



MINISTERO DELLO SVILUPPO ECONOMICO
DIREZIONE GENERALE PER LA LOTTA ALLA CONTRAFFAZIONE
UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI

DOMANDA DI INVENZIONE NUMERO	102009901749719
Data Deposito	14/07/2009
Data Pubblicazione	14/01/2011

Classifiche IPC

Titolo

ANALIZZATORE MECCANICO E REOMETRICO AD ALTA TEMPERATURA
--

DESCRIZIONE

La presente invenzione è relativa ad una macchina di prova delle proprietà reologiche e meccaniche di sostanze fluide, viscoelastiche e solide, in grado di portare la temperatura della sostanza da analizzare fino a 2300°C in atmosfera controllata inerte o riducente.

In diversi ambiti tecnologici assume una grande importanza la conoscenza delle proprietà di materiali e sostanze ad alta temperatura. Considerando l'industria vetraria ad esempio, l'interesse è quello di correlare la composizione dell'impasto vetroso alle proprietà di scorrimento di questo ad alta temperatura, così da poter fondere, colare e formare i manufatti conoscendo esattamente l'influenza dei materiali costituenti il fuso. Similmente, vi è un grande interesse nella conoscenza della fusibilità di scorie e ceneri derivanti da processi di combustione di rifiuti speciali. In questo ambito, la possibilità di ridurre in una massa compatta e inerte i residui non combustibili avrebbe il vantaggio di limitare ulteriormente il volume dei rifiuti e di renderli inerti e non inquinanti. La conoscenza della temperatura di sinterizzazione, rammollimento e fusione delle scorie consente di ottimizzare i processi di inertizzazione.

Un ulteriore ambito applicativo è quello della vetrificazione delle ceneri da carbone e olii combustibili nelle centrali termoelettriche. In questo contesto, la possibilità di fondere le

ceneri ha un impatto positivo sull'ambiente, riducendo l'inquinamento da polveri e le enormi masse di ceneri potenzialmente pericolose per l'ambiente.

Una ulteriore applicazione dello strumento di prova ad alta temperatura può essere quella della determinazione delle temperature di fusione delle superleghe metalliche e dei metalli refrattari.

Al momento presente i sistemi che consentono di valutare le proprietà reologiche dei vetri e metalli fusi sono speciali viscosimetri a rotazione che hanno la possibilità di raggiungere i 1600°C. Il limite di temperatura è imposto dalla tipologia di materiale disponibile per contenere la massa fusa e sollecitarla meccanicamente. I sistemi riutilizzabili sono costituiti da utensili e crogioli di platino che fonderebbero a temperature superiori. Il platino inoltre è un materiale molto costoso con limitate proprietà meccaniche (rigidità e resistenza basse) e non è adatto a contenere leghe metalliche con le quali facilmente reagirebbe chimicamente ad alta temperatura. L'alternativa attuale al platino è l'ossido di alluminio: questo ceramico è indubbiamente più economico del platino e potrebbe essere utilizzato fino a 1850°C ma non è riutilizzabile a causa della reazione della massa vetrosa fusa con esso. Presenta ad alte temperature fenomeni di creep e deformazione plastica che ne limitano l'utilizzo a 1600°C in caso di sollecitazioni meccaniche. Esempio di macchina di prova che

sintetizza lo stato dell'arte è il viscosimetro Orton RSV-1600 (The Edward Orton Jr. Ceramic Foundation 6991 Old 3C Highway · Westerville, OH 43082 USA). In questo strumento la sostanza da analizzare (vetro), contenuta tipicamente in un crogiolo di platino, viene posta in un forno verticale. Alla temperatura di fusione del vetro un rotore in allumina o platino viene introdotto nella massa fusa e posto in rotazione consentendo, mediante la misura dello sforzo nella rotazione, di misurare la viscosità del fluido alla temperatura impostata. Lo strumento è limitato non solo nella massima temperatura raggiungibile, pari a 1600°C, ma anche per il fatto che la geometria e le caratteristiche costruttive degli utensili ad alta temperatura non consentono di impartire e controllare un moto oscillatorio per valutare le proprietà viscoelastiche del fuso.

Un ulteriore esempio di macchina di prova che rappresenta lo stato dell'arte è il viscosimetro Rheotronic II della Theta Industries, (Theta Industries, Inc., 26 Valley Road, Port Washington, NY 11050). Per questo strumento la casa costruttrice impone una temperatura massima di misura di 1450°C qualora si utilizzino tools e crogioli in puro platino e 1650°C nel caso si utilizzino leghe refrattarie di platino e rodio.

