



RICERCA DI SISTEMA ELETTRICO

Caratterizzazione di materiali ceramici compositi da impiegare in reattori nucleari di nuova generazione con qualifica di metodi e delle apparecchiature impiegate

E. Ghisolfi, L. Mannarino, C. Repetto



CARATTERIZZAZIONE DI MATERIALI CERAMICI COMPOSITI DA IMPIEGARE IN REATTORI NUCLEARI DI NUOVA GENERAZIONE CON QUALIFICA DEI METODI E **DELLE** APPARECCHIATURE IMPIEGATE E. Ghisolfi, L. Mannarino, C. Repetto - CIRTEN Settembre 2011 Report Ricerca di Sistema Elettrico Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico - ENEA Area: Governo, Gestione e sviluppo del sistema elettrico nazionale Progetto: Nuovo nucleare da fissione: collaborazioni internazionali e sviluppo competenze in materia nucleare Responsabile Progetto: Paride Meloni, ENEA



ENEL Ricerca Sistema Elettrico

Sigla di identificazione XFN - LP5 - 001

Distrib. WARRY A

Pag. 1

56

Titolo

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

Ente emittente

FN SpA

PAGINA DI GUARDIA

Descrittori

Tipologia del documento: Rapporto Tecnico

Collocazione contrattuale: Accordo di programma ENEA-MSE: tema di ricerca "Nuovo

nucleare da fissione"

Argomenti trattati:

Ingegneria-Proprietà dei materiali:

Caratterizzazione dei materiali; Materiali ceramici

Sommario

La presente attività ha avuto il duplice scopo di caratterizzare i materiali compositi a matrice ceramica sviluppati da FN S.p.A. nell'ambito della Linea Progettuale LP3 – C3 e di redigere un protocollo di prove e procedure per la qualifica dei materiali stessi, delle apparecchiature impiegate per la loro realizzazione e caratterizzazione e del personale addetto. E' stato condotto un approfondito studio dello stato dell'arte normativo in materia di caratterizzazione di materiali compositi per l'impiego nucleare e si è provveduto alla redazione dei documenti di assicurazione qualità conformemente alla ISO 9001: 2008 (piano di qualità, piano di fabbricazione e controllo, piano di qualifica) relativi all'attività di ricerca da svolgere. I provini (ottenuti nella linea LP3-C3) sono stati sottoposti alla caratterizzazione prevista (test fisico-meccanico-strutturali a temperatura ambiente) secondo le normative individuate e le procedure di laboratorio qualificate.

Note

Report PAR2008-2009 LP5.C1 - LAM 125 R 350 Autori: E. Ghisolfi, L. Mannarino, C. Repetto FN SpA

Copia n.

In carico a:

2		and deline particular	NOME			
			FIRMA			
1			NOME			
			FIRMA			
0	EMISSIONE	16/09/2011	NOME	Stefania Baccaro		Paride Meloni
	EIMISSIONE	16/09/2011	FIRMA	Pareno		All
REV.	DESCRIZIONE	DATA	U	CONVALIDA	VISTO	APPROVAZIONE

FN S.p.A. NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI		1. UNITÀ ORGANIZZ		NIZZATIVA	SOTTOCOMMESSA / CENTR		ENTRO	TIPC)	N° PRO)GRESSI\	/0	
		LA	LAM		12	25	25			350			
CLASSE DI PROGETTAZIONE CLASSE DI RISERV		SERVATEZZA	ERVATEZZA CAT. DI ARCHIVIAZIONE		UNI	UNITÁ DI PREPARAZIONE		E P	PAG.: 1				
	RC	I	I		CII			LAM			DI: 56		
TITOLO	ACCORDO DI PROGRAMMA MSE- ENEA PAR 2008-2009 Accordo di Collaborazione ENEA- FN per "Studio e sviluppo di materiali ceramic compositi per componenti di reattori nucleari a fissione di IV generazione Caratterizzazione degli stessi con qualifica dei metodi e delle apparecchiature" TITOLO: Linea LP5 – Obiettivo C Deliverable sotto - ob. C1: Caratterizzazione di materiali ceramici compositi di impiegare in reattori nucleari di nuova generazione con qualifica dei metodi e della apparecchiature impiegate								zione. iti da				
LISTA [DI DISTRIBU	ZIONE IN	ITERNA		L	LISTA DI DISTRIBUZIONE ESTERNA							
ADL Dr.	ssa S. Bacca	aro			E	ENEA Dr.ssa A. Cemmi							
ASQ/LA	M Dr.ssa E.	Ghisolfi											
LAB Dr.	ssa C. Ameli	0											
CVI Ing	CVI Ing. E. Ferrari												
	DESCRIZIONE					REDAZIONE		Al	PPROVAZIONI	≣	AU	TORIZZAZIO	NE
				_									
						<u> </u>						I	<u>. I </u>
					12	09	11	13	09	11	13	09	11
0	EMISSIONE	MISSIONE			E. Ghisolfi			Jefanto Barresso		uo.	Gafanto Barreso		
	Il presente documento è RISERVATO ed è proprietà di FN S.p.A. Esso non sarà mostrato a terzi né sarà utilizzato per scopi diversi da quelli per i quali è stato trasmesso.						ro						

LAM 125 R 350

Rev.

0

56

Pag.: 2 di:

INDICE

1. Introduzione	pag. 3
2. Documenti di riferimento	pag. 3
3. Descrizione tecnica attività svolte	pag. 3
3.1 Ricerca bibliografica e stato dell'arte normativo	pag. 4
3.2 Documenti prescrittivi di assicurazione qualità	pag. 5
3.3 Elaborazione piani di taglio per realizzazione provini e lavorazioni	
meccaniche	pag. 5
3.4 Caratterizzazione effettuata	pag. 10
3.5 Dossier di qualifica	pag. 48
4. Valutazioni conclusive	pag. 54

- Allegato A: relazione LAB 125 R 335 rev.0
- Allegato B: Piano di Qualità relativo alla realizzazione dei pannelli in composito a matrice ceramica ASQ125Q120rev.0
- Allegato C: Piano di Fabbricazione e Controllo relativo alla realizzazione dei pannelli in composito a matrice ceramica ASQ125 Q121 rev.0
- Allegato D: Piano di Qualifica relativo alla realizzazione di pannelli in composito a matrice ceramica ASQ 125 P108 rev.0.
- Allegato E: piani di taglio elaborati
- Allegato F: analisi EDS su campioni pannello ADP C/C2
- Allegato G: analisi EDS su campioni pannello ADP C/C4



LAM 125 R 350

Rev.

0

Pag.:

di:

i: 56

1. Introduzione

Il presente lavoro si inserisce nell'ambito dell'Accordo di Programma MSE- ENEA sulla Ricerca di Sistema Elettrico – PAR2008-2009 ed è relativo al progetto 1.3 "Nuovo nucleare da fissione: collaborazioni internazionali e sviluppo competenze in materia nucleare", Linea LP5 – "Qualifica di sistemi e componenti" obiettivo "C – Sviluppo procedure e messa a punto di tecnologie innovative per test e componenti". La presente relazione costituisce il Deliverable relativo al sotto ob. C1 e descrive le attività svolte in FN nell'ambito dell'Accordo di collaborazione tra ENEA ed FN, dal titolo "Studio e sviluppo di materiali ceramici compositi per componenti di reattori nucleari a fissione di IV generazione. Caratterizzazione degli stessi con qualifica dei metodi e delle apparecchiature", per la parte concernente il capitolo B "Caratterizzazione di materiali ceramici compositi da impiegare in reattori nucleari di nuova generazione con qualifica dei metodi e delle apparecchiature impiegate".

2. Documenti di riferimento

- 2.1 Documenti contrattuali: Accordo di collaborazione ENEA-FN
- 2.2 Documenti di assicurazione qualità:

normativa ISO 9001:2008

normativa ISO 17025: 2005.

3. Descrizione attività svolte

Le attività previste dal capitolo B dell'allegato tecnico all'Accordo di collaborazione ENEA-FN avevano il duplice scopo di caratterizzare i materiali compositi sviluppati nell'ambito della Linea LP3 – Ob. C- sotto-ob.C3 (vedi deliverable relativo: LAM 125 R 349 rev.0) e di redigere un protocollo di prove e procedure di qualifica dei materiali, delle apparecchiature impiegate per la realizzazione e caratterizzazione dei materiali stessi e del personale addetto.

Nei capitoli seguenti saranno riassunte le attività svolte già descritte in relazioni di dettaglio consegnate ad ENEA (LAB 125 R 335 rev.0, LAM 125 R 336 rev.0, LAM 125 R 344 rev.0, LAM 125 R 347 rev.0, LAM 125 R 348 rev.0); in particolare si tratterà di:

- ricerca bibliografica e stato dell'arte normativo;



LAM 125 R 350

Rev.

0

Pag.: 4 di: 56

- redazione dei documenti di assicurazione qualità di carattere prescrittivo;
- elaborazione di piani di taglio per la realizzazione dei provini per la caratterizzazione dei pannelli realizzati alla Linea LP3 ob. C – sotto-ob. C3 e individuazione delle lavorazioni meccaniche più idonee;
- caratterizzazione dei materiali oggetto dello studio;
- stesura del dossier di qualifica;
- valutazioni comparative finali.

3.1 Ricerca bibliografica e stato dell'arte normativo

I materiali compositi ceramici sono materiali promettenti per applicazioni ove siano richieste contemporaneamente resistenza meccanica e resistenza in esercizio soprattutto alle alte temperature e quindi sono dei buoni candidati per applicazioni particolari come il settore nucleare. In vista di un'eventuale applicazione in tale ambito è auspicabile e necessario individuare quali siano, in relazione agli scopi preposti, le specifiche cui il materiale deve rispondere e quindi individuare le norme idonee ad un'adeguata caratterizzazione del prodotto.

La ricerca bibliografica sullo stato dell'arte normativo è stata effettuata usufruendo della banca dati della biblioteca ENEA di Bologna. Sono state individuate varie normative, specifiche per la caratterizzazione dei materiali compositi, indicate per testare proprietà fisiche, meccaniche o dei materiali costituenti il composito (fibre) sia in ambito internazionale (ASTM) che italiano (UNI). Tali normative sono state suddivise sulla base delle particolari proprietà (fisiche, meccaniche,....) per le quali esse stesse sono preposte e distinte se indicate per caratterizzazione del materiale a temperatura ambiente o a temperature elevate. Di seguito si riportano le famiglie individuate:

- Norme UNI per la caratterizzazione meccanica a temperatura ambiente
- Norme UNI per la caratterizzazione meccanica ad alta temperatura
- Norme UNI per la caratterizzazione dei rinforzi
- Norme UNI per la caratterizzazione delle proprietà elastiche
- Norme ASTM di carattere generale (terminologia, preparazione dei pannelli, individuazione dei componenti, del tessuto di rinforzo,....)
- Norme ASTM per la caratterizzazione delle fibre
- Norme ASTM per la caratterizzazione meccanica a temperatura ambiente
- Norme ASTM per la caratterizzazione meccanica ad alta temperatura



LAM 125 R 350

Rev.

0

Pag.: 5 di: 56

- Guida ASTM per la registrazione dei dati
- Norma ASTM per materiali ad uso nucleare.

Nella relazione LAB 125 R 335 rev.0 posta in allegato A sono riportati gli elenchi delle suddette normative raccolte nelle famiglie suddette e ne è descritto un breve riassunto.

3.2 Documenti prescrittivi di assicurazione qualità

Prima di iniziare le attività di fabbricazione dei pannelli (LP3) e di caratterizzazione e qualifica (LP5), sono stati redatti ed emessi i documenti prescrittivi di assicurazione qualità in conformità alla normativa ISO 9001:2008. I documenti sono i seguenti (inseriti, rispettivamente, in Allegato B, C, D):

- ASQ 125 Q 120 rev.0 Piano di Qualità relativo alla realizzazione di pannelli in composito a matrice ceramica;
- ASQ 125 Q 121 rev.0 Piano di fabbricazione e controllo relativo alla realizzazione di pannelli in composito a matrice ceramica;
- ASQ 125 P 108 rev.0 Piano di Qualifica relativo alla realizzazione e caratterizzazione di pannelli in composito ceramico.

Sulla base di questi documenti è stata impostata la gestione dell'attività di ricerca.

3.3 Elaborazione piani di taglio per realizzazione provini e lavorazioni meccaniche

Nell'ambito delle attività della Linea LP3 sono stati sviluppati due tecnologie per la realizzazione di compositi a fibra lunga a matrice ceramica: Chemical Vapour Infiltration (CVI) ed il processo ibrido Chemical Vapour Infiltration + Polymer Infiltration Pyrolisis (CVI+PIP). Questi processi di fabbricazione, per cui FN dispone di impianti sperimentali dedicati, sono stati impiegati per realizzare quattro tipologie di composito:

- SiC_f/SiC mediante CVI+PIP (pannelli denominati ADP SiC/SiC 1, ADP SiC/SiC 2)
- SiC_f/SiC mediante CVI (pannelli denominati ADP SiC/SiC 3, ADP SiC/SiC 4)
- C_f/C per CVI +PIP(pannelli denominati ADP C/C 1, ADP C/C2)
- C_f/C per CVI (pannelli denominati ADP C/C3, ADP C/C 4).

Per ciascuna tipologia è stato scelto un pannello da sottoporre a caratterizzazione fisico-meccanico-strutturale (ADP SiC/SiC 1, ADP SiC/SiC 3, ADP C/C 2, ADP C/C 4). Al fine di ricavare il



LAM 125 R 350

Rev.

0

Pag.:

di :

: 56

maggior numero di provini e verificare l'omogeneità dei pannelli, una volta definite le caratterizzazioni da effettuare (sia quelle a temperatura ambiente effettuate in FN sia quelle in temperatura condotte da CIRTEN), sono stati progettati dei piani di taglio opportuni che tenessero conto sia delle dimensioni dei pannelli (diverse a seconda che si trattasse di SiC/SiC o di C/C) sia della numerosità e delle caratteristiche geometriche dei provini così come richiesto dalle normative specifiche. La numerosità è stata imposta dal materiale utile. Si è deciso, inoltre, di verificare le caratteristiche nei due sensi del pannello (verticale ed orizzontale) per valutare l'omogeneità ed eventuali differenze. In tabella 1 sono elencate le caratteristiche indagate, le normative seguite, la numerosità dei provini e la loro collocazione nel pannello.

Tab. 1 – Elenco provini e normative

	Caratteristica	Normativa	Numerosità	Dove
1	Trazione a T ambiente	UNI EN 658-1	7	Nei due sensi (orizzontale e
				verticale)
2	Flessione a T ambiente	UNI EN 658-3	7	Nei due sensi
3	Taglio interlaminare	UNI EN 658 - 5	7	Nei due sensi
4	Porosimetria/picnometria	Procedure interne FN:	5	Uno al centro e gli altri nelle
		LAB 752100 N 185		estremità
		LAB 752199 N 232		
5	Trazione in Temperatura	ASTM C 1359	5	Nei due sensi
6	Dilatometria	ASTM E 228	5	Nei due sensi
7	Compressione con intagli	ASTM C 1425	5	Nei due sensi
	(in temperatura)			
8	Flessione in Temperatura	ASTM C 1341	5	Nei due sensi
9	Diffusività	-	1	

In allegato E sono riportati i piani di taglio elaborati.

Nella pagina seguente sono riportati i disegni di dettaglio, così come ricavati dalle normative di riferimento, in particolare per le geometrie più complesse (trazione in temperatura e compressione con intagli).



LAM 125 R 350

Rev. 0

Pag.: 7 di: 56

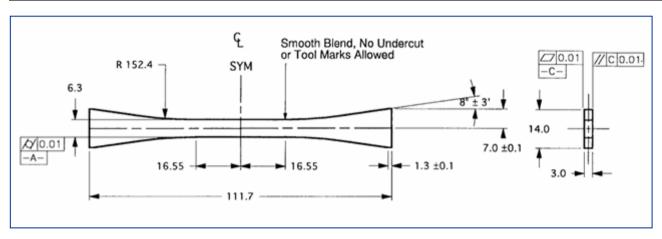


Fig. 1 – Particolare del provino di trazione in temperatura secondo ASTM C 1359

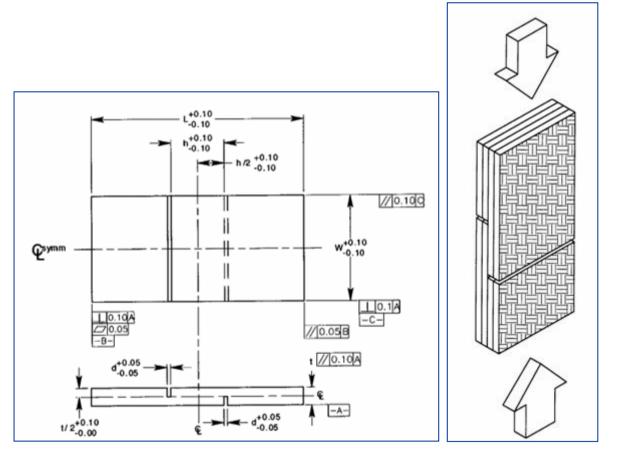


Fig. 2 – Disegno del provino per compressione con intagli secondo ASTM C 1425 (taglio in temperatura)

Data la complessità e la tipologia di provini, non necessariamente parallelepipedi, si è effettuato uno studio ed una ricerca per la loro realizzazione meccanica, cercando una tecnica che permettesse di ottenere un taglio "pulito" e rispondente alle normative, compatibile con il materiale composito e che non facesse "sprecare" del materiale per il passaggio del mezzo tagliente.



LAM 125 R 350

Rev.

0

Pag.:

di:

56

Sono state effettuate diverse prove sia in FN sia presso officine esterne al fine di determinare la tecnica più idonea. Al fine di ricavare anche le geometrie più complesse ci si è indirizzati sulla tecnica di elettroerosione a filo, sul taglio ad acqua e sul taglio mediante laser.

Si è visto che con l'elettroerosione a filo, pur avendo il materiale una certa conducibilità, non si riusciva a mantenere la lavorazione in quanto, a causa anche della stessa struttura del composito, il filo continuava a rompersi. Questa tecnica è stata quindi scartata.

Si è verificato il taglio ad acqua, ma anche in questo caso, la struttura stessa del materiale non era idonea a detta tecnica.

Infine, si è provato il taglio laser, con diverse tipologie di laser e diverse potenze. Si è riusciti, presso un'officina esterna, ad ottenere il taglio voluto su entrambe le tipologie di pannello in C/C (pannelli ottenuti per CVI+PIP e per solo CVI) e sul pannello in SiC/SiC realizzato mediante CVI+PIP. Il laser impiegato è il MAZAK NTX45 YAG da 1000 W in atmosfera di Ossigeno e Azoto rispettivamente. Per quanto riguarda il pannello in SiC/SiC ottenuto per CVI, poiché per motivi di tempo, ci si è fermati ad un 70% di densificazione, non è stato possibile effettuare il taglio laser, ma si è impiegato quello con mole diamantate, non realizzando quindi i provini di geometria non parallelepipeda ed eseguendo una caratterizzazione parziale solo a temperatura ambiente in attesa di completare la densificazione e la caratterizzazione successivamente.

Prima di essere sottoposti alla fase di taglio, tutti i pannelli sono stati rettificati al fine di avere uno spessore costante e superfici di appoggio planari.



Fig. 3 - Pannello ADP SiC/SiC 1 dopo taglio laser



LAM 125 R 350

Rev. 0

Pag.: 9 di: 56

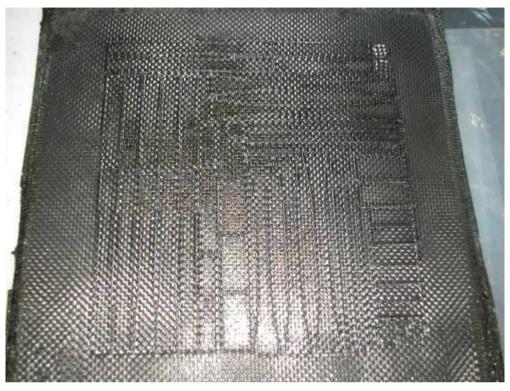


Fig. 4 – Pannello ADP C/C 2 dopo taglio laser

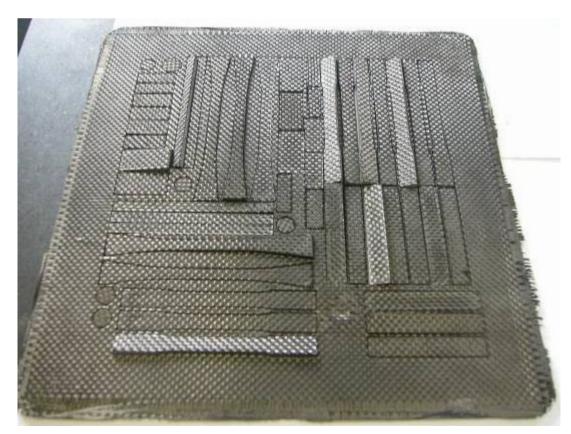


Fig. 5 – Pannello ADP C/C 4 dopo taglio laser



LAM 125 R 350

Rev.

0

Pag.: 10 c

di: 56

3.4 Caratterizzazione effettuata

3.4.1 Caratterizzazione dimensionale

Prima di essere sottoposti a rettifica e successivo taglio, i pannelli sono stati misurati dimensionalmente per verificare gli spessori, il peso e la densità geometrica media (che tiene conto anche dei bordi e quindi, in generale, è più bassa rispetto a quella dei provini). Tutti i provini realizzati sono stati caratterizzati dimensionalmente in laboratorio metrologico al fine di verificarne la rispondenza alle normative e determinarne la densità geometrica.

In tabella 2 sono riportate le medie dei valori di densità riscontrati sui provini.

Tab. 2 – Densità geometrica media dei provini

Caratteristica	Unità di misura	C _f /C mediante CVI+PIP	C _f /C mediante	SiC _f /SiC mediante CVI+PIP	SiC _f /SiC mediante CVI (**)
Densità geometrica	g/cm ³	1.284 ± 0.009	1.240 ± 0.002	2.160 ± 0.003	1.950 ± 0.020

^{*} densificazione quasi completa; **densificazione parziale

3.4.2 Caratterizzazione fisico- meccanica

Su alcuni provini si è deciso di effettuare un confronto fra le densità ottenute secondo metodologie diverse al fine di verificare una loro correlazione. Oltre alla densità geometrica, presso il Laboratorio Analisi fisiche e strutturali della FN SpA sono state determinate la densità mediante picnometro ad elio (Accupyc 1330 Micromeritics) e per intrusione di mercurio (Porosimetro Pascal 440 Thermo Electron). E' stata quindi calcolata la percentuale di porosità del materiale. In Tab. 3 sono indicati i valori medi riscontrati.

Tab. 3 – Densità a confronto e percentuale di porosità calcolata

Caratteristica	Unità di misura	C _f /C mediante	C _f /C mediante	SiC _f /SiC mediante	SiC _f /SiC mediante CVI
		0 72.722	0,1()	CVI+PIP	(**)
Densità ad He	g/cm ³	1.614 ± 0.009	1.616 ± 0.011	2.642 ± 0.016	2.645 ± 0.015
Densità geometrica	g/cm ³	1.284 ± 0.009	1.240 ± 0.002	2.160 ± 0.003	1.950 ± 0.020
Densità a Hg	g/cm ³	1.320 ± 0.020	1.308 ± 0.020	2.174 ± 0.049	1.970 ± 0.030
Percentuale porosità aperta calcolata	%	18.5	19	17	26

^{*} densificazione quasi completa; ** densificazione parziale



LAM 125 R 350

Rev.

0

Pag.:

11 di: 56

Le prove meccaniche a temperatura ambiente sono state effettuate presso il Laboratorio metrologico e prove tecnologiche della FN SpA impiegando una macchina universale INSTRON mod. 4507, debitamente verificata e tarata. I certificati di taratura delle celle di carico (certificati n. 26110 e 26111) e degli estensimetri (certificati n. 26112 e 26113), a fronte della taratura effettuata dalla ditta T.M.T., centro SIT n. 17, sono conservati presso il Laboratorio e sono a disposizione per consultazione. Tale macchina è dotata di due celle di carico, da 150 e 10 KN. I provini di trazione, realizzati mediante taglio laser per i pannelli ADP SiC/SiC 1, C/C 2 e C/C4, sono sagomati a osso, mentre quelli ottenuti dal pannello ADPSiC/SiC 3, tagliato mediante lama diamantata, presentano geometria parallelepipeda (come comunque previsto dalla normativa in alternativa alla geometria ad osso). Di seguito vengono riportati i risultati delle prove effettuate secondo le normative relative e le procedure interne di laboratorio consolidate ed approvate EFDA.

Prova di trazione a temperatura ambiente (UNI EN 658-1)

La prova è stata effettuata secondo la normativa UNI EN 658-1. L'afferraggio dei provini è stato ottenuto impiegando una carta abrasiva posta fra le mordacchie in modo che il campione non scivolasse. La velocità della traversa è stata impostata a 0.5 mm/min.

Pannello ADP SiC/SiC 1:

Identificazione provino *	Resistenza a trazione (MPa)
TO 1/1	250.5
TO 1/2	230.7
TV 1/1	267.5
TV 1/2	233.8
TV 1/3	243.6
TV 1/4	254.1
TV 1/5	249.8
Valore medio	247.1
Deviazione std	12.5

^{*}Legenda: TO = trazione provino orizzontale; TV = trazione provino verticale

Le rotture sono avvenute nella zona utile. In particolare il provino TV 1/3 si è rotto al centro perfettamente. In Fig. 6 si riporta la foto del provino alla fine della prova.



LAM 125 R 350

Rev.

0

Pag.: 12 di: 56



 $Fig.\ 6-Provino\ TV1/3\ alla\ fine\ della\ prova:\ rottura\ perfettamente\ centrata\ nella\ zona\ utile$

Pannello ADP SiC/SiC3:

Identificazione provino *	Resistenza a trazione (MPa)
TO 3/1	148.57
TO 3/2	136.29
TV 3/1	152.50
TV 3/2	139.24
TV 3/3	139.80
Valore medio	143.28
Deviazione std	6.89

^{*}Legenda: TO = trazione provino orizzontale; TV = trazione provino verticale

Si sono notate delaminazioni, dovute alla non completa densificazione.

Pannello ADP C/C2:

Identificazione provino *	Resistenza a trazione (MPa)
TO CC 2/1	141.41
TO CC 2/2	135.45
TV CC 2/1	127.79
TV CC 2/2	142.33
TV CC 2/3	153.28
TV CC 2/4	155.12
TV CC 2/5	141.64
Valore medio	142.43
Deviazione std	9.52

^{*}Legenda: TO = trazione provino orizzontale; TV = trazione provino verticale



LAM 125 R 350

Rev.

