

ALMA MATER STUDIORUM - UNIVERSITA' DI BOLOGNA

Dottorato di ricerca in Ingegneria Elettrotecnica

XXV ciclo

**Sviluppo e Caratterizzazione di Bulk
Superconduttori in MgB_2 per Sistemi di
Levitazione**

Ing. Elena Perini

Coordinatore: Prof. Domenico Casadei

Relatori: Massimo Fabbri

Antonio Morandi

Settori concorsuali: 09/E1

Settori Scientifico Disciplinari: ING-IND/31

Esame finale anno 2014

A Diego, Federico e Sara

Ringraziamenti

Desidero innanzitutto ringraziare il prof. Morandi e il prof. Fabbri per il loro accompagnamento durante questo lungo corso di Dottorato. Ringrazio in particolar modo il Dott. Giovanni Giunchi, senza il quale questa tesi non avrebbe potuto essere realizzata e la società Edison per avermene dato l'opportunità.

A Diego, per la sua presenza costante in questi lunghi anni, quasi 10 ormai, per esserci sempre e comunque, per avermi tenuto la mano nei momenti difficili e per avermi fatto diventare la persona che sono. Ti amo e questa volta la prima dedica è tutta per te!

A Sara e Federico (e perché no, anche Argo) perché esistete e per il bene che vi voglio, per quanto mi avete cambiato la vita e continuate a farlo ogni giorno.

Ai miei genitori, che saranno ormai stanchi della durata infinita del mio percorso scolastico, ma che vivono ogni volta come se fosse la prima. Ai miei suoceri, grazie di tutto.

Un ringraziamento anche all'Ing. Luca Saglietti, grazie al quale i lunghi giorni di laboratorio non sono mai stati noiosi.

Indice

Indice	i
Introduzione	1
Superconduttori per applicazioni di potenza	3
1.1 Cenni storici sulla superconduttività	4
1.2 Superconduttori ad alta temperatura critica	6
1.2.1 YBCO	6
1.2.2 BSCCO	9
1.3 Superconduttori a bassa temperatura critica	11
1.3.1 Leghe e nb-Ti	11
1.3.2 Nb ₃ Sn	14

1.4 Diboruro di magnesio	18
1.4.1 Struttura cristallina	18
1.4.2 Reazione di formazione dello MgB_2	19
1.4.3 Preparazione e metodi di sintesi	26
1.4.3.1 Polvere	26
1.4.3.2 Manufatti (bulks)	27
1.4.3.3 Fili e nastri	28
1.4.4 Caratteristiche superconduttive	30
1.4.4.1 $H_{c2}(T)$ Campo critico	30
1.4.4.2 J_c Densità di corrente critica	33
2. TECNOLOGIA Mg-RLI E APPLICAZIONI REALI	38
2.1 Il metodo Mg-RLI per la produzione di bulk	39
2.2 I precursori	42
2.3 La reazione di sintesi	47
2.3.1 Le impurezze	51
2.4 MAGBOR	52
2.4.1 Oggetti di grandi dimensioni	54

2.4.2 Inerti superconduttivi in substrati metallici (SIMS)	56
2.5 Fibre	57
2.6 Flywheels e cuscinetti superconduttivi	61
2.7 Sistemi MAGLEV	65
3. SISTEMA DI LEVITAZIONE	65
3.1 Set-up sperimentale	66
3.1.1 Il sistema da vuoto	73
3.1.2 La strumentazione hardware	74
3.1.2.1 Il sistema di movimentazione.....	76
3.1.2.2 Gestione della temperatura	78
3.1.2.3 Set-up per misure di forze di levitazione	81
3.1.2.4 Set-up per misure di spin down	83
3.2 Il software LABVIEW	86
3.2.1 Lakeshore	86
3.2.2 Isel.....	88
3.2.3 Force Measurement	89
3.2.4 Rotation	92

4. Risultati sperimentali	94
4.1 Protocollo sperimentale	95
4.1.1 Misure in Zero Field Cooling.....	97
4.1.2 Misure In Field Cooling.....	98
4.1.3 Misure di relaxation time	98
4.1.4 Misure di spin-down.....	99
4.1.5 Magnete permanente in SmCo	100
4.1.6 Binari di magneti permanenti	101
4.2 Disco superconduttore in MgB ₂	103
4.2.1 Disco intero di MgB ₂ e singolo PM	104
4.2.2 Disco tagliato di MgB ₂ e singolo PM	114
4.2.3 Disco giuntato di MgB ₂ e singolo PM	117
4.2.4 Simulazione numerica	122
4.3 Cilindro in MgB ₂	127
4.3.1 Cilindro MgB ₂ con singolo PM	128
4.3.2 Cilindro MgB ₂ con singolo PM stack.....	132
4.3.3 Cilindro MgB ₂ con 3 PM stack	135

Indice

4.3.4 Cilindro MgB ₂ con 5 PM Stack	135
4.3.5 Simulazione per ottimizzazione PM	140
4.4 Piastra in MgB ₂	146
4.4.1 Piastra T45 e binario PM A1	148
4.4.2.1 PM con magnetizzazione perpendicolare all'asse del moto	148
4.4.2.2 PM con magnetizzazione parallela all'asse del moto	151
4.4.2 Plastra T45 e binario PM A1BIS	152
4.4.2.1 PM parallelo asse x.....	152
4.4.2.2 PM perpendicolare all'asse x.....	158
5. Progetto criopattino.....	175
5.1 Layout del criopattino e della pista magnetica	176
5.2 Studio preliminare di un sistema di raffreddamento mediante N ₂ solido.	184
5.1.1 Considerazioni preliminari sui liquidi criogenici.....	185
5.2.2 Sistema di raffreddamento	187
Conclusioni	199
Bibliografia	201

Introduzione

Il nuovo scenario energetico mondiale richiede sempre più la presenza di sistemi di accumulo dell'energia elettrica per stoccaggio e sfruttamento delle fonti di energia rinnovabili. In questo ambito si inseriscono i SCFW (Superconducting Fly Wheel), sistemi di storage meccanico basati su volani e cuscinetti superconduttivi. In questa applicazione si sfrutta la capacità dei materiali superconduttori di levitare in modo passivo eliminando quindi ogni forma di attrito: si aumenta così il rendimento del sistema di accumulo e, nel contempo, si semplificano i controlli dinamici del rotore.

Negli ultimi anni poi, si è assistito ad un'accelerazione nello studio di sistemi di trasporto di nuova generazione ad altissime prestazioni, che si basano sul principio della levitazione superconduttiva. Ad esso sono seguiti treni sempre più veloci, fino a raggiungere il record mondiale di 581 km/h del treno giapponese MLX01.

La scelta del materiale superconduttivo non è di certo trascurabile: è fondamentale che sia altamente densificato per avere buone proprietà meccaniche e, naturalmente, proprietà superconduttive ottimali.

In questo scenario così fervido s'inserisce la tecnologia di Infiltrazione Reattiva di Mg Liquido (Mg-RLI), sviluppata in Edison S.p.A., che consente di ottenere bulk densificati di MgB_2 (temperatura di transizione 39 K) con ottime caratteristiche superconduttive e di grandi dimensioni. Inoltre tale procedimento è relativamente semplice e poco costoso. Tutto ciò rende l' MgB_2 ottenuto con tecnologia Mg-RLI estremamente competitivo rispetto ai tradizionali superconduttori a bassa temperatura critica (LTS) e ai più avanzati HTS (High Temperature Superconductors).

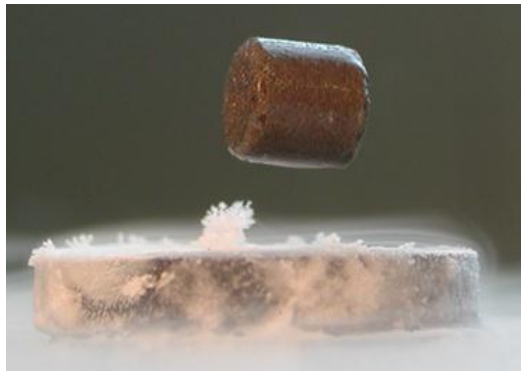
L'obiettivo di questo lavoro di tesi è la caratterizzazione sperimentale di oggetti bulk prodotti con tecnologia proprietaria Edison sotto il punto di vista della levitazione superconduttiva e la progettazione di un dimostratore di interesse applicativo. L'attività sperimentale è stata svolta presso il Centro Ricerca & Sviluppo della società Edison, sito a Trofarello (TO).

I temi trattati durante il dottorato hanno riguardato sia aspetti specifici da laboratorio sia aspetti di tipo ingegneristico/progettuale. Di primaria importanza è stata la progettazione e messa a punto di un sistema di misura per le forze di levitazione, in grado di monitorare il comportamento superconduttivo di campioni di diversa forma, in funzione della temperatura, dei magneti permanenti utilizzati e delle diverse configurazioni di misura (Zero Field Cooling, Field Cooling).

Le competenze acquisite durante lo studio dell'interazione tra un campione superconduttivo e magneti permanenti e i modelli numerici sviluppati e validati sulla base dei risultati sperimentali, sono state utilizzate per la progettazione del dimostratore.

1

Superconduttori per applicazioni di potenza



Superconduttività è il nome dato alla eccezionale combinazione di proprietà elettriche e magnetiche che si manifesta in alcuni materiali quando sono raffreddati a temperature estremamente basse. Queste basse temperature divennero accessibili per

la prima volta nel 1908 quando H. Kamerlingh Onnes dell'Università di Leida riuscì a liquefare l'elio e a raggiungere temperature dell'ordine di 1 K (Premio Nobel per la fisica nel 1913). Nel 1911 fu lo stesso Onnes a scoprire la superconduttività su un campione di mercurio. Nei 100 anni successivi sono state numerose le scoperte e le applicazioni di questo fenomeno, dai nuovi supermateriali ai treni a levitazione magnetica.

Obiettivo di questo capitolo è riepilogare le principali caratteristiche dei materiali superconduttori, con particolare riferimento al diboruro di magnesio.

