

Laboratori Nazionali di Frascati

LNF-56/1 (10. 1. 56)

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

P. Bucci, M. Maestro, B. Roncioni

PROVE PRELIMINARI RELATIVE ALLA METALLIZZAZIONE DELLA CIAMBELLA DEL

SINCROTRONE ITALIANO - III -

PROVE PRELIMINARI RELATIVE ALLA METALLIZZAZIONE DELLA CIAMBELLA DEL
SINCROTRONE ITALIANO III.

Le prove cui si riferisce la seguente relazione sono state condotte nei mesi di Ottobre, Novembre e Dicembre 1955, e tutte su modelli di pezzi di ciambella in scala 1:1.

Le prove avevano per oggetto la risoluzione delle seguenti questioni :

- 1) Messa a punto di un metodo di spruzzatura che consentisse la massima omogeneità nella conducibilità dello strato metallizzato.
- 2) Verifica della resistenza della conducibilità dei tubi al lento raffreddamento e alla ricottura ; altre prove relative al trattamento termico dei pezzi.
- 3) Studio della possibilità di evitare le esplosioni.
- 4) Studio della possibilità di riutilizzazione dei tubi una volta trattati e mal riusciti per varie ragioni, attraverso trattamenti successivi.
- * 5) Studio dell'effetto della variazione del mezzo solvente del sale di Sn, con particolare riferimento alla sostituzione dell'alcol etilico con i suoi omologhi.

Alle conclusioni di questa relazione saranno aggiunte delle note sui suggerimenti che le prove fino ad ora condotte forniscono per la costruzione della attrezzatura definitiva destinata alla metallizzazione della ciambella.

* Nota. Su questo ultimo punto, per mancanza di tempo e di materiale, non si è riusciti finora a condurre prove: nella misura possibile (ossia su pezzi già trattati), si concherà di condurle pressovvamente.

OSSERVAZIONI PRELIMINARI

ATTREZZATURA

I tubi ai quali si sono condotte le prove, sono modelli di pezzi di cáambella in scala 1:1 già descritti nelle relazioni in data precedente. In particolare va però messa in luce (per l'importanza che ha assunto durante le prove) la circostanza che i tubi-modelli non erano tutti dello stesso tipo, ma appartenevano a due gruppi distinti di spessore diverso. I primi dieci (della trentina di tubi ricevuti) erano dello spessore medio di 0,5 cm. ; gli altri di circa 1 cm.

L'attrezzatura non differiva sostanzialmente da quella in precedenza descritta, salvo che per la pistola, che è stata per ben due volte sostituita, con la introduzione di un sempre più esteso refrigeramento ad acqua corrente. Questo sistema refrigerante ha la duplice funzione di proteggere dal calore la parte più delicata del congegno di spruzzamento e di mantenere a bassa temperatura la soluzione fino al momento in cui venga vaporizzata all'esterno. Nella sua ultima versione la pistola consta di una normale testa di spruzzatore di vernice, prolungata di un tubo adduttore della soluzione, lungo oltre 1 m., che termina nel serbatoio. Il tubo è circondato da una scatola cilindrica a tenuta, nella quale si fa scorrere acqua per mezzo di un tubo adduttore e di uno di scarico, e che è esteriormente rivestita di amianto al fine di evitare ogni contatto diretto del metallo refrigerato della pistola col vetro caldo. La pistola è comandata da una leva che esce all'esterno della scatola cilindrica presso la sua base.

Dei due riflettori (anteriore e posteriore) sperimentati, sarà trattato in riferimento alle prove di omogeneità.

Il forno non è stato modificato, in questa fase di esperimenti, salvo una modificazione delle resistenze di riscaldamento che gli ha consentito di raggiungere temperature fino a 650°C. Per raggiungere una tale temperatura il forno, posto a pieno regime, impiegava circa 6 ore. È da notarsi come tutto il materiale impiegato mostrasse dopo un mese di lavoro ~~nelle~~ le sue parti metalliche una usura notevolissima. Fortemente ossidate erano in particolare le pareti interne del forno e il riflettore di lamiera, tanto

che il continuo distaccarsi e cadere di grosse croste ha più di una volta minacciato di compromettere il risultato della esperienza in corso. Un riflettore in alluminio che mostrava di resistere meglio di quelli in lamiera all'attacco chimico, è improvvisamente bruciato durante un'esplosione. Abbiamo così dovuto escludere l'alluminio ed in specie il lamierino d'alluminio dall'interno del forno.

Anche le parti interne delle pistole (principalmente costruite in ottone) hanno rivelato sensibilissimi segni di dezincificazione e anche di attacco generale, come è visibile dal colore intensamente verde assunto dai liquidi di lavaggio che si fanno passare attraverso le condutture della pistola prima dello spruzzamento. E' perciò arguibile che una relativamente notevole percentuale di sali di Zn e Cu venga durante il trattamento spruzzata insieme alla soluzione di SnCl_4 , con effetti indubbiamente negativi per la omogeneità e conducibilità dei campioni.

