



Ricerca di Sistema elettrico

Accordo di Collaborazione ENEA-FN per “Realizzazione di pannelli e campioni in SiC/SiC come componenti funzionali e strutturali”

Elena Ferrari, Stefania Baccaro



ACCORDO DI COLLABORAZIONE ENEA-FN PER “REALIZZAZIONE DI PANNELLI E CAMPIONI IN SiC/SiC COME COMPONENTI FUNZIONALI E STRUTTURALI” - LAC 058 R389

Elena Ferrari (FN), Stefania Baccaro (FN)

Settembre 2013

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico - ENEA

Piano Annuale di Realizzazione 2012

Area: Produzione di energia elettrica e protezione dell'ambiente

Progetto: Attività di fisica della fusione complementari a ITER

Obiettivo: Realizzazione di componenti in SiC/SiC da utilizzare come componenti strutturali e funzionali

Responsabile del Progetto: Ing. Aldo Pizzuto, ENEA

Il presente documento descrive le attività di ricerca svolte all'interno dell'Accordo di collaborazione “Realizzazione di pannelli e campioni in SiC/SiC come componenti funzionali e strutturali”

Responsabile scientifico ENEA: Andrea Moriani

Responsabile scientifico FN : Elena Ferrari

Indice

SOMMARIO	4
1. INTRODUZIONE	5
2. DOCUMENTI DI RIFERIMENTO	5
3. DESCRIZIONE ATTIVITÀ SVOLTE	5
3.1 PREMESSA GENERALE.....	5
3.2 APPROVVIGIONAMENTO MATERIE PRIME	6
3.3 PROCESSO CVI	7
3.4 DISEGNI, LAVORAZIONI MECCANICHE E ASSEMBLAGGIO	8
3.5 CARATTERIZZAZIONE FISICO-STRUTTURALE SIC/SIC	16
3.6 IMPIANTO DI IRRAGGIAMENTO CALLIOPE E CARATTERIZZAZIONE MATERIALI IRRAGGIATI	19
4. CONCLUSIONI.....	25

ALLEGATI

Densità ad Elio campioni PFUS 2/1; PFUS 2/3

Porosità a mercurio PFUS 2/1; PFUS 2/3

Curriculum scientifico del gruppo di lavoro impegnato nell'attività

Sommario

Scopo della presente relazione è quello di descrivere il lavoro intermedio svolto all'interno dell'Accordo di collaborazione tra ENEA ed FN S.p.A. relativo alla realizzazione di pannelli e campioni in SiCf/SiC. Tale materiale composito è proposto per la realizzazione di componenti funzionali e strutturali dei reattori a fusione.

Nel corso delle precedenti annualità della Ricerca di Sistema Elettrico FN ha messo a punto un processo per la realizzazione di pannelli e tubi in SiCf/SiC basato sulla tecnologia CVI (Chemical Vapor Infiltration). Il processo CVI si articola in una prima fase in cui si preparano le preforme in autoclave e si deposita un interfase di carbonio sulle fibre. Dopo, le preforme vengono densificate utilizzando dei precursori allo stato di vapore o gassoso. I prodotti della decomposizione si depositano sulle superfici esterne delle fibre delle preforme. Tale processo aumenta progressivamente il diametro delle fibre con la formazione di una matrice cristallina.

Sulla scorta dei risultati e dei materiali ottenuti FN ha sviluppato tecniche di progettazione e cicli di realizzazione di componenti meccanici in SiCf/SiC e SiC da utilizzare in applicazioni di interesse fusionistico. Nello specifico, si sono fabbricati particolari da utilizzare nel forno destinato alla caratterizzazione del composito SiCf/SiC in litio-piombo liquido.

Al fine di studiare l'effetto dell'irraggiamento γ sulle proprietà chimico-fisiche del composito SiCf/SiC, FN ha condotto test di irraggiamento gamma su 10 campioni di detto materiale. Il lotto dei campioni è stato diviso in tre gruppi di tre campioni che sono stati irraggiati con tre diversi valori di dose assorbita mentre il restante dei dieci campioni, non sottoposto ad irraggiamento, costituirà il campione di riferimento. Le successive caratterizzazioni chimico-fisiche permetteranno di valutare le modifiche indotte nel materiale in esame dall'irraggiamento gamma.

1. Introduzione

Il presente lavoro si inserisce nell'ambito dell'Accordo di Programma MSE- ENEA sulla Ricerca di Sistema Elettrico – PAR 2012 ed è relativo al progetto B.3.2 *“Attività di fisica della fusione complementari ad ITER”*.

La presente relazione descrive le attività svolte in FN nell'ambito dell'Accordo di collaborazione tra ENEA ed FN, dal titolo *“Realizzazione di pannelli e campioni in SiC/SiC come componenti funzionali e strutturali”*, oggetto dell'obiettivo C (Attività per IFERC – International Fusion Energy Research Center).

Le attività sono state condotte conformemente alle prescrizioni riportate dai seguenti documenti di assicurazione di qualità:

- ASQ 073 Q 129 rev.0 – Piano di Qualità relativo alla realizzazione di pannelli in composito a matrice ceramica;
- ASQ 073 Q 130 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 forniti da ENEA – PARTE 3 Note sulla preparazione e caratterizzazione meccanica del composito ceramico SiC/SiC

2.3 Disegni

2.3 Documenti di assicurazione qualità:

- ASQ 073 Q 129 rev.0 – Piano di Qualità relativo alla realizzazione di pannelli in composito a matrice ceramica;
- ASQ 073 Q 130 rev.0 – Piano di fabbricazione e controllo relativo alla realizzazione di pannelli in composito a matrice ceramica.

3. Descrizione attività svolte

3.1. Premessa generale

Nelle precedenti annualità di Ricerca di Sistema di Elettrico, FN ha messo a punto un processo per la realizzazione di pannelli in SiC/SiC tramite tecnologia CVI (Chemical Vapour Infiltration) con lo scopo di raggiungere densità e caratteristiche tali da impiegare tali materiali in ambito fusione. Tale processo prevede il procurament delle fibre, la realizzazione di preforme in autoclave, la deposizione di un'interfase di carbonio sulle fibre di SiC e la densificazione delle preforme.

Scopo di questa attività di ricerca, oltre alla realizzazione di campioni per caratterizzazioni fisico- meccanica e per le prove in litio piombo liquido, era la fabbricazione di pannelli in SiC/SiC di spessore differenti (massimo 5 mm) e di tubi in SiC/SiC di piccolo diametro, da cui ricavare, a seguito di lavorazioni meccaniche specifiche, particolari da utilizzare come componentistica nel forno destinato alle prove di caratterizzazione in litio piombo liquido.

Inoltre FN doveva sviluppare tecniche per l'ottenimento di prismi cavi a sezione quadrata di grande spessore con lato di almeno 100 mm. Questi componenti rivestono particolare interesse nella realizzazione dei blanket liquidi, con lo scopo sia di barriera termica sia di riduzione degli effetti magneto-idrodinamici del metallo liquido.

Per ampliare le tipologie di caratterizzazioni effettuate su questo tipo di materiale, 10 campioni sono stati sottoposti a irraggiamento gamma nell'impianto Calliope presso il Centro Ricerche ENEA, Casaccia

3.2. Approvvigionamento materie prime

Nei primi mesi del seguente accordo, sulla base delle indicazioni dell'allegato tecnico e dei disegni forniti da ENEA, sono stati ordinati e acquistati le seguenti materie ed i seguenti utensili:

- 10 m2 di fibre di SiC tipo Tyranno SA3 dal produttore Giapponese UBE.

Queste fibre sono state scelte in accordo con ENEA, come nelle precedenti annualità per le loro ottime proprietà meccaniche e termiche (come si può notare nella tabella e nei grafici sottostanti) che le rendono idonee ad essere impiegate come materiale di interesse fusionistico.

Il principale svantaggio è il costo molto elevato e i lunghi tempi di consegna, valutabili in 4-5 mesi, dovuti al fatto che vengono prodotte solo a seguito di ordine. L'arrivo di tali fibre è previsto per fine luglio. Saranno realizzate le preforme dei pannelli, dei tubi e dei prismi a sezione quadrata per la fine del presente accordo di collaborazione.