1.1 CENNI STORICI SULLA SUPERCONDUTTIVITÀ

L'anno di nascita della superconduttività è il 1911, anno in cui fu scoperta la superconduttività su un campione di mercurio portato a 4.2 K mediante immersione in elio liquido. Nell'ambito di questi pionieristici esperimenti alle basse temperature egli scoprì che alla temperatura di 4.2 K la resistenza di un campione di mercurio cadeva a valori bassissimi, al di sotto delle capacità di misura sviluppate nel suo laboratorio. Già Kamerlingh Onnes riconobbe in corrispondenza dei 4.2 K il mercurio passava in un nuovo stato fisico, con proprietà diverse da quelle precedentemente conosciute e questo nuovo stato fu denominato stato superconduttivo.

Studi successivi dimostrarono che i superconduttori hanno proprietà magnetiche inaspettate, quali quelle di un diamagnete perfetto (effetto Meissner – Ochsenfeld) e che la superconduttività non si manifestava in presenza di un campo magnetico sufficientemente intenso. I primi materiali superconduttori scoperti furono gli elementi metallici (mercurio, piombo, niobio, etc.), un certo numero di leghe e anche di composti intermetallici [1]. Nel 1986 fu fatto un notevole passo avanti nella superconduttività: J. G. Bednors e K. A. Muller scoprirono la superconduttività ad alta temperatura critica (superiore alla temperatura di liquefazione dell'azoto, 77 K) in una fase del La-Sr-Cu O con una T_c di circa 36 K. A questa scoperta fece seguito a breve la sintesi dell' $YBa_2Cu_3O_7$ con T_c di 91 K, uno dei superconduttori di maggiore interesse applicativo, e del BSCCO

(bismuto-stronzio-calicio-rame-ossigeno) e di molti altri composti a base di Cu, Bi, Tl e Hg con T_c maggiori, attorno a 100 K. È datata 2001 la scoperta della superconduttività nel diboruro di magnesio a temperature inferiori ai 40 K. La presente tesi verte sulle proprietà e le applicazioni di tale superconduttore prodotto nella forma di bulk

Oggi, dunque, è noto che non solo i metalli puri (es. stagno, piombo, niobio) ma anche composti intermetallici (es. Ni_3Sn , MgB_2), ossidi ceramici (es. $(La,Sr)_2CuO_4$, $YBa_2Cu_3O_7$, $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$) e materiali organici (es. K_3C_{60}) diventano superconduttori. Con il passare degli anni si sono scoperti materiali con temperatura critica sempre più alta: attualmente si conoscono alcuni ossidi superconduttori con temperatura critica superiore ai 130K mentre per i metalli e le leghe la T_c è normalmente nell'intervallo 1 – 18 K.

Una delle molte classificazioni dei materiali superconduttori è quella basata sulla loro temperatura critica [2]: materiali con T_c inferiore ai 30K vengono definiti superconduttori a bassa temperatura critica (LTS Low-Temperature Superconductors) in contrasto ai materiali che hanno una temperatura critica superiore ai 30K definiti superconduttori a alta temperatura critica (HTS High-Temperature Superconductors).

Per temperature superiori alla loro temperatura critica i materiali superconduttori presentano resistività piuttosto elevate, maggiori dei conduttori di interesse pratico a temperatura ambiente come Cu e Al (i quali, fra l'altro, non sono interessati al fenomeno della superconduttività).

L'innalzamento della temperatura critica è uno degli aspetti che riveste una grossa importanza nello sviluppo e nella diffusione della superconduttività in quanto rende più semplice la realizzazione e più economico l'esercizio dei sistemi criogenici necessari a raffreddare i superconduttori; comunque non si devono dimenticare altri requisiti del materiale, altrettanto importanti, come: la capacità

di sopportare campi magnetici intensi, il presentare contenute perdite energetiche quando vengono eserciti in AC, ecc...

Nel seguito si darà un cenno alle principali caratteristiche dei superconduttori di interesse applicativo, sia LTS sia HTS, e si descriveranno con maggiore dettaglio le proprietà del superconduttore oggetto della presente tesi: il diboruro di magnesio.

1.2 SUPERCONDUTTORI AD ALTA TEMPERATURA CRITICA

I superconduttori ad alta temperatura critica (SAT - HTS) sono i materiali superconduttori più promettenti per quanto riguarda le possibili applicazioni elettriche poiché hanno una T_c sufficientemente alta da consentirne l'utilizzo in sistemi criogenici all'azoto liquido con costi in €/l di gran lunga inferiori rispetto all'elio liquido.

Nel seguito descriveremo brevemente i due HTS di maggiore maturità e interesse applicativo: l'YBCO e il BSCCO.

1.2.1 YBCO

L'YBCO fu il primo superconduttore con temperatura critica superiore ai 77 K e quindi il più largamente studiato. È un ossido di ittrio, bario e rame, con una struttura di base perovskitica, con parametri di cella pari a: $a = 3.83 \text{ \AA}$, $b = 3.88 \text{ \AA}$ e $c = 11.68 \text{ \AA}$. Le posizioni atomiche nella cella unitaria sono date in tabella 1.1 [3].

Atomi	X	Y	z
Y	0.5	0.5	0.51
Ba	0.5	0.5	± 0.18
Cu1	0	0	0
Cu2	0	0	± 0.35
O1	0	0	± 0.15
O2	0.5	0	± 0.37
O3	0	0.5	± 0.37
O4	0	0.5	0

Tabella 1.1 - Posizione dei singoli atomi nella cella unitaria ortorombica del Y-123.

Triplicando la cella unitaria perovskitica (ABO_3) e sostituendo un atomo di ittrio ogni 3 di bario, si ottiene $YBa_2Cu_3O_9$. Per rendere tale composto superconduttore sono necessarie poco più di due vacanze di ossigeno; la formula può essere pensata come $YBa_2Cu_3O_{9-2-6}$. La caratteristica fondamentale di tale struttura è la presenza di due piani di CuO_2 . In questi piani ciascun atomo di rame è strettamente legato con quattro atomi di ossigeno in una configurazione planare approssimativamente quadrata; la lunghezza di tali legami è di circa 0.19 nm. Tale struttura è rappresentata nella figura seguente (vedi fig. 1.1).

Nell'YBCO due piani CuO_2 sono sovrapposti nella direzione c e sono separati da strati intercalari composti da atomi di rame e bario, con un numero variabile di atomi di ossigeno. Questi piani di CuO_2 raggruppati, sono poi impilati tra atomi di ittrio lungo la direzione c.

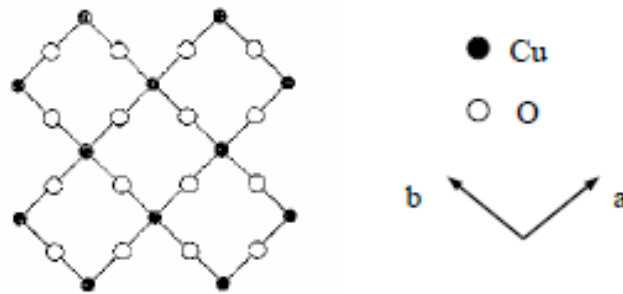


Figura 1.1 - Piano di CuO_2 nella struttura dell'YBCO.

Nelle seguenti immagini viene mostrata la struttura dell' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, nei due casi estremi: quando $\delta = 0$ e quando $\delta = 1$, e nel passaggio dall'una all'altra (fig. 2.1).

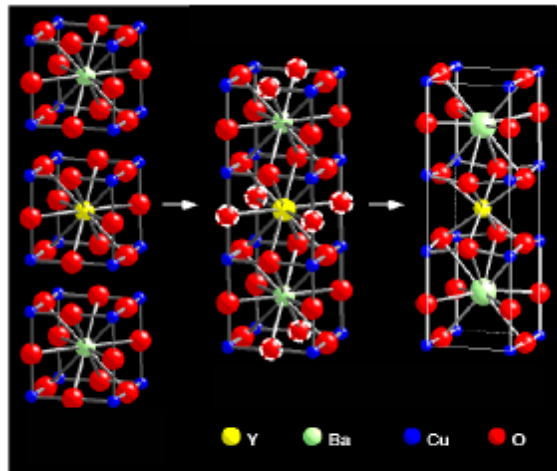


Figura 2.1 - Struttura di $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ e $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_6$.

Secondo l'interpretazione teorica maggiormente accettata i piani di CuO_2 nei superconduttori ad alta T_c siano i canali per la superconduttività, mentre gli strati intercalanti forniscono portatori e agiscono come "riserva di carica" necessaria per la superconduttività. Il numero di portatori della superconduttività

dipende naturalmente dalla chimica del sistema e dall'ammontare di carica trasferita tra i piani di CuO_2 e gli strati intermedi.

Come tutti gli ossidi l'YBCO è molto fragile, è quindi necessario un supporto che permetta di maneggiarlo in modo più semplice. A tal fine spesso i film sono depositati su substrati metallici di nichel e leghe nichel-tungsteno. Si evidenzia la struttura fortemente anisotropa di tale superconduttore, il che comporta che per produrre fili o bulk di interesse applicativo su necessari processi molto controllati (film di pochi micron tessiturati) o con condizioni estreme (alte pressioni e alte temperature per produrre monocristalli).

1.2.2 BSCCO

L'acronimo BSCCO richiama le fasi dei superconduttori a base bismuto con formula generale $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4+\delta}$. Le due fasi di interesse applicativo sono:

- 2212, $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ con $n=2$ e $T_c \approx 90 \text{ K}$;
- 2223, $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ con $n=3$ e $T_c \approx 110 \text{ K}$.

La cella unitaria della fase 2212 ha una simmetria pseudotetragonale, con parametri reticolari pari a : $a = b = 5.4 \text{ \AA}$ e $c = 30.7 \text{ \AA}$ (vedi fig. 3.1). Le posizioni atomiche nella cella unitaria sono date in tabella 2.1.

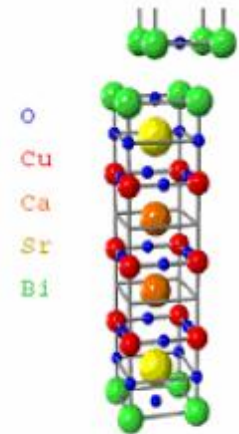


Figura 3.1- Cella unitaria del BSCCO-2212.