E' da notarsi infine che alcuni dati essenziali frutto di esperienze precedenti, sono stati adoperati in tutte le prove successive senza ulteriori verifiche. Così, ad es., le soluzioni avevano una concentrazione standard in Sn pari al 20% di SnCl_4 in peso, e così pure la pressione di spruzzamento è stata tenuta fissa tra le 5 e le 6 atmosfere. Piccole variazioni sono state apportate al volume complessivo della soluzione spruzzata, volume che è variato tra i 45 e i 60 cc.

- 4 -

PROVE DI OMOGENEITÀ*

Già nella fase precedente di esperienze si era potuto constatare come la posizione della pistola rispetto al tubo durante il trattamento avesse una importanza determinante per l'omogeneità dello strato conduttore.

Alla ricerca della disposizione ottima (statica o dinamica) della pistola, stessa, si è proceduto a una serie di esperimenti nelle seguenti condizioni :

- 1) Pistola ferma alla distanza di una quindicina di cm. dalla bocca anteriore del pezzo.
- 2) Pistola mobile avanti e indietro da una quindicina di cm. fino alla imboccatura del tubo.
- 3) Pistola ferma all'interno del tubo.
- 4) Pistola mobile avanti e indietro nell'interno del tubo.

I risultati possono riassumersi come segue :

② Questa posizione non è consigliabile ; potrebbe dare buoni risultati con un congegno che permettesse di tener fissa la pistola in un piano orizzontale appropriato. Inoltre questo sistema, come i seguenti, non risolve il problema della spruzzatura omogenea del tratto anteriore interno del tubo e del colletto esterno anteriore.

④ Si accentua notevolmente il rischio di urti bruschi tra pistola e vetro, nonché di contatti tra tratti di metallo della pistola, refrigerati, e tubo caldo.

③ Riduce la parte omogenea a una frazione di quella ottenibile col sistema

① che è risultato il migliore. Con quest'ultimo modo di spruzzamento si ottenevano strati a conducibilità soddisfacentemente omogenea, per tutto l'interno del tubo (salvo una striscia di una diecina di cm. immediatamente attorno alla imboccatura anteriore) e sull'orlo esterno posteriore (orlo posto all'interno del riflettore)

Per dare un'idea di quanto sopra, riportiamo i dati rilevati su di un tubo ben riuscito.

Faccia superiore interna in $k\Omega \times g$

2	2	2
1,5	1,5	1,5
1,5	1,5	1,5
1,5	1,5	1,5
3	2,5	1,4
6,5	6	5
> 20		

Faccia inferiore interna in $k\Omega \times g$

1,2	0,7	1
0,7	0,6	0,7
0,8	0,8	0,6
0,9	0,8	0,8
1,0	1,0	1,0
1,5	1,5	1,5
1,3	2,0	4,5
2	4,5	6
> 10 $k\Omega$		

La conclusione che ci sembra si possa trarre da queste prove è la seguente :
Colla presente attrezzatura non è possibile giungere a una metallizzazione omogenea su tutta la superficie interna del tubo, mentre è abbastanza agevole raggiungere una buona omogeneità su quasi tutta la superficie, escludendo cioè una fascia anteriore di una diecina di cm. che insieme al colletto esterno anteriore non si è mai riusciti a metallizzare sensibilmente.
Altri rilievi riguardo alla omogeneità si sono fatti relativamente alla posizione del riflettore posteriore, posizione che è stata confermata essere piuttosto critica. Praticamente il fondo del riflettore non deve distare più di 3 cm. dalla bocca posteriore del tubo, e la bocca stessa del riflettore deve essere poco più larga di quella del tubo.
Considerando la buona prova fornita dal riflettore posteriore, si è pensato a un certo momento di risolvere il problema della metallizzazione del colletto esterno anteriore per mezzo di un secondo riflettore forato con la concavità rivolta verso la parte anteriore. I pezzi trattati con codesto secondo riflettore mostravano un colletto anteriore metallizzato perfettamente analogo a quello posteriore. Purtroppo la conducibilità di questi tubi, per varie cause, fu riscontrata estremamente bassa. Individuate le cause di questa bassa resa, le prove non furono tuttavia ripetute, giacché era stata nello stesso tempo elaborata una diversa soluzione del problema della metallizzazione dei colletti, soluzione che verrà esposta nelle conclusioni generali di questa relazione.

PROVE TERMICHE

Sono queste le prove che hanno occupato la maggior parte del tempo in questa fase dei lavori, e per le quali è stata impiegata la massima parte del materiale.

