



Agenzia nazionale per le nuove tecnologie, l'energia  
e lo sviluppo economico sostenibile



*Ministero dello Sviluppo Economico*

RICERCA DI SISTEMA ELETTRICO

Accordo di Collaborazione ENEA- FN per “Realizzazione di pannelli e  
campioni in SiCf/SiC per caratterizzazioni fisico-meccaniche”

LAC 073 R380

*Elena Ferrari, Stefania Baccaro*



ACCORDO DI COLLABORAZIONE ENEA-FN PER "REALIZZAZIONE DI PANNELLI E CAMPIONI DI SICF/SIC PER CARATTERIZZAZIONI FISICO-MECCANICHE-LAC 073 R380

Elena Ferrari (FN), Stefania Baccaro (FN)

Settembre 2012

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico - ENEA

Area: Governo, gestione e sviluppo del sistema elettrico nazionale

Progetto: 1.3.2 Fusione nucleare: attività di fisica e tecnologia della fusione complementari a ITER

Responsabile del Progetto: Aldo Pizzuto, ENEA

## Indice

Sommario .....	4
<b>1. Introduzione .....</b>	<b>5</b>
<b>2. Documenti di riferimento .....</b>	<b>5</b>
<b>3. Descrizione attività svolte.....</b>	<b>6</b>
3.1. <i>Premessa generale .....</i>	6
3.2 <i>Definizione procedura operativa realizzazione pannelli in SiC/SiC.....</i>	6
3.3. <i>Preparazione preforme.....</i>	12
3.4. <i>Interfase di carbonio.....</i>	15
3.5. <i>Densificazione Pannelli e Tubi .....</i>	17
<b>4. Riepilogo costi per rendicontazione .....</b>	<b>20</b>
5. Conclusioni .....	22

### ALLEGATI

All. 1 – Certificato Tyranno SA

All. 2 – Certificazione impianto CVI normativa AMS 2750D

All. 3 – Microanalisi interfase di carbonio

## Sommario

Scopo della presente relazione e quello di descrivere la fase conclusiva del lavoro svolto all'interno dell'Accordo di collaborazione tra ENEA ed FN S.p.A. relativo alla realizzazione di pannelli e campioni di SiC/SiC.

Il processo CVI (Chemical Vapor Infiltration) 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.

In questa fase sono stati definiti i parametri ottimali per l'infiltrazione di carbonio e per l'infiltrazione del carburo di silicio, tale lavoro ha portato alla definizione delle procedure operative LAC 073 N238 e LAC 073 N241.

## 1. Introduzione

Il presente lavoro si inserisce nell'ambito dell'Accordo di Programma MSE-ENEA sulla Ricerca di Sistema Elettrico – PAR 2011 ed è relativo al progetto 1.3.2 *“Fusione Nucleare: 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<sub>f</sub>/SiC per caratterizzazioni fisico-meccaniche”*, 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:

- ASQ 073 Q 129 – Piano di Qualità relativo alla realizzazione di pannelli in composito a matrice ceramica;
- ASQ 073 Q 130 – 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 Documenti di assicurazione qualità:

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

2.4 Procedure operative e fogli parametri:

- LAC 073 N238 – Realizzazione pannelli in SiC/SiC tramite processo CVI
- LAC 073 N239 – Realizzazione tubi in SiC/SiC tramite processo CVI
- LAC 073 N240 – Foglio Parametri processo CVI infiltrazione interfase di carbonio
- LAC 073 N241 – Fogli Parametri processo CVI infiltrazione carburo di silicio

### 3. Descrizione attività svolte

#### 3.1. Premessa generale

Nella precedente 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).

Scopo di questa attività di ricerca è l'ottimizzazione del processo di produzione dei pannelli con definizione di una procedura operativa specifica e l'applicazione di tale processo alla realizzazione di geometrie più complesse (tubi) e spessori dei pannelli più elevati.

Lo studio di fattibilità di densificazione degli yarns, come descritto nella relazione intermedia LAC 073 R378, non ha avuto esito positivo: gli yarns sono troppo fragili e delicati per poter essere ricavati dal tessuto plain weave e maneggiati.

Al fine di valutare le performance dell'impianto CVI, l'uniformità e la stabilità di temperatura, è stata effettuata una certificazione del forno dal Laboratorio certificato LTTS s.r.l. secondo la normativa AMS 2750 D – Pirometry. L'impianto risulta in classe 2 con una differenza di temperatura tra le zone, ad entrambe le temperature di lavoro (infiltrazione di carbonio e di carburo di silicio), e in fase di riscaldamento, di  $\pm 6^\circ\text{C}$ ; la stabilità di ogni zona in 60 minuti è inferiore a  $\pm 1,5^\circ\text{C}$  per entrambe le zone (vedi Allegato 2).

#### 3.2 Definizione procedura operativa realizzazione pannelli in SiC/SiC

La realizzazione di pannelli in SiC/SiC per ambito "fusione" è da diversi anni oggetto di studio e di ricerca da parte di FN in collaborazione con ENEA.

Nel corso di questa annualità sono stati definiti i parametri ottimali di infiltrazione di carbonio per l'interfase e di carburo di silicio per la matrice.

FN ha quindi redatto una procedura operativa specifica, tenendo conto delle richieste di ENEA, per la realizzazione di pannelli in SiC/SiC dal reperimento delle materie prime, alla consegna del composito finale con caratterizzazione preliminare per verifica delle caratteristiche.

Nello schema seguente è riassunto il contenuto della procedura operativa LAC073 N238 interna di FN:

- Reperimento materie prime

Le fibre Tyranno SA 3rd-grade sono state scelte in base all'esperienza FN e in accordo con ENEA: tali fibre hanno natura cristallina e ottime caratteristiche. Il produttore delle fibre è la UBE Industries, Giappone con tempi di consegna del materiale dai 4 ai 6 mesi.

La resina fenolica in polvere utilizzata per la realizzazione delle preforme è la FERS FB 8230.

Il metiltriclorosilano, precursore dell'MTS, è della Carlo Erba.

- Scelta numero di tele

Il numero delle tele è funzione dello spessore del pannello finale e funzione della percentuale di fibra che si vuole ottenere: nel caso specifico il rapporto in volume delle fibre è circa 37%.

- Impregnazione tele e ciclo di cura in autoclave

L'impregnazione delle fibre con resina fenolica è effettuata in FN, mentre il ciclo di cura in autoclave è affidato ad una ditta esterna, CBS compositi avanzati con ciclo fornito da FN in base alla propria esperienza.

- Ciclo di pirolisi ad alta temperatura

Le preforme sono sottoposte a ciclo di pirolisi ad alta temperatura, nel forno ITEM, per eliminare i residui di resina. I pannelli sono posizionati tra ripiani di grafite, in modo da mantenere la planarità ed eliminare eventuali "curvature" sui bordi dovuti al tiro del sacco a vuoto in autoclave.

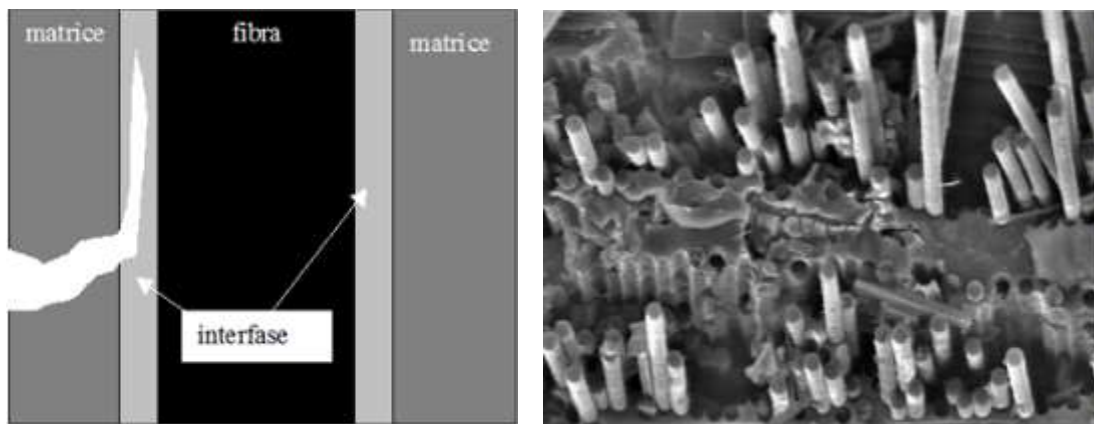


**Figura 1 – Forno ITEM**

- Interfase di carbonio

L'interfase di Carbonio è molto importante per diminuire il comportamento fragile dei compositi e viene realizzata con un ciclo di infiltrazione di carbonio nell'impianto CVI.