Atomi	x	y	z
Bi	0	0	0.199
Sr	0.5	0.5	0.109
Ca	0.5	0.5	0
Cu	0	0	0.054
O1	0	0.5	0.051
O2	0.5	0.5	0.198
O3	0	0	0.120

Tabella 2.1 - Posizione dei singoli atomi nella cella unitaria pseudotetragonale del Bi-2212 [4].

La sequenza di impilaggio dei piani è la seguente: $(\text{BiO})_2 / \text{SrO} / \text{CuO}_2 / \text{Ca} / \text{CuO}_2 / \text{SrO} / (\text{BiO})_2 / \text{SrO} / \text{CuO}_2 / \text{Ca} / \text{CuO}_2 / \text{SrO} / (\text{BiO})_2$. Tali piani possono essere divisi in due gruppi: uno che consiste in $\text{SrO} / \text{CuO}_2 / \text{Ca} / \text{CuO}_2 / \text{SrO}$, che ha una struttura perovskitica; come già detto precedentemente i piani di CuO_2 sono i piani di conduzione della supercorrente. L'altro gruppo, costituito da $\text{SrO} / (\text{BiO})_2 / \text{SrO}$, ha una struttura del tipo NaCl. I piani $(\text{BiO})_2$ svolgono il ruolo di riserva di carica.

La fase 2223 presenta anch'essa una struttura pseudotetragonale, con parametri di cella di $a = b = 5.4 \text{ \AA}$ e $c = 37 \text{ \AA}$. Tali valori cambiano essenzialmente in base alla sostituzione cationica; a differenza della fase 2212 presenta tre piani CuO_2 invece di due. Le posizioni atomiche nella cella unitaria sono date in tabella 3.1.

Come nel caso dell'YBCO anche il BSCCO viene supportato da substrati o da matrici e lamine a seconda della tecnologia utilizzata.

Atomi	x	y	z
Bi	0	0	0.211
Sr	0.5	0.5	0.135
Ca	0.5	0.5	0.046
Cu1	0	0	0
Cu2	0	0	0.091
O1	0	0.5	0
O2	0	0.5	0.091
O3	0	0	0.161
O4	0.5	0.5	0.123

Tabella 3.1 - Posizione dei singoli atomi nella cella unitaria pseudotetragonale del Bi-2223 [4].

1.3 SUPERCONDUTTORI A BASSA TEMPERATURA CRITICA

All'interno di questa famiglia rientrano i superconduttori che presentano temperatura di transizione inferiore a 25 K. I principali superconduttori a bassa temperatura critica utilizzati nelle applicazioni di potenza sono il Nb₃Sn e il NbTi.

1.3.1 LEGHE E Nb-Ti

Numerose leghe binarie, costituite da soluzioni solide disordinate di due elementi di transizione miscelati in proporzioni variabili, mostrano transizione superconduttiva.

La dipendenza della temperatura critica delle leghe superconduttive dalla loro composizione non segue regole universali: la T_c può infatti essere più alta, compresa o inferiore a quelle dei singoli costituenti.

Le leghe più studiate sono quelle fra il niobio e alcuni elementi di transizione quali Ti, V, Zr, Mo, Ta o W; le soluzioni solide $Nb_{0.75}Zr_{0.25}$ ($T_c = 11$ K) and $Nb_{0.75}Ti_{0.25}$ ($T_c = 10$ K) sono le più diffuse, e mettono in luce la tendenza dei materiali ad essere stechiometrici, già evidenziata nel caso dei composti. La temperatura critica della lega Nb-Zr è la più elevata fra quelle relative a soluzioni solide. La maggior parte delle leghe binarie analizzate presenta nella sua composizione almeno un elemento superconduttore, in alcuni casi ($NbTc_3$, VRu) entrambi; i rapporti atomici privilegiati fra i costituenti sono spesso pari a 1:1, 1:2 e 1:3. Le leghe Mo-Re ($T_c > 11$ K) sono tra i più duttili materiali superconduttori noti.

Recenti studi su composti e leghe, infine, si sono concentrati su $KxMoS_2$ (Gupta et al., 1991), $Mo_{79}Ge_{21}$ (Missert et al., 1989), Mo-Ta (Maritato et al., 1988), Ni_xZr_{1-x} (Schultz et al., 1987) e V-Si (Kanoda et al., 1989).

Le leghe niobio-titanio (Nb-Ti) sono quelle che al momento trovano maggiori applicazioni su vasta scala e, di conseguenza, sono anche le più consolidate dal punto di vista tecnologico. Le pionieristiche ricerche su questo materiale, effettuate presso i laboratori Westinghouse, hanno condotto alla realizzazione dei primi fili commerciali superconduttori nel 1962: la duttilità della lega e la possibilità di co-processarla con il rame ne ha favorito l'utilizzo e la trasformazione in un ampio numero di conduttori compositi. La T_c è di circa 10 K mentre H_{c2} si avvicina a 15 T: questa limitazione sul valore di campo critico la rende meno performante rispetto al più costoso Nb_3Sn , ma non ne impedisce l'utilizzo nella maggior parte delle applicazioni convenzionali. I vantaggi legati alla possibilità di realizzare manufatti superconduttori mediante tecnologie di formatura standard per i materiali metallici hanno condotto a realizzare la maggior parte dei sistemi magnetici superconduttori costruiti finora (bobine superconduttrici ecc.) utilizzando conduttori in Nb-Ti; la tipologia di cavo più

comunemente utilizzata è quella di tipo Rutherford, con diametri minimi dei cavi disponibili sul mercato dell'ordine di 0.2-0.3 mm. La realizzazione di questi cavi prevede di affogare in una matrice di Cu un elevato numero di sottili filamenti di Nb-Ti (trafilati fino a raggiungere i 20 μm ca di diametro, vedi fig. 4.1).

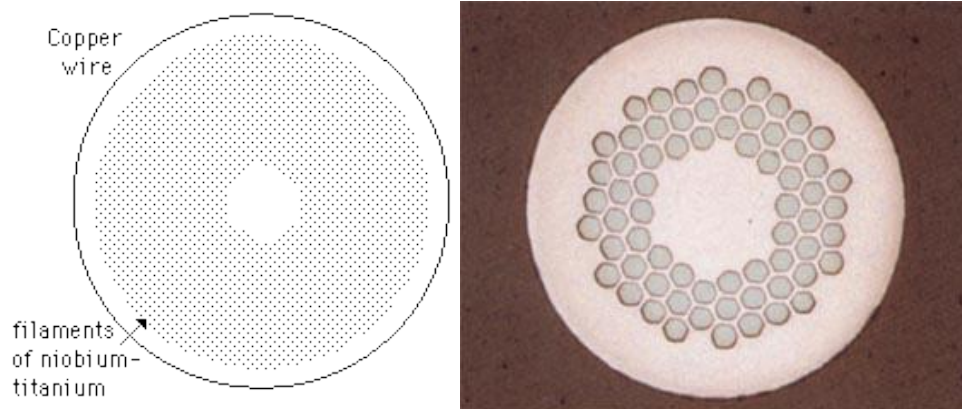


Figura 4.1 – Cavo di NbTi con guaina in rame.

La struttura portante in rame assicura buona resistenza meccanica al cavo: la sua seconda funzione è di tipo elettrico, poiché costituisce un percorso alternativo di ampia sezione dove la corrente può fluire nel caso in cui la superconduttività sia perduta a causa di un sovrariscaldamento accidentale. L'utilizzo di filamenti di Nb-Ti estremamente sottili dipende invece dal fatto che le supercorrenti circolano all'interno del superconduttore solo in corrispondenza della superficie, per una profondità pari alla lunghezza di penetrazione: massimizzando il numero dei filamenti (e riducendone quindi la sezione, utile solo fino alla dimensione di penetrazione) è possibile incrementare il valore di densità di corrente trasportato dal cavo.

La maggiore applicazione delle leghe Nb-Ti risiede nel campo della costruzione di magneti superconduttori. Gli acceleratori di particelle, ad esempio, richiedono la presenza di magneti distribuiti lungo il circuito: in molti casi, per

poter sfruttare campi molto intensi e far acquistare alle particelle energie cinetiche molto elevate, vengono utilizzati magneti superconduttori, spesso realizzati in lega Nb-Ti.

Un'altra applicazione, analoga al caso del Nb₃Sn, è poi quella delle apparecchiature per NMR (Nuclear Magnetic Resonance) e per MRI (Magnetic Resonance Imaging): le analisi di risonanza magnetica richiedono campi magnetici intermedi (dell'ordine di 1 T), uniformi in una regione di spazio ampia e stabili nel tempo. Avvolgimenti superconduttori in Nb-Ti sono in grado di soddisfare questi requisiti.

1.3.2 Nb₃Sn

Risale al 1954 la scoperta della superconduttività nel gruppo di composti Nb-Sn, e il particolare il Nb₃Sn, diffusosi a livello industriale come superconduttore di II tipo nel caso di applicazioni in presenza di elevati campi magnetici. Sebbene sia più costoso degli altri LTS convenzionalmente utilizzati, il Nb₃Sn mantiene le sue proprietà superconduttive anche quando sottoposto a campi magnetici fino a 30 T, rispetto ai 15 T tollerati, ad esempio, dal NbTi. Le proprietà meccaniche del Nb₃Sn sono scarse: come prevedibile per un intermetallico, è particolarmente fragile e non può essere agevolmente trafilato. Inoltre, le elevate temperature di fusione rendono sconvenienti i processi di metallurgia delle polveri. Di conseguenza, è impossibile ottenere avvolgimenti e bobine (necessari per la realizzazione di magneti superconduttori, che rappresentano la principale applicazione di questo materiale) per deformazione meccanica dopo aver sintetizzato il materiale come Nb₃Sn. I processi produttivi di manufatti in Nb₃Sn si basano quindi sulla realizzazione di fili composti contenenti precursori duttili, che possono essere trafilati nei diametri desiderati e successivamente sottoposti a trattamento termico per l'ottenimento di Nb₃Sn.

