

**UNIVERSITA' DEGLI
STUDI DI PADOVA**

Facoltà di Ingegneria

**ISTITUTO NAZIONALE
DI FISICA NUCLEARE**

Laboratori Nazionali di Legnaro

Con la Federazione Regionale degli Industriali Veneti

Tesi di MASTER in
**“Trattamenti di Superficie Applicati a Tecnologie
Meccaniche Innovative per l’Industria”**

**PROGETTO DI UN FORNO IN ULTRA ALTO
VUOTO AD ALTA TEMPERATURA A
CARICAMENTO VERTICALE PER LA RICOTTURA
DI CAVITÀ IN NIOBIO**

Relatore: prof. V. Palmieri

Candidato: **dott. Dino Zambotto**

N° Matr.: **895487-CM**

Anno Accademico 2002/03



Sommario

1 INTRODUZIONE

- 1.1 Scopo del progetto pag. 3
- 1.2 Materiali solitamente impiegati nella costruzione dei forni pag. 3
 - 1.2.1 Materiali isolanti - grafite, CFC e fibre ceramiche
 - 1.2.2 Metalli refrattari - molibdeno e leghe
 - 1.2.3 Materiali ceramici - allumina
- 1.3 Comparazione fra alcuni impianti pag. 12
 - 1.3.1 Stato dell'arte dei forni in vuoto
 - 1.3.2 Forni in vuoto a confronto

2 PROGETTO NUMERO 1

- 2.1 Numero schermi pag. 16
- 2.2 Gruppo di potenza pag. 18

3 PROGETTO NUMERO 2

- 3.1 Numero schermi pag. 19
- 3.2 Gruppo di potenza pag. 20
- 3.3 Resistore pag. 20
- 3.4 Camera termica pag. 22
- 3.5 Sistema di raffreddamento dell'acqua pag. 23
- 3.6 Campana pag. 23
- 3.7 Geometria passanti di corrente e termocoppia pag. 24

4 PROGETTO NUMERO 3

- 4.1 Geometria passanti di corrente e termocoppia pag. 25
- 4.2 Gruppo di pompaggio pag. 27
- 4.3 Dati tecnici dell'impianto pag. 29

5 CONNESSIONI E QUADRO DI COMANDO

- 5.1 Connessioni elettriche pag. 31
- 5.2 Connessioni idriche pag. 31
 - 5.2.1 Sistema di raffreddamento dell'acqua
 - 5.2.2 Acqua di emergenza
 - 5.2.3 Qualità dell'acqua
- 5.3 Alimentazione del gas pag. 32
- 5.4 Quadro elettrico pag. 33
 - 5.4.1 Selettori, pulsanti ed indicazioni luminose
 - 5.4.2 Pannello operatore
 - 5.4.3 PLC
 - 5.4.4 Amperometri e voltmetri
 - 5.4.5 Sensori a bordo macchina

6 CONCLUSIONI

7 TAVOLE TECNICHE



1 Introduzione

1.1 Scopo del progetto

L'obiettivo di questo lavoro consiste nella progettazione di un prototipo di forno in UHV ad alta temperatura per la ricottura del niobio, e costituisce elaborato di tesi per il Master in: "Trattamenti di superficie applicati a tecnologie innovative per l'industria".

Esso si inserisce all'interno di un rapporto preesistente di collaborazione tra la ditta T.A.V., l'Università di Padova, i Laboratori Nazionali di Legnaro dell'Istituto Nazionale di Fisica Nucleare e la Federazione Regionale degli Industriali del Veneto.

La ditta T.A.V. - Tecnologie Alto Vuoto, che ha direttamente sponsorizzato la tesi del candidato, è da 20 anni presente sul mercato internazionale dei forni in alto vuoto. In passato la TAV ha trascurato il mercato dell'UHV pur avendo già ricevuto richieste di forni per la ricottura UHV del niobio con getter di titanio. Al momento tale ditta intende coltivare questo mercato che, anche se di nicchia, è di alto valore aggiunto e mira ad inserire a catalogo un prodotto innovativo come il prototipo del forno in questione.

Inizialmente saranno brevemente descritti i principali materiali che vengono attualmente impiegati nella costruzione delle camere termiche. Seguirà una analisi comparativa delle varie tipologie di impianto preceduta da un spiegazione dello stato dell'arte attuale dei forni in vuoto (capitolo 1.0). L'iter di progettazione esplorerà inizialmente alcune soluzioni possibili (capitoli 2.0 e 3.0) prima di arrivare alla versione definitiva (capitolo 4.0). L'impianto verrà descritto nei suoi particolari con maggiore riferimento al quadro di comando ed alle connessioni (capitolo 5). Attraverso le tavole tecniche contenute nell'ultimo capitolo (capitolo 6) è possibile passare dallo studio di progetto alla realizzazione del prototipo.

1.2 Materiali solitamente impiegati nella costruzione dei forni

I forni in vuoto in genere sono composti da una campana a tenuta di vuoto ed una camera termica dove viene posta la carica per essere trattata. La camera termica comprende nell'ordine: una struttura di supporto (carcassa), del materiale coibentante e degli elementi riscaldanti. Esistono poi una serie di unità periferiche che si connettono al forno in vuoto al fine di formare l'impianto inteso nel suo complesso: il gruppo di pompaggio, il quadro di potenza e comando, il sistema di raffreddamento dell'acqua ed il serbatoio del gas. L'analisi dei materiali verrà concentrata prevalentemente sui costituenti della camera termica del forno in vuoto; in particolare sul sistema coibentante e sugli elementi riscaldanti.

I componenti delle zone calde come pure gli schermi e l'isolamento termico dei forni in vuoto sono tipicamente costruiti con uno o più dei seguenti materiali: ceramica refrattaria, acciaio inossidabile, molibdeno puro, fibre ceramiche di allumina pura, materiali a base di grafite (barre, fogli, feltro) e materiali compositi in fibra di carbonio (CFC) (Figura 1).

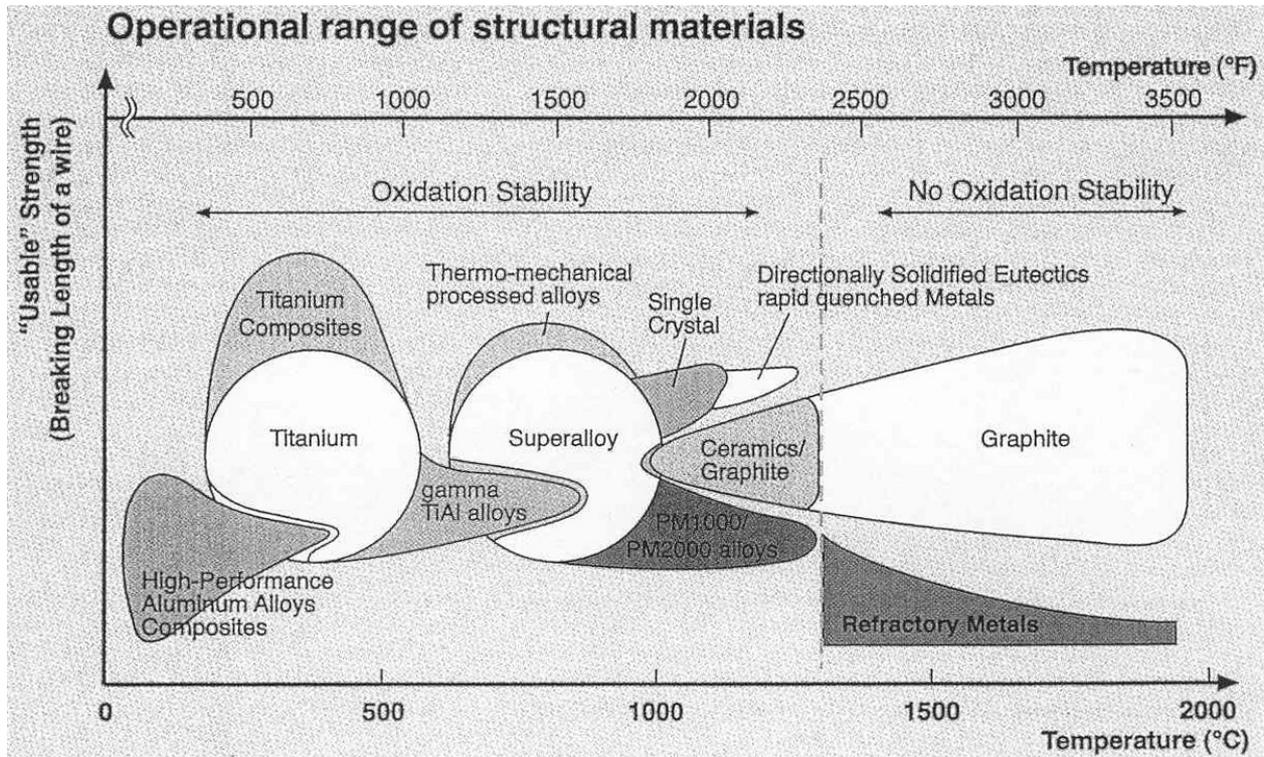


Figura 1 - Intervalli di lavoro dei principali materiali impiegati nella costruzione delle camere termiche dei forni in vuoto in relazione al loro campo di ossidazione.

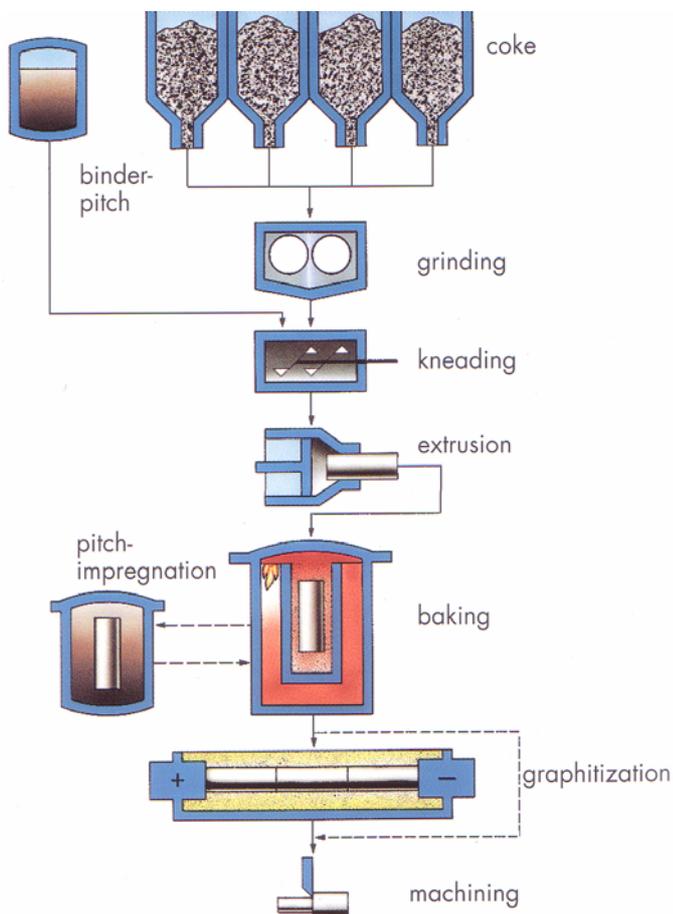
Le camere termiche dei forni in vuoto ad alta temperatura sono classificate in due categorie sulla base dei materiali impiegati nella loro costruzione: *completamente metalliche* o design a schermi radianti ed *isolanti* o design a coibentazione.

1.2.1 Materiali isolanti - grafite, CFC e fibre ceramiche

Grafite

Industrialmente la grafite viene ottenuta a partire da materiali grezzi come il coke e la pece attraverso un processo multi stadio lungo e complesso (figura 2).

Alcune caratteristiche della grafite sono simili a quelle di molti metalli e non-metalli e quindi essa viene classificata come un metalloide. A causa del cambiamento strutturale termodinamico ad alta temperatura del carbonio, una volta avvenuto, nessuna trasformazione è presente durante il raffreddamento fino a temperatura ambiente.



Grinding : macinatura meccanica del coke.

Binder-pitch : materiale legante (pece) aggiunto al coke al fine di ottenere un impasto facilmente lavorabile.

Kneading : fase di mescolamento, necessaria per ottenere un impasto omogeneo.

Pitch-impregnation : fase di impregnamento di pece, necessaria per aumentare la densità del pezzo prima della cottura finale (*graphitization*) e della successiva lavorazione (*machinino*).

Figura 2 - Produzione industriale della grafite: coke e pece vengono mescolati in quantità opportune al fine di produrre una determinata miscela. Questa ultima viene estrusa, riscaldata e ne viene aumentata la densità a seconda delle specifiche finali. Il carbonio amorfo così ottenuto viene poi trasformato in grafite a temperature fino a 3000°C.

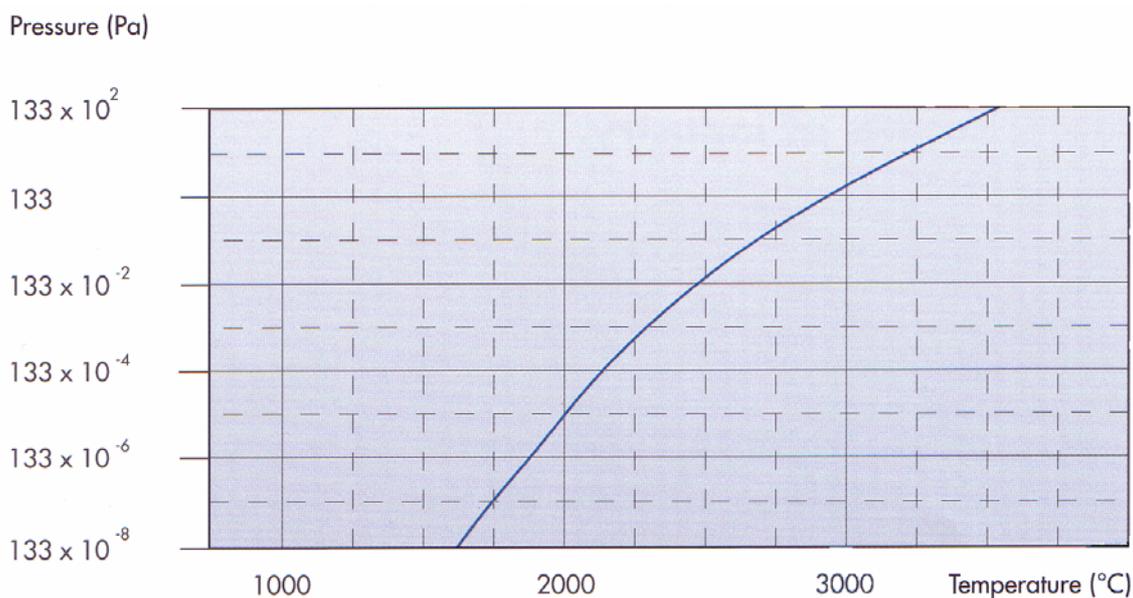


Figura 3 - Pressione di vapore del carbonio in un intervallo di temperature elevate.



