

# Ricerca di Sistema elettrico



**Materiali e componenti avanzati per impianti CSP –  
Sviluppo di materiali e processi di deposizione per  
coating innovativi per tubi ricevitori evacuati di  
impianti micro-PTC a media temperatura e per  
coating innovativi per tubi ricevitori evacuati di  
impianti CSP ad alta temperatura (LA1.1)**

A. D'Angelo, C. Diletto, S. Esposito, A. Guglielmo, G. Rossi

MATERIALI E COMPONENTI AVANZATI PER IMPIANTI CSP - SVILUPPO DI MATERIALI E PROCESSI DI DEPOSIZIONE PER COATING INNOVATIVI PER TUBI RICEVITORI EVACUATI DI IMPIANTI MICRO-PTC A MEDIA TEMPERATURA E PER COATING INNOVATIVI PER TUBI RICEVITORI EVACUATI DI IMPIANTI CSP AD ALTA TEMPERATURA (LA1.1)

A. D'Angelo, C. Diletto, S. Esposito, A. Guglielmo, G. Rossi (ENEA)

Giugno 2023

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dell'Ambiente e della Sicurezza Energetica - ENEA  
Piano Triennale di Realizzazione 2022-2024

Obiettivo: Decarbonizzazione

Progetto: 1.9 "Solare termodinamico"

Linea di attività: LA1.1

Responsabile del Progetto: Antonio Guglielmo, ENEA

Responsabile Linea di Attività: Salvatore Esposito, ENEA

Mese inizio previsto: 1

Mese inizio effettivo: 1

Mese fine previsto: 18

Mese fine effettivo: 18

## Indice

1	RISULTATI ATTESI .....	3
2	RISULTATI OTTENUTI.....	4
3	PRODOTTI ATTESI.....	5
4	PRODOTTI SVILUPPATI .....	6
5	ANALISI DEGLI SCOSTAMENTI SU ATTIVITÀ E RISULTATI.....	7
6	SINTESI DELLE ATTIVITÀ SVOLTE .....	8
7	DETTAGLIO DELLE ATTIVITÀ SVOLTE.....	9
8	CONTRIBUTO DELLE EVENTUALI CONSULENZE ALLE ATTIVITÀ SOPRA DESCRITTE.....	14
9	PUBBLICAZIONI SCIENTIFICHE.....	15
10	EVENTI DI DISSEMINAZIONE .....	16

## 1 Risultati attesi

Nell'ambito della linea LA1.1 sono previste due attività: il risultato atteso dalla prima attività è la messa a punto di processi di deposizione ottimizzati per la fabbricazione di coating stabili per applicazione in tubi ricevitori solari evacuati di impianti micro-CSP di tipo micro-PTC operanti fino alla temperatura massima di 350 °C. Il risultato atteso dalla seconda attività della linea LA1.1 è la messa a punto di materiali e strutture in grado di stabilizzare il riflettore a infrarosso (IR) di argento (Ag) di un coating per tubi ricevitori solari evacuati di impianti CSP operanti fino alla temperatura massima di 550 °C.

## 2 Risultati ottenuti

Nell'ambito della linea di LA1.1 sono previste due attività. Il risultato atteso dalla prima attività della linea LA1.1 è stato completamente raggiunto. Sono stati sviluppati processi per la fabbricazione di coating stabili per applicazione in tubi ricevitori solari evacuati di impianti micro-CSP di tipo micro-PTC operanti fino alla temperatura massima di 350 °C. I materiali che compongono i coating sono stati depositati su tubi d'acciaio di 10 mm di diametro con processi di sputtering e, in particolare, i materiali nanocompositi a comportamento ceramico-metallico (CERMET) dell'assorbitore solare del coating sono stati realizzati con processi di co-sputtering applicando la tecnologia ENEA di deposizione del doppio nitruro. Tale tecnologia è stata scelta perché caratterizzata da processi di fabbricazione particolarmente efficaci per la loro semplicità, robustezza, basso costo e alta velocità di deposizione.

Il risultato atteso dalla seconda attività della linea LA1.1 è stato completamente raggiunto. Sono stati sviluppati processi e materiali per realizzare un coating con riflettore a IR d'Ag per tubi ricevitori solari evacuati di impianti CSP operanti fino alla temperatura massima di 550 °C. Nello specifico, il risultato è stato raggiunto realizzando su un tubo d'acciaio di 70 mm, mediante processi di sputtering e di co-sputtering, materiali e strutture in grado di stabilizzare il riflettore IR d'Ag fino alla temperatura massima di 550 °C.