Il carbonio, prodotto della decomposizione del metano, si deposita sulle fibre creando intorno ad esse un'interfase che permette di passare da un comportamento fragile del materiale ad un comportamento di tipo pseudo-plastico: un'eventuale cricca si propagherebbe prima nell'interfase e successivamente nella fibra ceramica dissipando energia e dando vita al fenomeno del fiber-pullout.



**Figura 2- Propagazione di una cricca all'interno di un CMC; sezione di rottura di un CMC con "fiber pullout"**

Nel foglio parametri LAC 073 N240 sono indicati i parametri di temperatura, pressione e percentuale dei gas di reazione e trasporto per questo specifico processo.

I campioni non devono appoggiarsi alla parete della camera del forno e non si devono toccare tra di loro.

Nel CVI i gas entrano da aperture nel fondo del forno, aperture che devono risultare il più libero possibile. Per mantenere in posizione verticale i pannelli vengono utilizzati piccoli blocchetti di grafite (due per ogni singolo pannello) con intagli appositamente realizzati in base alla larghezza del pannello da sostenere. Il pannello viene pertanto inserito in tali fessure e fissato con pezzi quadrati di grafoil aventi lato di circa 10 mm, questo per ridurre al minimo la porzione di pannello "coperta" per l'appunto dal grafoil. Per i tubi è stata realizzata una piastra con fori delle dimensioni del diametro esterno dei tubi che permette di mantenere i tubi verticali paralleli alla direzione dei gas. Anche i tubi sono fissati alla propria piastra di sostegno con un piccolo ritaglio di grafoil.

Lo spessore ottimale dell'interfase di carbonio è di circa 0,3  $\mu\text{m}$ .

Viene prelevato un campione per analisi al SEM per verificare l'avvenuta deposizione e quantificare lo spessore della matrice depositata.

In caso di spessore insufficiente il ciclo di infiltrazione di carbonio deve essere ripetuto.

- Infiltrazione di Carburo di Silicio

Nel foglio parametri LAC 073 N241 sono indicati i parametri di temperatura, pressione e percentuale dei gas di reazione e trasporto per l'infiltrazione di SiC nel forno CVI.





**Figura 3- Impianto CVI**

La pressione è un parametro fondamentale per una deposizione ottimale del SiC sulle fibre: ogni volta che il forno CVI viene aperto per pesare i pannelli, essendo la camera e tutti i componenti del forno in grafite, prima di poter ripartire con i cicli di densificazione è necessario almeno un ciclo di degasaggio.

Se non viene effettuato questo ciclo durante il ciclo di infiltrazione il forno “degasa” ed aumenta la pressione all’interno compromettendo il ciclo di densificazione stesso.

Dopo ogni ciclo di densificazione si dovrebbe aprire il forno e pesare i campioni per verificare l’avvenuta infiltrazione. Considerati i tempi per aprire il forno (dopo un ciclo di MTS prima di poter aprire il forno sono necessari lavaggi della camera con gas inerte per la sicurezza dell’operatore) e i tempi per il ciclo di degasaggio si è deciso di pesare i pannelli dopo circa 16 ore di infiltrazione.

Il precursore di SiC, il metiltriclorosilano (MTS), è liquido ed è contenuto in un recipiente d’acciaio circondato da una fascia scaldante.



Figura 4 – Particolare impianto CVI – contenitore MTS

La fascia scaldante deve essere accesa mezz'ora prima dell'inizio della stasi per permettere il passaggio in fase vapore del precursore.

La regolazione della quantità di MTS immessa nella camera avviene manualmente tramite una valvola. I gas di scarico, contenenti acido cloridrico, devono essere inviati allo scrubber prima di essere immessi in atmosfera.

L'impianto CVI e gli accessori collegati, hanno una gestione complessa: l'HCl, sottoprodotto della reazione di decomposizione dell'MTS è corrosivo e danneggia i tubi del gruppo da vuoto, che vanno sostituiti molto spesso, ma anche le due pompe da vuoto utilizzate nell'impianto. In particolare le pompe necessitano di una sostituzione dell'olio periodica calcolata sul numero di ore di infiltrazione e quindi occorre prevedere anche un successivo ciclo di degasaggio del nuovo olio per poter mantenere livelli di pressione stabile e conseguente tenuta del vuoto ad impianto spento.

La densificazione tramite processo CVI è molto lunga: con ogni ciclo di infiltrazione (circa 4 ore) si riesce a depositare circa  $0,3 \mu\text{m}$  di matrice.

Ultimo parametro da valutare nel corso delle prossime annualità della Ricerca di Sistema Elettrico è la densità massima che si riesce ad ottenere con questo tipo di tecnologia.

La durata dell'Accordo di Collaborazione tra ENEA ed FN non consente di raggiungere il risultato ottimale entro la scadenza annuale. FN porterà a termine la densificazione dei campioni oltre la data stabilita per poter fornire ad ENEA un composito con le caratteristiche desiderate.

- Lavorazioni meccaniche

Al termine dei cicli di densificazione i pannelli sono rettificati a secco per ottenere lo spessore voluto e migliorare la planarità dei campioni. Le preforme non possono avere lo spessore finale, e il numero di tele viene calcolato in modo da avere un sovra spessore per la lavorazione.

La rettifica viene effettuata presso una ditta esterna qualificata da FN con una tolleranza di  $\pm 0,1$  mm. Viene redatto un piano di taglio con autocad e, mediante taglio laser, sono realizzati i campioni per la caratterizzazione preliminare in FN e per le esigenze da ENEA.

- Caratterizzazione preliminare

Al termine del processo di densificazione, prima di fornire i campioni ad ENEA, FN effettuerà una caratterizzazione preliminare per definire le caratteristiche del batch prodotto.

Sulla base delle richieste ENEA, FN effettuerà:

- Analisi diffrattometrica necessaria per evidenziare la natura cristallina del materiale utilizzando Difrattometro a raggi x "Rigaku" (Figura 5)



**Figura 5 – Difrattometro Rigaku**

- Analisi microstrutturale mediante microscopia a scansione elettronica (SEM) per analisi morfologica della struttura tramite Microscopio elettronico a scansione Zeiss Evo 40



**Figura 6 – Microscopio a scansione elettronica**

- Densità geometrica
- Porosità con Porosimetro ad introduzione di mercurio "Thermo Electron Pascal 140" e "Pascal 440"

- Densità mediante picnometria con Picnometro ad elio "Accupyc 1330 Micromeritics"
- Resistenza a flessione, su almeno 5 campioni, utilizzando Macchina Universale Instron mod. 4507



**Figura 7 – Macchina universale INSTRON mod. 4507**

### 3.3. Preparazione preforme

In accordo con ENEA si è deciso di realizzare pannelli con spessori diversi, maggiori rispetto a quelli realizzati nel corso della precedente annualità, per valutare la capacità di densificazione della tecnologia CVI e aumentare le possibilità di applicazioni dei campioni.

Il taglio delle tele e l'impregnazione con la resina fenolica in polvere sono stati effettuati in FN secondo la procedura LAC073 N238.