Un ulteriore esempio di macchina di prova che sintetizza lo stato dell'arte è il viscosimetro Orton BBV 1000 (The Edward Orton Jr. Ceramic Foundation 6991 Old 3C Highway · Westerville, OH

43082 USA). In questo strumento è possibile apprezzare la temperatura di annealing e di strain sollecitando a flessione una barretta di vetro in un forno ad alta temperatura e misurando la velocità di deformazione al variare della temperatura. Anche per
5 questo strumento di prova l'utilizzo di tools in allumina limita la temperatura di misura a 1600°C.

Il problema tecnico affrontato dalla presente invenzione è dunque quello di definire uno strumento in grado di effettuare prove su sostanze fluide, solide e viscoelastiche a temperature superiori a
10 1600°C. Si richiede un assetto dello strumento di prova che permetta di impartire ai tools moti oscillatori in modo da poter caratterizzare il modulo dissipativo di sostanze viscoelastiche. Si richiede uno strumento di prova in grado di effettuare prove di compressione, flessione e trazione su materiali solidi e
15 viscoelastici fino a 2300°C. Si richiede un materiale alternativo al platino, riutilizzabile e capace di contenere, senza reagire, vetri di ossidi metallici, scorie da processi di combustione e metalli fusi.

La soluzione del problema tecnico posto è una macchina di prova
20 capace di analizzare sostanze solide e/o fluide e/o viscoelastiche ad alta temperatura grazie all'uso di utensili in grafite o metallo refrattario resistenti fino a oltre 2300°C, protetti dall'ossidazione mediante un flusso di gas protettivo.

Diverse sono le geometrie possibili per questi tools. A titolo

esemplificativo:

– Sistema costituito da due cilindri pieni in grafite con sezione 20mm e lunghezza sufficiente a connettere i cilindri alle due traverse del telaio. Gli stessi tools potranno essere utilizzati per eseguire prove di compressione per la determinazione della rigidità e della resistenza a compressione di solidi refrattari fino ad una temperatura di 2300°C.

– Sistema per la misura della viscosità di sostanze fluide e viscoelastiche costituito da due cilindri pieni di grafite lavorati in estremità in modo che quello convesso si inserisca nella cavità cilindrica dell'altro per una profondità di 20-50mm per formare un sistema a cilindri concentrici per la misura delle proprietà reologiche di sostanze fluide e viscoelastiche poste nell'intercapedine dei due cilindri fino ad una temperatura di 2300°C.

La macchina di prova sarà in grado di raggiungere i 1850°C e 2300°C grazie rispettivamente all'utilizzo di un tubo ceramico impervio e sinterizzato di allumina o zirconia che protegge i tools posti al suo interno mediante un flusso di gas inerti introdotto da una delle estremità del tubo chiusa da una flangia metallica.

La macchina di prova, grazie all'impiego di un mandrino a controllo di strain tipo il sistema Brookfield High Shear CAP-1000+ (Brookfield Engineering Laboratories, Inc. 11 Commerce

Boulevard, Middleboro, Massachusetts, USA, 02346), funge da viscosimetro. La misura della viscosità di sostanze fluide avviene mediante la rotazione del tool superiore fissato ad una testa di misura che valuta lo sforzo necessario a mantenere ad una prefissata velocità il tool stesso. La macchina di prova configurata consente di caratterizzare la viscosità di sostanze vetrose refrattarie, vetroceramici, metalli e leghe metalliche, la vetrificazione e fusione di ceneri da combustione di carbone, altri combustibili e rifiuti. Il viscosimetro è in grado di operare con configurazione dei tools da coppa-cilindro a piatto-piatto o piatto-cono.