I dati forniti dalle prove su tubi di piccolo calibro e quelli raccolti nella prima fase delle prove su modelli di pezzi di sciambella scala 1:1, sembravano suggerire le seguenti conclusioni, esposte nelle relazioni precedenti :

- 1) La temperatura più adatta per il trattamento è compresa nell'intervallo 480-520°C.
- 2) Un trattamento di ricottura e (se pure in misura minore) un lento raffreddamento del pezzo dopo la spruzzatura, alterano in maniera piuttosto grave (fattore 5-10 e talvolta anche più) le alte resistenze (dai 5 kohm p. quadro in su), mentre alterano assai meno le basse resistenze (fattori 1,5-3).

Le prove termiche condotte stavolta avevano per oggetto la conferma o la correzione di questi dati. Ci si proponeva inoltre di stabilire almeno in maniera grossolana e approssimativa i valori della derivata temporale della temperatura $\frac{\Delta T}{\Delta t}$ che i nostri modelli potevano sopportare, sia in fase di riscaldamento che di raffreddamento, senza rompersi. Ma la mancanza in loco di una attrezzatura sufficiente per un rigoroso controllo della resistenza meccanica comparata dei pezzi non ci ha permesso per il momento di giungere su questo punto a conclusioni definitive. In ogni modo ci ripromettiamo di allegare a una prossima relazione quanti dati ci è stato possibile raccogliere sull'argomento.

Per quanto riguarda i punti 1° e 2° su accennati, siamo stati condotti alle seguenti conclusioni :

- 1) L'intervallo termico di trattamento non è fisso e specifico per la qualità del vetro, come si era pensato, ma varia in funzione dello spessore massimo del pezzo da trattare. Questa osservazione, che può anche apparire ovvia, fu raggiunta tuttavia dopo una lunga serie di prove fallite con un sensibile spreco di materiale, e questo perché ci trovammo a passare senza

soluzione di continuità dal primo contingente di tubi al secondo, che era di spessore presso-chè doppio. Sia è riuscito infine a stabilire che mentre per il vetro di 0,5 cm; di spessore medio, la zona buona per il trattamento era quella, da tempo trovata, fra i 480°C e i 520°C, per i pezzi di uno spessore attorno al cm. si doveva salire di 80° circa più in alto, e l'intervallo utile per il trattamento si aggirava conseguentemente tra i 560°C e i 600°C. Ulteriori innalzamenti di temperatura erano da escludersi perchè si riscontrò che anche i pezzi più spessi iniziano a rammollire deformandosi intorno ai 650°C. Il suddetto spostamento di 80° dell'intervallo termico, ha portato con sè una serie di complicazioni. Così la necessità del raffreddamento della soluzione da spruzzare fino all'istante della sua fuoruscita dalla pistola si impose inequivocabilmente; risolto il problema del raffreddamento della pistola nacque quello di evitare ogni contatto della superficie refrigerata della medesima col vetro; questo portò ad escludere alcuni dei sistemi di spruzzatura già progettati o tentati. Ancora più gravi problemi pose l'innalzamento della temperatura di trattamento, relativamente all'accresciuto pericolo di incendi e d esplosioni; ma di questo sarà più ampiamente trattato a parte.

2) I dati riferentisi alla variazione della conducibilità in rapporto alle ricotture e ai lunghi raffreddamenti sono stati invece integralmente confermati. A conferma di ciò si vedano i dati riportati nella pagina seguente.

Riguardo alla resistenza meccanica al riscaldamento possiamo anticipare soltanto quanto segue:

È evidentemente determinante lo spessore del pezzo. Le superfici dello spessore di 1 cm. devono essere riscaldate e raffreddate più lentamente di quelle di spessore inferiore, e nonostante le varie precauzioni adottate si incrinano o si spezzano con assai maggiore facilità.

Per il raffreddamento si è trovato che il miglior sistema di evitare le fratture consiste nel lasciare dopo il trattamento il pezzo nel forno stesso, chiuso e spento (con l'estremità anteriore a circa cinquanta cm. dalla finestrella dalla quale era stata introdotta la pistola, e che dopo lo spruzzamento viene anch'essa ermeticamente richiusa).

Quanto al riscaldamento, specie durante la ricottura, si è notato come i

pezzi di 1 cm. di spessore non sopportavano senza pericolo di essere portati oltre i 550°C in meno di 4 ore e mezza.