Per cercare di ridurre al minimo gli scarti del materiale e tenendo conto delle dimensioni massime consentite dalle attrezzature utilizzate nei successivi cicli di densificazione sono stati realizzati i seguenti pannelli:

- n°1 pannello 200x300 mm, spessore finale = 3 mm
- n°2 pannelli 200x300 mm, spessore finale = 4 mm
- n°1 pannello 200x300 mm, spessore finale = 5 mm

Le preforme sono state realizzate presso un'azienda operante nel settore dei materiali compositi da diversi anni, CBS compositi avanzati, come descritto nella relazione intermedia LAC073 R378



**Figura 8 – Posizionamento preforme e sacco vuoto**

Le preforme ottenute sono state controllate visivamente e gli spessori misurati; le preforme sono state posizionate all'interno del forno di pirolisi ITEM per ciclo a 1000°C con lo scopo di eliminare i residui di resina.



**Figura 9- Preforme prima e dopo ciclo di pirolisi ad alta T**

È sorta l'esigenza da parte di ENEA di realizzare alcuni tubetti, in fibra SiC e matrice SiC, come supporto dei campioni di SiC/SiC per prove di erosione e corrosione in litio piombo fuso.

Le dimensioni dei tubi richiesti sono:

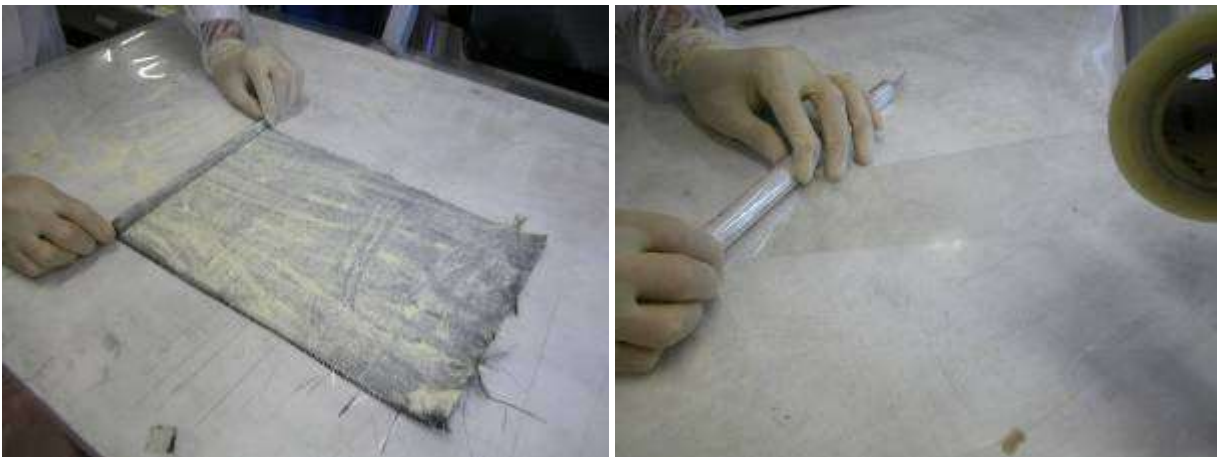
- diametro interno = 6,3 mm
- diametro esterno = 12,7 mm
- lunghezza = 220 mm

Sono stati realizzati 4 tubetti, 3 con dimensioni richieste da ENEA (dopo lavorazione finale meccanica) e 1 con spessore di parete maggiore (diametro interno uguale) per valutare la capacità di infiltrazione del CVI con spessori maggiori anche nel caso di geometrie tubolari.



Le preforme dei tubi sono state realizzate interamente in FN. Per i tubi è stata redatta una nuova procedura essendo differente la parte di preparazione delle preforme. Come ampiamente descritto nella relazione intermedia (LAC073 R 378) per ciascun tubo è stata tagliata una striscia di tela di carburo di silicio, impregnata con resina fenolica e arrotolata utilizzando come “anima” un tubetto di allumina.

Il “pacchetto” formato è stato chiuso con un foglio di alluminio ed è stato rivestito con un film termoretraibile.



**Figura 10 – Impregnazione con resina fenolica in polvere e avvolgimento tubo con film termoretraibile**

I tubetti sono stati posizionati in forno mantenendoli sollevati, in modo che nessuna parte del tubo fosse a contatto con il fondo del forno e si creassero pieghe o difetti sulle superfici laterali.

È stato effettuato un ciclo di cura della resina in forno ITEM con una rampa molto lenta fino a 500°C.

A questo punto è stata estratta l’anima di allumina e i fogli di alluminio e i tubetti sono stati re-inseriti nel forno per un ciclo di pirolisi a 1000°C per eliminare i residui di resina.

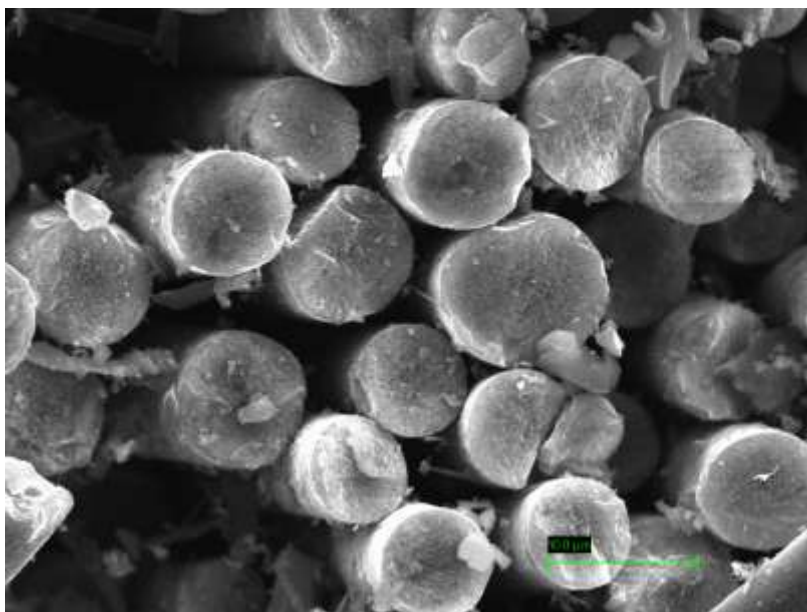


**Figura 11 – Tubi dopo ciclo di cura della resina**

### 3.4. Interfase di carbonio

I pannelli e i tubi sono stati inseriti all'interno del CVI per il ciclo di infiltrazione di carbonio pirolitico. Dopo alcuni cicli di degassaggio, raggiunto il grado di vuoto necessario è stato effettuato il ciclo di infiltrazione di carbonio.

Per valutare l'entità di questa interfase in C sono state effettuate delle analisi al microscopio elettronico a scansione prelevando un campione da uno spigolo del pannello FUS 4/b prima della loro successiva densificazione. Nelle immagini seguenti è visibile l'interfase di carbonio a diversi ingrandimenti ed in Allegato 2 è riportata l'analisi EDAX.