In alternativa la macchina di prova può fungere da reometro rotazionale quando si utilizzano le soluzioni costruttive fornite nell'esempio applicativo (tavole 1/3, 2/3 e 3/3). La misura in oscillazione è resa possibile dal perfetto allineamento dei tools nella geometria cilindri concentrici o piatto cono che consente di misurare il modulo dinamico complesso G che rappresenta le relazioni tra gli oscillanti stress e tensione:

$$G = G' + iG''$$

dove $i^2 = -1$; G' è il modulo di immagazzinamento (storage modulus) e G'' è il modulo di dissipazione (loss modulus). A titolo esemplificativo si può utilizzare come testa di misura alcune delle apparecchiature prodotte da Reologica Instruments (REOLOGICA Instruments AB, Scheelevägen 30, SE-223 63

LUND, SWEDEN) quali la testa di misura utilizzata per lo Stresstech UHT con le seguenti specifiche tecniche:

- Intervallo di torsione 30nNmto 200 mNm
- Velocità rotazionale da 10^{-9} a 320 rad/s
- Frequenza di oscillazione da 0.0000001 a 150Hz

Si descrive nel seguito un modo di realizzazione preferito dell'invenzione, del tutto esemplificativo e non limitativo. La descrizione dettagliata di esso farà riferimento alle tavole 1/3, 2/3 e 3/3.

In particolare:

- la Fig. 1 rappresenta un prospetto parzialmente in sezione del sistema, con sportello del modulo scaldante aperto, comprensivo di flangia di raffreddamento, attrezzi di misura, camera tubolare di test e camera della fornace di riscaldamento con elementi scaldanti;
- la Fig. 2 mostra una vista in sezione della flangia di raffreddamento, con i canali per il raffreddamento ad acqua ed il foro adduzione dei gas;
- la Fig. 3 è un dettaglio in sezione della prolunga mandrino agganciata alla testa di misura;
- la Fig. 4 rappresenta, infine, una vista in sezione della camera tubolare di test e degli attrezzi di misura.

Con riferimento alle suddette figure ed in particolare alla Fig. 1, lo strumento è composto da un reometro(1) ed un modulo

scaldante (2) in grado di portare la temperatura del campione a 1850°C. Il sistema di misura è del tipo coppa-cilindro e si compone di due tools (3, 4) in grafite resistenti ad elevatissime temperature, e con proprietà termomeccaniche tali da garantire
5 ottima resistenza a creep, buone proprietà di resistenza meccanica a flessione e a torsione. I tools in grafite sono alloggiati in una camera tubolare verticale (5) in materiale ceramico sinterizzato e impervio, fissata in una flangia in acciaio. Un sistema di due O-ring (5a) consente di fissare con precisione
10 il tubo alla flangia e garantisce la tenuta ai gas. La flangia in acciaio è raffreddata con un ricircolo di acqua (6). Il tool superiore è fissato ad un mandrino metallico (7) raffreddato ad aria. Il modulo scaldante è integrato e solidale alla struttura del reometro, e allo stesso tempo il sistema di misura del reometro è
15 svincolato dal modulo scaldante. La camera di test tubolare ha la funzione di minimizzare le perdite termiche ed uniformare la temperatura di trattamento, condizionare l'atmosfera di lavoro e/o fluire gas inerte per la protezione dei tools in particolari configurazioni di test (oltre i 500°C). Il monitoraggio e controllo
20 della temperatura di test vengono effettuati mediante termocoppia esterna (8) alla camera tubolare; tale segnale tiene conto di una curva di calibrazione rilevata nel range da 20°C a 1750°C misurando la temperatura reale interna della camera. Il reometro è dotato di due piastre in alluminio piane e parallele

(9, 10); la piastra superiore costituisce la traversa mobile del telaio ed è fresata in modo tale da consentire l'alloggiamento della testa di misura (1a), la corsa massima della traversa è di 10cm; la piastra inferiore presenta una sede concentrica alla testa di misura, necessaria per il posizionamento della flangia di supporto del tool inferiore a coppa (3). La piastra inferiore presenta quattro fori per il montaggio e la regolazione del modulo scaldante che può essere posizionato ad un'altezza registrabile tramite appositi supporti in acciaio(11). Il modulo scaldante presenta due aperture (12) sulla base e sul tetto per consentire l'alloggiamento del tubo ceramico. Sulla piastra inferiore è installata la flangia di raffreddamento in acciaio (6) con gli appositi canali per il flusso dell'acqua (6b). La flangia è tornita presentando due cavità cilindriche concentriche: quella di diametro maggiore (13) per l'inserimento del tubo cilindrico di protezione, quella di diametro minore (14) per l'alloggiamento ed il fissaggio del tool di misura inferiore a coppa mediante grano in acciaio. Tra le due cavità è ricavato un canale per l'adduzione del gas (15) di prova e/o di protezione dei tools; il gas può essere introdotto nel sistema mediante una procedura automatica. Il segnale per l'azionamento del gas arriva prima che una temperatura critica sia raggiunta sul sistema dei tools e del campione e agisce direttamente sulla valvola elettromeccanica. La testa di misura (1a), collocata sulla traversa mobile, è dotata