Properties of Tyranno Fiber (High Temperature Grade)					
Property		S	LoxM	ZMI	SA3
Fiber Diameter	(μm)	11 8.5	11	11	10 7.5
Number of Filaments	(fil./yam)	800 1600	800	800	800 1600
Tex	(gr/1000m)	200 220	200	200	180 190
Tensile Strength	(GPa)	3.2	3.3	3.4	2.8
Tensile Modulus	(GPa)	170	180	190	180
Elongation at Break	(%)	1.9	1.8	1.7	0.7
Density	(g/cm ³)	2.35	2.48	2.48	3.10
Contents	(wt%)				
	Si	50	55	56	67
	C	30	32	34	31
	O	18	11	9	<1
	Ti	2	2	-	-
	Zr	-	-	1	-
	Al	-	-	-	<2
Coefficient of thermal expansion	($10^{-6}/\text{K}$)	3.1 (RT-800°C)	-	4.0 (RT-1000°C)	4.5 (RT-1000°C)
Thermal conductivity	(W/mK)	1.0	1.4	2.5	65

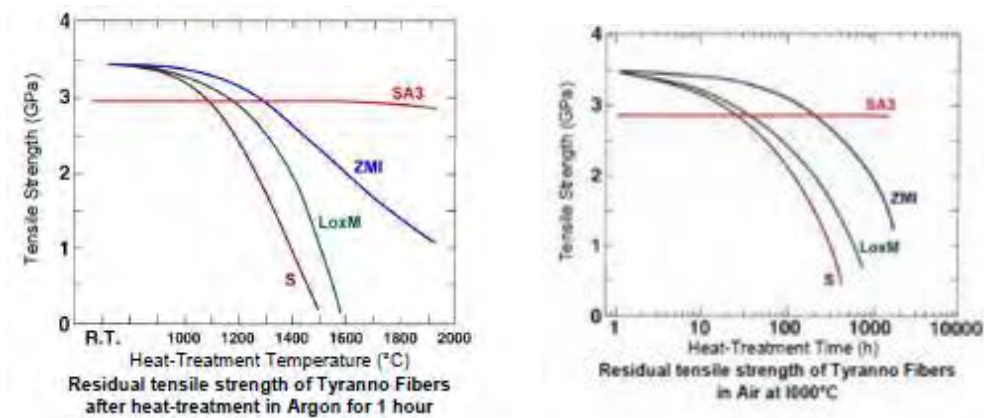


Figura 1 - Data sheet fibre Tyranno SA3

- Tondi di acciaio AISI 316 di diametro 14 e 38 mm
- n°2 tubi di carburo di Silicio ricristallizzato
- utensili diamantati per la lavorazione del tubo di SiC

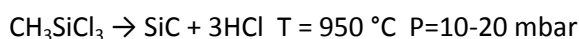
3.3 Processo CVI

Il processo di chemical vapour infiltration (CVI) è una tecnologia di densificazione per compositi a matrice ceramica che permette di depositare una matrice di spessore omogeneo e di qualità controllata.



Figura 2-Impianto CVI di FN S.p.A.

Il processo consiste in una decomposizione termica dei precursori in fase vapore: in particolare per la deposizione di carburo di silicio il precursore è metiltriclorosilano (MTS). La reazione di decomposizione e i parametri per il processo ottimizzato in FN sono i seguenti:



Nel corso di questi mesi sono stati effettuati cicli di densificazione CVI sui pannelli (spessori da 3 a 5 mm) e sui tubi le cui preforme erano state realizzate al termine della precedente annualità.

Dal pannello denominato FUS2 sono stati ricavati i campioni sia per la caratterizzazione preliminare del materiale e per le prove di erosione/corrosione in litio liquido.

L'impianto CVI permette di depositare una matrice controllata ed omogenea di carburo di silicio con velocità di deposito di 0,2 micron/ ciclo.

Per ottenere densificazioni complete dei campioni sono necessari centinaia di cicli (stimati almeno 400 ore di CVI) ma con la configurazione dell'impianto presente in FN è necessaria la presenza di personale durante tutto il ciclo in quanto il sistema di immissione dell'MTS all'interno della camera di reazione, a differenza degli altri gas gestiti da mass-flow (fig.3), è manuale. L'ingresso di MTS è controllato dalla variazione di peso del recipiente contenente il gas con un flusso di 0,5 g/min, variato attraverso l'apertura e chiusura di una valvola manuale.

Questo non permette un funzionamento del forno 24/24.



Figura 3 - Mass-flow gas e contenitore MTS

Essendo uno degli scopi di questa attività l'ottimizzazione del processo e la riduzione dei tempi, FN in collaborazione con personale ENEA Casaccia ha iniziato lo studio di possibili modifiche all'hardware dell'impianto (regolazione automatica del flusso di MTS, allarmi e sicurezze) per avere la possibilità di realizzare una gestione in remoto.

3.4 Disegni, lavorazioni meccaniche e assemblaggio

Obiettivo principale di questa rendicontazione intermedia era la realizzazione di un assieme (fig. 4) costituito da particolari in SiC/SiC ottenuti tramite processo CVI, da un tubo di carburo di silicio monolitico e da particolari in acciaio: l'assieme sarà poi installato da ENEA sul forno da loro realizzato per le prove di erosione/corrosione in litio piombo liquido.

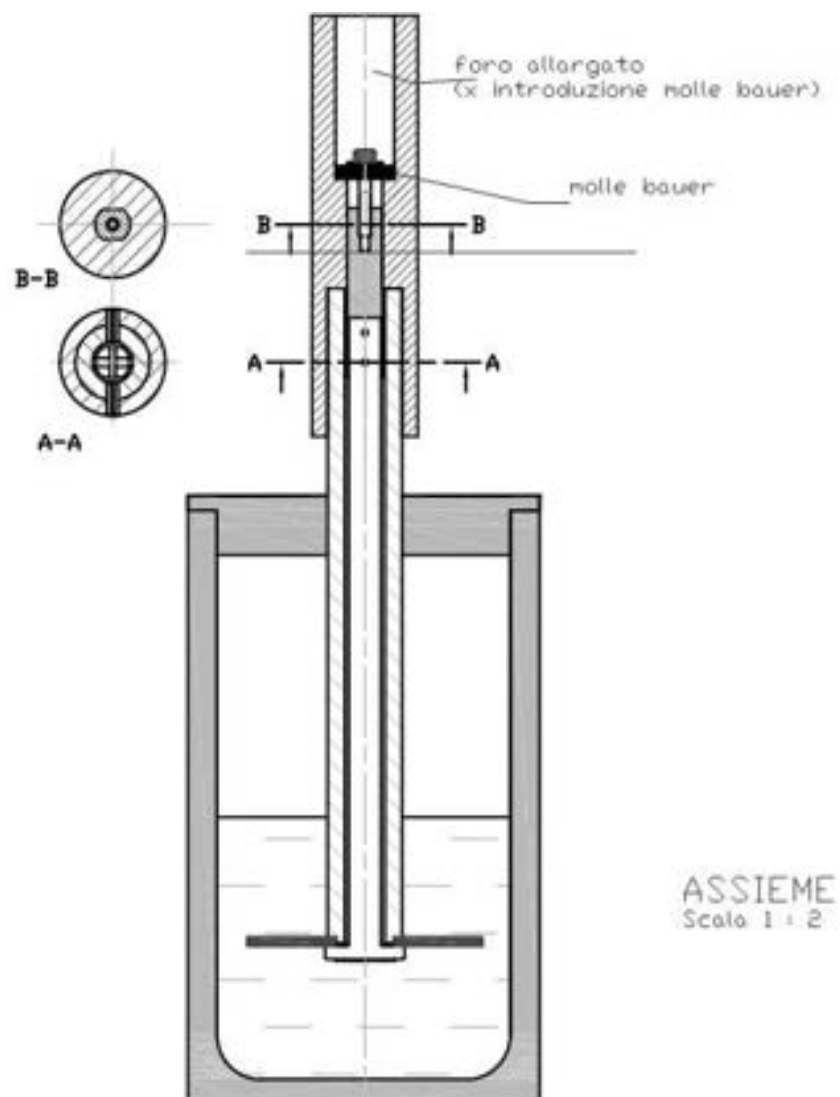
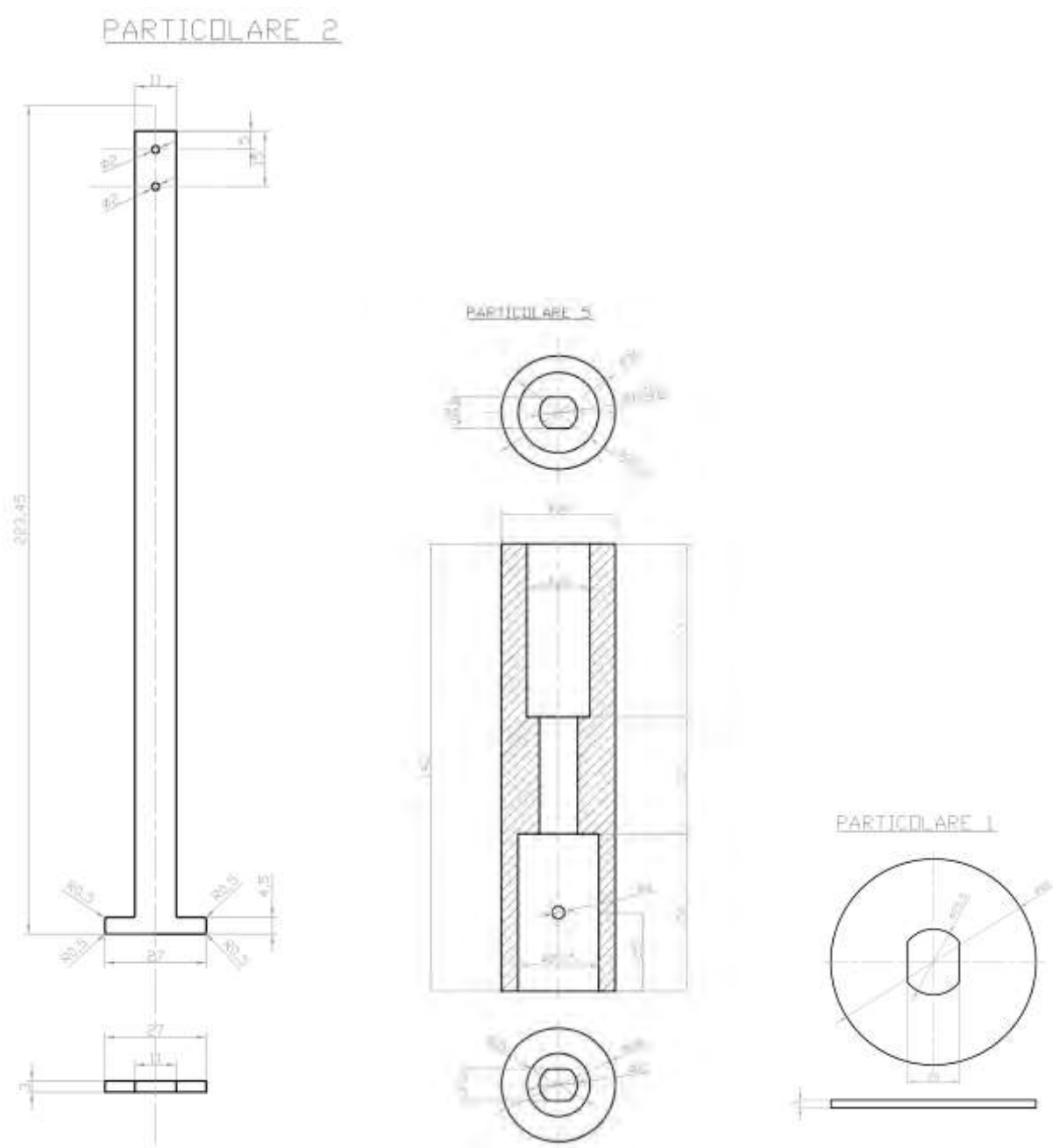


