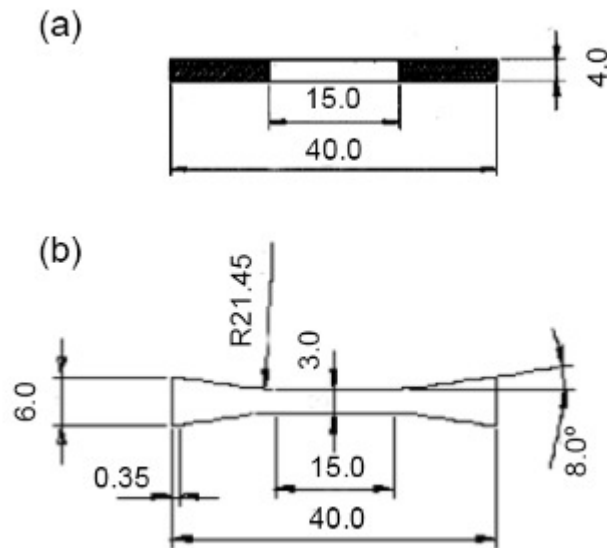
### C. Prova di trazione (In-Plane Tensile Test):

La prova di trazione è ben stabilita e costituisce una prova standard per la valutazione dei materiali compositi. la geometria di tale prova si presta anche ad eseguire prove di fatica e creep. Gli standard prevedono dimensioni dei campioni molto grandi e diventa quindi importante lo sviluppo di campioni di piccole dimensioni (SSTT) per studi con irraggiamento neutronico. L'effetto delle dimensioni del campione sono state studiate e le conclusioni possono essere così elencate:

- Le dimensioni di lunghezza, larghezza e spessore hanno un'influenza minore se la frazione di fibre in volume nella direzione di carico non cambia con la dimensione del campione.
- La dipendenza dalle dimensioni del campione si manifesta sulle proprietà delle prove di trazione fuori asse dovuta probabilmente al cambiamento del modo di rottura in funzione delle dimensioni.
- La geometria gioca un effetto minore.

Due tipi di campioni miniaturizzati sono stati proposti dai colleghi giapponesi che collaborano nelle attività sul Broader Approach. Un campione è rettangolare caricato sulle facce per prove a temperature ambiente e l'altro caricato sui bordi per alte temperature.





Tali campioni sono largamente usati in molte campagne di irraggiamento neutronico. All'estremità del campione rettangolare sono incollati dei supporti che prevengono la rottura del materiale nella sezione d'afferraggio. Tale soluzione non è percorribile per le alte temperature e per tale motivo si adotta un campione caricato sul bordo.

Le barre rettangolari miniaturizzate di dimensioni  $40 \times 4 \times 1.4 \text{ mm}^3$  rappresentano appunto una possibile soluzione. Nella procedura di prova (ASTM C 1275-00) si devono attuare dei cicli di carico e scarico a partire da 50 MPa con incrementi di 25 MPa avendo l'accortezza di lasciare sempre un carico inferiore di 5 MPa. Lo strain assiale dovrà essere misurato con una coppia di strain gauges con una lunghezza di lettura di 5.0 mm che dovranno essere incollati sulla metà della lunghezza delle superfici del provino. Lo strain medio delle due misure sarà usato come lo strain del composito. Con una velocità della traversa di 0.5 mm/min si potrà acquisire con una frequenza di 40Hz.

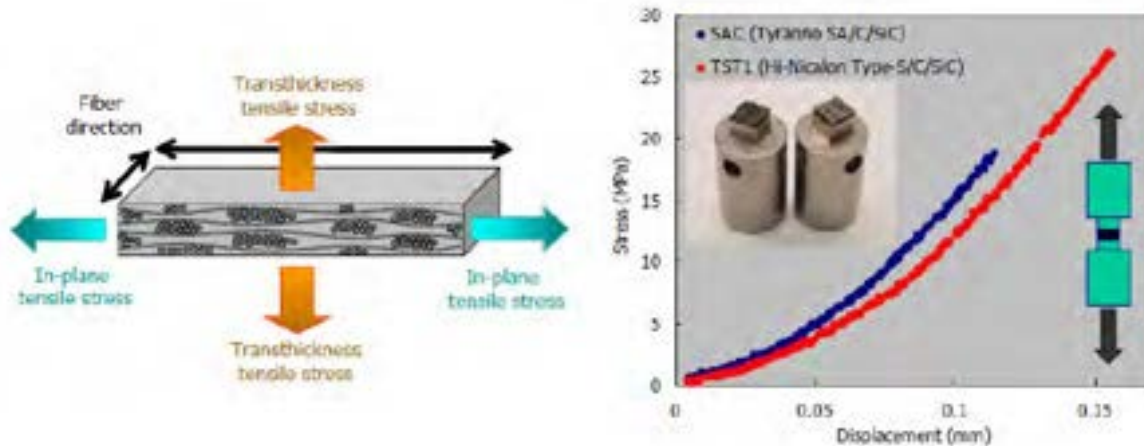
Il modulo di Young è definito come la tangente del segmento lineare iniziale della curva stress verso strain. Lo stress che definisce il limite di proporzionalità è definito come il massimo stress che soddisfa la seguente equazione:

$$\frac{E \cdot \varepsilon_{meas.} - \sigma_{meas.}}{\sigma_{meas.}} \leq 0.05$$

Dove  $E$  è il modulo di Young del composito e  $\sigma_{meas.}$  è lo stress applicato corrispondente allo strain  $\varepsilon_{meas.}$ . La resistenza ultima a trazione è definita come lo stress di frattura.

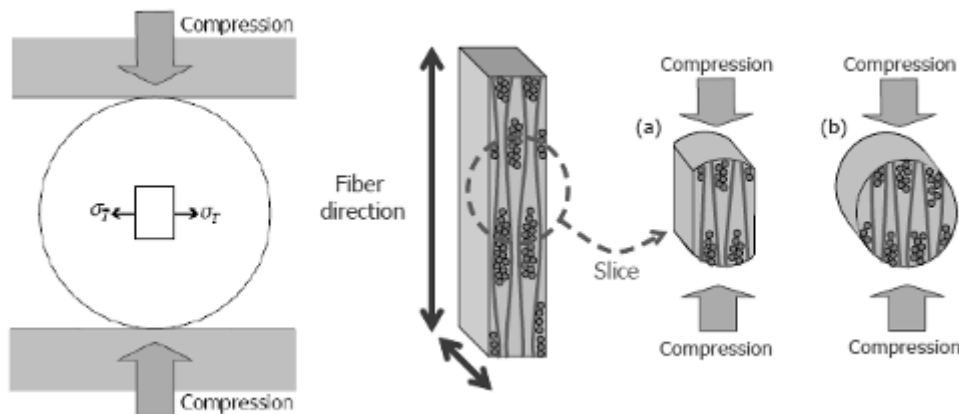
#### **D. Prova di trazione attraverso lo spessore (Trans-Thickness Tensile Test):**

La prova di trazione attraverso lo spessore è standardizzata dalla norma ASTM-C1468.

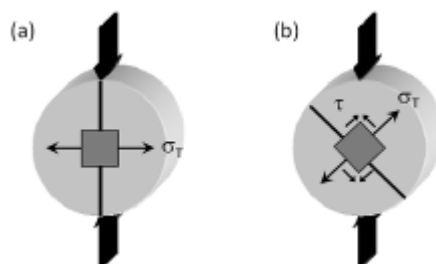


Poiché il campione è incollato agli afferraggi può accadere che la rottura non avvenga entro la sezione del campione ma piuttosto all'interfaccia composito/afferraggio. Anche se si riesce ad ottenere un perfetto incollaggio non si raggiunge comunque una buona soluzione del problema poiché continuano a sussistere problemi quali l'irraggiamento del campione e la limitazione della prova a bassa temperatura.

Un'alternativa per indagare la resistenza alla trazione attraverso lo spessore è una compressione diametrale (chiamata prova "Brazilian").


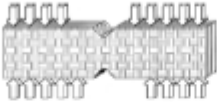
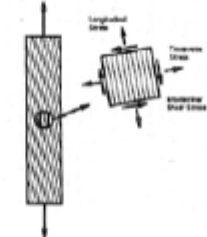
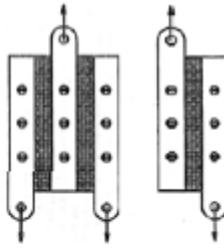


In principio un materiale caricato a compressione è soggetto a stress di trazione lungo l'asse perpendicolare all'asse di carico. Rimane comunque un'incertezza circa l'effetto negativo della concentrazione degli stress nell'area di contatto con gli afferraggi. Comunque tale prova è presa in considerazione per i vantaggi dovuti alla miniaturizzazione del campione e alla possibilità di applicazioni ad alta temperatura. Inoltre, in principio, condizioni di anisotropia sulla resistenza attraverso lo spessore possono essere valutate ruotando il disco campione.



### E. Prova di taglio (Shear Test):

La resistenza a taglio è correlata alla direzione tra il carico e l'allineamento delle fibre.

			
Double notch shear test	Iosipescu shear test Asymmetric 4-pt. bend test	10° off-axis tension test 45° tension test	Rail shear test
Inter laminar shear strength	In-plane shear strength Shear modulus Inter laminar shear strength	In-plane shear strength Shear modulus	In-plane shear strength Shear modulus
⊗ Small specimens ⊗ Can use for cyclic and environmental conditions	⊗ Compatible with most material types ⊗ Small quantity of material required ⊗ Can use for cyclic and environmental conditions	⊗ Can use for cyclic and environmental conditions ⊗ Standard test equipment ⊗ Uniform in-plane and through-thickness stress	⊗ Compatible with most material types ⊗ Stress state fairly uniform near specimen center ⊗ Can use for cyclic and environmental conditions
⊗ Accurate specimen machining required ⊗ Difficult to determine the fracture plane ⊗ Non-uniform shear stress state dependent on notch separation	⊗ Accurate specimen machining required ⊗ Special test fixture required ⊗ Non-uniform shear stress state	⊗ Mixed-mode failure ⊗ Sensitive to specimen/strain gauge misalignment ⊗ Only suitable for continuous aligned fibers ⊗ Special laminate layup required	⊗ Large specimens/extensive preparation ⊗ Difficult to bolt/bond specimen to loading rails ⊗ Special test fixture required ⊗ Large scatter in strength data

La resistenza di taglio in piani (In-plane shear strength IPSS) e la resistenza di taglio inter-laminare (inter-laminar shear strength ILSS) sono parametri ben conosciuti.

Per eseguire la IPSS si utilizzano la rail shear test, la prova a flessione a quattro punti (asymmetrical four-point bend test), la Iosipescu shear test e la prova di trazione fuori asse (off-axis tensile test).

Per eseguire la ILSS si utilizzano la double notch shear test (DNS) e la short beam test.

Nella prova DNS la concentrazione degli stress differisce in funzione della distanza tra i due tagli.

Nella norma ASTM-C1292 la separazione tra gli intagli raccomandata e di circa 6mm. La semplicità della configurazione della prova si presta ad essere eseguita ad alte temperature.

Per la prova off-axis tensile il fatto che coesistono vari modi di rottura funzione dell'angolo di fuori asse rende l'analisi molto difficile. Su tale prova l'effetto della dimensione del campione non è ben chiaro.

Un puro stress di taglio si ottiene tra gli intagli nella prova Iosipescu shear test e anche nell'asymmetrical four-point bend test. Sono quindi prove da prendere in considerazione per la misura della resistenza di taglio in piano (IPSS). Bisogna comunque avere cura di evitare rotture in prossimità degli afferraggi.

#### F. Prova dell'energia di frattura (Fracture Energy Test):

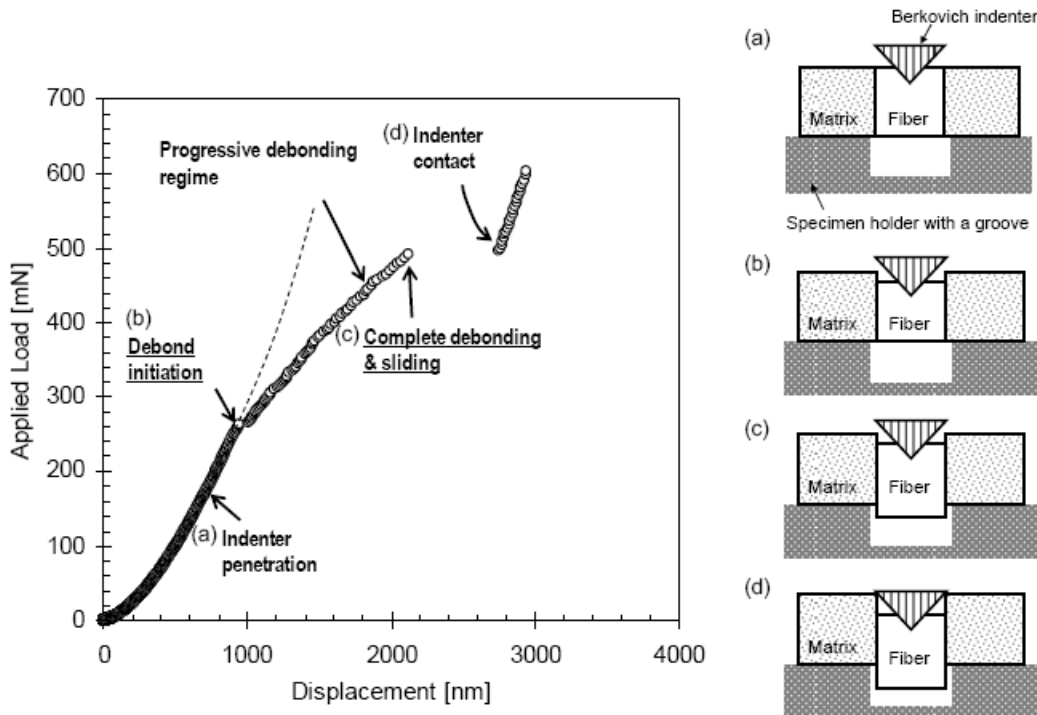
La valutazione dell'energia di frattura cioè dell'energia per iniziare la propagazione della cricca a partire da difetti già presenti o intenzionalmente ricavati costituisce un parametro importante per valutare la resistenza alla fessurazione e la tolleranza al danneggiamento.

La prova dell'energia di frattura dove il campione ha un singolo bordo intagliato ed è soggetto a flessione (JIS-R1662) (single-edge notched bend SENB) assume che il materiale composito sia omogeneo e microscopicamente continuo.

#### G. Prova di taglio all'interfaccia fibra matrice (Interfacial Shear Test):

Tra le prove proposte per studiare la resistenza al taglio nell'interfaccia fibra matrice quella più promettente è quella di spingere la singola fibra (single fiber push-out method). Un estremo della

fibra inglobata nella matrice è sollecitata con un piccolo indentatore, durante la prova si registra il carico in funzione dello spostamento dell'indentatore.



L'utilizzo di nano-indentatori pone dei limiti sui carichi massimi che si possono esercitare e quindi delle limitazioni sul diametro delle fibre. Ma recenti innovazioni sui micro-indentatori consente di ottenere alti carichi e una grande precisione sul controllo della posizione che consente di allineare il centro della fibra con l'asse del carico, in tale modo è possibile condurre prove su qualsiasi fibra.

Nel processo di push-out avvengono due importanti eventi:

- (1) inizio della cricca all'interfaccia.
- (2) scollamento completo e seguente slittamento al carico massimo.

Da modelli non lineari si possono calcolare parametri di taglio dell'interfaccia quali:

- (1) rottura di taglio all'interfaccia (interfacial debond shear strength).
- (2) stress di frizione all'interfaccia (interfacial friction stress).

## 8. Lista di parametri meccanici per un data base volto alla progettazione

In grassetto sono riportati i dati nel caso di problema degli sforzi piani  $[\sigma_{zz}, \sigma_{yz}, \sigma_{xz} = 0]$ .