di un mandrino conico (16) sul quale viene innestato il tool cilindrico superiore di misura (4). Questo tool è composto da una parte ceramica (preferibilmente grafite ma anche allumina o tungsteno, o tantalio o molibdeno o altra lega metallica refrattaria), che è inserita nella camera di test, resiste alle alte temperature ed entra in contatto con la sostanza da testare e da una prolunga in acciaio inox (7); tale prolunga presenta due lavorazioni a tolleranze strettissime di coassialità e cilindricità, per l'accoppiamento con il mandrino conico della testa di misura da un lato, e con il tool di misura dall'altro. La prolunga ha inoltre la particolarità di fungere da taglio termico per la conduzione di calore verso la testa di misura. La testa di misura infatti deve essere tenuta a temperature inferiori agli 80°C, per cui è necessario bloccare o deviare il trasporto termico verso questa parte dello strumento. A tal fine, nella parte centrale della prolunga in acciaio sono state fresate delle asole passanti (17) che riducono di oltre il 60% la sezione del pezzo, eliminando in particolare il materiale interno e affidando a quattro ponti dello spessore massimo di 3mm la funzione di trasferimento dei carichi meccanici e termici. In aggiunta, oltre all'isolamento termico, tale asolatura della prolunga agevola ulteriormente lo smaltimento del calore durante il test grazie all'effetto di movimentazione dell'aria delle asole durante la rotazione del mandrino. Grazie a questi accorgimenti tecnici, con il contributo

aggiuntivo di una ventola di raffreddamento esterna puntata sul mandrino, la temperatura massima raggiunta sulla testa di misura non supera i 34 °C.

Al fine di minimizzare le dispersioni termiche, l'intercapedine tra gli utensili ed il tubo protettivo ceramico è dotata di anelli interni di materiale isolante a diverso grado di resistenza. Gli anelli di isolamento inferiore (18, 19) sono impilati sulla flangia di acciaio inox, quello superiore (20) presenta invece una lavorazione a gradino che consente l'appoggio sul bordo terminale superiore della camera di test.

Il riscaldamento della camera di test viene effettuato ad opera di una serie di elementi scaldanti in MoSi_2 (21), uniformemente distribuiti all'esterno della camera tubolare, lungo le pareti di isolante di diverso grado (22a, 22b, 22c), in grado di garantire un riscaldamento, in aria, senza alcun gas protettivo, sino a 1750°C.

Il modulo scaldante, ad apertura frontale, è costituito da due parti incernierate su un lato. I due semi-moduli (2a, 2b) si aprono sul piano di simmetria della testa di misura. Tale apertura consente di caricare il campione ed installare i tools e la camera tubolare in maniera molto agevole, sfruttando gli alloggiamenti ricavati sulle piastre in alluminio e gli inviti semicircolari per la camera tubolare ricavati sul tetto e sul pavimento del modulo. Una termocoppia di controllo posta esternamente ma a contatto della zona calda del tubo ceramico consente la misura ed il controllo

della temperature del sistema. Una curva di temperatura, calibrata in funzione della temperatura reale interna della camera, consente di correlare la temperatura letta all'esterno con la temperatura della sostanza da analizzare.

RIVENDICAZIONI

1. Macchina di prova in grado di analizzare sostanze solide e/o fluide e/o viscoelastiche ad alta temperatura grazie all'uso di utensili non convenzionali quali ceramici e metalli refrattari, resistenti fino a oltre 2300°C in ambienti non ossidanti protetti dall'ossidazione mediante un flusso di gas inerte.
2. Macchina secondo la rivendicazione 1, laddove detto ceramico è la grafite o il carburo di silicio o materiali compositi ceramici contenenti grafite e carburo di silicio, detto metallo refrattario è molibdeno o tungsteno o tantalio e detto gas inerte protettivo è argon, elio o azoto o una miscela di questi.
3. Macchina secondo la rivendicazione 1 o 2, per la misura della viscosità di sostanze fluide e viscoelastiche o per prove di compressione di solidi refrattari, comprendente due cilindri pieni in grafite a fungere da tool superiore e tool inferiore e lunghezza sufficiente a connettere i cilindri a contatto con la sostanza da analizzare o ad ulteriori tool a contatto con la sostanza da analizzare alle traverse di un telaio.
4. Macchina secondo la rivendicazione 1 o 2, per la misura delle proprietà reologiche di sostanze fluide e viscoelastiche comprendente due cilindri pieni di grafite lavorati in estremità in modo che quello convesso si inserisca nella cavità cilindrica dell'altro per una profondità di 20-50mm,

per formare un sistema a cilindri concentrici.

