

Laboratori Nazionali di Frascati

LNF-55/37 (8. 10. 55)

P. Bucci, M. Maestro, B. Roncioni: PROVE PRELIMINARI IN RELAZIONE ALLA METALLIZZAZIONE DELLA CIAMBELLA DEL SINCROTRONE MEDIANTE SOLUZIONI DI SALI DI Sn - Parte II^a/

1) Prove su tubi a piccolo diametro posteriori alla relazione consegnata il 30 luglio 1955

Gia' al tempo della conclusione della I relazione fu chiarito che sarebbe stato opportuno ai fini di una conoscenza piu' approfondita del processo di metallizzazione condurre ulteriori prova su tubi a piccolo diametro; piu' precisamente le prove avrebbero dovuto chiarire i seguenti punti:

- a) influenza dei sali di Ti sui miscugli di spruzzamento;
- b) influenza della qualita' del vetro sulla riuscita della metallizzazione;
- c) possibilita' di ulteriore perfezionamento nei metodi di spruzzatura e ricerca di un procedimento atto ad evitare delle esplosioni;
- d) possibilita' di raggiungere resistenze piu' basse di quelle gia' ottenute;
- e) possibilita' dello spruzzamento all'interno dei tubi e di ottinimento di tubi con contatto elettrico dall'interno all'esterno;

f) effetto della diluizione con acqua dell'alcool delle soluzioni. Le prove condotte hanno dato esito nel complesso soddisfacente ed oggi si hanno idee abbastanza chiare su quasi tutti i punti suddetti.

a) risultato' immediatamente dalle prime prove come la aggiunta di sali di Ti alla soluzione da spruzzare, causasse uno aumento assai ragguardevole della resistenza superficiale; quanto ai tubi trattati con soli sali di Ti, essi, pur risultando esteriormente assai simili a quelli trattati con alte concentrazioni di Sn, non rivelavano apprezzabile conducibilita'; quando ad esempio la concentrazione del Ti raggiungeva il 25% di quella dell'Sn la resistenza elettrica saliva gia' di un fattore superiore a 100. Per questa ragione, non presentando d'altra parte i tubi trattati con Ti particolare interesse

per altri versi, le prove furono rapidamente abbandonate.

b) L'utilizzazione di qualita' di vetro meno resistenti del Pyrex agli sbalzi termici porto' al problema di un aggiustamento delle temperature di trattamento e a modifiche dei metodi di spruzzamento.

Per il primo problema, si puo' dire che in sostanza venne confermata la considerazione gia' fatta nelle prime prove, ossia che la temperatura piu' adatta si aggira intorno alla cinquantina - centinaio di gradi sotto il rammollimento incipiente del vetro. Si adoprano a piu' riprese tubi di vetro comune e anche lastrine di vetro da finestre; in questo ultimo caso era piuttosto difficile ottenere deposizioni omogenee, ma cio' fu imputato alla ineguatezza del forno tubolare usato.

c) mentre il vetro Pyrex non presentava che assai di rado incrinature causate dalla spruzzatura diretta con conseguente rapido raffreddamento locale, i tubi e le lastrine di vetro comune, cosi' trattate si incrinano o si spezzano durante la spruzzatura. Si ebbe ragione percio' di credere, che, lavorando su vetro piu' spesso e di maggiori dimensioni quale quello delle porzioni di ciambella, la spruzzatura diretta avrebbe provocato se non la rottura per lo meno tensioni non desiderabili; si tento' percio' un metodo di spruzzatura diffusa ottenuta per riflessione del getto su una delle pareti del forno; questo b metodo dette immediatamente ottimi risultati. Si noto' inoltre che tale metodo consentiva l'ottenimento di alte conducibilita' con trasparenze assai migliorà di quelle ottenute precedentemente e si noto' pure un sensibile aumento nel rendimento delle soluzioni. Quanto poi alle esplosioni che avevano disturbato in maniera assai grave tutte le prove della prima serie, fu trovato l'uovo di Colombo della spruzzatura a forno spento. Data la non indifferente inerzia termica del forno, si riusciva a mantenere la temperatura sensibilmente costante per tutto il tempo di spruzzamento anche se il forno era da poco stato spento. In tali condizioni le esplosioni praticamente cessarono con l'effetto di ridurre notevolmente il numero di tubi sprecati.