Nel caso in cui non valga l'approssimazione di sforzi piani i dati necessari sono tutti quelli sotto riportati.

Ricordo che nel caso di un materiale ortotropico il numero di costanti indipendenti necessarie per descrivere il materiale è 9.

- 1. Axial elastic tensile modulus  $E_x^t$  [ Tensile Test].**
- 2. Transverse elastic tensile modulus  $E_y^t$  [ Tensile Test].**
3. Transverse elastic tensile modulus  $E_z^t$  [ Trans-Thickness Tensile Test].
- 4. Axial elastic compression modulus  $E_x^c$  [ Compression Test].**
- 5. Transverse elastic compression modulus  $E_y^c$  [ Compression Test].**
6. Transverse elastic compression modulus  $E_z^c$  [ Compression Test].

7. **In-plane shear modulus  $G_{xy}$  [off-axis test, Iosipescu, double notch shear test].**
8. Transverse shear modulus  $G_{yz}$  [off-axis test, Iosipescu, double notch shear test].
9. Transverse shear modulus  $G_{xz}$  [off-axis test, Iosipescu, double notch shear test].
10. **Poisson's ratio  $\nu_{xy}$  [ Tensile Test].**
11. Poisson's ratio  $\nu_{yz}$  [ Tensile Test].
12. Poisson's ratio  $\nu_{xz}$  [ Tensile Test].
13. **Axial proporzional limit tensile stress  $X_p^t$  [ Tensile Test].**
14. **Transverse proporzional limit tensile stress  $Y_p^t$  [ Tensile Test].**
15. Transverse proporzional limit tensile stress  $Z_p^t$  [ Trans-Thickness Tensile Test].
16. **Axial proporzional limit compression stress  $X_p^c$  [ Compression Test].**
17. **Transverse proporzional limit compression stress  $Y_p^c$  [ Compression Test].**
18. Transverse proporzional limit compression stress  $Z_p^c$  [ Compression Test].
19. **Proporzional limit in-plane shear stress  $S_p^{xy}$  [off-axis test, Iosipescu, double notch shear test].**
20. Proporzional limit transverse shear stress  $S_p^{yz}$  [off-axis test, Iosipescu, double notch shear test].
21. Proporzional limit transverse shear stress  $S_p^{xz}$  [off-axis test, Iosipescu, double notch shear test].
22. **Axial ultimate limit tensile stress  $X_u^t$  [ Tensile Test].**
23. **Transverse ultimate limit tensile stress  $Y_u^t$  [ Tensile Test].**
24. Transverse ultimate limit tensile stress  $Z_u^t$  [ Trans-Thickness Tensile Test].
25. **Axial ultimate limit compression stress  $X_u^c$  [ Compression Test].**
26. **Transverse ultimate limit compression stress  $Y_u^c$  [ Compression Test].**
27. Transverse ultimate limit compression stress  $Z_u^c$  [ Compression Test].
28. **Ultimate limit in-plane shear stress  $S_u^{xy}$  [off-axis test, Iosipescu, double notch shear test].**
29. Ultimate limit transverse shear stress  $S_u^{yz}$  [off-axis test, Iosipescu, double notch shear test].
30. Ultimate limit transverse shear stress  $S_u^{xz}$  [off-axis test, Iosipescu, double notch shear test].

## 9. Caso di un materiale plane weave

Nel caso di un materiale plane weave, come dovrebbe essere quello oggetto di studio, i parametri necessari riportati nel paragrafo 8 si semplificano poiché:

- $E_x^t = E_y^t$
- $E_x^c = E_y^c$
- $\nu_{yz} = \nu_{xz}$
- $G_{yz} = G_{xz}$

- $X_p^t = Y_p^t$
- $X_p^c = Y_p^c$
- $S_p^{yz} = S_p^{xz}$
- $X_u^t = Y_u^t$
- $X_u^c = Y_u^c$
- $S_u^{yz} = S_u^{xz}$

Sulle varie metodologie di prove meccaniche si possono aggiungere le seguenti considerazioni (dove i punti identificativi sono gli stessi riportati nel paragrafo 7):

### B. Prova di compressione (Compression Test):

Seguire come linea guida la norma ASTM C 1358-96. Adottare un campione rettangolare di piccole dimensioni come descritto nel paragrafo 7 punto C. Eseguire la prova con orientamento  $0^\circ$  e  $45^\circ$  ricavando modulo di elasticità, limite di proporzionalità e carico massimo per evidenziare anisotropie.

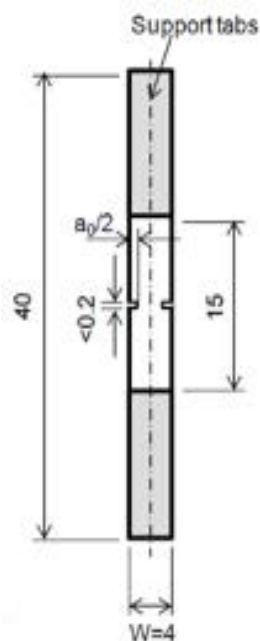
Ricavo:

- $E_x^c = E_y^c$  Axial/Transverse elastic compression modulus
- $X_p^c = Y_p^c$  Axial/Transverse proporzional limit compression stress
- $X_u^c = Y_u^c$  Axial/Transverse ultimate limit compression stress

### C. Prova di trazione (In-Plane Tensile Test):

Tale prova si può eseguire con una prova double notch tensile (DNT) per orientamenti di  $0^\circ$ ,  $30^\circ$  e  $45^\circ$ .

Seguire la norma ASTM C 1275-00 adottando gli stessi campioni della prova di compressione.



Si possono assumere  $a_0/W = 0, 0.25, 0.50, 0.75$  cosa che consente di studiare la sensibilità all'intaglio per le prove con trazione in asse e fuori asse.

Un comportamento non sensibile all'intaglio dovrebbe seguire la relazione:

$$\sigma = \frac{P}{W_{eff} \cdot t} = \frac{P}{W \cdot t \cdot \left(1 - \frac{a_0}{W}\right)}$$

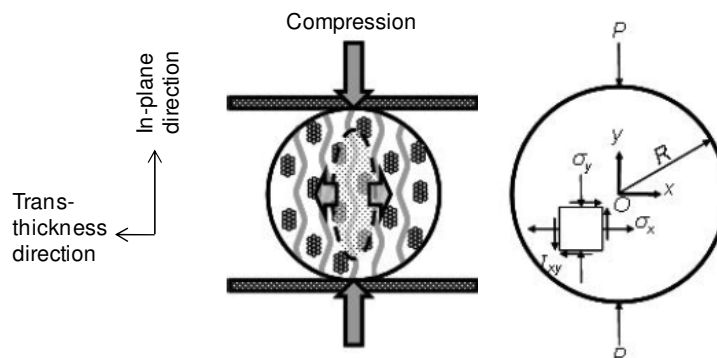
Dove  $P$  è il carico,  $W$  è la larghezza del campione,  $t$  è lo spessore ed  $a_0$  è la lunghezza dell'intaglio.

Ricavo:

- $E_x^t = E_y^t$  Axial/Transverse elastic tensile modulus
- $\nu_{xy}$  Poisson's ratio
- $X_p^t = Y_p^t$  Axial/Transverse proporzional limit tensile stress
- $X_u^t = Y_u^t$  Axial/Transverse ultimate limit tensile stress

#### D. Prova di trazione attraverso lo spessore (Trans-Thickness Tensile Test):

Effettuare la prova utilizzando lo schema della compressione diametrale con dimensioni di 5 mm per il diametro e 3mm per lo spessore.



Al centro del pezzo attaccare uno strain gauge. La resistenza alla trazione attraverso lo spessore ( $\sigma_T$ ) è calcolata con la formula:

$$\sigma_T = \frac{2 \cdot P}{\pi \cdot d \cdot t}$$

Dove  $P$  è il carico alla rottura,  $d$  è il diametro del campione e  $t$  è lo spessore.

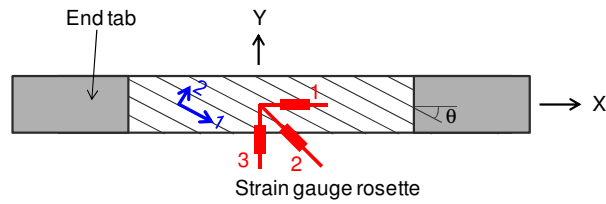
Ricavo:

- $E_z^t$  Transverse elastic modulus
- $Z_p^t$  Transverse proporzional limit tensile stress
- $Z_u^t$  Transverse ultimate limit tensile stress

#### E. Prova di taglio (Shear Test):

##### 1. In-Plane Failure Behavior

Si può valutare con la prova off-axial tensile test. Adottare un campione rettangolare di piccole dimensioni come descritto nel paragrafo 7 punto C.



Si devono incollare tre strain gauge a  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  e  $90^\circ$  come mostrato in figura con i quali si potranno misurare gli strain  $\epsilon_1, \epsilon_2$  e  $\epsilon_3$ .

L'espressione dell'in-plane shear strain è:

$$\gamma_{12} = (\epsilon_{xx} - \epsilon_{yy}) \cdot \sin(2\theta) + \gamma_{xy} \cdot \cos(2\theta)$$

Gli strain  $\epsilon_{xx}, \epsilon_{yy}$  e  $\gamma_{xy}$  possono essere ricavati dalle letture dei tre elementi di misura della rosetta attraverso le relazioni:

$$\epsilon_{xx} = \epsilon_1$$

$$\epsilon_{yy} = \epsilon_3$$

$$\gamma_{xy} = 2 \cdot \epsilon_2 - \epsilon_1 - \epsilon_3$$

Gli in-plane stress sono dati dalle relazioni:

$$\sigma_{11} = \sigma_{xx} \cdot \cos^2(\theta)$$

$$\sigma_{22} = \sigma_{xx} \cdot \sin^2(\theta)$$

$$\tau_{12} = \frac{1}{2} \sigma_{xx} \cdot \sin(2\theta)$$

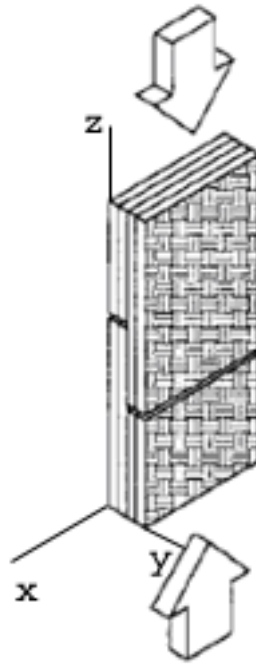
Dove  $\sigma_{xx}$  è uguale al carico diviso l'area della sezione del campione.

Ricavo:

- $G_{xy}$  In-plane shear modulus
- $S_p^{xy}$  Proportional limit in-plane shear stress
- $S_u^{xy}$  Ultimate limit in-plane shear stress

## 2. Inter-Laminar Shear Failure Behavior

Si può valutare con la prova double-notch shear (DNS) test. Adottare un campione rettangolare di piccole dimensioni del tipo  $20 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$ . Su entrambi i lati si devono produrre due intagli della profondità di 1.5mm con una separazione di 6mm.



L'inter-laminar shear strength è definita come il carico massimo diviso l'area tra i due intagli.

Ricavo:

- $G_{yz}$  Transverse shear modulus
- $G_{xz}$  Transverse shear modulus
- $S_p^{yz}$  Proporzional limit in-plane shear stress
- $S_p^{xz}$  Proporzional limit in-plane shear stress
- $S_u^{yz}$  Ultimate limit in-plane shear stress
- $S_u^{xz}$  Ultimate limit in-plane shear stress

## 10. Metodi per rilevare le rotture

Visto il comportamento fragile del composito SiC/SiC è sicuramente importante, ai fini di individuare la rottura durante le prove, poter disporre di misure di strain ad alta risoluzione. Un'altra tecnica per rilevare rotture nel composito è quella di registrare l'emissione acustica. Gli eventi di emissione acustica sono contati cumulativamente insieme alla misura della sollecitazione. Irreversibili strains che si producono nel composito sono accompagnati da un rapido incremento del numero di eventi di emissione acustica. Tale metodo è molto interessante, poiché si registrano venti acustici poco prima del carico relativo al limite di proporzionalità cosa che rende la metodologia più sensibile delle misure fatte con strain gauge.

## 11. Progettazione multiscala applicata ai materiali compositi

La metodologia multiscala consente di ricavare il comportamento macroscopico di un materiale partendo dalle caratteristiche salienti ricavabili a scale inferiori. Il processo di trasferire i risultati da scale inferiori a quelle superiori è detto omogeneizzazione. Nel caso particolare dei materiali compositi tale metodologia si prefigge partendo dai dati relativi alle fibre e alla matrice di ricavare il comportamento del composito.

Diventa quindi importante cercare di sviluppare metodologie di prova in grado di caratterizzare i singoli costituenti del composito.

A tal fine si richiede di preparare un certo numero di yarn, ricavabili dal tessuto plane weave. Tali yarns dovranno poi subire il ciclo di deposizione del carbonio e quindi su alcuni degli yarns così ottenuti si dovranno eseguire delle prove di trazione. Gli altri yarns dovranno essere sottoposti ai cicli di infiltrazione in fase vapore (CVI) di carburo di silicio. Periodicamente dopo un prefissato numero di infiltrazioni si dovranno estrarre dei campioni su cui eseguire ulteriori prove di trazione dopo aver preventivamente misurato la quantità di matrice di carburo di silicio depositata.

Il fine ultimo è quello di desumere quanti più dati meccanici possibili riconducibili allo yarn e alla matrice. In particolare in presenza di sollecitazioni piane sarebbe utile conoscere:

- $E_1^y$  modulo di elasticità lungo l'asse dello yarn
- $E_2^y$  modulo di elasticità trasversale dello yarn
- $G_{12}^y$  modulo di taglio dello yarn
- $\nu_{12}^y = \nu_{13}^y$  rapporto di Poisson dello yarn
- $\nu_{23}^y$  rapporto di Poisson dello yarn
- $E_r^y$  modulo di elasticità della matrice
- $\nu_r^y$  rapporto di Poisson della matrice

Ad un livello ancora inferiore sarebbe auspicabile eseguire quanto sopra non sullo yarn ma sul singolo filamento che costituisce lo yarn. Tale indagine in modo equivalente a quanto detto sopra dovrebbe fornire le seguenti informazioni:

- $E_1^f$  modulo di elasticità lungo l'asse del filamento
- $E_2^f$  modulo di elasticità trasversale del filamento
- $G_{12}^f$  modulo di taglio del filamento
- $\nu_{12}^f = \nu_{13}^f$  rapporto di Poisson del filamento
- $\nu_{23}^f$  rapporto di Poisson del filamento
- $E_r^f$  modulo di elasticità della matrice
- $\nu_r^f$  rapporto di Poisson della matrice

## 12. Dimensioni dei campioni per le prove meccaniche

### A. Prova di flessione (Flexural Test):

Le prove di flessione a tre o quattro appoggi sono convenzionalmente usate per valutare la resistenza dei compositi. Contrariamente alla semplicità della prova, l'analisi dei dati è molto complessa. La distribuzione dello stress nel materiale non sarà simmetrica perché coesistono i modi di rottura di tensione compressione e di taglio. Inoltre la rottura inter-laminare può diventare importante in funzione delle dimensioni del campione. C'è anche da considerare la rottura e piegamento che avviene nei punti di contatto che possono invalidare la prova. La prova di flessione è quindi consigliata come un modo pratico per selezionare il materiale piuttosto che come fonte di dati.

Tale prova verrà eseguita da FN nella fase di caratterizzazione preliminare e la norma da seguire è la ASTM C1341 – 06 relativa alla prova di flessione per i compositi ceramici rinforzati con fibre continue.