0

Pag.: 13 di: 56

Le rotture sono avvenute nella zona utile. In generale si può affermare che i campioni non si sono propriamente fratturati ma le tele hanno resistito e si è notato come una specie di rigonfiamento nella parte del tratto utile (Fig. 7).



Fig. 7 – Stato del provino alla fine: rigonfiamento nella parte del tratto utile

Pannello ADP C/C 4:

Identificazione provino *	Resistenza a trazione (MPa)
TO CC4/1	167.14
TO CC4/2	168.82
TV CC4/1	164.66
TV CC4/2	166.91
TV CC4/3	162.39
TV CC4/4	147.97
TV CC4/5	132.23
Valore medio	158.59
Deviazione std	12.57

^{*}Legenda: TO = trazione provino orizzontale; TV = trazione provino verticale

Nelle figure seguenti sono riportate alcune immagini di provini dopo il test.









Fig. 8 – Prova di trazione – stato dei alcuni provini al termine della prova

Le fratture sono avvenute nel tratto utile.

LAM 125 R 350

Rev. 0

Pag.: 14 di: 56

Prova di flessione a temperatura ambiente (UNI EN 658-3)

La prova a flessione a tre punti è stata effettuata secondo la UNI EN 658-3. La velocità della traversa era pari a 0.5 mm/min.



Fig. 9 – Assetto per la prova di flessione a 3 punti

Pannello ADP SiC/SiC 1:

Identificazione provino *	M.O.R. (MPa)
FO 1/1	341.65
FO 1/2	387.15
FV 1/1	391.97
FV 1/2	361.74
FV 1/3	350.72
FV 1/4	360.50
FV 1/5	315.84
Valore medio	358.51
Deviazione std	26.72

^{*}Legenda: FO = flessione provino orizzontale; FV = flessione provino verticale

Pannello ADP SiC/SiC 3:

Identificazione provino *	M.O.R. (MPa)
FO 3/1	260.72
FO 3/2	218.48
FV 3/1	239.56
FV 3/2	193.58
FV 3/3	184.67
Valore medio	219.40
Deviazione std	31.57

^{*}Legenda: FO = flessione provino orizzontale; FV = flessione provino verticale

LAM 125 R 350

Rev.

0

Pag.: 15 di: 56

Pannello ADP C/C2:

Identificazione provino *	M.O.R. (MPa)
FO CC 2/1	182.70
FO CC 2/2	99.28
FV CC 2/1	160.70
FV CC 2/2	163.67
FV CC 2/3	161.80
FV CC 2/4	162.05
FV CC 2/5	161.93
Valore medio	156,02
Deviazione std	26,19

^{*}Legenda: FO = flessione provino orizzontale; FV = flessione provino verticale



Fig. 10 – Provini dopo prova di flessione a tre punti

Pannello ADP C/C4:

Identificazione provino *	M.O.R. (MPa)
FO CC4/1	110.27
FO CC4/2	132.19
FV CC4/1	110.30
FV CC4/2	106.09
FV CC4/3	123.27
FV CC4/4	113.03
FV CC4/5	124.27
Valore medio	117.06
Deviazione std	9.56

^{*}Legenda: FO = flessione provino orizzontale; FV = flessione provino verticale



Fig. 11 – Provino dopo la prova a tre punti

LAM 125 R 350

Rev.

Pag.: 16 di: 56

0

Prova di taglio interlaminare (ILSS) a temperatura ambiente (UNI EN 658-5)

La prova di resistenza al taglio interlaminare (Interlaminar Shear Strenght (ILSS)) è stata effettuata con l'assetto della flessione a tre punti con distanza degli appoggi pari a 14.30 mm (vedi Fig. 12) e velocità della traversa pari a 0.5 mm/min, secondo quanto previsto dalla UNI EN 658-5.



Fig. 12 – Prova di taglio interlaminare: distanza degli appoggi: 14.30 mm

Poiché il software in dotazione non possiede in libreria il metodo per la determinazione dell'ILSS, il valore di resistenza al taglio interlaminare viene ricavato da un calcolo effettuato inserendo nella seguente formula i dati sperimentali ricavati dalla prova:

ILSS = 3F/(4bh)

dove:

F= carico massimo a rottura, espresso in N (valore letto sulla consolle della Instron)

b= larghezza del provino

h= spessore del provino.

Pannello ADPSiC/SiC1:

Identificazione provino *	Carico max (N)	ILSS (MPa)	
TAO 1/1	1008	24.06	
TAO 1/2	1003	23.95	
TAO 1/3	998	23.95	
TAO 1/4	995	23.76	
TAV 1/1	956	23.52	
TAV 1/2	860	20.88	
TAV 1/3	1001	24.48	
Valore medio	974.43	23.51	
Deviazione std	53.32	1.2	

^{*}Legenda: TAO = Taglio IL provino orizzontale; TAV = Taglio IL provino verticale



LAM 125 R 350

Rev.

0

Pag.: 17 di: 56

Pannello ADP SiC/SiC 3:

Identificazione provino *	Carico max (N)	ILLS (MPa)
TAO 3/1	569	14.33
TAO 3/2	559	13.81
TAO 3/3	490	12.32
TAV 3/1	536	13.95
TAV 3/2	585	14.68
Valore medio	548	13.82
Deviazione std	37	0.90

^{*}Legenda: TAO = Taglio IL provino orizzontale; TAV = Taglio IL provino verticale

Pannello ADP C/C 2:

Identificazione provino *	Carico max (N)	ILSS (MPa)	
TAO CC 2/1	458	11.38	
TAO CC 2/2	410	9.83	
TAO CC 2/3	407	9.86	
TAO CC 2/4	486	11.56	
TAV CC 2/1	387	9.05	
TAV CC 2/2	407	9.44	
TAV CC 2/3	404	9.47	
Valore medio	422.7	10.08	
Deviazione std	35.43	0.98	

^{*}Legenda: TAO = Taglio IL provino orizzontale; TAV = Taglio IL provino verticale

Si notano valori leggermente più elevati per quanto riguarda i provini ricavati in senso orizzontale.



Fig. 13 – Immagine di provini dopo la prova di taglio interlaminare

LAM 125 R 350

Rev.

0

Pag.: 18 di: 56

Pannello ADP C/C 4:

Identificazione provino *	Carico max (N)	ILSS (MPa)
TAO CC4/1	329	7.93
TAO CC4/2	301	7.48
TAO CC4/3	264	6.44
TAO CC4/4	326	7.77
TAV CC4/1	333	7.83
TAV CC4/2	303	7.35
TAV CC4/3	281	6.84
Valore medio	305	7.38
Deviazione std	26	0.55

^{*}Legenda: TAO = Taglio IL provino orizzontale; TAV = Taglio IL provino verticale

I valori ottenuti sono leggermente inferiori a quelli mostrati dai provini ottenuti per CVI+PIP, concordemente al fatto che le densità geometriche erano leggermente più basse di quelle degli stessi provini ottenuti per CVI+PIP; anche in questo caso, come per quelli C/C2, i provini mostrano un certo ritorno elastico.

Tab. 4 - Riepilogo valori medi riscontrati dalle prove meccaniche a temperatura ambiente

Caratteristica	Unità di misura	C _f /C mediante CVI+PIP	C _f /C mediante CVI (*)	SiC _f /SiC mediante CVI+PIP	SiC _f /SiC mediante CVI (**)
Resistenza a trazione	MPa	142.43 ± 9.52	158.59 ± 12.57	247.10 ± 12.50	143.28 ± 6.89
Resistenza a flessione a 3 punti	MPa	156.02 ± 26.19	117.06 ± 9.56	358.51 ± 26.72	219.40 ± 31.57
Resistenza a taglio interlaminare (ILSS)	MPa	10.08 ± 0.98	7.38 ± 0.55	23.51 ± 1.20	13.82 ± 0.90

^{*} densificazione quasi completa

^{**}densificazione parziale



LAM 125 R 350

Rev.

Pag.: 19 di: 56

0

3.4.3 Caratterizzazione morfologica e strutturale

Pannello ADP SiC/SiC 1:

Al fine di indagare la superficie di frattura dei campioni ottenuti per CVI+PIP, si è deciso di analizzare due campioni, appartenenti al gruppo dei provini ricavati in orizzontale ed a quelli in verticale. Sono stati scelti il provino TO1/2 che ha mostrato una buona rottura centrale (di questo sono state analizzate le due "facce" della rottura) ed il provino TV 1/1 che ha dato il valore più elevato di resistenza a trazione. Inoltre, sono state anche viste le superfici dei provini così come si presentavano dopo rettifica. Sempre nelle zone superficiali (esterne e interne) è stata effettuata l'analisi EDS per verificare la presenza di elementi estranei a Si e C, come N e O.

Di seguito si riportano le immagini più rappresentative ottenute.

Campione TO 1/2

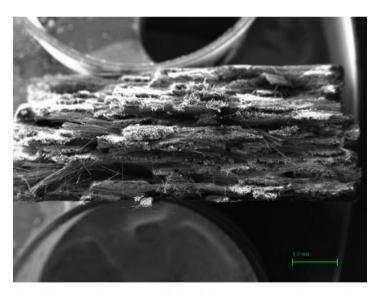


Fig. 14 – Vista frontale di una superficie di frattura a basso ingrandimento (35X)



LAM 125 R 350

Rev. 0

Pag.: 20 di: 56

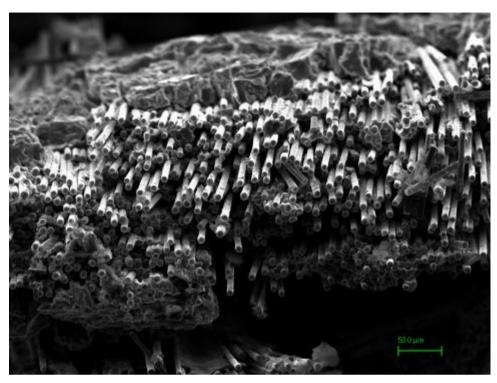


Fig. 15 – Ingrandimento della parte in frattura (500X)

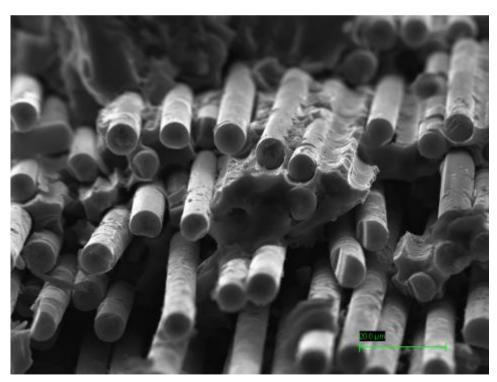


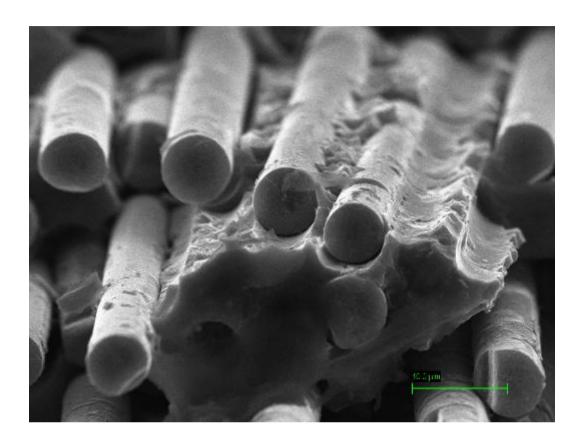
Fig. 16 – Ingrandimento della parte in frattura (2500X)



LAM 125 R 350

Rev. 0

Pag.: 21 di: 56



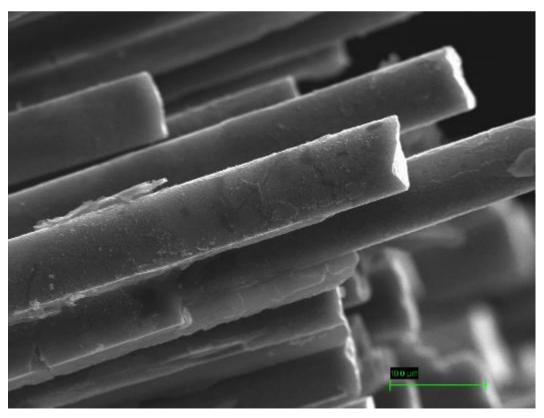


Fig. 17 – Ingrandimento a 5000 X della stessa zona vista frontale (in alto) e laterale (in basso)



LAM 125 R 350

Rev. 0

Pag.: 22 di: 56

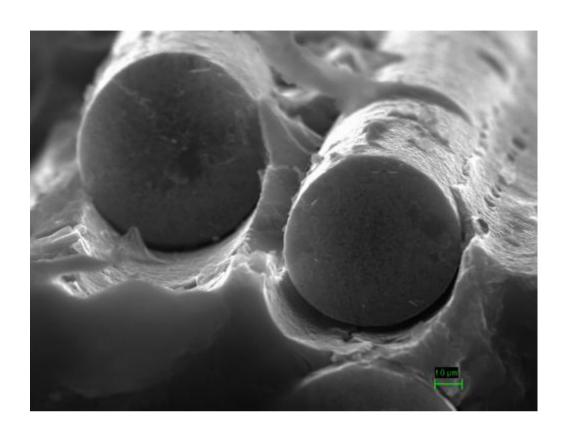


Fig. 18 – Ingrandimento a 15000 X

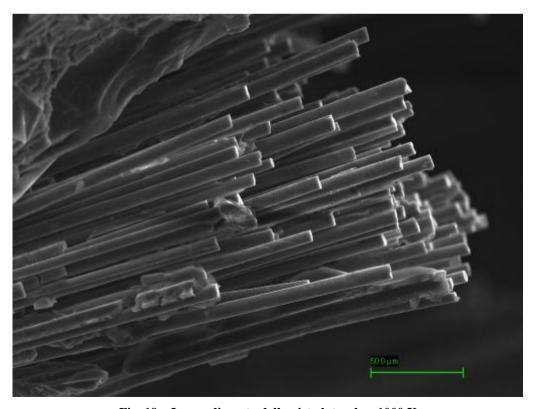


Fig. 19 – Ingrandimento della vista laterale a 1000 \boldsymbol{X}



LAM 125 R 350

Rev. 0

Pag.: 23 di: 56

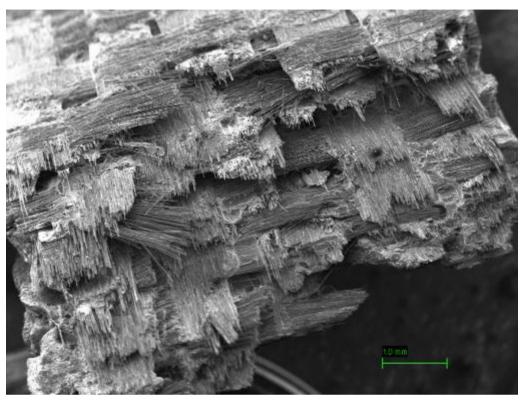


Fig. 20 – Vista frontale dell'altra superficie di frattura a basso ingrandimento (35X)

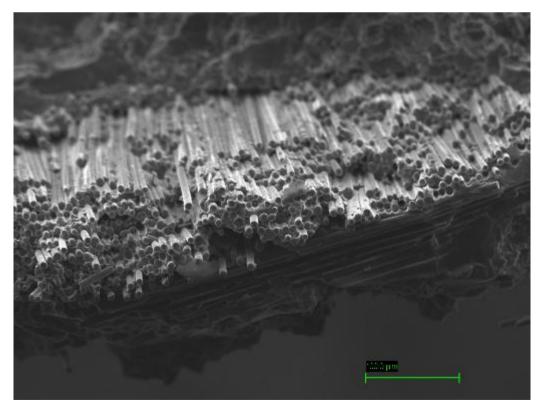


Fig. 21 –Superficie di frattura a 500 X



LAM 125 R 350

Rev. 0

Pag.: 24 di: 56

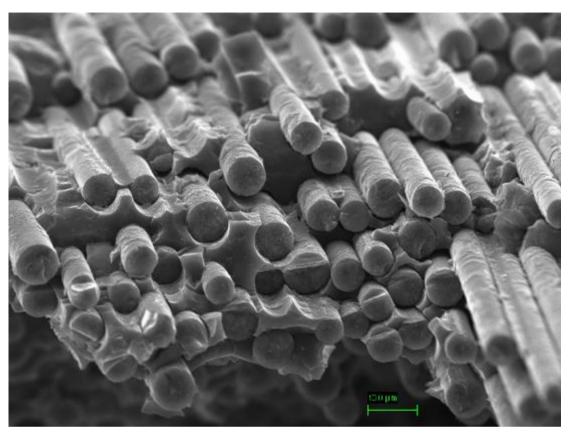


Fig. 22 – Superficie di frattura a $2500~\mathrm{X}$

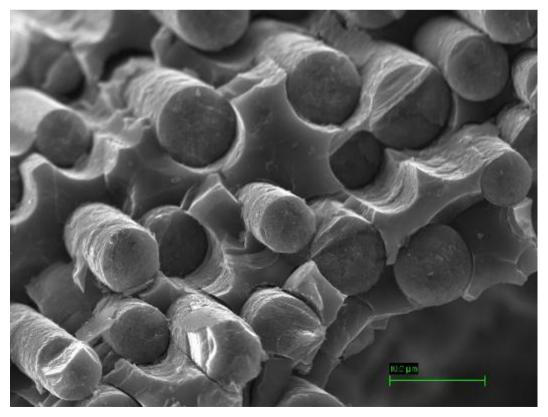


Fig. 23 – Superficie di frattura a 5000 X

LAM 125 R 350

Rev.

0

Pag.: 25 di: 56

Campione TV 1/1

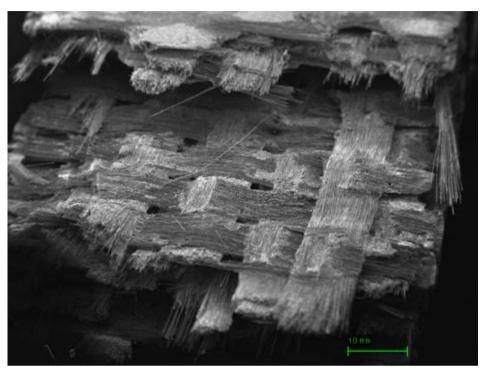


Fig. 24 – Vista frontale di una superficie di frattura (35X)

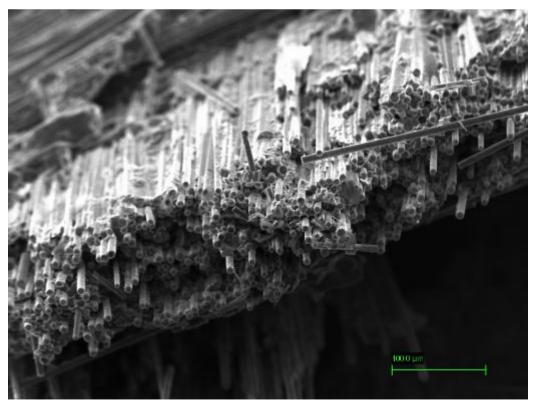


Fig. 25 – Ingrandimento a 500 X



LAM 125 R 350

Rev. 0

Pag.: 26 di: 56

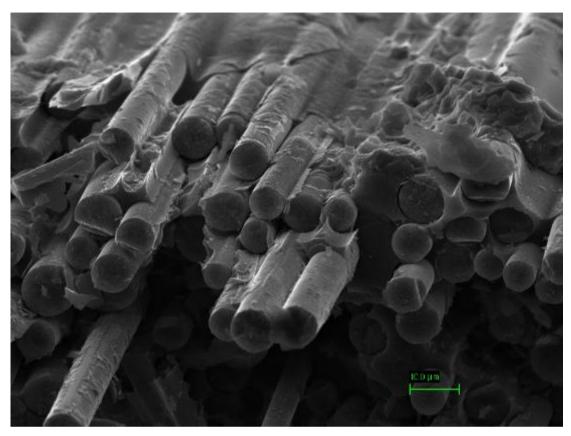


Fig. 26 – Ingrandimento a 2500 X

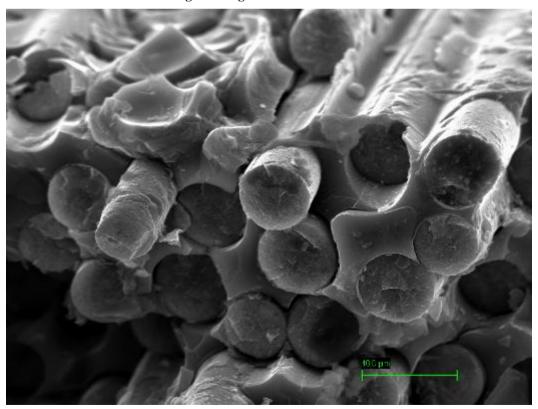


Fig. 27 – Ingrandimento a 5000 X



LAM 125 R 350

Rev.

0

Pag.: 27

di: 56

Dalle micrografie riportate si può vedere come il materiale sia giunto ad un buon livello di densificazione.

Allo scopo di caratterizzare al meglio il prodotto, è stata effettuata anche un'analisi della superficie dopo rettifica (Fig. 28, 29, 30). Trattandosi di un materiale costituito da trama ed ordito, diventa piuttosto difficile ottenere una superficie estremamente liscia. In ogni caso, questo stato superficiale è idoneo per i provini e le immagini ad alto ingrandimento amplificano delle discontinuità che in realtà sono marginali.

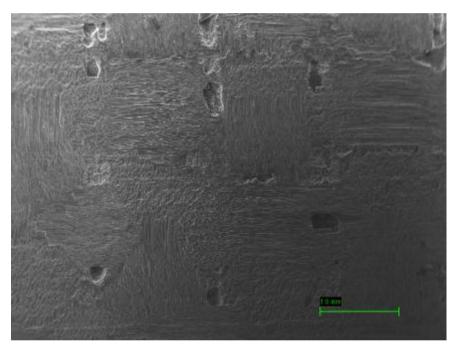


Fig. 28 – Superficie provino TO1/2 a 50X



LAM 125 R 350

Rev. 0

Pag.: 28 di: 56

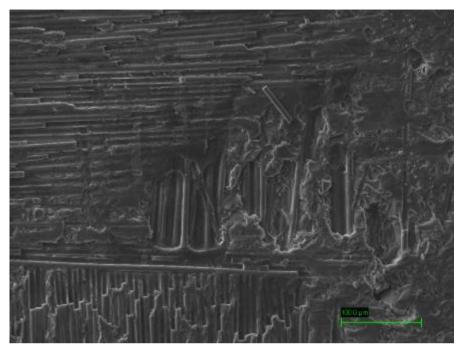


Fig. 29 – Superficie provino TO1/2 a 500 X

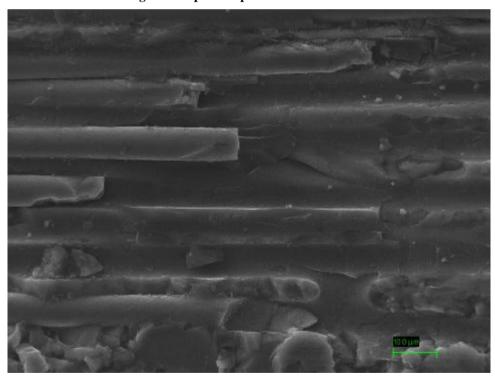


Fig. 30 – Superficie provino TO1/2 a 1000X



LAM 125 R 350

Rev.

0

Pag.: 29 di: 56

Pannello ADP SiC/SiC 3

Al fine di determinare il grado di densificazione anche dal punto di vista morfologico, sono state effettuate delle analisi al microscopio elettronico a scansione a diversi ingrandimenti della superficie di frattura, in particolare di uno dei provini per trazione (TV3/1) e di uno di quelli per flessione (FO3/1).

Campione TO3/1

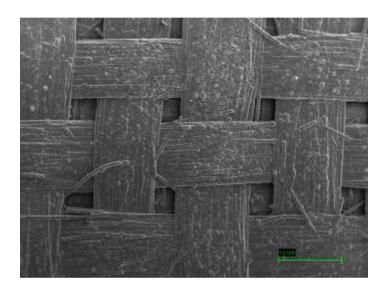


Fig. 31 – Superficie a basso ingrandimento (50X)

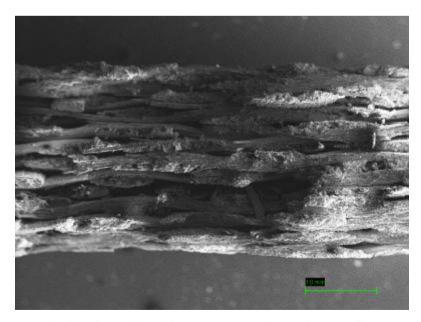


Fig. 32 – Superficie di frattura a basso ingrandimento (50X)



LAM 125 R 350

Rev. 0

Pag.: 30 di: 56

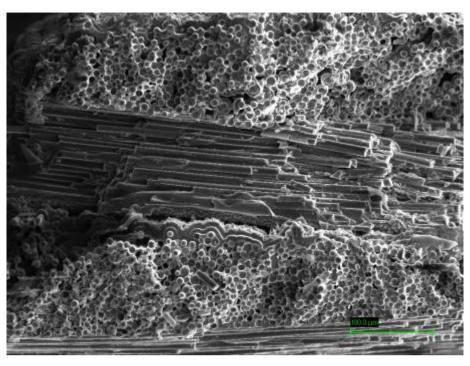


Fig. 33 – Ingrandimento a 500X

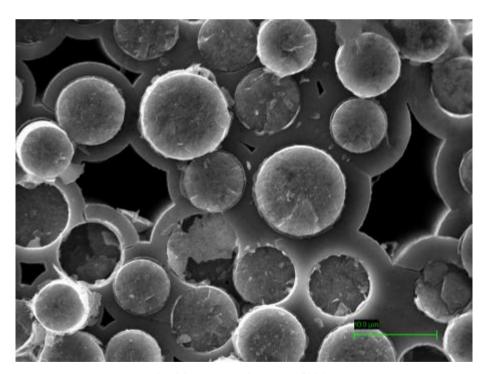


Fig. 34 – Ingrandimento a 5000 X



LAM 125 R 350

Rev. 0

Pag.: 31 di: 56

Campione FO3/1

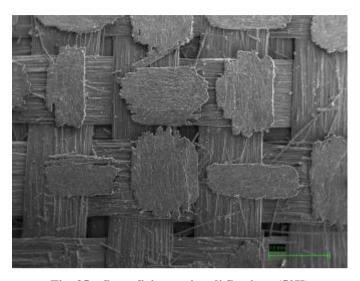


Fig. 35 – Superficie provino di flessione (50X)

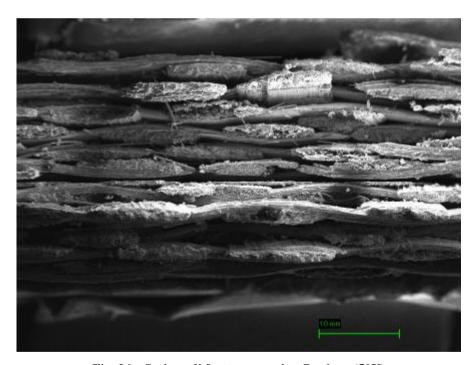


Fig. 36 – Sezione di frattura provino flessione (50X)



LAM 125 R 350

Rev.