5. Macchina secondo la rivendicazione 1 o 2, che grazie all'utilizzo di un tubo ceramico sinterizzato e impervio di allumina o zirconia e mediante un flusso di gas inerti
5 introdotto da una delle estremità chiusa da una flangia protegge gli attrezzi posti al suo interno ed è in grado di analizzare sostanze ad altissime temperature ovvero fino a 2300°C nel caso il tubo è fatto in zirconia stabilizzata in fase cubica.
- 10 6. Macchina secondo la rivendicazione 1 o 2, comprendente un telaio con almeno un montante verticale, lungo il quale scorre una traversa mobile cui viene fissata una testa di misura, una cella di carico o un mandrino e su di essi è montato un utensile superiore; su detto almeno un montante è
15 collegata una traversa inferiore fissa che sostiene un utensile inferiore, allineato a quello superiore prima della misura e che durante la misura rimane fisso e sostiene il campione da misurare sia esso solido o liquido o un fluido viscoso.
- 20 7. Macchina secondo la rivendicazione 6 con funzione di viscosimetro, laddove la misura della viscosità di sostanze fluide avviene mediante la rotazione di detto utensile superiore fissato alla detta testa di misura che valuta lo sforzo necessario a mantenere ad una prefissata velocità l'utensile stesso o, alternativamente, mediante una testa di misura

capace di applicare uno sforzo predeterminato e valutare la velocità di rotazione dell'utensile.

8. Macchina secondo la rivendicazione 6 o 7, laddove detti utensili assumono una configurazione coppa-cilindro, piatto-piatto o piatto-cono.

9. Macchina secondo una delle rivendicazioni da 6 a 8, con funzione di reometro rotazionale per sostanze viscoelastiche, con applicazione di un moto oscillatorio e misura dello stress risultante.

10. Macchina secondo una delle rivendicazioni 1, 2 o 6 con funzione di strumento per analisi meccaniche su materiali solidi, in grado di effettuare prove di trazione, compressione, flessione e taglio, con detti utensili refrattari collegati ad una cella di carico in grado di valutare le sollecitazioni meccaniche sul campione.

11. Analizzatore meccanico e reometrico ad alta temperatura (1) per la misura di viscosità in stazionario e in dinamico di vetri, vetroceramici, metalli e leghe metalliche, caratterizzato da:

a. un modulo scaldante (2),

b. un sistema di riferimento costituito da due piastre in alluminio fresate (9, 10),

c. una flangia raffreddata ad acqua (6) come supporto dell'attrezzo inferiore (3) e dotata di un foro di adduzione del gas (15),

d. mezzi per il controllo della temperatura

e. una coppia di attrezzi (3, 4) di vari diametri e configurazioni, con l'attrezzo inferiore alloggiato nella detta flangia di raffreddamento (6) ,

5 f. una prolunga di giunzione (7), che si innesta da un lato in un mandrino di una testa di misura (1a) del reometro e, dal lato opposto, con la parte terminale di detto attrezzo superiore (4),

10 g. una ulteriore prolunga di giunzione dotata di asolature centrali (17).

12. Analizzatore secondo la rivendicazione 1, 2 o 11, laddove detto modulo scaldante è costituito da elementi in MoSi_2 .

13. Analizzatore secondo la rivendicazione 1, 2 o 11, laddove detto modulo scaldante è costituito da resistenze di grafite o
15 molibdeno o tungsteno protette da un flusso di gas inerte.

14. Analizzatore secondo la rivendicazione 1, 2 o 11, laddove detto modulo scaldante è costituito da un sistema ad induzione che utilizza gli utensili come suscettori.