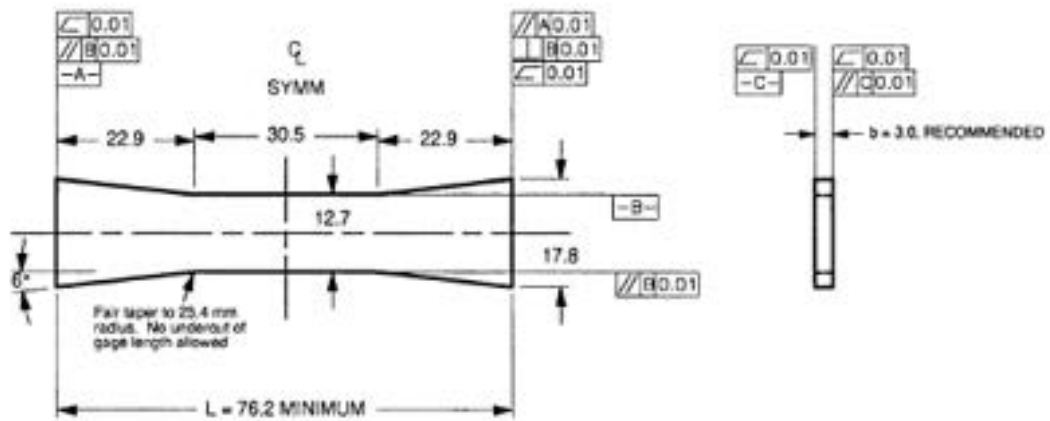
### B. Prova di compressione (Compression Test):

Molti materiali ceramici generalmente hanno una grande resistenza a compressione maggiore di quella a trazione. I compositi ceramici manifestano invece una resistenza a compressione inferiore per la presenza d'interfacce deboli tra fibra e matrice. In questo caso diventa importante avere dati sulla resistenza a compressione ai fini progettuali.

La norma da seguire è la ASTM C1358 – 05 relativa alla prova di compressione a temperatura ambiente per i compositi ceramici rinforzati con fibre continue.

Si è scelto il provino riportato nella figura 6 della norma ASTM C1358 – 05 (Fig.2). I provini dovranno essere realizzati seguendo le seguenti indicazioni:

1. Numero 3 provini lungo la direzione del fill yarn.
2. Numero 3 provini lungo la direzione del warp yarn.



NOTE: 1) MINIMUM L = 76.2 mm WITH 30.5 mm GAGE SECTION, RECOMMENDED W = 12 mm.  
 2) SURFACE FINISH 0.5- 1.0  $\mu\text{m}$  ALL OVER  
 3) FINAL GRIND OF GAGE SECTION TO BE LONGITUDINAL

Compression Specimen for CFCCs
mm X.X = 0.1, X.XX = 0.01, X.XXX = 0.001
SCALE: NTS

NOTE: 1—Illustration not intended to be an engineering or production drawing, or both.  
 FIG. 6 Example of a 'Bow-Tie' Compressive Test Specimen (4)

Fig.2 Disegno meccanico del provino per la prova di compressione.

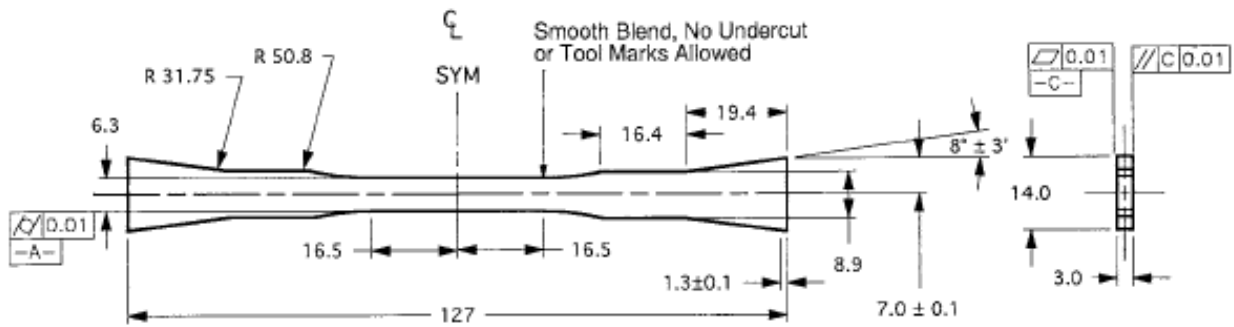
### C. Prova di trazione (In-Plane Tensile Test):

La prova di trazione è ben stabilita e costituisce una prova standard per la valutazione dei materiali compositi. Tale prova si presta anche ad eseguire prove di fatica e creep.

La norma da seguire è la ASTM C1275 - 10 relativa alla prova di trazione a temperatura ambiente per i compositi ceramici rinforzati con fibre continue.

Si è scelto il provino riportato nella figura 9 della norma ASTM C1275 – 10 (Fig.3). I provini dovranno essere realizzati seguendo le seguenti indicazioni:

1. Numero 3 provini lungo la direzione del fill yarn.
2. Numero 3 provini lungo la direzione del warp yarn.
3. Numero 2 provini lungo la direzione a 45°.



NOTE: 1) FINAL GRIND OF GAGE SECTION TO BE LONGITUDINAL

Tensile Specimen for CFCCs
mm X.X = 0.1, X.XX = 0.01, X.XXX = 0.001
SCALE: NTS

FIG. 9 Example of a Contoured, Edge-Loaded Test Specimen Geometry (3)

Fig.3 Disegno meccanico del provino per la prova di trazione.

Durante la sperimentazione preliminare nei laboratori ENEA di Frascati si è evidenziata l'opportunità di allungare la parte cuneiforme del provino di 5 mm portandola dagli attuali 19.4mm a 24.4mm. La lunghezza complessiva del provino sarà quindi di 137mm.

Il disegno dei terminali di afferraggio è riportato nell'allegato 1.

**D. Prova di trazione attraverso lo spessore (Trans-Thickness Tensile Test):**

Una prima prova di trazione attraverso lo spessore verrà eseguita utilizzando un provino non standard il cui disegno è allegato al presente rapporto tecnico (allegato 2).

Il disegno dei due terminali per eseguire la prova è riportato nell'allegato 3.

I provini dovranno essere realizzati seguendo le seguenti indicazioni:

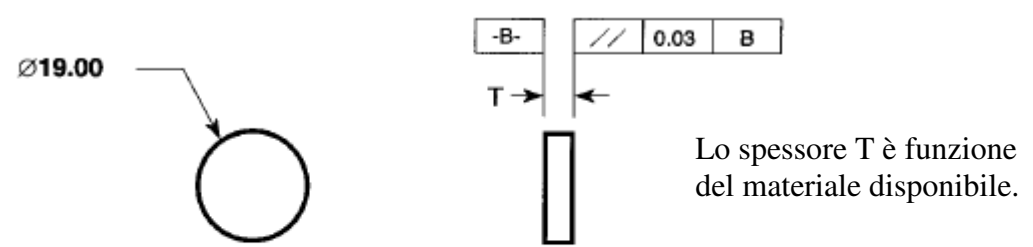
1. Numero 3 provini.

La norma da seguire per un'ulteriore caratterizzazione è la ASTM C1468 - 06 relativa alla prova di trazione attraverso lo spessore per i compositi ceramici rinforzati con fibre continue.

Il disegno del provino è riportato nella figura 6 della norma ASTM C1468 - 06 (Fig.4).

I provini dovranno essere realizzati seguendo le seguenti indicazioni:

1. Numero 5 provini.



NOTE 1—Faces of test specimen can be as-processed or machined flat. All dimensions are in mm, and tolerances are: x.x ± 0.1, x.xx ± 0.03.

FIG. 6 Drawing of a Circular Cross-Section Transthickness Tensile Test Specimen 19.0 mm in Diameter

Fig.4 Disegno meccanico del provino per la prova di trazione attraverso lo spessore.

Il disegno dei terminali di afferraggio, che dovranno essere incollati al campione, è riportato nell'allegato 4.

#### **E. Prova di taglio (Shear Test):**

La resistenza a taglio è correlata alla direzione tra il carico e l'allineamento delle fibre.

La resistenza di taglio in piani (In-plane shear strength IPSS) e la resistenza di taglio inter-laminare (inter-laminar shear strength ILSS) sono parametri ben conosciuti.

Una prima prova di taglio verrà eseguita utilizzando un provino reclinato non standard il cui disegno è allegato al presente rapporto tecnico (allegato 5).

I provini reclinati dovranno essere realizzati seguendo le seguenti indicazioni:

2. Numero 3 provini.

La norma da seguire per un'ulteriore caratterizzazione a taglio è la ASTM D5379M – 05 relativa alla prova di taglio per i materiali ceramici (Iosipescu shear test).

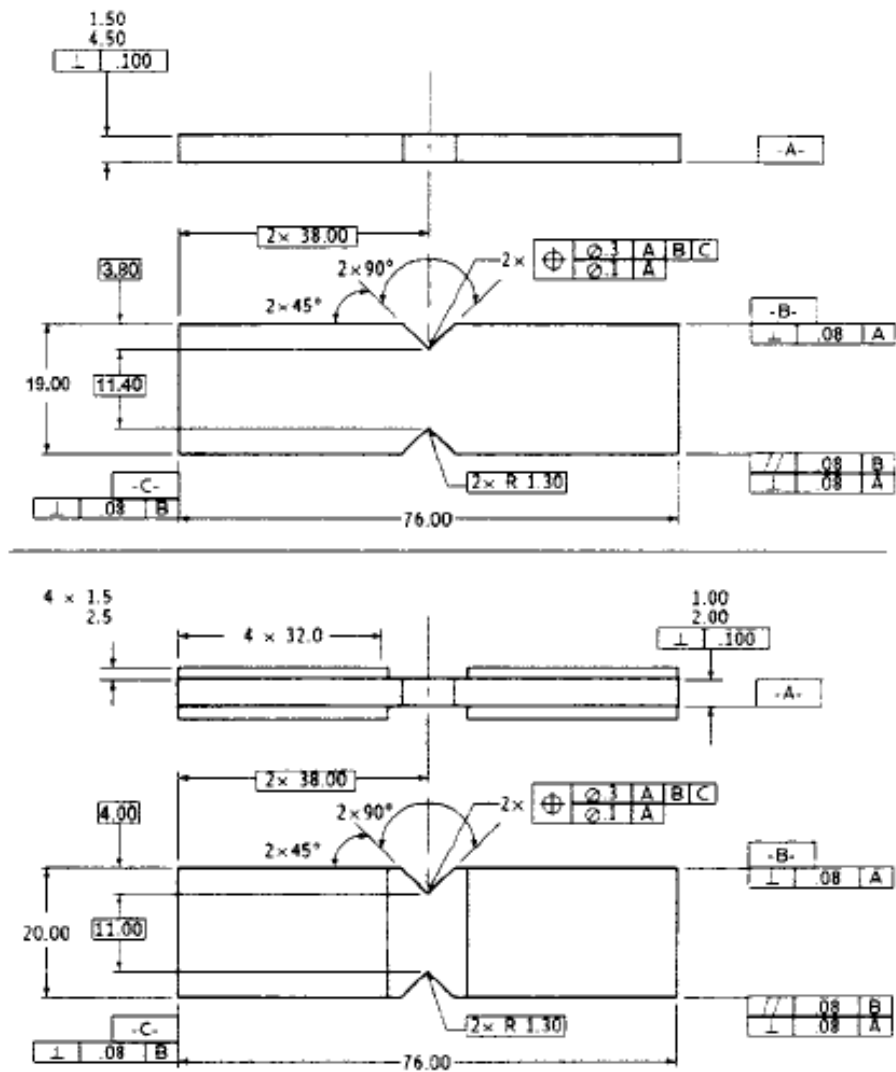
Il disegno dei provini è riportato nella figura 7 della norma ASTM D5379M – 05 (Fig.5).

I provini dovranno essere realizzati seguendo le seguenti indicazioni:

1. Numero 3 provini per la determinazione dell'in-plane shear (1-2 piano).
2. Numero 3 provini per la determinazione dell'interlaminar shear (1-3 piano).
3. Numero 3 provini per la determinazione dell'interlaminar shear (2-3 piano).

L'indicazione dei piani è riportata in Fig.6A mentre in Fig.6B è indicato il sistema di coordinate del materiale. Nell'allegato 3 è disponibile uno schema delle tre tipologie di provini compatibili con uno spessore del pannello di 3 mm.

Il primo provino in alto sull'allegato 6 relativo al piano (1-2) si ricava direttamente partendo dalla piastra, il provino relativo al piano (1-3) si ricava da un numero di 7 listelli con dimensione  $76 \times 3.5 \times 3 \text{ mm}^3$  che in seguito saranno incollati e lavorati e infine il provino relativo al piano (2-3) si ricava da tre listelli di dimensione  $19 \times 3.5 \times 3 \text{ mm}^3$  che in seguito saranno incollati e lavorati prevedendo anche l'incollaggio alle due estremità di due terminali di afferraggio che potranno essere realizzati in acciaio AISI 304.



NOTE—Interpret Fig. 7 in accordance with ANSI Y14.5M-1982, subject to the following:

- (1) All dimensions in millimetres with decimal tolerances as follows:
 

No decimal	0.X	0.XX
$\pm 3$	$\pm 1$	$\pm 0.3$
- (2) All angles have a tolerance of  $\pm 0.5^\circ$ .
- (3) Ply orientation direction tolerance relative to - A- (or to - B-) within  $\pm 0.5^\circ$
- (4) Finish on machined edges not to exceed  $1.6 \sqrt{\text{ }}$ . Finish on V-notch not to exceed  $0.8 \sqrt{\text{ }}$  (symbology is in accordance with ANSI/ASME B46.1-1985, with roughness height in micrometres.)
- (5) Values to be provided for the following, subject to any ranges shown in the field of Fig. 7: material, lay-up, and ply orientation reference relative to - A-, coupon thickness, tab material, tab thickness, and tab adhesive.

Fig.5 Disegno meccanico del provino per la prova di taglio.

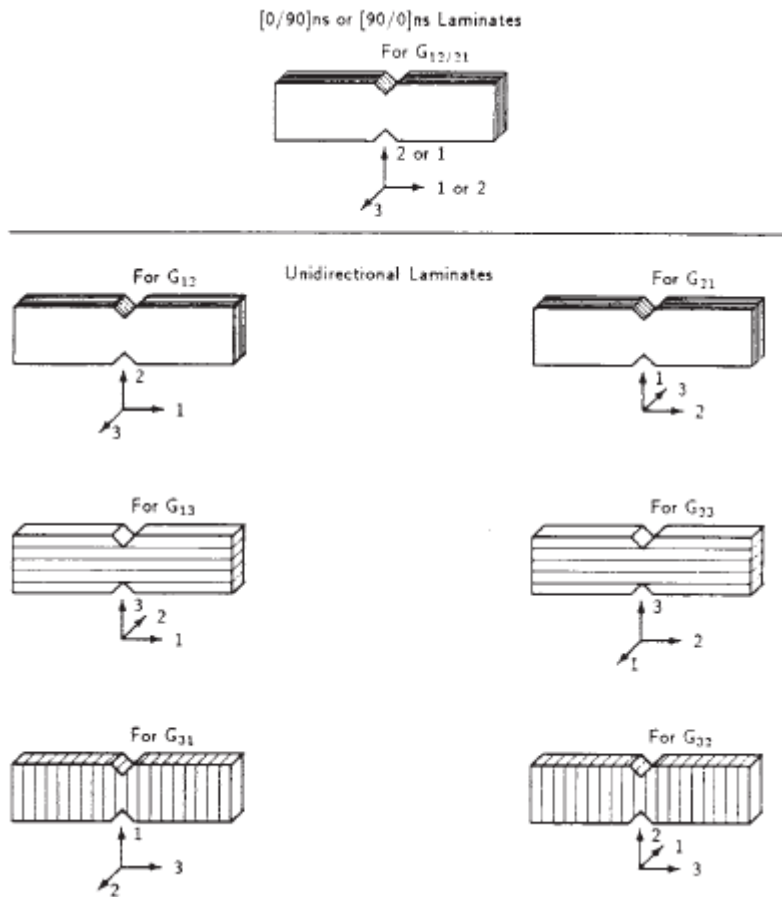


Fig.6A Orientazione dei piani del materiale.