Il processo “internal tin” prevede l’utilizzo di leghe separate di Nb, Cu e Sn: filamenti di Nb e barre di Sn sono affogati all’interno di una matrice di Cu seguendo una disposizione “a moduli”: ogni modulo è una struttura esagonale al cui centro è posizionato lo Sn, circondato da un elevato numero di filamenti di Nb. Il precursore del cavo superconduttore viene realizzato quindi assemblando un determinato numero di questi moduli, disposti secondo la geometria desiderata. Riducendo le dimensioni dei moduli e ottimizzando il rapporto Nb/Sn è possibile ottenere filamenti con buone caratteristiche superconduttive (vedi fig. 5.1).

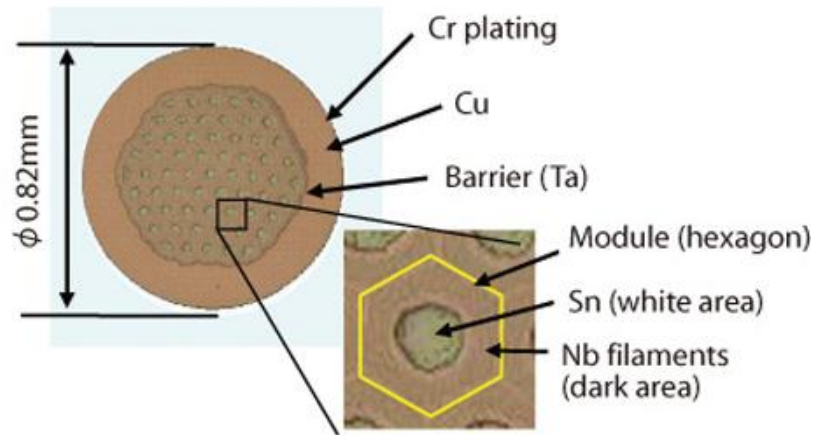


Figura 5.1 - Sezione del composito precursore dei filamenti realizzati con processo “internal tin”.

Il processo “bronze”, invece, prevede di distribuire filamenti di Nb all’interno di una matrice di Cu-Sn; contenuti crescenti di Sn all’interno del bronzo permettono di ottenere valori di corrente critica più elevati (vedi fig. 6.1).

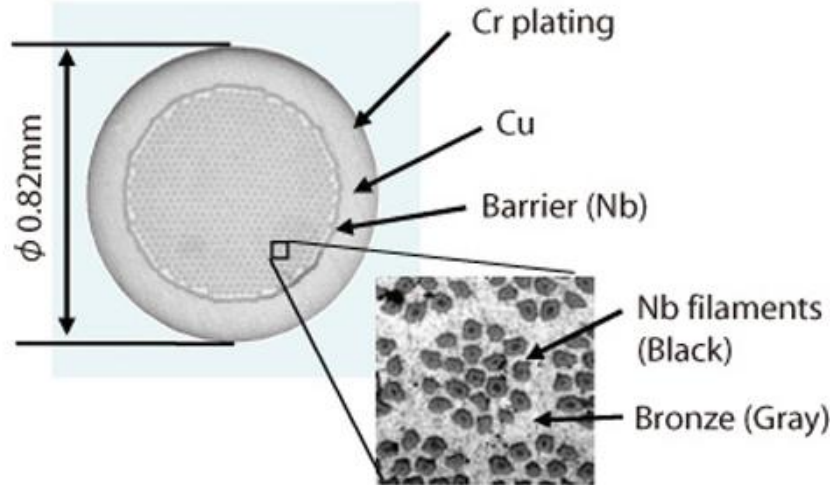


Figura 6.1 - Sezione del composito precursore dei filamenti realizzati con processo "bronze".

In entrambi i casi, il precursore di partenza, in forma di barra, viene trafilato fino al raggiungimento del diametro desiderato, avvolto in un solenoide o in un cavo e successivamente sottoposto al trattamento termico (nel caso del processo "bronze", ad esempio, condotto a 650 °C per 200 h), durante il quale Nb e Sn reagiscono a formare Nb_3Sn . Le proprietà di filamenti ottenuti seguendo i due metodi sono schematizzate in figura 7.1, e mostrano come i risultati migliori per quanto concerne le correnti critiche siano ottenibili col processo "internal tin". Un secondo metodo produttivo è quello denominato "powder-in-tube", ovvero un processo di metallurgia delle polveri nel quale particelle di fasi intermetalliche di Nb-Sn povere di Nb (Nb_6Sn_5 e $NbSn_2$, prodotte per via elettrochimica) reagiscono con un tubo di Nb a formare la fase Nb_3Sn .

La temperatura critica del materiale ottenuto è pari a 18.3 K: il raffreddamento viene pertanto operato in elio liquido ($T_{eb} = 4.2$ K).

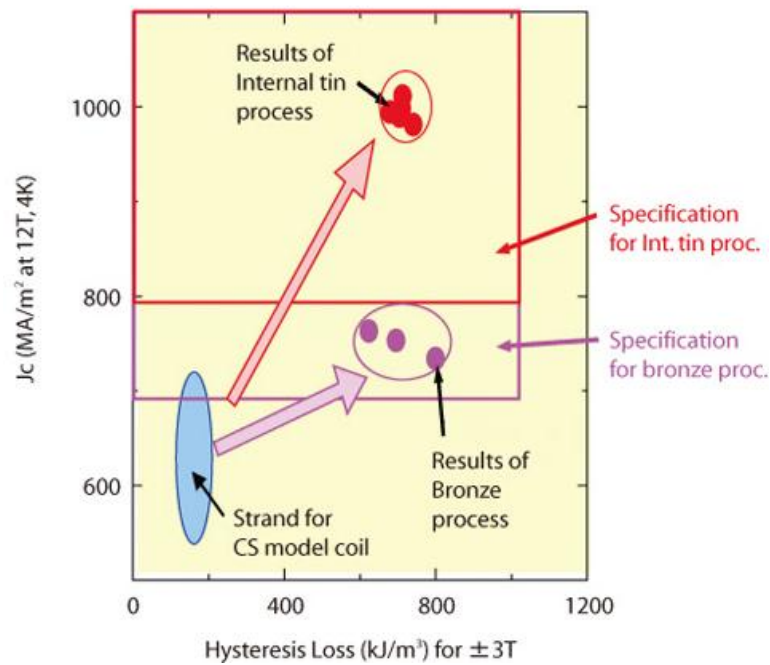


Figura 7.1 - Performance di fili ottenuti per mezzo di processi "bronze" e "internal-tin".

L'utilizzo del Nb_3Sn è quasi sempre legato alla realizzazione di magneti per applicazioni ad elevati campi (vedi fig. 8.1). Filamenti in Nb_3Sn sono ad esempio utilizzati per la realizzazione dei magneti superconduttori toroidali della camera del reattore sperimentale per studi sulla fusione nucleare ITER: questi magneti sono necessari per confinare il plasma e devono operare sotto campi magnetici di 12 – 13 T. Le bobine, di elevate dimensioni, devono essere realizzate con Nb_3Sn di elevata qualità e tale da presentare elevata J_c e basse perdite di isteresi in campi variabili. Una seconda applicazione dei cavi in Nb_3Sn è quella legata ai magneti per NMR.



Figura 8.1 - Cavo in Nb₃Sn.

1.4 DIBORURO DI MAGNESIO

Il diboruro di magnesio (MgB₂) è un materiale ceramico noto ai chimici già dall'inizio del XX secolo; la sua struttura, tuttavia, è stata descritta solo nel 1953 da Jones e Marsh. La scoperta delle proprietà superconduttive di questo composto risale invece al 2001, quando i gruppi di ricerca di J. Nagamatsu e J. Akimitsu, impegnati nell'individuazione di sostituti di Mg del CaB₆ (un semiconduttore), ne scoprirono la transizione superconduttiva a 39 K.

1.4.1 STRUTTURA CRISTALLINA

La scoperta della superconduttività nell'MgB₂, anch'esso composto intermetallico di struttura lamellare, ha confermato le previsioni derivate dalla BCS di temperature critiche più elevate per composti contenenti elementi leggeri,

suggerendo un ruolo strategico dei piani di B nei confronti delle proprietà superconduttive [4].

Il MgB_2 è un composto binario di struttura esagonale semplice di tipo AlB_2 , piuttosto comune tra i boruri. La struttura è determinata dalla sovrapposizione di piani di boro di tipo grafite separati da piani esagonali di atomi di magnesio. Le dimensioni della cella unitaria sono: $a = b = 3.086 \text{ \AA}$ e $c = 3.521 \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = 90^\circ$ e $\gamma = 120^\circ$. Gli atomi di magnesio sono disposti in corrispondenza del centro degli esagoni di atomi di B, e donano i loro elettroni di valenza a questi stessi piani per giungere al fenomeno della superconduttività alle basse temperature. Analogamente alla grafite, il MgB_2 mostra un notevole carattere covalente per il legame B-B tra atomi di B appartenenti allo stesso piano.

1.4.2 REAZIONE DI FORMAZIONE DELLO MgB_2

Il diagramma di fase binario per il sistema Mg – B, nella forma nota al momento della scoperta della superconduttività dello MgB_2 , è mostrato in fig. 9.1 [5]. Alla pressione di vapore del magnesio di 1 atm e alla temperatura di circa $1550 \text{ }^\circ\text{C}$, si forma il composto MgB_2 , in equilibrio con la fase MgB_4 e vapore di Mg. Dalla termodinamica del sistema magnesio – boro possiamo quindi dire che solo alte temperature e alte pressioni consentono la sinterizzazione del composto voluto.

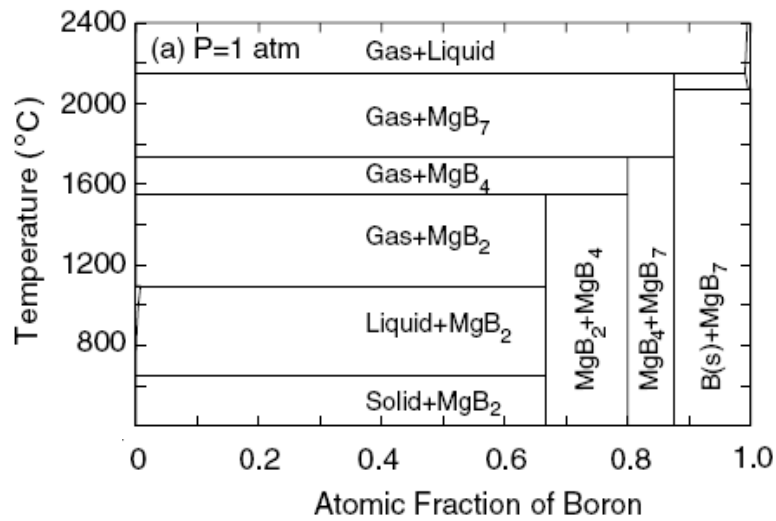
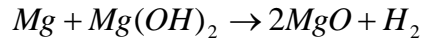


Figura 9.1 – Diagramma di fase binario per il sistema Mg – B.