Saggio di variazione di conducibilità di tubi ricotti

Tube 17b

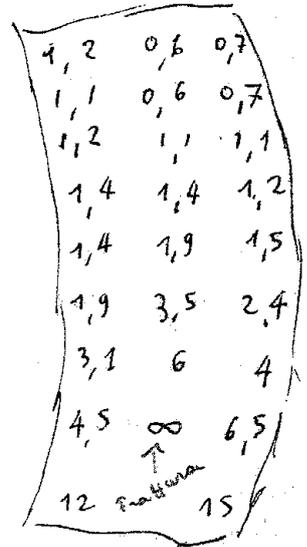
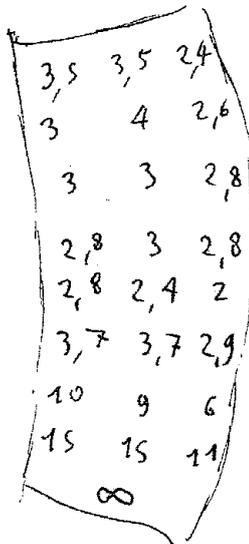
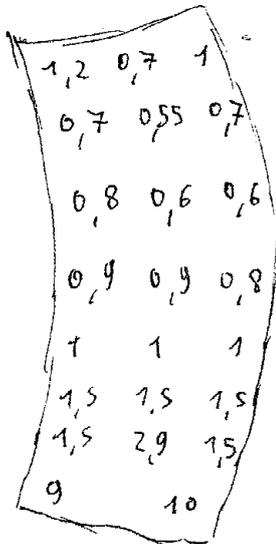
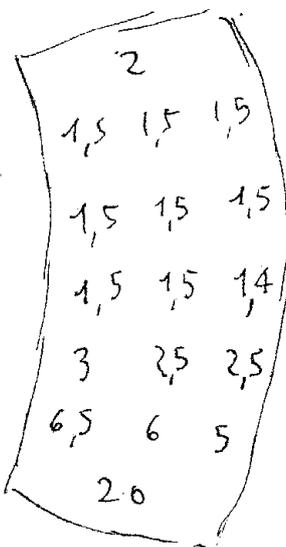
Faccia Superiore

Faccia Inferiore

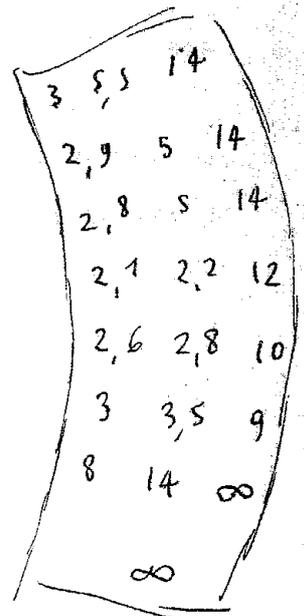
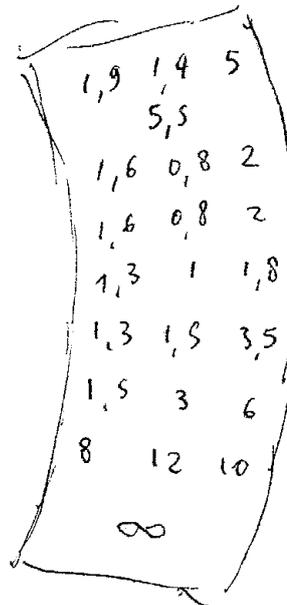
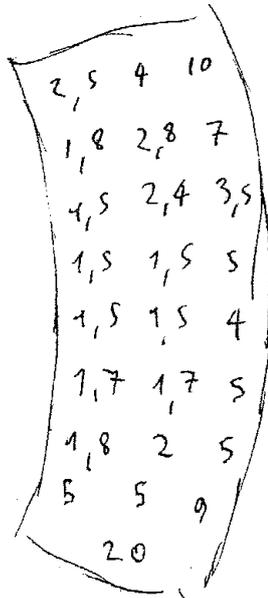
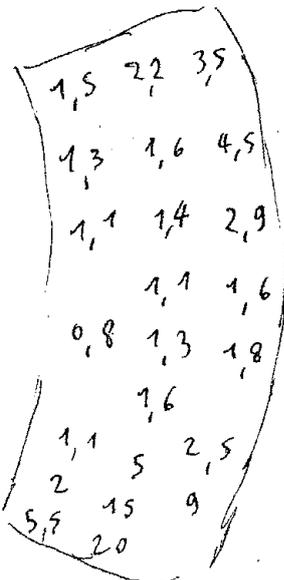
Lo stesso dopo 6h e 30^a temp. oltre 500°C

Faccia Superiore

Faccia Inferiore



Tube 18b



IL PROBLEMA DELLE ESPLOSIONI

Già dalle prove precedenti si era giunti alla conclusione che il problema delle esplosioni restava tra i più preoccupanti di quelli relativi alla metallizzazione della ciambella. Su questo argomento sono stati fatti importanti passi avanti, anche se non si può purtroppo dire che il problema sia completamente risolto.

Come già avemmo occasione di dire, per chiarire più ampiamente il problema delle esplosioni abbiamo rimesso per breve tempo in funzione il piccolo forno cilindrico e si sono fatte alcune ulteriori prove su tubi di piccolo diametro.