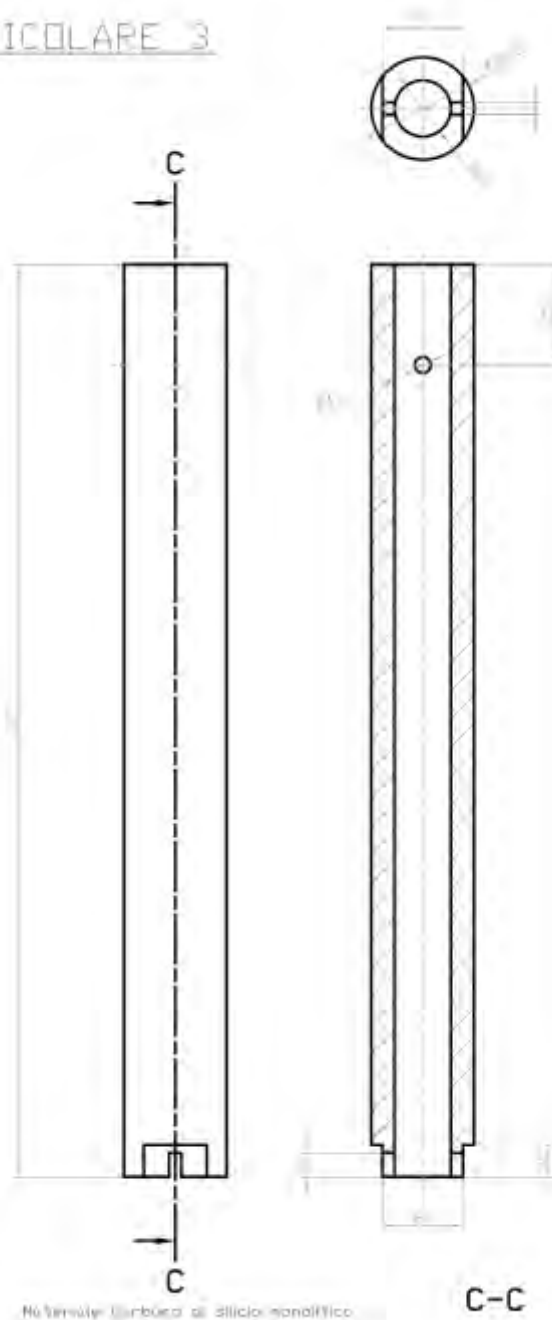
Figura 4 – Assieme per forno il litio fuso

Sulla base delle indicazioni ENEA, FN ha realizzato i disegni esecutivi per ciascun componente: l'assieme è costituito da cinque particolari (riportati nei disegni seguenti):

- part.1 e 2 materiale SiC/SiC
- part 3 materiale: tubo di carburo di silicio
- part. 4 e 5 materiale: acciaio AISI316

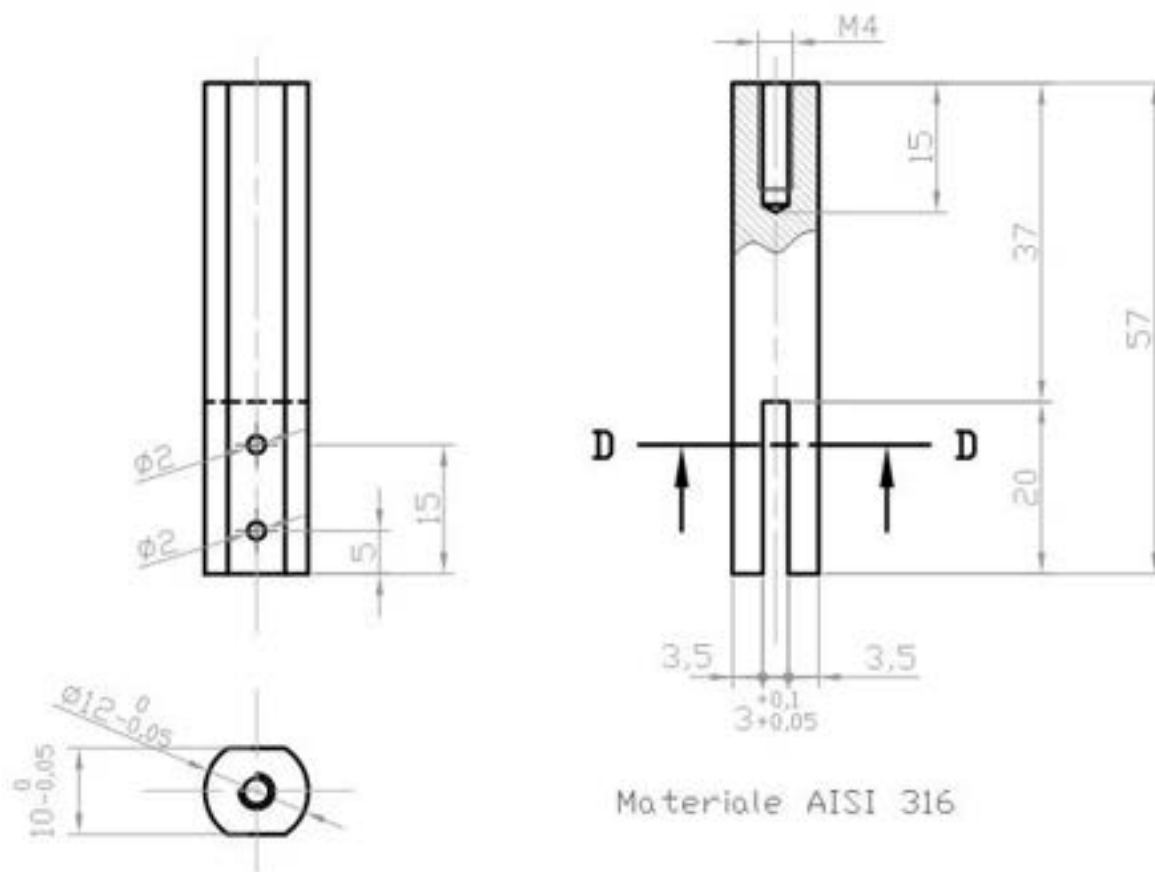
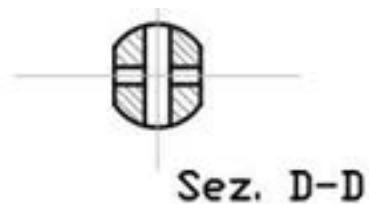


PARTICOLARE 3



Materiali: Carbonio di silicio monodiffuso

PARTICOLARE 4



I particolari 1 e 2 sono stati ricavati dal pannello denominato FUS 2 (circa 120 ore di infiltrazione CVI), tramite taglio laser. Come si può notare dal piano di taglio e dall'immagine sotto riportata sono stati ricavati anche i campioni per le caratterizzazioni del materiale (descritte nel paragrafo successivo) e alcune modifiche al particolare 1 per altre soluzioni di assieme che saranno realizzate e consegnate ad ENEA per la rendicontazione finale di questo accordo.