Pag.: 32 di: 56

0

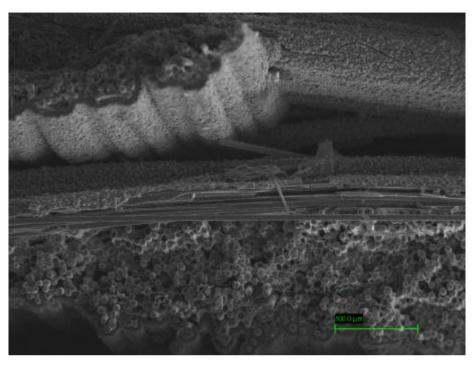


Fig. 37 – Ingrandimento a 500X

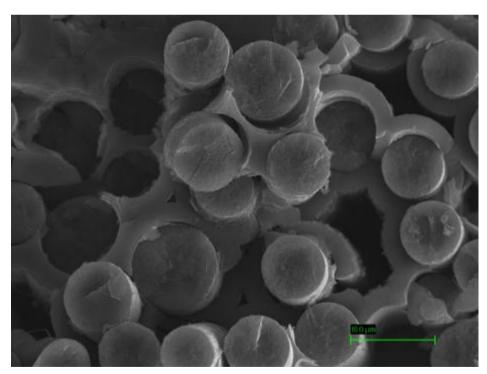


Fig. 38 – Ingrandimento a 5000 X

Come si può vedere dalle micrografie riportate, a confronto con quelle realizzate sui campioni ottenuti per CVI+PIP, si nota che la struttura non è ancora completamente densificata, anche se si è avuto un buon accrescimento della matrice attorno alle fibre. Purtroppo il limite del processo CVI è



LAM 125 R 350

Rev.

0

Pag.: 33 di: 56

dato dalla numerosità di cicli di infiltrazione necessari per ottenere una struttura altamente densificata.

Pannello ADP C/C 2

Per quanto riguarda l'analisi morfologico-strutturale sono stati indagati i provini TV CC 2/3 e FV CC2/5. Il primo provino è stato analizzato dopo la prova di trazione sia nella sezione risultata "gonfia" (vista lateralmente e non in frattura) sia in quella non deformata. Si è inoltre analizzata anche la superficie dopo rettifica. Per quanto riguarda il provino di flessione, si è, invece, indagata una sezione tagliata direttamente per verificare lo stato delle fibre dopo la prova ed anche per confrontare la sezione interna con la superficie tagliata con il laser. Al fine di verificare l'influenza dell'atmosfera in cui è stato effettuato il taglio laser (O₂), sono state eseguite analisi EDS sulla superficie dei provini e nelle zone più interne. I report sono visibili in allegato F.

Di seguito si riportano le immagini più rappresentative ottenute.

Campione TV CC2/3

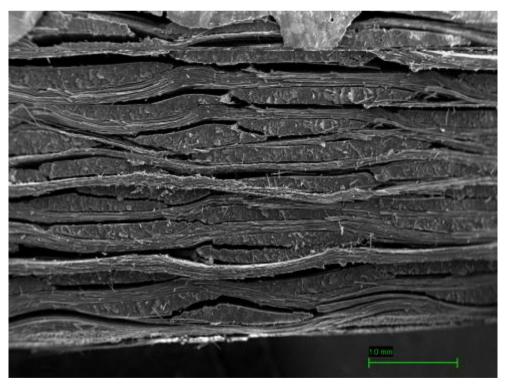


Fig. 39 – Sezione zona "gonfia" vista lateralmente (50X)



LAM 125 R 350

Rev. 0

Pag.: 34 di: 56

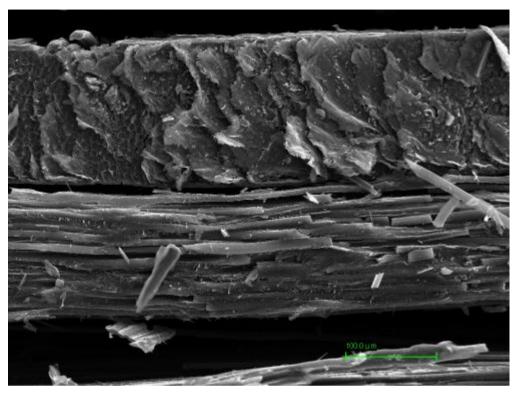


Fig. 40 – Ingrandimento della sezione di cui alla Fig. 12 (500X)

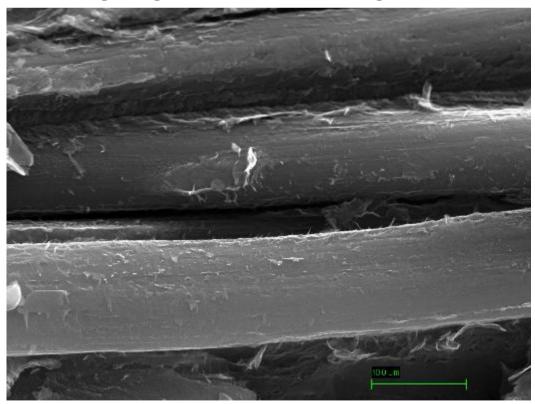


Fig. 41 – Ingrandimento della zona di cui a Fig. 12 (5000X)



LAM 125 R 350

Rev. 0

Pag.: 35 di: 56

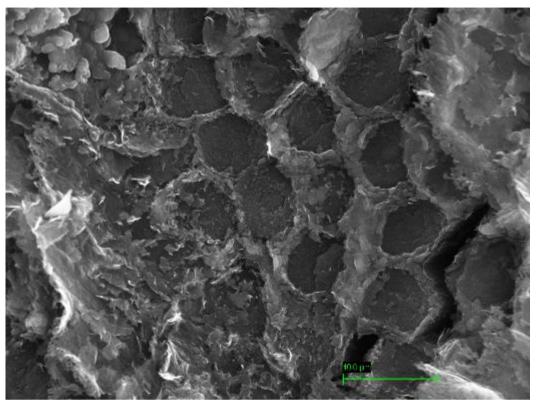


Fig. 42 – Ingrandimento della zona di cui a Fig. 12 (5000X)

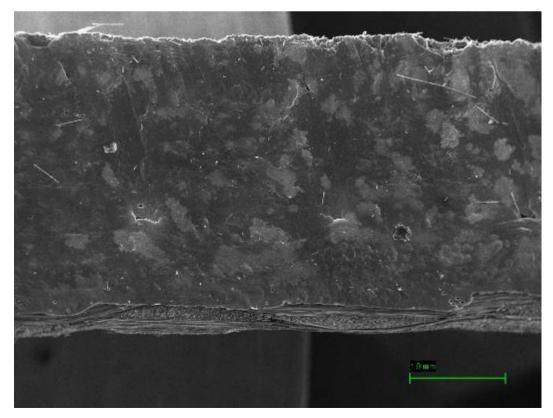


Fig. 43 – Ingrandimento a 50 X zona non "gonfia" (sup. liscia tagliata dal laser)

LAM 125 R 350

Rev. 0

Pag.: 36 di: 56

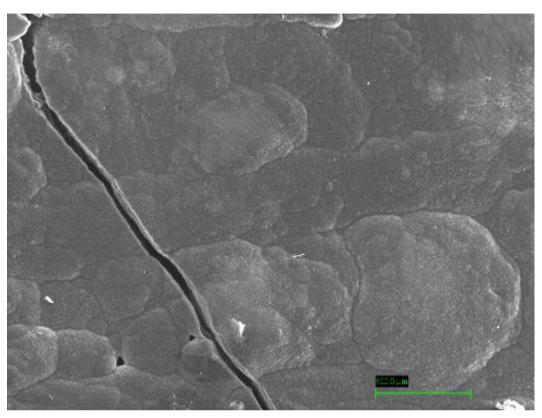


Fig. 44 – Ingrandimento a 500 X zona non "gonfia" (sup. liscia tagliata dal laser)

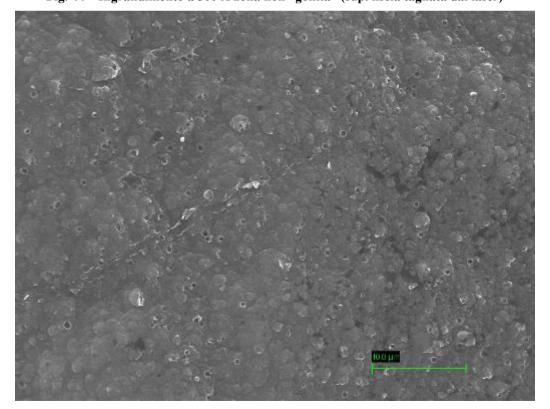


Fig. 45 – Ingrandimento a 5000 X zona non "gonfia" (sup. liscia tagliata dal laser)

LAM 125 R 350

Rev. 0

Pag.: 37 di: 56

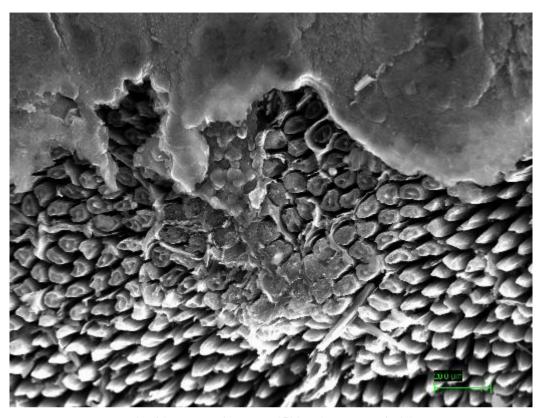


Fig. 46 –Ingrandimento a 1500 X (parte non liscia)

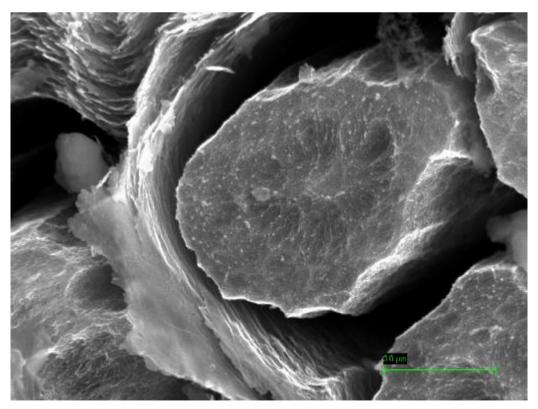


Fig. 47 – Ingrandimento a 20000 X (parte non liscia)

LAM 125 R 350

Rev.

Pag.: 38 di: 56

0

Campione FV CC2/5

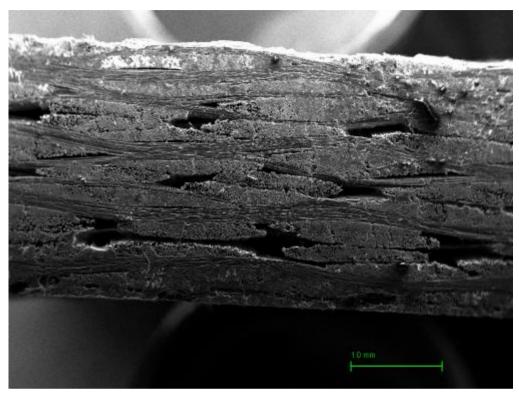


Fig. 48 – Sezione tagliata con lama diamantata, zona leggermente deformata (50X)

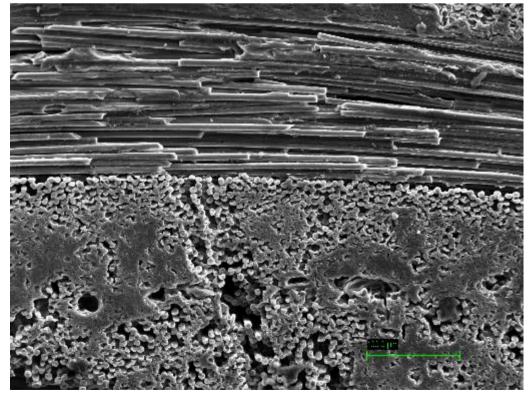


Fig. 49– Ingrandimento sezione tagliata con lama diamantata a $500~\mathrm{X}$



LAM 125 R 350

Rev.

Pag.: 39 di: 56

0

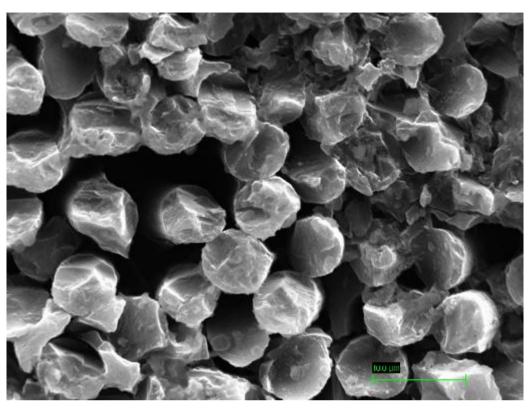


Fig. 50 – Sezione tagliata con mola diamantata a 5000 X

Le sezioni osservate al microscopio sono relative ad un provino sottoposto a flessione, per cui si nota comunque una certa deformazione. Non si ha la patina che si vede, invece, nella zona liscia dei provini di trazione, zona corrispondente al taglio laser.

Allo scopo di caratterizzare al meglio il prodotto, è stata effettuata anche un'analisi della superficie dopo rettifica (Fig. 51 e 52). Trattandosi di un materiale costituito da trama ed ordito, diventa piuttosto difficile ottenere una superficie estremamente liscia. In ogni caso, questo stato superficiale è idoneo per i provini e le immagini ad alto ingrandimento amplificano delle discontinuità che in realtà sono marginali.



LAM 125 R 350

Rev. 0

Pag.: 40 di: 56

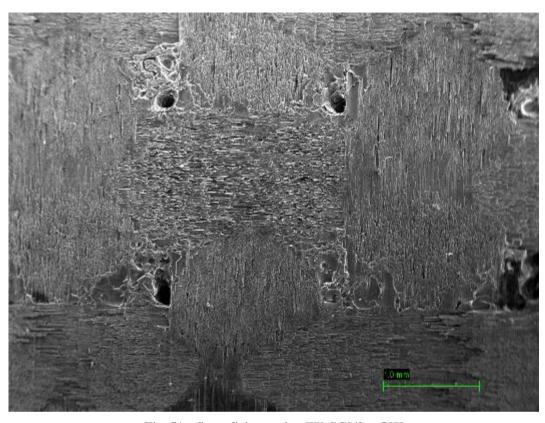


Fig. 51 – Superficie provino TV CC2/3 a 50X

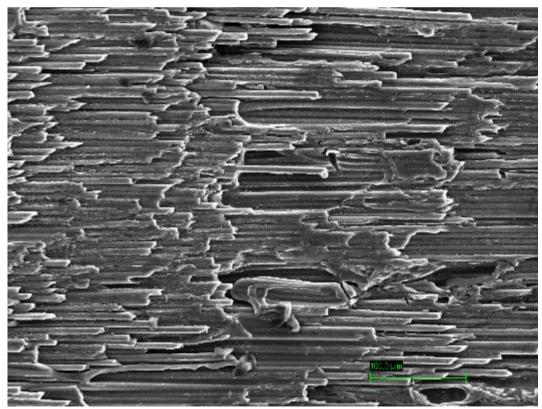


Fig. 52 – Superficie provino TVCC2/3 a 500 X



LAM 125 R 350

Rev.

0

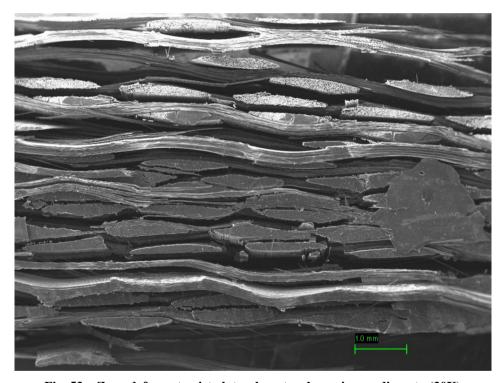
Pag.: 41 c

41 di: 56

Pannello ADP C/C4

Per valutare lo stato della struttura dopo le prove di trazione e flessione e confrontare le immagini con quelle ottenute su provini ottenuti per CVI+PIP dopo gli stessi test, sono stati scelti i provini TO CC4-2 (trazione) e FO CC4/2 (flessione) per essere sottoposti ad analisi al microscopio elettronico a scansione a diversi ingrandimenti della zona deformata dopo test e della superficie. In allegato G sono riportati i risultati delle analisi EDS effettuate sulla superficie e la sezione laterale della zona deformata dei provini.

Campione TO CC4-2



 $Fig. \ 53-Zona \ deformata \ vista \ lateralmente \ a \ basso \ ingrandimento \ (30X)$



LAM 125 R 350

Rev. 0

Pag.: 42 di: 56

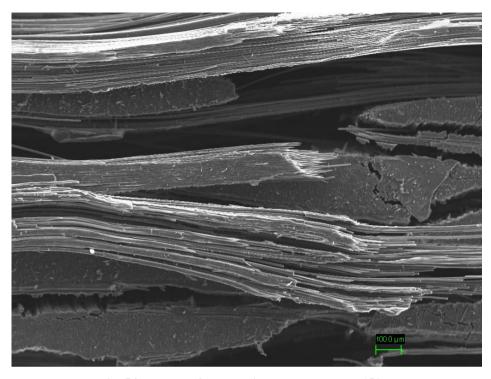


Fig. 54 – Zona deformata vista lateralmente a 150~X

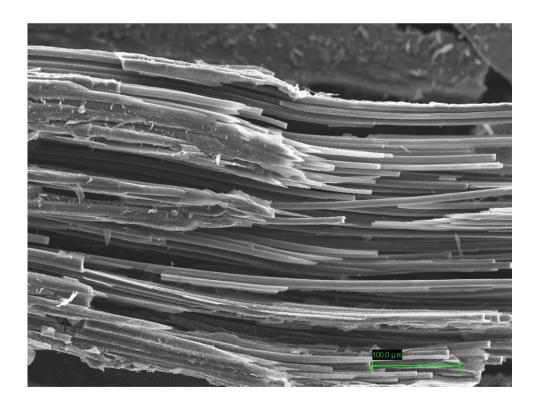


Fig. 55 – Zona deformata vista lateralmente a 500X



LAM 125 R 350

Rev.

Pag.: 43 di: 56

0

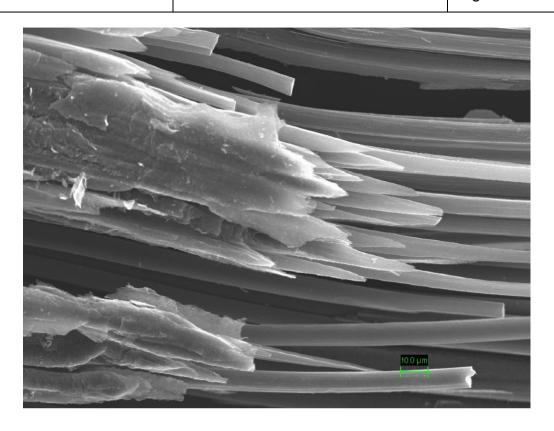


Fig. 56– Zona deformata vista lateralmente (ingrandimento a 1500 X)

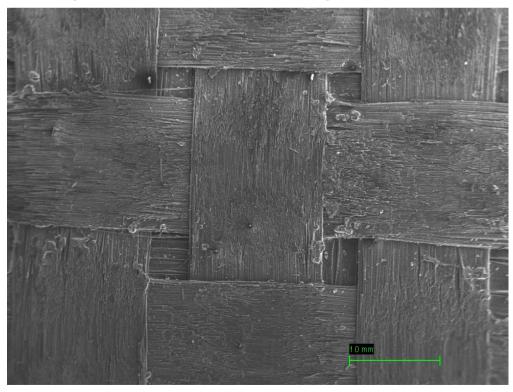


Fig. 57 – Superficie del provino di trazione (50X)

LAM 125 R 350

Rev. 0

Pag.: 44 di: 56

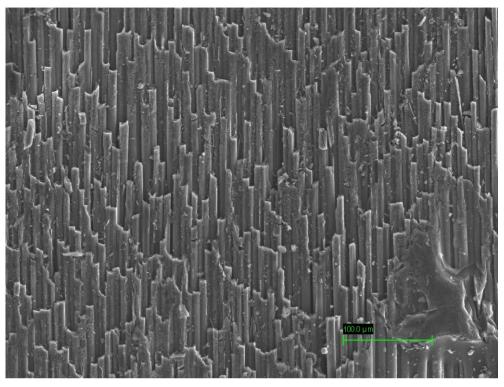


Fig. 58 – Superficie del provino di trazione (500X)

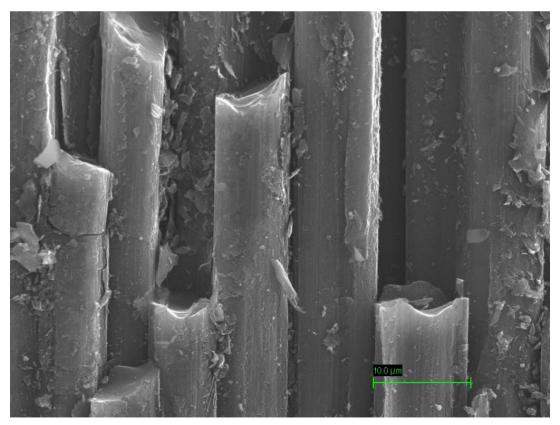


Fig. 59 - Superficie del provino di trazione (5000X)

LAM 125 R 350

Rev.

Pag.: 45 di: 56

0

Campione FOCC4/2

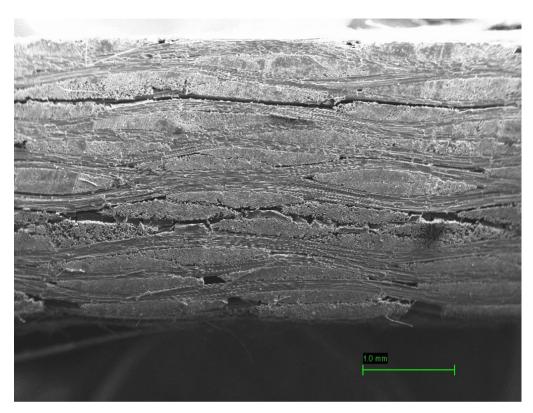


Fig. 60– Sezione tagliata provino di flessione (50X)

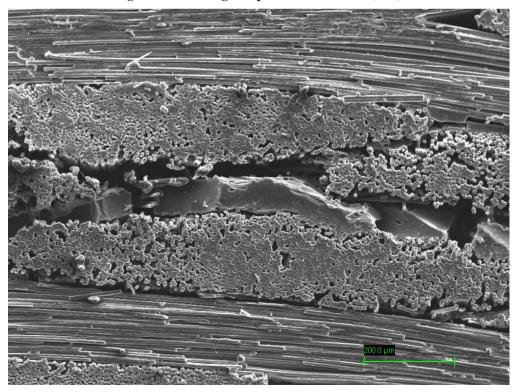


Fig. 61 – Sezione tagliata provino flessione (250X)

LAM 125 R 350

Rev. 0

Pag.: 46 di: 56

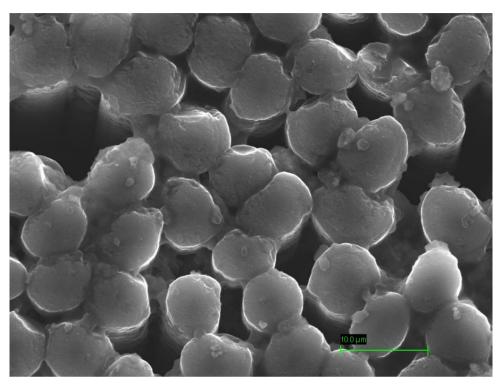


Fig. 62 – Sezione tagliata provino di flessione 5000X

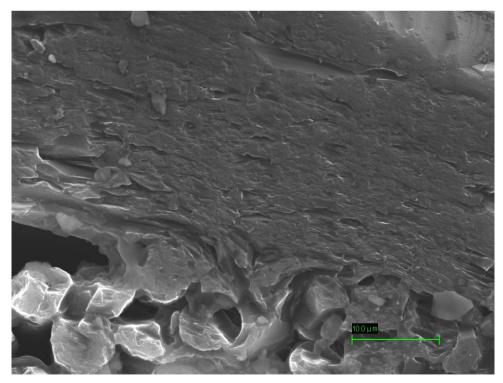


Fig. 63 – Ingrandimento a 5000 X



LAM 125 R 350

Rev.

0

Pag.: 47 di: 56

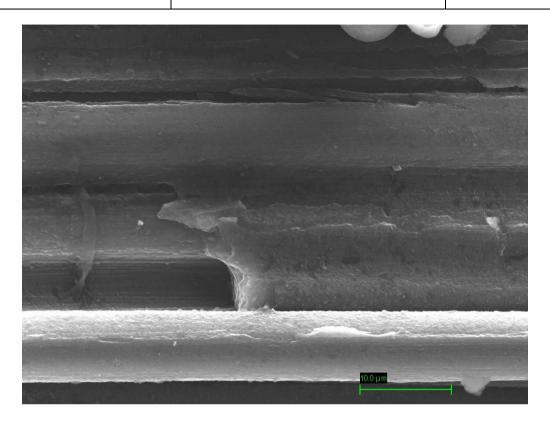


Fig. 64 – Ingrandimento a 5000 X

Come si può vedere dalle micrografie riportate, sebbene per ottenere la completa densificazione dei pannelli sarebbe stato necessario effettuare ancora alcuni cicli di infiltrazione (non effettuati per motivi di tempo), la struttura mostrata dai due provini analizzati è molto interessante e, confrontata con quella dei provini ottenuti per CVI+PIP, conferma che la tecnica CVI è in grado di fornire compositi dalla microstruttura più omogenea.



LAM 125 R 350

Rev.

0

Pag.: 48 di: 56

3.5 Dossier di qualifica

Il dossier di qualifica è costituito dai seguenti paragrafi:

- descrizione delle fasi dei processi sviluppati
- descrizione delle attrezzature e delle strumentazioni impiegate
- procedure e normative di riferimento
- qualifica del personale
- certificati di taratura della strumentazione
- risultati prove effettuate
- dossier fotografico.