Il magnesio è solitamente ricavato da due fonti diverse, in funzione del tipo di processo scelto: da polvere di Mg metallico di elevata purezza o dalla decomposizione del relativo idruro, MgH₂. Questo secondo precursore è utilizzato nei casi in cui sia richiesta un'elevata purezza dell'MgB₂ prodotto, in quanto garantisce minima ossidazione superficiale dopo la decomposizione, se mantenuto in atmosfera inerte. Uno studio riguardante la reazione tra B amorfo e Mg o MgH₂ [6], condotto utilizzando sia metodi di analisi termica differenziale (DTA) che di calorimetria differenziale a scansione (DSC), ha permesso di approfondire la conoscenza dei fenomeni coinvolti nella reazione di formazione dello MgB₂. Le analisi hanno messo in luce una serie di eventi endo- ed esotermici secondari, dovuti a decomposizione dei precursori utilizzati oppure a reazioni fra questi ultimi, le impurezze e l'atmosfera di processo: nel caso dell'utilizzo dell'idruro del Mg, è stato rilevato un evento endotermico a 375 °C per decomposizione del MgH₂; nel caso dell'utilizzo di Mg metallico, invece, i tracciati di DSC presentano diversi picchi esotermici, riconducibili a fenomeni diversi: formazione di MgO per misure in presenza di O₂ (T_{onset} = 500 °C), riduzione di

B₂O₃ presente come impurezza all'interno della polvere di B con il Mg (T_{onset} = 550 °C), decomposizione di Mg(OH)₂, presente sulla superficie delle particelle in seguito all'esposizione all'atmosfera del Mg puro, secondo la reazione



(T_{onset} = 425 °C).

La reazione di formazione dell'MgB₂, in corrispondenza della quale si manifesta un picco esotermico (per l'MgB₂ ΔH_f = - 91.96 kJ/mol), inizia in entrambi i casi per temperature vicine a 600 °C, e si completa per temperature inferiori alla fusione del Mg (650 °C): questo comportamento indica che la reazione fra il boro e il magnesio non richiede necessariamente la presenza di magnesio liquido, ma può essere il risultato dall'esposizione del B ai soli vapori di Mg. Successive prove in questo senso sono state compiute sospendendo filamenti di B cresciuti su anime di W qualche centimetro sopra il Mg: la segregazione dei filamenti dal liquido non ha impedito la formazione dell'MgB₂ [7].

Studi numerici sul diagramma di fase binario Mg – B in funzione della temperatura [5] mostrano che ad alte temperature e basse pressioni parziali di Mg, il B è in equilibrio con la fase gassosa. Per pressioni di Mg superiori a 10⁻⁶ Torr a 700 °C o a 10 Torr a 1500 °C, le fasi in equilibrio sono MgB₇ e il vapore di Mg. Ulteriori incrementi nella pressione di Mg portano alla formazione della fase MgB₂, fino alla deposizione di Mg liquido o solido sul film. In fig. 10.1 è riportato il diagramma di stato Mg – B a 850 °C in dipendenza della pressione di Mg [5].

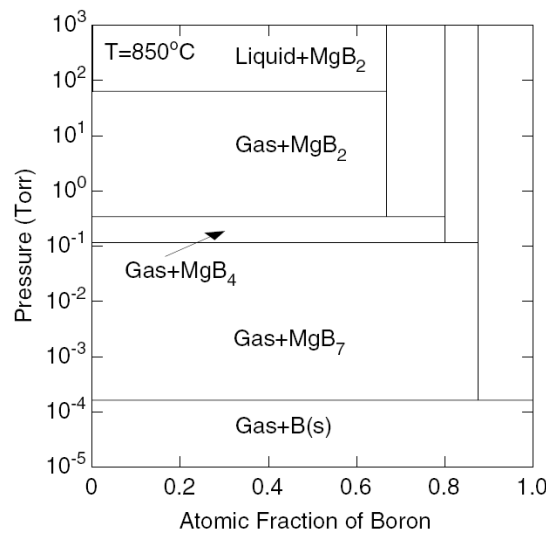


Figura 10.1 Diagramma di stato Mg – B a 850 °C.

Si può osservare come l'MgB₂ sia in equilibrio con i vapori di Mg quando la pressione parziale che questi esercitano è intorno ad 1 Torr. Al di sotto di questo valore, l'MgB₂ tende a decomporsi originando MgB₄ fino ad una pressione di Mg di equilibrio. Per evitare la decomposizione dell'MgB₂ in fase di reazione è quindi necessaria la presenza di Mg in eccesso tale da generare tensioni di vapore tali da garantire la stabilità termodinamica dello MgB₂ ad alte T.

La sintesi dello MgB₂ mostra inoltre dipendenza da processi diffusivi, ossia risulta dipendente dal tempo di mantenimento in temperatura: campioni di polvere con contenuti di B e Mg stechiometrici (sigillati all'interno di tubi di Ta in atmosfera di Ar ad elevata purezza) sottoposti ad un trattamento a 950 °C in atmosfera controllata per tempi compresi tra 15 minuti e 4 ore, hanno manifestato spettri di diffrazione a RX in cui i picchi caratteristici dell'MgB₂ sono tanto più sviluppati quanto più prolungato è stato il trattamento in temperatura.

La figura 11.1 riporta l'evoluzione dei pattern di diffrazione al variare del tempo di trattamento [7].

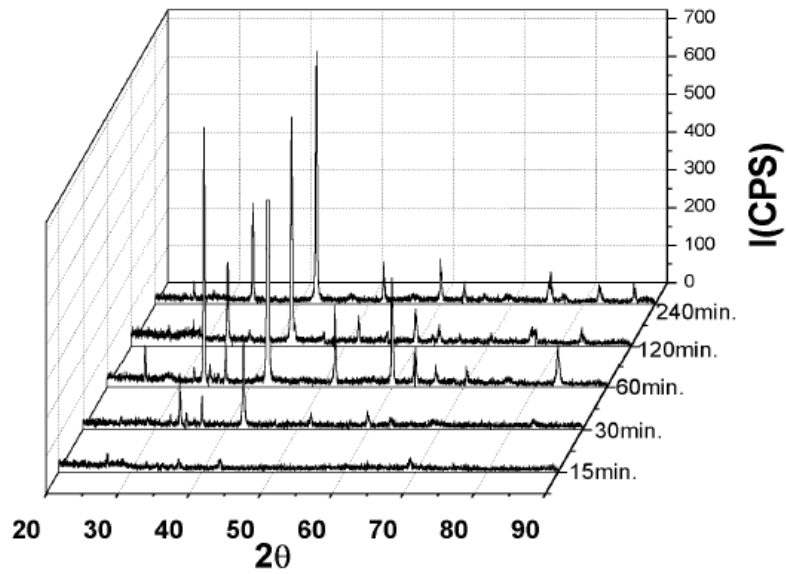


Figura 11.1 – Pattern di diffrazione in funzione del tempo.

Un pattern di diffrazione caratteristico per un campione di MgB₂ originato da un trattamento termico prolungato è riportato in fig. 12.1 [7]; si può notare che, per miscele stechiometriche di B e Mg, i picchi di diffrazione del B (presenti per un precursore di B cristallino) e del Mg metallico scompaiono completamente.

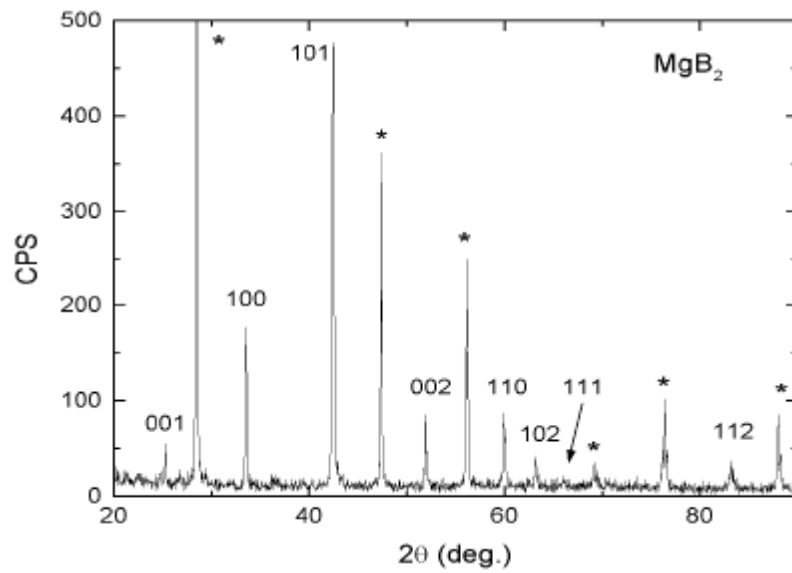


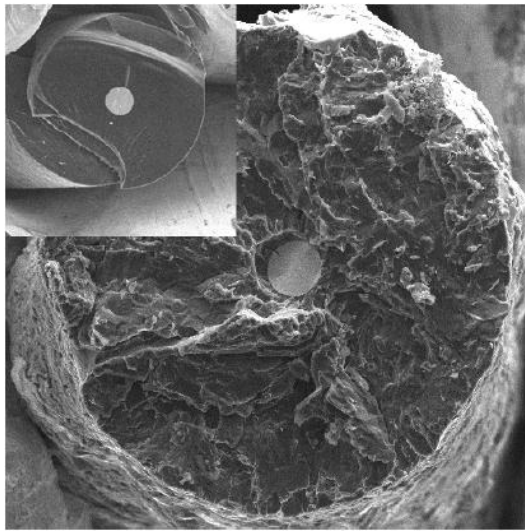
Figura 12.1 – Spettro di diffrazione MgB₂.