Le conclusioni cui si era precedentemente giunti possono così riassumersi :

- 1) Nei trattamenti su tubi a piccolo diametro si era riusciti ad evitare completamente le esplosioni, spruzzando a forno spento. Si approfittava del fatto che le candele del forno divenivano scure in un tempo relativamente breve, prima cioè che il forno scendesse sotto alla temperatura minima necessaria ad assicurare un buon trattamento. (480-460°C)
- 2) Per la prima serie dei pezzi di ciambella (spessore 0,5 cm.) si era già tentato di adoperare lo stesso procedimento, spruzzandoli cioè a forno spento. I risultati furono complessivamente buoni, e le esplosioni evitate. In qualche caso tuttavia al punto nel quale le candele non erano più rosse la temperatura era già scesa sotto i 450°C, tanto da non consentire più il trattamento.

Si comprende come lo spostamento verso l'alto della temp. di spruzzamento di un'ottantina di gradi, resa necessaria dall'adozione di modelli più spessi di vetro (1cm.), abbia ripresentato il problema delle esplosioni con accresciuta gravità. In effetti si può dire che tutti i tentativi fatti al di sopra dei 560-580°C, adoperando il solito tipo di soluzioni, hanno dato luogo a violente esplosioni (capaci di bruciare, come per ben due volte è accaduto, il riflettore di alluminio) che hanno fatto per lo più fallire completamente il trattamento di metallizzazione.

Si è allora pensato di indagare la possibilità di aumento della percentuale d'acqua nella miscela di spruzzamento (ferma mantenendo la concentrazione in sale di Sn) rispetto a quella dell'alcol. Si ricordi che le soluzioni adoperate

fino a quel momento erano di Sn in alcol a 95°). Molte prove con differenti miscele idroalcoliche erano state fatte in un primo tempo nel forno piccolo ; ma i risultati erano stati accantonati come non interessanti quando le prime prove nel forno grande con tubi dalle pareti spesse 0,5 cm. , avevano dato i migliori risultati per soluzioni al 95% di alcol. Queste prove nel forno piccolo avevano dato l'inatteso risultato che l'aumento della percentuale di acqua nella soluzione stannica non si manifestava affatto nocivo, anzi aumentavano il rendimento della metallizzazione, almeno fin che l'acqua non superava la misura del 70%. Ma superando questo limite, la soluzione diveniva improvvisamente inefficiente.

Passando al forno grande e alla prima serie dei pezzi di ciambella (0,5 cm di spessore) ci si accorse però che soluzioni contenenti anche solo il 15% di acqua erano completamente inefficaci. Si tornò così alle soluzioni in alcol al 95%, come abbiamo già detto, seppure con molto rincredimento, d_a che si era notato come un forte contenuto in acqua eliminasse completamente il pericolo delle esplosioni.

Si giunse allora a formulare l'ipotesi che i buoni risultati ottenuti nel forno piccolo fossero dovuti al fatto che in esso la soluzione non veniva proiettata direttamente sul tubo, ma sulle pareti di refrattario dalle quali raggiungeva il tubo solo di riflesso. Ne seguiva che il calore fornito dal forno piccolo alla soluzione spruzzata era notevolmente superiore a quello che la medesima soluzione poteva incontrare alla superficie del pezzo di ciambella investito direttamente nel forno grande. Fu possibile provare questa ipotesi quando si spruzzarono, nel forno piccolo, i piccoli tubi direttamente all'interno (come si era fatto per i pezzi di ciambella). Si vide allora che anche nel forno piccolo, in questo caso, perchè una soluzione fosse efficace per la metallizzazione, il suo contenuto in acqua non doveva superare il 25%.

Se ne dedusse che più alta è la temperatura di trattamento, maggiore è la quantità di acqua che la soluzione efficace sopporta. D'altronde, più spesso è il tubo, più è pericoloso l'effetto di un forte e subitaneo raffreddamento locale, quale quello provocato da una soluzione fortemente acquosa, essendo il calore di vaporizzazione dell'acqua notevolmente maggiore di quello

dell'alcol. Ma come si è già spiegato, i tubi più spessi (1 cm.) esigevano una temp. notevolmente superiore di trattamento atta a compensare in gran parte i notevoli inconvenienti derivanti dal maggiore assorbimento di calore effettuato dalle soluzioni fortemente acquose. In conclusione : era prevedibile un netto miglioramento dei rendimenti, insieme alla eliminazione del pericolo di esplosioni, solo che si fosse aumentata sensibilmente la percentuale d'acqua. Ciò fu confermato dall'esperienza e permane il risultato conclusivo maggiormente positivo cui siamo giunti nella presente fase di lavori.

E' dunque possibile ottenere tubi spessi ottimamente metallizzati a temp. poco inferiori ai 600°C , con soluzioni contenenti intorno al 30% di acqua, e senza pericolo di esplosioni.

La positività di questa constatazione sembra però purtroppo alquanto temperata dalla notevole criticità dei dati, criticità che le ultime prove sembrano confermare.