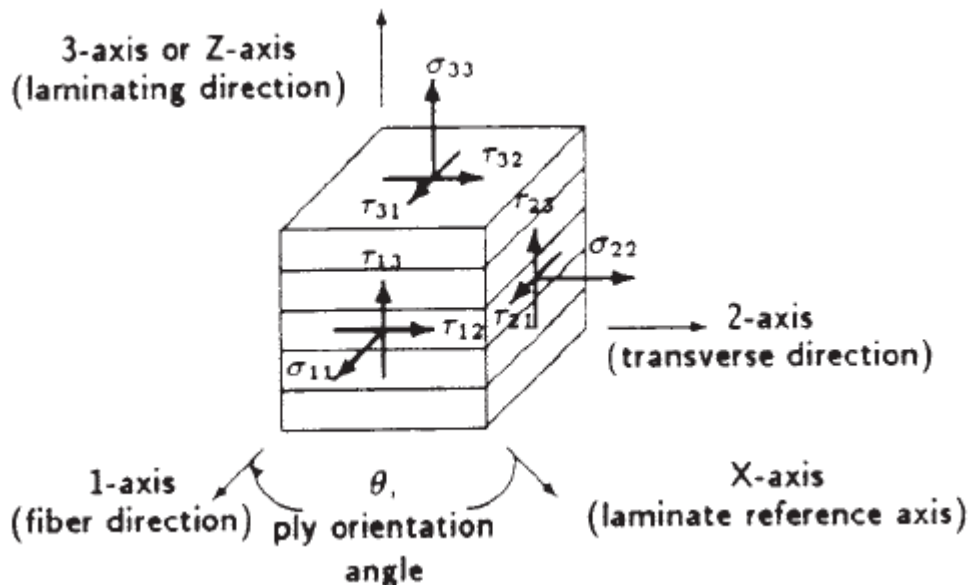


Fig.6B Sistema di coordinate del materiale.

### 13. Risultati delle prove meccaniche

Il composito ceramico SiC/SiC per la caratterizzazione meccanica è fornito dalla società FN che dispone delle tecnologie e competenze per la realizzazione di tale materiale. A causa dei lunghi tempi per l'acquisizione del tessuto e l'elevato numero di cicli necessari per l'infiltrazione chimica

in fase vapore di carburo di silicio nella preforma costituita da fibre di carburo di silicio, FN non ha al momento ancora consegnato il materiale all'ENEA. FN ha comunque svolto tutte le attività della fase preliminare quali la realizzazione delle preforme, la deposizione dell'interfase di carbonio ed ha già effettuato cinque cicli di infiltrazione per la densificazione delle preforme tali attività sono descritte nel documento CVI032R368 allegato al presente report.

Di comune accordo con FN, l'ENEA ha deciso di eseguire prove meccaniche preliminari su pannelli di carburo di silicio sempre prodotti da FN in precedenti collaborazioni.

Tali prove hanno avuto soprattutto la finalità di evidenziare problematiche sulla geometria dei provini scelti e la definizione delle attrezzature necessarie per l'esecuzione delle prove.

L'attenzione si è particolarmente concentrata sulla prova di trazione. Si sono provate diverse metodologie di afferraggio del campione come evidenziato nella Fig.7.

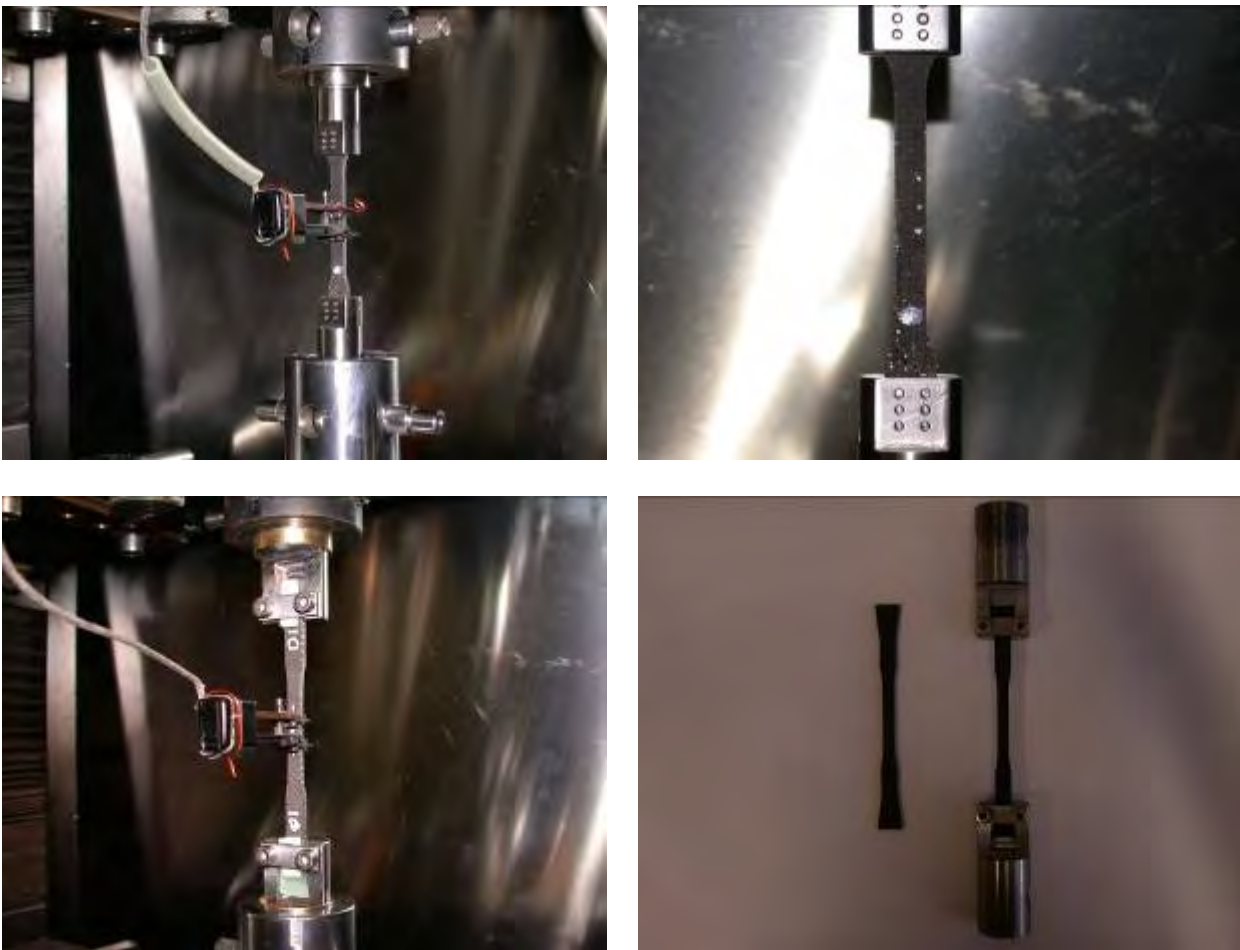



Fig.7 Diverse modalità di afferraggio del campione




## ALLEGATO 1

### Rapporto tecnico CVI032R368 edito da FN

 <b>FN S.p.A.</b> NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI	UNITÀ ORGANIZZATIVA	SOTTOCOMMESSA / CENTRO	TIPO	N° PROGRESSIVO
	<b>CVI</b>	<b>032</b>	<b>R</b>	<b>368</b>
CLASSE DI PROGETTAZIONE	CLASSE DI RISERVATEZZA	CAT. DI ARCHIVIAZIONE	UNITÀ DI PREPARAZIONE	PAG. : <b>52</b>
<b>RC</b>	<b>II</b>	<b>CII</b>	<b>CVI/LAM</b>	DI : 24

<b>TITOLO :</b>	<p align="center"><b>Accordo di Programma MSE- ENEA PAR 2010</b></p> <p><i>Accordo di Collaborazione ENEA- FN per “Messa a punto del processo per la realizzazione di pannelli in SiCf-SiC per caratterizzazioni fisico meccaniche ed in litio liquido”</i></p>
-----------------	---

<p>LISTA DI DISTRIBUZIONE INTERNA</p> <p>ADL Dr.ssa S. Baccaro CVI Ing. E. Ferrari ASQ/LAM Dr.ssa E. Ghisolfi LAB Dr.ssa C. Amelio</p>	<p>LISTA DI DISTRIBUZIONE ESTERNA</p> <p>ENEA Ing. A.Moriani ENEA Ing. A.Pizzuto ENEA Ing.E.Visca</p>
--	---

	DESCRIZIONE	REDAZIONE			APPROVAZIONE			AUTORIZZAZIONE		
<input type="checkbox"/>										
<input type="checkbox"/>										
<input checked="" type="checkbox"/>	EMISSIONE	14	12	11	15	12	11	15	12	11
		 E. Ferrari/E. Ghisolfi			 S. Baccaro			 S. Baccaro		

Il presente documento è RISERVATO ed è proprietà di FN S.p.A.  
Esso non sarà mostrato a terzi né sarà utilizzato per scopi diversi da quelli per i quali è stato trasmesso.

 <b>FN S.p.A.</b> NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI	<b>SIGLA DI IDENTIFICAZIONE</b>  <i>LAM 032 R 368</i>	Rev.           0  Pag. :   54   di :   24
--	---	---

## INDICE

<b>1. INTRODUZIONE</b>	<b>55</b>
<b>2. DOCUMENTI DI RIFERIMENTO</b>	<b>55</b>
<b>3. DESCRIZIONE ATTIVITÀ SVOLTE</b>	<b>56</b>
3.1. Premessa generale	56
3.2. Pannelli CVI	56
3.2.1. Scelta materie prime	56
3.2.2. Realizzazione preforme	56
3.2.3. Deposizione interfase di C e Densificazione tramite tecnologia CVI	57
3.2.4. Caratterizzazione	63
3.2.5. Piano di taglio	65
3.3 Studio fattibilità crogiolo	67
3.3.1. Realizzazione prototipo	69
<b>4. CONCLUSIONI</b>	<b>75</b>

## **ALLEGATI**

**All. A – Certificato del tessuto in SiC**

**All. B – Immagini SEM e Microanalisi su tessuto in SiC**

**All. C – Microanalisi su interfase di C**

 <b>FN S.p.A.</b> NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI	<b>SIGLA DI IDENTIFICAZIONE</b>  <i>LAM 032 R 368</i>	Rev.            0  Pag. :    55    di :    24
--	---	---

## 1. INTRODUZIONE

Il presente lavoro si inserisce nell'ambito dell'Accordo di Programma MSE- ENEA sulla Ricerca di Sistema Elettrico – PAR 2010 ed è relativo al progetto 1.3.2.b “Attività di fisica e tecnologia della fusione complementari ad ITER, denominate Broader Approach”.

La presente relazione descrive le attività svolte in FN nell'ambito dell'Accordo di collaborazione tra ENEA ed FN, dal titolo “Messa a punto del processo per la realizzazione di pannelli in SiC<sub>f</sub>-SiC per caratterizzazioni fisico-meccaniche ed in litio liquido”, oggetto dei sotto obiettivi C1 (Caratterizzazione proprietà fisiche composito ceramico SiC/SiC) e C2 (Caratterizzazione del composito ceramico SiC/SiC in litio liquido).

Le attività sono state condotte conformemente alle prescrizioni riportate dai seguenti documenti di assicurazione di qualità redatti appositamente per la commessa:

- ASQ 032 Q 124 rev.0 – Piano di Qualità relativo alla realizzazione di pannelli in composito a matrice ceramica;
- ASQ 032 Q 125 rev.0 – Piano di fabbricazione e controllo relativo alla realizzazione di pannelli in composito a matrice ceramica.

## 2. DOCUMENTI DI RIFERIMENTO

2.1 Documenti contrattuali: Accordo di collaborazione ENEA-FN

2.2 Documenti di assicurazione qualità:

- ASQ 032 Q 124 rev.0 – Piano di Qualità relativo alla realizzazione di pannelli in composito a matrice ceramica;
- ASQ 032 Q 125 rev.0 – Piano di fabbricazione e controllo relativo alla realizzazione di pannelli in composito a matrice ceramica.

2.3 Documenti forniti da ENEA – Note sulla preparazione e caratterizzazione meccanica e termica del composito ceramico SiC/SiC

 <b>FN S.p.A.</b> NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI	<b>SIGLA DI IDENTIFICAZIONE</b>  <i>LAM 032 R 368</i>	Rev.            0  Pag. :    56    di :    24
--	---	---

### 3. DESCRIZIONE ATTIVITÀ SVOLTE

#### **3.1. Premessa generale**

Scopo della presente attività di ricerca era quello di studiare e sviluppare compositi a matrice ceramica (CMC) a fibra lunga del tipo SiC<sub>f</sub>-SiC, ottimizzando il processo CVI di densificazione sviluppato da FN, al fine di valutare se, allo stato attuale, questi materiali possono essere impiegati come materiali strutturali in ambito fusionistico.

È importante una caratterizzazione meccanica e termica, nonché individuare l'effetto della radiazioni sulle proprietà fisiche del composito, in funzione di temperatura e dose.

È emersa, inoltre, la necessità di ENEA, per poter realizzare l'apparato per le prove in litio liquido, di avere a disposizione un crogiolo in CMC, per il contenimento del litio stesso. Nel corso delle attività, quindi, è stato inserito nel presente Accordo di Collaborazione tra ENEA ed FN anche lo studio di fattibilità del crogiolo, con le relative lavorazioni meccaniche.

#### **3.2. Pannelli CVI**

##### **3.2.1. Scelta materie prime**

La scelta dei materiali è stata effettuata, in accordo con ENEA, in funzione dell'esperienza FN; tutti i materiali sono stati acquisiti da fornitori qualificati.

Le fibre, Tyranno SA 3rd-grade della UBE, sono di tipo cristallino, e il tessuto ha architettura "plain weave" (vedi allegato 1).

Tale tessuto è stato analizzato al fine di verificarne la tessitura e la composizione chimica mediante microanalisi (vedi allegato 2).

##### **3.2.2. Realizzazione preforme**

Il primo passaggio per la realizzazione delle preforme è il taglio delle tele.

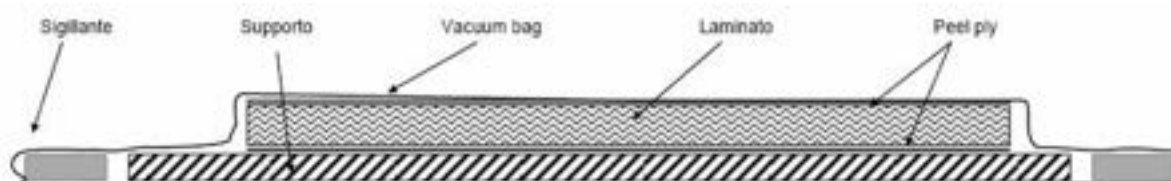
Sono stati tagliate tele di dimensioni 260x210 mm, sfruttando la larghezza del rotolo di tessuto, in modo da non aver scarti di materiale.

Per ciascun pannello sono state tagliate 17 tele, per ottenere un rapporto in volume delle fibre pari a circa 37% e uno spessore finale di 3 mm.