Un ulteriore risultato ha riguardato la realizzazione di materiali ceramici con la tecnica low-cost di tipo "conformale" sol-gel e deposizione per spin-coating, al fine di valutare le potenzialità di impiego di tali materiali come strati antiriflesso di un coating solare. Nello specifico, sono stati sviluppati i processi per depositare film di silice a 3 diversi gradi di porosità.

I risultati ottenuti nell'ambito della linea LA1.1 sono da considerarsi intermedi e quindi non in grado di indicare eventuali benefici per il sistema elettrico nazionale. Tuttavia, le attività condotte evidenziano come i materiali sviluppati sono potenzialmente in grado di essere utilizzati per realizzare coating di tubi ricevitori solari evacuati di impianti micro-CSP e CSP con prestazioni fototermiche e di durabilità molto interessanti.

Un ulteriore risultato non previsto da capitolato di Progetto ha riguardato l'impiego della silice, realizzata mediante processo sol-gel e depositata per spin coating, come strato protettivo di coating solari operanti in aria. Nella fattispecie, a partire dai risultati ottenuti nel precedente PTR 2019-2021, nella presente LA1.1 lo strato di silice migliore, in termini di proprietà ottiche e microstruttura, è risultato quello con la porosità più bassa, ovvero, quello avente le migliori proprietà barriera. Questo materiale è stato impiegato come ultimo strato del filtro antiriflesso dei coating del precedente PTR 2019-2021 al fine di verificare la stabilità degli stessi in aria ad alta temperatura (fino a 600 °C). I risultati ottenuti con questa attività sono stati pubblicati all'interno di un articolo come riportato nel successivo paragrafo 9 del presente report.

### 3 Prodotti attesi

Per linea di attività LA1.1, il prodotto atteso è un report tecnico che riporta la descrizione dei materiali e processi di deposizione sviluppati per coating innovativi per tubi ricevitori evacuati di impianti micro-PTC a media temperatura e per coating innovativi per tubi ricevitori evacuati di impianti CSP ad alta temperatura.

## 4 Prodotti sviluppati

Per la linea di attività LA1.1, il prodotto sviluppato è il presente report dal titolo: “Materiali e componenti avanzati per impianti CSP - Sviluppo di materiali e processi di deposizione per coating innovativi per tubi ricevitori evacuati di impianti micro-PTC a media temperatura e per coating innovativi per tubi ricevitori evacuati di impianti CSP ad alta temperatura”. Il nome del file identificativo del presente rapporto è: **ENEA22\_24-RT-PR1.9-LA1.1\_037.pdf**

## 5 Analisi degli scostamenti su attività e risultati

Le attività della linea LA1.1 sono state svolte senza scostamenti tecnici e con limitati scostamenti economici rispetto a quanto previsto nel capitolato vigente di Progetto.

In particolare, la criticità tecnica considerata nel “piano di rischio”, conseguente alla deposizione dei materiali d’interesse su substrati tubolari di diametro 10 mm mediante una macchina di sputtering progettata e realizzata per depositare su substrati tubolari di diametro 70 mm, è stata superata sviluppando processi di deposizione (descritti nella sezione 7. del presente report) particolarmente energetici individuando opportune combinazioni dei parametri di processo quali potenza, pressione e flusso di gas.

In merito agli scostamenti economici, valgono le seguenti considerazioni.

Nel capitolato di Progetto (cfr. “Scheda C3”) è preventivato un costo totale della LA1.1 (escluse spese generali) pari a 81.089,68 €, ripartito tra costi di personale (categoria A) per 66.550,00 €, costi per strumenti/attrezzature/software specifico (categoria B) per 1.157,25 € e costi di esercizio (categoria C) per 13.382,43 €.

Il costo totale (escluse spese generali) effettivamente sostenuto per l’esecuzione della LA1.1 è di 83.749,94 € e risulta, pertanto, superiore di circa 2,7 k€ ( $\approx +3,3\%$ ) rispetto a quello a preventivo. Al tale importo, esposto a consuntivo, concorrono costi di personale per 72.710,00 €, costi per strumenti/attrezzature/software specifico per 1.132,96 € e costi di esercizio per 9.906,98 €.