Una caratteristica peculiare della reazione di formazione del MgB₂ è che avviene con aumento di volume rispetto al boro precursore, ma senza apparenti modificazioni della forma posseduta da quest'ultimo: la reazione fra Mg e B prevede in un primo step la diffusione degli atomi di Mg all'interno del reticolo romboedrico del boro, fino al raggiungimento della stechiometria corrispondente alla fase Mg₂B₂₅ romboedrica, precursore dello MgB₂. La reazione procede con la completa intercalazione dei piani di B da parte del Mg con riarrangiamento della struttura cristallina, che arriva ad assumere la struttura grafite intercalata tipica del MgB₂. Gli atomi di Mg provocano un rigonfiamento della cella unitaria e di conseguenza un aumento del volume del materiale reagito rispetto al volume iniziale di boro: la densità del composto risulta tuttavia più elevata di quella degli elementi costituenti.

Il volume complessivo dello MgB₂ risulta inferiore alla somma dei volumi del B e del Mg (la densità dello MgB₂ è superiore a quelle dei suoi due costituenti elementari): in fase di processo il Mg diffonde quindi verso il B lasciando dietro di

sé uno spazio vuoto. Le particelle di boro aumentano invece apparentemente di volume a seguito della loro reazione col magnesio: lo MgB_2 che si forma va a prendere il posto del volume occupato dal boro precursore e prosegue la sua crescita riempiendo parzialmente le zone occupate dal Mg.

Nel caso dell'ottenimento di MgB_2 da processi di diffusione del Mg in preforme di polvere di boro, la reazione provoca l'aumento delle dimensioni dei precursori di boro utilizzati, e i manufatti ottenuti modificano di conseguenza il loro volume apparente rispetto alle preforme di partenza. Nel caso in cui il volume apparente delle preforme rimanga inalterato a fine trattamento termico (per azione di sforzi compressivi applicati), la reazione opera una densificazione delle preforme.



L'utilizzo di precursori densi del boro (monocristalli, bulk sinterizzati, filamenti ecc.), il manufatto finale sarà di dimensioni maggiori rispetto al precursore, come nel caso di filamenti di boro sottoposti a reazione per diffusione del magnesio (fig. 13.1: il diametro dei filamenti passa, a seguito della formazione dello MgB_2 , da 100 a 160 μm) [7].

Figura 13.1 – Filo di MgB_2 .

1.4.3 PREPARAZIONE E METODI DI SINTESI

L'MgB₂ viene sintetizzato in un'ampia varietà di morfologie, in funzione della forma in cui il boro precursore si presenta.

I processi di preparazione di manufatti di MgB₂ possono essere suddivisi in due grandi famiglie:

- processi ex-situ, che richiedono la sintesi preventiva di polvere di MgB₂ attraverso processi diffusivi secondo quanto detto sopra; la polvere ottenuta viene poi utilizzata per la realizzazione (mediante sinterizzazione sotto pressione) di manufatti massivi, tipicamente bulk, nastri o fili; per queste tecniche si può utilizzare anche polvere di MgB₂ commerciale, disponibile sul mercato ma di qualità non elevata.
- processi in-situ, durante i quali la reazione fra B e Mg avviene contestualmente alla formatura del manufatto: i precursori vengono fatti reagire in modo da ottenere un prodotto corrispondente ai requisiti geometrici dell'oggetto finito; seguendo questa via si possono ottenere film, nastri, fili e bulk

Nel seguito si fornisce una breve descrizione delle tecniche preparative dello MgB₂ [8], suddivise in base alla tipologia di prodotto/manufatto ottenibile.

1.4.3.1 Polvere

La polvere di MgB₂ viene ottenuta attraverso processi basati sulla diffusione del magnesio come riportato sopra: polveri di boro di struttura cristallina o amorfa sono sigillate all'interno di contenitori di Ta, Ti o Nb (scelti per la loro scarsa reattività verso B e Mg alle temperature di processo) insieme con il magnesio in forma di pezzi: grazie alla sua elevata volatilità, il Mg diffonde

all'interno del B originando polveri di MgB_2 variamente disperse (in funzione della granulometria della polvere di B di partenza).

1.4.3.2 Manufatti (bulks)

Manufatti massivi di MgB_2 ("bulk") vengono prodotti utilizzando sia tecniche ex-situ che in-situ. In alcuni casi il miglioramento della densificazione dei manufatti così ottenuti viene operato con tecniche di deformazione a caldo. Lo studio delle proprietà di bulk densi di MgB_2 ottenuti per mezzo di tecniche preparative differenti (deformazione a caldo, sinterizzazione ad alta pressione e alligazione meccanica con compattazione a caldo) è riportato in [8].

➤ bulk ex-situ: il precursore per questi manufatti è la polvere di MgB_2 . Le polveri vengono sottoposte a processi di sinterizzazione in atmosfera controllata e sotto l'azione di elevate pressioni (HPS, High Pressure Sintering, simile all'HIP) che permettono di ottenere manufatti densi e con proprietà meccaniche e superconduttive adeguate. L'applicazione di alte pressioni non è volta esclusivamente a favorire lo scorrimento viscoso tra le particelle in fase di sinterizzazione, ma è una conseguenza dell'instabilità termica dell' MgB_2 ad alte temperature e pressioni normali, che decomponendosi in $Mg + MgB_4$ porterebbe alla riduzione del contenuto di Mg (per volatilizzazione) in fase di sinterizzazione.

➤ bulk per alligazione meccanica: questi procedimenti sono a metà strada tra in-situ ed ex-situ, poiché prevedono l'alligazione per macinazione ad alta energia (high attrition o altre tecniche) di polveri di Mg e B: una successiva pressatura isostatica a caldo porta a termine la reazione di sviluppo della fase MgB_2 e densifica il manufatto

➤ bulk in-situ: i precursori utilizzati in questo caso sono miscele stechiometriche di polveri di Mg e B, sottoposte a macinazione o ad altre procedure per ottenere miscele omogenee e formate al verde secondo la geometria dell'oggetto da realizzare. Un successivo trattamento termico effettuato sotto l'applicazione di pressioni elevate promuove la reazione di formazione dello MgB_2 e la densificazione del manufatto: i metodi in-situ in assenza di pressione vedono lo sviluppo di porosità all'interno dei bulk in corrispondenza delle particelle di Mg, che lo MgB_2 in crescita non è in grado di riempire. L'applicazione della pressione permette inoltre di condurre la reazione rimanendo nella zona del diagramma di stato stabile per la fase MgB_2 ad alta temperatura. Gli apparati utilizzati in questo processo (high-pressure apparatuses - HPA) sono di solito del tipo "recessed-anvil and cube", e consentono volumi massimi dei manufatti di 100 cm^3 [9].

1.4.3.3 Fili e nastri

L'ottenimento di MgB_2 sotto forma di fili e nastri è necessario per la realizzazione di avvolgimenti o cavi.

La realizzazione di un manufatto in MgB_2 deve tenere conto dell'elevata durezza e fragilità del materiale, che ne impedisce una successiva lavorazione meccanica (possibile per i bulk solo con lavorazioni di elettroerosione o per taglio con lame diamantate) ed esclude operazioni di trafilatura. La geometria finale (filamento o nastro) deve quindi essere impartita al manufatto prima della reazione tra Mg e B o prima di aver sinterizzato le polveri di MgB_2 , ossia prima di aver ottenuto un materiale densificato con elevate proprietà meccaniche. Le alternative corrispondono a processi di tipo in-situ o ex-situ.

Nel primo caso (tecniche in-situ), la realizzazione di fili e nastri di MgB_2 può seguire due vie:

1. utilizzo di precursori del B (prevalentemente fibre) che riproducono la forma del manufatto di MgB_2 desiderato: la reazione avviene secondo la tecnica di diffusione del Mg
2. utilizzo di precursori del B in forma di polvere: processi PIT (powder-in-tube) di tipo “wind&react”

Le tecniche ex-situ, che prevedono l'utilizzo di polvere di MgB_2 , seguono prevalentemente processi di tipo PIT.

Il processo PIT consiste nell'inserire all'interno di tubi o guaine metalliche le polveri dei precursori, ossia MgB_2 nel caso del processo ex-situ e una miscela stechiometrica 1:2 (at) di Mg e B nel caso della tecnica in-situ. I tubi di contenimento devono essere resistenti ma allo stesso tempo duttili a sufficienza per permettere la trafilatura dell'assemblato tubo + polvere; i materiali con cui sono realizzati devono poi svolgere un ruolo di barriera verso la diffusione del Mg, non devono degradare le proprietà superconduttive dello MgB_2 qualora gli elementi che li costituiscono diffondano parzialmente nel materiale e infine non devono reagire con B, Mg e MgB_2 formando zone eutettiche o composti intermetallici. I materiali metallici che non presentano solubilità o reattività nei confronti del Mg sono un numero ristretto, e i più utilizzati risultano essere i seguenti: Fe, Mo, Nb, V, Ta, Hf, W. Il Fe è l'unico tra questi a presentare buona duttilità e, allo stesso tempo, costo accettabile, ed è quindi il più diffuso per questa applicazione.

Il passo successivo del processo PIT è rappresentato dalla lavorazione meccanica (a freddo) del tubo/guaina contenente i precursori: lavorazioni di trafilatura, di forgiatura o di laminazione consentono di modificare la forma del semilavorato fino al raggiungimento della geometria finale del manufatto.

L'ultimo step del processo è costituito dal trattamento termico, operato tra gli 800 e i 1000 °C, che porta alla sinterizzazione delle polveri di MgB_2 (ex-situ) o alla formazione dello MgB_2 per reazione tra i precursori elementari in polvere.

Tutti i processi di tipo in-situ relativi alla produzione di bulk, fili o nastri descritti finora prevedono la formatura al verde (bulk) o la trafilatura (fili) di precursori di B e Mg in forma di polveri: la tecnica Mg-RLI, sviluppata da Edison spa e descritta in dettaglio nel capitolo 2, permette invece di utilizzare come precursori del magnesio semilavorati in forma di barre, profilati ecc.