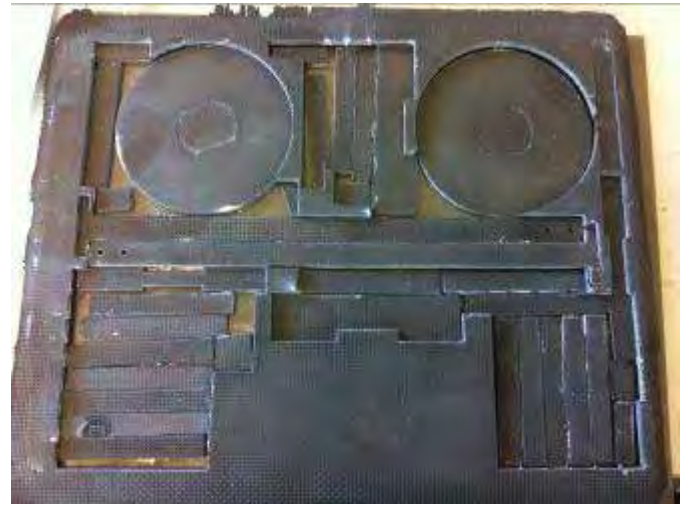
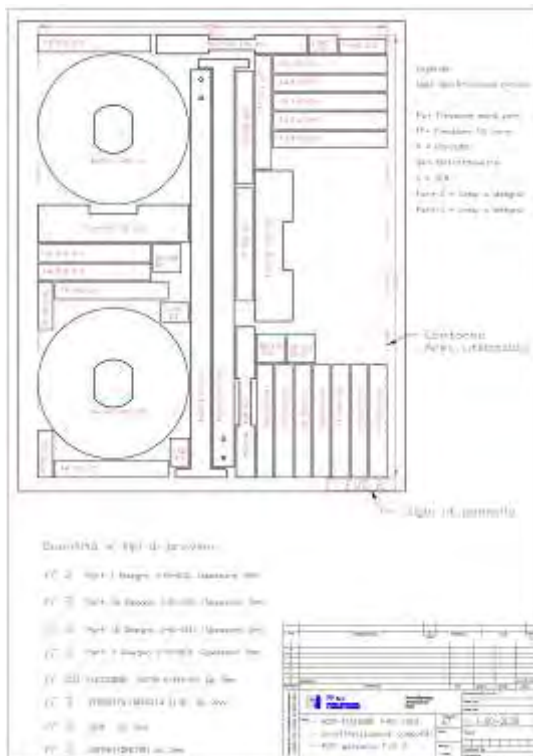


Figura 5 – Piano di taglio e campioni ricavati con taglio laser

Per la lavorazione del tubo di carburo di silicio monolitico è stato effettuata una centratura con la fresa con testa orizzontale graduata, realizzando poi gli intagli con una mola diamantata da 1 mm.



Figura 6 – particolari lavorazioni tubo di SiC

Il particolare 5 è stato ottenuto, partendo da un tondo grezzo di diametro 38mm e lunghezza 155 mm, con le seguenti lavorazioni:

- Tornitura esterna
- Foro passante diametro 8
- Allargatura foro a mm 19x50 parte sup.
- Allargatura foro a mm 24x55 parte inf.

- Programmazione elettroerosione per chiavetta passante interna.
- Sagomatura chiavetta
- Alesatura interna entrambi i fori di testa dopo ricezione tubo in SiC.



Figura 7 – particolare 5 in acciaio AISI 316 e lavorazione meccanica con elettroerosione a filo

Il particolare 4 è stato ottenuto, partendo da un tondo grezzo di diametro 14mm e lunghezza 50 mm, con le seguenti lavorazioni:

- Tornitura esterna
- Taglio elettroerosivo per sagomatura interna tondo
- Taglio elettroerosivo per sagomatura taglio interno
- Foro di testa e relativa filettatura
- Fori di fissaggio per materiale composito



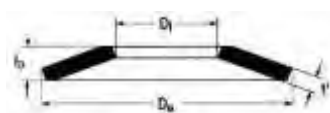
Figura 8 – particolare 5 in acciaio AISI 316 e lavorazione meccanica con elettroerosione a filo

I particolari sono stati controllati presso il laboratorio metrologico di FN per verificare la corrispondenza delle misure e sono stati assemblati e spediti in ENEA.



Figura 9 – assieme assemblato

È stata inserita una molla bauer, come indicato da ENEA, per avere un carico costante sui particolari anche alle temperature di lavoro. Le caratteristiche della molla bauer inserita sono le seguenti:



Diameter - De	14 mm	Force 25% (N)	120.10
Diameter - Di	7.2 mm	Def. 25% s (mm)	0.10
Thickness - t	0.5 mm	Force 50% (N)	209.80
Unloaded Height - lo	0.9 mm	Def. 50% s (mm)	0.20
ho/t	0.8	Force 75% (N)	279.20
Load - F(0.75 ho)	279.2 N	Def. 75% s (mm)	0.30
I_{TEST}	0.6 mm	Force 100% (N)	338.40
Material	Carbon Steel Ck67	Def. 100% s (mm)	0.40
Weight per 1000 pcs.	0.418 kg		

3.5 Caratterizzazione fisico-strutturale SiC/SiC

I campioni ricavati dal pannello FUS 2 sono stati sottoposti a caratterizzazione preliminare con le seguenti analisi:

- XRD
- Porosità a mercurio
- Flessione
- SEM ed analisi EDAX

Presso il Laboratorio di Analisi fisiche e strutturali 3 campioni, prelevati in 3 differenti punti del pannello, sono stati analizzati all'XRD (Fig. 10).

Come si può notare dal grafico sotto riportato il SiC depositato tramite processo CVI è di tipo β

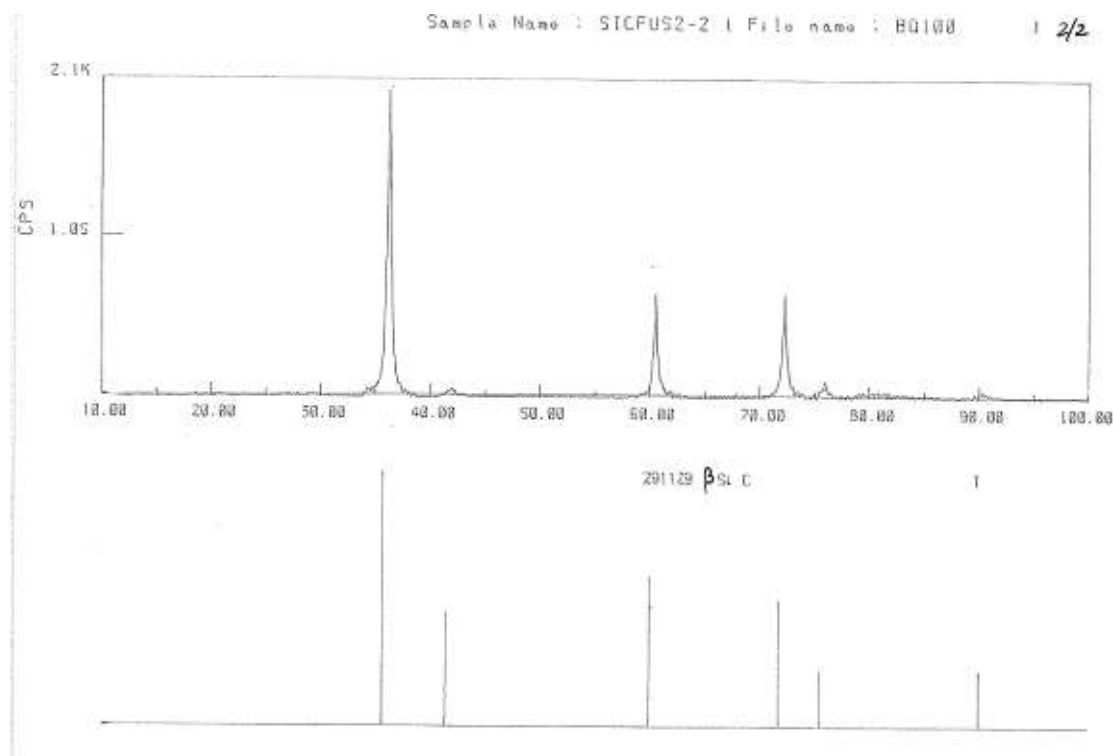


Figura 10 – XRD analisi

Sono state determinate su 2 campioni la densità ad elio (picnometro Accupyc 1330 Micromeritics) e la densità a mercurio (Porisimetro Pascal 440 Thermo Electron). Con i valori ottenuti è stata stimata la porosità percentuale residua (Fig.11).

Campione	Densità He (g/cm ³)	Densità a Hg (g/cm ³)	Porosità calcolata %
P FUS 2/1	2,7656	2,21151	20%
P FUS 2/3	2,8086	2,45426	13%

Figura 11 – Valori di densità ad elio, a mercurio e porosità % residua

Dai risultati ottenuti si può notare una riduzione del valore di porosità residua rispetto alla caratterizzazione effettuata sul pannello FUS1 (vedi CVI032R368) il cui valore medio è circa 30% , ma si tratta ancora di una densificazione intermedia.