Per quanto attiene ai costi di personale, l’importo superiore di circa 6,2 k€ ( $\approx +9,3\%$ ) a consuntivo deriva dal:

- maggior numero di ore di personale (di sub-categoria A.1) che sono state necessarie per superare la criticità tecnica sopra evidenziata. In particolare, in luogo delle 1730 ore complessivamente preventivate sono state effettivamente impiegate un totale di 1800 ore; le 70 ore in più richieste ( $\approx +4,0\%$  rispetto alle ore preventivate) sono relative al maggior impegno del primo ricercatore responsabile della LA1.1 che è la figura, presente nel gruppo di ricerca impegnato nella LA in oggetto, di maggior esperienza nell’attività di sviluppo e messa a punto di processi di deposizione di tipo sputtering, anche d’interesse industriale, su substrato tubolare rotante;
- nuovo inquadramento giuridico-economico, a far data dal 1/1/2023, con passaggio da ricercatore EPR (fascia di costo standard “Livello Medio”) a primo ricercatore EPR (fascia di costo standard “Livello Alto”), di n° 1 unità di personale rendicontata nella LA1.1.

Per quanto attiene ai costi per strumenti/attrezzature/software specifico, l’importo a consuntivo è allineato a quello a preventivo; l’importo a consuntivo è stato calcolato applicando il criterio della quota d’uso ai costi di acquisto relativi alle previste forniture (i) di componenti e software per l’up-grade di uno spettrofotometro UV-Vis-NIR e (ii) di uno spin-coater completo di accessori.

Per quanto attiene ai costi di esercizio, all’importo a consuntivo concorrono costi di sub-categoria C.1 relativi alla fornitura di azoto liquido e di materiali per il laboratorio di ottica del Centro Ricerche ENEA di Portici (lampade UV e Vis per spettrofotometri), per un totale di 9.260,75 €, e costi di sub-categoria C.3 relativi a viaggi e missioni, limitati a 646,23 €. L’importo a consuntivo dei costi di esercizio è inferiore di circa 3,5 k€ ( $\approx -26,0\%$ ) rispetto a quello a preventivo a causa della consegna successiva alla chiusura della LA1.1 di ulteriori materiali per il laboratorio di ottica (standard di riferimento certificati per spettrofotometri), il cui costo di acquisto è pari a 3.656,34 €, che saranno comunque impiegati e rendicontati nel prosieguo del Progetto in quanto necessari per l’esecuzione della successiva LA1.2.

## 6 Sintesi delle attività svolte

La linea LA1.1 prevedeva di svolgere due attività principali. La prima attività ha riguardato lo sviluppo di processi per la fabbricazione di coating stabili per applicazione in tubi ricevitori solari evacuati di impianti micro-CSP di tipo micro-PTC operanti fino alla temperatura di 350 °C. I materiali realizzati in questa prima attività si sono dimostrati potenzialmente idonei alla fabbricazione di coating stabili fino alla temperatura di 350 °C.