3.5.1 Descrizione delle fasi dei processi sviluppati

I processi presi in esame per la realizzazione di compositi a fibra lunga a matrice ceramica sono:

- Chemical Vapour Infiltration (CVI)
- Chemical Vapour Infiltration + Polymer Infiltration Pyrolisis (CVI+PIP).

Il primo processo (CVI) consiste nella decomposizione di precursori allo stato di vapore o gassoso mediante calore. I prodotti della decomposizione si depositano sulle parti più calde all'interno del reattore e quindi, intenzionalmente, sulle fibre facendone così aumentare progressivamente il diametro fino ad una densificazione completa. Il processo, effettuato a bassa pressione (qualche decina di mbar) impiega metano come precursore per depositare carbonio e metiltriclorosilano come precursore per depositare carbonio e seguenti:

 $CH_4 \rightarrow C + 2H_2$ per ottenere carbonio, con una temperatura di processo di 1200°C

CH₃SiCl₃ → SiC + 3HCl per ottenere SiC, con una temperatura di processo di 950 °C

Poiché il processo di CVI consente di depositare sulle fibre uno strato da 0.3 micron di C o di SiC ad infiltrazione, per ottenere una densificazione completa sono necessari diversi cicli di infiltrazione che richiedono tempistiche di mesi.

Per il processo CVI FN dispone di un impianto dedicato la cui descrizione sarà data al paragrafo successivo.

Il processo di Polymer Infiltration Pyirolisis (PIP) consiste nella realizzazione di diversi cicli termici in ciascuno dei quali i pannelli vengono impregnati con una particolare resina, in funzione della tipologia di prodotto da ottenere, ed il trattamento termico permette il passaggio del polimero



LAM 125 R 350

Rev.

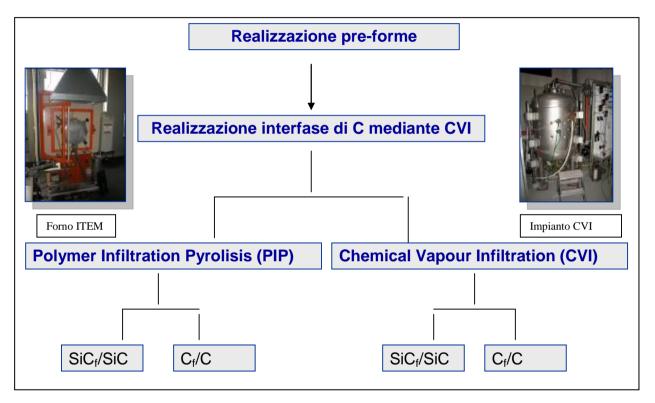
0

56

Pag.: 49 di:

liquido impiegato per l'impregnazione allo stadio ceramico. Al fine di migliorare la densificazione, all'interno dei cicli di impregnazione viene anche effettuato un ciclo a 1200°C per eliminare i residui di resina, aprendo porosità che sono state riempite con i successivi cicli di densificazione.

Per il processo PIP FN dispone di un forno dedicato la cui descrizione è data al paragrafo seguente. Lo schema generale di flusso per la realizzazione dei pannelli oggetto della ricerca è presentato di seguito.



Dallo schema si vede che le fasi per la realizzazione dei pannelli sono:

- realizzazione pre-forme (consistente nel taglio a misura delle tele in numero sufficiente a dare il giusto spessore finale del pannello (tenendo anche conto non solo dello schiacciamento dato dall'autoclave ma anche dal sovramateriale da lasciare per la rettifica), loro impregnazione con resina in polvere, passaggio in autoclave);
- realizzazione dell'interfase di C su tutti i pannelli mediante CVI: questo permette di ottenere dei compositi più tenaci;
- cicli di PIP per i pannelli da processare secondo questa tecnologia;
- cicli di CVI per i pannelli da processare secondo questa tecnologia;
- lavorazioni meccaniche di rettifica finale per portare allo spessore voluto dalle normative.



LAM 125 R 350

Rev.

0

Pag.: 50 di: 56

Accanto a queste fasi non vanno dimenticate quelle relative alla ricezione e controllo delle materie prime (tessuti e resine) e dei controlli in itinere e finali di certificazione, così come riportati nel Piano di fabbricazione e Controllo ASQ 125 Q 121 rev.0. Per mantenere la rintracciabilità delle varie fasi, inoltre, per ciascun pannello è stato redatto un TMD, un modulo di trasferimento diretto materiali, in cui sono annotate tutte le date dei vari step di processo e controllo con le firme di chi ha seguito tali fasi.

3.5.2 Descrizione delle attrezzature e delle strumentazioni impiegate

Per quanto riguarda le fasi di fabbricazione dei pannelli sono state impiegate le seguenti attrezzature:

- autoclave presso CIRTEN (vedi descrizione nel report scritto da CIRTEN);
- impianto per CVI della FN: (vedi Fig. 65)

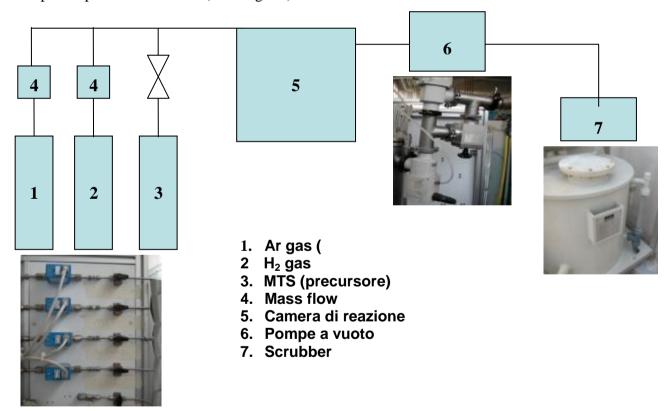


Fig. 65 – Schema impianto CVI della FN

Il forno per CVI possiede una camera utile di dimensioni $\emptyset = 300$ mm per un'altezza di 400; è in grado di arrivare alla temperatura max di 1250°C ed opera sotto vuoto e con i gas di processo (Argon ed Idrogeno). Periodicamente questo forno viene sottoposto a manutenzione e verifica (soprattutto per quanto riguarda l'impianto da vuoto).



LAM 125 R 350

Rev.

0

Pag.: 51 di: 56

- impianto per PIP della FN: consiste in un forno (ITEM) che ha dimensione interna di camera utile pari a $\emptyset = 250$ mm con profondità di 1000 mm; è in grado di arrivare alla massima temperatura di 1200 °C in atmosfera inerte (flusso di Argon) (vedi Fig. 66). Periodicamente viene sottoposto a manutenzione e verifica.



Fig. 66 – Forno ITEM per trattamenti di PIP

Tutta la documentazione relativa agli impianti suddetti è conservata presso il Laboratorio Compositi.

3.5.3 Procedure e normative di riferimento

Prima di iniziare le attività, sono stati elaborati i seguenti piani, conformemente a quanto prescritto dalla normativa ISO 9001:2008:

- - ASQ 125 Q 120 rev.0 Piano di Qualità relativo alla realizzazione di pannelli in composito a matrice ceramica
- ASQ 125 Q 121 rev.0 Piano di fabbricazione e controllo relativo alla realizzazione di pannelli in composito a matrice ceramica
- ASQ 125 P 108 rev.0 Piano di Qualifica relativo alla realizzazione e caratterizzazione di pannelli in composito ceramico.

Le attività di sviluppo processi sono state condotte secondo le procedure e le istruzioni operative di seguito elencate:



LAM 125 R 350

Rev.

Pag.: 52 di: 56

0

- CVI 125 N 224 Istruzioni operative per la preparazione delle pre-forme

- CVI 125 N 225 Istruzioni operative per infiltrazione mediante CVI di C
- CVI 125 N 226 Istruzioni operative per infiltrazioni mediante CVI di SiC
- CVI 125 N 227 Istruzioni operative per PIP di C
- CVI 125 N 228 Istruzioni operative per PIP di SiC.

Le attività di analisi e test sono state condotte secondo le seguenti procedure e normative:

Trazione a T ambiente: UNI EN 658-1

Flessione a T ambiente: UNI EN 658-3

Taglio interlaminare: UNI EN 658 - 5

Porosimetria/picnometria: Procedure interne FN:

LAB 752100 N 185

LAB 752199 N 232

Trazione in Temperatura: ASTM C 1359

Dilatometria: ASTM E 228

Compressione con intagli (in

temperatura): ASTM C 1425

Flessione in Temperatura: ASTM C 1341

3.5.4 Qualifica del personale

Il personale addetto alle fasi di processo è stato opportunamente istruito sulle procedure da seguire, addestrato e qualificato internamente.

Il personale addetto ai controlli ha frequentato corsi di formazione specifici per le analisi/test ed è stato successivamente sottoposto a periodi di prova interni e successivamente qualificato internamente anche conformemente alla ISO 17025.



LAM 125 R 350

Rev.

0

56

Pag.:

53

di :

3.5.5 Certificati di taratura della strumentazione

La strumentazione di laboratorio viene periodicamente verificata o inviata ai centri di taratura secondo un opportuno scadenziario stabilito dalla procedura LAM 752200N187 rev.0 (Criteri gestionali per la classificazione, la taratura e l'utilizzo degli strumenti di misura e delle apparecchiature dio prova).

I certificati di taratura degli strumenti impiegati nella commessa (Strumentazione da banco (calibri., micrometri,bilance), la macchina universale Instron con le sue celle di carico (certificati n. 26110 e 26111) e gli estensimetri (certificati n. 26112 e 26113), il porosimetro ad introduzione di Hg Pascal 440 ThermoElectron, il picnometro ad He Micromeritics) sono conservati presso i Laboratori di pertinenza e sono a disposizione per consultazione.

3.5.6 Risultati prove effettuate

I risultati delle prove effettuate sui campioni ottenuti dai pannelli oggetto della presente commessa sono archiviati in appositi dossier di laboratorio.

Le relazioni LAM 125 R 344 rev.0 e LAM 125 R 347 rev.0 raccolgono tutti i risultati della caratterizzazione fisico-meccanico-strutturale.

3.5.7 Dossier fotografico

Così come i risultati delle prove, il dossier fotografico è riportato nelle relazioni LAM 125 R 344 rev.0 e LAM R347 rev.0, nonché nella presente relazione.



LAM 125 R 350

Rev.

0

Pag.: 54 di: 56

4. Valutazioni conclusive

A conclusione delle attività di ricerca oggetto del presente Accordo di Collaborazione ENEA-FN si possono effettuare valutazioni comparative circa le problematiche ed i punti di forza incontrati nella realizzazione dei pannelli ed in merito ai risultati della caratterizzazione degli stessi.

Prima di entrare nel vivo dei risultati della caratterizzazione, occorre effettuare una doverosa premessa sui processi. Per quanto riguarda i pannelli ottenuti per CVI+PIP, questi hanno raggiunto la completa densificazione rispetto alle pre-forme di partenza. Sebbene i risultati siamo molto interessanti, si ritiene che sia possibile migliorare ancora la densità e le caratteristiche agendo in modo opportuno sui parametri di realizzazione delle pre-forme. Questo fattore risulta infatti molto importante soprattutto per l'applicazione in campo nucleare.

Per quanto riguarda i pannelli ottenuti per CVI, come già descritto nella relazioni intermedie e nel Deliverable relativo alla linea LP3, a causa di problematiche occorse all'impianto che hanno comportato la necessità di operazioni di manutenzione straordinaria con importanti fermi macchina, nonché in forza della complessità del processo stesso che richiede diversi cicli di infiltrazione al fine di ottenere una completa densificazione (avendo una deposizione di 0.3 micron a infiltrazione), per restare nelle tempistiche del contratto e riuscire a ricavare, seppur in parziale, tutti i pannelli previsti, nei due materiali diversi preventivati, si è deciso di interrompere la densificazione dei pannelli SiC_f/SiC al 70% circa della stessa in modo da riuscire a ricavare anche pannelli in C_f/C più vicini possibile alla completa densificazione.

Al fine di ottenere più provini possibile e mappare al meglio i pannelli da caratterizzare, sono stati elaborati dei precisi piani di taglio, che tenessero in considerazione le dimensioni dei pannelli stessi e la necessità di ricavare almeno cinque provini per ciascuna prova, anche in direzioni diverse del pannello stesso. Dato il taglio molto preciso ed il pochissimo margine fra un provino e l'altro, oltre alle geometrie particolari di quelli per trazione (a osso), è stato necessario testare il sistema di taglio più adatto e compatibile con i materiali prodotti. Per quanto riguarda i pannelli ottenuti per CVI+PIP, sia in C/C che in SiC/SiC, e quelli ottenuti per CVI, in C/C, si è riusciti ad ottenere un taglio "pulito" e preciso mantenendo anche l'identificazione del singolo provino. Nel caso del pannello in SiC/SiC ottenuto per CVI (ma non completamente densificato), si sono avute diverse problematiche che hanno portato alla realizzazione di provini più semplici (parallelepipedi per trazione, comunque previsti dalla normativa specifica) mediante taglio con lama diamantata.



LAM 125 R 350

Rev.

0

Pag.: 55

di: 56

Il confronto delle caratteristiche riscontrate sui provini ricavati dai pannelli realizzati, a parità di materiale base, deve tener conto di questi fattori.

Di seguito si riporta una tabella riepilogativa dei risultati ottenuti (medie e deviazioni standard) che pone a confronto i quattro materiali oggetto dello studio. La caratterizzazione riportata è stata effettuata a temperatura ambiente. In parallelo sono stati realizzati provini per la corrispondente caratterizzazione in temperatura che viene effettuata dal CIRTEN e sarà riportata in una relazione redatta dal CIRTEN.

Tabella riassuntiva della caratterizzazione effettuata a temperatura ambiente

Caratteristica	Unità di misura	C _f /C mediante CVI+PIP	C _f /C mediante CVI (*)	SiC _f /SiC mediante CVI+PIP	SiC _f /SiC mediante CVI (**)
Densità ad He	g/cm ³	1.614 ± 0.009	1.616 ± 0.011	2.642 ± 0.016	2.645 ± 0.015
Densità geometrica	g/cm ³	1.284 ± 0.009	1.240 ± 0.002	2.160 ± 0.003	1.950 ± 0.020
Densità a Hg	g/cm ³	1.320 ± 0.020	1.308 ± 0.020	2.174 ± 0.049	1.970 ± 0.030
Percentuale porosità aperta calcolata	%	18.5	19	17	26
Resistenza a trazione	MPa	142.43 ± 9.52	158.59 ± 12.57	247.10 ± 12.50	143.28 ± 6.89
Resistenza a flessione a 3 punti	MPa	156.02 ± 26.19	117.06 ± 9.56	358.51 ± 26.72	219.40 ± 31.57
Resistenza a taglio interlaminare (ILSS)	MPa	10.08 ± 0.98	7.38 ± 0.55	23.51 ± 1.20	13.82 ± 0.90

^{*} densificazione quasi completa

A commento della tabella riepilogativa si può affermare che:

- per quanto riguarda i pannelli in C_f/C , si sono ottenuti valori di densità molto vicini, sebbene i pannelli ottenuti per CVI potessero ancora prendere peso; sicuramente i pannelli ottenuti per CVI+PIP possono essere migliorati in termini di densità agendo sulle pre-forme. In ogni caso i valori ottenuti sono molto interessanti;

^{**}densificazione parziale



LAM 125 R 350

Rev.

0

Pag.: 56 di: 56

- i valori di resistenza a flessione leggermente più bassi riscontrati sui provini C/C per CVI sono correlati alla minore densità di questi rispetto agli stessi ottenuti per CVI+PIP;
- i valori ottenuti sui campioni in SiC/SiC processati per CVI+PIP sono molto interessanti; anche in questo caso, sicuramente, è possibile intervenire sulle pre-forme per migliorare la densificazione, soprattutto per l'applicazione in campo nucleare.
- il processo di CVI+PIP è una valida alternativa al CVI e permette di ottenere dei compositi dalle proprietà interessanti, sebbene con i limiti intrinseci della stessa tecnica;
- il processo CVI ha confermato (soprattutto nel caso dei compositi C/C la cui densificazione era quasi completa) la possibilità di conferire ai materiali una struttura molto più omogenea.

Come già anticipato nelle conclusioni del deliverable per LP3, la ricerca effettuata ha permesso ad FN di implementare una struttura qualificata in termini di risorse umane (e quindi know-how) e strumentali impiegabili sia nel settore nucleare sia in quello convenzionale ove i compositi stanno diventando sempre più materiali ambiti per prestazioni estreme e di alto valore aggiunto.



LAM 125 R 350

Allegati

ALLEGATI



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. A

ALLEGATO A



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. A

	FN S.p.A.		UNITÀ ORGA	NIZZATIVA	SOTTOCOMMES	SSA / CENTRO	TIPO	N° PI	ROGRESSIN	/0
NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI		LA	B 125		5	R	335			
CLASSE D	I PROGETTAZIONE	E CLASSE DI RISERVATEZZA		CAT. DI	ARCHIVIAZIONE	UNITÁ DI PREP	ARAZIONE	PAG.:	59	
	RC	II			CII	I LAB		DI: 24		
ACCORDO DI PROGRAMMA MSE- ENEA PAR 2008-2009 Accordo di Collaborazione ENEA- FN per "Studio e sviluppo di materiali ceramic compositi per componenti di reattori nucleari a fissione di IV generazione Caratterizzazione degli stessi con qualifica dei metodi e delle apparecchiature" Stato dell'arte normativo su compositi ceramici per applicazioni in ambito nucleare						zione.				
LISTA [DI DISTRIBU	ZIONE IN	ITERNA		LISTA D	I DISTRIBL	JZIONE	ESTER	NA	
ADL Dr.ssa S. Baccaro ENEA Dr.ssa A. Cemmi										
	AM Dr.ssa E.									
	.ssa C. Ameli	io								
CVI Ing	g. E. Ferrari									
	DESCRIZIONE				REDAZIONE	AP	PROVAZIONE		AUTORIZZAZIO	NE
									F	T
					28 02	11 01	03 1	1 01	03	11
EMISSIONE			L. Mannari	no E.	A E. Ghisolfi		Fewa Barras S. Baccaro			



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. A

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

INDICE

1.INTRODUZIONE	3
2.NORMATIVE	4
2.1 norme UNI	4
2.2 norme ASTM	7
3.CONCLUSIONI	23



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. A

1. INTRODUZIONE

In questo documento viene riassunto il lavoro svolto dalla FN S.p.A nell'ambito dell'Accordo di collaborazione tra ENEA ed FN, dal titolo "Caratterizzazione di materiali ceramici compositi da impiegare in reattori nucleari di nuova generazione con qualifica dei metodi e delle apparecchiature impiegate", per la parte relativa al sotto obiettivo B1: analisi dello stato dell'arte normativo e redazione procedure e documenti di qualifica, con particolare riferimento alla parte di analisi delle stato dell'arte normativo. Il lavoro si inserisce nell'ambito dell'accordo di programma MSE- ENEA sulla Ricerca di Sistema Elettrico – PAR2008-2009 ed è relativo al progetto 1.3 "Nuovo nucleare da fissione: collaborazioni internazionali e sviluppo competenze in materia nucleare"

I materiali compositi ceramici sono materiali promettenti per applicazioni ove siano richieste contemporaneamente resistenza meccanica e resistenza in esercizio soprattutto alle alte temperature e quindi sono dei buoni candidati per applicazioni particolari come il settore nucleare. In vista di una eventuale applicazione in tale ambito è auspicabile e necessario individuare quali siano, in relazione agli scopi preposti, le specifiche cui il materiale deve rispondere e quindi individuare, le norme idonee ad una adeguata caratterizzazione del prodotto.

La ricerca è stata effettuata usufruendo della banca dati della biblioteca ENEA di Bologna. Tramite essa sono state individuate varie normative, specifiche per la caratterizzazione dei materiali compositi, indicate per testare proprietà fisiche, meccaniche o dei materiali costituenti il composito (fibre) sia in ambito internazionale (ASTM) che italiano (UNI). Nel capitolo successivo, verranno riportare le norme individuate e una breve descrizione delle stesse.



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. A

2. NORMATIVE

In questo capitolo si riportano le norme individuate distinte in: norme UNI e ASTM. Tali normative sono state suddivise sulla base delle particolari proprietà (fisiche, meccaniche....) per le quali esse stesse sono preposte e distinte se indicate per caratterizzazione del materiale a temperatura ambiente o a temperature elevate. In dettaglio la distinzione eseguita:

- Tab.1-Norme UNI per la caratterizzazione meccanica a temperature ambiente
- Tab.2- Norme UNI per la caratterizzazione meccanica ad alte temperature
- Tab.3- Norme UNI per la caratterizzazione dei rinforzi
- Tab.4- Norme UNI per la caratterizzazione delle proprietà elastiche
- Tab.5- Norme ASTM di carattere generale (terminologia, preparazione dei pannelli, individuazione dei componenti, del tessuto di rinforzo....)
- Tab.6 -Norme ASTM per la caratterizzazione delle fibre
- Tab. 7- Norme ASTM per la caratterizzazione meccanica a temperature ambiente
- Tab. 8- Norme ASTM per la caratterizzazione meccanica ad alta temperatura
- Tab.9- Guida ASTMper la registrazione dei dati
- Tab-10 Norma ASTM per materiali ad uso nucleare



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. A

2.1 norme UNI.

UNI SPERIMENTALE ENV -658-6:1993	ceramiche tecniche avanzate - proprietà meccaniche di compositi ceramici a temperatura ambiente. Determinazione della resistenza al taglio mediante prova di taglio a doppio punzone
UNI EN 658-1:1999	ceramiche tecniche avanzate - proprietà meccaniche di compositi ceramici a temperatura ambiente - determinazione delle caratteristiche in trazione
UNI EN 12789: 2003	ceramiche tecniche avanzate - proprietà meccaniche di compositi ceramici in aria a pressione atmosferica - determinazione della resistenza alla flessione
UNI EN 658-2:2003	ceramiche tecniche avanzate - proprietà meccaniche di compositi ceramici a temperatura ambiente - determinazione delle proprietà a compressione
UNI EN 658-3:2003	ceramiche tecniche avanzate - proprietà meccaniche di compositi ceramici a temperatura ambiente - determinazione della resistenza a flessione
UNI EN 658-4:2003	ceramiche tecniche avanzate - proprietà meccaniche delle ceramiche composite a temperatura ambiente - determinazione della resistenza al taglio interlaminare mediante carico a compressione di provini intagliati
UNI EN 658-5:2003	ceramiche tecniche avanzate - proprietà meccaniche di compositi ceramici a temperatura ambiente - determinazione della resistenza al taglio interlaminare mediante prova a flessione su appoggi ravvicinati (3 punti)
UNI EN 12289:2005	ceramiche tecniche avanzate - proprietà meccaniche di compositi ceramici a temperatura ambiente - determinazione delle proprietà al taglio nel piano
UNI EN 13234: 2007	ceramiche tecniche avanzate - proprietà meccaniche di compositi ceramici a temperatura ambiente - valutazione della resistenza alla propagazione della fessura mediante prova di sensibilità all'intaglio
UNI EN 15156:2007	ceramiche tecniche avanzate - proprietà meccaniche dei compositi ceramici a temperatura ambiente- determinazione delle proprietà a fatica ad ampiezza costante
UNI EN 14186:2008	ceramiche tecniche avanzate - proprietà meccaniche dei compositi ceramici a temperatura ambiente- determinazione delle proprietà elastiche mediante tecnica ad ultrasuoni

Tab.1-Norme UNI per la caratterizzazione meccanica a temperature ambiente



UNI EN

15158:2007

SIGLA DI IDENTIFICAZIONE

LAM 125 R 350

Allegati

ALL. A

UNI EN 12291:2003	ceramiche tecniche avanzate - proprietà meccaniche di compositi ceramici ad alta temperatura in aria a pressione atmosferica - determinazione delle proprietà a compressione
UNI EN 1892:2005	ceramiche tecniche avanzate - proprietà meccaniche di compositi ceramici ad alta temperatura in atmosfera inerte- determinazione delle proprietà a trazione
UNI EN 12290:2005	ceramiche tecniche avanzate - proprietà meccaniche di compositi ceramici ad alta temperatura in atmosfera inerte - determinazione delle proprietà a compressione
UNI EN 1893:2005	ceramiche tecniche avanzate - proprietà meccaniche di compositi ceramici ad alta temperatura in aria a pressione atmosferica- determminazione delle proprietà in trazione
UNI EN 1894:2005	ceramiche tecniche avanzate - proprietà meccaniche di compositi ceramici ad alta temperatura in atmosfera inerte-determinazione della ressitenza al taglio per caricamento in compressione di campioni intagliati
UNI EN 12788: 2006	ceramiche tecniche avanzate - proprietà meccaniche di compositi ceramici ad alta temperatura in atmosfera inerte - determinazione della resistenza alla flessione
UNI EN 13235: 2007	ceramiche tecniche avanzate - proprietà meccaniche di compositi ceramici ad alta temperatura in atmosfera inerte-determinazione del comportamento a scorrimento viscoso
UNI EN 15157:2007	ceramiche tecniche avanzate - proprietà meccaniche di compositi ceramici ad alta temperatura in aria a pressione atmosferica - determinazione delle proprietà a fatica ad ampiezza costante

Tab.2- Norme UNI per la caratterizzazione meccanica ad alte temperature

a fatica ad ampiezza costante

ceramiche tecniche avanzate - proprietà meccaniche di compositi ceramici

ad alta temperatura in atmosfera inerte - determinazione delle proprietà



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. A

UNI EN 1007- 2:2002	ceramiche tecniche avanzate - compositi ceramici- metodi di prova per i rinforzi- determinazione della densità lineare
UNI EN 1007- 3:2002	ceramiche tecniche avanzate - compositi ceramici- metodi di prova per i rinforzi- determinazione del diametro del filamento e dell'area della sezione trasversale
UNI EN 1007- 4:2005	ceramiche tecniche avanzate - compositi ceramici- metodi di prova per il rinforzo-Parte 4: determinazione delle proprietà a trazione dei filamenti a temperatura ambiente
UNI EN 1007- 6:2008	ceramiche tecniche avanzate - compositi ceramici- metodi di prova per i rinforzi- Parte 6: determinazione delle proprietà alla trazione di filamenti ad alta temperatura

Tab.3- Norme UNI per la caratterizzazione dei rinforzi

UNI EN 1159- 1:2003	ceramiche tecniche avanzate - compositi ceramici -proprietà termofisiche -determinazione dell'espansione termica
UNI EN 1159- 2:2004	ceramiche tecniche avanzate - compositi ceramici -proprietà termofisiche-Parte 2: determinazione della diffusività termica
UNI EN 1159- 3:2003	ceramiche tecniche avanzate - ceramiche composite, proprietà termofisiche- determinazione della capacità termica specifica
EC 1-2010 UNI EN 1159- 3:2003	ceramiche tecniche avanzate - ceramiche composite, proprietà termofisiche- determinazione della capacità termica specifica
UNI CEN/TS 1159-4:2006	ceramiche tecniche avanzate - ceramiche composite, proprietà termofisiche- Parte 4: determinazione della conduttività termica
UNI EN 1389: 2005	ceramiche tecniche avanzate - compositi ceramici- proprietà fisiche - determinazione della massa volumica e della porosità apparente
UNI EN 15335:2008	ceramiche tecniche avanzate - compositi ceramici- determinazione delle proprietà elastiche mediante il metodo della risonanza di una barra fino a 2000°C

Tab. 4- Norme UNI per la caratterizzazione delle proprietà elastiche



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. A

2.2 norme ASTM

D3878 - 07	Standard Terminology for Composite Materials
D5687 / D5687M - 95(2007)	Standard Guide for Preparation of Flat Composite Panels with Processing Guidelines for Specimen Preparation
ASTM E2582 -07	Standard Practice for Infrared Flash Thermography of Composite Panels and Repair Patches Used in Aerospace Applications
D6856 / D6856M - 03(2008)	Standard Guide for Testing Fabric-Reinforced "Textile" Composite Materials
E1471 - 92(2008)	Standard Guide for Identification of Fibers, Fillers, and Core Materials in Computerized Material Property Databases
D3171 - 09	Standard Test Methods for Constituent Content of Composite Materials

Tab.5- Norme di carattere generale per compositi

ASTM D3878-07 -Terminologia Standard per Materiali Compositi

La norma fornisce indicazioni circa i termini generici, inclusi i termini di importanza commerciale, che appaiono in una o più norme sui materiali compositi contenenti fibre ad alto modulo (superiore a 20 GPa (3 10 6 psi)). Le definizioni riguardano, nella maggior parte dei casi, significati speciali utilizzati nel settore dei materiali compositi.