La grafite è anche classificata come materiale refrattario poiché se paragonato agli altri elementi, la sua pressione di vapore è estremamente bassa (figura 3). A pressione atmosferica la sua sublimazione a 3350°C precede la fusione a 3700°C.

La densità della grafite molto raramente supera l'80% del valore teorico (2.26 gr/cm³) a causa di buchi e/o pori presenti all'interno del materiale. Un aumento della densità può essere raggiunto attraverso numerose tecniche di raffinazione sviluppate recentemente.

A temperature moderate la resistenza meccanica della grafite è abbastanza piccola se paragonata ad altri materiali, soprattutto se non vengono tenute in considerazione le differenza di densità. A temperature estreme invece, la resistenza meccanica della grafite aumenta e rimane insuperata da quella di altri materiali (figura 4).

La grafite è un materiale soffice poiché non esiste una forte interazione fra i piani atomici. La scarsa resistenza ai movimenti interplanari conferisce quindi alla grafite anche buone proprietà lubrificanti.

La grafite possiede inoltre proprietà termiche ed elettriche solitamente associate ai metalli. La resistività elettrica della grafite isotropa è centinaia di volte superiore a quella del rame e la sua dipendenza dalla temperatura è mostrata in figura 5.

STRENGTH OF GRAPHITE

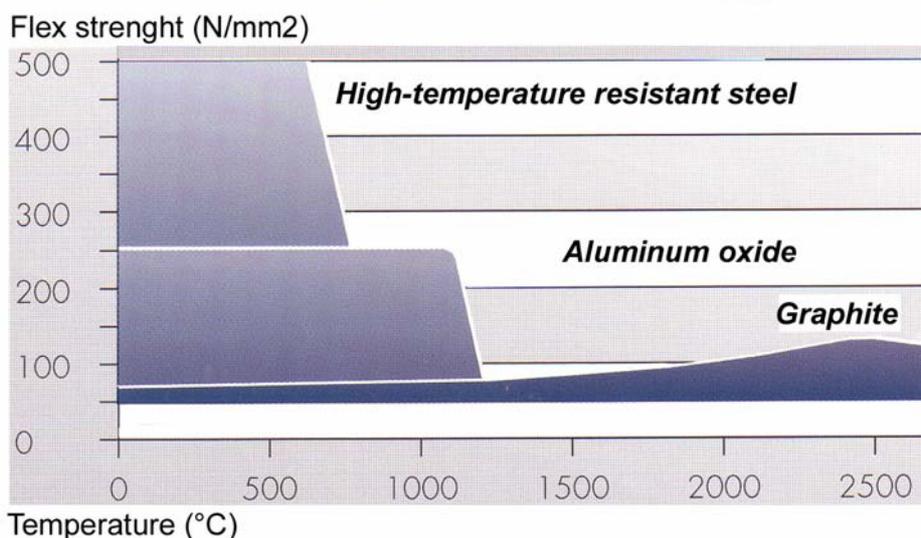


Figura 4 - La resistenza a compressione della grafite è molto più grande della sua resistenza a tensione, aspetto molto comune nei materiali fragili.

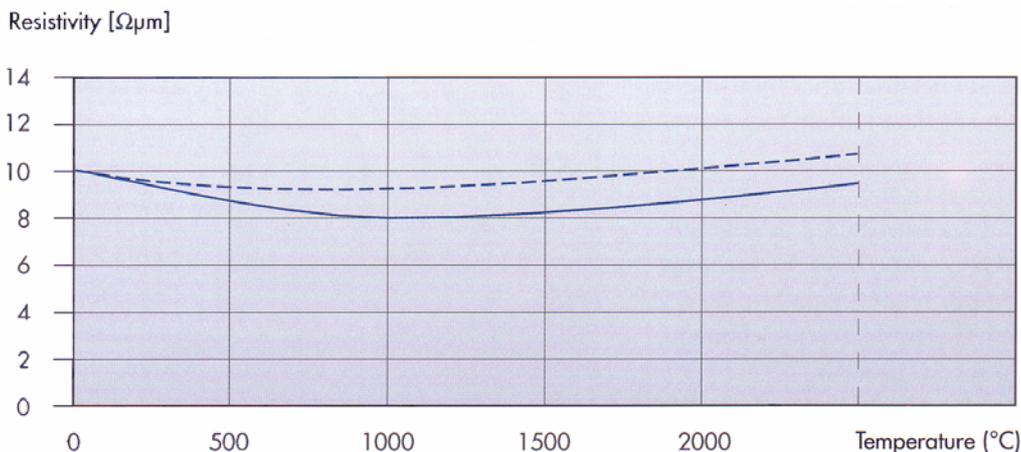


Figura 5 - Andamento della resistività in funzione della temperatura per due tipi di grafite attualmente disponibili in commercio.

La grafite possiede una resistenza allo shock termico eccellente per un materiale che è fragile e questo perché la sua conducibilità termica è elevata ($130 \text{ W K}^{-1}\text{m}^{-1}$) ed il modulo elastico come anche il coefficiente di espansione termica sono bassi (15 kN mm^{-2} e $1 \mu\text{m K}^{-1}\text{m}^{-1}$).

La grafite presenta una buona resistenza al vetro e a molti metalli fusi ed ad attacchi chimici con acido fluoridrico e cloridrico. I metalli alcalini ed alcalino terrosi, come pure i metalli di transizione ed i loro ossidi causano una corrosione della grafite che è comunque dipendente dalla temperatura. La grafite è inoltre sensibile all'attacco di agenti ossidanti come l'ossigeno, l'aria, il biossido di carbonio e di azoto: l'ossidazione inizia lentamente da 400°C per poi proseguire rapidamente da 600°C .

Poiché l'ottenimento della grafite richiede temperature molto elevate, è ragionevole pensare che questo materiale possa essere considerato abbastanza libero da impurità ($\leq 5 \text{ ppm}$).

CFC

Il CFC (Carbon Fiber Composite) consiste in fibre di carbonio, disposte ad angoli compresi da 0° e 90° le une rispetto alle altre, immerse in matrice di grafite (figura 6).

Questo materiale composito unisce al meglio sia le caratteristiche ben note della grafite che quelle della fibra di carbonio. Il cambiamento nelle proprietà termiche e meccaniche è funzione di alcuni passaggi fondamentali durante il processo di produzione. Incrementando il numero di densificazioni (impregnamento e ricottura), proprietà come la resistenza alla sollecitazione di taglio interlaminare, la resistenza al piegamento, la densità di bulk, il volume dei pori ed il modulo di Young migliorano considerevolmente. Tale considerazione si può estendere a molte altre proprietà come la conducibilità elettrica e termica, la resistenza a compressione e la resistenza a fatica (figura 7). È logico pensare però che anche i costi aumentino con l'aumentare delle performance.

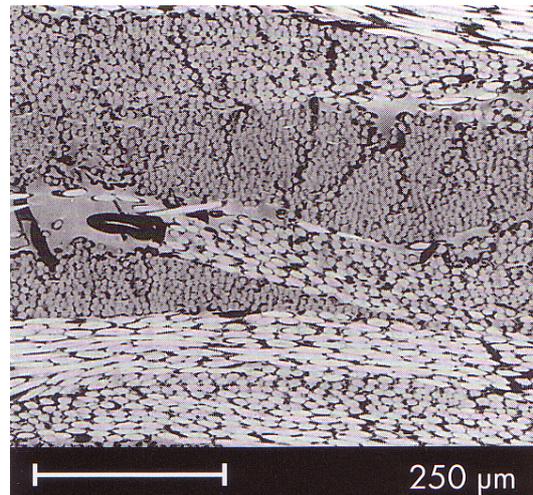


Figura 6 - Esempio di un CFC 0°/90° usato nella costruzione di pannelli per l'isolamento termico delle camere calde nei forni in vuoto ad alta temperatura.

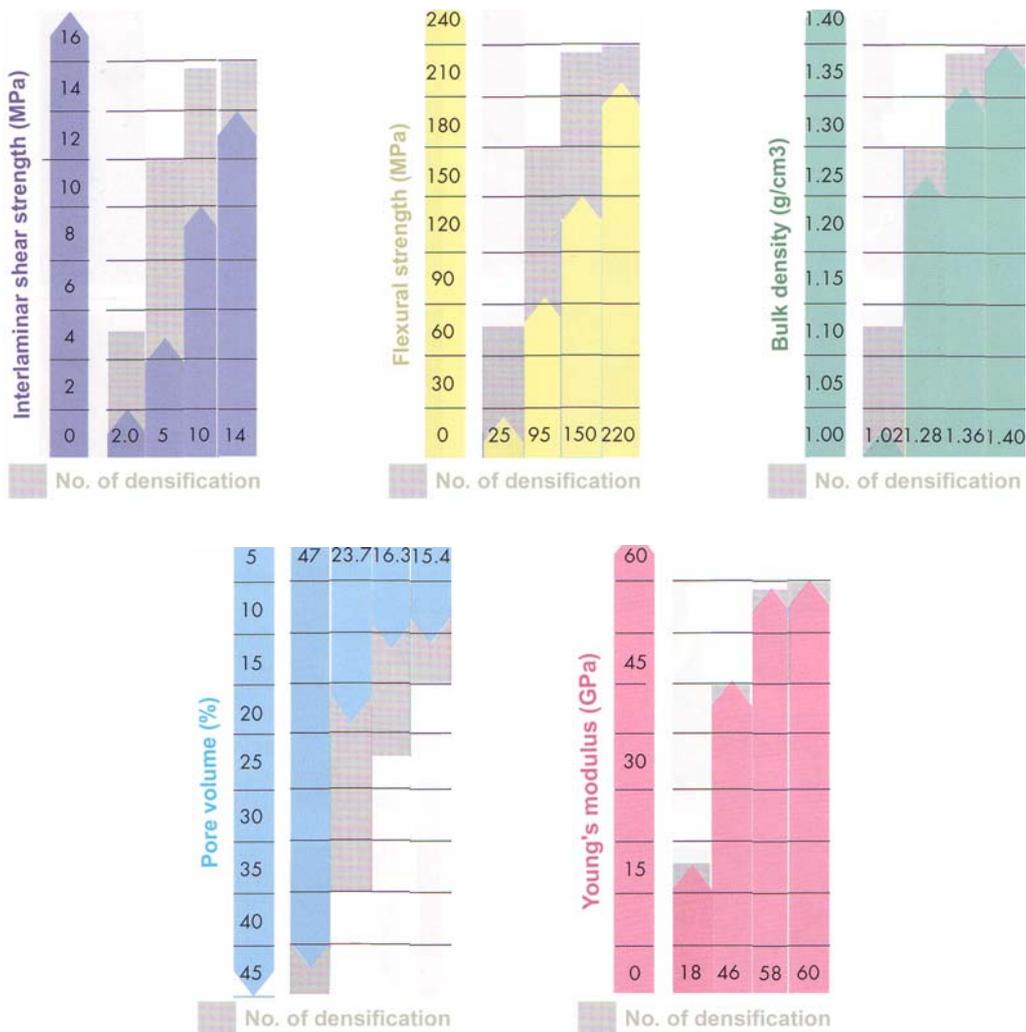


Figura 7 - Il grafico mostra il sensibile miglioramento di alcune proprietà di un CFC 0°/90°. Ad eccezione del numero dei processi di impregnazione e ricottura, gli stadi produttivi iniziali e finali sono identici per tutti i quattro casi evidenziati: senza densificazione, con una, due e tre densificazioni.



Fibre ceramiche

Le fibre ceramiche comprendono una grande varietà di prodotti amorfi o cristallini caratterizzate da proprietà refrattarie fra cui la grande stabilità alle alte temperature. Esse sono tipicamente composte da allumina, silice ed altri ossidi metallici o, meno comunemente, da materiali non-ossido come il carburo di silicio. La maggior parte delle fibre ceramiche sono composte da allumina e silice in proporzione circa del 50:50. Le ceramiche a singolo ossido, come allumina e zirconia, comprendono invece, per definizione standard, fino l'80% dell'ossido in questione. Comunemente è possibile raggiungere fino al 90% o virtualmente al 100% se espressamente richiesto. Poiché la tipologia di fibre ceramiche esistenti copre un ampio intervallo di prodotti è logico pensare che anche per le loro proprietà fisiche e chimiche esista un campo di variazione.

Attualmente le fibre ceramiche costituiscono validi sostituti all'amianto e sono impiegate come materiali isolanti nella costruzione di forni non in vuoto ad alta temperatura.

1.2.2 Metalli refrattari - molibdeno e leghe

Molibdeno, Niobio e Tantalio sono elementi membri del gruppo dei metalli refrattari, così chiamati perché fondono a temperature molto elevate. Rientrano in questa categoria di materiali anche Renio, Osmio, Iridio e a volte Cromo e Vanadio. Molibdeno e Tungsteno sono spesso impiegati in applicazioni ad alta temperatura, in modo particolare nei forni in vuoto.

La disponibilità del Renio ed il relativo costo precludono il suo uso in molte applicazioni. Niobio e Tantalio possiedono proprietà meccaniche poco interessanti ad alta temperatura ed i rispettivi costi non sono trascurabili.

Molibdeno e Tungsteno sono ottimi invece per la realizzazione di parti strutturali ed avendo anche bassa resistività elettrica sono ottimi candidati nella costruzione di elementi per forni in vuoto. Il Molibdeno è il preferito per la realizzazione di questi impianti mentre il Tungsteno viene impiegato per applicazioni dove la temperatura è superiore a 2000°C.

Il molibdeno puro viene comunemente usato per la realizzazione di forni in vuoto completamente metallici, anche se esiste tuttavia qualche limitazione. L'intervallo di ricristallizzazione compreso fra 800°C e 1200°C e la crescita spontanea dei grani che avviene già a temperature dell'ordine di 1600°C diminuiscono le proprietà meccaniche del Molibdeno. Questi fenomeni rendono il materiale ricristallizzato e fragile già dopo il primo ciclo termico. Negli ultimi anni sono state sviluppate leghe di Molibdeno che permettono di diminuire o eliminare completamente questo problema (figura 8).