Prova di flessione a 3 punti

Le prove di flessione a 3 punti (Figura 13) sono state effettuate nel Laboratorio Metrologico e Prove tecnologiche di FN utilizzando una macchina universale INSTRON mod.4507 ed una cella di carico da 150 kN.

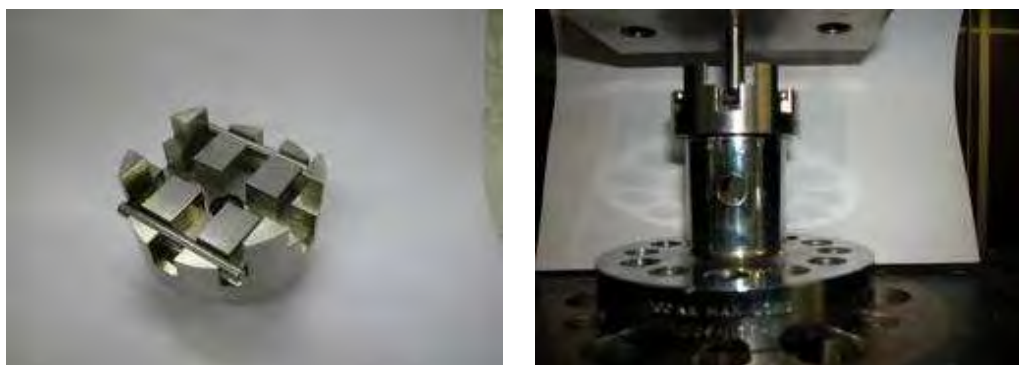


Figura 12 – Particolari dell'attrezzatura per le prove di trazione

La prova è stata realizzata secondo la normativa ASTM C1341-06

Nella tabella seguente sono riportati i valori ottenuti:

Id. provino	Dimensioni (mm) Lunghezza x larghezza x spessore	Carico massimo (kN)	M.O.R. (MPa)
FW FUS 2/1	60.18 x 9.04 x 3.09	0.149	124.62
FW FUS 2/3	60.07 x 9.17 x 3.08	0.112	92.70
FW FUS 2/5	60.03 x 9.18 x 3.08	0.178	147.249
FW FUS 2/7	60.18 x 9.18 x 3.07	0.209	173.841
FW FUS 2/9	60.10 x 9.10 x 3.05	0.137	116.438
FF FUS 2/2	60.08 x 9.18 x 3.10	0.186	151.966
FF FUS 2/4	60.03 x 9.11 x 3.10	0.081	66.026
FF FUS 2/10	59.95 x 9.15 x 3.08	0.093	77.001

Figura 13– prove di flessione a 3 punti

Anche per i risultati relativi alla prova di flessione a tre punti, a parte per alcuni provini, si ha un miglioramento rispetto alle precedenti caratterizzazioni (vedi CVI032R368), ma anche in queste prove non si ha avuta la frattura del campione ma una “delaminazione”.



Figura 14– particolare campione FUS2/2 dopo prova di flessione a 3 punti

Nel grafico seguente si riporta il grafico carico-spostamento relativo alla prova di flessione a 3 punti relativo al campione FFFUS 2/2

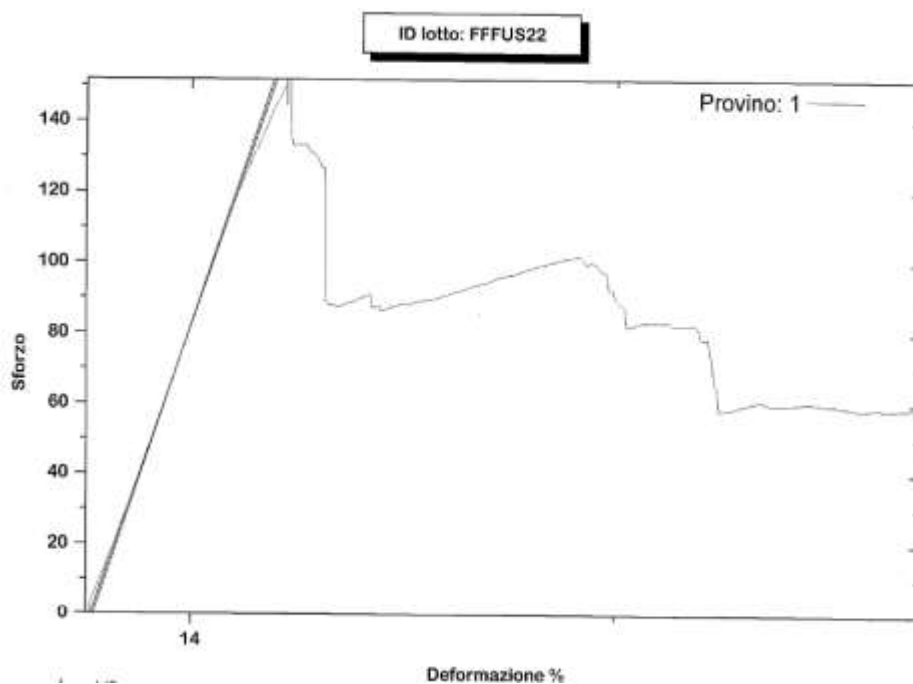


Figura 15– FF FUS 2/2, carico massimo= 0,186 kN; MOR= 152 MPa

3.6 Impianto di irraggiamento Calliope e caratterizzazione materiali irraggiati

Descrizione dell'impianto

L'impianto di irraggiamento Calliope, realizzato alla fine degli anni sessanta presso il Centro Ricerche ENEA, Casaccia, è largamente impegnato in attività di ricerca e di servizio non solo a livello italiano, ma anche europeo. Le principali applicazioni che richiedono l'impiego della radiazione γ riguardano:

lo sviluppo nel settore dei materiali (polimeri, fibre ottiche, cristalli e amorfi) al fine di studiare l'effetto dell'irraggiamento sulle proprietà chimico-fisiche dei materiali analizzati;

l'irraggiamento di componenti dell'industria aerospaziale, nucleare ed elettronica in condizioni che simulano l'ambiente radioattivo ostile nel quale questi dispositivi si troveranno a lavorare ed in esperimenti di fisica delle alte energie;

lo sviluppo di nuovi processi nel settore agro-alimentare, dei beni culturali, medico-biologico e della salvaguardia ambientale.

La facility Calliope è un impianto a piscina, con stoccaggio a umido della sorgente, costituita da 48 barrette di ^{60}Co . Questo radioisotopo emette due fotoni γ emessi in coincidenza (1.17 e 1.33 MeV) con un'energia media di 1,25 MeV. Le barrette di ^{60}Co sono inserite in opportuni moduli porta sorgenti, a loro volta posizionati in una rastrelliera di geometria cilindrica (diametro pari a circa 20 cm ed altezza circa 26 cm), la cui struttura è riportata in Figura 16. L'impianto è licenziato per un'attività massima di 3.7×10^{15} Bq (100kCi). In virtù delle dimensioni della cella di irraggiamento e della geometria della sorgente, è possibile effettuare irraggiamenti a valori di intensità di dose (dose rate) variabili, raggiungendo il valore massimo attuale di 2.5kGy/h in aria.

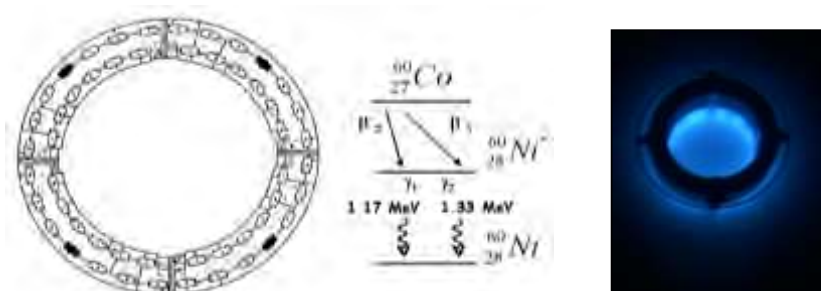


Fig. 16 - Rastrelliera cilindrica portasorgenti del "Calliope", schema di decadimento del ^{60}Co ed "effetto Cherenkov"

L'impianto è dotato di una cella di irraggiamento di grandi dimensioni (7x6x3.9 metri) realizzata in cemento baritico (spessore fino a 180 cm), di una piscina (2x4.5x8 metri) e di due pozzetti ricavati sul fondo della piscina stessa, necessari per lo stoccaggio della sorgente in caso di emergenza; sul tetto è inoltre presente un'apertura che permette la movimentazione dei materiali radioattivi in caso di ricarica della sorgente. L'acqua della piscina, che costituisce lo schermo biologico verso l'esterno per la radiazione γ , viene

parzialmente demineralizzata da un impianto, posto al di fuori della cella di irraggiamento, costituito da un sistema di filtri e colonne a scambio ionico.