**Figura 12 – Ingrandimento 5.00 kX**

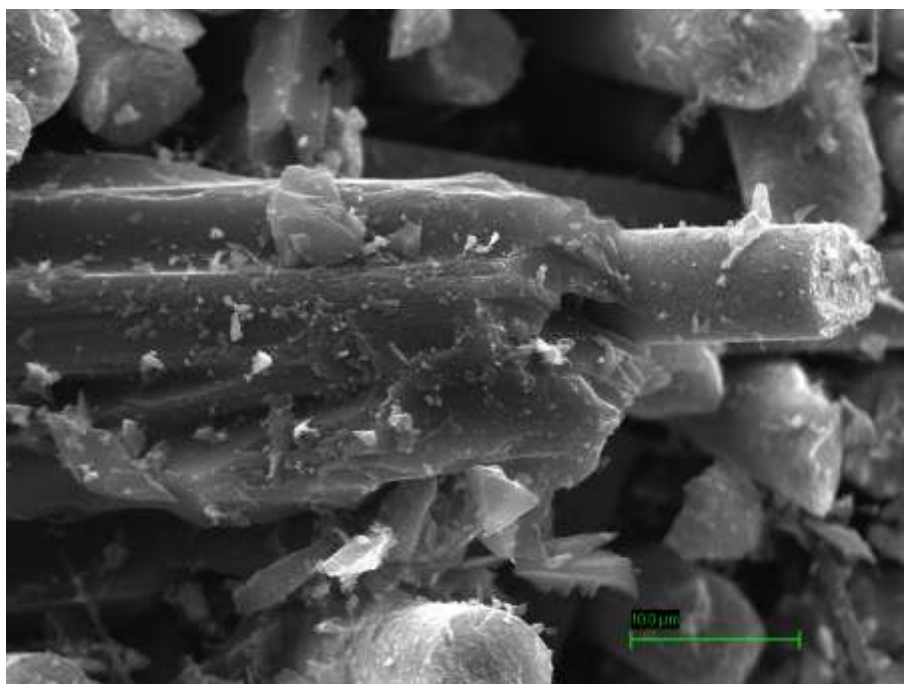


Figura 13 – Ingrandimento 5.00 kX

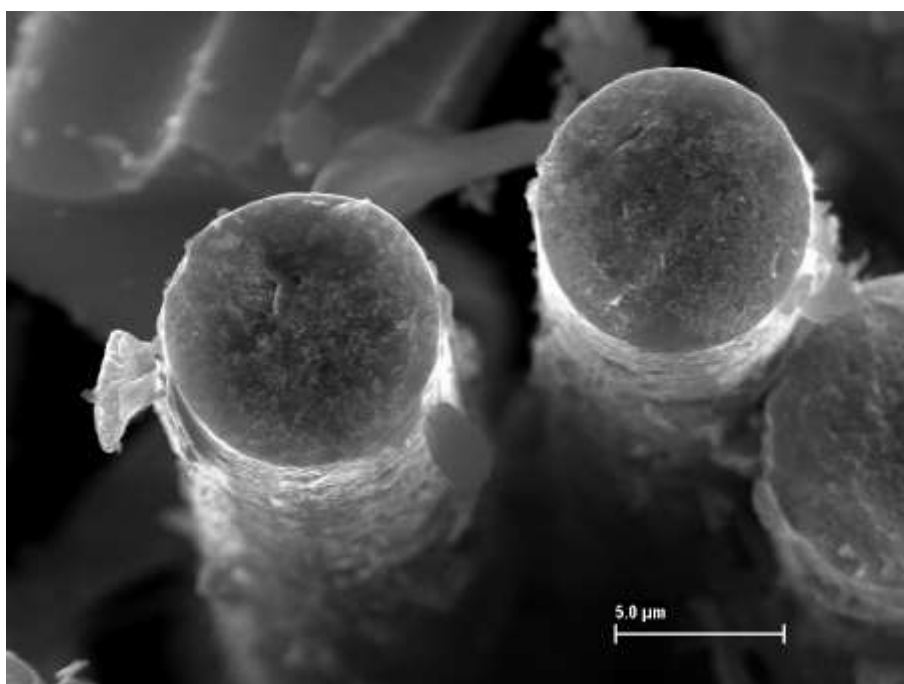


Figura 14 – Ingrandimento 10.00 kX



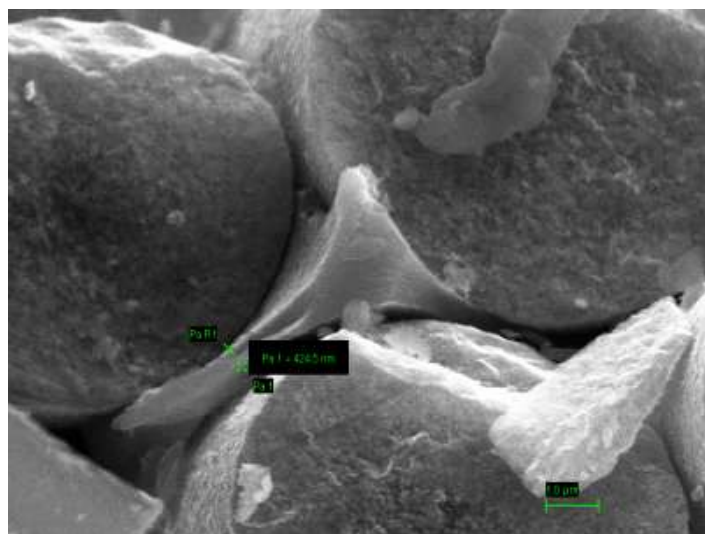


Figura 15 – Ingrandimento 20.00 kX

### 3.5. Densificazione Pannelli e Tubi

I pannelli sono stati riposizionati all'interno del forno CVI e si è proceduto con i cicli di densificazione.

Dopo i primi cicli di densificazione si è avuto un guasto alla pompa dell'impianto scrubber che ha causato un fermo macchina.

Nelle tabelle seguenti sono riportate le variazioni di peso per i pannelli e per i tubi.

	<b>FUS 3 (3 mm)</b>			<b>FUS 4/a (4mm)</b>		
	Peso (g)	$\Delta$ % peso	$\Delta$ % cumulativo	Peso (g)	$\Delta$ % peso	$\Delta$ % cumulativo
Pirolisi ad alta T	293,0			432,7		
CVI di C	279,0			412,5		
CVI di SiC (16 ore)	284,3	1,86	1,86	419,9	1,77	1,77
CVI di SiC (4 ore)	304,8	6,72	8,58	446,8	6,01	7,78
CVI di SiC	310,4	1,81	10,39	453,6	1,50	9,28
	<b>FUS 4/b (4 mm)</b>			<b>FUS 5 (5mm)</b>		
	Peso (g)	$\Delta$ % peso	$\Delta$ % cumulativo	Peso (g)	$\Delta$ % peso	$\Delta$ % cumulativo
Pirolisi ad alta T	434,9			544,5		
CVI di C	414,6			520,5		
CVI di SiC (16 ore)	422,5	1,86	1,86	530,4	1,86	1,86
CVI di SiC (4 ore)	448,2	5,73	7,60	571,6	7,20	9,06
CVI di SiC	455,6	1,62	9,22	580,8	1,59	10,66