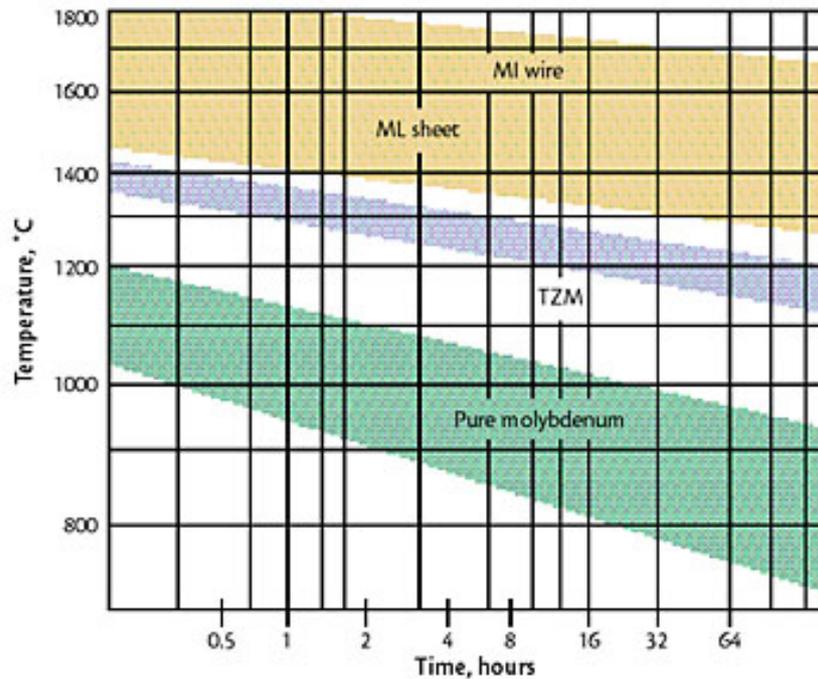


Figura 8 - Un innalzamento di ben 400°C dell'intervallo di ricristallizzazione è stato visto misurato dopo minime aggiunte in lega di particelle ceramiche o ossidi. Queste migliorie sono alla base sia del massiccio impiego di questi materiali nella realizzazione di forni completamente metallici e sia del loro costo elevato.

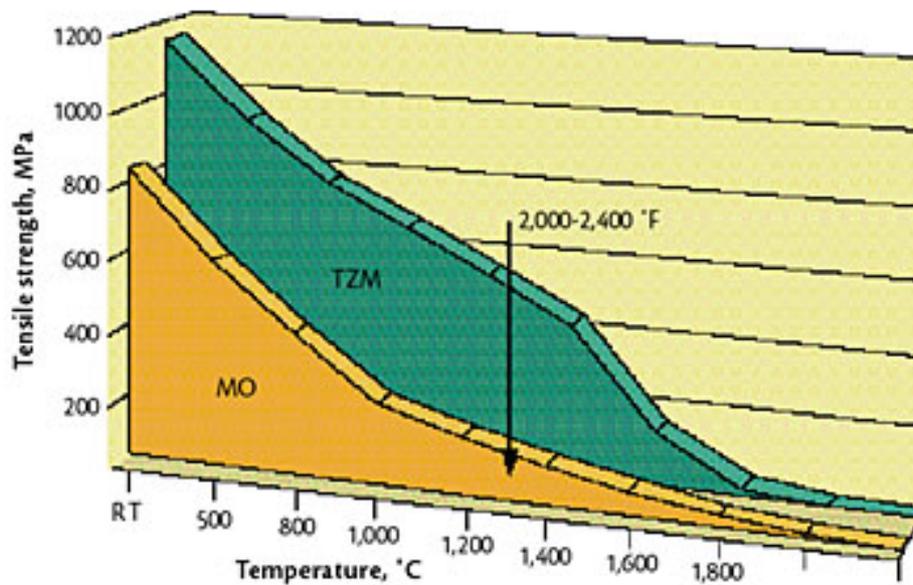


Figura 9 - Confronto fra sforzo a trazione del molibdeno puro con la lega TZM.

La lega siglata TZM consiste in piccole aggiunte di particelle disperse (0.5% Titanio, 0.08% Zirconio e 0.01%-0.04% Carbonio) che rallentano notevolmente la crescita dei grani, innalzando in questo modo l'intervallo di ricristallizzazione. Se paragonata al Molibdeno puro, a temperature elevate la lega TZM

possiede proprietà meccaniche notevolmente più interessanti (figura 9) che ne permettono l'utilizzo nella realizzazione di supporti e di componenti particolari.

Nel caso in cui si desiderasse evitare la frattura del materiale anche dopo la sua ricristallizzazione fosse richiesta stabilità dimensionale ad alta temperatura, la scelta cadrebbe obbligatoriamente sulla lega siglata ML (Molybdenum Lantanum). Questo tipo di materiale viene ottenuto aggiungendo piccole quantità di ossido di Lantanio al Molibdeno. La lega finale presenta notevoli miglioramenti sia dal punto di vista dell'innalzamento dell'intervallo di ricristallizzazione (figura 8) e sia dal punto di vista delle proprietà meccaniche (figura 10). Questo materiale viene impiegato nella realizzazione degli elementi riscaldanti date le sue ottime proprietà meccaniche alle alte temperature.

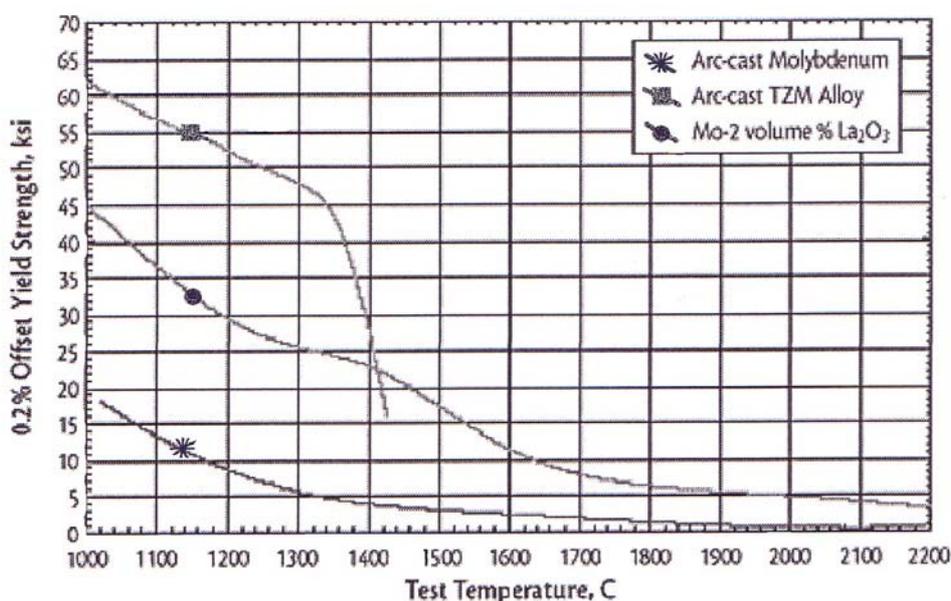


Figura 10 - Deformazioni sotto sforzo in funzione della temperatura per alcune leghe commerciali di Molibdeno. Anche se si preferisce l'utilizzo del Molibdeno puro nelle applicazioni dei forni in vuoto per i suoi bassi costi iniziali, viene scartato in alcune sue applicazioni per il peggioramento delle proprietà meccaniche ad alta temperatura. La lega TZM presenta invece buone proprietà meccaniche solo fino a 1300°C, mentre la lega ML presenta un plateau fino a 1500°C anche se con valori minori.

1.2.3 Materiali ceramici - allumina

I materiali ceramici¹, anche se disponibili in semplici geometrie, vengono largamente impiegati soprattutto nella realizzazione di passanti elettrici. I principali punti di forza di questi materiali sono l'elevato punto di fusione e quindi l'ottima stabilità termica alla tipiche temperature di ciclo dei più comuni trattamenti termici, la buona inerzia chimica nei confronti degli ossidanti più comuni e le eccellenti proprietà dielettriche dal DC alle frequenze del GHz.

¹ Solitamente le ceramiche impiegate nella costruzione di forni in vuoto consistono in un miscuglio di silicati ed alluminati di vario genere. Raramente viene impiegata allumina pura (> 99,4%) o addirittura zirconia.



In questo studio progettuale la ceramica sarà considerata il punto di partenza con cui realizzare gli schermi termici del forno in vuoto². Di seguito sono riportate le caratteristiche principali del materiale scelto (sigla commerciale Degussit AL23).

Composizione	Al ₂ O ₃ > 99,5 %
Densità	3,7 ÷ 3,95 g cm ⁻³
Punto di fusione	2030°C
Massima temperatura di esercizio	1950°C
Calore specifico	900 J kg ⁻¹ K ⁻¹
Conducibilità termica a 1000°C	5 W m ⁻¹ K ⁻¹
Coefficiente di espansione lineare fino a 1000°C	8,5 x 10 ⁻⁶ K ⁻¹
Resistività elettrica a	
1500°C	10 ⁴ Ω cm
1000°C	10 ⁷ Ω cm
500°C	10 ¹⁰ Ω cm

1.3 Comparazione fra alcuni impianti

1.3.1 Stato dell'arte dei forni in vuoto

Richieste sempre più spinte di materiali ad elevate performance hanno visto negli ultimi 40 anni uno sviluppo quasi lineare dei forni in vuoto. Durante questo intervallo di tempo, per esempio, buona parte dei trattamenti termici sono stati eseguiti sempre più attraverso impianti in vuoto piuttosto che in quelli a bagno di sale. Questo trend in ascesa è maggiormente accentuato se si considera che anche la tempra in olio viene anch'essa progressivamente sostituita, dove possibile, dalla tempra in gas inerte tipo azoto o argon.

Per orientarsi nella scelta dell'impianto è necessario prima individuare le principali specifiche legate alla applicazione finale: temperature di processo intorno i 1500°C con pressioni nel campo dell'ultra alto vuoto (UHV $\leq 10^{-8}$ mbar). Elevate temperature sono necessarie per aumentare la cinetica di diffusione delle impurità verso la superficie da rimuovere e quindi ottenere cicli termici accettabili in termini di tempo. Vuoti così spinti sono indispensabili per non incrementare il grado di contaminazione del niobio da pulire.

Attualmente esistono in commercio una grande varietà di forni in vuoto per applicazioni comuni quali i trattamenti termici e le brasature. Tali impianti vengono però progettati e realizzati per raggiungere temperature massime intorno i 1300°C e vuoti di lavoro dell'ordine di $10^{-2} \div 10^{-5}$ mbar a seconda delle applicazioni. Fanno eccezione i forni da sinterizzazione poiché molto spesso vengono richieste temperature di lavoro intorno ai 1400°C con pressioni in camera dell'ordine del basso-medio vuoto (10^3 mbar $\leq P \leq 10^{-3}$ mbar).

² Il materiale ceramico costituirà il substrato su cui andrà depositato un film sottile di molibdeno mediante PVD.

Da quanto soprascritto, è chiaro come parametri di processo spinti come l'UHV e l'elevata temperatura non trovino attualmente nel mercato una risposta in termini di impianto disponibile "chiavi in mano". È da aggiungere anche che pochi sono i costruttori di forni in vuoto in grado di adeguare il loro prodotto alle esigenze del cliente, al fine di centrare in maniera adeguata, specifiche sempre più spinte.

1.3.2 Forni in vuoto a confronto

Di seguito verranno messi in luce i principali vantaggi e svantaggi legati alle diverse tipologie di forni in vuoto (forno in grafite, metallico e ceramico) in relazione alle applicazioni desiderate.

Le camere termiche isolanti vengono solitamente realizzate impiegando grafite in wafer, in feltro³, in foglio od una combinazione di questi (figura 11). Qualche volta le fibre ceramiche di allumina con un elevato grado di purezza possono sostituire i componenti in feltro.

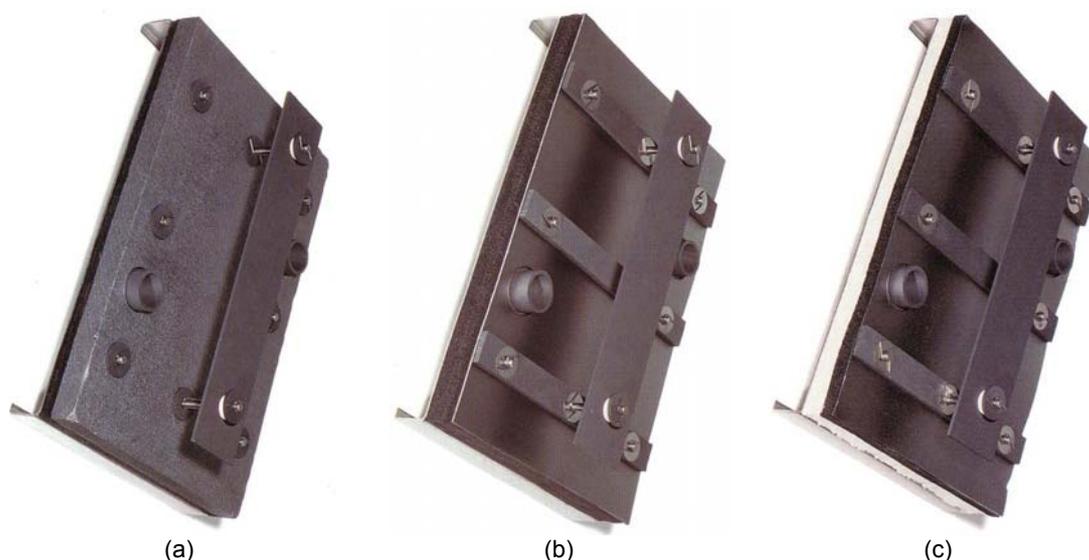


Figura 11 - Possibili combinazioni feltro / foglio di grafite nella realizzazione di una camera termica: (a) 1" di wafer di grafite, ½ " di feltro in grafite ad elevata purezza e resistore in grafite, (b) tre strati di feltro in grafite ad elevata purezza da ½ ", foglio in grafite ad alta densità e resistore in grafite, (c) 1" di fibre ceramiche, ½ " di feltro in grafite ad elevata purezza, foglio in grafite ad alta densità e resistore in grafite.

Attualmente, l'uso della grafite come materiale isolante conferisce alla camera termica ottime proprietà di coibentazione (tabella 1) unitamente a tempi di esercizio ragionevoli per applicazioni che spaziano dalla saldo-brasatura ai più comuni trattamenti termici.

Temperatura (°C)	600°C	700°C	800°C	900°C	1000°C	1100°C	1200°C	1300°C	1400°C
Potenza specifica (kW m ⁻²)	1,5	1,75	2,1	2,8	3,6	4,4	5,1	5,7	6,4

Tabella 1 - Nota la superficie della camera termica e la temperatura del forno in vuoto, è possibile calcolare la potenza dissipata dalla camera termica a meno di un fattore moltiplicativo: 4 se la temperatura è quella di lavoro effettiva, 3 se è da considerarsi come limite massimo.