ASTM D5687 / D5687M - 95 (2007) Guida per la Preparazione di pannelli compositi piani con linee guida di lavorazione per la preparazione dei campioni.

Le tecniche descritte in questa guida, se correttamente utilizzate, in combinazione con una conoscenza del comportamento dei sistemi di materiali particolari, sono di aiuto nella preparazione adeguata di laminati per le prove delle proprietà meccaniche. Esse sono consigliate per favorire la produzione, consistente, di campioni di prova soddisfacenti, riducendo al minimo incontrollate variabili che possono intervenire durante la preparazione e lavorazione del campione.



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. A

ASTM E2582 - 07 pratica standard per l'analisi mediante termografia a infrarossi su pannelli compositi utilizzati nelle applicazioni aerospaziali e loro riparazione.

La termografia ad infrarossi (FT) è tipicamente usata per identificare i difetti che si verificano nella produzione di strutture composite o per tenere traccia dello sviluppo del difetto durante il funzionamento. Difetti possibili, rilevati mediante la FT, sono delaminazioni, vuoti, presenza di detriti estranei, porosità o la presenza di acqua che è in contatto con la superficie posteriore.

Con dedicata elaborazione dei segnali e l'uso di campioni rappresentativi, può essere eseguita una caratterizzazione del difetto, una misura della profondità e la relativa dimensione, la misura dello spessore e la diffusività termica dei componenti.

La pratica descrive una procedura per individuare i difetti all'interno di un pannello in composito e permette di rattoppare il difetto utilizzando "Flash Termografia" (FT), in cui una fotocamera a infrarossi (IR) viene utilizzata per rilevare il comportamento anomalo, in raffreddamento, della superficie del campione dopo che è stato riscaldato con un impulso di luce spazialmente uniforme da una luce intermittente. La norma descrive i metodi di prova stabiliti con la FT che sono attualmente utilizzati dall'industria e si sono dimostrati di utilità per la garanzia della qualità delle strutture composite durante la post-produzione e negli esami-service. La procedura ha utilità per test su pannelli a matrice polimerica e la riparazione di danni contenuti, ma anche per quelli ottenuti con resine epossidiche, fenoliche, poliammide polibenzimidazole, poliestere, carburo di carbonio, vetro, quarzo, silicio o fibre ecc...Ha utilità anche per pannelli compositi a matrice ceramica che contengono, ma non solo, carburo di silicio, nitruro di silicio e carbonio. Si applica a polimeri o compositi a matrice ceramici in cui le superfici ispezionate che sono sufficientemente opache assorbono la luce incidente e hanno emissività sufficiente per consentire il monitoraggio della superficie con una telecamera a infrarossi. Campioni di spessore eccessivo o campioni con una bassa diffusività termica, richiedono lunghi periodi di acquisizione e rendono segnali deboli che si avvicinano ai livelli di fondo e del rumore, e possono essere poco pratici per questa tecnica.

ASTM D6856 / D6856M - 03 (2008) guida standard per il test sui tessuti di rinforzo nei materiali compositi

Questa guida è destinata a servire da riferimento per il test del tessuto dei materiali compositi ed è, inoltre, di aiuto nella selezione dei migliori metodi di prova ASTM attualmente disponibili per la misura delle proprietà dei materiali comunemente valutate.



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. A

E' applicabile alla sperimentazione di materiali compositi fabbricati usando preforme in tessuto, ed ha lo scopo di:

- assicurare che si tenga in debito conto delle caratteristiche uniche di questi materiali in prova.
- assistere l'utente nella selezione dei migliori metodi di prova attualmente disponibili per la misura delle proprietà dei materiali comunemente valutate per questa classe di materiali.
- indicare dove gli attuali metodi di prova ASTM non soddisfano le esigenze richieste

ASTM E1471 - 92 (2008) Guida standard per l'identificazione delle fibre, i riempimenti e il cuore del materiali in database elettronici sulle proprietà del materiale.

Questa guida definisce le informazioni che sono considerate essenziali per descrivere in modo univoco una fibra, il riempimento o il cuore del materiale in una banca dati informatizzata.

In essa viene consigliato un formato per l'immissione dei dati in campi adatti per creare una banca dati informatizzata, sono inoltre definiti campi aggiuntivi, che sono considerati desiderabili, seppure non essenziali. Lo scopo è quello di facilitare una archiviazione efficiente e il recupero delle informazioni con un computer e permettere il confronto significativo di dati da fonti diverse.

ASTM D3171-09 metodi di prova standard per i costituenti dei materiali compositi. Un costituente contenuto in un materiale composito deve essere noto per modellare analiticamente le proprietà dei materiali (meccaniche, fisiche, termiche, o elettriche) del composito, che sono interessate a potenziare la matrice. La conoscenza del costituente contenuto è necessaria per la valutazione della qualità di un materiale fabbricato e dei processi utilizzati durante la fabbricazione. Il volume vuoto di un materiale composito può incidere significativamente su alcune delle sue proprietà meccaniche. Porosità elevata di solito significa una minore resistenza alla fatica, maggiore suscettibilità alla umidità e agli agenti atmosferici e maggiore variazione o dispersione delle proprietà di resistenza. La conoscenza del volume vuoto di un materiale composito è auspicabile come indicazione della qualità di un composito

Questi metodo di prova determina il contenuto del costituente dei materiali compositi per mezzo di uno dei due approcci.

Metodo I: che elimina fisicamente la matrice, lasciando sostanzialmente inalterato il rafforzamento e consentendo così il calcolo del rinforzo della matrice o del contenuto (in peso o volume), e il volume di vuoto %



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. A

Metodo II: applicato ai soli materiali laminati per cui è noto il rapporto peso/ area della fibra, calcola il rinforzo contenuto, in base alla misura dello spessore del laminato. Il metodo non è applicabile per la misura della porosità.

I metodi di prova sono destinati in primo luogo a materiale composito sostanzialmente costituito da due componenti, tuttavia, speciali disposizioni possono estendersi a metodi di prova per sistemi di materiale riempito con più di due componenti

ASTM C1557 -03(2008)	Standard Test Method for Tensile Strength and Young's Modulus of Fibers
D4018 - 99(2008)	Standard Test Methods for Properties of Continuous Filament Carbon and Graphite Fiber Tows
D4102 - 82(2008)	Standard Test Method for Thermal Oxidative Resistance of Carbon Fibers

Tab.6-Norme per la caratterizzazione delle fibre

ASTM C1557 -03(2008) Metodo di prova per la misura della resistenza alla trazione e modulo di Young delle fibre.

Il metodo riguarda fibre con diametro superiore a 250×10^{-6} m, può essere utile anche nello screening iniziale di fibre candidate per le applicazioni sui compositi a matrice polimerica, metallica o ceramica. A causa della loro natura, le fibre ceramiche non hanno un univoco valore della resistenza ma piuttosto una distribuzione della resistenza. Questo metodo di prova costituisce una metodologia per ottenere la resistenza di una singola fibra. Per determinare i parametri della distribuzione si consiglia di seguire questo metodo di test, in combinazione con la pratica C 1239. Il metodo di prova riguarda la preparazione, il montaggio e la sperimentazione di singole fibre per la determinazione della resistenza e del modulo di Young a temperatura ambiente di ceramica avanzata, vetro, carbonio e altro.



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. A

ASTM D4018 - 99 (2008), metodi di prova standard per le proprietà di fibre in carbonio e fibra di grafite

Le proprietà determinate da questo metodo di prova sono utili per le specifiche del materiale, le qualifiche, la produzione di data-base di dati relativi alla produzione, certificazione, ricerca e sviluppo. Il metodo è utile per il collaudo di fibre che sono state specificamente sviluppate per essere utilizzate come agenti di rinforzo in strutture in composito avanzato.

La riproducibilità dei risultati dei test dipende da un controllo preciso di tutte le condizioni di prova: tipo di resina, contenuto e sua distribuzione, processo di polimerizzazione, l'allineamento dei filamenti, presa nella macchina di prova e allineamento sono di particolare importanza.

Il metodo esamina la preparazione e il test in trazione di provini impregnati con resina e consolidati per determinare le proprietà alla trazione di fasci di fibre in carbonio a filo continuo e filati di grafite. Tratta anche la determinazione della densità e massa per unità di lunghezza del filo, o bandolo, per completare i dati per il calcolo delle proprietà di tensione. Questo metodo include una procedura per la rimozione dei campioni di fibre individuati per la misurazione della densità e può anche essere usato per determinare il peso percentuale; inoltre include una procedura per determinare la percentuale in peso di umidità assorbita delle fibre in carbonio o grafite.

ASTM D4102 - 82 (2008) Metodo di prova standard per la resistenza termica-ossidativa delle fibre di carbonio.

Il test è utilizzato per determinare la resistenza all'ossidazione delle fibre di carbonio come un mezzo per selezionare le fibre più stabili per essere incorporate nei sistemi rinforzati con fibre per alta temperatura. Può essere utilizzato per il controllo qualità, le specifiche del materiale, per la ricerca e lo sviluppo e per il miglioramento nelle fibre di carbonio. I fattori che influenzano la resistenza all'ossidazione, e dovrebbero essere riportati, sono il tipo di fibre, il tipo di precursore, il modulo della fibra, e qualunque informazione sulle impurezze. Poiché la presenza di finiture sulla fibra può pregiudicare la resistenza ossidativa, le modalità di preparazione di campioni che consentono la valutazione degli effetti di finitura sono inclusi.

Il metodo tratta degli apparati e procedure per la determinazione della perdita di peso di fibre di carbonio, esposte ad aria calda, come un mezzo per caratterizzare la loro resistenza al processo di ossidazione.



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. A

ASTM C1358-05	Standard Test Method for Monotonic Compressive Strength Testing of Continuous Fiber-Reinforced Advanced Ceramics with Solid Rectangular Cross-Section Test Specimens at Ambient Temperatures
D5379 / D5379M - 05	Standard Test Method for Shear Properties of Composite Materials by the V-Notched Beam Method
D7078 / D7078M - 05	Standard Test Method for Shear Properties of Composite Materials by V-Notched Rail Shear Method
ASTM C1468 -06	Standard Test Method for Transthickness Tensile Strength of Continuous Fiber-Reinforced Advanced Ceramics at Ambient Temperature
ASTM C1674 -08	Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics with Engineered Porosity (Honeycomb Cellular Channels) at Ambient Temperatures
ASTM C1469 -10	Standard Test Method for Shear Strength of Joints of Advanced Ceramics at Ambient Temperature
ASTM C1292 -10	Standard Test Method for Shear Strength of Continuous Fiber-Reinforced Advanced Ceramics at Ambient Temperatures
ASTM C1360-10	Standard Practice for Constant-Amplitude, Axial, Tension- Tension Cyclic Fatigue of Continuous Fiber-Reinforced Advanced Ceramics at Ambient Temperatures
ASTM C1275-10	Standard Test Method for Monotonic Tensile Behavior of Continuous Fiber-Reinforced Advanced Ceramics with Solid Rectangular Cross-Section Test Specimens at Ambient Temperature

Tab. 7- Norme per la caratterizzazione meccanica a temperature ambiente

ASTM C1358 - 05 Metodo di prova standard per misure di resistenza alla compressione ceramici avanzati con sezione solida rettangolare. Test a temperatura Procedura per la determinazione della resistenza a compressione, incluso il comportamento sforzodeformazione, sotto carico monotonico uniassiale di ceramica, rinforzata con fibre, a temperatura ambiente. I metodi di fabbricazione del campione, le modalità nell'esecuzione della prova (controllo della forza, dello trazione, delle relative intensità, della flessione ammissibile...) e le procedure di raccolta dati sono esaminati. Resistenza alla compressione, utilizzata nel metodo, si riferisce alla resistenza alla compressione ottenuta mediante carico monotono uniassiale dove



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. A

monotono fa riferimento a un tasso costante di crescita senza inversioni dall'inizio del procedimento di prova alla frattura definitiva.

Questo metodo si applica soprattutto per materiali compositi a matrice ceramica con rinforzo in fibra continua: multi-direzionale uni-direzionale (1-D), bi-direzionale (2-D), e tri-direzionale (3-D)

ASTM D5379 / D5379M - 05 Metodo di prova standard per le proprietà di taglio dei materiali compositi con il metodo Beam V-dentellato.

Questo metodo è progettato per produrre dati sulle proprietà di taglio per le specifiche dei materiali, ricerca e sviluppo, controllo qualità e progettazione strutturale. A seconda dell'orientamento del materiale rispetto al sistema di coordinate possono essere valutate proprietà sia nel piano di taglio che proprietà rispetto all'asse di carico. I fattori che influenzano la risposta al taglio e dovrebbero quindi essere riportati sono i seguenti: materiali, metodi di preparazione del materiale e lay-up, la preparazione dei provini, il condizionamento del campione, l'ambiente di test, l'allineamento dei campioni, la velocità di test, il tempo, la temperatura, il contenuto percentuale del rinforzo.

Nei materiali anisotropi, le proprietà possono essere ottenute in uno qualsiasi delle sei possibili piani di taglio orientando il piano di test del campione con il piano desiderato (1-2 o 2-1, 1-3 o 3-1, 2-3 o 3-2). Può essere valutato solo un piano di taglio singolo per ogni singolo campione. Proprietà, che possono essere ottenute da questo metodo di prova sono:

- resistenza al taglio / risposta di deformazione,
- massimo carico di rottura
- massimo carico di deformazione
- modulo di elasticità tangenziale
- curva di deformazione

Il presente metodo di prova riguarda le proprietà di taglio dei materiali compositi rinforzati con fibre ad alto modulo per:

- laminati composti solo di lamine unidirezionali, con la direzione delle fibre orientate parallelamente o perpendicolarmente all'asse di carico.
- laminati composti solo di lamine in tessuto con la direzione dell'ordito orientate parallelamente o perpendicolarmente all'asse di carico.



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. A

- laminati composti solo di lamine unidirezionali, contenenti un numero uguale di strati orientati a 0 e 90 in una sequenza bilanciata e simmetrica di accatastamento, con la direzione 0 orientate parallelamente o perpendicolarmente all'asse di carico.

- compositi fibro-rinforzati con una maggioranza di fibre distribuite in modo casuale.

ASTM D7078 / D7078M - 05 Metodo di prova standard per le proprietà a taglio dei materiali compositi con il metodo Rail V-dentellato

Il metodo ha caratteristiche analoghe alla procedure precedente, permette la determinazione di

- deformazione in funzione della sollecitazione di taglio
- massimo carico di rottura
- massimo deformazione di taglio
- modulo di elasticità
- curva di deformazione

Il metodo utilizza per la determinazione delle proprietà un campione a cinque dentellature tra due coppie di aste di carico, differenza del metodo precedente in cui il campione viene caricato sui suoi bordi superiore ed inferiore.

ASTM C1468 - 06 Metodo di prova standard per la resistenza alla trazione del "Transthickness" di ceramica rinforzata con fibre, a temperatura ambiente

La procedura è utile per la determinazione della resistenza alla trazione del "transthickness" (SUT) sotto carico monotono uniassiale. In generale, sono testati in trazione provini rotondi o quadrati in direzione normale allo spessore.. Per un sistema di coordinate cartesiane, l'asse x e l'asse y sono nel piano del campione da esaminare. La direzione transthickness è normale al piano ed è etichettata con l'asse z Nei CFCCs, il piano del provino normalmente contiene la più grande delle tre dimensioni

Questo metodo di prova è destinato principalmente ad essere utilizzato con tutti i materiali compositi a matrice ceramica con rinforzo in fibra continua: unidirezionale (1-D), bidirezionali (2-D), tessuti, e tridirectional (3-D) Va osservato che l' architettura 3-D con una frazione ad alto volume di fibre nella "z" direzione può essere difficile da testare con successo.



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. A

ASTM C1674 - 08 Metodo di prova standard per la Resistenza alla flessione delle ceramiche avanzate con porosità (strutture a nido d'ape), a temperatura ambiente.

Questo metodo è utilizzato per determinare le proprietà meccaniche in flessione di componenti in ceramica con più canali longitudinali vuoti, comunemente descritti come architetture a "nido d'ape". I componenti hanno in genere 30% o più di porosità e le dimensioni trasversali dei canali a nido d'ape sono nell'ordine di 1mm o maggiore. I dati sperimentali e i valori di resistenza calcolati da questo metodo di prova sono utili per lo sviluppo strutturale, la caratterizzazione del prodotto, i dati di progettazione e il controllo qualità

Una prova di flessione è il metodo preferito per la determinazione del valore nominale di resistenza alla trazione rispetto ad una prova di compressione. Una valore nominale è richiesto, perché questi materiali si rompono se sottoposti a sollecitazioni di tensione e gradienti di temperatura.

Le proprietà meccaniche determinate mediante questo metodo di prova sono determinate da una combinazione delle proprietà intrinseche del materiale e dalla microstruttura e dall'architettura della frazione di porosità [densità relativa, geometria del canale (forma, dimensioni, spessore della parete delle celle, ecc), anisotropia e uniformità, ecc] nel campione. Il confronto dei dati di prova deve considerare sia le differenze di materiale (proprietà di composizione) che le differenze in architettura (porosità canale tra singoli esemplari) che le differenze tra e all'interno dei lotti campione.

Sono proposti due metodi di prova:

- metodo di prova A che utilizza una geometria del provino definita dall'utente con una scelta di quattro punti e tre geometrie per la prova di flessione.
- metodo di prova B che utilizza una dimensione del campione specificata e un carico a flessione su 4 punti e ¼. Esso è ampiamente usato nell'industria per le strutture a nido d'ape in carburo di silicio, cordierite e con dimensioni piccole delle celle (celle passo ~ 2 mm). Il Metodo di prova B fornisce una geometria standard per il test con una dimensione del campione di riferimento per le strutture a nido d'ape con caratteristiche adeguate e dimensione della cella con il beneficio di ripetibilità, riproducibilità e comparabilità di sperimentale

ASTM C1469 - 10 Metodo di prova standard per le misure di resistenza al taglio di giunti di ceramiche avanzate a temperatura ambiente.



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. A

Giunti sono prodotti per migliorare le prestazioni e l'applicabilità dei materiali. Mentre i giunti tra materiali simili sono generalmente usati nella produzione di parti complesse e riparazione di componenti, quelli che coinvolgono i materiali dissimili di solito vengono prodotti per sfruttare le proprietà uniche di ciascun componente nel nuovo componente. A seconda del processo di giunzione, la regione di giunzione può essere la parte più debole del componente. Poiché in modalità mista e carico di taglio, il trasferimento del carico attraverso le parti comuni richiede un ragionevole sforzo di taglio, è importante che la qualità e l'integrità dei giunti sotto le forze di taglio nel piano sia quantificata. Dati di resistenza al taglio sono necessari anche per monitorare lo sviluppo di nuove tecniche di giunzione

La procedura è utile per la determinazione della resistenza a taglio di giunti in ceramici avanzati a temperatura ambiente e tratta delle geometrie dei provini, dei metodi per la loro preparazione, delle modalità di esecuzione del test e raccolta dei dati. Questo metodo di test è previsto per giunti che hanno punti di forza basso o intermedio rispetto al materiale substrato da unire.

Giunti con punti di forza elevata non devono essere testati con questo metodo di prova, ciò a causa della elevata probabilità di prove non valide, risultanti da fratture che iniziano nei punti di reazione piuttosto che nelle giunzioni. La determinazione della resistenza al taglio di giunti utilizzando questo metodo è particolarmente appropriata per materiali compositi a matrice ceramica, ma può essere utile per ceramici monolitici.

C1292-10 Metodo di prova standard per le misure di resistenza al taglio dei materiali compositi fibro- rinforzati a temperatura ambiente

Questo metodo può essere utilizzato per lo sviluppo del materiale, il confronto la garanzia della qualità, la caratterizzazione, la progettazione e generazione di dati.

Esso è una procedura per la determinazione della resistenza al taglio di materiali compositi rinforzati con fibre di ceramica (CFCCs) a temperatura ambiente. I metodi di prova trattati sono:

- la compressione di un provino a doppio intaglio per determinare la resistenza al taglio interlaminare
- il metodo di prova Iosipescu per determinare la resistenza a taglio in uno qualsiasi dei piani di materiale composito laminato.

Sono affrontati metodi di fabbricazione dei campioni, modalità di esecuzione della prova e di raccolta di dati ecc.



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. A

Il metodo è utilizzato per il test di materiali compositi di ceramica o di vetro con rinforzo in fibra continua uni-direzionale (1-D) o bi-direzionale (2-D), non affronta compositi con (3-D).

ASTM C1360 - 10 Pratica standard per la determinazione della costante di ampiezza assiale, nei cicli di fatica, di ceramica rinforzata con fibre a temperatura ambiente

Prove nei cicli di fatica forniscono informazioni sulla risposta di un materiale sotto trazione uniassiale fluttuante. Stati di sollecitazione uniformi sono necessari per valutare efficacemente ogni comportamento non lineare sforzo-deformazione che può svilupparsi come risultato di processi di danni cumulativi (per esempio, microfessurazione nella matrice, scollamento fibra / matrice, delaminazione, ciclo di fatica, crescita di cricche, ecc).

Danni cumulativi dovuti alla stanchezza ciclica possono essere influenzati dalla modalità di test, da effetti del trattamento, da combinazioni di materiali costituente, e / o influenze ambientali (comprese quelle di prova ambiente e di condizionamento pre-test), o entrambi. Alcuni di questi effetti possono essere le conseguenze di tenso-corrosione o di crescita lenta di crepe che possono essere difficili da quantificare. Altri fattori che possono influenzare il comportamento ciclico fatica sono: materiali per le matrici e fibre, porosità nulla o contenuta, metodi di preparazione dei campioni di prova o di fabbricazione, percentuale in volume e orientamento del rinforzo, ambiente di prova, forza e limiti di tensione durante i cicli. Il comportamento a fatica ciclica di un CFCC dipende dalla sua innata resistenza a frattura dalla presenza di difetti, o processi di accumulo dei danni, o entrambi.

La pratica riguarda la determinazione della costante di ampiezza tensione assiale- tensione nei cicli a fatica e le prestazioni di compositi avanzati in fibra ceramica rinforzata (CFCCs) a temperatura ambiente, si basa sull'esperienza e sulle norme esistenti per i CFCCs con particolare riferimento alle prove di trazione a temperatura ambiente, indirizza sulle geometrie del provino, sui metodi di preparazione dei campioni e sulle modalità nell'esecuzione del test non si applica alle prove nei cicli di fatica assiale di componenti o parti (cioè elementi di macchina con deformazioni non uniformi o multiassiali)



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. A

ASTM C1275-10 Procedura per la determinazione del comportamento in trazione di ceramici avanzati fibro- rinforzati con sezione trasversale rettangolare a temperatura ambiente

Procedura per la determinazione del comportamento a trazione: resistenza alla trazione e risposta sforzo-deformazione sotto carico monotonico uniassiale ceramica rinforzata con fibre a temperatura ambiente. Questo metodo di prova indirizza, ma non è limitato alle diversi geometrie di prova suggerite. Inoltre, i metodi di prova di fabbricazione del campione, le modalità della prova (forza, spostamento, o il controllo della trazione), flessione ammissibile e procedure di raccolta dati e comunicazione sono esaminate. Si noti che la resistenza alla trazione utilizzata in questo metodo di prova si riferisce alla resistenza a trazione ottenuta nell'ambito di un carico monotono uniassiale, dove monotono fa riferimento a un tasso costante di test non-stop senza inversioni dall'inizio del procedimento di prova alla frattura definitiva.

A differenza delle ceramiche avanzate monolitiche che si rompono catastroficamente in seguito ad un singolo difetto dominante, nei CFCCs generalmente la frattura interviene in seguito ad un processo di danno cumulativo, un singolo test sul materiale sottoposto a una sollecitazione uniforme di trazione non può essere un fattore significativo nel determinare i punti di forza finali di CFCCs e vi è quindi la necessità di testare un numero statisticamente significativo di campioni di prova . Le prove di trazione forniscono informazioni sulla resistenza e la deformazione dei materiali per sollecitazioni in trazione uniassiale. Stati di sollecitazione uniformi sono necessari per valutare efficacemente ogni comportamento non-lineare sforzo-deformazione che può svilupparsi come risultato di processi di danneggiamento cumulativi (per esempio cracking della matrice scollamenti, delaminazioni, ecc) che possono essere influenzate dalle modalità nell'esecuzione del test o anche da influenze ambientali. Alcuni di questi effetti possono essere conseguenze di corrosione o subcritica crescita (lenta) di crepe che possono essere minimizzati mediante test sufficientemente rapidi.

Il comportamento in trazione e la resistenza di un CFCC dipendono dalla sua innata resistenza a frattura, dalla presenza di difetti, o processi di accumulo dei danni, o entrambi..

Questo metodo si applica soprattutto a tutti i materiali compositi a matrice ceramica con rinforzo in fibra continua: uni-direzionale (1-D), bi-direzionale (2-D), e tri-direzionale (3-D).