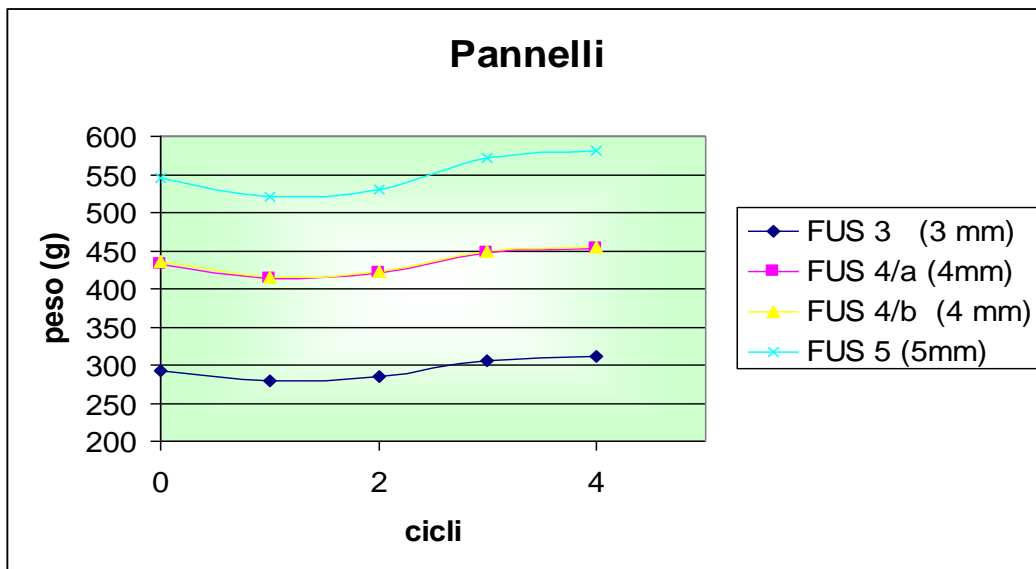
Tabella A – Pesì pannelli

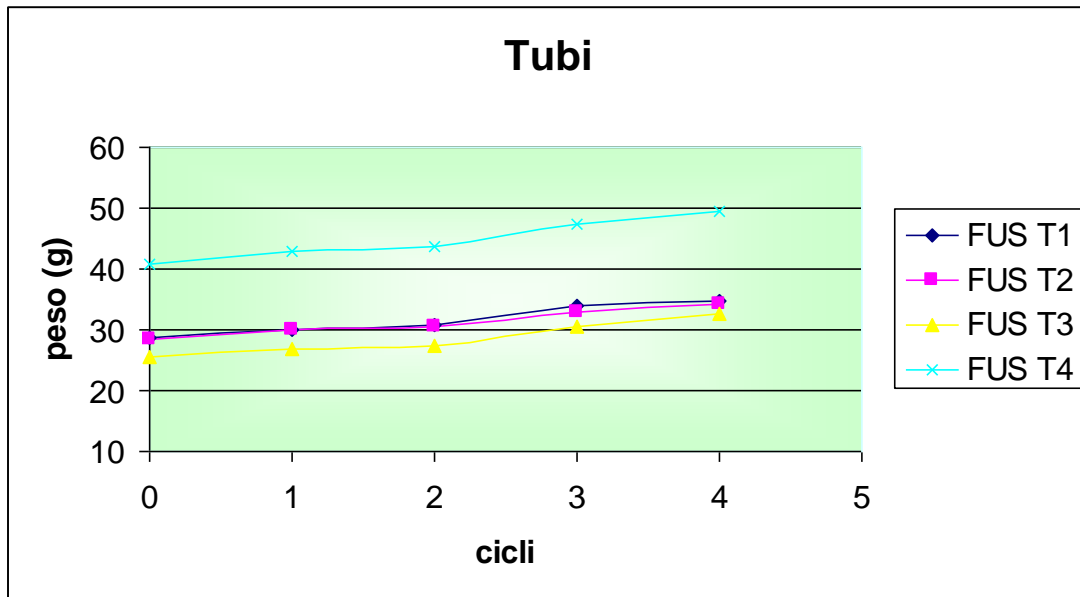
	FUS T1			FUS T2		
	Peso (g)	$\Delta$ % peso	$\Delta$ % cumulativo	Peso (g)	$\Delta$ % peso	$\Delta$ % cumulativo
Pirolisi ad alta T	28,6			28,5		
CVI di C	30,1			30,0		
CVI di SiC (16 ore)	30,7	2,06	2,06	30,6	1,96	1,96
CVI di SiC (4 ore)	34,0	9,48	11,54	32,9	6,90	8,86
CVI di SiC	34,8	2,55	14,09	34,1	3,61	12,47
	FUS T3			FUS T4		
	Peso (g)	$\Delta$ % peso	$\Delta$ % cumulativo	Peso (g)	$\Delta$ % peso	$\Delta$ % cumulativo
Pirolisi ad alta T	25,5			40,7		
CVI di C	26,8			42,9		
CVI di SiC (16 ore)	27,4	2,06	2,06	43,7	1,86	1,86
CVI di SiC (4 ore)	30,6	10,46	12,52	47,4	7,78	9,65
CVI di SiC	32,6	6,17	18,69	49,4	4,05	13,70

Tabella B – Pesì tubi

Dalle tabelle si può notare che i tubi hanno una variazione di peso maggiore mentre le preforme, che sono state realizzate in FN, potrebbero avere una compressione leggermente inferiore rispetto ai pannelli.

Nei grafici seguenti è riportato l'andamento della variazione di peso dei pannelli e dei tubi in SiC/SiC nel corso delle infiltrazioni successive.





Come si può notare, l'andamento della variazione dei pesi ha la stessa pendenza sia nel caso dei pannelli (denominati FUS) che dei tubi denominati (FUST).

La differenza di spessore per i pannelli, in questa prima fase di densificazione tramite processo CVI, sembra non influenzare la formazione della matrice.

Bisogna tenere in considerazione che il peso rilevato al punto 3 corrisponde a 16 ore di infiltrazione, mentre il peso al punto 4 corrisponde a ulteriori 4 ore.

Per avere la reale variazione bisogna estrapolare i dati dai risultati riportati nelle tabella A e dalla tabella B.

#### 4. Riepilogo costi per rendicontazione

Nelle tabelle seguenti si dà un dettaglio della rendicontazione finale relativa all'Accordo di Collaborazione in oggetto:

<b>RIEPILOGO CONSUNTIVO DI SPESA della FN SpA</b>		
<i>(importi in Euro)</i>		
<b>Realizzazione di pannelli in SiC/SiC per caratterizzazioni fisico meccaniche</b>		
<b>Periodo di riferimento: 01/01/2012 - 30/09/2012</b>		
<u>DESCRIZIONE</u>		<u>COSTI</u>
PERSONALE DI RICERCA	2012	<b>94.692,20</b>
SPESE GENERALI SUPPLEMENTARI (*)		<b>56.815,32</b>
BORSISTA		
MISSIONI E VIAGGI		
ATTREZZATURE E STRUMENTAZIONI		<b>1.438,55</b>
BENI DI CONSUMO E ALTRE SPESE CORRENTI		<b>2.216,00</b>
ATTIVITA' COMMISSIONATE ALL'ESTERNO		
<b>TOTALE</b>		<b>155.162,07</b>

#### PERSONALE DIPENDENTE FN SpA



**FN S.p.A.**

#### **Realizzazione di pannelli in SiC/SiC per caratterizzazioni fisico meccaniche**

<b>Periodo di riferimento: 01/01/2012 - 30/09/2012</b>					
	NOMINATIVO	LIVELLO	TARIFFA (*) in Euro	ORE (**)	COSTO, €
	FERRARI Elena		27	888	24.100,32
	MAIOLA Giuseppe		29	738	21.276,54
	CUCCURU Gianluca		29	609	17.618,37
	PAPPADA' Antonio		26	581	15.251,25
	MANNARINO Loredana		29	113	3.262,31
	TIMO Maurizio		28	467	13.183,41
<b>TOTALE</b>				<b>3.396</b>	<b>94.692,20</b>



## 5. Conclusioni

La presente relazione costituisce il rapporto conclusivo relativo all'Accordo di Collaborazione tra ENEA ed FN S.p.A. per *"Realizzazione di pannelli e campioni in SiC<sub>f</sub>/SiC per caratterizzazioni fisico-meccaniche"* (dell'Accordo di Programma MSE-ENEA sulla Ricerca di Sistema Elettrico – PAR2011 - Progetto 1.3.2 *"Fusione Nucleare: Attività di fisica della fusione complementari ad ITER"*).

Nel corso dell'attività di ricerca dell'Accordo di Collaborazione:

- è stata eseguita una certificazione secondo normativa AMS 2750D al fine di verificare l'uniformità di temperatura all'interno della camera del forno CVI alle temperature di reazione.  
Il forno CVI risulta essere in classe 2 con una differenza di temperatura tra le zone di  $\pm 6$  °C per entrambe le temperature controllate ( 950°C per infiltrazione di SiC e 1200°C per quella di Carbonio)
- è stato realizzato uno porta campioni per lo studio di fattibilità della densificazione degli yarn e sono state effettuate prove di infiltrazione dell'interfase di carbonio tramite tecnologia CVI. Gli yarn risultano essere molto fragili e non è così facile maneggiarli. I filamenti tendono a separarsi e rompersi;
- è stata redatta una procedura operativa specifica per pannelli e campioni di altre geometrie in SiC/SiC destinati ad applicazioni in ambito fusione (LAC073 N238/N239)
- sono state realizzate le preforme dei pannelli e dei tubi con fibre di SiC
- è stata effettuata la deposizione dell'interfase di carbonio su pannelli e tubi, prelevato un campione al SEM e verificato che lo spessore dell'interfase di carbonio è circa 0,3-0,4  $\mu\text{m}$ .
- sono in corso i cicli di densificazione dei pannelli e dei tubi con infiltrazione di carburo di silicio. La combinazione relativa al reperimento delle materie prime in Giappone (4-6 mesi), alla durata del processo di infiltrazione tramite CVI e alla difficile gestione dell'impianto, con frequenti fermi macchina per manutenzione ordinaria e straordinaria, rende questo tipo di processo non compatibile con le tempistiche del presente Accordo di collaborazione. FN si impegna a continuare con i cicli di densificazione fino al raggiungimento delle caratteristiche del materiale richieste da ENEA stessa. La consegna dei campioni è posticipata al termine dei processi di densificazione.