³ A differenza del wafer di grafite il feltro è caratterizzato da una maggiore densità e da una anisotropia di alcune proprietà come la conducibilità termica per esempio. Questa ultima caratteristica è dovuta alla orientazione preferenziale delle fibre di carbonio presenti nel feltro.

Esistono, tuttavia, alcuni svantaggi legati all'uso della grafite che hanno portato allo studio ed allo sviluppo di camere termiche interamente metalliche.

- Il fattore maggiormente limitante è il basso livello di vuoto ottenibile con i forni in grafite: la natura igroscopica di questo materiale non può competere con vuoti ultimi più elevati (campo dell'UHV) e velocità di pompaggio più spinte tipiche dei forni completamente metallici.
- Le ottime capacità isolanti della grafite ne limitano le performance di raffreddamento, essendo il calore maggiormente "intrappolato" in un feltro da 30 mm rispetto ad uno schermo in ML da 0.2 mm (figura 12). Nei forni in grafite, infatti, durante la fase di tempra si rendono necessarie pressioni di gas di 2, 6 o 10 bar e potenze motore soffiatrice maggiori al fine di raggiungere velocità di raffreddamento paragonabili ai forni metallici. Tutto ciò ha un considerevole aumento sui costi per ciclo e quindi sui pezzi trattati.

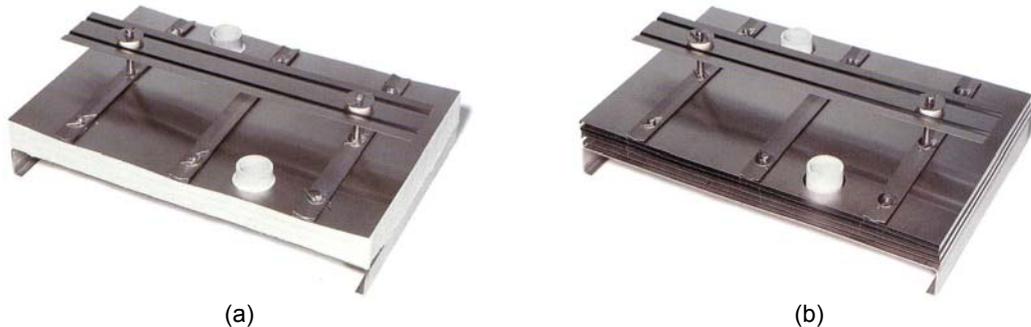


Figura 12 - Possibili combinazioni fibre ceramiche / foglio in lega di molibdeno nella realizzazione di una camera termica: (a) 1 1/2" di fibre ceramiche, foglio da 0.15" in molibdeno e resistore in TZM, (b) 5 foglio in molibdeno e resistore in TZM.

- Nel caso di forni metallici, l'uniformità termica all'interno della zona utile è eccellente ed è più facile da raggiungere rispetto a forni in grafite. Superfici metalliche riflettenti riescono infatti a scaldare la carica per irraggiamento con velocità maggiori rispetto ad un sistema in grafite.
- Infine, ogni qualvolta si intende trattare materiali facilmente contaminabili come niobio e titanio, l'uso dei forni metallici è d'obbligo.

Allo stato attuale però nemmeno i forni metallici costituiscono una risposta univoca alla grande varietà di applicazione dei forni in vuoto. Anch'essi infatti presentano alcuni inconvenienti.

- L'isolamento termico di una camera metallica è molto basso se paragonato alle ottime caratteristiche di coibentazione di un sistema in grafite. Si rende quindi necessario aumentare il numero degli schermi (figura 13) per ridurre la potenza dissipata alle temperature di esercizio del forno. Ciò causa inevitabilmente un considerevole aumento dei costi, già per altro elevati trattandosi di molibdeno e relative leghe.

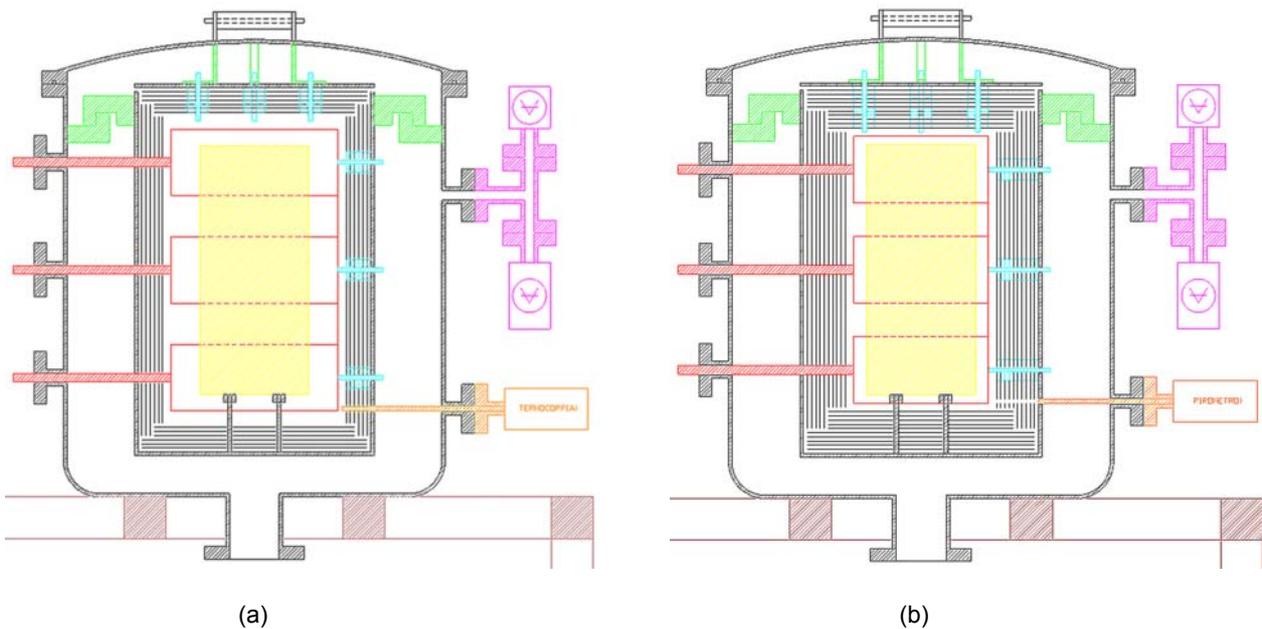


Figura 13 - Layout iniziale di progetto per la realizzazione di un forno metallico avente (a) $T_{max} = 1400^{\circ}C$ e (b) $T_{max} = 2000^{\circ}C$. A parità di dimensioni della zona utile (zona gialla) e di potenza dissipata prevista, un aumento di $600^{\circ}C$ della temperatura massima del forno rende necessario un incremento di ben 4 schermi alla camera termica metallica precedente. In entrambi i layout è possibile notare come la carica (zona gialla) sia completamente compresa nel gruppo radiante (rettangoli rossi) per evitare riscaldamenti non uniformi dovuti ad effetti di bordo (vedi anche figura 21a). Ed ancora, gli schermi in lega di molibdeno sostenuti dai diversi pin (elementi azzurri) sono disposti gli uni rispetto agli altri in modo da aumentare il più possibile il percorso ottico dei fotoni IR verso l'esterno e quindi aumentare l'isolamento dell'intera camera termica.

- Le scarse proprietà di isolamento termico unitamente agli intervalli di ricristallizzazione del molibdeno e delle sue leghe riducono sensibilmente il tempo di esercizio delle camere metalliche. Inutile aggiungere che riparazioni o sostituzioni frequenti incrementano ancora di più i costi relativi ai forni metallici.

Esiste una alternativa possibile all'uso dei forni in grafite e a quelli metallici, ma è legata esclusivamente alle specifiche dettate dalla ricottura del niobio (UHV ed elevate temperature). La camera termica in ceramica permette di raggiungere elevati valori di vuoto e di temperatura. Per aumentare l'isolamento e l'uniformità gli schermi possono essere facilmente rivestiti con un film sottile di molibdeno mediante PVD⁴.

- I costi di un impianto con camera termica in ceramica risulterebbero più contenuti ma solamente nel caso di forni con piccole dimensioni: la realizzazione e la lavorazione di grandi cilindri in allumina risulta ancora complessa e molto più costosa rispetto all'uso della grafite.

- Inoltre non è possibile raffreddare la carica con velocità paragonabili a quelle di una usuale tempra in gas, poiché la ceramica non sopporta gli shock termici e finirebbe col danneggiarsi. È da ricordare, comunque, che le specifiche legate alla ricottura del niobio non ne prevedono lo spegnimento in gas inerte.

⁴ Questa tipo di tecnologia è attualmente ben consolidata ai Laboratori Nazionali di Legnaro: depositi di molibdeno su allumina sono stati realizzati senza particolari difficoltà e con buoni risultati.



2 PROGETTO NUMERO 1

Il primo progetto non verrà sviluppato poiché si vedrà che non esiste un buon compromesso fra numero di schermi termici e potenza del trasformatore: la potenza dissipata prevista risulta infatti essere troppo elevata per una camera termica con zona utile così piccola. Il secondo progetto centra in maniera soddisfacente il dimensionamento dell'intera camera termica, individuando 3 schermi termici, in accordo con 1300 W di potenza dissipata, ed un corpo radiante in tungsteno con geometria a spirale cilindrica. Questo studio viene successivamente sostituito dal terzo ed ultimo progetto per quanto riguarda il raggruppamento dei passanti di corrente e della termocoppia in un'unica flangia.

La prima fase della progettazione deve passare necessariamente attraverso il dimensionamento della camera termica ed in particolare è necessario abbozzare il numero di schermi necessari. Se le dimensioni e le quantità di schermi risulteranno accettabili, allora si proseguirà con il dimensionamento del gruppo di potenza (alimentatore e trasformatore) e dell'acqua necessaria al raffreddamento del forno.

2.1 Numero schermi

Attraverso un semplice calcolo⁵ approssimato è possibile stimare il numero di schermi da posizionare all'interno della camera termica:

$$q = \frac{1}{(n+1) \cdot \left(\frac{2}{\varepsilon} - 1\right)} \cdot \sigma \cdot (T_1^4 - T_2^4) \cdot A$$

q	potenza dissipata prevista con forno in funzione	1300 W
σ	costante di Stefan Boltzman	$5.67 \times 10^{-8} \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-4}$
ε	emissività	0.5
T_1	temperatura di lavoro	1500°C
T_2	temperatura all'esterno della camera termica	300°C
A	superficie dell'n-esimo schermo	$6.38 \times 10^{-2} \text{ m}^2$
n	numero schermi ricavato	8

Nota : Tenendo presente che il materiale impiegato per la realizzazione degli schermi è allumina su cui viene depositato del molibdeno mediante PVD, il coefficiente di emissione viene posto uguale a 0.5 (caso intermedio fra 0.2, Mo non ossidato, e 0.8, Mo ossidato).

No. 8 schermi di allumina è un numero troppo alto per una camera termica in ceramica. Bisogna tener presente, infatti, che i costi di produzione e soprattutto di lavorazione dell'allumina (rettifica e foratura) non sono trascurabili.

⁵ Questo calcolo permette di ricavare la velocità di trasferimento di energia per irraggiamento fra due superfici parallele infinitamente larghe, partendo da una serie di costanti note e variabili fissate.



Figura 14 - Vista in esplosione (a) ed in sezione (b) della medesima camera termica. I colori abbinano cilindri con dischi dello stesso diametro esterno e la scala del blu da l'idea di come il calore sia più intenso all'interno (azzurro) e diminuisca con il procedere verso l'esterno (blu). Queste viste comprendono anche il supporto carica (cilindro grigio) per dare l'idea di come e dove sarà posizionata la carica in niobio da trattare.

2.2 Gruppo di potenza

Per stimare la potenza del trasformatore è necessario sommare la potenza dissipata prevista durante il funzionamento del forno e la potenza richiesta per trattare la carica:

$$P_{totale} = P_d + P_c$$

P_d	potenza dissipata prevista con forno in funzione	3000 W
P_c	potenza richiesta per riscaldare fino a 1500°C 1 Kg di Niobio	220 W
P_{totale}	potenza trasformatore	7 kW

Nota: è necessario moltiplicare per un fattore due di sicurezza la potenza dissipata prevista durante il funzionamento del forno.

Per quanto riguarda tensione e corrente al secondario, si imposta solitamente una tensione compresa fra 30 e 50 V (la tensione non deve essere elevata per evitare scariche all'interno della camera termica - **30 V**) e poi si calcola di conseguenza la corrente (**235 A**).

- Prima di passare al dimensionamento dell'alimentatore è necessario notare che non esiste un buon compromesso fra il numero degli schermi e la potenza del trasformatore. Queste quantità sono infatti legate alla potenza dissipata prevista che risulta essere troppo elevata per una camera termica con zona utile così piccola⁷.

⁷ Si definisce zona utile di un forno, e quindi anche di una camera termica, lo spazio massimo che può occupare una carica da trattare. In questo caso la zona utile ha diametro 30 mm ed altezza 100 mm per un volume di circa 71 cm³.



3 PROGETTO NUMERO 2

Il secondo progetto offre una versione quasi definitiva del prototipo (dimensionamenti della camera termica, del sistema di raffreddamento dell'acqua e della campana da vuoto) ma verrà scartato poiché si preferisce una configurazione geometrica più compatta per quanto riguarda i passanti di correnti e della termocoppia.

Per ridurre la potenza dissipata mantenendo contemporaneamente sia la geometria a 3 schermi, che la temperatura esterna della camera termica, è necessario ridurre la zona utile del forno. Questo porta inevitabilmente ad una limitazione nelle dimensioni della carica e quindi anche all'utilizzo dell'impianto. È altresì vero che questo è lo studio di un prototipo e che esistono comunque anche cariche da trattare di piccole dimensioni.