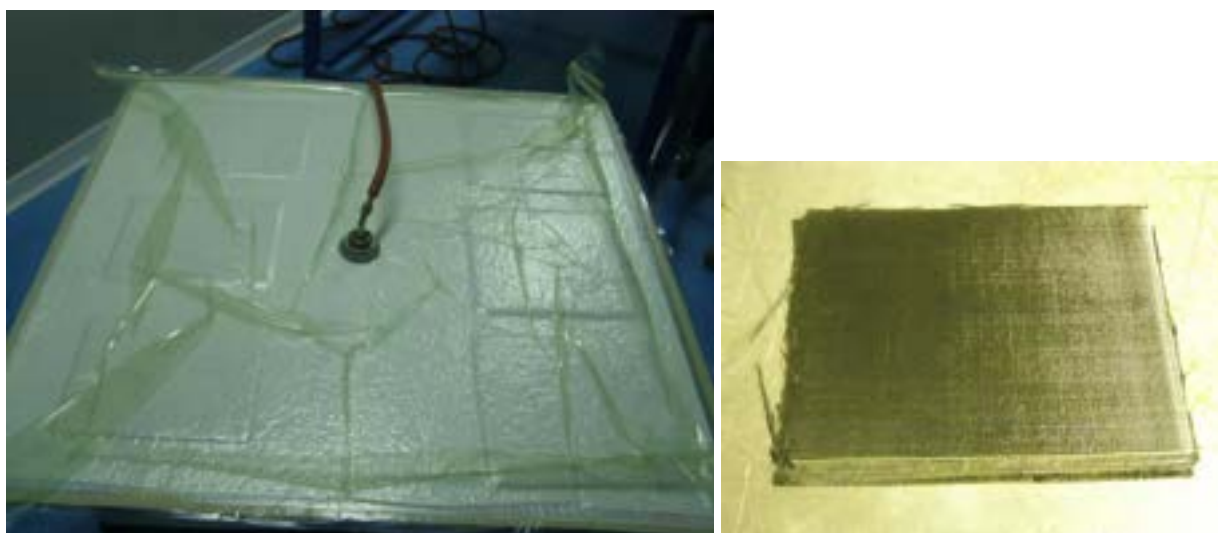
 <b>FN S.p.A.</b> NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI	<b>SIGLA DI IDENTIFICAZIONE</b>  <i>LAM 032 R 368</i>	Rev.            0  Pag. :    57    di :    24
--	---	---

Le tele sono state impregnate con resina fenolica in polvere, laminate e quindi sottoposte ad un ciclo di cura della resina in autoclave.

Il ciclo di cura in autoclave è stato realizzato da una società esterna seguendo una procedura standard per i materiali compositi.



**Figura 1 – Schema sacco a vuoto**



**Figura 2 – Particolare sacco a vuoto e pannello dopo ciclo di cura**

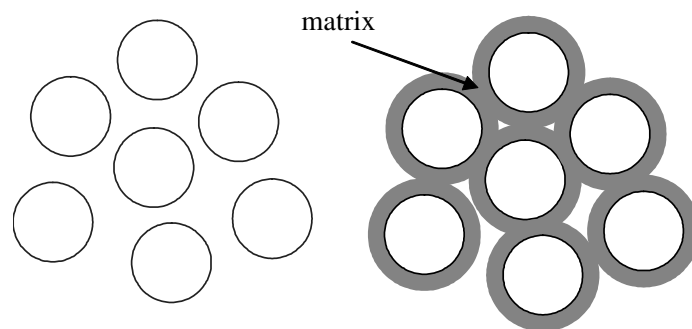
Dopo il ciclo di cura, i pannelli sono stati sottoposti in FN a ciclo di pirolisi a 1000°C al fine di eliminare eventuali residui organici, posizionandoli all'interno del forno ITEM tra pannelli di grafite per mantenerne la planarità.

### **3.2.3. Deposizione interfase di C e Densificazione tramite tecnologia CVI**

Chemical Vapour Infiltration (CVI) è l'unica tecnica di densificazione che permette di depositare un'interfase e una matrice di spessore omogeneo con qualità controllata (figura 3).

 <b>FN S.p.A.</b> NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI	<b>SIGLA DI IDENTIFICAZIONE</b>  <i>LAM 032 R 368</i>	Rev.            0  Pag. :    58    di :    24
--	---	---

Il processo CVI consiste nella decomposizione di precursori in fase vapore o allo stato gassoso mediante calore. I prodotti della decomposizione si depositano sulle parti più calde all'interno della camera di reazione, costituite dalle fibre stesse, facendone aumentare progressivamente il diametro fino a riempire quasi completamente i vuoti.



**Fibres after CVI**

**Figura 3 –Fibre prima e dopo il trattamento di Chemical Vapour Infiltration (CVI)**

Il forno CVI (figura 4) possiede una camera utile di dimensioni  $\varnothing = 300$  mm per un'altezza di 400 mm; è in grado di arrivare alla temperatura max di 1250°C ed opera sotto vuoto ( $10^{-1}$  mbar) e con i gas di processo (Argon ed Idrogeno).

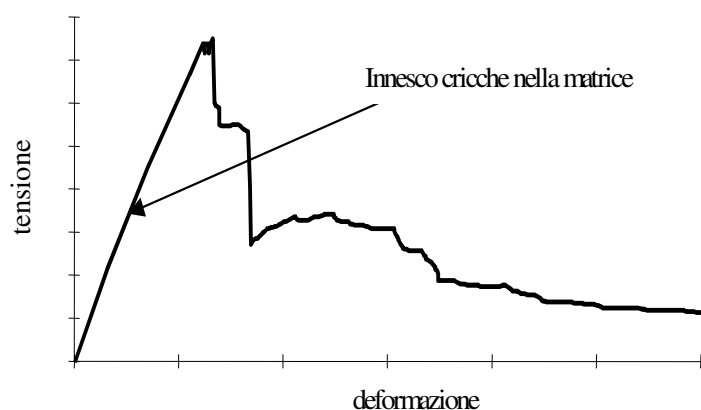
Questo impianto ha permesso di depositare l'interfase di carbonio e la matrice di carburo di silicio.



**Figura 4 – Impianto CVI in FN S.p.A.**

La prima fase è stata la deposizione di un'interfase di carbonio a protezione delle fibre.

La particolare struttura dei compositi a matrice ceramica consente loro di non rompersi catastroficamente se sottoposti a un carico superiore a quello di rottura (comportamento fragile), come avviene nei ceramici monolitici, ma di esibire un comportamento tenace simile ai metalli perché sopportano un carico residuo oltre al limite di rottura.

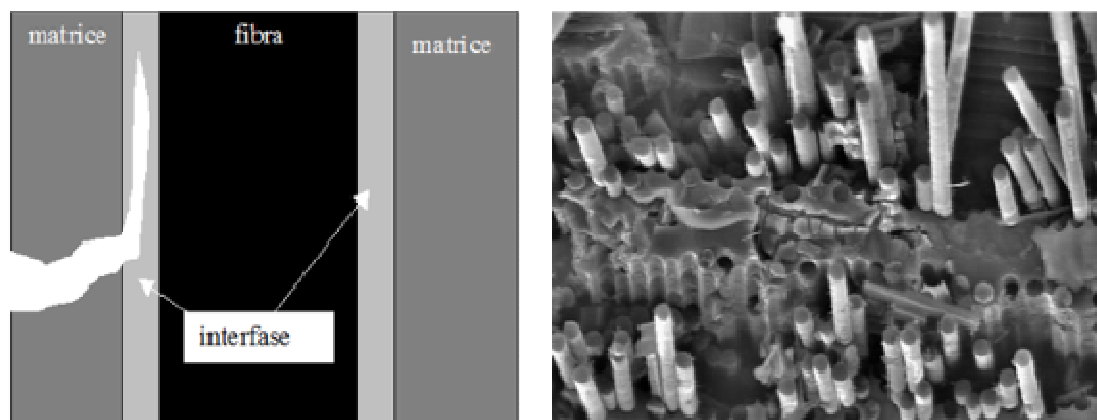


**Figura 5 – Curva Sforzo-deformazione di un composito durante test a flessione**

L'interfase di carbonio è importante per migliorare le proprietà del CMC perché permette il passaggio da questo tipo di comportamento ad uno di tipo pseudo-plastico.

Le cricche che si propagano nella matrice deviano il proprio percorso quando incontrano l'interfase, che ha resistenza meccanica differente. Questo fenomeno detto di "fiber pull out" assorbe energia e rende difficoltoso l'avanzamento della cricca.

La qualità dei CMC dipende fortemente dal trattamento delle fibre prima della densificazione.



**Figura 6- Propagazione di una cricca all'interno di un CMC; sezione di rottura di un CMC con "fiber pullout"**

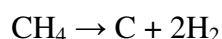
 <b>FN S.p.A.</b> NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI	<b>SIGLA DI IDENTIFICAZIONE</b>  <i>LAM 032 R 368</i>	Rev.            0  Pag. :    60    di :    24
--	---	---

Lo spessore dell'interfase è di estrema importanza ai fini del comportamento meccanico dei compositi ceramici, infatti spessori elevati di interfase determinano un deterioramento delle proprietà meccaniche del materiale, mentre spessori troppo sottili non sono sufficienti per ottenere un comportamento tenace.

Dall'esperienza maturata in FN un valore ottimale per lo spessore dell'interfase è 0,2 – 0,3 µm.

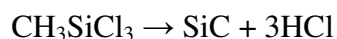
L'interfase ha inoltre la funzione di proteggere le fibre dalla presenza di agenti ossidanti aggressivi per impedirne il degrado delle proprietà.

Per la deposizione dell'interfase di carbonio, il precursore utilizzato è il metano (CH<sub>4</sub>), con la seguente reazione di decomposizione:



La reazione avviene ad una temperatura di 1200°C ed ad una pressione di 10-20 mbar utilizzando oltre al precursore, anche Argon e Idrogeno.

La matrice è stata realizzata depositando SiC ottenuto dalla reazione di decomposizione termica del metiltriclorosilano (MTS) fornito dalla Carlo Erba secondo la seguente reazione

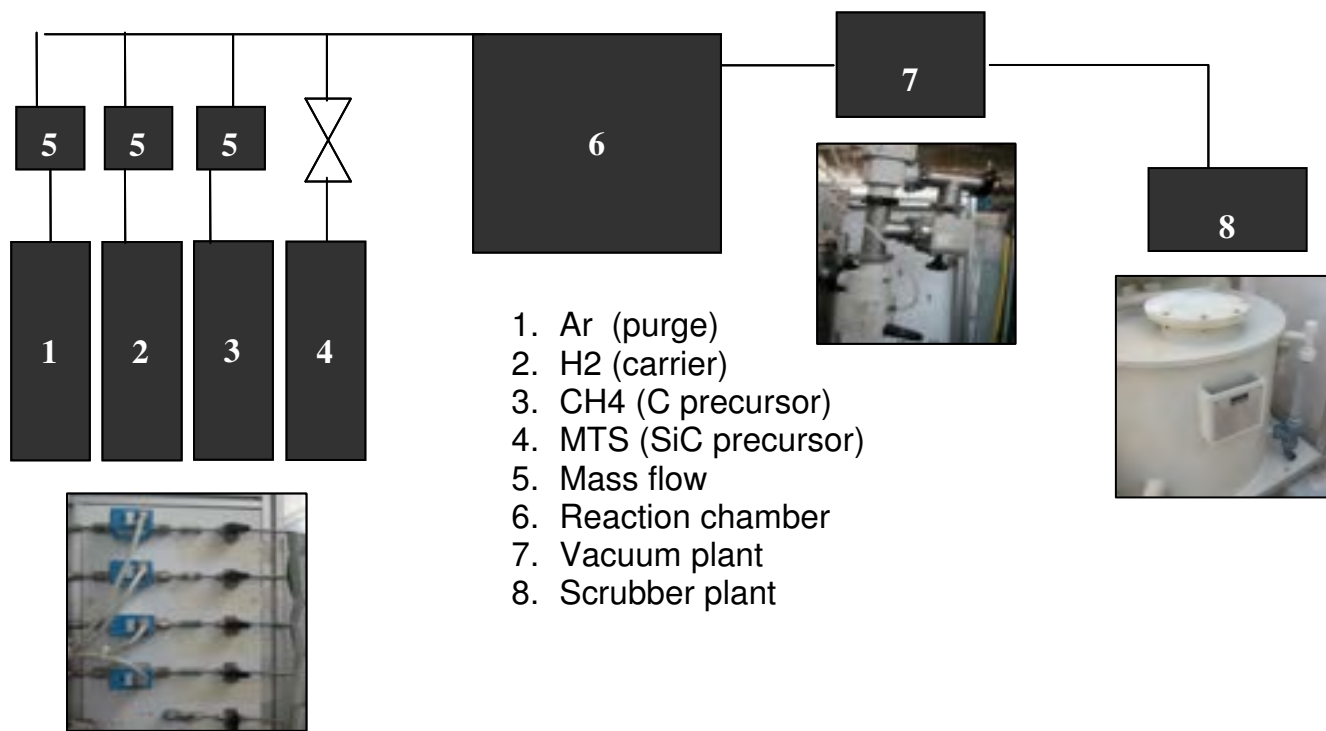


La reazione avviene ad una temperatura di 950°C ed a una pressione di 10-20 mbar

La tecnologia CVI permette di ottenere compositi con ottime caratteristiche ma presenta diversi svantaggi.

È un processo lungo e costoso: con ogni ciclo, oltre quattro ore di infiltrazione, è possibile depositare circa 0,2-0,3µ di matrice.

Inoltre l'impianto ha una struttura e una gestione piuttosto complessa (figura 7), in particolare per i cicli di infiltrazione di carburo di silicio.



**Figura 7 – Schema Impianto CVI**

Dalla decomposizione dell'MTS si ottiene acido cloridrico come sottoprodotto che viene abbattuto tramite uno scrubber.

I fumi sono però molto aggressivi e devono essere previste manutenzioni straordinarie molto frequenti sull'impianto scrubber, ma anche sul gruppo da vuoto, costituito per motivi di sicurezza da due pompe.

Il gruppo vuoto è molto importante: deve esserci un giusto grado di vuoto per poter effettuare un ciclo e per ottenerlo sono necessari cicli di degasaggio. Per questo motivo, per evitare di aprire il forno, e dover ripetere la procedura di degasaggio, si è preferito pesare i pannelli non dopo ogni singolo ciclo, ma dopo alcuni.

Nelle seguenti tabelle sono riportati i pesi relativi ai pannelli realizzati.