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. A

	Standard Test Method for Interlaminar Shear Strength of
	1-D and 2-D Continuous Fiber-Reinforced Advanced
ASTM C1425-05	Ceramics at Elevated Temperatures
	Standard Test Method for Monotonic Tensile Strength
	Testing of Continuous Fiber-Reinforced Advanced
	Ceramics With Solid Rectangular Cross-Section Test
ASTM C1359-05	Specimens at Elevated Temperatures
	Standard Test Method for Flexural Properties of
	Continuous Fiber-Reinforced Advanced Ceramic
ASTM C1341-06	Composites
	_
	Standard Test Method for Creep and Creep Rupture of
	continuous Fiber-Reinforced Advanced Ceramic Under
ASTM C1337-10	Tensile Loading at Elevated Temperatures

Tab. 8- Norme per caratterizzazione meccanica ad alta temperatura

ASTM C1425 - 05 Metodo di prova standard per la resistenza al taglio interlaminare di ceramica rinforzata con fibre 1-D e 2-D a temperature elevate

L'1-D e 2-D CFCCs sono altamente anisotropi e le loro resistenze al taglio interlaminare sono più basse lungo lo spessore rispetto a quelle nel piano di trazione. Prove di taglio forniscono informazioni sulla resistenza e la deformazione dei materiali sotto sollecitazioni di taglio. Questo metodo di prova affronta la compressione di un provino a doppio intaglio per determinare la resistenza al taglio interlaminare di compositi ceramici fibro-rinforzati a temperature elevate. Sono esaminati metodi di preparazione dei campioni e requisiti, per l' esecuzione della prova, oltre che modalità nella sua esecuzione, raccolta di dati e procedure di divulgazione del risultato La procedura è utilizzata per il test di materiali compositi a matrice ceramica, o vetro, con rinforzo in fibra, aventi struttura lamellare, (1-D) o (2-D), non affronta compositi con strutture non laminate, come ad esempio (3-D).

ASTM C1359 - 05 Metodo di prova standard per test di resistenza alla trazione di compositi ceramici rinforzati con fibre su sezione di prova trasversali rettangolari a temperature elevate



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. A

Procedura per la determinazione della resistenza alla trazione: comportamento sforzo-deformazione sotto carico monotonico uniassiale di ceramica rinforzata con fibre, a temperature elevate. Il metodo indirizza verso alcune geometrie senza tuttavia porre alcuna limitazione alle stesse. Metodi di fabbricazione del provino, modalità di esecuzione della prova, controllo della temperatura, gradienti di temperatura, e modalità di raccolta dei dati sono affrontati. Anche in questo caso il test fa riferimento a misure di resistenza a trazione ottenute mediante carico uniassiale monotono, dove monotono fa riferimento a un incremento costante, non-stop senza inversioni dall'inizio del procedimento di prova alla frattura definitiva.

Questo metodo si applica soprattutto per materiali compositi a matrice ceramica con rinforzo in fibra continua: rinforzi multi-direzionale uni-direzionale (1-D), bi-direzionale (2-D), e tri-direzionale (3-D) o altro. Inoltre, questo metodo di test può essere utilizzato anche con compositi a matrice vetrosa con rinforzi in fibra continua 1-D, 2-D, 3-D e multi-direzionale.

ASTM C1341- 06 Metodo di prova standard standard per la determinazione delle proprietà a flessione di compositi ceramici fibro -rinforzati

Procedura per la determinazione delle proprietà a flessione di compositi rinforzati con fibre di ceramica a forma di barre rettangolari formate direttamente o tagliate da fogli, lastre o forme modellate. Tre geometrie di prova sono descritte come segue:

- Test I A geometria a tre punti di caricamento del sistema utilizzando un centro di forza per l' applicazione di una forza su una trave appoggiata.
- Test di geometria nel sistema di caricamento IIAA a quattro punti utilizzando due punti di applicazione della forza equidistanti dai loro punti di appoggio con una distanza tra i punti di applicazione di metà del campo di sostegno.
- Test di geometria nel sistema di caricamento IIBA a quattro punti utilizzando due punti di applicazione della forza equidistanti dai loro punti di appoggio adiacente con una distanza tra i punti di applicazione della forza di un terzo della campata sostegno

Questo metodo si applica soprattutto a tutti i materiali compositi a matrice ceramica con rinforzo in fibra continua: uni-direzionale (1-D), bi-direzionale (2-D), tri-direzionale (3-D), e altre architetture di fibra continua. Inoltre, questo metodo di test può essere utilizzato anche con compositi a matrice vetrosa con rinforzo in fibra continua. Le prove possono essere effettuate a temperatura ambiente o a temperature elevate



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. A

ASTM C1337-10 metodo standard per le prove di scorrimento e di rottura per scorrimento di compositi ceramici fibro -rinforzati a temperature elevate.

Prove di scorrimento misurano la deformazione tempo-dipendente di un materiale sotto carico costante ad una data temperatura. Esse forniscono una misura della vita del materiale quando è sottoposto a continue sollecitazioni meccaniche a temperature elevate.

Procedura per la determinazione della dipendenza dal tempo della deformazione e del tempo di vita di compositi ceramici fibro-riforzati sotto carico di trazione costante a temperature elevate. Il metodo indirizza verso alcune geometrie del campione di prova ma non è limitato ad esse, esamina i metodi di fabbricazione del campione, le modalità per le misure di temperatura e il suo il controllo e le procedure di raccolta dati

E' destinato principalmente ai materiali compositi a matrice ceramica con rinforzo in fibra continua: unidirezionale (1-D), bidirezionali (2-D), e tridirectional (3-D). Inoltre, questo metodo di test può essere utilizzato anche con i compositi a matrice di vetro con 1-D, 2-D e 3-D rinforzo in fibra continua.

	Standard Guide for Recording Mechanical Test Data of
E1434 - 00(2006)	Fiber-Reinforced Composite Materials in Databases

Tab.9- Guida per la registrazione dei dati

ASTM E1434 - 00 (2006) Guida standard per la registrazione dei dati di test meccanici dei materiali compositi rinforzati con fibre nei database

Questa guida fornisce un formato comune per i dati delle prove di resistenza meccanica dei materiali compositi per due scopi:

- stabilire requisiti per i metodi di prova e riportare i dati
- fornire informazioni per la progettazione data base sulle proprietà dei materiali.

Questa guida deve essere usata in combinazione con la guida E 1309, che fornisce informazioni simili per identificare il materiale composito testato.



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. A

Le linee guida indicate sono specifiche per le prove meccaniche di materiali rinforzati con fibre ad alto modulo: prove di trazione, compressione, taglio, flessione, porosità aperte o chiuse, resistenza alla frattura, e la fatica.

La guida può essere un riferimento, attraverso la sezione di raccolta dei dati, per individuare un metodo comune per fornire i risultati delle varie prove.

	Standard Practice for Surveillance Testing of High-
E531 - 76(2007)	Temperature Nuclear Component Materials

Tab-10 Norma per materiali ad uso nucleare

E531 - 76(2007) - La Norma fornisce una pratica standard per i test di controllo ad elevata temperatura dei materiali per componenti nucleari

Le prescrizioni contenute in essa possono essere utilizzate come base per la creazione delle condizioni di funzionamento, in sicurezza, di componenti critici.

Le procedure presentate in questa pratica sono una guida per un programma di sorveglianza, per programmi relativi ai controlli dei materiali componenti il reattore nucleare, attraverso prove campione.

Requisiti generali prevedono la valutazione generale dell'impianto e la verifica che i materiali stessi soddisfino i criteri di progettazione. Verifiche periodiche sono effettuate attraverso la vita utile dei componenti per valutare i cambiamenti delle proprietà del materiale selezionato causati da irraggiamento di neutroni e effetti termici.

La pratica riguarda le procedure su campioni di prova per determinare le variazioni che si verificano nelle proprietà meccaniche dovute alle radiazioni e agli effetti termici di materiali nucleari e di componenti metallici in cui questi materiali vengono utilizzati per applicazioni ad alte temperature.



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. A

3. CONCLUSIONI

Nell'ambito di un Accordo di collaborazione tra ENEA ed FN S.p.A è stato effettuato un lavoro di ricerca, in campo nazionale ed internazionale, riguardante lo stato dell'arte delle normative presenti per la caratterizzazione dei materiali compositi per applicazioni in ambito nucleare. La ricerca ha dato modo di individuare, nell'ambito del panorama normativo, varie norme indicate per una caratterizzazione del materiale sia alle alte temperature che a temperatura ambiente, in particolare, per una caratterizzazione meccanica dello stesso, nessuna, però, tra quelle individuate è strettamente specifica per tali materiali in ambito nucleare.



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. B

ALLEGATO B



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. В

FN S.p.A	FN S.p.A.		NIZZATIVA	SOTTOCOMMESSA / CENTRO		TIPO	N° P	ROGRESSIVO
NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI			Q	12	5	Q		120
ASSE DI		SSE DI	CAT. DI	ARCHIVIAZIONE	UNITÁ		PAG. :	1
TTAZIONE AQ	RISERV	/ATEZZA		CII	PREPARAZ AS(DI:	8

ACCORDO DI PROGRAMMA MSE- ENEA PAR 2008-2009

TITOLO:

Accordo di Collaborazione ENEA- FN per "Studio e sviluppo di materiali ceramici compositi per componenti di reattori nucleari a fissione di IV generazione. Caratterizzazione degli stessi con qualifica dei metodi e delle apparecchiature"

PIANO DI QUALITA'

LISTA DI DISTRIBUZIONE INTERNA

LISTA DI DISTRIBUZIONE ESTERNA

ENEA Dr.ssa A. Cemmi Dr.sa S. Baccaro

ADL

CVI Ing. E. Ferrari

Dr.sa E. Ghisolfi ASQ/LAM

Segreteria

	Descrizione	REDAZIONE		APPROVAZIONE		AUTORIZZAZIONE		ΙE		
		12	01	11	13	01	11	13	01	11
0	Emissione	94			Fifauto Barraso		uo.	Ffawa Baeraw		uo.
			E. Ghisolfi		S. Baccaro		ro	S. Baccaro		

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



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. B

ACCORDO DI PROGRAMMA MSE- ENEA PAR 2008-2009

Accordo di Collaborazione ENEA- FN per "Studio e sviluppo di materiali ceramici compositi per componenti di reattori nucleari a fissione di IV generazione. Caratterizzazione degli stessi con qualifica dei metodi e delle apparecchiature"

PIANO DI QUALITA'

INDICE

1.	Scopo	pag. 3
2.	Documenti di riferimento	pag. 3
3.	Ruoli delle organizzazioni coinvolte	pag. 4
4.	Organizzazione	pag. 6
5.	Disposizioni di assicurazione qualità per la fornitura	pag. 6
6.	Gestione dei documenti di pertinenza del contratto	pag. 7
7.	Identificazione e tracciabilità dei componenti	pag. 7
8.	Non conformità ed anomalie	pag. 8
9.	Rapporto di qualifica	pag. 8

Documentazione allegata:

•	T 1	1 11	1 1			
	Elenco	delle	ahhre	V119	710	nı
1.	LICHCO	ucne	abbic	VIU	LLIU	111

- II. Accordo di Collaborazione ENEA-FN
- III. Organigramma aziendale
- IV. Domanda di modifica (modulo)
- V. Domanda di concessione (modulo)
- VI. Stato di definizione del prodotto (modulo)
- VII. Modulo di trasferimento diretto materiali (TMD)
- VIII. Modulo di trasmissione (modulo)



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. B

1. Scopo

Il presente Piano di Qualità è relativo alle attività che saranno svolte da FN nell'ambito dell'Accordo di Collaborazione con ENEA relativo a "Studio e sviluppo di materiali ceramici compositi per componenti di reattori nucleari a fissione di IV generazione. Caratterizzazione degli stessi con qualifica dei metodi e delle apparecchiature".

FN dovrà curare lo studio e sviluppo dei processi per la realizzazione di pannelli prototipali in composito ceramico a fibra lunga da sottoporre a successiva caratterizzazione fisico- strutturale- termo- meccanica.

I processi che saranno presi in considerazione sono il Chemical Vapour Infilatration (CVI) ed il PIP+CVI (Polimer Infiltration Pyrolysis + Chemical Vapour Infiltration), mentre i materiali saranno C_f -C e SiC_f -SiC, processati nelle due tipologie succitate.

L'attività comprende la redazione di un piano di qualifica nonché al termine della stessa un Rapporto di qualifica.

Scopo principale di questo Piano di Qualità è il trasferimento della politica della qualità aziendale alle attività di progettazione, di fabbricazione e controllo, in accordo alla normativa UNI EN ISO 9001:2008.

In particolare, FN dispone di un Sistema di Gestione per la Qualità (SGQ) in grado di assicurare la prevenzione di situazioni avverse alla qualità e garantire la realizzazione di componenti conformi alle specifiche mediante l'applicazione delle procedure gestionali ed operative citate al punto 2.2.. Prerogativa del SGQ è il miglioramento continuo della qualità dei prodotti e delle prestazioni del processo al fine di ottenere la piena soddisfazione del cliente.

Nel Piano verrà data descrizione:

- dei ruoli di Società ed Enti coinvolti nella presente attività ed i loro rapporti;
- della gestione operativa della commessa all'interno della FN;
- dell'identificazione e rintracciabilità dei componenti prodotti nell'ambito del contratto;
- del trattamento delle non conformità;
- del flusso di informazioni e documenti in ambito interno ed esterno alla FN;
- della modulistica da utilizzare

con riferimento alle procedure interne applicabili.

2 Documenti di riferimento

2.1 Documenti contrattuali e tecnici



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. B

2.1.1 Accordo di Collaborazione ENEA-FN per "Studio e sviluppo di materiali ceramici compositi per componenti di reattori nucleari a fissione di IV generazione. Caratterizzazione degli stessi con qualifica dei metodi e delle apparecchiature"

2.2 Documenti di Assicurazione di Qualità

2.2.1 UNI EN ISO 9000:2005 Sistemi di Gestione per la Qualità "Fondamenti e terminologia"

2.2.2 UNI EN ISO 9001:2008 Sistemi di Gestione per la Qualità "Requisiti"

2.2.3 PRE 712100 M 207 rev.1 Manuale del Sistema di Gestione per la Qualità

2.2.4 Procedure di Assicurazione Qualità gestionali di uso interno:

ASQ 742200 M 208 rev.0 "Norme generali per la gestione dei documenti e dei dati"

ASQ 742200 M 209 rev.0 "Norme generali per la gestione delle registrazioni della qualità"

ASQ 742200 M 210 rev.0 "Modalità di gestione delle verifiche ispettive"

ASQ 742200 M 211 rev.0 " Modalità di gestione delle Non - Conformità"

ASQ 742200 M 212 rev.0 "Modalità di gestione delle Azioni Correttive"

ASQ 742200 M 213 rev.0 " Modalità di gestione delle Azioni Preventive"

2.2.5 Procedure gestionali dei laboratori di uso interno:

LAM 752200 N 187 "Criteri gestionali per la classificazione, la taratura e l'utilizzo degli strumenti di misura ed apparecchiature di prova"

2.2.6 Procedure e istruzioni operative specifiche di uso interno:

CVI 125 N 224 Istruzioni operative per preparazione pre-forme

CVI 125 N 225 Istruzioni operative per infiltrazione mediante CVI di C

CVI 125 N 226 Istruzioni operative per infiltrazione mediante CVI di SiC

CVI 125 N 227 Istruzioni operative per PIP di C

CVI 125 N 228 Istruzioni operative per PIP di SiC



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. B

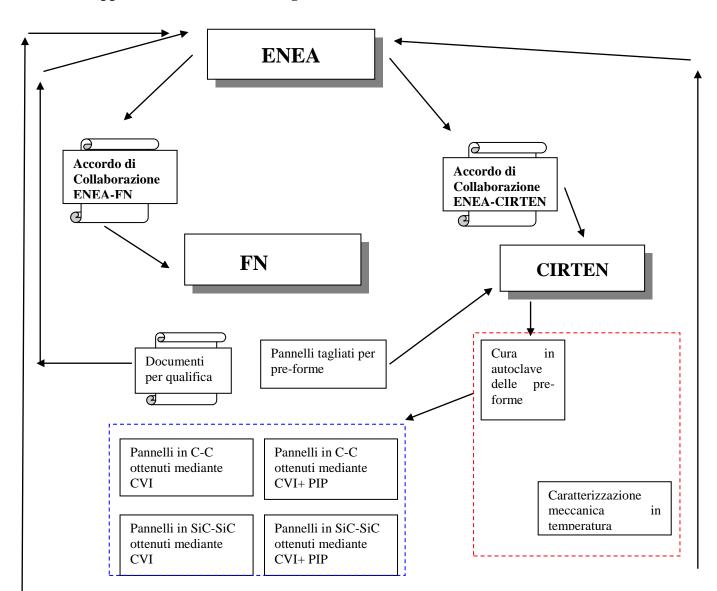
3. Ruoli delle organizzazioni che partecipano

ENEA: rappresenta il committente

<u>FN SpA Nuove Tecnologie e Servizi Avanzati (FN)</u>: si occupa dello studio e sviluppo del processo, nonché della caratterizzazione fisico-strutturale e meccanica a temperatura ambiente dei compositi realizzati.

<u>CIRTEN</u>: effettua la cura in autoclave delle pre-forme e si occupa della caratterizzazione in temperatura dei compositi realizzati da FN.

I legami fra le diverse entità che partecipano alla commessa ed il flusso di documentazione e di materiale è rappresentato nello schema seguente:

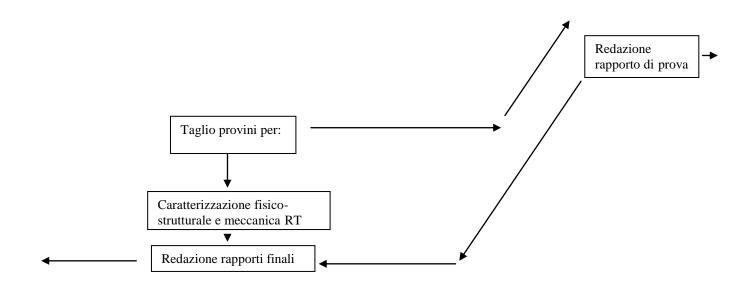




LAM 125 R 350

Allegati

ALL. B



La qualifica sarà effettuata secondo il Piano di qualifica ASQ 125 P108 rev.0

La commessa sarà condotta seguendo il presente Piano di Qualità ed il Piano di Fabbricazione e Controllo ASQ 125 Q121 rev.0.

4. Organizzazione

In allegato C è presentato l'organigramma della FN SpA, mentre di seguito sono indicate le persone di riferimento per la commessa:

E. Ferrari Responsabile del processo

E. Ghisolfi Responsabile Assicurazione qualità e laboratorio metrologico

C. Amelio Responsabile laboratorio strutturale e RSPP

C. Repetto Responsabile Ufficio tecnico e officina

P. Arnieri Responsabile Amministrazione

5. Disposizioni di Assicurazione Qualità per lo svolgimento della commessa

FN dispone di un Sistema di gestione per la Qualità secondo ISO 9001:2008 completato con il presente Piano di Qualità in conformità alle esigenze della commessa. Il livello di AQ stabilito per questa fornitura è il primo. FN assicura:

- la stesura di un piano generale di esecuzione della fornitura;
- la qualifica dei subfornitori ove previsto;



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. B

- la qualifica del processo, del personale e delle attrezzature impiegate;
- l'allestimento delle attrezzature/strumentazioni necessarie e la loro periodica taratura/verifica;
- la redazione di procedure operative, di istruzioni operative e di fogli parametri per le operazioni di processo e controllo;
- l'identificazione e la rintracciabilità dei materiali, dei semilavorati e dei prodotti finiti, in tutte le fasi di fabbricazione e controllo, mediante l'impiego di moduli di trasferimento diretto materiali (TMD) (vedi esempi in allegato L);
- la cura delle registrazioni (diari di stazione, di laboratorio, TMD, Fogli Rilevamento Dati (FRD);etc.)
- la gestione delle non conformità ed anomalie;
- la redazione dei documenti (piani, rapporti, certificati).

6. Gestione dei documenti di pertinenza del contratto

I documenti di natura controllata emessi da FN sono gestiti secondo la procedura interna ASQ 742200 M 208 rev.0 "Norme generali per la gestione dei documenti e dei dati". Le registrazioni sono gestite secondo la procedura interna ASQ 742200 M 209 rev.0 "Norme generali per la gestione delle registrazioni della qualità".

Le tipologie di documenti relativi alla presente commessa sono i seguenti:

- specifiche tecniche, piani, lista di operazioni di fabbricazione e controllo, piano di fabbricazione e controllo
- istruzioni operative, fogli parametri, procedure operative
- fogli rilevamento dati (FRD), moduli di trasferimento diretto materiali (TMD), certificati,
- lista dei documenti applicabili aggiornata
- registrazione di non conformità e anomalie
- documenti di trasmissione
- dossier di qualifica



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. B

Il responsabile dell'attività tiene sotto controllo tutti i documenti di commessa e opera in modo che tutto il personale coinvolto ne sia a conoscenza. La verifica dei documenti tecnici relativi alla presente fornitura è assicurata da ASO.

Per facilitare ed accelerare la distribuzione dei documenti si impiegherà la posta elettronica, mentre i documenti in originale saranno spediti per posta/corriere.

Qualora se ne abbia la necessità, si prevede di poter impiegare lo strumento delle domande di modifica e di concessione da sottoporre al Cliente al fine di avere deroghe particolari.

Uno stato di definizione del prodotto (SDP) è redatto, verificato ed emesso da FN al fine di avere un elenco aggiornato della documentazione tecnica di commessa on il proprio dominio di validità (vedi allegato I).

7. Identificazione e tracciabilità dei componenti

I pannelli realizzati nell'ambito dell'attività ed i provini da essi ricavati per lavorazione meccanica saranno univocamente identificati da FN mediante un codice scritto sul contenitore del pannello/provino.

Ciascun pannello sarà corredato da un TMD, modulo di trasferimento diretto materiali (vedi esempi in allegato L) che seguirà il pannello in tutte le fasi di lavorazione. Tale documento dovrà essere compilato di volta in volta dalle unità interessate alle lavorazioni ed ai controlli.

8. Non conformità ed anomalie

La gestione delle non conformità ed anomalie viene effettuata secondo la procedura interna ASQ 742200 M 211 rev.0 " Modalità di gestione delle Non – Conformità".

In funzione del tipo di non conformità verrà riunito un gruppo di valutazione interno (costituito dal responsabile processo, dal responsabile ufficio tecnico- officina e dal responsabile qualità) che valuterà le azioni da intraprendere. Potranno essere emesse richieste di modifica e di concessione che verranno sottoposte al Cliente.

La gestione delle azioni correttive che potranno essere messe in opera a seguito di non – conformità è effettuata secondo la procedura interna ASQ 742200 M 212 "Modalità di gestione delle Azioni correttive".



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. B

9. Rapporto di qualifica

Alla fine della fase di qualifica verrà redatto un apposito Rapporto di Qualifica contenente

- la descrizione delle attrezzature e strumentazioni impiegate
- la descrizione delle fasi di processo
- i nominativi del personale qualificato
- i certificati di taratura della strumentazione
- i certificati delle prove effettuate
- il dossier fotografico.