L'intervallo di temperatura ottimo, che è stato già indicato, può essere superato, durante le operazioni, dal forno per molti fattori non tutti controllabili. Al di sopra di detto intervallo si ha rammollimento e deformazione del vetro. Al di sotto si hanno metallizzazioni non conduttive, la cui natura resta ancora da indagare.

Lievissimi eccessi nella percentuale d'acqua fanno ugualmente fallire la metallizzazione. Le soluzioni non sufficientemente acquose esplodono inevitabilmente oltre i 550°C .

La determinazione dell'ottimo di temperatura e di quello di concentrazione acquosa sono quindi il punto più delicato del trattamento ; ne è da trascurarsi la loro relativa interdipendenza. Il numero delle prove condotte non è stato sufficientemente grande per chiarire completamente ed inequivocabilmente questo importante punto, sul quale sono in corso ulteriori indagini.

I suggerimenti derivati dalle prove di cui sopra per il trattamento definitivo e la necessaria attrezzatura verranno riportati più avanti.

RIUTILIZZAZIONE DI TUBI GIÀ TRATTATI

Il problema della riutilizzazione dei tubi già trattati riveste un notevole interesse. Innanzi tutto è evidente che nel caso che esse fosse risolto positivamente, si potrebbe ridurre al minimo lo scarto dei pezzi di ciambella ~~ma~~ non è solo questo il lato importante della questione. Di fatti, come spiegheremo meglio nel successivo capitolo, ci stiamo avviando a progettare un sistema di spruzzamento bilaterale in due tempi ; appare quindi essenziale conoscere l'effetto su di uno strato metallizzato di un secondo trattamento di metallizzazione.

Un certo numero di prove ~~era~~ già stato fatto sul forno piccolo. Il loro risultato, sia pure con qualche incertezza, sembrava dare adito alle seguenti conclusioni :

- 1) E' praticamente da escludersi che un successivo trattamento, fatto nelle medesime condizioni del primo, alteri la conducibilità abbassandola.
- 2) Talora, ma non sempre, gli strati altamente conduttivi aumentano ancora , e in misura notevole, la loro conducibilità. Fu così possibile portare con tre trattamenti successivi un tubo dai 1500 ai 300 ohm per quadro.
- 3) Gli ulteriori trattamenti si presentano in molti casi come piuttosto nocivi alla trasparenza del pezzo.

I pochi tentativi fatti nel forno grande e con pezzi di ciambella non hanno fatto che confermare questi dati. In genere i pezzi ^{pezzi} spruzzati erano molto pochi conduttori che nella seconda spruzzatura aumentavano lievemente la loro conducibilità ; mai si è verificato una diminuzione della conducibilità stessa. In genere i pezzi già opacizzati da un primo e mal riuscito trattamento, poco migliorano col secondo ; mentre su un pezzo già spruzzato inutilmente, e che era rimasto trasparente (come tuttavia di rado accade) la seconda spruzzatura ebbe un risultato ottimo e superiore all'aspettativa, la conducibilità riscontrata era buona e complessivamente il tubo reagì come se si trattasse del suo primo spruzzamento. Nuove prove sono in corso per confermare o invalidare quest'ultimo interessante risultato.

Considerazioni conclusive sulla attrezzatura e sul processo definitivo da usarsi per la metallizzazione della ciambella del Sincrotrone.

Raccogliamo ora organicamente le conclusioni dei suggerimenti intorno alla attrezzatura definitiva necessaria al trattamento, e intorno al trattamento stesso. Tali suggerimenti ci sembra derivino naturalmente da tutto il lavoro svolto fino ad ora. Condenseremo in un certo numero di punti queste proposte, abbinando a ciascuna di esse un cenno riassuntivo di giustificazione.

Proposte

Giustificazione

A) ATTREZZATURA

1) Il Forno

1) Il forno deve potere raggiungere i 700°C.

Si è visto che la temperatura di trattamento dipende da quella di rammollimento del materiale e dallo spessore del pezzo. Poiché non si hanno dati a priori esaurienti in questi campi, è bene tenersi in limiti un po' larghi, tenendo presente che la massima temperatura sperimentata con successo nei trattamenti è stata intorno ai 620°C)

2) Il forno deve presentare una notevole inerzia termica. Sarebbe opportuno che avesse le perdite ridotte al minimo in maniera ad es. che spento alla temp. massima (intorno ai 700°C) impiegasse almeno 9 h a tornare freddo (sotto i 100°C). Questo dato è però suscettibile di rielaborazione, in base alle prove di resistenza meccanica dei tubi, ancora da farsi.

Non si hanno ancora dati precisi sulla resistenza meccanica dei tubi trattati e sulle tensioni interne che vi si registrano. È evidente però la grande comodità del forno a bassa perdita e alta inerzia termica, ai fini di un lento raffreddamento. La derivata media richiesta è dell'ordine di quelle in uso negli stabilimenti vetrari, per pezzi dello spessore interessante (1 cm.).