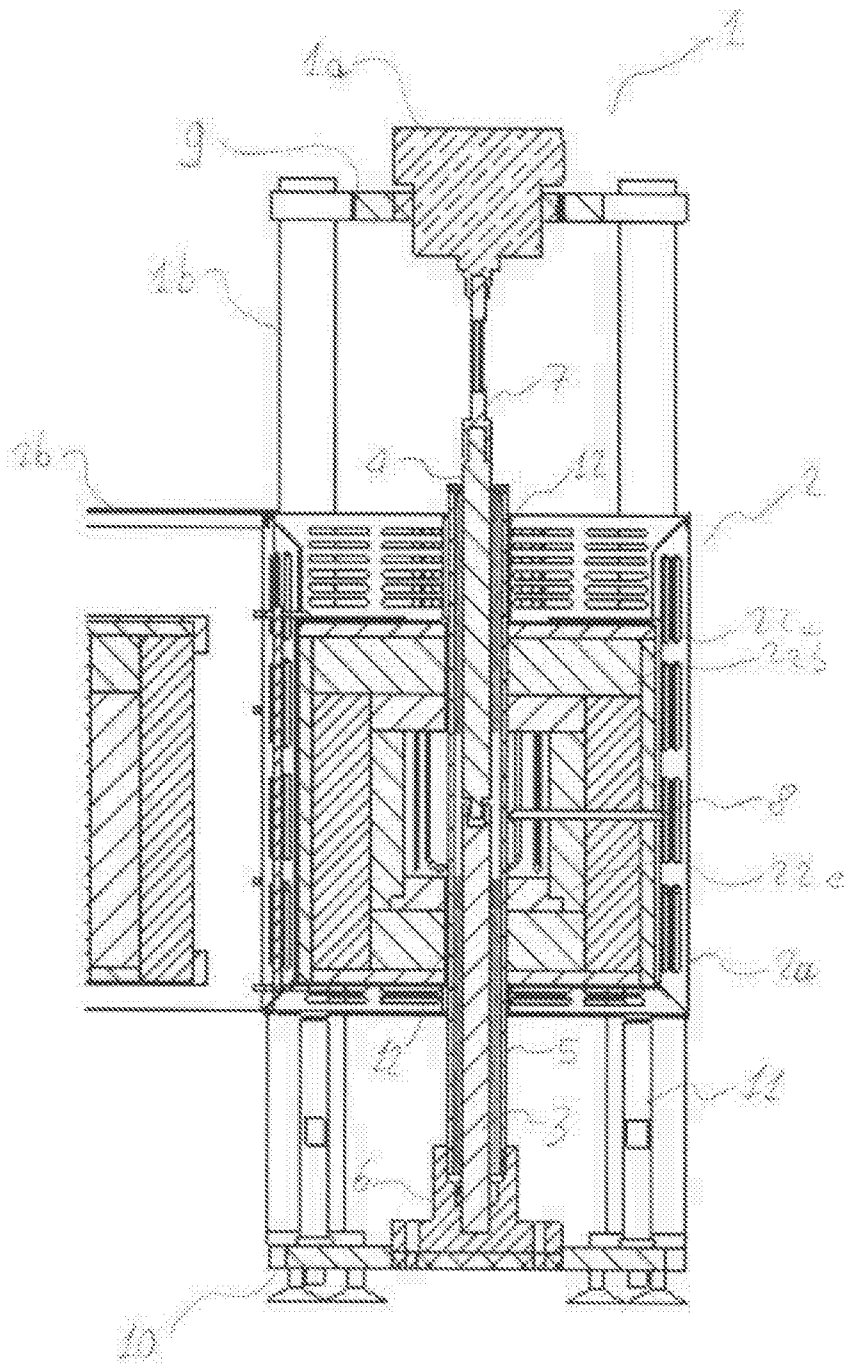


Fig. 1

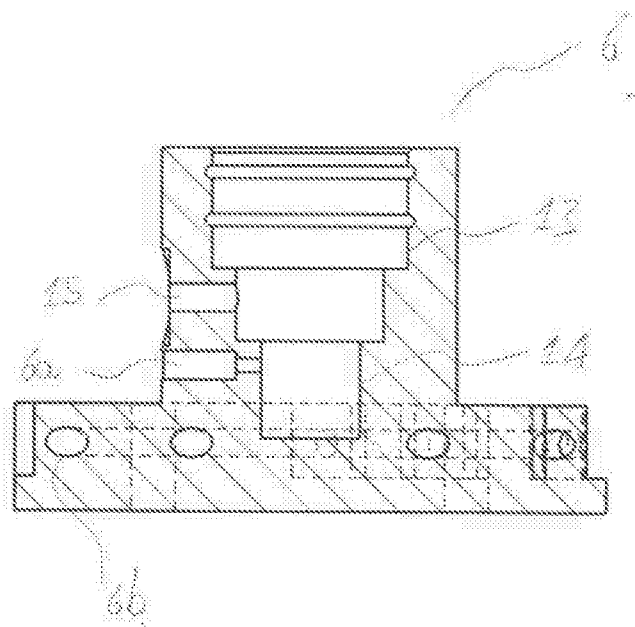


Fig. 2