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. B

Documentazione allegata



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. B

Doc. All I

Elenco abbreviazioni

ADL Amministratore Delegato

AQ Qualità

ASQ Assicurazione Qualità

CIRTEN Consorzio Interuniversitario per la Ricerca Tecnologica Nucleare

CVI Unità preposta al processo DDT Documento di Trasporto

FN FN Spa

FP Foglio Parametri

FRD Foglio Rilevamento Dati IO Istruzione Operativa

LAM Laboratorio metrologico e prove tecnologiche

LOFC Lista di Fabbricazione e Controllo

PQ Piano di qualità PQUAL Piano di Qualifica

PFC Piano di Fabbricazione e Controllo

PRE Presidente

SDP Stato di Definizione del Prodotto
SGQ Sistema di Gestione per la Qualità
SPM Sviluppo Processi e Manutenzione
TMD Modulo trasferimento diretto materiali

UTR Ufficio tecnico/officina



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. B

Doc. All. II

Accordo di Collaborazione ENEA-FN



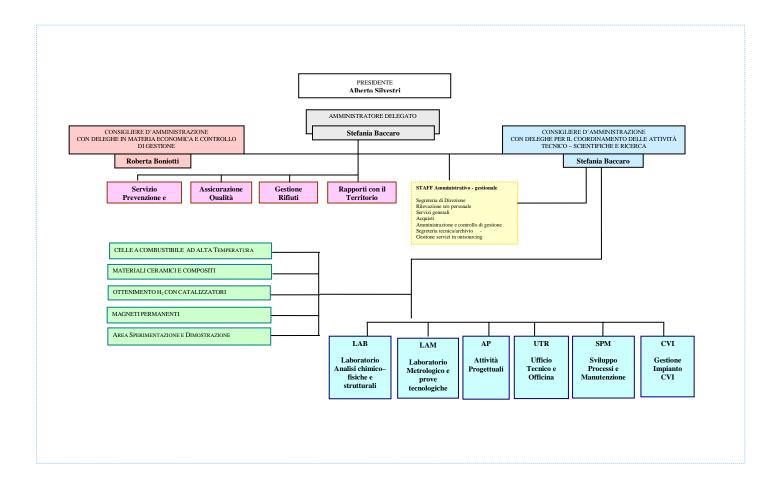
LAM 125 R 350

Allegati

ALL. B

Doc. All. III

Organigramma FN





LAM 125 R 350

Allegati

ALL. B

Doc. All. IV

Modulo di domanda di modifica

	FN S.p.A nuove tecnologie e servizi avanzati	Domanda di MODIFICA	DdM n.	Data emissione
Ordine:			·	
Lotto:				
Riferimenti:				
1) Criteri di s	specifica			
2) Motivazioni	della modifica			
Emesso da:		Verificato da ASQ (se previst	0)	
Firma	Data	Firma	Data	
	DECI	SIONI/OSSERVAZIONI		
	ENEA	FN		
FIRMA	DATA	FIRMA	DA	ГА



LAM 125 R 350

A 1		
ΑI	leg	at
,	. ~ ~	~

ALL. B

Doc. All. V

Domanda di concessione

	FN s.p.A	DOMANDA di	DdC Data emissione						
	NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI	CONCESSIONE							
COMMESSA	COMMESSA: 125 ATTIVITA': ADP								
	ratto di Collaborazione ENEA- I	FN COMMITTENTE: ENEA							
Riferimenti:	esso interessata:								
	ne componenti:								
2) CRITE	RI DI RIFERIMENTO								
2) DESCRI	ZIONE NON CONFORMITA'								
3) PROPOS	STA DI CONCESSIONE RICHI	ESTA							
EMETTITORE		ASQ (eventuale) giudizio:							
		220 & (2. consumo) Simulati							
FIRMA	DATA	FIRMA	DATA						
ENEA		FN							
FIRMA	DATA	FIRMA	DATA						
FINIMA	DATA	PIRMA	DATA						



LAM 125 R 350

Αll		

ALL. B

Doc. All. VI

Stato di definizione del prodotto SDP (modulo)

	FN S.p.A.		Stato d	li definizione del prodotto	Rev.	Rev. 0				
NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI		A	SQ 125 S 116 rev.0	Pag.		di				
Ordine Accordo di Collaborazione ENEA -FN										
	DOCU	•	VALIDITA'							
Identificazione Rev.		Rev.	Data	Titolo	Data	Lotto	Data			
					Inizio validità		Fine validità			
			1							



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. B

Doc. All. VII

Modulo di trasferimento diretto materiali (TMD)

Tipologie di TMD:

TMD 1 pre-forme per pannelli in C-C

TMD 2 pre-forme per pannelli in SiC-SiC

TMD 3 pannelli in C-C mediante CVI+PIP (TMD 3a, TMD3b)

TMD 4 pannelli in C-C mediante CVI (TMD 4a, TMD4b)

TMD 5 pannelli in SiC-SiC mediante CVI + PIP (TMD 5a, TMD 5b)

TMD 6 pannelli in SiC-SiC mediante CVI (TMD 6a, TMD 6b)



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. B

Doc. All. VIII



	M	odulo di Trasmissi	one	
Da FN SpA		A:	Prot. N. Ordine: ANN 450 Data Firma	/ 0 00002501 000
1 – LISTA DEI	DOCUMENTI DIF	FUSI		
Natura	Identificazi	one	TITOLO	
Motivazione	Per informazione	Per approvazione	Conforme al convenuto	Su richiesta
d'invio	Per osservazione	Buono per l'esecuzione	Per attribuzione	
2 – DIFFUSIO	NE EFFETTUATA		3- OS	SERVAZIONI

DESTINATARI	Num d'esen		PER		
	Modulo di trasmissione	Documento /materiale			



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. C

ALLEGATO C



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. C

FN S.p.	FN S.p.A. NUOVE TECNOLOGIE E SERVIZI AVANZATI		NIZZATIVA	SOTTOCOMMESSA / CENTRO		TIPO	N° PROGRESSIVO	
			400		5	Q		121
CLASSE DI PROGETTAZIONE		SSE DI CAT. DI		ARCHIVIAZIONE	UNITÁ DI PREPARAZIONE		PAG.:	1
AQ	I	•	CII		ASC		DI:	21

ACCORDO DI PROGRAMMA MSE-ENEA PAR 2008-2009

TITOLO:

Accordo di Collaborazione ENEA- FN per "Studio e sviluppo di materiali ceramici compositi per componenti di reattori nucleari a fissione di IV generazione. Caratterizzazione degli stessi con qualifica dei metodi e delle apparecchiature"

PIANO DI FABBRICAZIONE E CONTROLLO

ENEA Dr.ssa A. Cemmi

LISTA DI DISTRIBUZIONE INTERNA LISTA DI DISTRIBUZIONE ESTERNA

ADL Dr.sa S. Baccaro

CVI Ing. E. Ferrari

UTR P.I. C. Repetto

LAB Dr.ssa C. Amelio

ASQ/LAM Dr.sa E. Ghisolfi

Archivio

	Descrizione	REDAZIONE			APPROVAZIONE		AUTORIZZAZIONE		NE	
							<u> </u>			Ι
·										
		12	01	11	13	01	11	13	01	11
0	Emissione				Ffaula Barraio			Ffaula Barras S. Baccaro		
		E. Ghisolfi		S. Baccaro			S. Baccaro			
Il presente documento è RISERVATO ed è proprietà di FN Esso non sarà mostrato a tezzi né sarà utilizzato per scopi diversi da quelli per i quali è stato trasmesso.										



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. C

Accordo di Programma MSE- ENEA PAR 2008-2009

Accordo di Collaborazione ENEA- FN per "Studio e sviluppo di materiali ceramici compositi per componenti di reattori nucleari a fissione di IV generazione. Caratterizzazione degli stessi con qualifica dei metodi e delle apparecchiature"

PIANO DI FABBRICAZIONE E CONTROLLO

INDICE

10. Scopo	pag. 3
11. Documenti di riferimento	pag. 3
12. Elenco abbreviazioni	pag. 4
13. Schede	pag. 4



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. C

1. Scopo

Il presente Piano di Fabbricazione e Controllo è relativo alle attività che saranno svolte da FN per l'attività prevista dall'Accordo di Collaborazione ENEA- FN per "Studio e sviluppo di materiali ceramici compositi per componenti di reattori nucleari a fissione di IV generazione. Caratterizzazione degli stessi con qualifica dei metodi e delle apparecchiature"

FN dovrà curare lo studio e sviluppo dei processi per la realizzazione di pannelli prototipali in composito ceramico a fibra lunga da sottoporre a successiva caratterizzazione fisico- strutturale- termo- meccanica.

I processi che saranno presi in considerazione sono il Chemical Vapour Infilatration (CVI) ed il PIP+CVI (Polimer Infiltration Pyrolysis + Chemical Vapour Infiltration), mentre i materiali saranno C_f-C e SiC_f-SiC, processati nelle due tipologie succitate.

L'attività comprende la redazione di un piano di qualifica nonché al termine della stessa un Rapporto di qualifica.

3 Documenti di riferimento

3.1 Documenti contrattuali e tecnici

2.1.1 Accordo di Collaborazione ENEA-FN per "Studio e sviluppo di materiali ceramici compositi per componenti di reattori nucleari a fissione di IV generazione. Caratterizzazione degli stessi con qualifica dei metodi e delle apparecchiature"

2.2 Documenti di Assicurazione di Qualità

2.2.1 UNI EN ISO 9000:2005 Sistemi di Gestione per la Qualità "Fondamenti e terminologia"

2.2.2 UNI EN ISO 9001:2008 Sistemi di Gestione per la Qualità "Requisiti"

2.2.3 PRE 712100 M 207 rev.1 Manuale del Sistema di Gestione per la Qualità

2.2.4 Procedure di Assicurazione Qualità gestionali di uso interno:

ASQ 742200 M 208 rev.0 "Norme generali per la gestione dei documenti e dei dati"

ASQ 742200 M 209 rev.0 "Norme generali per la gestione delle registrazioni della qualità"

ASQ 742200 M 210 rev.0 "Modalità di gestione delle verifiche ispettive"

ASQ 742200 M 211 rev.0 " Modalità di gestione delle Non – Conformità"

ASQ 742200 M 212 rev.0 "Modalità di gestione delle Azioni Correttive"



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. C

ASQ 742200 M 213 rev.0 " Modalità di gestione delle Azioni Preventive"

2.2.5 Piano di qualità ASQ 125 Q 120 rev.0

Piano qualifica ASQ 125 P 108 rev.0

2.2.6 Procedure gestionali dei laboratori di uso interno:

LAM 752200 N 187 "Criteri gestionali per la classificazione, la taratura e l'utilizzo degli strumenti di misura ed apparecchiature di prova"

2.2.7 Procedure e istruzioni operative specifiche di uso interno:

CVI 125 N 224 Istruzioni operative per preparazione pre-forme

CVI 125 N 225 Istruzioni operative per infiltrazione mediante CVI di C

CVI 125 N 226 Istruzioni operative per infiltrazione mediante CVI di SiC

CVI 125 N 227 Istruzioni operative per PIP di C

CVI 125 N 228 Istruzioni operative per PIP di SiC

a. Elenco abbreviazioni

PQ Piano Qualità

PFC Piano Fabbricazione e Controllo

LOFC Lista di Operazioni di Fabbricazione e Controllo

TMD Modulo di Trasferimento Diretto Materiali

DDT Documento di Trasporto

FRD Foglio Rilevamento Dati

IO Istruzione Operativa

FP Foglio Parametri



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. C

CVI Unità preposta al processo di CVI e PIP

LAM Laboratorio metrologico e prove meccaniche

ASQ Assicurazione Qualità

H Punto di convocazione (hold point)

N Notifica

C Emissione certificati

b. Schede

Nelle schede seguenti sono riportate per ciascuna fase di qualifica e produzione i documenti di riferimento, le procedure messe in atto, la strumentazione impiegata, la frequenza dei controlli, i punti di ispezione, la documentazione e le registrazioni prodotte.



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. C

PIANO DI F						Accordo di Collaborazione ENEA-FN					
Riferimenti:	Piano Qualità ASQ 125 Q 120 r	ev.0,LOFC									
N° FASE	DESCRIZIONE OPERAZIONI	Documenti di Riferimento/procedure /IO/FP	Macchinari Strumentazione	Frequenza controlli	ISPEZIONI		ISPEZIONI		ISPEZIONI		Documenti emessi/registrazioni
	Ricezione e controllo materie prime				FN	ENEA					
01a	TELE DI C E RESINE RELATIVE										
0101a	Ricezione tele di C e verifica documentazione	PQ ASQ 125 Q 120 rev.0	-	100%			TMD 1 Diario di laboratorio				
0102a	Stoccaggio tele di C	PQ ASQ 125 Q 120 rev.0	-	-							
0103a	Ricezione resina per C e verifica documentazione	PQ ASQ 125 Q 120 rev.0		100%			Diario di laboratorio				
0104a	Stoccaggio resina per C	PQ ASQ 125 Q 120 rev.0	Frigo								
	1	1	1	1		1	TAV. A				



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. C

PIANO DI FA	ABBRICAZIONE E CONTR	OLLO		ollaborazione A-FN	Commessa FN125
Riferimenti:	Piano Qualità ASQ 125 Q 120	0 rev.0, LOFC		ISDEZIONI	

N° FASE	DESCRIZIONE OPERAZIONI	Documenti di Riferimento/procedure /IO/FP	Macchinari Strumentazione	Frequenza controlli	ISPI	EZIONI	Documenti emessi/registrazioni
	Ricezione e controllo materie prime				FN	ENEA	
01b	TELE DI SIC E RESINE RELATIVE						
0101b	Ricezione tele di SiC e verifica documentazione	PQ ASQ 125 Q 120 rev.0		100%			TMD 2 Diario di laboratorio
0102b	Stoccaggio tele di SiC	PQ ASQ 125 Q 120 rev.0		-			
0103b	Ricezione resina per SiC e verifica documentazione	PQ ASQ 125 Q 120 rev.0		100 %			Diario di laboratorio
0104b	Stoccaggio resina per SiC	PQ ASQ 125 Q 120 rev.0	Frigo				
							TAW D

TAV. B



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. C

TAV. C

L			I		J				
PIANO DI F	FABBRICAZIONE E CONTR	COLLO			Accordo di Collaborazione ENEA- FN			Commessa FN125	
Riferimenti:	Piano Qualità ASQ 125 Q 120	0 rev.0							
N° FASE	DESCRIZIONE OPERAZIONI	Documenti di Riferimento/procedure /IO/FP	Macchinari Strumentazione	Frequenza controlli	ISP	EZIONI		Documenti si/registrazioni	
	Realizzazione pre-forme a partire da tele di C				FN	ENE	A		
02	PRE-FORME C + CVI DI C								
0201	Taglio tele di C	CVI 125 N 224 rev.0	Taglierina					O 1 – Diario di aboratorio	
0202	Impregnazione con resina fenolica ed imballo	CVI 125 N 224 rev.0	Bilancia	-				D 1 – Diario di aboratorio	
0203	Invio a CIRTEN per cura in autoclave			-				1, DDT, modulo trasmissione	
0204	Cura in autoclave c/o CIRTEN	CVI 125 N 224 rev.0	Autoclave CIRTEN					TMD 1	
0205	Ricezione da CIRTEN e controlli			100%			D	DT, TMD 1	
0206	Pirolisi ad alta T	CVI 125 N 224 rev.0	Forno ITEM					TMD 1	
0207	Controlli dopo pirolisi		Bilancia, calibri	100 %				TMD1	
0208	CVI di C per interfase di C	CVI 125 N 225 rev.0	Forno per CVI					TMD1	



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. C

PIANO DI FABBRICAZIONE E CONTROLLO

Accordo di Collaborazione ENEA-FN

Commessa FN125

N° FASE	DESCRIZIONE OPERAZIONI	Documenti di Riferimento/procedure/IO/ FP	Macchinari Strumentazione	Frequenza control li	ISP	EZIONI	Documenti emessi/registrazioni
	Realizzazione pre-forme a partire da tele di SiC				FN	ENEA	
03	PRE-FORME SIC + CVI DI C						
0301	Taglio tele di SiC	CVI 125 N 224 rev.0	Taglierina				TMD 2 /Diario di laboratorio/
0302	Impregnazione con resina e imballo	CVI 125 N 224 rev.0	Bilancia	-			TMD 2
0303	Invio a CIRTEN per cura in autoclave			-			TMD 2, DDT, Modulo di trasmissione
0304	Cura in autoclave c/o CIRTEN	CVI 125 N 224 rev.0	Autoclave CIRTEN				TMD2
0305	Ricezione da CIRTEN e controlli						TMD2
0306	Pirolisi ad alta T	CVI 125 N 224 rev.0	Forno ITEM				TMD2
0307	Controlli dopo pirolisi		Bilancia, calibri	100 %			TMD2, FRD
0308	CVI di C per interfase	CVI 125 N 225 rev.0	Forno per CVI				TMD2
							TAV. D



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. C

PIANO DI FABBRICAZIONE E CONTROLLO	Accordo di collaborazione ENEA-FN	Commessa FN125
------------------------------------	-----------------------------------	----------------

Riferimenti: Piano Qualità ASQ 125 Q 120 rev.0, LOFC

N° FASE	DESCRIZIONE OPERAZIONI	Documenti di Riferimento/pro cedure/IO/FP	Macchinari Strumentazione	Frequenza controlli	ISPEZIO	ONI	Documenti emessi/registrazioni
	Pannelli in C ottenuti per CVI+PIP				FN	ENEA	
04	REALIZZAZIONE PANNELLI						
0401	PIP di C (n. cicli)	CVI 125 N 227 rev.0	Forno ITEM Bilancia	100 %			TMD 3, diario di stazione
0402	Ciclo di pirolisi ad alta T	CVI 125 N 227 rev.0	Forno ITEM Bilancia	100 %			TMD 3, diario di stazione
0403	PIP di C (n. cicli)	CVI 125 N 227 rev.0	Forno ITEM Bilancia	100 %			TMD 3, diario di stazione
0404	Controlli dimensionali	CVI 125 N 227 rev.0	Strum. da banco	100 %			TMD3, diario di laboratorio, FRD
0405	Stoccaggio	CVI 125 N 227 rev.0					TMD3
							TAVE

TAV. E



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. C

TAV. F

PIANO DI F	ABBRICAZIONE E CONTRO	OLLO		Accordo di Co FN	ollaborazio	ne ENEA-	Commessa FN125
Riferimenti:	Piano Qualità ASQ 125 Q 120	rev.0, LOFC					
N° FASE	DESCRIZIONE OPERAZIONI Documenti di Riferimento/pro cedure/IO/FP Documenti di Riferimento/pro cedure/IO/FP Macchinari Strumentazione Frequenza controlli ISPEZIONI Strumentazione		Documenti emessi/registrazioni				
	Pannelli in C ottenuti per CVI				FN	ENEA	
05	REALIZZAZIONE PANNELLI						
0501	Cicli di CVI di C (n. cicli)	CVI 125 N 225 rev.0	Forno per CVI Bilancia-	100%			TMD 4, diario di stazione
0502	Controlli dimensionali	CVI 125 N 225 rev.0	Strumen. da banco	100 %			TMD4, diario di laboratorio, FRD
0503	Stoccaggio	CVI 125 N 225 rev.0					TMD4



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. C

PIANO DI FABBRICAZIONE E CONTROLLO

Accordo di Collaborazione ENEA-FN

Commessa FN125

N° FASE	DESCRIZIONE OPERAZIONI	Documenti di Riferimento/procedure /IO/FP	Macchinari Strumentazione	Frequenza controlli	ISP	EZIONI	Documenti emessi/registrazioni
	Pannelli in SiC ottenuti per CVI+PIP				FN	ENEA	
06	REALIZZAZIONE PANNELLI						
0601	Cicli di PIP di SiC (n. cicli)	CVI 125 N 228 rev.0	Forno ITEM bilancia	100 %			TMD 5 /Diario di stazione
0602	Ciclo di pirolisi ad alta T	CVI 125 N 228 rev.0	Forno ITEM				TMD 5, diario di stazione
0603	Cicli di PIP di SiC (n. cicli)	CVI 125 N 228 rev.0	Forno ITEM bilancia	100%			TMD 1, diario di stazione
0604	Controlli dimensionali	CVI 125 N 228 rev.0	Strum. da banco	100 %			TMD 5 , FRD, diario di laboratorio
0605	Stoccaggio	CVI 125 N 228 rev.0					TMD5
							TAV. G



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. C

PIANO DI FABBRICAZIONE E CONTROLLO					Accordo di Co FN	ollaborazior	Commessa FN125	
Riferimenti: N° FASE	Documenti emessi/registrazioni							
	Pannelli in SiC ottenuti per CVI	cedure/IO/FP				FN	ENEA	
07	REALIZZAZIONE PANNELLI							
0701	Cicli di CVI di SiC (n. cicli)							TMD 6, diario di stazione
0702	Controlli dimensionali				100%	H/C		TMD6, FRD, Diario di laboratorio
0703	Stoccaggio pannelli							TMD6
				•				TAV. H



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. C

PIANO DI F	PIANO DI FABBRICAZIONE E CONTROLLO						Accordo di Collaborazione ENEA-FN				
Riferimenti: Piano Qualità ASQ 125 Q 120 rev.0, LOFC											
N° FASE	DESCRIZIONE OPERAZIONI	Documenti di Riferimento/pro cedure/IO/FP	Macchinari Strumentazione	Frequ	enza controlli	ISPEZIONI		Documenti emessi/registrazioni			
	Pannelli in C-C (PIP+CVI)										
40	OTTENIMENTO PROVINI										
4010	Definizione piano di taglio	Norme di rif.						Piano di taglio			
4020	Imballo e spedizione ad officina							TMD 3, DDT, modulo di trasmissione			
4030	Lavorazioni meccaniche per ottenimento provini	Normative di rif.	Macchinari d'officina					TMD3			
4050	Ricezione provini							TMD3			
4060	Controlli dimensionali	Normative di rif.	Strum. da banco		100%			TMD3, FRD, diario di laboratorio			
4070	Stoccaggio							TMD3			

TAV. I



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. C

PIANO DI F	PIANO DI FABBRICAZIONE E CONTROLLO						Accordo di Collaborazione ENEA-FN				
Riferimenti: Piano Qualità ASQ 125 Q 120 rev.0, LOFC											
N° FASE	DESCRIZIONE OPERAZIONI	Documenti di Riferimento/pro cedure/IO/FP	Macchinari Strumentazione	Frequ	enza controlli	ISPEZ	IONI	Documenti emessi/registrazioni			
	Pannelli in C-C (CVI)										
50	OTTENIMENTO PROVINI										
5010	Definizione piano di taglio	Norme di rif.						Piano di taglio			
5020	Imballo e spedizione ad officina							TMD 4, DDT, modulo di trasmissione			
5030	Lavorazioni meccaniche per ottenimento provini	Norme di rif.	Macchinari d'officina					TMD4			
5050	Ricezione provini							TMD4			
5060	Controlli dimensionali	Norme di rif.	Strum. da banco		100%			TMD4, FRD, diario di laboratorio			
5070	Stoccaggio							TMD4			
								TAV. L			



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. C

PIANO DI F	ABBRICAZIONE E CONTRO	LLO			Accordo di Co FN	ollaborazion	e ENEA-	Commessa FN125
Riferimenti:	Piano Qualità ASQ 125 Q 120 r	ev.0, LOFC						
N° FASE	DESCRIZIONE OPERAZIONI	Documenti di Riferimento/pro cedure/IO/FP	Macchinari Strumentazione	Frequ	enza controlli	ISPEZ	IONI	Documenti emessi/registrazioni
	Pannelli in SiC-SiC (PIP+CVI)							
60	OTTENIMENTO PROVINI							
6010	Definizione piano di taglio	Norme di rif.						Piano di taglio
6020	Imballo e spedizione ad officina							TMD 5, DDT, modulo di trasmissione
6030	Lavorazioni meccaniche per ottenimento provini	Norme di rif.	Macchinari d'officina					TMD5
6040	Ricezione provini							TMD5
6050	Controlli dimensionali	Norme di rif.	Strum. da banco		100%			TMD5, FRD, diario di laboratorio
6060	Stoccaggio							TMD5

TAV. M



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. C

PIANO DI F	ABBRICAZIONE E CONTRO	LLO			Accordo di Co FN	ollaborazion	e ENEA-	Commessa FN125
Riferimenti:	Piano Qualità ASQ 125 Q 120 r	ev.0, LOFC						
N° FASE	DESCRIZIONE OPERAZIONI	Documenti di Riferimento/pro cedure/IO/FP	Macchinari Strumentazione	Frequ	enza controlli	ISPEZ	IONI	Documenti emessi/registrazioni
	Pannelli in SiC-SiC (CVI)							
70	OTTENIMENTO PROVINI							
7010	Definizione piano di taglio	Norme di rif.						Piano di taglio
7020	Imballo e spdizione ad officina							TMD 6, DDT, modulo di trasmissione
7030	Lavorazioni meccaniche per ottenimento provini	Norme di rif.	Macchinari d'officina					TMD6
7040	Ricezione provini							TMD6
7050	Controlli dimensionali	Norme di rif.	Strum. da banco		100%			TMD6, FRD, diario di laboratorio
7060	Stoccaggio					·		TMD6
				•				TAV. N



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. C

PIANO DI FABBRICAZIONE E CONTROLLO	Accordo di Collaborazione ENEA-FN	Commessa FN125
	FN	

N° FASE	DESCRIZIONE OPERAZIONI	Documenti di Riferimento/pro cedure/IO/FP	Macchinari Strumentazione	Frequenza controlli	ISPEZIONI	Documenti emessi/registrazioni
	Pannelli in C-C (CVI+PIP)					
400	CARATTERIZZAZIONE					
40010	Caratterizzazione meccanica a T amb.	Norme di rif.	Macchina Universale INSTRON mod. 4705	100%		TMD3a, diario di laboratorio, FRD
40020	Caratterizzazione morfologica e cristallografica	Procedure di laboratorio	SEM ZEISS EVO 40 XRD	A campione		TMD3a, diario di laboratorio, FRD
40030	Elaborazione dati e stesura report					TMD3a, report
40040	Imballo ed invio a CIRTEN per caratterizzazione meccanica in T					TMD3b, DDT, Modulo di trasmissione
40050	Caratterizzazione meccanica in T da parte CIRTEN	Norme di rif.		100 %		TMD3b, report
40060	Ricezione campioni e dati da CIRTEN					TMD3b, DDT
				·	·	TAV. O



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. C

PIANO DI FABBRICAZIONE E CONTROLLO	Accordo di Collaborazione ENEA-FN	Commessa FN125
	FN	

N° FASE	DESCRIZIONE OPERAZIONI	Documenti di Riferimento/pro cedure/IO/FP	Macchinari Strumentazione	Frequenza controlli	ISPEZIONI	Documenti emessi/registrazioni
	Pannelli in C-C (CVI)					
500	CARATTERIZZAZIONE					
50010	Caratterizzazione meccanica a T amb.	Norme di rif.	Macchina Universale INSTRON mod. 4705	100%		TMD4a, diario di laboratorio, FRD
50020	Caratterizzazione morfologica e cristallografica	Procedure di laboratorio	SEM ZEISS EVO 40 XRD	A campione		TMD4a, diario di laboratorio, FRD
50030	Elaborazione dati e stesura report					TMD4a, report
50040	Imballo ed invio a CIRTEN per caratterizzazione meccanica in T					TMD4b, DDT, Modulo di trasmissione
50050	Caratterizzazione meccanica in T da parte CIRTEN	Norme di rif.		100 %		TMD4b, report
50060	Ricezione campioni e dati da CIRTEN					TMD4b, DDT, report
					·	TAV. P



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. C

PIANO DI FABBRICAZIONE E CONTROLLO	Accordo di Collaborazione ENEA-FN	Commessa FN125
	FN	

N° FASE	DESCRIZIONE OPERAZIONI	Documenti di Riferimento/pro cedure/IO/FP	Macchinari Strumentazione	Frequenza controlli	ISPEZIONI	Documenti emessi/registrazioni
	Pannelli in SiC-SiC (CVI+PIP)					
600	CARATTERIZZAZIONE					
60010	Caratterizzazione meccanica a T amb.	Norme di rif.	Macchina Universale INSTRON mod. 4705	100%		TMD5a, diario di laboratorio, FRD
60020	Caratterizzazione morfologica e cristallografica	Procedure di laboratorio	SEM ZEISS EVO 40 XRD	A campione		TMD5a, diario di laboratorio, FRD
60030	Elaborazione dati e stesura report					TMD5a, report
60040	Imballo ed invio a CIRTEN per caratterizzazione meccanica in T					TMD5b, DDT, Modulo di trasmissione
60050	Caratterizzazione meccanica in T da parte CIRTEN	Norme di rif.		100 %		TMD5b, report
60060	Ricezione campioni e dati da CIRTEN					TMD5b, DDT, report
				·	·	TAV.Q



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. C

PIANO DI FABBRICAZIONE E CONTROLLO	Accordo di Collaborazione ENEA- FN	Commessa FN125

N° FASE	DESCRIZIONE OPERAZIONI	Documenti di Riferimento/pro cedure/IO/FP	Macchinari Strumentazione	Frequenza controlli	ISPEZIONI	Documenti emessi/registrazioni
	Pannelli in SiC-SiC (CVI+PIP)					
700	CARATTERIZZAZIONE					
70010	Caratterizzazione meccanica a T amb.	Norme di rif.	Macchina Universale INSTRON mod. 4705	100%		TMD6a, diario di laboratorio, FRD
70020	Caratterizzazione morfologica e cristallografica	Procedure di laboratorio	SEM ZEISS EVO 40 XRD	A campione		TMD6a, diario di laboratorio, FRD
70030	Elaborazione dati e stesura report					
70040	Imballo ed invio a CIRTEN per caratterizzazione meccanica in T					TMD6b, DDT, Modulo di trasmissione
70050	Caratterizzazione meccanica in T da parte CIRTEN	Norme di rif.		100 %		TMD6b
70060	Ricezione campioni e dati da CIRTEN					TMD6b, DDT
					·	TAV.R