3) L'interno del forno deve essere completamente e perfettamente rivestito di refrattario

A varie riprese si è fatto notare come è assai plausibile che le esplosioni prendano origine su tratti arroventati delle resistenze.

4) L'omogeneità termica deve essere la maggiore possibile; la migliore omogeneità si otterrebbe riscaldando anche le facce terminali del forno.

Si avrebbe così l'eliminazione di una delle maggiori cause di rottura dei pezzi; si avrebbe certamente maggiore omogeneità dello strato conduttore; saremmo in grado di controllare meglio eventuali esplosioni.

5) Nessuna attrezzatura metallica (attaccabile dalle soluzioni spruzzate) deve trovarsi stabilmente nell'interno del forno.

La presenza di detriti provocata dalla azione erosiva delle soluzioni spruzzate è certamente nociva.

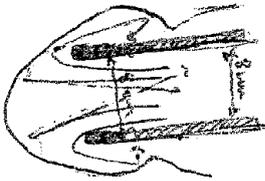
6) La cavità del forno può pensarsi parallelepipedica con lati di cm; 130 x 60 x 30. Il dato della seconda dimensione va però aggiornato alla luce della grandezza dei pezzi con apertura laterale, le cui misure non ci sono ancora note.

La dimensione principale (maggiore) è stata calcolata con una certa larghezza, per consentire al pezzo di restare tutto in una zona lontana dalle aperture, dove cioè l'omogeneità termica sia massima. Occorrerebbe inoltre poter eseguire esperienze su tubi con apertura laterale per controllare se il tratto trasversale venga metallizzato senza inconvenienti dalle aperture per terminali. Se inconvenienti si avessero, occorrerebbe riesaminare la questione della seconda dimensione. In complesso, conviene calcolare il volume interno del forno con una certa larghezza.

7) All'interno del forno si devono poter porre sostegni in refrattario di altezza appropriata, da porsi sotto il pezzo per piazzarlo nella posizione giusta rispetto ai riflettori parabolici.

Abbiamo già rilevato la criticità della posizione del tubo rispetto ai riflettori, sia per quanto riguarda l'altezza, sia per l'avvicinamento lungo l'asse del tubo.

8) Le pareti anteriore e posteriore del forno devono, dalla loro parte interna, essere sagomate approssimativamente a forma di paraboloide. Tale paraboloide non deve naturalmente essere di rotazione. Nelle zone lontane dal vertice sarebbe opportuno che la sagomatura del forno si scostasse dalla forma di paraboloide, per avvicinarsi a quella sferica (vedi figura)*



9) La sagomatura ottima del riflettore andrebbe raggiunta attraverso una serie di prove successive.

10) Il fondo di ambedue i riflettori parabolici deve essere apribile; la apertura deve essere tale da permettere il passaggio della estremità della pistola. Gli sportelli devono essere del tipo a cerniera, in modo che sia possibile lasciarne uno socchiuso a scanso di gravi conseguenze in caso di esplosioni.

11) Almeno uno dei due riflettori parabolici deve essere mobile nei due sensi lungo l'asse maggiore del forno.

12) Il forno deve presentare più orifizi in zone opportune per consentire una indagine approfondita del regime di distribuzione della temperatura.

Il riflettore sul fondo deve svolgere le due seguenti funzioni: I°) convogliare la maggior parte della soluzione all'indietro di nuovo nel tubo per migliorare l'effetto di metallizzazione. II°) fare arrivare sul colletto esterno del tubo stesso la parte restante del vapore.

Per la provata non funzionalità degli elementi di metallo all'interno del forno ci sembra che la soluzione migliore sia quella già enunciata della sagomazione delle facce terminali.

L'attrezzatura disponibile a tutt'oggi non ha permesso di eseguire prove preliminari sulla curvatura dei riflettori.

L'esigenza dei due sportelli apribili deriva dal fatto che la doppia spruzzatura, anche se non potuta ancora sperimentare nel forno attuale, sembra a tutto oggi l'unica soluzione possibile del problema dell'omogeneità in tutto il tubo, compresi i due colletti esterni.

Questa necessità deriva dalla già rilevata relativa criticità nella posizione del riflettore, e nella non ancora perfettamente definita lunghezza dei pezzi della ciambella.

* La figura, in modo molto approssimativo, è in scala.

13) Si deve organizzare un sistema esterno di sostegno della pistola durante la spruzzatura.

Ciò al fine di controllare esattamente la posizione in ognuna delle tre direzioni.

14) Il forno deve essere illuminato all'interno e si deve, se possibile, sistemare una finestra di osservazione su ciascuna delle due facce dalle quali si spruzza.