3.1 Numero schermi

Il calcolo è sempre lo stesso ma viene nuovamente considerata una potenza dissipata di 1300 W anziché 3000 W e dimensioni degli schermi minori del caso precedente.

$$q = \frac{1}{(n+1) \cdot \left(\frac{2}{\varepsilon} - 1\right)} \cdot \sigma \cdot (T_1^4 - T_2^4) \cdot A$$

q	potenza dissipata prevista con forno in funzione	1300 W
σ	costante di Stefan Boltzman	$5.67 \times 10^{-8} \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-4}$
ε	emissività	0.5
T_1	temperatura di lavoro	1500°C
T_2	temperatura all'esterno della camera termica	300°C
A	superficie dell'n-esimo schermo	$2.75 \times 10^{-2} \text{ m}^2$
n	numero schermi ricavato	3

Le dimensioni dei componenti in allumina che andranno a costituire la camera termica sono riportate di seguito:

Quantità di cilindri	$\phi_{\text{interno}} \text{ (mm)}$	$\phi_{\text{esterno}} \text{ (mm)}$	Lunghezza (mm) ⁸
No. 1	42	50	100
No. 1	55	65	114
No. 1	70	80	128

Quantità dischi	$\phi \text{ (mm)}$	Spessore (mm)
No. 2	50	7
No. 2	65	7
No. 2	80	8

⁸ Vengono imposte tolleranze di + 0,10 -0,00 mm su tutte le lunghezze. Per quanto riguarda invece i diametri interni ed esterni, non sono richieste particolari tolleranze.



3.2 Gruppo di potenza

Il calcolo per stimare la potenza del trasformatore è lo stesso del caso precedente: è necessario sommare la potenza dissipata prevista durante il funzionamento del forno e la potenza richiesta per trattare la carica:

$$P_{totale} = P_d + P_c$$

P_d	potenza dissipata prevista con forno in funzione	1300 W
P_c	potenza richiesta per riscaldare fino a 1500°C 1 Kg di Niobio	220 W
P_{totale}	potenza trasformatore	3 kW

Nota: è necessario moltiplicare per un fattore due di sicurezza la potenza dissipata prevista durante il funzionamento del forno.

Per quanto riguarda tensione e corrente al secondario, anche in questo caso si imposta una tensione di **30 V** per evitare eventuali scariche e poi si calcola di conseguenza la corrente (**100 A**). La scelta del tipo di trasformatore (monofase o trifase) dipende dalla geometria del corpo radiante (vedi dimensionamento al paragrafo seguente).

- Un trasformatore da 3 kW e 3 schermi di allumina sono parametri accettabili. Si tenga comunque presente che la potenza dissipata prevista non è piccola; esiste però un buon compromesso fra il costo della camera termica (dipende prevalentemente dal numero degli schermi) e performance della stessa (dipende in larga misura dalla dissipazioni di energia che si traduce in potenza sprecata del trasformatore).

Considerando la potenza del trasformatore appena calcolata (3 kW) e la tensione di rete disponibile (380 V), è possibile calcolare la quantità di corrente che dovrà fornire l'alimentatore (**10 A**). La tipologia di alimentatore (monofase o trifase) dipende dal tipo di trasformatore scelto.

3.3 Resistore

Il dimensionamento del corpo radiante è un passaggio obbligatorio per completare la progettazione del forno⁹.

Data la piccola zona utile del forno e la geometria cilindrica della camera termica, è stata pensato un corpo radiante costituito da un tondo in tungsteno avvolto secondo una geometria a spirale. Le due estremità del resistore monofase saranno poi connesse ai passanti di corrente prima mediante due tondi di molibdeno e poi con delle barrette in rame.

Per ricavare i parametri del corpo radiante (sezione del tondo di tungsteno, passo e lunghezza della spirale cilindrica) è necessario considerare: lunghezza del resistore, resistività del materiale alla temperatura di esercizio del forno e tensione/corrente al secondario del trasformatore.

⁹ Il sistema di raffreddamento dell'acqua ed il gruppo di pompaggio non fanno parte del forno, ma sono componenti dell'impianto inteso nel suo complesso e quindi verranno dimensionati successivamente.

l_n	lunghezza del resistore (= 1 giro) ¹⁰	~ 110 mm
n	numero di spire	16
l_{tot}	lunghezza totale del resistore in tungsteno ¹¹	~ 1890 mm
I	corrente al secondario del trasformatore monofase	100 A
V	tensione al secondario del trasformatore monofase	30 V
R	resistenza del resistore calcolata e fissata per i calcoli successivi	0,3 Ω
ρ	resistività del tungsteno a 1500°C	$5 \times 10^{-7} \Omega \text{ m}$
σ	sezione del corpo radiante calcolata	~ 3 mm ²
ϕ	diametro tondo in tungsteno	~ 2 mm

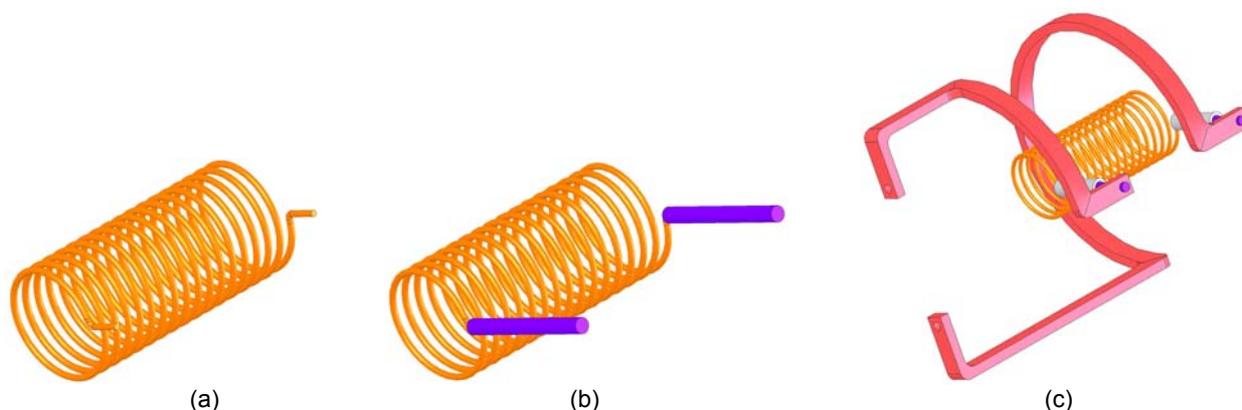


Figura 15 - In questi layout è possibile visualizzare sinteticamente la geometria a spirale proposta per il corpo radiante (a), il numero di spire, i tondi di molibdeno da 5 mm x 50 mm (viola) (b) e delle barrette in rame da 10 mm x 5 mm (rosse) (c). A completare l'intero corpo resistore vi sono due ceramiche isolanti in corrispondenza ai tondi di molibdeno (c).

Sono stati presi in considerazione altri due materiali, alternativi al tungsteno, durante la progettazione del corpo radiante: il Mo ed il MoSi₂. La resistività di questi materiale è pressoché analoga a quella del tungsteno: si ricavano quindi diametri e geometrie simili a quelle precedentemente descritte. Nel caso del molibdeno, però, le proprietà meccaniche peggiorano (figura 16): ad esempio la sua espansione termica, ad alta temperatura, potrebbe causare un corto circuito nella linea di potenza considerando che il passo della spirale cilindrica è di appena 5 mm circa.

Dal punto di vista delle performance meccaniche, una valida alternativa all'uso del molibdeno potrebbe essere costituita da una delle sue leghe; in particolare da quella ML (paragrafo 1.2.2). I costi però aumentano notevolmente rispetto alle soluzioni in W o in MoSi₂.

¹⁰ Il diametro della geometria a molla è di 35 mm ed è compreso fra 42 mm (diametro interno del primo schermo ceramico) e 20 mm (zona utile). In genere, si preferisce mantenere la maggiore distanza possibile fra il corpo radiante e la carica da trattare sia per aumentare l'uniformità di riscaldamento e sia per evitare effetti di bruciatura sul pezzo (vedi anche figura 21a).

¹¹ Nel calcolo della lunghezza totale del resistore, sono stati considerati anche i 20 mm di tungsteno per la connessione fra la molla ed il tondo in molibdeno (figura 15 a).

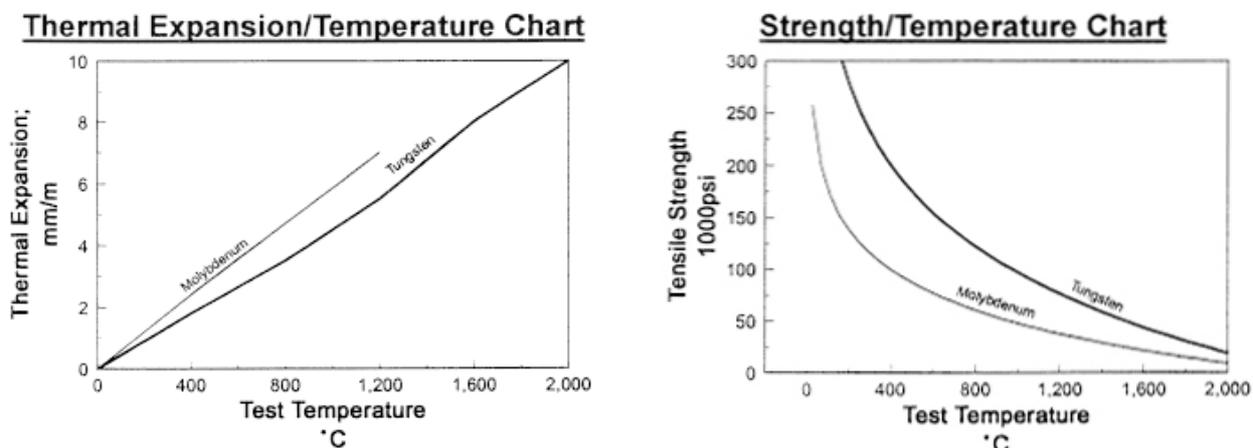


Figura 16 - Grafici di confronto per alcune proprietà meccaniche del molibdeno e del tungsteno.

3.4 Camera termica

La camera termica è composta da una struttura metallica (AISI 316) che supporta a sua volta il sistema di in ceramica: No. 3 cilindri concentrici e No. 6 dischi in allumina e ricoperti con un film sottile di molibdeno mediante tecnica PVD (figura 17).

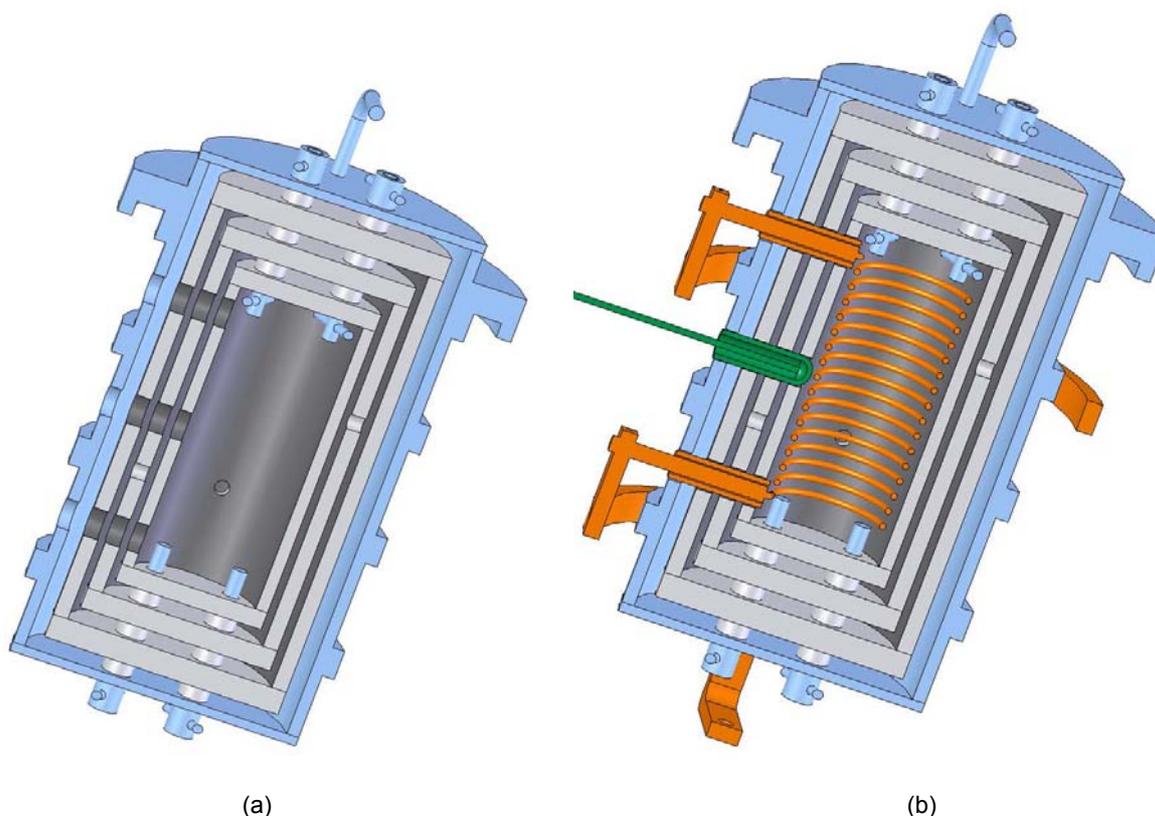


Figura 17 - Alcuni dettagli della camera termica nei layout (a) e (b): carcassa camera termica (azzurro), termocoppia con cilindro ceramico protettivo (verde), schermi in allumina e sostegni (grigio chiaro), gruppo resistore (arancione). Da notare, in entrambi i layout, la presenza di alcuni piccoli fori da 4 mm di diametro sulle pareti dei cilindri ceramici. I fori sono disposti in modo da essere otticamente schermati l'uno rispetto all'altro. Questo accorgimento permette di guadagnare un po' sulla velocità di pompaggio dei gas presenti all'interno della camera termica, ma ne aumenta inevitabilmente i costi.

3.5 Sistema di raffreddamento dell'acqua

Il sistema di raffreddamento dell'acqua comprende una vasca ed un dispositivo di raffreddamento (tipicamente chiller o air cooler). Attraverso semplici calcoli si ricava la portata necessaria che deve giungere all'impianto e la potenza richiesta dal refrigeratore:

$$\dot{Q} = \dot{m} c_p \Delta T$$

dQ/dt	potenza dissipata prevista durante il funzionamento del forno	1300 W
c_p	calore specifico dell'acqua	4187 Jkg ⁻¹ °C ⁻¹
ΔT	salto termico proposto	3°C
dm/dt	portata di acqua necessaria	0,2 litri sec⁻¹

La potenza del dispositivo di raffreddamento viene solitamente ricavata dividendo per un fattore tre la potenza dissipata prevista durante il funzionamento del forno (**0.5 kW**).

3.6 Campana

Se la camera termica rappresenta il cuore del forno, allora la campana ne rappresenta il corpo. Essa è costituita da una doppia parete in acciaio (AISI 316) a tenuta da vuoto e d'acqua in pressione (figura 18). All'interno della doppia parete scorre acqua per il raffreddamento della campana¹². All'interno della campana è alloggiata la camera termica sostenuta dalla carcassa in acciaio mediante ganci, predisposti in modo da permettere eventuali dilatazioni termiche. Il gruppo di pompaggio, la linea di gas e le teste di misura del vuoto saranno attaccate alla campana mediante la flangia DN 63 CF.