Nelle figure 17 e 18 sono riportate la sezione laterale e la pianta dell'impianto Calliope. All'interno della cella è posizionato un sistema (PolygaTM, AMPERE S.p.A) per la misurazione dell'umidità dell'aria, dell'ozono e della temperatura, collegato ad un apposito registratore. Tale sistema di registrazione dati è particolarmente utile in caso di evento accidentale, in quanto permette di conoscere esattamente il momento in cui è avvenuto lo scream della sorgente (ritorno della rastrelliera in posizione di ricovero, sul fondo della piscina). Al momento, i dati possono essere trasferiti su PC solo tramite flash card: sarebbe però molto utile, anche ai fini dell'emissione dei certificati di irraggiamento, poter disporre direttamente di tutti i dati necessari alla determinazione della dose assorbita da ogni singolo provino in modo autonomo ed indipendente.

Per permettere l'irraggiamento contemporaneo di più campioni in posizioni di isodose, è stata progettata e realizzata una piattaforma d'acciaio, dotata di un foro circolare per il passaggio della sorgente, che è posizionata in corrispondenza della piscina. Tale piattaforma è inoltre dotata di dispositivi portadosimetri semicircolari che permettono di individuare correttamente le posizioni di isodose (Figura 19): ciascun sistema è costituito da due archi paralleli in acciaio fissati ad un sostegno che ne permette lo spostamento verticale. In tal modo è possibile determinare sperimentalmente l'uniformità di dose secondo un asse verticale, informazione di notevole importanza nel caso di irraggiamento di oggetti di altezza non trascurabile.

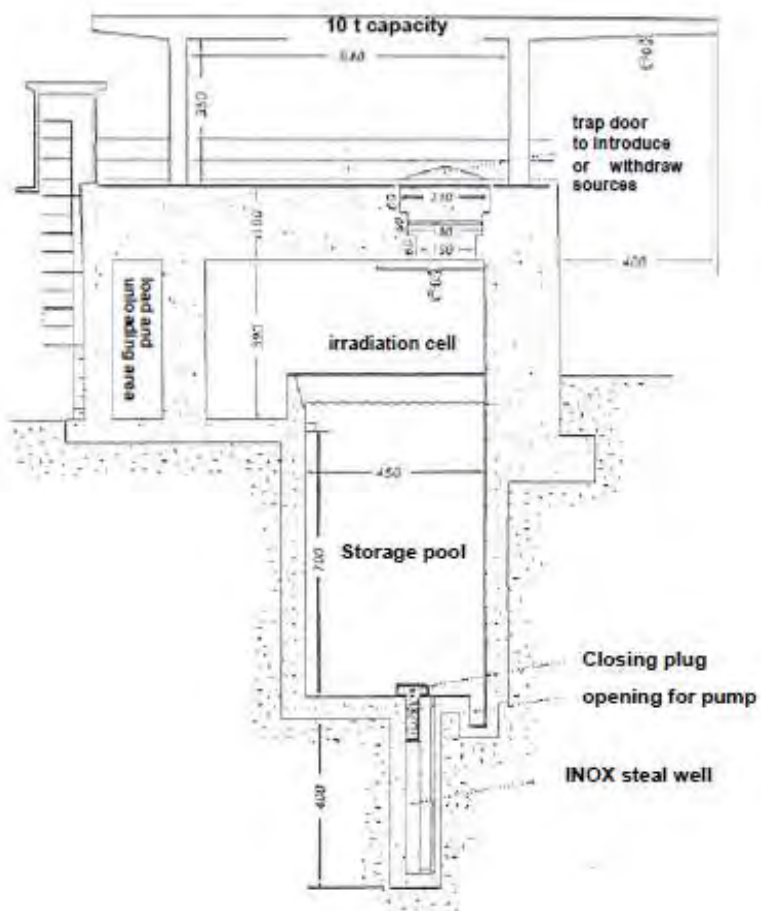


Figura 17 - Vista laterale dell'impianto Calliope

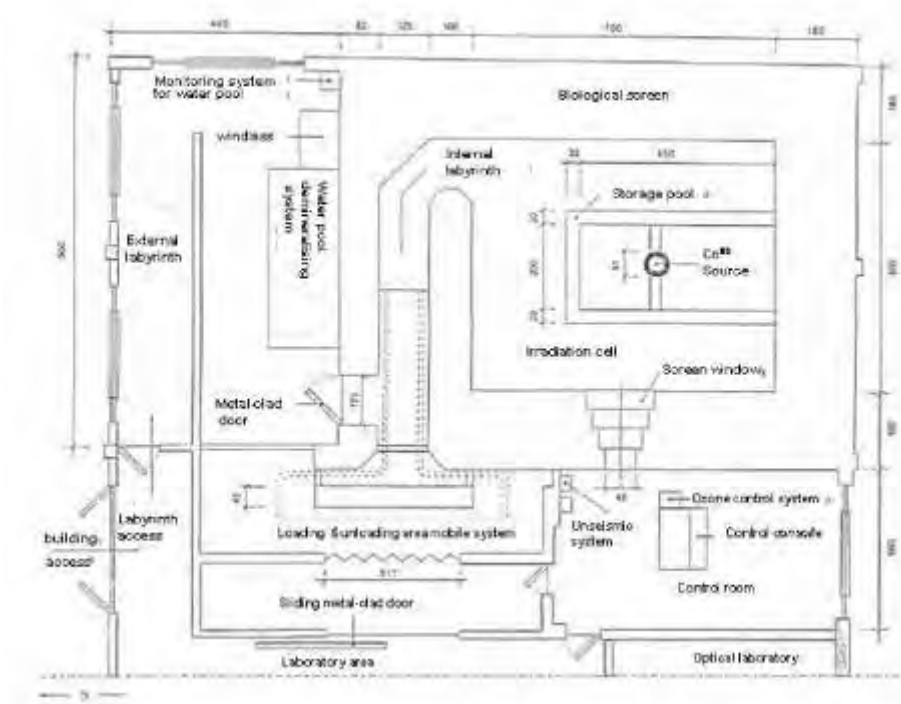


Figura 18 - Pianta dell'impianto Calliope

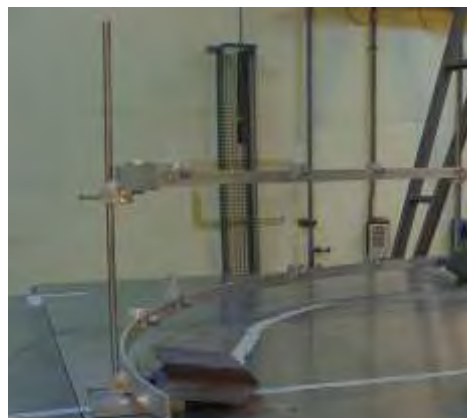


Figura 19 - Piattaforma d'acciaio posta in corrispondenza della piscina e dettaglio di un arco portadosimetri.

Nella tabella seguente sono riassunte le principali caratteristiche dell'impianto descritto

Sorgente:	^{60}Co
Geometria:	rastrelliera cilindrica; contenitori portasorgente posti su due livelli sulla superficie esterna della rastrelliera;
Radiazione emessa:	2 fotoni γ emessi in coincidenza;
Energia dei fotoni emessi:	1.173 e 1.332 MeV (energia media: 1.25 MeV);
Massima attività permessa:	$3.7 \cdot 10^{15}$ Bq;
Massima intensità di dose:	35.9 kGy/h.

Metodi dosimetrici impiegati presso l'impianto Calliope

La facility Calliope è dotata di laboratori dosimetrici in grado di determinare con accuratezza e precisione i valori di dose assorbita dai materiali sottoposti ad irraggiamento. Vengono utilizzati tre differenti metodi dosimetrici: il dosimetro assoluto Fricke (per intervalli di dose compresi tra 20 e 400 Gy) ed i dosimetri relativi Red Perspex (5-40 kGy) e sistema EPR-alanina (fino a circa 500 kGy). Questi ultimi vengono periodicamente calibrati con un metodo di tipo assoluto (Fricke). Ciascuno di questi metodi sfrutta la misura di un parametro chimico o fisico del materiale sottoposto ad irraggiamento: tale variazione è proporzionale alla dose assorbita dal materiale stesso. Con la costruzione di opportune curve di taratura sarà quindi possibile determinare i valori di dose ed intensità di dose in diverse posizioni di irraggiamento, tenendo conto della durata dell'irraggiamento stesso.

Al fine di valutare il valore del campo di radiazione nella cella di irraggiamento, è stata ottenuta una simulazione del profilo di intensità di dose utilizzando il codice di calcolo FLUKA.

Mediante tale codice, versione adattata ed estesa del codice EGS4, tenendo conto dei fenomeni elettromagnetici, della curva di decadimento del ^{60}Co e della distribuzione dei materiali posizionati intorno alla sorgente, è possibile ottenere risultati con livelli di accuratezza estremamente elevati. Nella simulazione operata si è deciso di fornire la migliore approssimazione per valori di dose misurati sperimentalmente con sistemi dosimetrici tipo Fricke, o "acqua-equivalenti". In Figura 20 sono riportate in dettaglio le simulazioni del campo di radiazione nelle zone più vicine alla rastrelliera porta sorgente e nell'intera cella di irraggiamento.