# Allegato 1

2012/4/11

Quality Inspection Data Sheet

U- 1204011  
 P.O.No. 4500013739  
 Order No. RIF. Prot. 135/12 dd. 24. February 2012

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	1203021
Density of Fabric	17 Yarns/inch × 17 Yarns/inch
Weight of Fabric	254.0 g/m <sup>2</sup>
Size	400mmW × 25.0m
Quantity	10 m <sup>2</sup>
Quality of Fiber	
Type	SA3-S1F08PX
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	2.15 GPa
Tensile Modulus*1	388 GPa
Sizing	Polyethylene Oxide
Amount of sizing	0.38 wt%
Remarks	*1 Strand method; gauge length: 200mm

Manager  
 Development Department II  
 Specialty Products Development Center  
 UBE Industries, Ltd.

  
 Shunsuke Nakanishi



# Allegato 2

**LTTS** s.r.l.

Laboratorio di taratura strumentazione di misura

Sistemi Qualità, Gestione Ambientale, Sicurezza - Metallurgia e Prove non Distruttive - Formazione e qualificazione del personale

RAPPORTO DI TARATURA		N° YY0552FF	04 mag 2012
<b>IMPIANTO:</b>	FORNO PER INFILTRAZIONI "CVI"	<b>IDENTIF.:</b>	CVD 01
<b>MARCA:</b>	V.I.T. (VACUUM LASER TECHNOLOGY)	<b>MODELLO:</b>	CVI - CVD 01
<b>DIMENS.:</b>	Ø 300 mm x H400 mm (INTERNO CAMERA)		
<b>STRUMENTO:</b>	PROGRAMMATORE/REGOLATORE PLC	<b>IDENTIF.:</b>	T800
<b>MARCA:</b>	EUROTHERM	<b>MODELLO:</b>	VISUAL SUPERVISOR
<b>RISOLUZ.:</b>	1°C	<b>INGRESSO:</b>	TC TIPO S
<b>CLIENTE:</b>	FN spa Strada Emilia Levata,3 - 15062 BOSCO MARENGO AL		
<b>N° ORDINE:</b>	142/12	<b>DATA:</b>	16 marzo 2012

**DESCRIZIONE DELLA PROVA**

Le misure di uniformità e stabilità sono state eseguite utilizzando il telaio metallico del Cliente (foto pag.2) e posizionando i sensori campione come illustrato a pagina 5, a forno completamente scarico. Il tempo 0' (zero), corrispondente all'inizio delle misure, è stato letto dopo un adeguato periodo di stabilizzazione della temperatura per ogni set-point impostato e con il forno in vuoto e successiva immissione di argon. I dati rilevati e le relative incertezze riportati nel presente documento, valgono nelle condizioni in cui il forno è stato tarato. L'incertezza della determinazione della temperatura di misura si riferisce ad una probabilità di copertura del 95% corrispondente ad un fattore di copertura k=2.

**VALUTAZIONE DEI RISULTATI**

La verifica di uniformità e stabilità alle temperature di 950°C e 1200°C dimostra che, mantenendo tutto il volume verificato come zona di lavoro, il forno rientra nella **classe 2**, così come definita nella norma **AMS 2750D** ( $\pm 6^\circ\text{C}$ ). Per ottenere al meglio la temperatura richiesta per l'utilizzo del forno, è necessario regolare il set-point, compensando in modo opportuno la differenza misurata nel punto di maggiore interesse (vedi disegno a pag. 5). La stabilità misurata tra le varie zone, a 60 minuti è  $\pm 1,5^\circ\text{C}$  a 950°C e  $\pm 0,6^\circ\text{C}$  a 1200°C.



pag. 1 di 5

L'operatore <i>Morini</i>	<b>LABORATORIO</b> <b>LTTS</b> S.r.l. LEGNANO MI	Il responsabile del laboratorio <i>[Signature]</i>
------------------------------	--	---

via Pisacane 46 - 20025 Legnano MI - tel. 0331543222 - fax 0331486630 - info@ltts.it  
Cap. Sociale 20.000 € i.v. - C.F./P.I. 0950130153 - R.E.A. MI 1309824 - Reg. Imp. MI146-293612

**LTTS s.r.l.**

Laboratorio di taratura strumentazione di misura

Sistemi Qualità, Gestione Ambientale, Sicurezza - Metallurgia e Prove non Distruttive - Formazione e qualificazione del personale

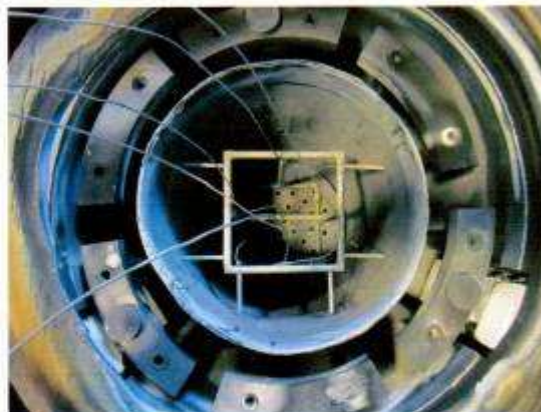
<b>RAPPORTO DI TARATURA</b>	<b>N° YY0552FF</b>	<b>04 mag 2012</b>
-----------------------------	--------------------	--------------------

<p><b>NORME DI RIFERIMENTO:</b> Scala di Temperatura Internazionale ITS-90</p> <p><b>CONDIZIONI AMBIENTALI:</b> Temperatura 20 ± 3°C - umidità relativa 52 ± 10%</p> <p><b>CAMPIONI UTILIZZATI:</b> Registratore videografico FUJI ELECTRIC SYSTEMS mod. PLH21B12-E10YV-F s/nA1B7307T identif. SA017 N. 5 termocoppie tipo N - guaina metallica Ø 2 mm - L 4500 mm - identif.: CI219-CI220-CI221-CI222-CI223 Certificati LAT 80 n. YL0014SRN - YL0015SRN Rapporti di taratura LTTS n. YT0012SRN - YT0013SRN</p>	<p><b>PROCEDURA DI TARATURA APPLICATA:</b> T026</p> <p><b>INCERTEZZA TEMPERATURA DI MISURA:</b> ± 1,1°C per t = 200°C + 1000°C ± 2,1°C per t = 1001°C + 1200°C</p>
---	--

**STRUMENTAZIONE DI REGOLAZIONE E CONTROLLO DEL FORNO "CVD 01"**

Programmatore/regolatore PLC EUROTHERM - mod.VISUAL SUPERVISOR - identif. T800  
N. 1 termocoppia (regolazione) tipo S - conduttori Ø 0,50 mm - L 300 mm - identif. T800/1  
Rapporto di taratura LTTS n.YY0551SDS del 04/05/2012