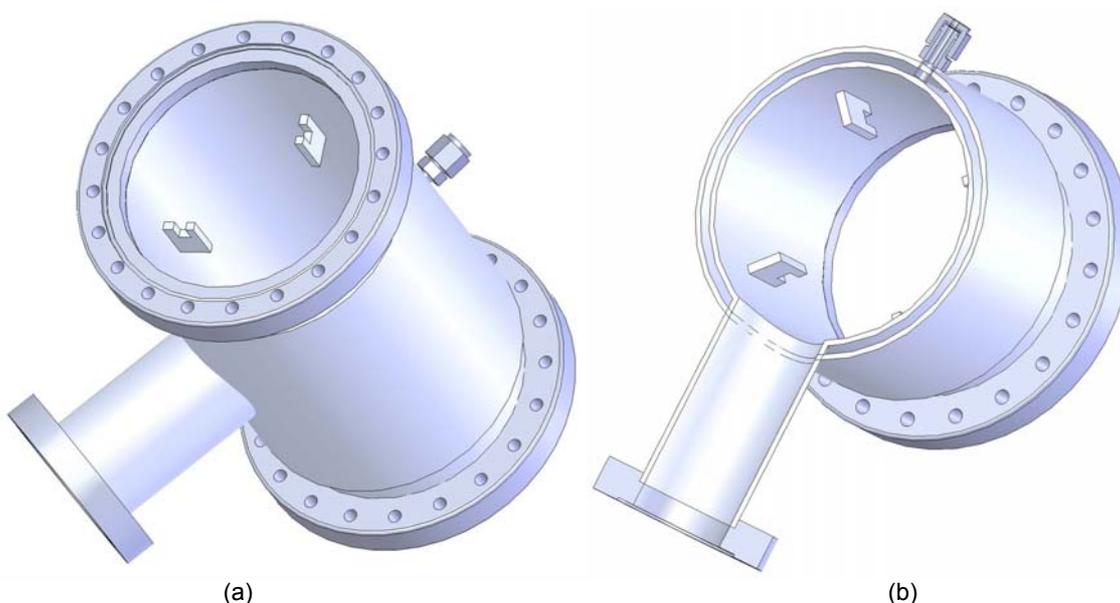


Figura 18 - La vista (a) permette di apprezzare il numero ridotto di flangie connesse alla campana e quindi minori probabilità di perdite. La vista in sezione (b) mette in evidenza invece l'intercapedine dove scorre l'acqua per il raffreddamento della campana. Entrambe le viste mostrano i ganci ai quali viene appesa la camera termica.

¹² Si ricorda che la temperatura impostata all'esterno della camera termica è di 300°C e che le parti otticamente esposte ad essa possono raggiungere valori intorno ai 200°C per irraggiamento.

3.7 Geometria passanti di corrente e termocoppia

La geometria proposta in questo progetto per i due passanti di corrente e per il cajon¹³ è la seguente:

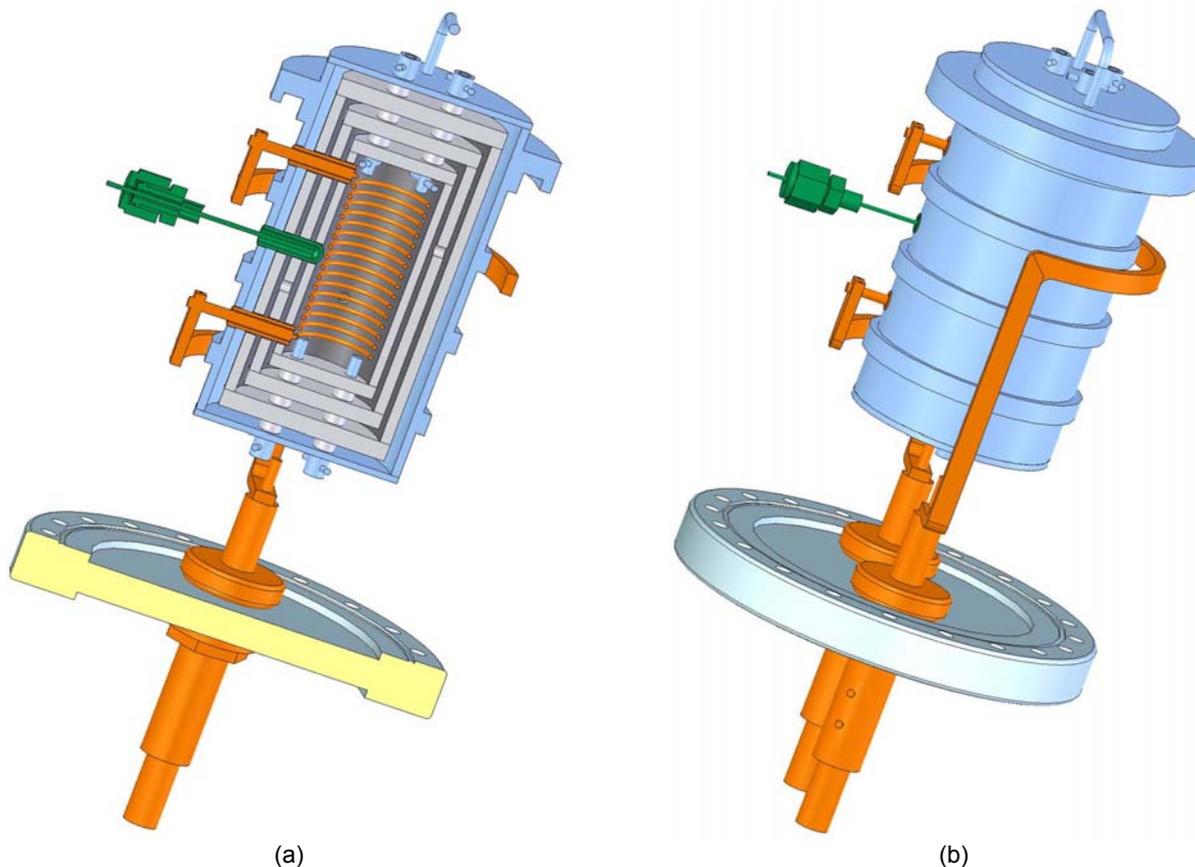


Figura 19 - La geometria proposta in (a) ed in (b) prevede un disposizione a 180° relativamente ai passanti di corrente nella flangia DN 150 CF ed un foro nella campana, in linea con quello nella camera termica, per il cajon della termocoppia.

- Una disposizione di questo genere ha il vantaggio di impiegare una termocoppia di controllo con guaina isolante rigida e quindi molto più economica delle TC snodabili¹⁴.
- È altresì vero che una geometria di questo tipo non facilita la manutenzione generale dell'impianto, dato che si impiega un'intera flangia DN 150 CF solo per i passanti di corrente ed un foro apposito nella campana per il cajon della termocoppia.
- Inoltre, aumentano notevolmente le probabilità di perdita in corrispondenza del cajon poiché si sovrappongono problemi di tenuta da vuoto con quelli di tenuta d'acqua in pressione.

¹³ Il cajon è un sistema che permette di fare tenuta da vuoto (in questo caso fra la campana e la termocoppia) in maniera estremamente semplice e soprattutto veloce.

¹⁴ Una termocoppia tipo "S" snodabile con guaina esterna in Pt Rh 10% costa circa 1.000 euro l'una, mentre lo stesso tipo di termocoppia rigida costa circa 300 euro in meno.

4 PROGETTO NUMERO 3

4.1 Geometria passanti di corrente e termocoppia

Il terzo ed ultimo studio progettuale raggruppa alcune soluzioni precedentemente trovate (numero schermi termici, corpo radiante, gruppo di potenza ed sistema di raffreddamento dell'acqua), e determina la configurazione finale dei passanti di corrente rispetto alla termocoppia di controllo (figure 20 - 21).

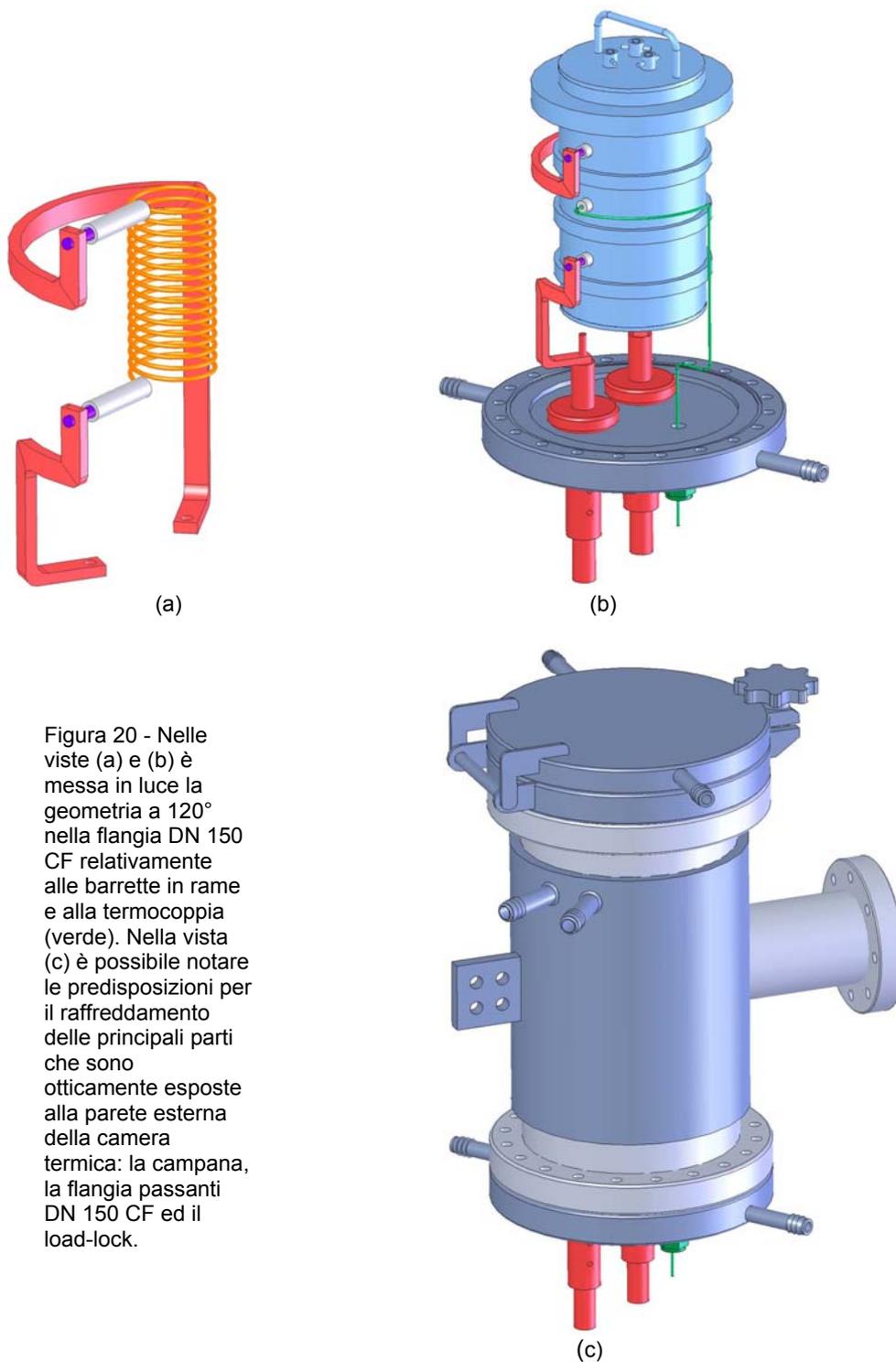


Figura 20 - Nelle viste (a) e (b) è messa in luce la geometria a 120° nella flangia DN 150 CF relativamente alle barrette in rame e alla termocoppia (verde). Nella vista (c) è possibile notare le predisposizioni per il raffreddamento delle principali parti che sono otticamente esposte alla parete esterna della camera termica: la campana, la flangia passanti DN 150 CF ed il load-lock.

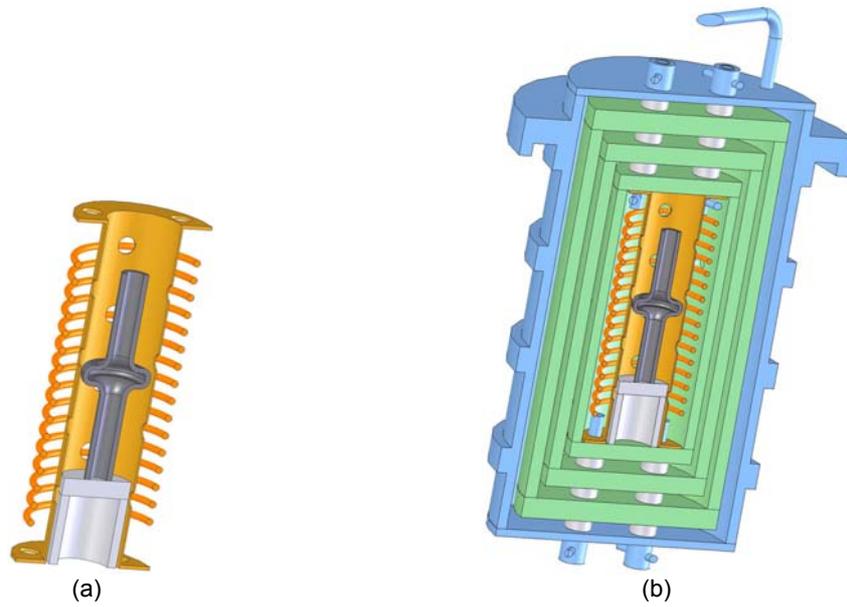
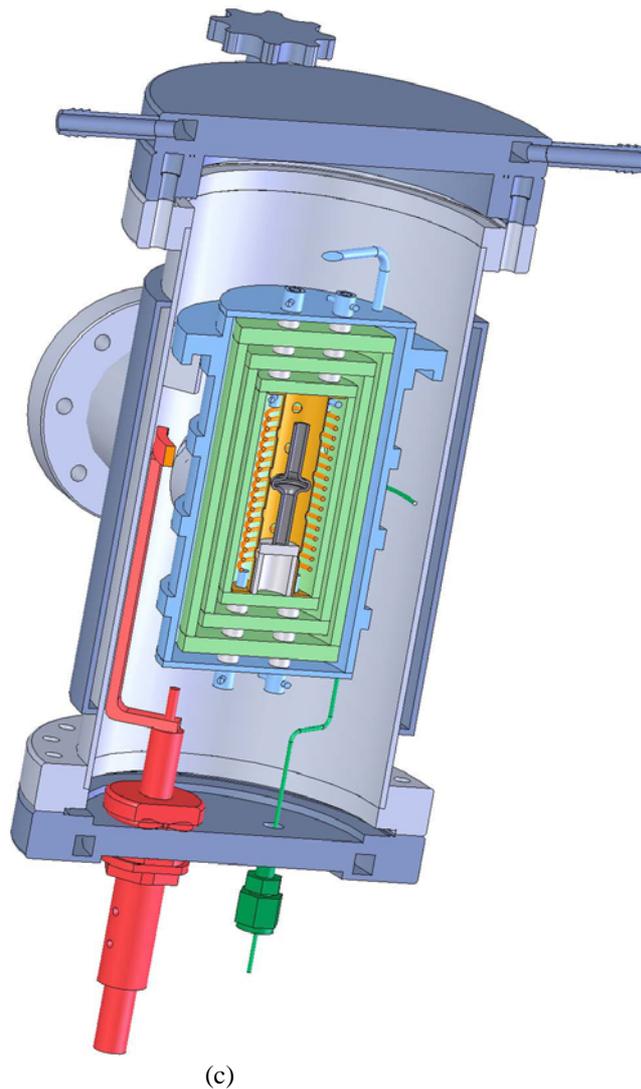


Figura 21 - Viste in sezione del progetto definitivo. È possibile notare come il gruppo carica (a) sia composto da: sostegni in ceramica (grigio), esempio di carica da trattare (grigio scuro), getter in titanio (giallo) e corpo radiante (arancione).