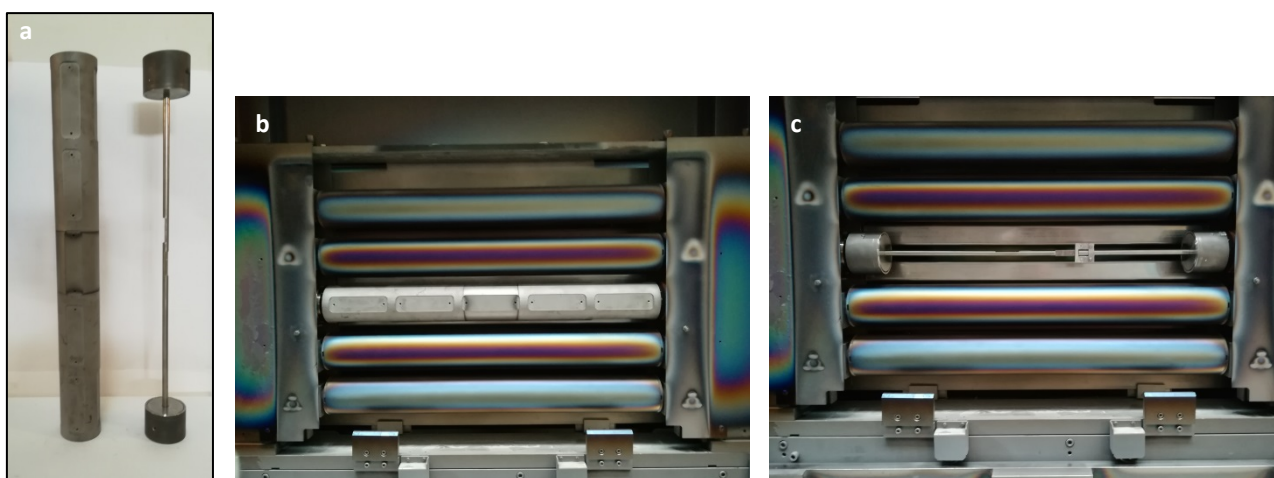
La seconda attività ha riguardato lo sviluppo di processi e materiali per realizzare coating con riflettore a IR d'Ag per tubi ricevitori solari evacuati di impianti CSP operanti fino alla temperatura massima di 550 °C. Materiali e strutture sviluppati in questa seconda attività si sono dimostrati idonei a stabilizzare il riflettore IR d'Ag alla temperatura di 550 °C.

Un ulteriore risultato ha riguardato la realizzazione con tecnica sol-gel e deposizione per spin-coating di film di silice come strato antiriflesso di un coating solare.

## 7 Dettaglio delle attività svolte

Nell'ambito della linea LA1.1 erano previste due attività principali.

La prima attività della LA1.1 ha riguardato lo sviluppo di processi per la fabbricazione di coating stabili per applicazione in tubi ricevitori solari evacuati di impianti micro-CSP di tipo micro-PTC operanti fino alla temperatura massima di 350 °C. I materiali dei coating sono stati realizzati mediante un impianto di sputtering operativo presso il C.R. ENEA di Portici progettato per depositare su substrati tubolari di diametro 70 mm. Poiché i tubi ricevitori solari degli impianti micro-PTC considerati nell'ambito del Progetto hanno diametro pari a 10 mm, è stato innanzitutto realizzato un tubo porta-substrati di diametro 10 mm. La figura 1a mostra i tubi porta-substrati di diametro 70 mm e 10 mm mentre le figure 1b e 1c mostrano rispettivamente il tubo porta-substrati da 70 mm e quello da 10 mm alloggiati sul carrello che li trasporta all'interno dell'impianto di sputtering.



**Figura 1. a) Tubo porta-substrati di diametro 70 mm (sx) e 10 mm (dx); b) tubo porta-substrati da 70 mm montato sul carrello; c) tubo porta-substrati da 10 mm montato sul carrello**

I materiali base dei coating di questa prima linea di attività sono stati mutuati da studi precedentemente condotti in ENEA sui coating sviluppati per tubi ricevitori solari evacuati di impianti CSP operanti a 400 °C. Questi studi avevano dimostrato che il riflettore a IR d'argento (Ag) era particolarmente adatto per questa tipologia di coating perché aveva un'alta riflettanza nell'IR che consentiva di avere valori molto bassi di emissività termica. Tuttavia, l'utilizzo efficace di questo metallo come riflettore a IR era vincolato alla deposizione di uno strato sottostante di tungsteno (W) che aveva la funzione di favorire l'adattamento termomeccanico tra il riflettore IR d'Ag e il substrato d'acciaio (SS) e di bloccare la diffusione elementare da e verso il SS. Come assorbitore solare (AS), gli studi ENEA avevano individuato i materiali ceramico-metallico (CERMET) realizzati con processi di co-sputtering applicando la tecnologia ENEA di deposizione del doppio nitrato. Tale tecnologia è particolarmente attraente perché caratterizzata da processi di fabbricazione semplici, robusti, a basso costo e ad alta velocità di deposizione. Nel caso specifico, i materiali utilizzati per realizzare i CERMET sono stati il nitrato di alluminio (AlN) e il nitrato di tungsteno (WN). Infine, come materiali del filtro antiriflesso (AR) sono stati selezionati l'AlN, i CERMET di WN-AlN a basso contenuto metallico e la silice (SiO<sub>2</sub>).