**TELAIO METALLICO NEL FORNO**



pag. 2 di 5

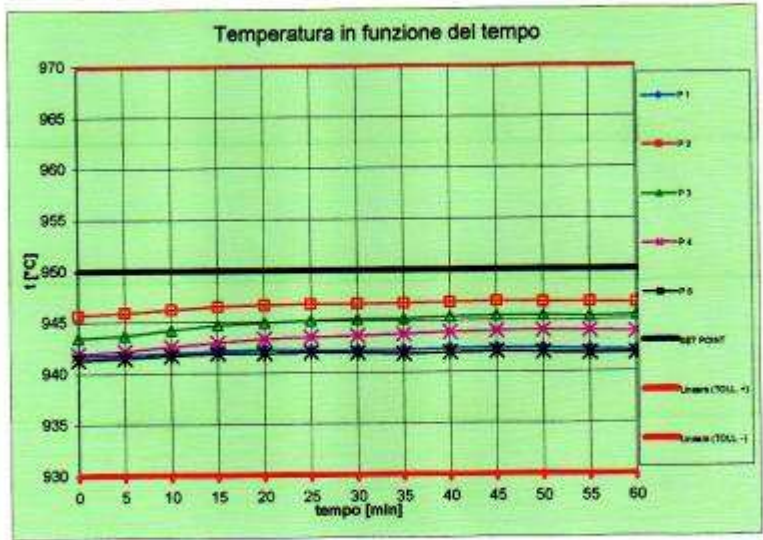


**LTTS** s.r.l.

Laboratorio di taratura strumentazione di misura

Sistemi Qualità, Gestione Ambientale, Sicurezza - Metallurgia e Prove non Distruttive - Formazione e qualificazione del personale

RAPPORTO DI TARATURA			N° YY0552FF		04 mag 2012	
TEMPERATURA IMPOSTATA PROGRAMMATORE/REGOLATORE "T800"		950 °C	TEMPERATURA MEDIA INDICATA PROGRAMMATORE/REGOLATORE "T800"		950 °C	
POSIZIONE SENSORI CAMPIONE	TEMPERATURA EFFETTIVA REGISTRATA NELLÀ CAMERA DEL FORNO [°C]			SCOSTAMENTO RISPETTO ALLA TEMPERATURA IMPOSTATA [°C]		
	MINIMA	MEDIA	MASSIMA	MINIMO	MEDIO	MASSIMO
P 1	941,7	942,1	942,4	-8,3	-7,9	-7,6
P 2	945,7	946,5	946,9	-4,3	-3,5	-3,1
P 3	943,5	944,9	945,5	-6,5	-5,1	-4,5
P 4	941,9	943,4	944,0	-8,1	-6,6	-8,0
P 5	941,3	941,8	942,0	-8,7	-8,2	-8,0
-	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-	-
DEVIAZIONE STD	1,8	2,0	2,1			



**LTTS s.r.l.**

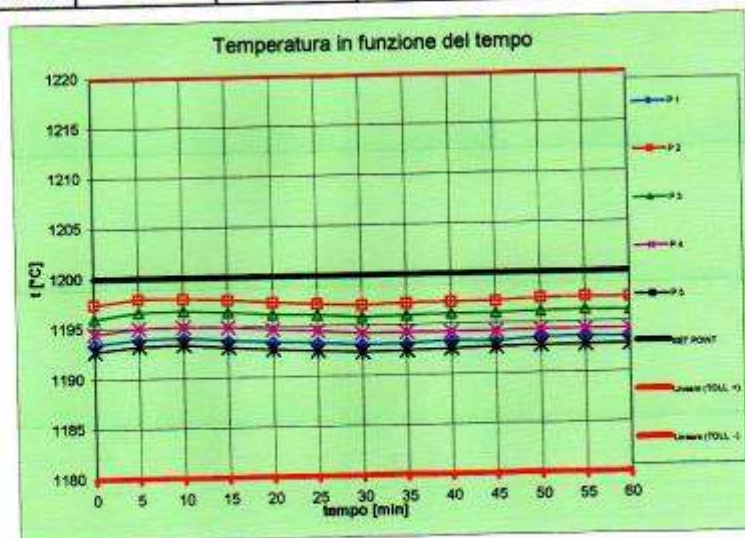
Laboratorio di taratura strumentazione di misura

Sistemi Qualità, Gestione Ambientale, Sicurezza - Metallurgia e Prove non Distruttive - Formazione e qualificazione del personale

<b>RAPPORTO DI TARATURA</b>	<b>N° YY0552FF</b>	<b>04 mag 2012</b>
-----------------------------	--------------------	--------------------

TEMPERATURA IMPOSTATA PROGRAMMATORE/REGOLATORE "T800"	<b>1200 °C</b>	TEMPERATURA MEDIA INDICATA PROGRAMMATORE/REGOLATORE "T800"	<b>1200 °C</b>
---	----------------	--	----------------

POSIZIONE SENSORI CAMPIONE	TEMPERATURA EFFETTIVA REGISTRATA NELLA CAMERA DEL FORNO [°C]			SCOSTAMENTO RISPETTO ALLA TEMPERATURA IMPOSTATA [°C]		
	MINIMA	MEDIA	MASSIMA	MINIMO	MEDIO	MASSIMO
P 1	1193,1	<b>1193,5</b>	1194,0	-6,9	<b>-6,5</b>	-6,0
P 2	1197,0	<b>1197,4</b>	1197,9	-3,0	<b>-2,6</b>	-2,1
P 3	1195,8	<b>1196,2</b>	1196,7	-4,2	<b>-3,8</b>	-3,3
P 4	1194,2	<b>1194,5</b>	1195,1	-5,8	<b>-5,5</b>	-4,9
P 5	1192,3	<b>1192,7</b>	1193,3	-7,7	<b>-7,3</b>	-6,7
-	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-	-
DEVIAZIONE STD	1,9	<b>1,9</b>	1,9			



pag. 4 di 5

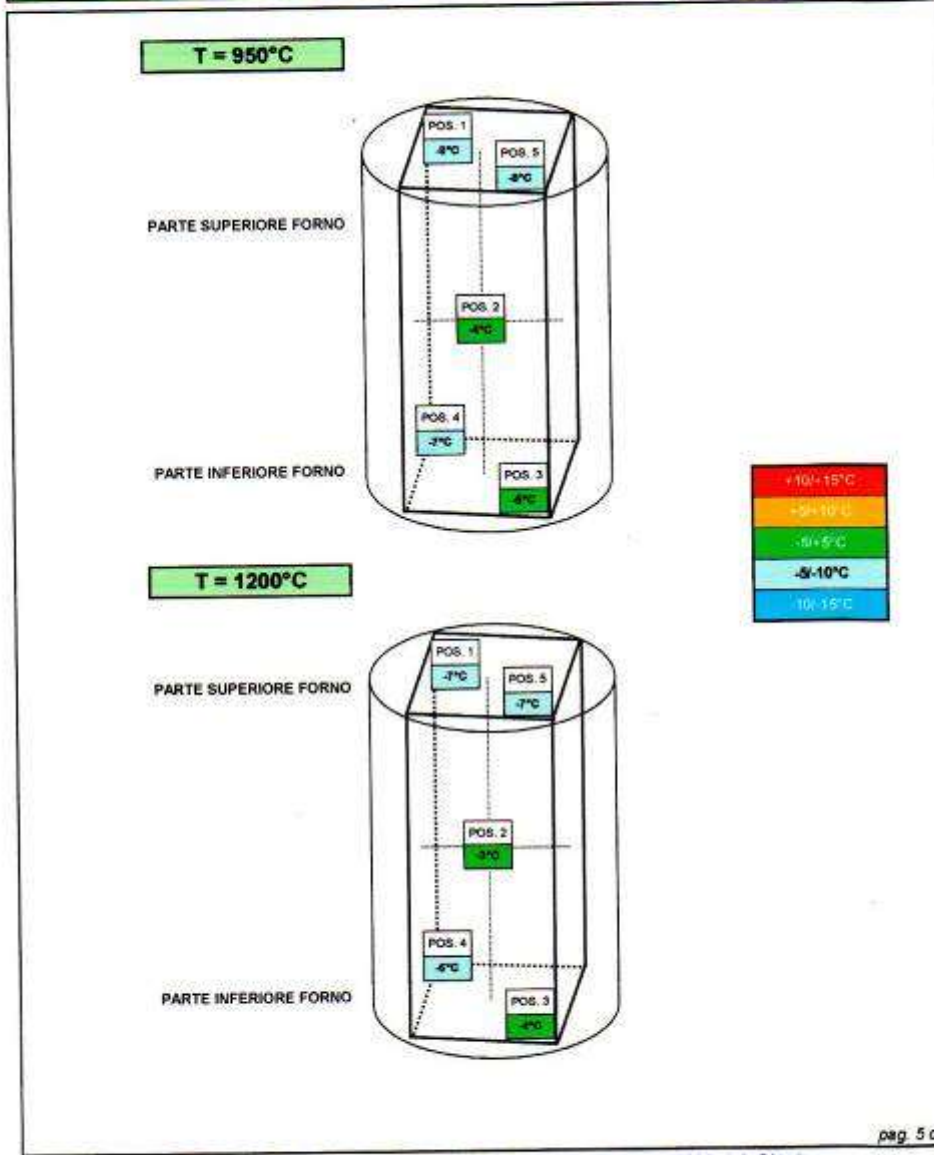
**LTTS** s.r.l.