4.2 Gruppo di pompaggio

La progettazione dell'impianto termina con il dimensionamento del gruppo di pompaggio (pompa meccanica e pompa turbo molecolare) e con alcune considerazioni sulla valvola di vuoto campana.

4.2.1 Pompa meccanica

Noti il volume della campana, la pressione iniziale, la pressione di cross-over impostata e la velocità di pompaggio (si ricava da catalogo per un modello ipotizzato), si calcola il tempo di svuotamento come:

$$t = \frac{Vol}{v_p} \ln \frac{P_i}{P_f}$$

Se il tempo di svuotamento è accettabile (dell'ordine di qualche minuto) si prosegue al dimensionamento della pompa turbo molecolare, altrimenti si ripete il calcolo con un modello più potente.

Vol	volume complessivo del forno	~ 5 dm ³
P _i	pressione iniziale	1013 mbar
P _f	pressione di cross - over	~ 10 ⁻² mabr
V _p	velocità di pompaggio per il modello Leybold Trivac D 2.5 E	2,7 m ³ h ⁻¹
t	tempo di svuotamento	~ 1,5 min

La pompa meccanica scelta è una Leybold Trivac D 2.5 E (figura 22) ed è utilizzata per evacuare la campana partendo dalla pressione atmosferica fino al raggiungimento della pressione di cross-over. Questa pompa dovrà restare in funzione durante tutta la durata del ciclo di trattamento.

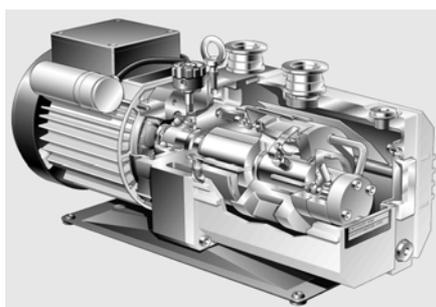


Figura 22 - Pompa meccanica Leybold Trivac D 2.5 E

Questa pompa meccanica è provvista di una connessione DN 16 KF per lo scarico del gas pompato. Un tubo avente diametro non inferiore a quello dell'attacco dovrà esservi collegato ed utilizzato per convogliare lo scarico al di fuori del locale senza rilevanti contro-pressioni.

4.2.2 Pompa turbo molecolare

Il dimensionare di questa pompa avviene come segue:

1. calcolare tutte le superfici da pompare (campana, camera termica e schermi),
2. moltiplicare tale valore per il relativo coefficiente di degasaggio per ottenere Q,

3. calcolare la velocità di pompaggio della pompa $v_p=Q/P_f$ dove P_f è il vuoto ultimo desiderato,
4. calcolare nuovamente v_p tenendo conto della conduttanza della flangia di imbocco della pompa,
5. moltiplicare la velocità di pompaggio per un fattore di sicurezza pari a 1.3
6. data la velocità di pompaggio e sapendo il vuoto ultimo desiderato, scegliere da catalogo la pompa più opportuna.

Q	degasamento della superficie complessiva all'interno del forno	$\sim 2,8 \text{ mbar l sec}^{-1}$
P_f	pressione finale	$\sim 10^{-8} \text{ mabr}$
V_p	velocità di pompaggio calcolata¹⁵	$\sim 80 \text{ l sec}^{-1}$

La pompa turbo molecolare scelta è una Leybold Turbovac 50 (figura 23) e sarà utilizzata per evacuare la campana partendo dalla pressione di cross-over fino al raggiungimento del vuoto operativo. Sarà collegata alla pompa meccanica mediante un soffiutto DN 16 KF. Anche questa pompa dovrà restare in funzione durante tutta la durata del ciclo di trattamento.



Figura 23 - Pompa turbo molecolare Leybold Turbovac 50

4.2.3 Valvola di vuoto campana

La valvola di vuoto campana (DN 63 CF) sarà situata tra la pompa turbo molecolare ed il tronchetto a croce, a sua volta attaccato alla campana mediante un delle sue due flangie DN 63 CF (figura 24).

Questa valvola elettro-pneumatica¹⁶ si aprirà per consentire il pompaggio dei gas dalla campana a partire dalla pressione atmosferica fino al vuoto massimo ottenibile. La sua apertura sarà consentita solo quando: la valvola di entrata gas (figura 25) sarà chiusa, la campana non si troverà in pressione e la pompa meccanica sarà in funzione.

¹⁵ Il calcolo della velocità di pompaggio richiesta dalla pompa turbo molecolare tiene conto della conduttanza di un tubo DN 63 lungo circa 40 cm.

¹⁶ La linea di gas dovrà fornire 6 bar di gas per azionare il dispositivo pneumatico. Si preferisce l'impiego di gas inerte (tipicamente azoto) e non aria compressa per evitare la possibile contaminazione della carica nel caso di una perdita in una tenuta.

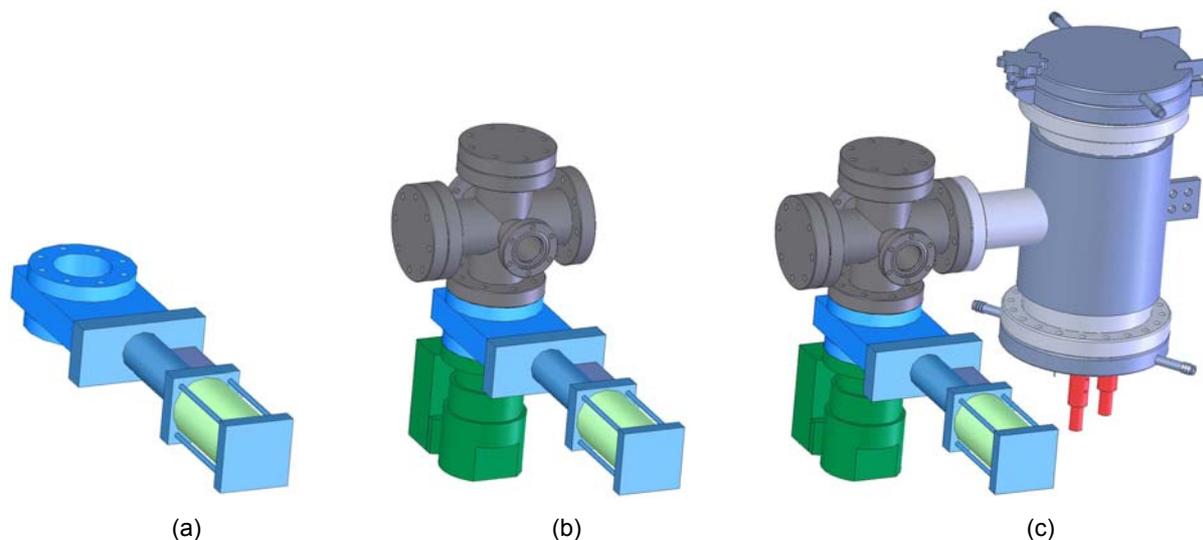


Figura 24 - Layout della valvola di vuoto campana (a) e della sua posizione in relazione alla pompa turbo molecolare, al tronchetto a croce ed al forno (b) e (c).

4.3 Dati tecnici dell'impianto

DIMENSIONI		
Spazio utile di lavoro		
Diametro	mm	20
Altezza	mm	60
Volume utile di lavoro	cm ³	1,2
TEMPERATURA		
Temperatura max di riscaldamento	°C	1500
Uniformità di temperatura nella camera termica (in stato di equilibrio a T > 600°)	°C	± 5
CARICA		
Max. carico lordo	Kg	0,5
ENERGIA		
Potenza max resistore	kW	3,0
Potenza impegnata di linea	kVA	3,5
Tensione di rete (3 fasi - 50 Hz)	V	380
Tensione di quadro (1 fase - 50 Hz)	V	110
Elementi riscaldanti		A spirale in W
Isolamento termico		Cilindri e dischi in AL 23 con molibdeno depositato
VUOTO		
Vuoto ultimo (forno scarico, freddo, pulito)	mbar	~ 10 ⁻⁹
Vuoto di lavoro	mbar	~ 10 ⁻⁸
Vuoto parziale (argon/azoto con purezza > 99,999 %)	mbar	0,1 ÷ 50
GRUPPO DI POMPAGGIO		
Pompa di basso vuoto - meccanica	No.1	Leybold Trivac D 2.5 E
Portata nominale	m ³ /h	2,7
Potenza	W	250
Pompa di alto vuoto - turbo molecolare	No.1	Leybold Turbovac 50
Portata nominale	l/sec	55
Potenza	W	45



CONTROLLO		
Pannello operatore "touch screen"	No.1	Touch screen
Controllore a logica programmabile (PLC)	No.1	Siemens
Teste di vuoto attive (Pirani + Penning)	No.1	Edwards
Alimentatore statico a tiristori	No.1	Santerno
Termocoppie (controllo e sicurezza)	No.2	tipo "S"

ACQUA		
Min. ÷ max. pressione acqua in ingresso	bar	1,0 ÷ 1,5
Min. ÷ max. pressione acqua in uscita	bar	0 ÷ 0,5
Max. durezza acqua (PH=7)	FR°	15
Portata acqua raffreddamento camicia	l/sec	0,2
Max. temperatura ingresso acqua	°C	30
Capacità consigliata del gruppo di refrigerazione (chiller o air cooler)	kW	0,5
Capacità consigliata vasca acqua	dm ³	50

PESO		
Peso lordo	Kg	~ 400



5 Connessioni e quadro di comando

5.1 Connessioni elettriche

Il forno necessiterà di una connessione elettrica per l'alimentazione del quadro di comando con le seguenti caratteristiche: tre fasi senza neutro, tensione di $380\text{ V} \pm 10\%$, frequenza di 50 Hz, in grado di fornire la "potenza impegnata di linea" indicata nella sezione "dati tecnici".

5.2 Connessioni idriche

5.2.1 Sistema di raffreddamento dell'acqua

Il forno richiederà le seguenti connessioni da e verso il sistema di raffreddamento dell'acqua: una connessione di alimentazione acqua per il raffreddamento del forno, collegata ad un gruppo di pompaggio capace di fornire la portata richiesta nella sezione "dati tecnici" come "portata acqua raffreddamento camicia", rispettando nel contempo le pressioni minima e massima dell'acqua indicate nella stessa sezione. Questa alimentazione d'acqua dovrà essere fornita per tutto il tempo in cui il forno è in funzione. Una connessione di ritorno acqua in vasca per il forno rispettante le pressioni minima e massima indicate nella sezione "dati tecnici".

Il diametro del tubo non dovrà essere inferiore a quello della connessione. Tubi di diametro maggiore potranno essere richiesti nel caso in cui la lunghezza della tratta sia rilevante. Questo vale in modo particolare per i ritorni, al fine di evitare contro-pressioni.

5.2.2 Acqua di emergenza

Nell'eventualità di una mancanza di tensione o di qualsiasi altro grave malfunzionamento del sistema di circolazione dell'acqua, la valvola di alimentazione acqua di emergenza si aprirà automaticamente, e l'acqua di emergenza verrà usata per il raffreddamento delle parti più critiche dell'impianto. In questa situazione il ciclo non potrà proseguire ma il forno sarà comunque protetto.

Una valvola di intercettazione manuale dovrà essere installata a monte della valvola di emergenza per interrompere la fornitura di acqua di emergenza nei periodi di inattività del forno.

Sarà di fondamentale importanza che la fonte di acqua di emergenza sia in grado di erogare la portata richiesta in qualsiasi condizione, incluse le mancanze di tensione. Per questo motivo le pompe elettriche non saranno consentite, a meno che non siano alimentate da un gruppo di continuità. Fonti idonee saranno invece in genere l'acqua comunale, una torre piezometrica, una pompa a gas o diesel che peschino acqua dalla vasca usata per l'acqua di raffreddamento del forno. Sarà proibito l'uso del forno ogniqualvolta la fonte di acqua di emergenza non sia in stato di perfetta efficienza.

5.2.3 Qualità dell'acqua

L'acqua che sarà utilizzata nel sistema di raffreddamento dovrà possedere le seguenti caratteristiche:

- Aspetto : chiaro, trasparente, inodore

- pH : >7 (in ogni caso, l'acqua non deve risultare aggressiva verso i materiali componenti il circuito, per cui si consiglia di utilizzare acqua con pH compreso tra 7 e 8,5)
- Conducibilità : 2500 $\mu\text{S}/\text{cm}$
- STD (Solidi Totali Disciolti) : 1500 mg/l a 180°C.
- Durezza totale : 100 - 150 mg/l CaCO_3 , equivalenti a 10 - 15 FR° o a 5.6 - 8.4 dH
- Alcalinità totale : 50 - 1000 mg/l CaCO_3
- Cloro : 200 mg/l
- Silicio : 60 mg/l SiO_2
- Ferro + Magnesio : 1 mg/l
- Componenti organici : assenti
- Etere estraibile : assente
- Gas in soluzione: H_2S , CH_4 , CO_2 , O_2 e NH_3 assenti

In ogni caso non dovrà essere usata acqua distillata o demineralizzata perché risulterebbe troppo aggressiva.