1.4.4 CARATTERISTICHE SUPERCONDUTTIVE

Si riportano nel seguito alcuni dati relativi al comportamento superconduttivo dell' MgB_2 , ed in particolare una rassegna di valori misurati su campioni di diversa geometria per il campo critico superiore $H_{c2}(T)$ e per la densità di corrente critica $J_c(H,T)$.

1.4.4.1 $H_{c2}(T)$ Campo critico

L'innalzamento del valore del campo critico superiore risulta fondamentale per consentire l'utilizzo dell' MgB_2 in quelle applicazioni che prevedono la presenza di campi magnetici molto elevati (ad es. nel caso dei magneti): l' H_{c2} nello MgB_2 puro risulta infatti troppo basso per permettere l'applicazione del materiale in applicazioni in presenza di campo magnetico. I valori più bassi di $H_{c2}(0)$, calcolati per interpolazione, sono infatti di circa 2.5 T. Misurazioni effettuate su MgB_2 in forma di film, monocristallo, bulk o filo, hanno

comunque fornito un range piuttosto ampio di valori di $H_{c2}(0)$, compreso tra 2 T e 32 T. L'innalzamento dei valori di H_{c2} del superconduttore è l'obiettivo principale degli innumerevoli lavori sul pinning dello MgB_2 , che intendono migliorare le forze di pinning dei flussioni attraverso l'introduzione di difetti o impurezze nanometriche nel materiale. Tra i metodi chimici proposti per introdurre centri di pinning sono stati proposti: a) sostituzione del B con C, mediante addizione di carbonio o SiC o B4C in fase di reazione; b) introduzione di ossigeno nel reticolo, mediante composti ossigenati (es. MgO). Tra i metodi fisici per introdurre centri di pinning va ricordato il danneggiamento mediante particelle ionizzanti.

In fig. 14.1 sono riportati i massimi valori di $H_{c2}(T)$ manifestati dall' MgB_2 in diverse configurazioni [10].

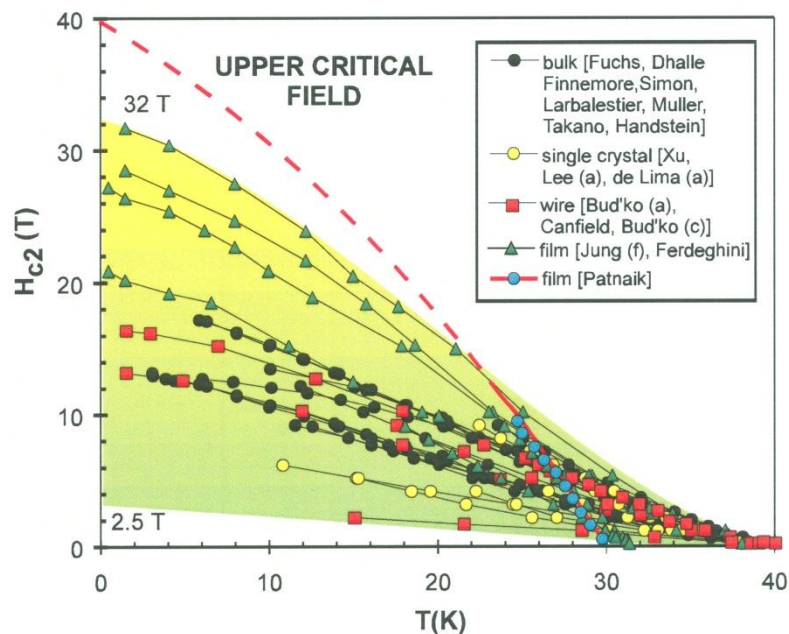


Figura 14.1 – H_{c2} vs Temperatura dello MgB_2 .

I valori più elevati sono stati rilevati per film di MgB_2 con $T_c = 39 \text{ K}$ (32 T), ma film contenenti ossigeno come agente di pinning mostrano valori superiori (fino a 40 T). Valori inferiori di H_{c2} si riscontrano nei monocristalli (25 T), in bulk (19 T) e in fili (16 T). Analizzando le curve si può osservare come la dipendenza del campo critico dalla temperatura sia lineare in un ampio range di T, tenda asintoticamente al valore massimo a bassa temperatura e presenti curvatura positiva piuttosto pronunciata intorno alla T_c .

L'anisotropia del comportamento del H_{c2} nell' MgB_2 viene definita attraverso lo studio di polveri allineate (polveri monocristalline allineate in presenza di campo magnetico e inglobate in una resina epossidica che le mantiene in posizione), di film epitassiali e di monocristalli., e fornisce indicazioni importanti per la comprensione della struttura del materiale e per le applicazioni pratiche. In fig. 15.1 sono riportati gli andamenti del campo critico superiore H_{c2} misurati per un monocristallo nelle direzioni ab e c (ossia con campo esterno applicato parallelamente al piano ab e al piano c); per confronto sono riportati anche i valori massimi di H_{c2} rilevati nel caso di campioni in forma di bulk policristallini e di fili.

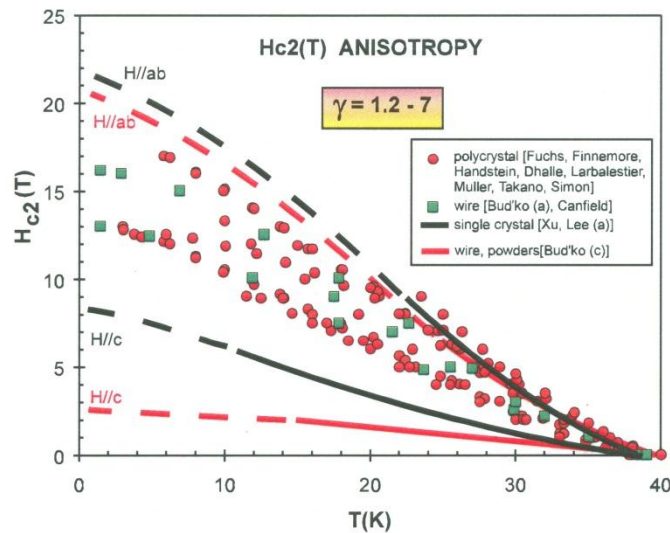


Figura 15.1 – H_{c2} vs Temperatura per vari tipi di campioni.

I valori di campo critico superiore misurati in direzione ab sono superiori rispetto a quelli osservati in direzione c: questo comportamento conferma come gli elettroni superconduttivi nell'MgB₂ viaggino preferenzialmente sul piano ab. Si può notare poi che i valori per i bulk sono racchiusi all'interno delle due curve relative all' H_{c2}/ab e al H_{c2}/c , e i valori massimi riscontrati nel caso di bulk non si discostano molto dai valori stimati per H_{c2}/ab : il valore limite per H_{c2} nel caso anisotropo corrisponde quindi al valore reale per lo MgB₂.

1.4.4.2 J_c Densità di corrente critica

La misurazione della densità di corrente in grado di attraversare un campione di MgB₂ senza causare fenomeni di quenching (transizioni locali allo stato normale con perdita della superconduttività) viene effettuata a diverse temperature (al di sotto della T_c) per diversi valori del campo magnetico esterno.

Lo studio dell'andamento di J_c(H,T) in campioni policristallini e in polveri disperse ha mostrato che la densità di corrente microscopica in bulk densificati è pressochè identica a quella intragranulare relativa ad una polvere: la corrente non risulta quindi limitata dalla presenza dei bordi di grano, che limitano invece fortemente le performance degli HTS. Lo MgB₂ mostra di essere esente da effetti di weak link, in conseguenza della sua lunghezza di coerenza ξ (lungo ab) molto elevata (6.1 ÷ 6.5 nm contro 1 nm o meno per gli HTS) e superiore ai parametri reticolari sia lungo a-b che lungo l'asse c: l'effetto tunnel consente quindi ad una coppia di Cooper, spazialmente molto estesa, di superare il bordo di grano e di transitare nel grano adiacente. Questa proprietà del materiale permette di superare le limitazioni previste per gli HTS, che richiedono la presenza di cristalli

adiacenti ordinati, cresciuti con tecniche epitassiali; lo MgB_2 può invece presentare una microstruttura nella quale i cristalli presentano orientamenti casuali, senza tuttavia subire riduzioni della densità di corrente critica.

In figg. 16.1 - 19.1 sono riportati i valori di corrente critica in funzione del campo magnetico applicato per campioni di tipo bulk, polvere, fili e film. Le misurazioni sono state effettuate a temperature di 5, 10, 15, 20, 25, 30 K. La notevole variabilità dei valori misurati dipende principalmente dalle condizioni del campione testato, e in particolar modo dai trattamenti termici subiti, dalla purezza dei precursori utilizzati e dal metodo produttivo seguito. In tutte le figure sono riportati i valori di J_c di campioni di Nb_3Sn e Nb-Ti, nella forma macroscopica corrispondente, a scopo di confronto [10].

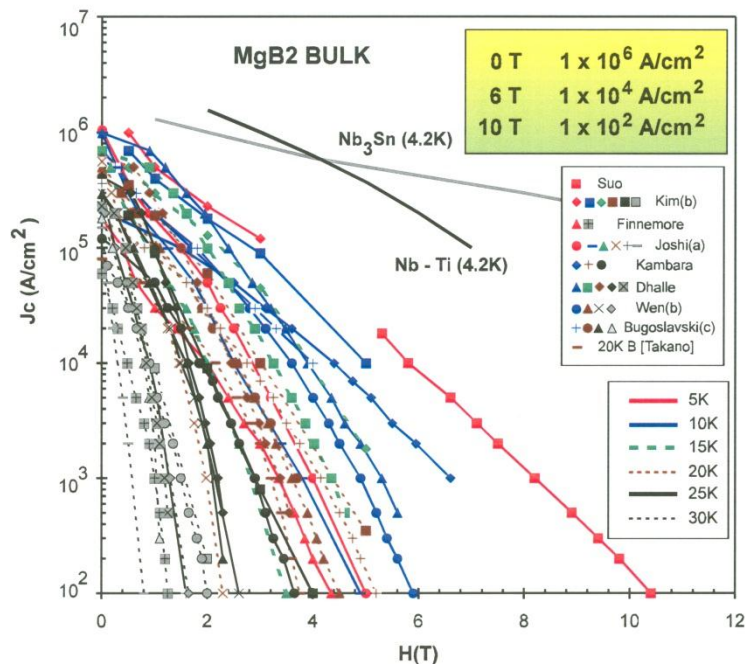


Figura 16.1 – Diagramma J_c vs H su campioni bulk.