Una volta individuati i materiali dei coating, sono stati sviluppati i processi per depositarli in modo che i coating risultanti fossero otticamente e strutturalmente stabili fino a 350 °C in vuoto e in aria nelle condizioni di stoccaggio dei tubi ricevitori. Il comportamento del coating in aria nelle condizioni di stoccaggio dei tubi ricevitori è molto importante se si considera che, in una linea produttiva industriale, i tubi d'acciaio ricoperti dal rivestimento possono restare in aria anche per alcuni mesi prima di essere incapsulati sottovuoto.

Una serie di coating dalle prestazioni fototermiche non ottimizzate è stata realizzata agendo su: parametri di pretrattamento del SS, densità di potenza (S), pressioni di processo (p), flusso dei gas ( $\phi$ ), velocità di rotazione ( $\omega$ ) e di traslazione (v) del porta-substrati.

I coating realizzati sono stati sottoposti a test accelerati di ageing in vuoto alla temperatura di 615 °C in un forno programmabile e a test in aria in camera climatica per stimarne la stabilità rispettivamente in vuoto e in aria. I risultati dei test hanno permesso di individuare le condizioni ottimali di processo per realizzare i materiali potenzialmente idonei alla fabbricazione di coating stabili per applicazione in tubi ricevitori solari evacuati di impianti micro-CSP di tipo micro-PTC operanti fino alla temperatura massima di 350 °C. I pretrattamenti utili del SS sono risultati i seguenti: (i) plasma ionico di argon (Ar), (ii) riscaldamento termico e, infine, (iii) plasma elettronico di Ar. In tabella 1 sono riportati i parametri di processo dei 3 pretrattamenti effettuati.

**Tabella 1. Parametri di processo per pretrattare il SS montato sul tubo porta-substrati da 10 e 70 mm di diametro**

Parametri	Plasma ionico	Riscaldamento	Plasma elettronico
Tensione applicata al SS (V)	3000		
Temperature resistenze 1, 2 e 3 (°C)		480, 490, 490	
Corrente applicata al SS (mA)			3000
$\Phi$ (sccm)	200		200
p ( $\mu$ bar)	25		15
$\omega$ (rpm)	20	60	60
Durata (min)	10	60	10

Sul SS pretrattato è stato, quindi, depositato uno strato di W denso, compatto e a bassa difettosità con ottime proprietà di adattamento e di barriera con un processo di sputtering DC (Direct Current) ad alta energia. Nella tabella 2 sono riportati i parametri di processo utilizzati per realizzare lo strato di W.

**Tabella 2. Parametri di processo per depositare gli strati dei coating per applicazioni fino a 350 °C**

Parametri	W	Ag	AS CERMET WN-AIN	AIN dell'AR	WN-AIN dell'AR	SiO <sub>2</sub> dell'AR
S W (W/cm <sup>2</sup> )	13.33		2.22, 4.44, 6.66, 8.88, 11.11, 13.33		1.33	
S Ag (W/cm <sup>2</sup> )		4.39				
S Al (W/cm <sup>2</sup> )			5.17	5.17	5.17	
S Si (W/cm <sup>2</sup> )						5.17
$\Phi_{Ar}$ (sccm)	100	200	200	200	200	200
$\Phi_{N_2}$ (sccm)			50	50	50	60
$\Phi_{O_2}$ (sccm)						
p ( $\mu$ bar)	4	10	10	10	10	10
$\omega$ (rpm)	15	30	60	60	60	60
v (mm/min)	500	2000	3000	3000	3000	3000

Lo strato stabilizzato di W è stato depositato con uno spessore di circa 120 nm e su di esso è stato realizzato il riflettore a IR d'Ag dello spessore di circa 120 nm mediante un processo di sputtering DC con i parametri di processo riportati in tabella 2.

Per progettare e realizzare l'AS sono stati depositati e caratterizzati otticamente 6 CERMET di WN-AIN. Questi CERMET sono stati utilizzati o direttamente come strati dell'AS o per ricavare, mediante interpolazione, le costanti ottiche dei materiali CERMET che non sono stati realizzati. La componente ceramica dei CERMET è stata depositata con un processo MF reattivo mentre quella metallica è stata

depositata con un processo DC. Il processo di co-sputtering è stato condotto in plasma di Ar e N<sub>2</sub> ad alto  $\phi$  di N<sub>2</sub>. La tabella 2 riporta i parametri di processo utilizzati per realizzare i 6 CERMET.