d) resistenze assai basse dell'ordine dei 100 - 300 Ohm x quadro, interessavano per due motivi: innanzi tutto perche' si aveva ragione di credere che nella ricottura la resistenza degli strati conduttori tendesse ad aumentare (vedi relazione precedente) ed in secondo luogo poichè gli strati a bassa resistenza risultando piu' stabili tecnicamente, e sembrando cio' imputabile alla alta quantita' totale di Sn depositato, si voleva esaminare la possibilita' di ottenere i valori interessanti delle resistenze (1000 - 10000 Ohmxq.) diluendo col Ti le soluzioni. Da collegarsi a queste prove sono state altre miranti a chiarire se opportuni pretrattamenti del vetro permetessero di ottenere un aumento della resistenza termica; queste ultime prove non hanno per ora fornito risultati sufficientemente chiari. Le resistenze basse sono state talora ottenute senza difficolta' anche con metodi di trattamenti successivi; la ragione per cui le prove di ripetuto trattamento hanno piu' volte fallito; e in genere il meccanismo con cui lo strato conduttore interagisce col vetro e con gli altri strati successivamente o precedentemente spruzzati non è da considerarsi ancora chiarito malgrado si siano fatte varie ipotesi su di esso piu' o meno rispondenti ai dati sperimentali in nostro possesso; è questo un argomento che ci proponiamo di investigare ulteriormente.

e) lo spruzzamento all'interno dei tubi non porto' sostanzialmente problemi nuovi salvo lo spostamento previsto del fattore geometrico (vedi relazione precedente) nel senso di un aumento sensibile nel rendimento delle soluzioni. Con semplici artifici si ottennero anche dei tubi con contatto elettrico dall'esterno all'interno tramite il bordo pure esso metalizzato.

Le prove con i tubi a piccolo diametro sono state ad un certo punto sospese a causa della rottura della candela del forno sperimentale di difficile sostituzione; per questa ragione non si poterono condurre le esperienze con soluzioni diluite di alcool di cui alla lettera f).

2) Prove su modelli di porzioni di ciambella con rapporto di dimensioni

1:1.

Considerando che le prove sui tubi di piccolo diametro, anche se non completate fino al programma massimo propostoci quando si iniziarono, avevano nel complesso dato risultati soddisfacenti, e pensando di essere ormai in possesso di buona parte delle nozioni generali sul trattamento, si decise di passare alle prove sui pezzi di ciambella in scala 1:1, prevedendo che dopo non molte prove si sarebbero raggiunti risultati soddisfacenti; le nostre previsioni in effetti si avverarono;

a) attrezzatura.

Naturalmente le prove su pezzi di ciambella importano una attrezzatura lievemente più complessa di quella precedente; ne diamo una rapida descrizione.

Il forno su cui sono state fatte le prove è costituito da una camera di lamiera spesso un centimetro a doppia parete con l'intercapedine riempita di refrattari; la luce aveva le dimensioni dei 70x70 cm.; la profondità era 120 cm.; sul pannello frontale che fungeva da sportello si trovava una finestrella a 50 cm di altezza di dimensioni 30x10 cm.; tale finestrella rimaneva chiusa da un tappo amiantato durante tutto il riscaldamento e la si apriva per il trattamento; il forno era riscaldato da resistenze poste sulle pareti laterali e consumava circa 1 Watt; in circa