5.3 Alimentazione del gas

La campana è stata progettata con una flangia DN 63 CF alla quale verrà attaccato un tronchetto a croce. Una delle quattro flangie del tronchetto sarà impiegata per l'ingresso del gas mediante due valvole: una di regolazione fine e l'altra elettro-pneumatica di apertura / chiusura (figura 25).

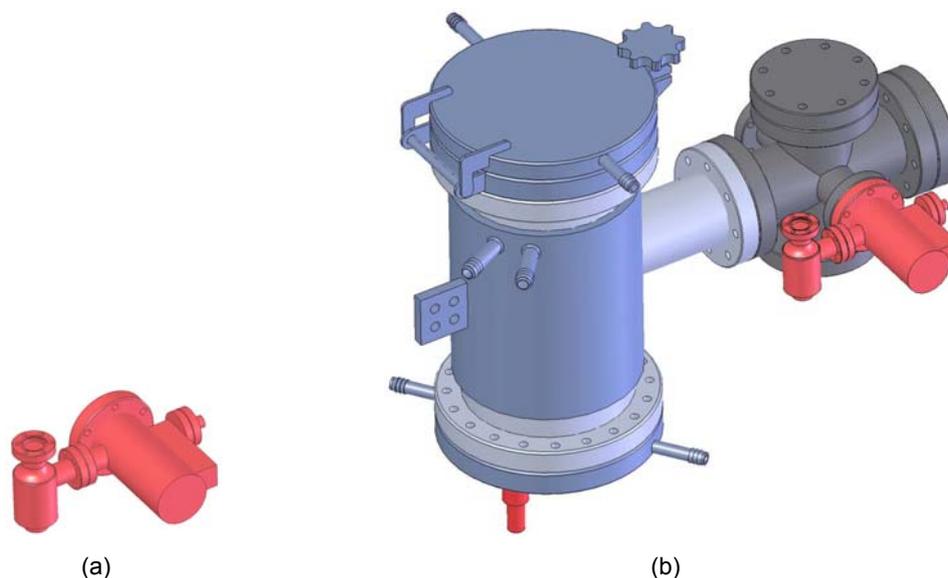


Figura 25 - Layout delle valvole di entrata gas (a) e della loro posizione in relazione al tronchetto a croce ed al forno (b).

La linea di gas dovrà essere compatibile con le specifiche tecniche relative alla pressione di esercizio delle valvole in questione. Inoltre, dovrà essere utilizzato unicamente gas del tipo e con la purezza previsti nella sezione "dati tecnici" del presente progetto.



5.4 Quadro elettrico

Il quadro elettrico, o quadro di alimentazione e di comando, ospiterà tutti i dispositivi di azionamento elettrici e la strumentazione elettronica. Il quadro sarà provvisto di porte apribili anteriormente e di ventole per il raffreddamento degli elementi di potenza. Per evitare il rischio di folgorazione, l'apertura delle porte contenenti elementi di potenza causerà lo sgancio dell'interruttore generale tramite opportuni fine corsa.

5.4.1 Selettori, pulsanti e indicazioni luminose

Sul lato frontale del quadro elettrico saranno presenti pulsanti e selettori per consentire di svolgere manualmente le operazioni più comuni e di lanciare o arrestare un ciclo automatico. Il quadro sarà inoltre provvisto di segnalazioni luminose per indicare lo stato del forno e di una segnalazione acustica per richiamare l'attenzione dell'operatore quando si verifica una nuova condizione di allarme.

5.4.2 Pannello operatore

Un pannello operatore touch screen sarà installato sul quadro elettrico per fornire una confortevole interfaccia tra l'operatore ed il forno. Utilizzando questo strumento sarà possibile visualizzare tutti i valori misurati, visualizzare e modificare tutti i parametri di regolazione, interagire con il forno nelle modalità di funzionamento manuale o automatica.

5.4.3 PLC

Un PLC Siemens sarà installato nel quadro elettrico per fornire tutte le funzioni di controllo richieste per il funzionamento del forno. Il PLC riceverà con ingressi digitali misure di temperatura dalla termocoppia di regolazione e dal termostato all'esterno della campana, misure di vuoto dalle teste di vuoto e di pressione dal trasduttore di pressione. Il PLC fornirà segnali di pilotaggio alle valvole installate sul forno e ad ogni contattore presente nel quadro per azionare o arrestare ciascuna pompa o motore. Fornirà inoltre un segnale di pilotaggio 0-10 V all'alimentatore statico a tiristori per il controllo della temperatura nel forno.

5.4.4 Amperometro e voltmetro

Un amperometro ed un voltmetro saranno installati sul quadro per visualizzare corrente e tensione sulla fase del resistore. Questi strumenti analogici sono molto utili per verificare istantaneamente il buon contatto elettrico fra i conduttori all'interno del forno. Potrebbe verificarsi, ad esempio, che i morsetti, preposti a garantire il contatto elettrico fra tondo in molibdeno e barretta in rame, si allentano provocando delle bruciature localizzate sulle superfici a contatto.

5.4.5 Sensori a bordo macchina

5.4.5.1 Termostati

Un termostato sarà installato sulla campana per rilevare condizioni di sovra temperatura. In caso di rilevamento, l'allarme di "sovra temperatura campana" interverrà ed il riscaldamento del forno verrà interrotto.

5.4.5.2 Testa di vuoto

Una testa attiva Pirani + Penning sarà installata su una delle flangie del tronchetto a croce collegato alla campana (figura 26). Questi vacuometri misureranno il livello di vuoto interno al forno dalla pressione atmosferica fino al campo dei 10^{-10} mbar. In base al livello di vuoto fornito da questi strumenti, verrà abilitata o meno l'accensione dei resistori.

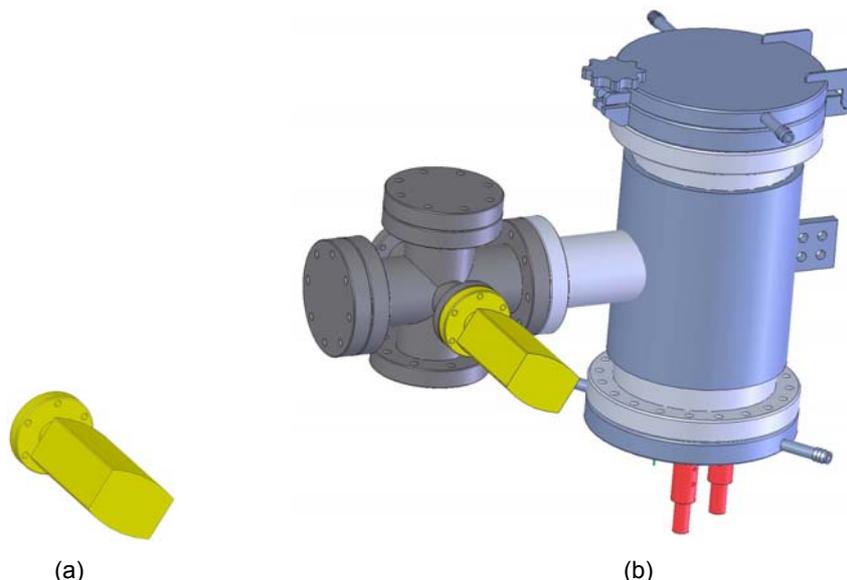


Figura 26 - Layout della testa di vuoto (a) e della sua posizione in relazione al tronchetto a croce ed al forno (b).

5.4.5.3 Misuratore di pressione e misuratore di flusso acqua campana

Un misuratore di pressione sarà installato sul collettore di ingresso dell'acqua per verificare che la pressione sia sufficiente a garantire una corretta circolazione all'interno della campana ed un sufficiente raffreddamento di tutti i componenti del forno. Questo misuratore di pressione ha un contatto normalmente aperto che si chiuderà quando la pressione dell'acqua supererà il valore di taratura. Se la pressione sarà troppo bassa, l'allarme di "pressione acqua insufficiente" interverrà ed il riscaldamento verrà arrestato.

Un misuratore di flusso sarà installato sulla linea di ritorno dell'acqua dalla campana al collettore di uscita per verificare che il flusso d'acqua sia sufficiente per garantire un corretto raffreddamento della campana stessa. Il misuratore di flusso è provvisto di un contatto normalmente aperto che si chiuderà quando il flusso d'acqua supererà la soglia minima impostata. Se il flusso d'acqua sarà insufficiente, l'allarme di "flusso acqua campana insufficiente" interverrà ed il riscaldamento verrà arrestato.



6 Conclusioni

Secondo quanto ricavato dai tre studi di progetto, il prototipo da realizzare sarà caratterizzato da una piccola zona utile, in modo da ottenere un buon compromesso fra potenza dissipata prevista e numero schermi termici calcolati, e presenterà su un'unica flangia passanti di corrente e termocoppia di controllo. Il corpo radiante in tungsteno sarà costituito da una spirale circolare e le parti otticamente esposte alla camera termica verranno raffreddate da un flusso d'acqua. A completare l'impianto saranno presenti il gruppo di pompaggio, la linea di gas, gli strumenti di misura del vuoto ed il quadro elettrico.

In ultima analisi si presenta al lettore un prospetto approssimativo dei costi per la realizzazione di un prototipo di forno in ultra alto vuoto ad elevata temperatura.

Descrizione	Quantità	Costo complessivo (euro)
Campana da vuoto e tronchetto a croce in AISI 316	1	3.000
Camera termica	1	8.500¹⁷
Gruppo di pompaggio		
Pompa meccanica	1	1.000
Pompa turbo molecolare	1	1.500
		2.500
Quadro elettrico		
Gruppo di potenza	1	2.000
Pannello operatore ESA	1	400
PLC Siemens	1	600
Termocoppia tipo "S"	2	2.000
Teste di misura del vuoto	2	800
		5.800
Altro		7.000
Totale costo materiale		26.800 euro

¹⁷ Il costo prevede la doppia fornitura dei pezzi ceramici allo scopo di riparare a eventuali rotture.



7 Tavole tecniche¹⁸

7.1 Tavola 1

Questa tavola d'insieme permette di apprezzare l'impianto ed il forno nei loro principali componenti.

7.2 Tavola 2

Questa tavola tecnica rappresenta il tronchetto a croce che si attacca al forno mediante una delle flangie DN 63 CF. Il tronchetto è costituito da due cilindri DN 63 e DN 35 in AISI 316 con spessore 2 mm normali l'uno rispetto all'altro. Le tolleranze si intendono inferiori al decimo di mm. Tutte le saldature dovranno essere eseguite a TIG utilizzando nei punti più critici del materiale di apporto.

7.3 Tavola 3

Questa tavola tecnica rappresenta la parte interna a tenuta da vuoto della campana e cioè quella otticamente esposta alla camera termica. La campana interna è costituita da un cilindro in AISI 316 con spessore 3 mm. Le tolleranze si intendono inferiori al decimo di mm. Tutte le saldature dovranno essere eseguite a TIG utilizzando nei punti più critici del materiale di apporto.

7.4 Tavola 4

Questa tavola tecnica rappresenta la parte esterna a tenuta d'acqua in pressione della campana. La campana esterna è costituita da un cilindro in AISI 316 con spessore 3 mm. Le tolleranze si intendono inferiori al decimo di mm. Le saldature dovranno essere eseguite in modo da minimizzare al massimo le deformazioni¹⁹.

7.5 Tavola 5

Questa tavola tecnica rappresenta la struttura in AISI 316 che sostiene il sistema ceramico preposto all'isolamento termico del forno. Questa struttura metallica è costituita da un cilindro con spessore 4 mm, da tre anelli coassiali con funzione di rinforzo meccanico e da un "cappello" che permette alla camera termica di appoggiarsi ai ganci della campana interna. Le tolleranze si intendono inferiori al decimo di mm. Le saldature dovranno essere eseguite in modo da ottenere la maggiore tenuta meccanica possibile²⁰.

7.6 Tavola 6

Questa tavola tecnica rappresenta il fondo ed il tappo della struttura metallica descritta nella tavola precedente. Il tappo ed il fondo sono costituiti da un disco in AISI 316 con spessore 4 mm e da tre bussole

¹⁸ Per motivi di copyright della ditta T.A.V. S.p.A. in tutte le tavole tecniche saranno omesse le quote.

¹⁹ Avendo in questo caso pezzi di piccole dimensioni, è necessario saldare a TIG. Altre tecniche di saldatura come quella ad elettrodo o a filo non vanno bene poiché la zona riscaldata non rimarrebbe circoscritta al cordone di saldatura ma si estenderebbe a tutto il pezzo causandone la deformazione. Inoltre, con la saldatura TIG si ottengono maggiori probabilità di tenuta poiché esiste una penetrazione maggiore nel materiale.

²⁰ I cordoni di saldatura a TIG potranno essere sia continui che a punti poiché non è richiesta alcuna tenuta in vuoto o in pressione.



per l'alloggiamento dei tondi in molibdeno o una sua lega. Le tolleranze, dove non esplicitamente espresso, si intendono inferiori al decimo di mm. Le saldature dovranno essere eseguite in modo da ottenere la maggiore tenuta meccanica possibile.

7.7 Tavola 7

Questa tavola tecnica rappresenta il gruppo resistore. La spirale è in tungsteno mentre i due tondi sono in molibdeno o una sua lega. Le tolleranze, dove non esplicitamente espresso, si intendono inferiori al decimo di mm.

7.8 Tavola 8

Questa tavola rappresenta le ceramiche che fungono da isolante per i tondi in molibdeno e da protezione per la termocoppia di controllo.

7.9 Tavola 9

Questa tavola rappresenta il cilindro ceramico che andrà a costituire il primo schermo (quello più interno) della camera termica.

7.10 Tavola 10

Questa tavola rappresenta il cilindro ceramico che andrà a costituire il secondo schermo (quello di mezzo) della camera termica.

7.11 Tavola 11

Questa tavola rappresenta il cilindro ceramico che andrà a costituire il terzo ed ultimo schermo (quello più esterno) della camera termica.

7.12 Tavola 12

Questa tavola rappresenta i dischi che andranno appoggiati sulle superfici sopra/sotto dei cilindri. Inoltre, vi sono descritti anche dei particolari in allumina con la funzione di distanziatori fra un disco e l'altro.

7.13 Tavola 13

Questa tavola rappresenta il sistema ceramico che supporta la carica: un piccolo cilindro ed un disco di allumina.

Nota : pulitura dei pezzi

Tutti i componenti metallici, descritti nelle tavole tecniche illustrate di seguito, non dovranno essere satinati o lucidati con paste abrasive al fine da escludere rilasci di particelle all'interno del sistema o nel circuito dell'acqua. I componenti dovranno essere lavati in ultrasuoni o, meglio ancora, elettro puliti.