In ultimo l'AR è stato realizzato mediante i seguenti processi: l'AIN mediante un processo MF reattivo in plasma di Ar e N<sub>2</sub> ad alto  $\phi$  di N<sub>2</sub>, il CERMET WN-AIN con lo stesso processo utilizzato per i CERMET dell'AS ma a S più bassa del catodo di W, e l'SiO<sub>2</sub> mediante un processo MF reattivo in plasma di Ar e O<sub>2</sub> ad alto  $\phi$  di O<sub>2</sub>. La tabella 2 mostra i parametri di processo impiegati per realizzare gli strati dell'AR.

La seconda attività della LA1.1 ha riguardato la messa a punto di materiali e strutture in grado di stabilizzare il riflettore a IR di Ag di coating per tubi ricevitori solari evacuati di impianti CSP operanti fino alla temperatura massima di 550 °C. L'attività condotta per realizzare coating su tubi ricevitori solari di 70 mm ha avuto come primo obiettivo quello di identificare materiali e strutture in grado di stabilizzare il riflettore IR d'Ag fino alla temperatura massima di 550 °C. Come struttura per stabilizzare lo strato di Ag è stata utilizzata quella formata da solo due strati, il primo da depositare tra il riflettore IR d'Ag e il SS, il secondo da depositare tra il riflettore IR d'Ag e l'AS.

Come evidenziato in precedenza, gli studi condotti sui coating per tubi ricevitori evacuati per i 400 °C avevano dimostrato che uno strato di W era in grado sia di favorire l'adattamento termomeccanico tra il riflettore IR d'Ag e il SS, sia di bloccare la diffusione elementare da e verso il SS. Questo risultato ha suggerito di utilizzare il W come primo strato stabilizzante tra il SS e il riflettore d'Ag anche per la temperatura operativa dei coating di 550 °C. Pertanto, dopo aver sottoposto il SS ai processi di pretrattamento riportati in tabella 1, sono stati depositati mediante processi di sputtering DC prima uno strato di W spesso 120 e, quindi, uno strato d'Ag spesso 120 nm. I parametri di processo utilizzati per depositare i due strati metallici sono riportati in tabella 2.

Sullo strato di Ag è stato quindi depositato il secondo strato stabilizzante; nello specifico, sono stati testati 6 strati ceramici e 2 strati CERMET. I materiali ceramici testati sono stati i seguenti: 2 AIN, realizzati a basso e ad alto  $\phi$  di N<sub>2</sub>, 3 nitruri di silice (SiN<sub>x</sub>), realizzati a basso, a medio e ad alto  $\phi$  di N<sub>2</sub> e, infine, un'allumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) a basso  $\phi$  di O<sub>2</sub>. Le sei ceramiche sono state realizzate mediante processi MF reattivi i cui parametri di processo sono riportati in tabella 3. I materiali ceramici scelti sono tutti di comprovata stabilità strutturale in vuoto alla temperatura di 550°C e, in generale, si fanno preferire come strati barriera perché possono essere realizzati densi, compatti e a bassa difettosità. Inoltre, essi sono trasparenti in tutta la regione spettrale di interesse e, quindi, non degradano le proprietà riflettenti dell'Ag. Una possibile criticità derivante dal loro impiego riguarda l'adattamento termomeccanico che potrebbe non essere ottimale avendo i materiali ceramici coefficienti di dilatazione termica molto diversi da quelli degli strati metallici e degli strati CERMET confinanti.

**Tabella 3. Parametri di processo per depositare le barriere**

Parametri	AIN alto	AIN basso	SiN <sub>x</sub> alto	SiN <sub>x</sub> medio	SiN <sub>x</sub> basso	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> basso	W-AIN media	W-AIN bassa
	$\phi$ di N <sub>2</sub>	$\phi$ di N <sub>2</sub>	$\phi$ di N <sub>2</sub>	$\phi$ di N <sub>2</sub>	$\phi$ di N <sub>2</sub>	$\phi$ di O <sub>2</sub>	S di W	S di W
S W (W/cm <sup>2</sup> )							3.11	1.33
S Al (W/cm <sup>2</sup> )	5.17	2.58				2.58	2.58	2.58
S Si (W/cm <sup>2</sup> )			1.29	1.29	1.29			
$\Phi_{Ar}$ (sccm)	400	400	400	400	400	400	400	400
$\Phi_{N_2}$ (sccm)	50	25	60	40	20		30	30
$\Phi_{O_2}$ (sccm)						22		
p ( $\mu$ bar)	10	10	10	10	10	10	10	10
$\omega$ (rpm)	60	60	60	60	60	60	60	60
v (mm/min)	1000	1000	1000	1000	1000	500	1000	1000