quattro ore il forno raggiungeva la temperatura desiderata di 550 °; per il controllo della temperatura, si usava un pirometro già descritto precedentemente che veniva inserito in un foro situato al centro della parete superiore del forno. All'interno del forno, a una trentina di cm. di profondità si poneva un castello di mattoni refrattari fino a una altezza di 50 cm. (da corrispondere con la finestrella); su questo castello si ponevano poi i pezzi di ciambella che dovevano essere trattati in maniera che la loro bocca si affacciasse vicino alla finestrella. Dietro il castello di mattoni, a una distanza che per successive prove si è

toni, a una distanza che per successive prove si era trovata ottima di un 5 cm. dall'orifizio posteriore del tubo, si poneva un riflettore di metallo, a forma approssimativa di paraboloide che aveva l'effetto di respingere la nube spruzzata onde poter metallizzare l'orlo esterno posteriore dei tubi.

Per la spruzzatura si è usata una pistola che presentava su quella precedentemente usata l'indispensabile innovazione della lunghezza della canna portata a oltre un metro, con comando alla base, e che permetteva l'introduzione profonda nel forno; durante la spruzzatura tale pistola veniva, nella parte anteriore, fasciata da una benda d'amianto bagnata con acqua fredda onde evitare che le soluzioni alcoliche bollissero nella canna. Inizialmente tale pistola portava sul davanti un'elichetta che avrebbe dovuto servire alla nebulizzazione; dopo le prime prove essa fu però eliminata essendosi rivelata nociva all'omogeneità della spruzzatura.

I pezzi che sono stati trattati, erano modelli di porzioni di ciambella di vetro Pyrex lunghi intorno a 60 cm. e con le basi a forma di ellisse schiacciato con gli assi rispettivamente di 7 e 23 cm.. Come si è detto, per il trattamento i tubi venivano posti nel forno a freddo, poggiati sul castello di mattoni in modo da sporgere dai due estremi di esso di qualche centimetro per consentire la metallizzazione degli orli esterni, e, quando la temperatura del forno raggiungeva il valore richiesto, spruzzati.

Dopo il trattamento si faceva freddare abbastanza rapidamente il forno (le prove termiche essendo già deciso di condurle in un secondo tempo) e si estraeva il pezzo facendo poi le prove di resistenza per quadro con un semplice apparecchietto portante due strisce conduttrici di stagnola ai lati di un quadrato di legno.

b) problemi inerenti al trattamento

Il trattamento dei pezzi di ciambella portava un certo numero di problemi per la soluzione di molti dei quali ci si è valse, naturalmente, dell'esperienza acquisita sui tubi di piccolo diametro trattati nelle prove della fase precedente. Sostanzialmente i problemi principali erano i seguenti:

- a) concentrazione delle soluzioni da usarsi;
- b) quantità di soluzione;
- c) pressione di spruzzamento;
- d) posizione della pistola durante il trattamento;
- e) temperatura.

a) Per il primo punto si fecero inizialmente prove a concentrazioni molto alte di SnCl_2 in alcool assoluto e al 95%; i risultati, in ordine alla conducibilità, furono abbastanza buoni (da sotto i 1000 ai 3000 Ohm \times q.), anche nelle soluzioni al 50% e oltre; non altrettanto però si poteva dire per la omogeneità e trasparenza; i colori d'interferenza erano molto intensi, e si notavano nei primi tubi zone anche ampie di relativa opacità. È vero che a ciò contribuiva anche il metodo di spruzzamento assai imperfetto, ma si ebbe ragione di credere che una diluizione maggiore avrebbe migliorato la situazione; dal terzo tubo in poi ~~non~~ sono state infatti usate solo soluzioni intorno al 20% di SnCl_4 in alcool con risultati discreti per la conducibilità (media 2000 Ohm/q.) e buone trasparenza e omogeneità.

b) la quantità di soluzione spruzzata fu inizialmente di 50 c.c. e avendo dato buoni risultati non è stata variata nelle prove successive.