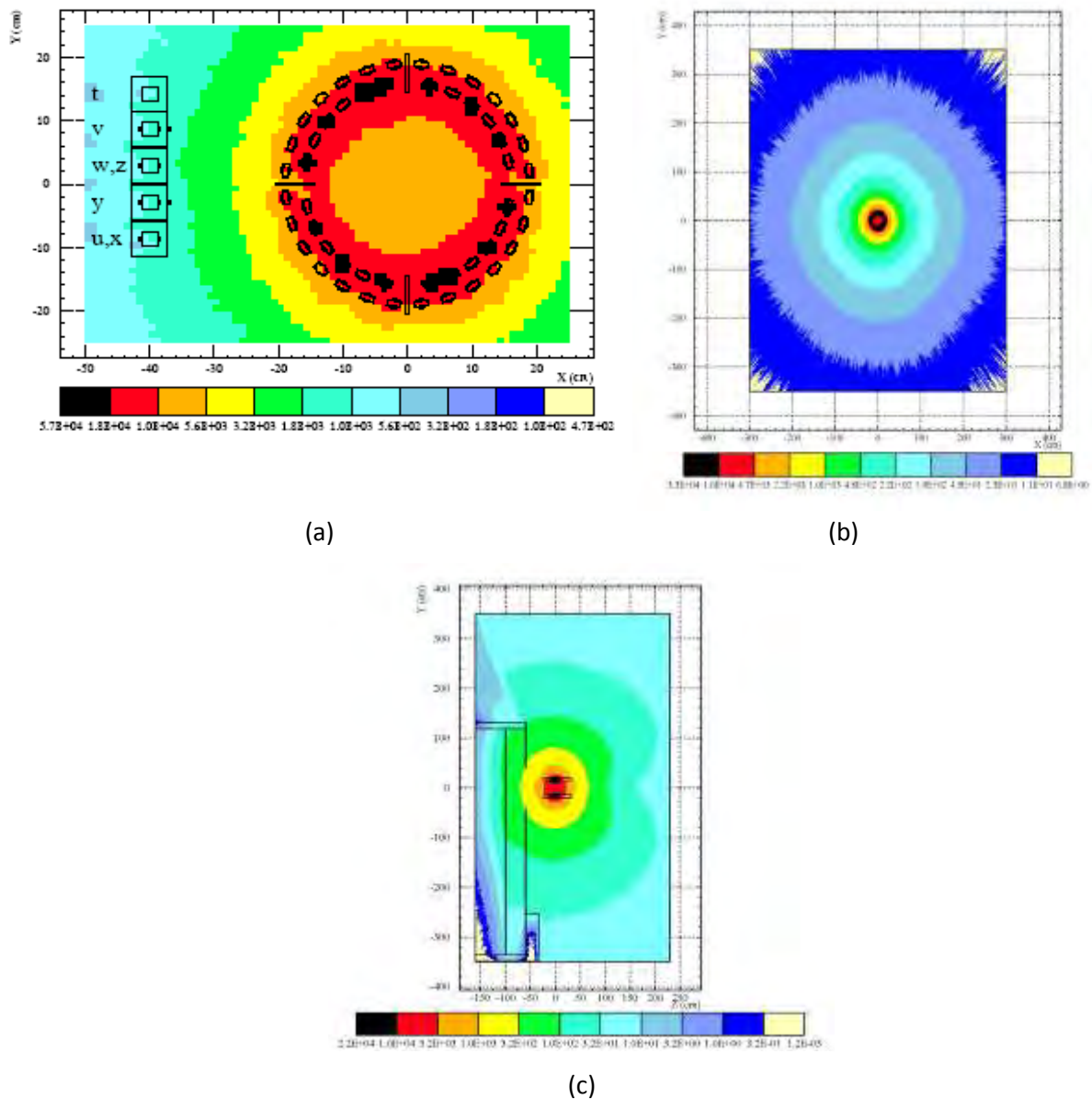


Figura 20 - Vista dall'alto del profilo di intensità di dose nella zona più vicina alla sorgente (a) ed all'interno della cella di irraggiamento (b) nel piano (x-y) e (c) nel piano (x-z).

Test di irraggiamento gamma su provini di materiale composito SiC/SiC

Presso l'Impianto Calliope sono stati condotti test di irraggiamento gamma su n.10 campioni di materiale composito SiC/SiC.

I campioni sono stati irraggiati nella posizione corrispondente a Dose rate=2.2kGy/h per tre diversi valori di dose assorbita: D1=1MGy, D2=2MGy e D3=3MGy. Per ciascun valore di dose assorbita sono stati irraggiati n.3 provini. A seguito dell'irraggiamento, i provini saranno sottoposti a prove di flessione a tre punti e XRD. Inoltre, n.1 provino, irraggiato alle dosi assorbite indicate, è stato utilizzato per ricavare i campioni necessari per la misura di Electron Spin Resonance spectroscopy (ESR, e-scan Bruker), di Attenuated Total Reflectance Infrared spectroscopy (ATR-FTIR, Spectrum 100 Perkin-Elmer).

Un campione identico ai precedenti, ma non sottoposto ad irraggiamento, è stato considerato come campione di riferimento. Su di esso sono state eseguite le medesime misure di caratterizzazione condotte sui campioni irraggiati: dal confronto dei dati così ottenuti è possibile valutare in modo univoco e corretto le modifiche indotte nei materiali in esame dall'irraggiamento stesso.

4. Conclusioni

La presente relazione costituisce il rapporto intermedio relativo all'Accordo di Collaborazione tra ENEA ed FN S.p.A. per *“Realizzazione di pannelli e campioni in SiC/SiC come componenti funzionali e strutturali”* (dell'Accordo di Programma MSE-ENEA sulla Ricerca di Sistema Elettrico – PAR2012 - progetto B.3.2 *“Attività di fisica della fusione complementari ad ITER”*).

Nel corso dei primi mesi dell'Accordo di Collaborazione:

- sono state acquistate le fibre di carburo di silicio Tyranno SA, i tondi di acciaio e i tubi di carburo di silicio
- sono stati realizzati i disegni esecutivi per i particolari dell'assieme necessario per il forno in litio piombo liquido
- sono stati realizzati presso l'officina di FN i particolari dell'assieme che è stato assemblato e spedito in ENEA
- è stata effettuata una caratterizzazione su un pannello di SiC/SiC ottenuto tramite tecnologia CVI con una densificazione intermedia (circa 120 ore)
- sono stati effettuati cicli di CVI sui pannelli e i tubi le cui preforme erano state realizzate negli ultimi mesi del precedente Accordo di Collaborazione
- 10 campioni sono stati sottoposti ad irraggiamento gamma nell'impianto Calliope di ENEA Casaccia per valutare l'influenza delle radiazioni al materiale.

Nei prossimi mesi saranno realizzate le soluzioni alternative dell'assemblato fornite da ENEA, le preforme dei prismi a sezione quadrata e i cicli di CVI sui pannelli e tubi che ancora non hanno raggiunto la densificazione completa.

ALLEGATI

Densità ad elio campione PFUS2/1

Page 1

AccuPyc 1330 V3.03
Serial Number: 0
Density and Volume Report

Sample ID: PFUS2/1
Sample Weight: 1.0708 g
Temperature: 27.1 C
Number of Pycnoms: 10
Cell Volume: 12.0001 cm3

Started: 13/06/13 10:00:00
Completed: 13/06/13 10:21:49
Equilibration Rate: 0.0050 psig/min
Expansion Volume: 8.5142 cm3

Run#	Volume cm3	Deviation cm3	Density g/cm3	Deviation g/cm3	Elapsed Time (h:m:s)
1	0.3887	-0.0009	2.7751	0.0062	0:00:29
2	0.3892	-0.0004	2.7720	0.0030	0:11:26
3	0.3901	0.0005	2.7656	-0.0034	0:14:37
4	0.3900	0.0006	2.7663	-0.0026	0:17:46
5	0.3901	0.0004	2.7657	-0.0032	0:20:53

Average Volume: 0.3896 cm3
Average Density: 2.7689 g/cm3

Standard Deviation: 0.0006 cm3
Standard Deviation: 0.0046 g/cm3

Densità ad elio campione PFUS2/3

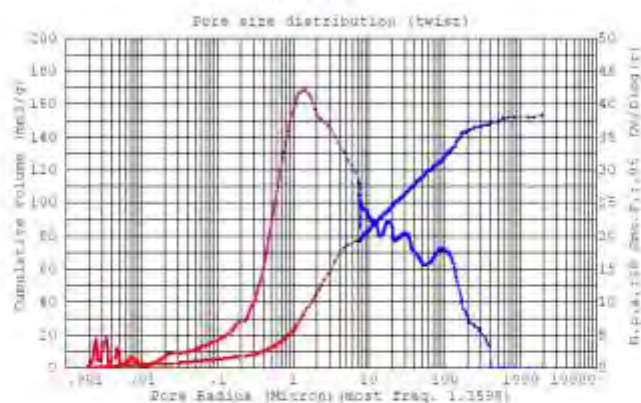
Page 1

AccuPyc 1330 V3.03 Serial Number: 0 Density and Volume Report					
Sample ID: C-1330-03 Sample Weight: 1.1035 g Temperature: 30.0 °C Number of Purges: 10 Cell Volume: 12.0001 cm ³			Started: 13/06/13 13:04:25 Completed: 13/06/13 13:26:58 Equilibration Rate: 0.0050 psi/g/min Expansion Volume: 8.5142 cm ³		
Run#	Volume cm ³	Deviation cm ³	Density g/cm ³	Deviation g/cm ³	Elapsed Time (h:m:s)
1	0.4072	-0.0007	2.8131	0.0045	0:08:50
2	0.4074	-0.0005	2.8119	0.0053	0:12:15
3	0.4080	0.0002	2.8074	-0.0012	0:15:35
4	0.4077	-0.0002	2.8097	0.0011	0:19:00
5	0.4090	0.0012	2.8010	-0.0076	0:22:25
Average Volume: 0.4079 cm ³			Standard Deviation: 0.0007 cm ³		
Average Density: 2.8086 g/cm ³			Standard Deviation: 0.0048 g/cm ³		