 <b>FN S.p.A.</b> NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI	<b>SIGLA DI IDENTIFICAZIONE</b>	Rev.        0
	<i>LAM 032 R 368</i>	Pag. :    62    di :    24

AdPFus SiC/SiC 1								
	Largh.	Lungh.	Spessore	Peso	$\Delta\%$ peso	$\Delta\%$ peso cumulativo	Densità	Operazioni effettuate
	mm	mm	mm	g			g/cm <sup>3</sup>	
1	190	240	3	260,3				cura in autoclave
2	190	240	3	242,9				pirolisi a 1000 °C
3	190	240	3	248,8	2,3714	2	1,82	CVI di C a 1200 °C
4	190	240	3	257,8	3,4911	6	1,88	CVI di SiC (12 ore)
5	190	240	3	264,06	5,779	12	1,93	CVI di SiC (12 ore)
6	190	240	3	274,1	5,9467	18	2,00	CVI di SiC (12 ore)
7	190	240	3	283,33	6,8013	24	2,07	CVI di SiC (12 ore)

**Tabella 1 – Pannello AdPFus SiC/SiC 1**

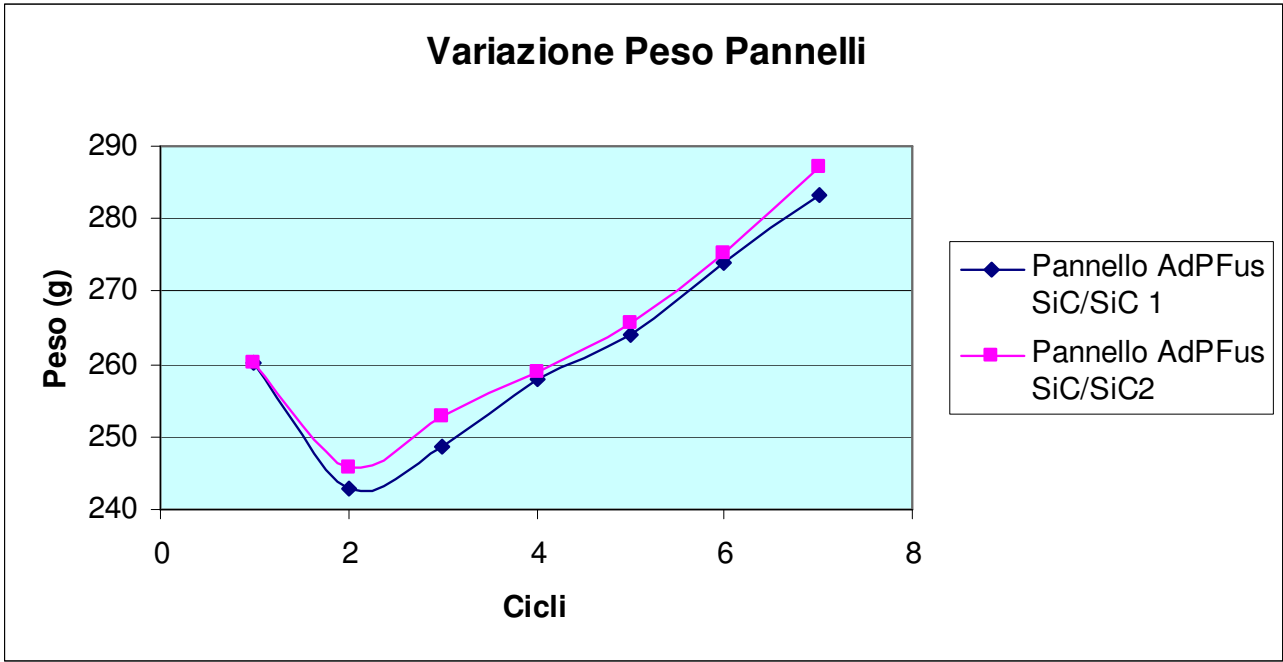
AdPFus SiC/SiC 2								
	Largh.	Lungh.	Spessore	Peso	$\Delta\%$ peso	$\Delta\%$ peso cumulativo	Densità	Operazioni effettuate
	mm	mm	mm	g			g/cm <sup>3</sup>	
1	190	240	3	260,3				cura in autoclave
2	190	240	3	245,7				pirolisi a 1000 °C
3	190	240	3	252,87	2,8354	3	1,85	CVI di C a 1200 °C
4	190	240	3	258,9	2,3291	5	1,89	CVI di SiC (12 ore)
5	190	240	3	265,57	4,7822	10	1,94	CVI di SiC (12 ore)
6	190	240	3	275,26	5,9435	16	2,01	CVI di SiC (12 ore)
7	190	240	3	286,98	7,4605	23	2,10	CVI di SiC (12 ore)

**Tabella 2 – Pannello AdPFus SiC/SiC 2**

Come si può notare dalle tabelle, la densità raggiunta è ancora inferiore rispetto alle specifiche richieste per l'impiego di questi materiali in ambito fusionitico.

L'obiettivo da raggiungere era di 2,5 g/cm<sup>3</sup>.

Riportando le variazioni di peso dei due pannelli in un grafico si può notare come l'aumento di massa sia in una fase di crescita lineare, che significa che ha ancora ampio margine di aumento.



**Figura 8 – Andamento pesi per i due pannelli**

Il processo CVI, come già sottolineato, permette di ottenere caratteristiche ottimali ma in tempi non congrui con le tempistiche di questo Accordo di Collaborazione.

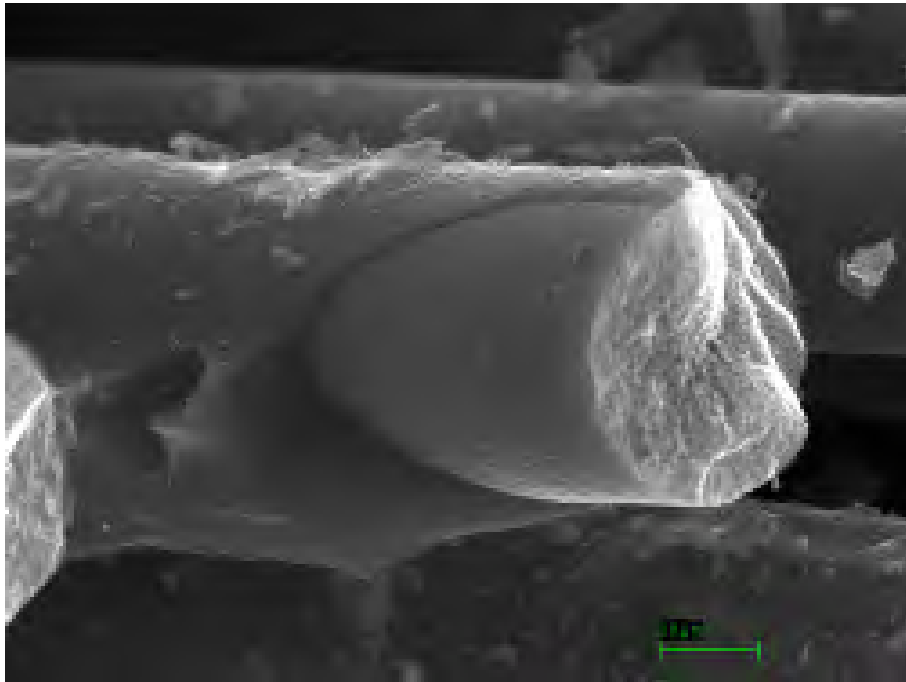
FN si impegna quindi a proseguire con i cicli di densificazione fino al raggiungimento della massima densità ottenibile, per poter fornire ad ENEA campioni con caratteristiche idonee.

**3.2.4. Caratterizzazione del materiale**

FN doveva poi effettuare una caratterizzazione preliminare sui campioni.

Dopo il ciclo di CVI di carbonio, è stato prelevato un campione da uno dei due pannelli ed analizzata al microscopio a scansione elettronica (SEM).

Nelle immagini si può notare l'avvenuta deposizione dell'interfase sulle fibre.



**Figura 9 - Immagine a 15000 X che evidenzia la ricopertura delle fibre di SiC con l'interfase di C**



**Figura 10 - Immagine a 25000 X che evidenzia la ricopertura delle fibre di SiC con l'interfase di C**

 <b>FN S.p.A.</b> NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI	<b>SIGLA DI IDENTIFICAZIONE</b>  <i>LAM 032 R 368</i>	Rev.            0  Pag. :    65    di :    24
--	---	---

Alla conclusione dei cicli di densificazione FN eseguirà una caratterizzazione del materiale; in particolare:

- Analisi diffrattometrica per evidenziare la natura cristallina del materiale depositato
- Analisi microstrutturale al SEM
- Densità geometrica
- Porosità con porosimetria a mercurio
- Densità ad elio
- Resistenza a flessione

Per confermare la ripetitività del processo saranno testati a flessione 3 provini ricavati da ciascun pannello.

I test di flessione saranno eseguiti nel Laboratorio Prove Meccaniche di FN utilizzando la macchina universale “INSTRON” mod. 4507 secondo le procedure di laboratorio e le normative specifiche.

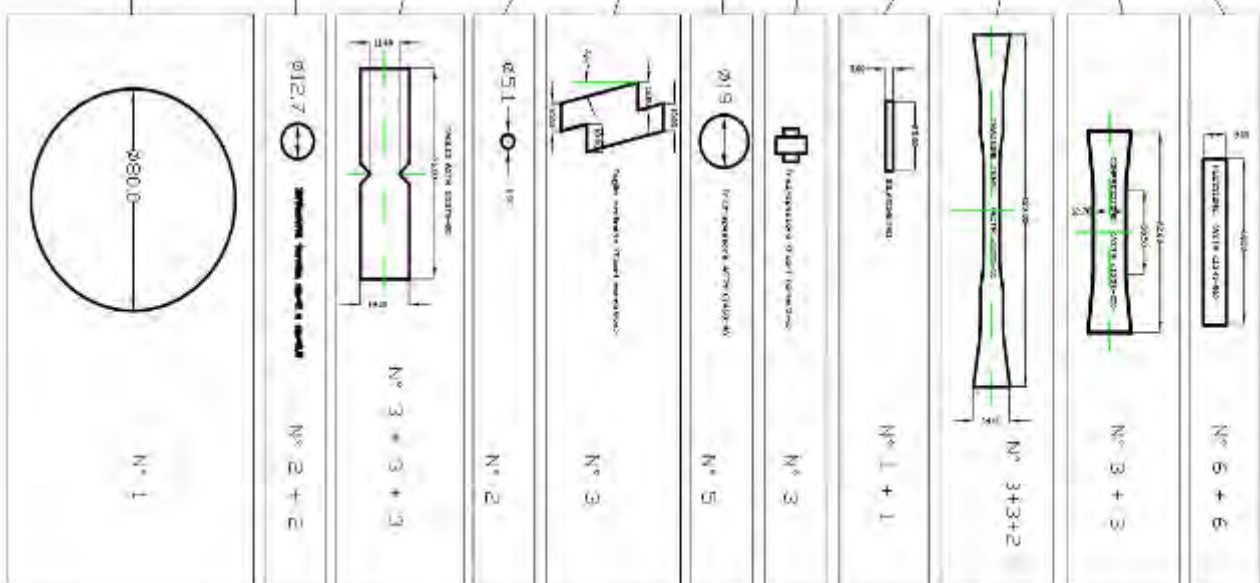
### **3.2.5. Piano di taglio**

Sarà effettuata da ENEA una caratterizzazione approfondita con prove meccaniche, termiche ed in litio fuso sui campioni di composito SiC/SiC forniti da FN.

Di seguito è riportato l’elenco delle tipologie di provini e le quantità richieste:



Tipo campioni	Normativa	Fill Yarn	Warp Yarn	45°
Flessione	ASTM C1341-06	6	6	
Compressione	ASTM C1358-05	3	3	
Trazione	ASTM C1275-10	3	3	2
Dilatometro		1	1	
Tipo campioni	Normativa	n° provini		
Trazione attraverso lo spessore	non standard (allegato 2)	3		
Trazione attraverso lo spessore	ASTM C1468-06	5		
Taglio	non standard (allegato 5)	3		
DSC		2		
Tipo campioni	Normativa	in-plane shear 1-2	interlaminar shear 1-3	interlaminar shear 2-3
Taglio	ASTM D5379M-	3	3	3
Tipo campioni	Normativa	n° campioni S=2mm	n° campioni S=2,5mm	
Diffusività termica		2	2	
Tipo campioni	Normativa	disco $\Phi=80$ mm s= 3mm		
prova il litio fuso		1		



 <b>FN S.p.A.</b> NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI	<b>SIGLA DI IDENTIFICAZIONE</b>  <i>LAM 032 R 368</i>	Rev.            0  Pag. :    67    di :    24
--	---	---

**Figura 11 – Prospetto provini richiesti da ENEA**

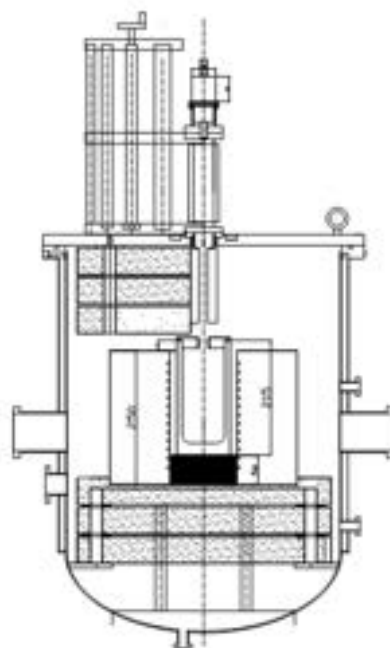
Nel corso del presente Accordo di collaborazione per ENEA sono sorte esigenze particolari e potrebbero essere aggiunti al seguente prospetto ulteriori provini, per una caratterizzazione più completa.

Alcuni provini sono di geometria molto particolare e, per la loro realizzazione, si è contattata una ditta esterna per ottenerli mediante taglio laser.

### **3.3 Studio fattibilità crogiolo**

È sorta l'esigenza per ENEA, per le prove di caratterizzazione di erosione/corrosione in litio fuso, di realizzare un crogiolo per il contenimento ed il riscaldamento del litio.

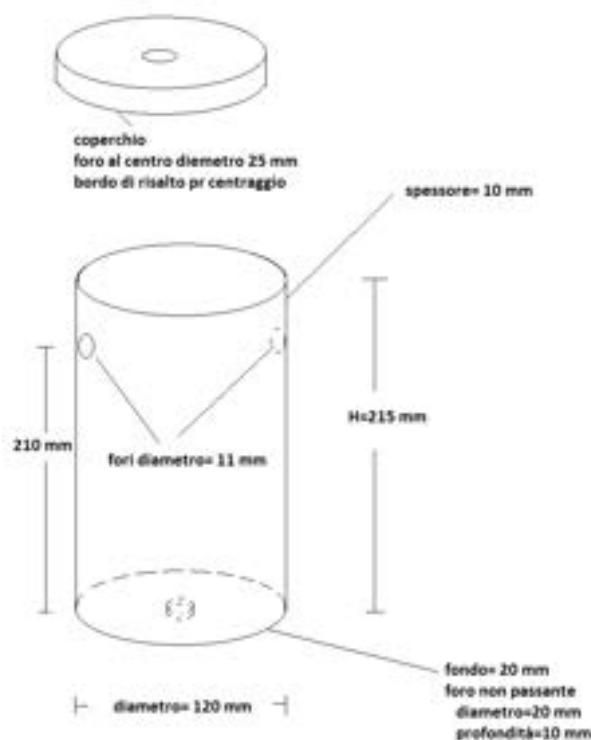
Sono stati forniti da ENEA gli schemi delle attrezzature (figura 12) con le dimensioni del manufatto.



**Figura 12 – schema apparato sviluppato da ENEA per prove di caratterizzazione di erosione-corrosione (al centro il crogiolo in oggetto)**

 <b>FN S.p.A.</b> NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI	<b>SIGLA DI IDENTIFICAZIONE</b>  <i>LAM 032 R 368</i>	Rev.            0  Pag. :    68    di :    24
--	---	---

Le dimensioni finali del manufatto sono riportate nello schema seguente:



**Figura 13 – Dimensioni e caratteristiche del crogiolo**

Inizialmente si era ipotizzato di realizzare il prototipo utilizzando fibre di carburo di silicio Tyranno.

Analizzando attentamente gli spessori e le dimensioni dell'oggetto è emerso che la quantità di fibre necessarie erano pari a circa 7 m<sup>2</sup>.

Essendo il Tyranno un materiale molto costoso (qualche migliaio di euro/m<sup>2</sup>) ed essendo il crogiolo in una fase di studio di fattibilità, in accordo con ENEA, si è deciso di utilizzare carbonio come fibre, mantenendo il carburo di silicio come matrice.

A differenza dei pannelli, per questo tipo di manufatto non sono richieste particolari caratteristiche meccaniche ad eccezione della tenuta ermetica, dovendo contenere il litio fuso.

È stata quindi scelta come tecnologia di infiltrazione la Polymer Infiltration and Pyrolysis (PIP).

 <b>FN S.p.A.</b> NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI	<b>SIGLA DI IDENTIFICAZIONE</b>  <i>LAM 032 R 368</i>	Rev.            0  Pag. :    69    di :    24
--	---	---

Gli spessori in gioco sono elevati rispetto ai tipici CMC prodotti e la tecnologia CVI avrebbe richiesto un numero imprecisato di cicli di densificazione non essendo sicuri di raggiungere l'obiettivo prefissato.

Il processo PIP consiste nell'impregnazione delle preforme fibrose con un polimero liquido (precursore di SiC) e nel suo successivo trattamento termico di reticolazione.

Un successivo trattamento termico di pirolisi converte il polimero in ceramico. Dopo la pirolisi i CMC presentano elevata porosità poichè una frazione consistente della massa del polimero (40-70%) evacua sotto forma di oligomeri a basso peso molecolare e prodotti gassosi. Per ottenere matrici ad elevata densità è stato necessario quindi ripetere diverse volte le fasi di infiltrazione e pirolisi.

Il precursore di PIP impiegato in questo processo è CERASET PSZ20 fornito dalla Clariant.