c) in quanto alle prove di spruzzamento è da notarsi innanzi tutto che l'uso del riflettore parabolico sul fondo del tubo, che permetteva un riflusso della sostanza vaporizzata all'interno di esso, ha reso molto meno critico il problema della pressione. In pratica una pres-

sione di 5 - 6 atm. (che era del resto la massima che il compressore a disposizione poteva fornire), si è dimostrata buona.

d) Il problema della manualità' nello spruzzamento è certamente tra i piu' complicati tra quelli che si sono dovuti affrontare in queste prime prove; a tutt'oggi non si puo' dire che esso sia del tutto risolto.

La difficoltà' principale sta nel raggiungere una distribuzione omogenea; nella maggior parte dei tubi, o la parte anteriore o la posteriore mostra conducibilità' basse, perchè solo una piccola porzione della sostanza vi si è depositata, avendo lo spruzzatore trattenuto la pistola o troppo internamente o troppo al di fuori. Le condizioni migliori si hanno con uno spruzzamento a va e vieni lungo il tubo e fuori di esso (per l'orlo esterno anteriore) e arrivando anche vicino al riflettore, per l'orlo esterno posteriore.

Piu' avanti si tendera' a stabilizzare il sistema, al caso a mezzo di appositi appoggi esterni per la pistola, a corsa registrata.

Collegata alla questione del modo di spruzzamento sta la prova di un collettore metallico cilindrico infilato esternamente alla parte anteriore del tubo per facilitare la deposizione sull'orlo esterno anteriore; i risultati per ora registrati non sono sufficienti a dare un giudizio su queste prove . E

e) Il forno si faceva arrivare intorno ai 540° e quindi veniva spento; (per evitare l'esplosioni e la fuori uscita di fiamme che in due occasioni si sono tuttavia verificate, per fortuna senza danni anche se di minacciosa grossezza). Quando le resistenze erano quasi scure il forno era sceso intorno ai 480° e scendeva ancora piu' o meno durante il trattamento a seconda che esso si svolgeva senza incidenti, rapidamente o meno; comunque non si è mai scesi sotto i 420° a fine trattamento; si ha pero' ragione di ritenere che i risultati migliori si abbiano nella parte piu' alta di questo intervallo (460° - 480°).

Diamo infine la descrizione dettagliata del risultato ottenuto su uno dei pezzi di ciambella (N. 3).

I rilievi sono stati presi spostando il quadrato portaresistenze lungo il tubo parallelamente al suo asse in strisce parallele sulla faccia inferiore e sulla superiore; sui lati curvi non si sono presi rilievi precisi ma si ha ragione di credere che la situazione non sia diversa:

<u>Faccia inferiore</u>	<u>Faccia superiore</u>
I striscia ... da 2 a 4 Kohm/q.	da 2 a 3 Kohm /q.
II striscia ... " 0,9 a 2 "	da 1 a 1,5 "
III " " ... " 1,8 a 3 "	da 1,2 a 2,2 Kohm/q.

Sull'orlo esterno anteriore da 2 a 6 Kohm/q.; sul posteriore si ha una zona di cattiva omogeneità'.

Le prove sinora fatte, sono solo una piccola parte di quelle in programma sui pezzi di ciambella; le prove di una serie successiva, che sono in parte già' iniziate saranno dedicate al perfezionamento dei metodi di spruzzamento e all'esame della resistenza a lento raffreddamento e alla ricottura. Infine sono in programma indagini sotto la luce di Wood al microscopio mineralogico e anche prove di resistenza del materiale al bombardamento elettronico.

Nel frattempo, si è riusciti a sistemare con candele suppletive il vecchio fornello per tubi a piccolo diametro e contiamo di utilizzarlo per completare le prove che furono interrotte; anche su tali prove oltre che su quelle ulteriori su pezzi di ciambella, sarà' stesa a suo tempo una relazione.

P. Bucci, M. Maestro, B. Roncioni.