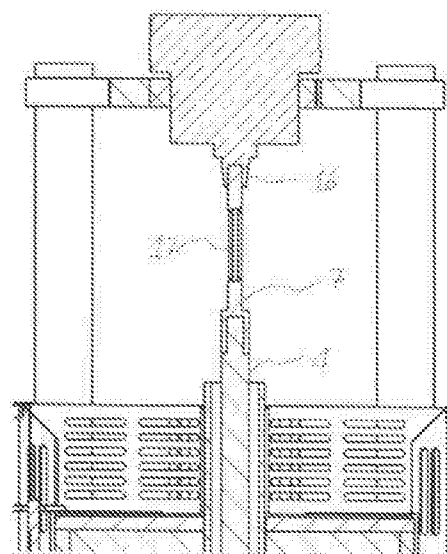


Fig. 3

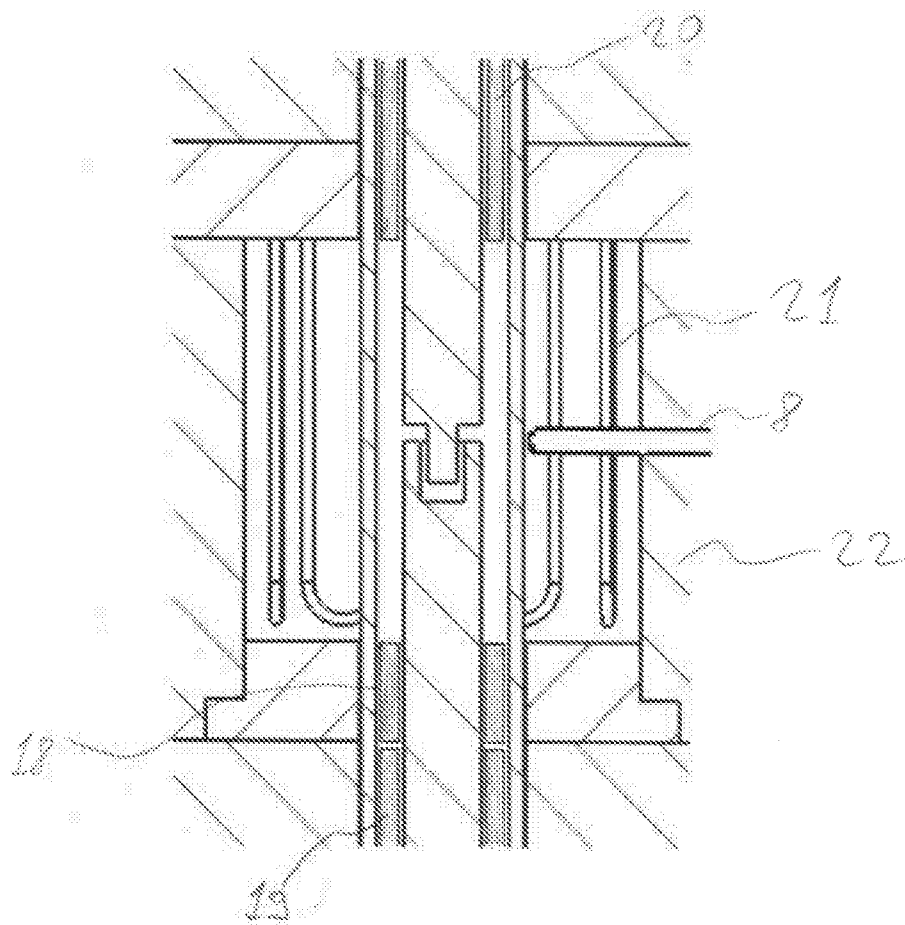


Fig. 4