Laboratorio di taratura strumentazione di misura

Sistemi Qualità, Gestione Ambientale, Sicurezza - Metallurgia e Prove non Distruttive - Formazione e qualificazione del personale

<b>RAPPORTO DI TARATURA</b>	<b>N° YY0552FF</b>	<b>04 mag 2012</b>
-----------------------------	--------------------	--------------------

**DISPOSIZIONE SENSORI CAMPIONE NELLA CAMERA DEL FORNO**



# Allegato 3

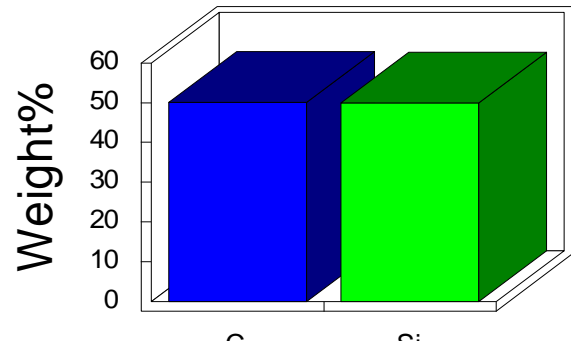


Project: RA3321  
 Owner: INCA  
 Site: Site of interest 2

Sample: Sample 1  
 Type: Default  
 ID: SiC del 13-07-12

Label : Spectrum 2  
 Collected : 18-Jul-2012 04:43 PM  
 Livetime (s) : 50.00  
 Real time (s) : 55.07  
 Detector : Silicon  
 Window : SATW  
  
 Tilt (deg) : 0.0  
 Elevation (deg) : 35.0  
 Azimuth (deg) : 0.0  
  
 Magnification : 5131 X  
 Accelerating voltage ( kV ) : 20.00  
 Process time : 5

### Quantitative results

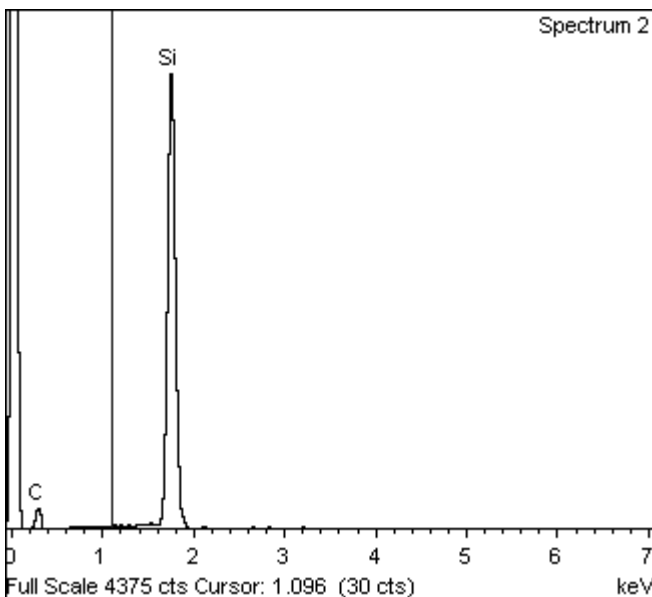
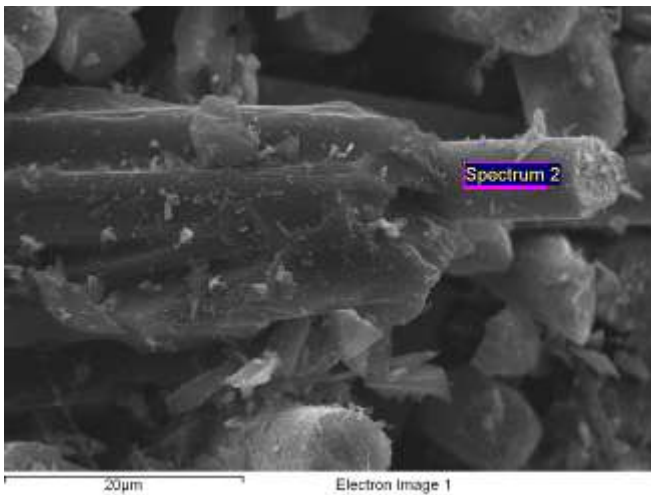


Spectrum processing :  
 No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)  
 Number of iterations = 4

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

Element	Weight%	Atomic%
C K	50.08	70.11
Si K	49.92	29.89
Totals	100.00	



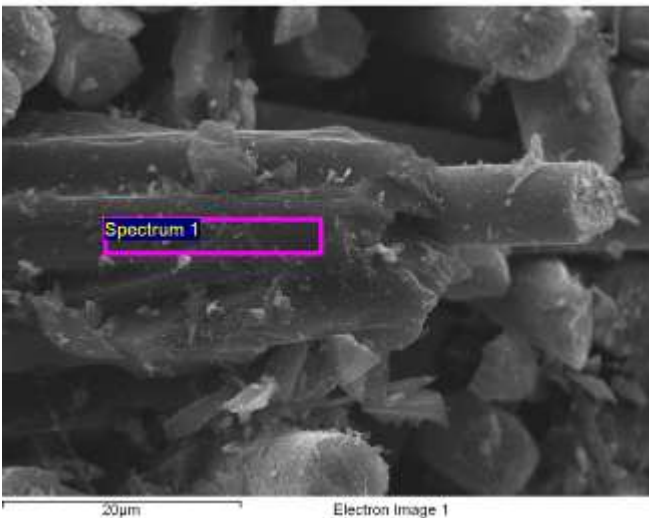
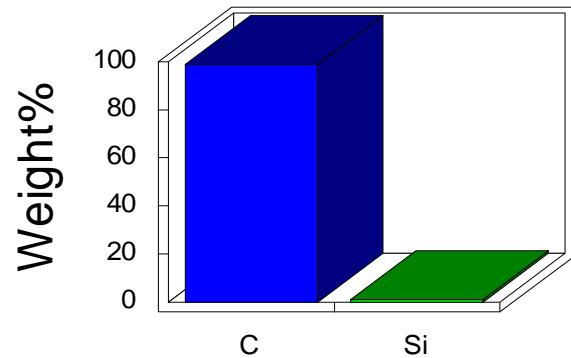


Project: RA3321  
Owner: INCA  
Site: Site of interest 2

Sample: Sample 1  
Type: Default  
ID: SiC del 13-07-12

Label : Spectrum 1  
Collected : 18-Jul-2012 04:42 PM  
Livetime (s) : 49.99  
Real time (s) : 54.12  
Detector : Silicon  
Window : SATW  
  
Tilt (deg) : 0.0  
Elevation (deg) : 35.0  
Azimuth (deg) : 0.0  
  
Magnification : 5131 X  
Accelerating voltage ( kV ) : 20.00  
Process time : 5

### Quantitative results



Spectrum processing :  
Peak possibly omitted : 6.400 keV

Processing option : All elements analyzed (Normalised)  
Number of iterations = 4

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

Element	Weight%	Atomic%
C K	98.92	99.53
Si K	1.08	0.47
Totals	100.00	