Sullo strato di Ag sono stati depositati anche due strati stabilizzanti di CERMET di W-AIN, il primo a basso e il secondo a medio contenuto metallico. Una tale scelta è motivata dal fatto che i CERMET stabilizzanti e gli strati confinanti dovrebbero avere una maggiore compatibilità termomeccanica essendo i loro coefficienti

di dilatazione termica più simili. Inoltre, più basso è il contenuto metallico del CERMET maggiore è il suo carattere ceramico, con tutti i benefici derivanti in termini di densità, compattezza e bassa difettosità dello strato. I materiali CERMET sono stati realizzati mediante la tecnica del co-sputtering: la componente ceramica è stata depositata mediante un processo MF reattivo mentre la componente metallica è stata depositata mediante un processo DC. I parametri di processo utilizzati per depositare i due CERMET sono riportati in tabella 3.

L'attività di ricerca è proseguita con la realizzazione dell'AS e del AR. 5 CERMET di W-AIN sono stati depositati e otticamente caratterizzati per progettare e realizzare l'AS. Nel caso specifico, i 5 CERMET di W-AIN sono stati depositati mediante gli stessi processi adoperati per i CERMET stabilizzanti e i parametri di processo utilizzati sono riportati in tabella 4. Infine, l'AR è stato realizzato mediante i seguenti processi: l'AIN mediante un processo MF reattivo in plasma di Ar e N<sub>2</sub> a basso  $\phi$  di N<sub>2</sub>, il CERMET W-AIN a basso contenuto metallico con lo stesso processo utilizzato per i CERMET dell'AS, e l'SiO<sub>2</sub> mediante un processo MF reattivo in plasma di Ar e O<sub>2</sub> a basso  $\phi$  di O<sub>2</sub>. La tabella 4 mostra i parametri di processo impiegati per realizzare gli strati dell'AR.

**Tabella 4. Parametri di processo per depositare l'AS e l'AR dei coating per applicazioni fino a 550 °C**

Parametri	AS CERMET W-AIN	AIN dell'AR	W-AIN dell'AR	SiO <sub>2</sub> dell'AR
S W (W/cm <sup>2</sup> )	0.44, 1.33, 2.22, 3.11, 4.00		1.33	
S Al (W/cm <sup>2</sup> )	2.58	2.58	2.58	
S Si (W/cm <sup>2</sup> )				3.81
$\Phi_{Ar}$ (sccm)	400	400	400	200
$\Phi_{N_2}$ (sccm)	30	25	30	
$\Phi_{O_2}$ (sccm)				18
p ( $\mu$ bar)	10	10	10	10
$\omega$ (rpm)	60	60	60	60
v (mm/min)	1000	1000	1000	3000

Materiali e processi sviluppati in questa seconda linea sono stati utilizzati per realizzare 8 coating dalle prestazioni fototermiche non ottimizzate, uno per ogni barriera sviluppata, le cui strutture sono mostrata in tabella 5.

**Tabella 5. Struttura degli 8 coating realizzati**

Coating	Barriera 1	Riflettore IR	Barriera 2	AS	AR
1			AIN basso $\phi$ di N <sub>2</sub>		
2			AIN alto $\phi$ di N <sub>2</sub>		
3			SiN <sub>x</sub> basso $\phi$ di N <sub>2</sub>		
4	W	Ag	SiN <sub>x</sub> medio $\phi$ di N <sub>2</sub>	W-AIN	AIN+W-AIN+SiO <sub>2</sub>
5			SiN <sub>x</sub> alto $\phi$ di N <sub>2</sub>		
6			Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> basso $\phi$ di O <sub>2</sub>		
7			W-AIN basso S di W		
8			W-AIN medio S di W		