Per i cicli di preparazione della preforma e di densificazione tramite tecnologia PIP è stato utilizzato il forno ITEM (figura 14).



**Figura 14 – Forno di pirolisi ITEM**

Il forno ITEM ha dimensione interna di camera utile pari a  $\varnothing = 250$  mm con profondità di 1000 mm; è in grado di arrivare alla massima temperatura di 1200 °C in atmosfera inerte (flusso di Argon).

 <b>FN S.p.A.</b> NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI	<b>SIGLA DI IDENTIFICAZIONE</b>  <i>LAM 032 R 368</i>	Rev.            0  Pag. :    70    di :    24
--	---	---

### 3.3.1. Realizzazione prototipo

È stato eseguito uno studio per la progettazione del crogiolo: inizialmente si è ipotizzato di realizzarlo in un unico pezzo. Le tele di carbonio non sono però facilmente modellabili, e lo spessore di 20 mm del fondo impone l'utilizzo di circa 80 tele creando diversi problemi su come "bloccare" le tele in modo da fornire la giusta pressione nella fase di formazione della preforma.

A causa dei diversi problemi riscontrati si è deciso di dividere il manufatto in due parti, il fondo di spessore 20 mm e il tubo, e unire in una seconda fase le due parti.

Con questo tipo di geometria non è possibile utilizzare l'autoclave per la realizzazione della preforma.

Per la realizzazione del tubo è stata tagliata una striscia di tela di carbonio di larghezza 210 mm e lunghezza 7 m.

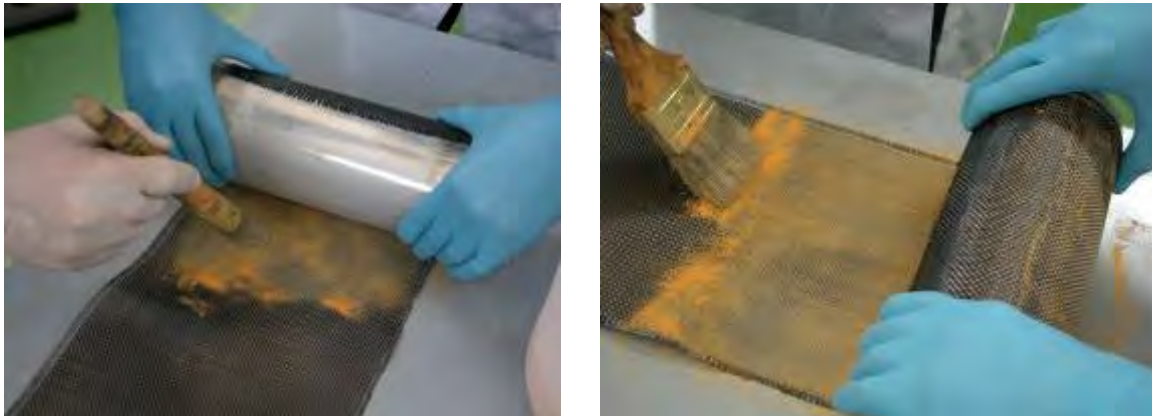
È stato utilizzato un tubo di supporto, diametro 95mm circa, su cui poter arrotolare le tele e un foglio di alluminio di spessore 1 mm circa posto tra tubo di supporto e fibre (figura 15).



**Figura 15 – Materiale utilizzato per la preparazione del tubo**

La striscia di carbonio è stata arrotolata cercando di dare la massima pressione possibile e quindi infiltrata con resina fenolica in polvere.

 <b>FN S.p.A.</b> NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI	<b>SIGLA DI IDENTIFICAZIONE</b>  <i>LAM 032 R 368</i>	Rev.            0  Pag. :    71    di :    24
--	---	---



**Figura 16 – Particolari dell’infiltrazione**

L’estremità finale della tela è stata fissata utilizzando un foglio di alluminio e come ultimo è stato impiegato un film termoretraibile con lo scopo di comprimere il tubo durante la cura della resina.

Essendo il tubo di supporto cavo è stato possibile tenere sollevata la preforma durante il ciclo di cura della resina, introducendo un tubo di grafite all’interno a sua volta appoggiato a due ripiani di grafite.

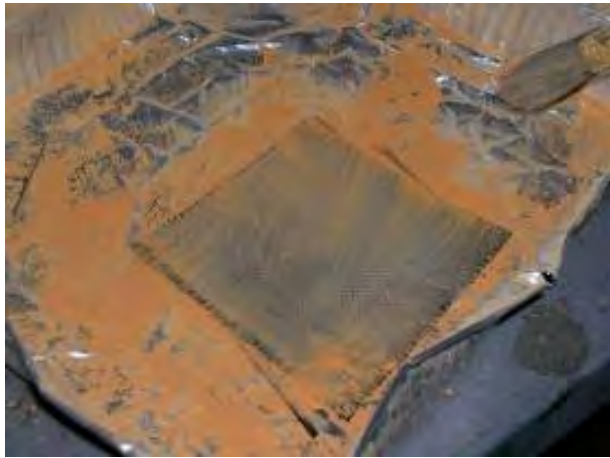
Per quanto riguarda il fondo si è scelto di realizzare una preforma quadrata di dimensioni 140x140x20 mm circa e di ricavare successivamente il tondo.

Sono state infiltrate e laminate 90 tele con lo scopo di ottenere uno spessore finale maggiore di quello richiesto in modo tale da garantire eventuali lavorazioni meccaniche nel caso di non perfetta planarità del crogiolo finale (figura 17).

Le tele sono state chiuse in uno stampo di grafite, verificando che la distanza tra i due ripiani fosse uguale.

Con la stessa tecnologia del fondo è stata realizzata una piastra 130x130x10 mm (45 tele) da cui ricavare, con lavorazioni meccaniche successive alla densificazione, il coperchio.

 <b>FN S.p.A.</b> NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI	<b>SIGLA DI IDENTIFICAZIONE</b>  <i>LAM 032 R 368</i>	Rev.            0  Pag. :    72    di :    24
--	---	---



**Figura 17 – infiltrazione fibre di carbonio; stampo utilizzato per la preparazione della preforma del fondo e del coperchio**



**Figura 18 – Particolari della chiusura dello stampo**

Su ogni componente del crogiolo è stato effettuato un trattamento in forno di pirolisi fino a 500°C, con un ciclo molto lento, per la cura della resina.

Sono stati rimossi i fogli di alluminio all'interno ed all'esterno del tubo, il tubo e il fondo sono stati poi reinserti in forno per un ciclo di pirolisi a 1000°C in modo da eliminare eventuali residui organici.

Dalla preforma quadrata è stato ricavato un tondo (figura 19).



**Figura 19 – Preforme del tubo e del fondo (dopo rifilatura)**

Sono stati effettuati 3 cicli di PIP sui due campioni, tubo e fondo: impregnazione con il precursore liquido, e trattamento termico a 1000°C per la conversione da polimero a ceramico. Lo scopo di densificare parzialmente i due campioni prima dell'assemblaggio è stato quello di dare una maggior consistenza al tubo e migliorare la densificazione finale.

Le due parti, tubo e fondo, sono state assemblate una sopra l'altra (figura 20), e sono state avvolte, ripetendo il procedimento impiegato per la realizzazione del tubo, con una striscia di tela di carbonio di larghezza 215 mm (larghezza tale da permettere di abbracciare sia tubo che fondo) e lunghezza 6 metri (le lunghezze delle due striscie sono state valutate in modo da ottenere uno spessore finale della parete del crogiolo di 10 mm).



**Figura 20 – Schema di assemblaggio del crogiolo**

 <b>FN S.p.A.</b> NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI	<b>SIGLA DI IDENTIFICAZIONE</b>  <i>LAM 032 R 368</i>	Rev.            0  Pag. :    74    di :    24
--	---	---

L'insieme è stato fissato con un foglio di alluminio e film termoretraibile e quindi sottoposto prima alla cura della resina a 500°C e successivamente, dopo aver rimosso l'alluminio, a una pirolisi a 1000°C.

In questo caso, essendo il fondo del tubo chiuso, non è stato possibile sollevare dal fondo del forno la preforma, e tantomeno mantenerla in posizione verticale a causa delle sue dimensioni.

La preforma è stata appoggiata sul fondo del forno ed è rimasta leggermente “piatta” nel punto di appoggio.

Il crogiolo così ottenuto, insieme al pannello da cui ricavare il coperchio, è stato poi sottoposto a diversi cicli di densificazione tramite tecnologia PIP (figura 21 e 22) per raggiungere la massima densità possibile, fino a quando non si sono riscontrate cioè variazioni di peso a seguito di un trattamento.



**Figura 21 – Impregnazione del crogiolo prima del trattamento termico**



 <b>FN S.p.A.</b> NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI	<b>SIGLA DI IDENTIFICAZIONE</b>  <i>LAM 032 R 368</i>	Rev.            0  Pag. :    75    di :    24
--	---	---

**Figura 22 – Impregnazione del pannello da cui è stato ricavato il coperchio; disposizione su ripiano di grafite dei campioni infiltrati prima dell’inserimento nel forno di pirolisi**

Sono in corso di completamento le lavorazioni meccaniche per

- realizzazione del coperchio, con foro centrale
- fori passanti sulla parete del crogiolo
- foro non passante sul fondo del crogiolo.

#### 4. CONCLUSIONI

La presente relazione costituisce il rapporto conclusivo relativo all’Accordo di Collaborazione tra ENEA ed FN S.p.A. per “Messa a punto del processo per la realizzazione di pannelli in SiC/SiC per caratterizzazioni fisico-meccaniche ed in litio liquido” (dell’Accordo di Programma MSE-ENEA sulla Ricerca di Sistema Elettrico – PAR2010 - progetto 1.3.2.b “Attività di fisica e tecnologia della fusione complementari ad ITER, denominate “Broader Approach””).

Le attività erano divise in due parti principali:

- Realizzazione pannelli in SiC/SiC
- Studio fattibilità crogiolo


##### Pannelli

Utilizzando materiali acquisiti da fornitori qualificati, sono state realizzate due preforme di dimensioni 250x200x3 mm in fibre di carburo di silicio.

Dopo un ciclo di pirolisi a 1000°C, è stata depositata, con processo Chemical Vapour Infiltration (CVI), l’interfase di carbonio necessaria per proteggere le fibre e migliorare le proprietà meccaniche del composito finale.

Utilizzando la tecnologia CVI sono stati densificati i pannelli. Con circa 50 ore di infiltrazione si è ottenuta una densità di circa 2 g/cm<sup>3</sup>, ancora inferiore rispetto alle specifiche richieste di 2,5 g/cm<sup>3</sup>.

Il processo CVI è il migliore per ottenere compositi con elevate densità e caratteristiche ottimali per essere impiegati nell’ambito fusionistico. I tempi di realizzazione dei compositi sono molto lunghi, considerando anche i tempi dovuti a manutenzioni richieste per il mantenimento in efficienza dell’impianto.

 <b>FN S.p.A.</b> NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI	<b>SIGLA DI IDENTIFICAZIONE</b>  <i>LAM 032 R 368</i>	Rev.            0  Pag. :    76    di :    24
--	---	---

Per poter fornire ad ENEA un materiale adatto allo scopo, anche dopo la conclusione del contratto FN si impegna ad arrivare a conclusione della densificazione dei pannelli via CVI, e a depositare un coating finale protettivo con un ciclo di Chemical Vapour Deposition (CVD).

Le caratterizzazioni finali saranno riportate nella revisione 1 della seguente relazione.

### Crogiolo

FN ha studiato attentamente le informazioni tecniche relative al crogiolo necessario per il contenimento del litio liquido per prove di erosione corrosione.

Il crogiolo ha dimensioni e, soprattutto, spessori elevati, rispetto ai CMC normalmente realizzati in FN.

Dato il tipo di geometria, non è stato possibile realizzare la preforma in autoclave, ma si è adottato un altro procedimento interamente svolto in FN.

A causa della scarsa modellabilità delle fibre di carbonio per la realizzazione della preforma, non è stato possibile realizzare il crogiolo in un unico manufatto. Si è scelto, quindi, di realizzare il campione in due parti (parete laterale e fondo), effettuare alcuni cicli di densificazione tramite tecnologia Polymer Infiltration and Pyrolysis (PIP), ed assemblarle successivamente.

Dopo l'assemblaggio si è conclusa la densificazione e si stanno ultimando le lavorazioni meccaniche finali.

Nel corso delle prove di fabbricazione del crogiolo si sono riscontrati diverse problematiche: gli spessori sono molto elevati e quindi, oltre a problemi di formatura della preforma, è difficoltosa anche la densificazione delle fibre. Nonostante ciò si è ottenuto un primo prototipo.

Le difficoltà incontrate ed i costi del materiale hanno portato a valutare l'ipotesi di prendere in considerazione altre tipologie di materiali che potranno essere testate nel proseguo dell'attività.

 <p><b>FN S.p.A.</b> NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI</p>	<p><b>SIGLA DI IDENTIFICAZIONE</b></p> <p><i>LAM 032 R 368</i></p>	<p>Rev.            0</p> <p>Pag. :    77    di :    24</p>
---	--	--

# Allegato A



Quality Inspection Data Sheet

U- 0706051  
 P.O.No.4500007318  
 Order No. 26856/0

UBE INDUSTRIES, LTD  
 1978-10 Kogushi, Ube City,  
 Yamaguchi Prefecture  
 755-8633 Japan

Properties	Inspection Value
Quality of Fabric	
Type	PSA-S17I16PX (Plain Weave)
Lot of Fabric	0706031
Density of Fabric	17 Yarns/inch × 17 Yarns/inch
Weight of Fabric	259.7 g/m <sup>2</sup>
Size	400mm:W × 17.5m
Quantity	7.0 m <sup>2</sup>
Quality of Fiber	
Type	SA3-S11I16PX
Grade	SA
Filament Diameter	7.5 μ
Filaments/Yarn	1600
Density	3.1 g/cm <sup>3</sup>
Tex	190 g/1000m
Tensile Strength*1	2.14 GPa
Tensile Modulus*1	373 GPa
Sizing	Polyethylene Oxide
Amount of sizing	0.66 wt%
Remarks	*1 Strand method; gauge length: 200mm

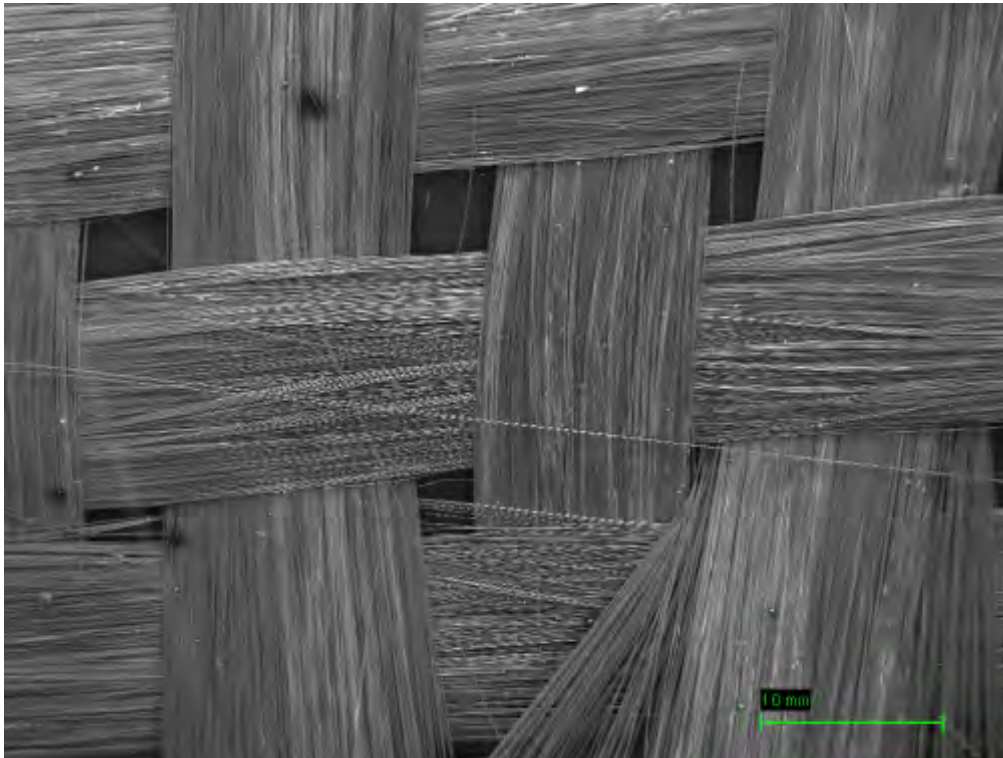
Quality Assurance Dept.