Porosità a mercurio PFUS2/1

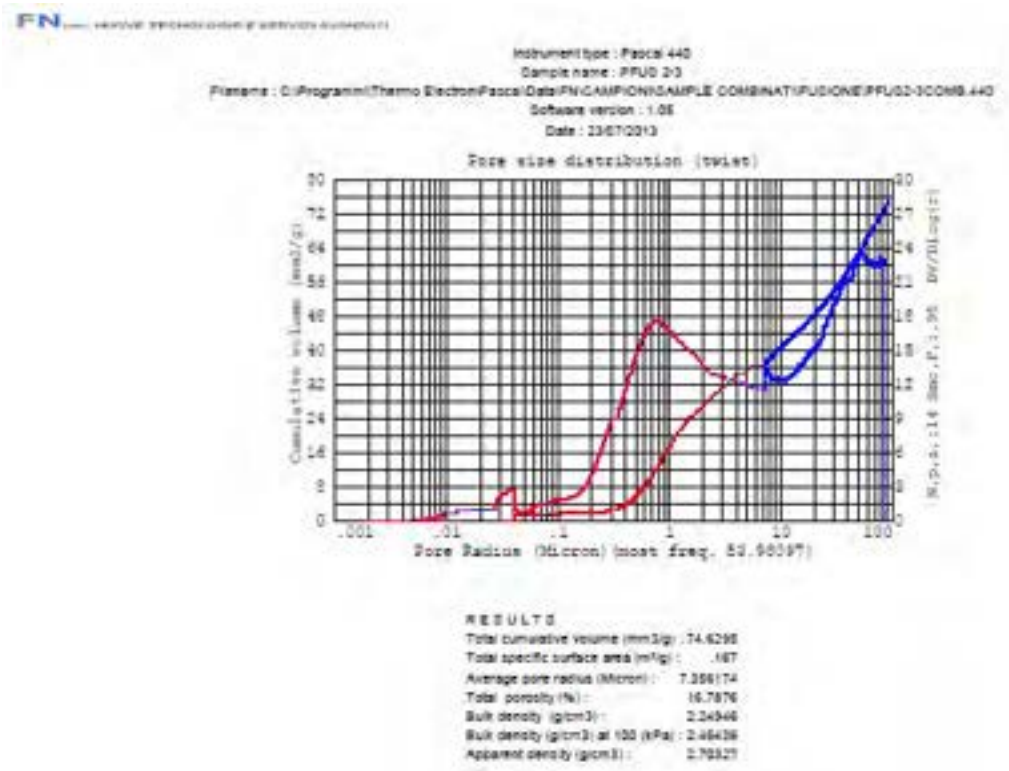
FN - STUDIO TECNOLOGICO E SERVIZI AVANGATI

Instrument type: Pascal 40
Sample name: PFUS 2-1
Filename: C:\Programmi\Thermo Electron\Pascal\Data\FN\CAMPIONI\SAMPLE COMBINATI\FUSIONE\PFUS2-1\COMB 440
Software version: 1.05
Date: 24/07/2013



RESULTS
Total cumulative volume (ml/g) 153.1331
Total specific surface area (m²/g) 1.517
Average pore radius (Micron) 5.262128
Total porosity (%) 25.9849
Bulk density (g/cm³) 1.59279
Bulk density (g/cm³) at 100 (kPa) 2.21151
Apparent density (g/cm³) 2.66534

Porosità a mercurio PFUS2/3



Curriculum del gruppo di lavoro impegnato nell'attività

Ferrari Elena

L'Ingegnere Elena Ferrari ha conseguito la Laurea in Ingegneria Chimica presso l'Università degli Studi di Genova ed è assunta presso la FN spa dal 2010. Ricopre attualmente le posizioni di Ricercatore Senior in qualità di Coordinatore di progetto, Responsabile del Laboratorio Materiale Compositi, Gestione Impianti CVI ed Analisi Chimico-Fisiche.

All'interno dello specifico Contratto ENEA-FN ha svolto le attività di coordinamento tecnico come responsabile di Contratto.

Maiola Giuseppe

Il Signor Maiola è assunto presso la FN spa dal 2007 in qualità di Tecnico di Processo e Addetto ai trattamenti termici.

All'interno dello specifico Contratto ENEA-FN ha svolto le attività di gestione e manutenzione dell'impianto CVI

Pappadà Antonio

Il Signor Pappadà è assunto presso la FN spa dal 2007 in qualità di Tecnico di Processo e Addetto ai trattamenti termici.

All'interno dello specifico Contratto ENEA-FN ha svolto le attività di gestione e manutenzione dell'impianto CVI

Cuccuru Gian Luca

Il Signor Cuccuru ha conseguito il titolo di studio di Perito elettromeccanico ad indirizzo navale ed è assunto presso FN spa dal 2002 nell'ambito dell'officina per lavorazioni meccaniche con utensili specifici. .

All'interno dello specifico Contratto ENEA-FN ha svolto le attività di lavorazione meccaniche specifiche su particolari di SiC e di acciaio.

Timo Maurizio

Il Signor Timo ha conseguito il Diploma di Maturità di Liceo Artistico ed è assunto presso FN spa dal 2006 come Tecnico addetto al supporto della ricerca e alle lavorazioni meccaniche e idrauliche.

All'interno dello specifico Contratto ENEA-FN ha svolto le attività di lavorazione meccaniche specifiche su particolari di SiC e di acciaio e supporto alla gestione dell'impianto CVI

Mannarino Loredana

La Dottoressa Mannarino è laureata in Fisica e lavora presso la FN spa dal 2006 occupandosi di attività di studio e ricerca per la produzione di ceramici mediante tape casting e delle analisi di caratterizzazione chimico-fisiche.

All'interno dello specifico Contratto ENEA-FN ha svolto le attività di caratterizzazione fisico-chimiche strutturali.

Mirabelli Fabrizio

Il Signor Mirabelli ha conseguito il Diploma di Maturità di Tecnico Commerciale e lavora presso la FN spa dal 2001 occupandosi di attività in qualità di Tecnico di Processo e Addetto ai controlli del Laboratorio Metrologico.

All'interno dello specifico Contratto ENEA-FN ha svolto le attività di caratterizzazione meccanica.

Naticchioni Valentina

La Dottoressa Naticchioni è laureata in Chimica ed ha conseguito il titolo di Dottore di Ricerca in Processi Chimici Industriali presso l'Università degli Studi di Roma La Sapienza. Assunta dalla FN spa dal 2012 come

Ricercatore si occupa di analisi di caratterizzazione ed attività di ricerca su materiali per applicazioni energetiche e compositi.

All'interno dello specifico Contratto ENEA-FN ha svolto le attività di caratterizzazione fisico-chimiche strutturali.

Porotto Germano

Il Signor Porotto ha conseguito il titolo di Attrezzista Meccanico presso l'Istituto Professionale INAPLI di Novi Ligure (AL) ed è dipendente della FN spa dal 1978 come Operatore di Produzione nel campo nucleare. Attualmente ricopre il ruolo di Responsabile del Settore Sviluppo Processi e Manutenzione.

All'interno dello specifico Contratto ENEA-FN ha svolto le attività di responsabile delle manutenzioni.

Ghisolfi Enrica

La Dottoressa Ghisolfi ha conseguito la Laurea in Fisica presso l'Università degli Studi di Pavia e lavora per la FN spa dal 1994. Attualmente ricopre la posizione di Ricercatore Senior in qualità di Responsabile del Laboratorio Metrologico e dell'Assicurazione della Qualità svolgendo attività di ricerca su materiali innovativi.

All'interno dello specifico Contratto ENEA-FN ha svolto le attività di responsabile della qualità e del laboratorio di caratterizzazione meccanica.

Balustro Maurizio

Il Signor Balustro ha conseguito il titolo di studio di Perito in elettronica industriale e lavora presso FN spa dal 2001 in qualità di tecnico specializzato di impianti ed elettricista PES.

All'interno dello specifico Contratto ENEA-FN ha svolto le attività di supporto operativo gestione dell'impianto CVI e manutenzioni elettriche.