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. C

PIANO DI F	ABBRICAZIONE E CONTRO	LLO		Accordo di Collabora	azione ENEA- FN	Commessa FN125
Riferimenti:	Piano Qualità ASQ 125 Q 120 r	ev.0, LOFC				
N° FASE	DESCRIZIONE OPERAZIONI	Documenti di Riferimento/pro cedure/IO/FP	Macchinari Strumentazione	Frequenza controlli	ISPEZIONI	Documenti emessi/registrazioni
	DOSSIER QUALIFICA					
1000	REDAZIONE DOSSIER QUALIFICA					
1001	Redazione dossier qualifica pannelli C-C (PIP+CVI)	PQ 125 Q 120 rev.0				Rapporto qualifica
		PQual 125 P 108 rev.0				
1002	Redazione dossier qualifica pannelli C-C (CVI)	PQ 125 Q 120 rev.0				Rapporto qualifica
		PQual 125 P 108 rev.0				
1003	Redazione dossier qualifica pannelli SiC-SiC (PIP+CVI)	PQ 125 Q 120 rev.0				Rapporto qualifica
		PQual 125 P 108 rev.0				
1004	Redazione dossier qualifica pannelli SiC-SiC (CVI)	PQ 125 Q 120 rev.0				Rapporto qualifica
		PQual 125 P 108 rev.0				
						TAV. S



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. D

ALLEGATO D



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. D

	FN S.p.	A.	UNITÁ ORGANIZ	zativa so	TTOCOMMES	SA / CENTRO	TIPO	N° P	ROGRESSIV	/0
	NUOVE TE E SERVIZI	CNOLOGIE AVANZATI	ASQ		12	5	P		108	
	ASSE DI ETTAZIONE		SSE DI CA	AT. DI ARCH	IVIAZIONE	UNIT. PREPAR		PAG. :	1	
	AQ	I	I	CII		AS	SQ.	DI:	7	
TIT	rai a .	compositi	i Collaborazi per compor azione degli	ione ENEA nenti di : stessi con	A-FN per reattori 1 qualifica	nucleari a	sviluppo fissione e delle a	di mater di IV	generaz	
ISTA D	I DISTRIBU	IZIONE IN	TERNA		LISTA D	I DISTRIB	UZIONE	EESTER	RNA	
ADL	Drga	S. Baccaro								
CVI		E. Ferrari			ENEA D	r.ssa A. Cer	nmi			
CVI UTR	Ing. F P.I. C	E. Ferrari L. Repetto			ENEA D	r.ssa A. Cer	nmi			
CVI UTR LAB	Ing. F P.I. C Dr.ssa	E. Ferrari C. Repetto a C. Amelio	o		ENEA D	r.ssa A. Cer	nmi			
CVI UTR LAB ASQ/L	Ing. F P.I. C Dr.ssa AM Dr.sa	E. Ferrari L. Repetto	o	•	ENEA D	r.ssa A. Cer	nmi			
CVI UTR LAB ASQ/L Segrete	Ing. F P.I. C Dr.ssa AM Dr.sa	E. Ferrari C. Repetto a C. Amelio	o		ENEA D		mmi PPROVAZIONE		AUTORIZZAZION	NE.
CVI UTR LAB ASQ/L Segrete	Ing. F P.I. C Dr.ss: AM Dr.sa eria	E. Ferrari C. Repetto a C. Amelio	o						AUTORIZZAZION	NE .
CVI UTR LAB ASQ/L Segrete	Ing. F P.I. C Dr.ss: AM Dr.sa eria	E. Ferrari C. Repetto a C. Amelio	o						AUTORIZZAZION	NE
CVI UTR LAB ASQ/L Segrete	Ing. F P.I. C Dr.ss: AM Dr.sa eria	E. Ferrari C. Repetto a C. Amelio	o						AUTORIZZAZION	NE
CVI UTR LAB ASQ/L Segrete	Ing. F P.I. C Dr.ss: AM Dr.sa eria	E. Ferrari C. Repetto a C. Amelio	o	12			PPROVAZIONE	11 13		NE

Accordo di Collaborazione ENEA- FN per "Studio e sviluppo di materiali ceramici compositi per componenti di reattori nucleari a fissione di IV generazione. Caratterizzazione degli stessi con qualifica dei metodi e delle apparecchiature"



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. D

PIANO DI QUALIFICA

INDICE

14. Scopo	pag. 3
15. Documenti di riferimento	pag. 3
16. Organizzazione	pag. 4
17. Programma temporale	pag. 5



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. D

1. Scopo

Il presente Piano di Qualifica è relativo alle attività che saranno svolte da FN per la qualifica dei processi di realizzazione e caratterizzazione di pannelli in composito a matrice ceramica (CMC) sviluppati nell'ambito dell'accordo di collaborazione ENEA – FN per un'attività dl titolo: "Studio e sviluppo di materiali ceramici compositi per componenti di reattori nucleari a fissione di IV generazione. Caratterizzazione degli stessi con qualifica dei metodi e delle apparecchiature"

4 Documenti di riferimento

4.1 Documenti contrattuali e tecnici

2.1.1 Accordo di Collaborazione ENEA-FN per "Studio e sviluppo di materiali ceramici compositi per componenti di reattori nucleari a fissione di IV generazione. Caratterizzazione degli stessi con qualifica dei metodi e delle apparecchiature"

2.2 Documenti di Assicurazione di Qualità

2.2.1	UNI EN ISO 9000:2005	Sistemi di Gestione per la Qualità "Fondamenti e terminologia"
2.2.2	UNI EN ISO 9001:2008	Sistemi di Gestione per la Qualità "Requisiti"
2.2.3	PRE 712100 M 207 rev.1	Manuale del Sistema di Gestione per la Qualità

2.2.4 Procedure di Assicurazione Qualità gestionali di uso interno:

ASQ 742200 M 208 rev.0 "Norme generali per la gestione dei documenti e dei dati"

ASQ 742200 M 209 rev.0 "Norme generali per la gestione delle registrazioni della qualità"

ASQ 742200 M 210 rev.0 "Modalità di gestione delle verifiche ispettive"

ASQ 742200 M 211 rev.0 " Modalità di gestione delle Non - Conformità"

ASQ 742200 M 212 rev.0 "Modalità di gestione delle Azioni Correttive"

ASQ 742200 M 213 rev.0 " Modalità di gestione delle Azioni Preventive"

2.2.5 **Piano di qualità ASQ 125 Q 120 rev.0**

Piano di fabbricazione e controllo ASQ 125 Q 121 rev.0



Allegati

LAM 125 R 350

ALL. D

2.2.6 Procedure gestionali dei laboratori di uso interno:

LAM 752200 N 187 "Criteri gestionali per la classificazione, la taratura e l'utilizzo degli strumenti di misura ed apparecchiature di prova"

2.2.7 Procedure e istruzioni operative specifiche di uso interno:

CVI 125 N 224 Istruzioni operative per preparazione pre-forme

CVI 125 N 225 Istruzioni operative per infiltrazione mediante CVI di C

CVI 125 N 226 Istruzioni operative per infiltrazione mediante CVI di SiC

CVI 125 N 227 Istruzioni operative per PIP di C

CVI 125 N 228 Istruzioni operative per PIP di SiC

3. Organizzazione

Di seguito sono indicate le persone di riferimento per la commessa:

E. Ferrari Responsabile del processo

E. Ghisolfi Responsabile Assicurazione qualità e laboratorio metrologico

C. Amelio Responsabile Laboratorio strutturale

C. Repetto Responsabile Ufficio tecnico e officina

P. Arnieri Responsabile Amministrazione



LAM 125 R 350

ΔΙ	leg	ati
\neg	ıeg	au

ALL. D

c. Programma temporale

Di seguito si riporta il programma temporale relativo allo svolgimento dell'attività.

Fase/trimestre	I trimestre (ott. 2010- dic. 2010)	II trimestre (gen. 2011- marzo 2011)	III trimestre (apr. 2011- giu. 2011)	IV trimestre (lug. 2011-sett. 2011)
A – Ricerca				
bibliografica su				
panorama				
normativo				
B – Stesura				
documentazione di				
assicurazione				
qualità				
C – Acquisizione				
materie prime				
D – Pre-forme				
E - Realizzazione				
pannelli				
F – Realizzazione				
provini				
G -				
Caratterizzazione				
H - Reporting e				
dossier di qualifica				

A - Questa fase riguarda la ricerca sullo stato dell'arte normativo in materia di testing e di qualifica di materiali (in particolare compositi a matrice ceramica) nell'ambito nucleare.

B – Al fine di gestire la commessa in Garanzia di Qualità occorre redigere documenti prescrittivi che impongono i dettami delle normative ISO nell'ambito delle attività di commessa. Si tratta di redigere: il Piano di Qualità (che traduce nello specifico i dettami della qualità e indica le linee guida per la gestione della commessa, nonché la documentazione e modulistica necessarie), il Piano di Fabbricazione e Controllo (che riporta nel dettaglio di tutte le fasi di fabbricazione e controllo i riferimenti normativi e procedurali, nonché la strumentazione impiegata, la frequenza dei controlli e la documentazione prodotta che segue la fornitura), il Piano di Qualifica (che riporta le fasi principali della commessa, con particolare riguardo alla qualifica del processo, della strumentazione impiegata e del personale addetto alle lavorazioni ed ai controlli) e la modulistica necessaria di commessa (allegata al Piano di Qualità).



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. D

C – L'acquisizione delle materie prime rappresenta il primo passo per la qualifica, in quanto si parte da materiali qualificati forniti da fornitori altrettanto qualificati.

- D La fase di realizzazione delle pre-forme rappresenta un punto cruciale per la bontà dei pannelli finali in quanto da essa dipende come avverranno le successive infiltrazioni; in questo caso le pre-forme sono realizzate da CIRTEN che fornirà anche un rapporto di lavorazione.
- E La realizzazione vera e propria dei pannelli oggetto della presente commessa, prevede due tipologie di processo:
- CVI Chemical Vapour Infiltration effettuata mediante un forno apposito della FN (dimensioni della camera utile H 400 mm, Ø 300 mm, T max 1250 °C, operante in vuoto ed in gas di processo)
- CVI + PIP (Polymer Infiltration Pyrolysis): in questo caso si ha un primo trattamento di CVI di C per ottenere l'interfase di C e poi si effettuano n cicli di PIP sui pannelli in modo da ottenere la piena densificazione; questo trattamento di PIP viene effettuato con il forno ITEM (dimensioni della camera utile: profondità 1000 mm, diametro 250 mm, T max 1200 °C, atmosfera: gas inerte).
- I forni sono periodicamente verificati con l'impiego di anelli ceramici in grado di dare indicazione sulla temperatura della camera in funzione del loro diametro (che si ritira proporzionalmente alla temperatura della camera del forno).
- I pannelli realizzati saranno di quattro tipologie in funzione del processo e del materiale impiegato:
- 2 pannelli in C-C ottenuti via CVI
- 2 pannelli in C-C ottenuti via CVI+PIP
- 2 pannelli in SiC-SiC ottenuti via CVI
- 2 pannelli in SiC-SiC ottenuti via CVI+PIP.
- Il personale addetto alle lavorazioni suddette è qualificato per tali operazioni; si prevede di qualificarne altro durante la realizzazione dei pannelli.
- F Al fine di poter caratterizzare al meglio i pannelli realizzati, verrà elaborato un piano di taglio per ricavare il numero sufficiente di provini dalle dimensioni normate da sottoporre alle successive prove meccaniche e analisi fisico- strutturali. I provini saranno realizzati da officina qualificata secondo modalità consolidate e con strumentazione ad hoc (impiego di mole diamantate). I provini saranno controllati dimensionalmente in laboratorio metrologico prima di essere sottoposti alle prove distruttive previste.



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. D

G – La caratterizzazione meccanica prevede l'impiego della Macchina Universale INSTRON Mod. 4507, dotata di celle di carico da 150 kN e da 10 kN, in grado di effettuare prove meccaniche di trazione, compressione, flessione e taglio interlaminare a temperatura ambiente. Gli estensimetri sono periodicamente tarati da ditta specializzata (Centro SIT). La caratterizzazione morfologica e dopo rottura (su superficie di frattura provini) viene effettuata con microscopio elettronico a scansione della ZEISS, Mod. EVO 40 dotato di sonda per microanalisi; la caratterizzazione cristallografica viene effettuata con apparecchiatura per diffrazione a raggi X (Diffrattometro Rigaku D3max). La caratterizzazione meccanica in temperatura e le prove termo-fisiche sono effettuate dal CIRTEN. Il personale addetto ai controlli ed ai test meccanici e strutturali è qualificato.

H – Ultimate tutte le operazioni di fabbricazione e controllo, verrà redatto un dossier di qualifica che riporterà:

- la descrizione delle attrezzature e strumentazioni impiegate
- la descrizione delle fasi di processo
- i nominativi del personale qualificato
- i certificati di taratura della strumentazione
- i certificati delle prove effettuate
- il dossier fotografico.



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. E

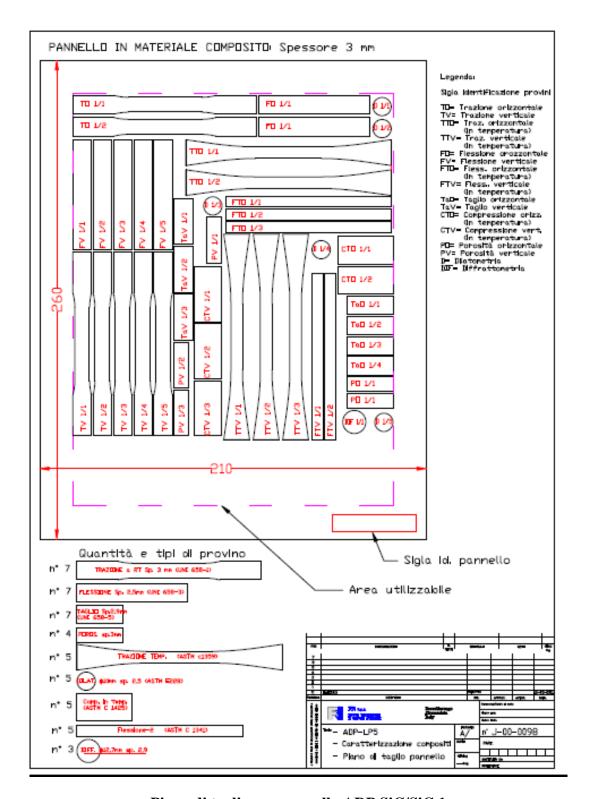
ALLEGATO E



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. E



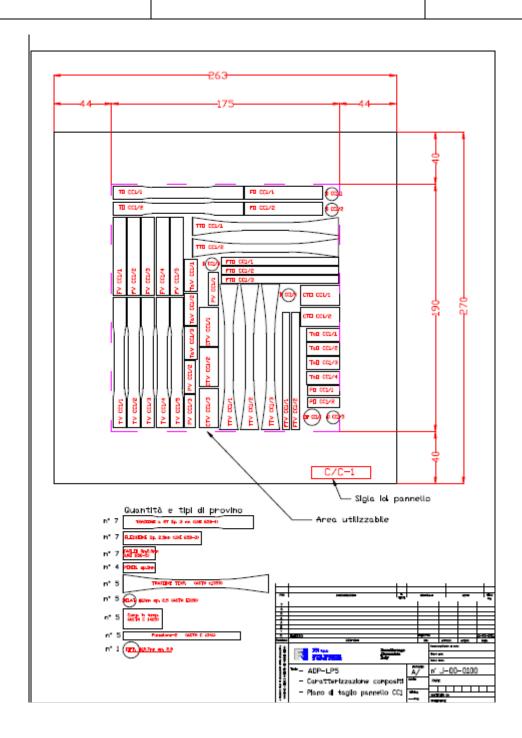
Piano di taglio per pannello ADP SiC/SiC 1



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. E



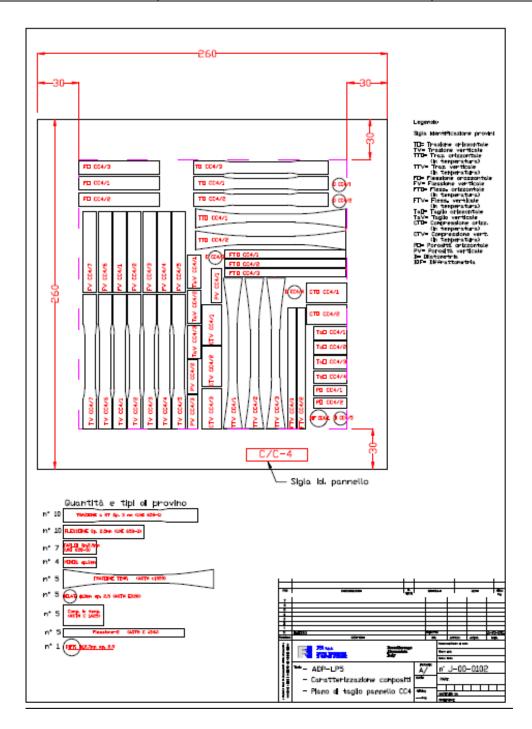
Piano di taglio pannello ADP C/C 2



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. E



Piano di taglio pannello ADP C/C 4



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. F

ALLEGATO F



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. F

Project: RA3287 Owner: INCA

Site: zona non gonfia 5

Label: Spectrum 1 Collected: 31 31-Aug-2011 02:22 PM

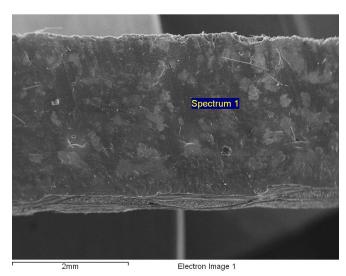
50.00 Livetime (s): Real time (s): 54.13 Detector: Silicon Window: SATW

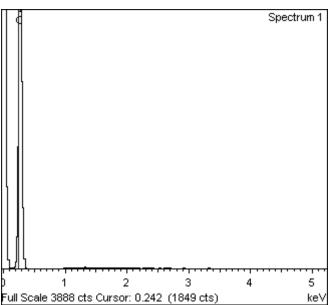
Tilt (deg): 0.0 Elevation (deg): 35.0 Azimuth (deg): 0.0

Magnification: 50 X

Accelerating voltage (kV): 20.00

Process time:

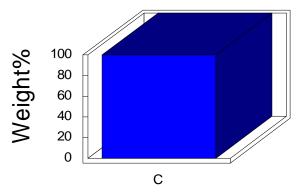




Sample: TV CC2-3 SEZIONE

Type: Default

Quantitative results





LAM 125 R 350

Allegati

ALL. F

Project: RA3287 Owner: INCA

Site: zona non gonfia 3

Label: Spectrum 1

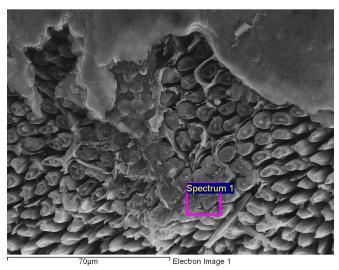
Collected: 31-Aug-2011 01:57 PM

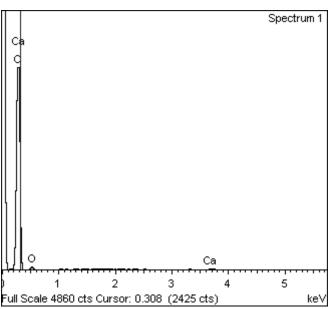
Livetime (s): 50.00
Real time (s): 54.12
Detector: Silicon
Window: SATW

 $\begin{array}{ll} \text{Tilt (deg):} & 0.0 \\ \text{Elevation (deg):} & 35.0 \\ \text{Azimuth (deg):} & 0.0 \end{array}$

 $\begin{array}{ll} \text{Magnification:} & 2000 \text{ X} \\ \text{Accelerating voltage (kV): } 20.00 \end{array}$

Process time: 5



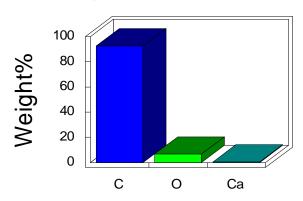


Sample: TV CC2-3 SEZIONE

Type: Default

ID:

Quantitative results



Spectrum processing:

Peak possibly omitted: 4.480 keV

Processing option: All elements analyzed (Normalised)

Number of iterations = 4

Standard:

C CaCO3 1-Jun-1999 12:00 AM
O SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
Ca. Wallastonita 1 Jun 1000 12:00 A

Ca Wollastonite 1-Jun-1999 12:00 AM

Element	Weight%	Atomic%
C K O K Ca K	92.65 6.80 0.55	94.62 5.21 0.17
Totals	100.00	



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. F

Sample: TV CC2-3 SEZIONE

Type: Default

ID:

Project: RA3287 Owner: INCA Site: zona gonfia

Label: Spectrum 2

Collected: 31-Aug-2011 02:50 PM

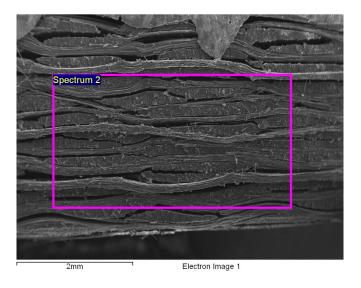
Livetime (s): 50.02 Real time (s): 53.84 Detector: Silicon Window: SATW

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

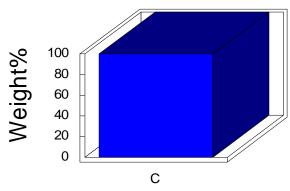
Magnification: 50 X

Accelerating voltage (kV): 20.00

Process time: 5



Quantitative results



Spectrum processing: No peaks omitted

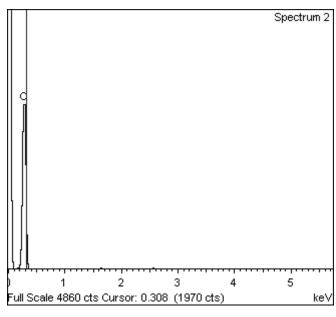
Processing option : All elements analyzed (Normalised)

Number of iterations = 1

Standard:

C CaCO3 1-Jun-1999 12:00 AM

Element	Weight%	Atomic%
СК	100.00	100.00
Totals	100.00	



Spectrum processing:

No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)

Number of iterations = 3

Standard:

C CaCO3 1-Jun-1999 12:00 AM O SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM

Element	Weight%	Atomic%
C K O K	95.79 4.21	96.81 3.19
Totals	100.00	



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. F

Project: RA3287 Owner: INCA Site: Site of Interest 1

Label: Spectrum 1

Collected: 31-Aug-2011 03:30 PM

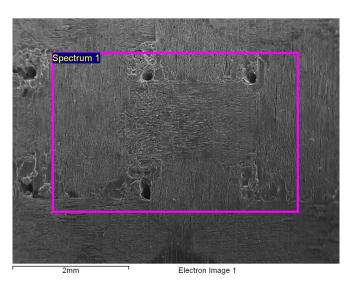
Livetime (s): 50.10
Real time (s): 54.13
Detector: Silicon
Window: SATW

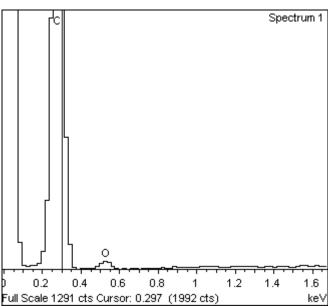
Tilt (deg): 0.0 Elevation (deg): 35.0 Azimuth (deg): 0.0

Magnification: 50 X

Accelerating voltage (kV): 20.00

Process time: 5



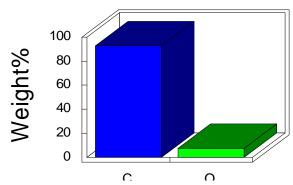


Sample: TV CC2-3 SUPERFICIE

Type: Default

ID:

Quantitative results



Spectrum processing:

Peak possibly omitted: 2.920 keV

Processing option : All elements analyzed (Normalised)

Number of iterations = 4

Standard:

C CaCO3 1-Jun-1999 12:00 AM O SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM

Element	Weight%	Atomic%
C K O K	92.69 7.31	94.41 5.59
Totals	100.00	



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. F

Project: RA3289 Owner: INCA

Site: FRATTURA laterale

Label: Spectrum 1

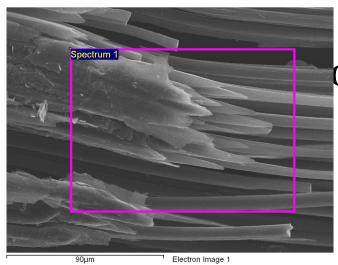
Collected: 7-Sep-2011 04:38 PM

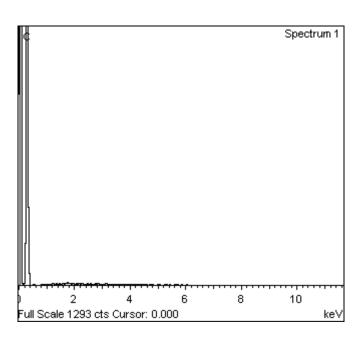
Livetime (s): 49.88
Real time (s): 53.64
Detector: Silicon
Window: SATW

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

 $\begin{array}{ll} Magnification: & 1500~X \\ Accelerating~voltage~(~kV~): 20.00 \end{array}$

Process time: 5

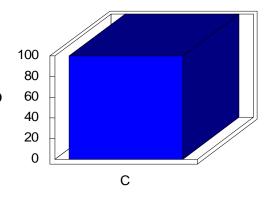




Sample: TOCC4/2 Type: Default

ID: zona frattura laterale

Quantitative results



Spectrum processing: No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised) Number of iterations = 1

Standard:

C CaCO3 1-Jun-1999 12:00 AM

Element	Weight%	Atomic%
СК	100.00	100.00
Totals	100.00	



LAM 125 R 350

Allegati

ALL. F

Project: RA3289 Owner: INCA Site: SUPERFICIE 2 Sample: TOCC4/2 Type: Default

ID: zona frattura laterale

Label: Spectrum 1

Collected: 7-Sep-2011 04:58 PM

Livetime (s): 50.02
Real time (s): 54.24
Detector: Silicon
Window: SATW

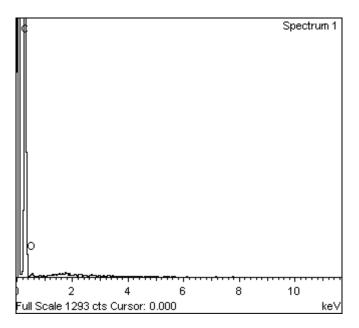
Tilt (deg): 0.0 Elevation (deg): 35.0 Azimuth (deg): 0.0

Magnification: 50 X

Accelerating voltage (kV): 20.00

Process time: 5





Quantitative results