Prepared;

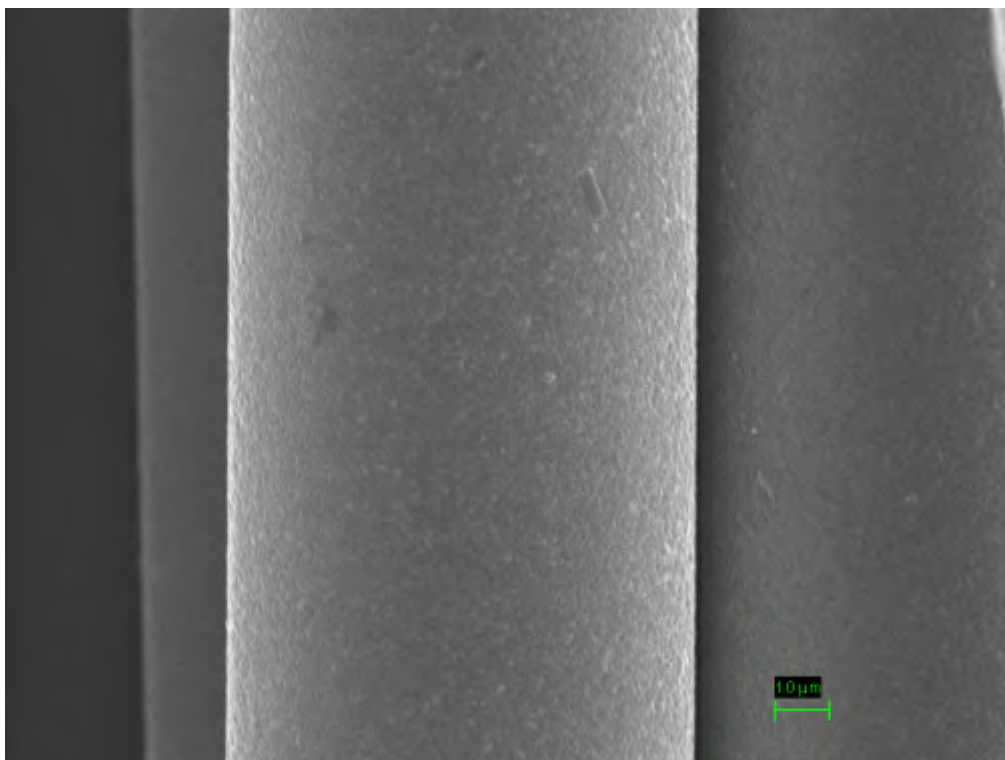
Katsumi Nishimura

 <p><b>FN S.p.A.</b> NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI</p>	<p><b>SIGLA DI IDENTIFICAZIONE</b></p> <p><i>LAM 032 R 368</i></p>	<p>Rev.            0</p> <p>Pag. :    79    di :    24</p>
---	--	--

## Allegato B



**Ingrandimento 50X**



**Ingrandimento 15kX**

Project: RA3276  
 Owner: INCA  
 Site: Site of Interest 3

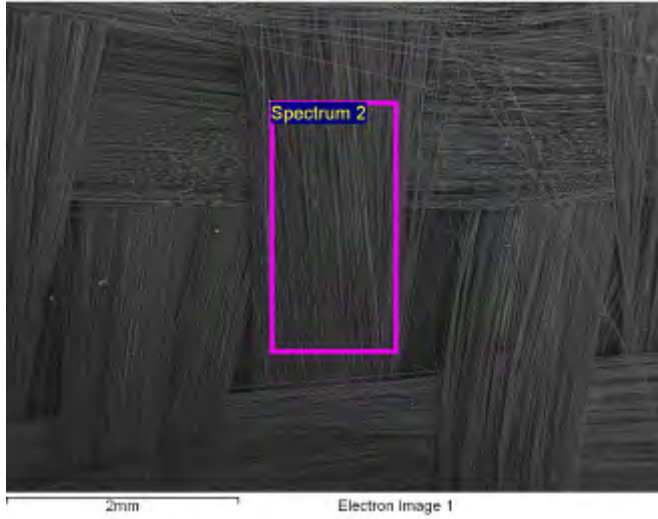
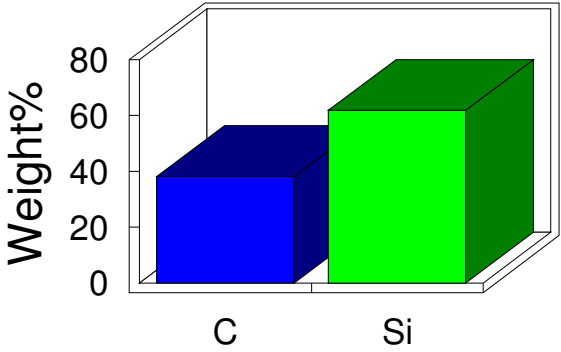
Sample: tessuto in SiC  
 Type: Default  
 ID:

Label : Spectrum 2  
 Collected : 28-Jun-2011 02:49 PM  
 Livetime (s) : 49.96  
 Real time (s) : 62.42  
 Detector : Silicon  
 Window : SATW

Tilt (deg) : 0.0  
 Elevation (deg) : 35.0  
 Azimuth (deg) : 0.0

Magnification : 50 X  
 Accelerating voltage ( kV ) : 20.00  
 Process time : 5

**Quantitative results**

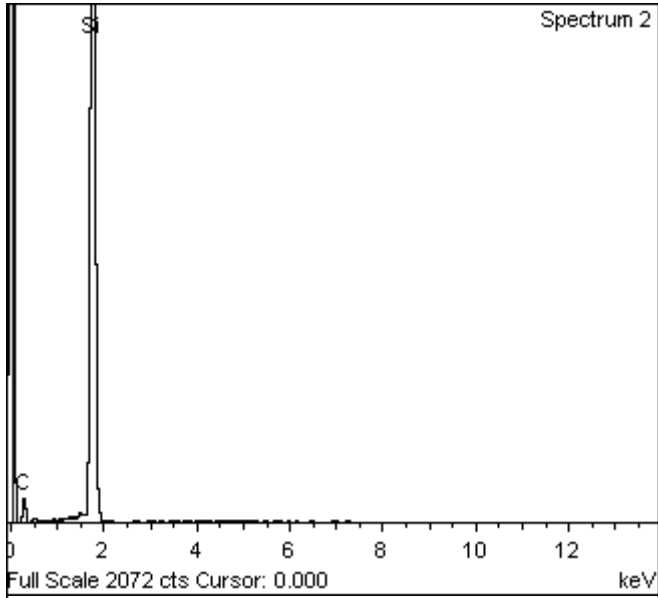


Spectrum processing :  
 No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)  
 Number of iterations = 3

Standard :  
 C CaCO3 1-Jun-1999 12:00 AM  
 Si SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM

Element	Weight%	Atomic%
C K	37.93	58.83
Si K	62.07	41.17
Totals	100.00	



 <b>FN S.p.A.</b> NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI	<b>SIGLA DI IDENTIFICAZIONE</b>  <i>LAM 032 R 368</i>	Rev.           0  Pag. :   82   di :   24
--	---	---

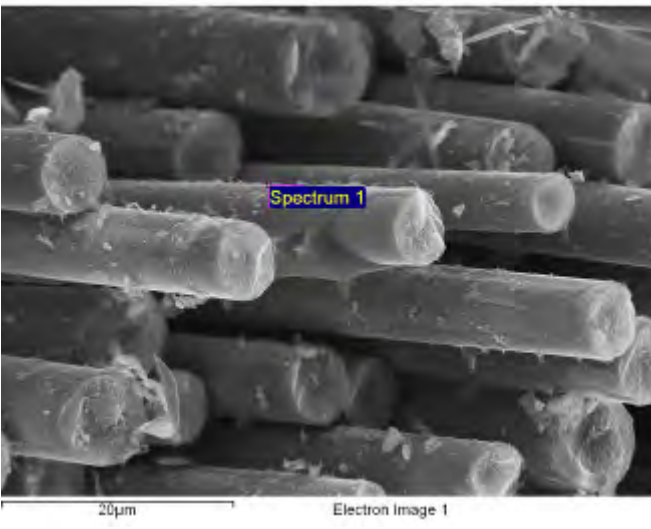
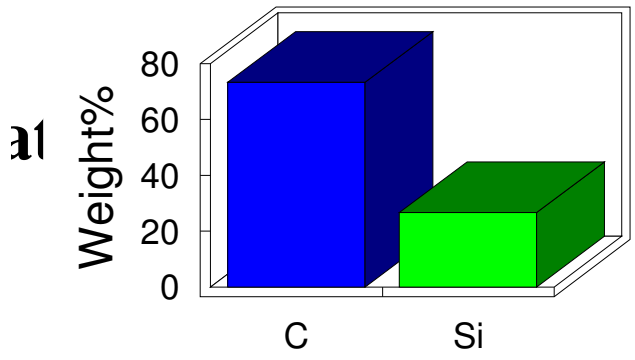
## Allegato C

Project: RA3277  
 Owner: INCA  
 Site: Site of Interest 1

Sample: ADP3-1  
 Type: Default  
 ID:

Label : Spectrum 1  
 Collected : 5-Jul-2011 12:04 PM  
 Livetime (s) : 50.00  
 Real time (s) : 56.53  
 Detector : Silicon  
 Window : SATW  
  
 Tilt (deg) : 0.0  
 Elevation (deg) : 35.0  
 Azimuth (deg) : 0.0  
  
 Magnification : 5000 X  
 Accelerating voltage (kV) : 20.00  
 Process time : 5

### Quantitative results

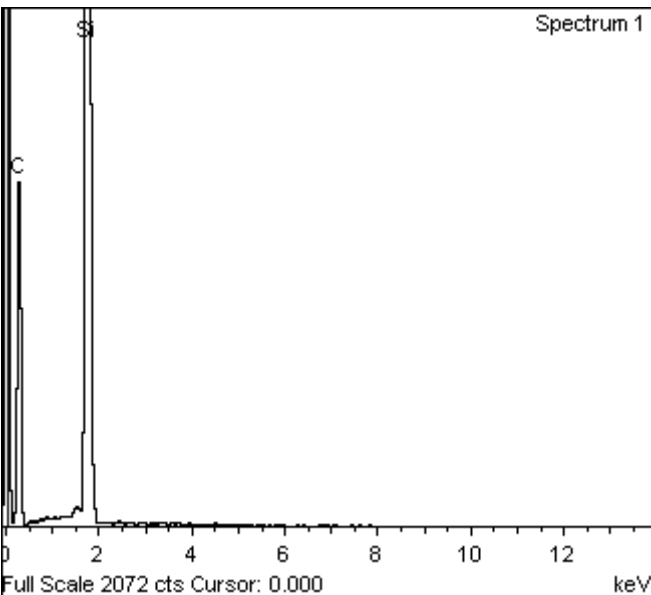


Spectrum processing :  
 No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)  
 Number of iterations = 9

Standard :  
 C CaCO3 1-Jun-1999 12:00 AM  
 Si SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM

Element	Weight%	Atomic%
C K	73.27	86.51
Si K	26.73	13.49
Totals	100.00	





Project: RA3277  
 Owner: INCA  
 Site: Site of Interest 1

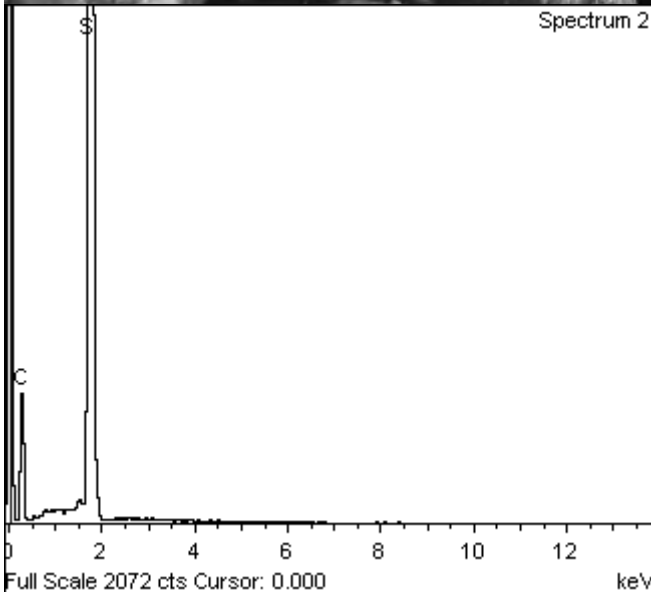
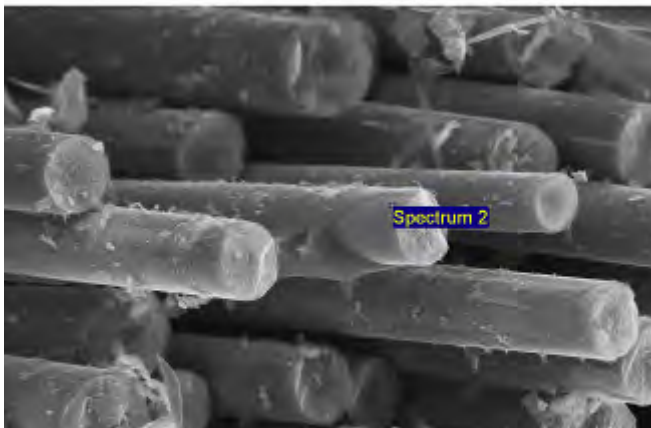
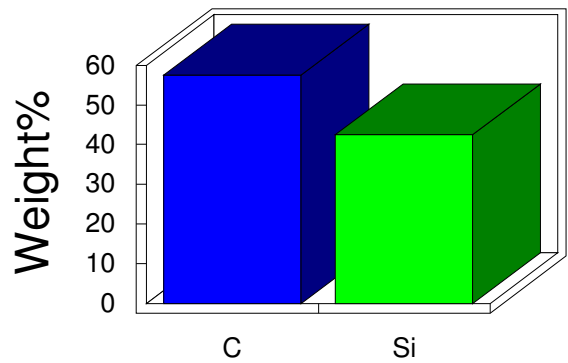
Sample: ADP3-1  
 Type: Default  
 ID:

Label : Spectrum 2  
 Collected : 5-Jul-2011 12:05 PM  
 Livetime (s) : 50.00  
 Real time (s) : 57.06  
 Detector : Silicon  
 Window : SATW

Tilt (deg) : 0.0  
 Elevation (deg) : 35.0  
 Azimuth (deg) : 0.0

Magnification : 5000 X  
 Accelerating voltage ( kV ) : 20.00  
 Process time : 5

### Quantitative results



Spectrum processing :  
 No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)  
 Number of iterations = 5

Standard :  
 C CaCO3 1-Jun-1999 12:00 AM  
 Si SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM

Element	Weight%	Atomic%
C K	57.49	75.97
Si K	42.51	24.03
Totals	100.00	

 <p><b>FN S.p.A.</b> NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI</p>	<p><b>SIGLA DI IDENTIFICAZIONE</b></p> <p><i>LAM 032 R 368</i></p>	<p>Rev.            0</p> <p>Pag. :    85    di :    24</p>
---	--	--

## **ALLEGATO 2**

**Alegato di riferimento al capitolo delle prove meccaniche sul  
composito ceramico SiC/SiC realizzato da FN**