II) La Pistola

- 1) E' costituita da una normale testa da spruzzatore di vernice, regolata in modo da poter fare uscire 50 cc. di liquido in meno di 1 minuto. La rapidità di spruzzatura consente in genere una maggiore omogeneità termica. Questo fatto assumerà minore importanza se si potrà spruzzare a forno acceso come finora non era dato fare, a causa delle resistenze scoperte.
- 2) La scatola esterna cilindrica di refrigerazione ad acqua (che deve naturalmente essere a perfetta tenuta non solo verso l'esterno, ma anche verso l'interno) avrà il minor diametro possibile; meglio se inferiore ai 5 cm. Il diametro minore consente migliore maneggevolezza e possibilità maggiore di penetrare nel tubo senza toccarlo.
- 3) Tutte le parti della pistola in contatto con la soluzione, comprese il serbatoio, devono essere di materiale assolutamente inattaccabile dalla soluzione. Si è già espressa l'ipotesi che parte delle opacità rilevate sui tubi siano imputabili alle impurezze rameose e di zinco. Dato inoltre il carattere più elettropositivo dello Zn rispetto alle Sn, è certo che la soluzione tende a impoverirsi di Sn.

III) Altre Attrezzature Stabili

1) Un compressore efficiente che assicuri almeno una pressione di 7 atm. sotto carico, capace di lavorare con continuità e stabilità.

In genere la spruzzatura si conduce tra le 5 e le 6 atm. Non sono però da escludersi piccoli mutamenti per esigenze imprevedibili. E' importante che il compressore sia riservato esclusivamente al fine della spruzzatura.

2) Una presa di acqua fredda per la refrigerazione, e la possibilità di un comodo scarico per l'acqua che ha attraversato il refrigeratore.

3) Una attrezzatura in prossimità del forno, per il lavaggio dei pezzi, la loro spazzolatura, il primo controllo della conducibilità e il loro immagazzinamento provvisorio.

4) Un armadietto per la custodia del materiale necessario alla pulizia della pistola, delle soluzioni da spruzzare, e delle sostanze necessarie per la preparazione delle soluzioni stesse.

B) PROCEDIMENTO

- 1) Le soluzioni da impiegarsi saranno di SnCl_4 in mezzo idroalcolico. Le soluzioni stannose sono più alterabili e di rendimento meno sicuro
- 2) La concentrazione in Sn deve essere attorno al 20%. E' questa la concentrazione adoperata nelle prove che hanno avuto esito più soddisfacente; se si riscontrasse che piccole zone sotto il kohm x quadro sono fortemente nocive al funzionamento della ciambella (se cioè si riscontrassero punti di eccessiva conducibilità), sarà sufficiente diminuire leggermente la concentrazione in SnCl_4 .
- 3) La percentuale in acqua della soluzione dovrà aggirarsi intorno al 15-20%. La presenza di acqua ha la principale funzione di diminuire le possibilità di incendio e di esplosione. La percentuale esatta in acqua, della soluzione, essendo uno dei dati critici, è sottoposta a rielaborazione. Potrebbe darsi che la eliminazione di parti metalliche nel forno portasse di per sé (ma non è probabile) alla scomparsa delle esplosioni: in tal caso la percentuale in acqua potrebbe essere diminuita, e con essa diminuirebbe la possibilità di "scarti". (Ogni aumento in acqua rende il trattamento meno sicuro).
- 4) La temperatura si aggirerà sotto, ma non molto, ai 600°C e dovrà mantenersi il più possibile costante. Anche questo dato è suscettibile di qualche modifica in relazione al tipo di materiale che sarà fornito e alla percentuale in acqua della soluzione.
- 5) La pressione fornita alla pistola durante lo spruzzamento, sarà tra le 5 e le 6 atm. E' la pressione adoperata con successo nella grandissima maggioranza delle prove.

6) Il pezzo sarà portato alla temperatura indicata in almeno 4 ore e mezza. Sarà raffreddato fin sotto i 100°C in almeno 7 ore.

7) La spruzzatura verrà eseguita successivamente prima dall'uno, poi dall'altro sportello del forno. Durante ambedue le operazioni la pistola (o le pistole, nel caso, più vantaggioso, che si operasse con due spruzzatori) verranno fissate con rigorosa esattezza nella posizione voluta.

Questi due dati sono estremamente approssimativi e suscettibili di modifiche al lume delle prove di resistenza meccanica.

Il sistema della doppia spruzzatura è l'unico che a tutt'oggi si sappia consigliare per tentare di ottenere la completa omogeneità. Purtroppo, e per ragioni che è inutile elencare, non si sono potute far prove su questo importante punto. Se nella pratica realizzazione della doppia spruzzatura ci si dovesse trovare innanzi a difficoltà insormontabili, saremo costretti a provvedere altrimenti, ma la soluzione del problema di un efficace e sicuro trattamento ne verrebbe notevolmente complicata.

Riguardo alla criticità della posizione della pistola, se ne è già trattato ripetutamente altrove.

Mario Merello

Pisa 10 gennaio 1956