La stima della durabilità dei coating a 550 °C è stata valutata attraverso il degrado dell'assorbanza solare ( $\alpha_s$ ) e dell'emissività termica ( $\epsilon_{th}$ ), dopo una serie di test di ageing accelerati effettuati a temperature superiori di quella di esercizio (620 e 690 °C). I risultati dei test hanno mostrato che le barriere di AIN a

basso e ad alto  $\phi$  di  $N_2$  e la barriera di  $Al_2O_3$  assicuravano la migliore stabilità ottica dei coating. Nello specifico, i 3 coating mostravano una sostanziale invarianza di  $\alpha_s$  nel tempo mentre il degrado di  $\varepsilon_{th}$  dopo 25 anni di servizio alla temperatura di 550 °C era di 0.17% per il coating 1, di 0.22% per il coating 2 e di 0.02% per il coating 6. Pertanto, i risultati ottenuti evidenziano che i coating con riflettore a IR d'Ag possono operare alla temperatura massima di 550 °C a patto di utilizzare strutture in grado di stabilizzare il riflettore IR d'Ag.

Un'ulteriore attività della linea LA1.1 ha riguardato la realizzazione di materiali ceramici attraverso tecniche low-cost al fine di valutarne le potenzialità di impiego in qualità di strati antiriflesso di un coating solare. Nella fattispecie, sono stati realizzati materiali a base di silice attraverso processo sol-gel e successiva deposizione per spin coating. L'obiettivo è stato quello di sperimentare tecniche di deposizione di tipo "conformale", alternative allo sputtering, al fine di realizzare i film antiriflesso. La tecnica sol-gel presenta il vantaggio di essere semplice, controllabile e permette la deposizione delle soluzioni realizzate mediante tecniche low-cost quali, ad esempio, lo spin-coating; i materiali ottenuti sono caratterizzati da elevati gradi di purezza e omogeneità ed è possibile controllare facilmente la stechiometria e porosità dei film. Film di silice con 3 differenti gradi di porosità sono stati ottenuti attraverso soluzioni in cui i rapporti molari tra i vari precursori organici/inorganici (TEOS, etanolo, acqua) sono stati mantenuti costanti mentre è stato variato il tipo di catalizzatore acido (acido cloridrico o ossalico) impiegato e il relativo rapporto molare. Il campione di silice migliore, in termini di proprietà ottiche e microstruttura, è stato quello a più bassa porosità ottenuto a partire dalla soluzione catalizzata con acido ossalico alla minima concentrazione con i seguenti rapporti molari: TEOS : etanolo : acqua : acido ossalico  $\rightarrow$  1 : 32 : 32 : 0.00002. La soluzione è stata depositata per spin-coating, su substrati di Eagle XG precedentemente puliti con lampada UV-ozono, utilizzando i seguenti parametri di processo:  $\omega=3500$  rpm,  $t=30$  s, accelerazione 500 rpm/s. Successivamente alla deposizione, i film sono stati sottoposti a riscaldamento su piastra, a 100 °C per 5', per promuovere la formazione di un film denso. Analisi morfo-strutturali eseguite sul campione hanno evidenziato l'ottenimento di un film in forma amorfa caratterizzato da una superficie uniforme.

## 8 Contributo delle eventuali consulenze alle attività sopra descritte

Nessuna consulenza è stata utilizzata all'interno della presente linea di attività LA1.1.

## 9 Pubblicazioni scientifiche

G. Rossi, A. D'Angelo, C. Diletto, S. Esposito, A. Guglielmo, M. Lanchi, "New spectrally selective coatings for CSP linear receivers operating in air at high temperature", *Applied Research* (2023), e202200117. <https://doi.org/10.1002/appl.202200117>.

## 10 Eventi di disseminazione

Dall'attività svolta è scaturita la partecipazione con presentazione orale al "Symposium A - Materials, components and characterization of energy harvesters for self-powered electronics" nell'ambito della conferenza internazionale "2022 E-MRS (European Materials Research Society) Fall Meeting and Exhibit", Varsavia, Polonia, 19-22 Settembre 2022.

Trattandosi di attività di disseminazione, la partecipazione alla suddetta conferenza internazionale è rendicontata nell'ambito della specifica linea di attività LA1.25: "Comunicazione e disseminazione dei risultati da Gennaio 2022 a Giugno 2023".