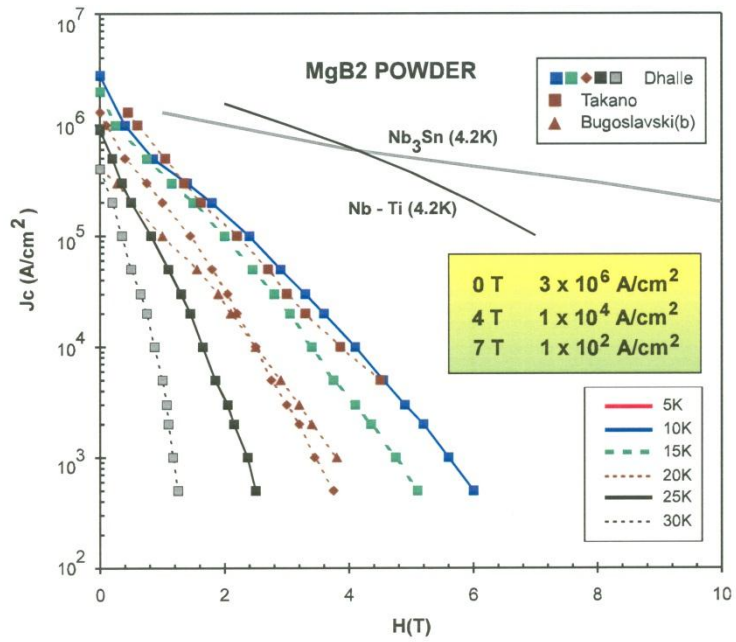


Figura 17.1 – Diagramma J_c vs H su campioni di polvere.

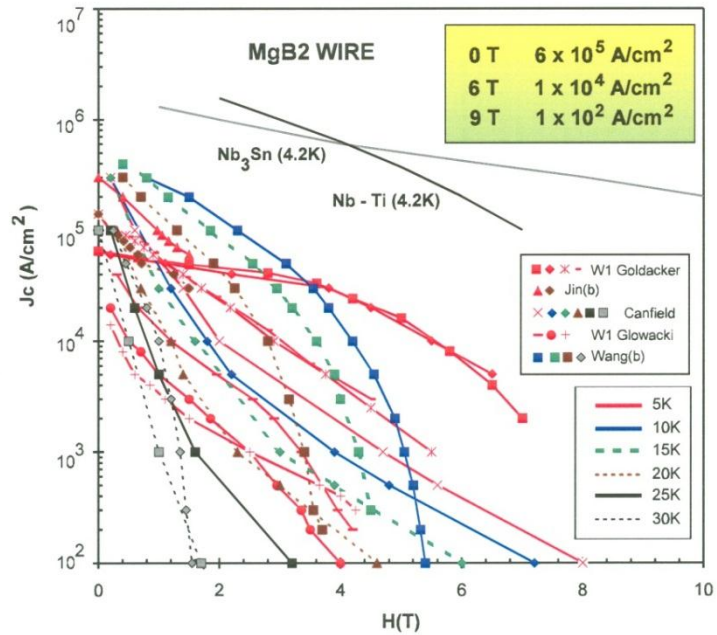


Figura 18.1 – Diagramma J_c vs H su fibre.

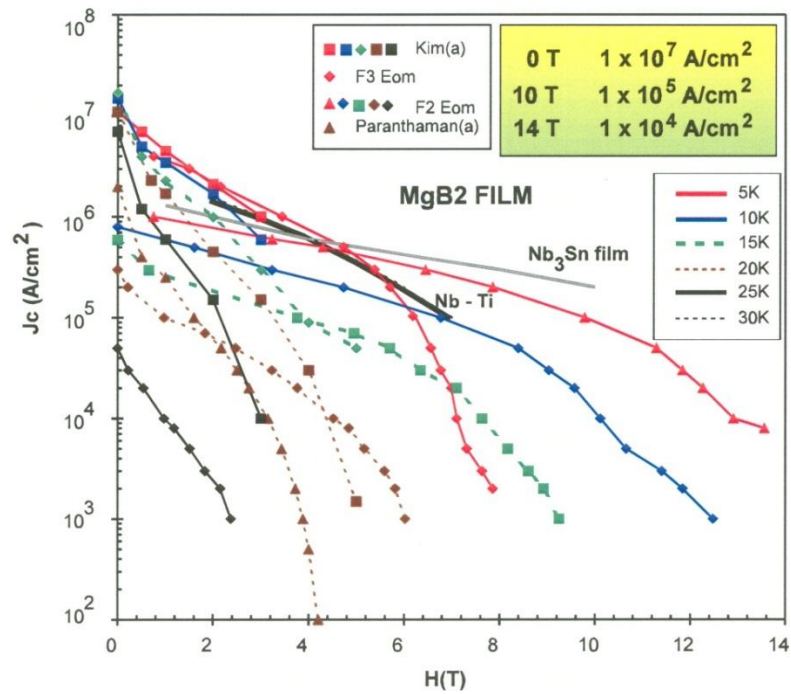


Figura 19.1 – Diagramma J_c vs H su film.

Nel caso dei bulk, i massimi valori di densità di corrente critica rilevati in corrispondenza di $H = 0$ e 5 K si aggirano intorno a 10^6 A/cm², mentre si abbassano a 10^4 A/cm² a 6 T e a 10^2 A/cm² a 10 T.

Nel caso delle polveri, il decremento di J_c al crescere del campo magnetico applicato è più accentuato: tuttavia, i valori massimi di J_c a 0 T sono più elevati rispetto ai bulk, arrivando a toccare i $3 \cdot 10^6$ A/cm².

Fili di MgB₂ presentano valori di J_c inferiori (a bassi campi) rispetto a bulk e polveri, vicini a $6 \cdot 10^5$ A/cm². Tuttavia, la dipendenza in H diventa meno marcata, e i valori di $J_c(H)$ mettono in luce elevate capacità di trasporto di corrente ad alti campi, $J_c(5 \text{ T}) > 10^5$ A/cm².

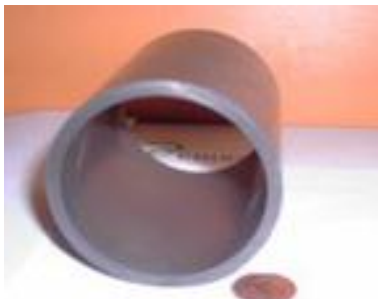
Alcuni studi sull'influenza del tempo di sinterizzazione di fili, realizzati con la tecnica PIT a partire da polveri di MgB₂, mostrano come trattamenti di

sinterizzazione prolungati non migliorino i valori di J_c : di conseguenza, i trattamenti di produzione dello MgB_2 in forma di fili risultano essere sostenibili anche dal punto di vista dei costi. L'utilizzo di Fe come guaina per il processo PIT risulta inoltre vantaggioso dal punto di vista delle performances in campo magnetico poiché attua un'azione schermante del campo magnetico nei confronti del cuore superconduttore. Quando il campo magnetico esterno applicato è nullo, la corrente di trasporto interna al materiale genera un autocampo, perpendicolare alla direzione di propagazione della corrente, che tende a penetrare nel Fe, ferromagnetico, riducendo così l'effetto dell'autocampo sulla J_c . Se il campo esterno applicato non è nullo, la guaina di Fe agisce da schermo, limitando l'effetto del campo esterno.

Il comportamento di film sottili di MgB_2 risulta essere quello più interessante nel confronto con i superconduttori classici di tipo LTS considerati: le densità di corrente critica di film di MgB_2 sono spesso confrontabili, e talvolta addirittura superiori, rispetto a quelle riportate in letteratura per i due LTS di più ampio utilizzo (si tenga presente però che l' MgB_2) presenta una temperatura critica molto più elevata). In presenza di bassi campi applicati, le densità di corrente misurate per lo MgB_2 sono superiori rispetto a quelle rilevabili per film di Nb_3Sn e Nb-Ti. Per H applicati maggiori, le proprietà dello MgB_2 degradano più rapidamente rispetto ai film convenzionali, ma si mantengono comunque superiori rispetto al caso di fili e bulk.

2

TECNOLOGIA Mg-RLI E APPLICAZIONI REALI



Nel panorama dei materiali superconduttori, nel 2001 è stato scoperto che il diboruro di magnesio, MgB_2 , un superconduttore con temperatura critica di 39 K, quindi di valore intermedio tra il NbTi (LTS) e gli ossidi ceramici (HTS). L'interesse applicativo di questo nuovo materiale è in fase di espansione. Dal punto di vista criogenico è necessario mantenere lo MgB_2 tra i 15 -25 K per applicarlo alle intensità di campo magnetico di interesse per le applicazioni di potenza.

Obiettivo di questo capitolo è descrivere la tecnologia brevettata da Edison per la realizzazione di manufatti bulk, fibre di diboruro di magnesio (marchio MAGBOR) e le applicazioni reali interessanti per questo lavoro di tesi di dottorato.

2.1 IL METODO Mg-RLI PER LA PRODUZIONE DI BULK

La tecnologia sviluppata da Edison RD&I per la realizzazione di bulk densi di MgB_2 si basa sul processo di infiltrazione reattiva di magnesio liquido in preforme di polvere di boro, denominata Mg-RLI ([11],[12]) ed è stata brevettata nel 2001 [13]. Questa tecnica rientra nella categoria dei metodi in-situ ed è caratterizzata da semplicità, flessibilità e da costi ridotti.

Studi su manufatti massivi di MgB_2 realizzati con metodi in-situ mettono in evidenza migliori proprietà superconduttive di questo tipo di bulk rispetto a quelli formati con tecniche ex-situ. La ragione di ciò è da ricercarsi nel fatto che per questi ultimi la fase di sinterizzazione è necessaria mentre per i processi in-situ la connettività della matrice superconduttiva viene garantita dallo sviluppo stesso dello MgB_2 , i cui bordi di grano vengono ad estendersi anche in corrispondenza di quelli delle particelle di boro originarie in contatto fra loro. La reazione, con relativo aumento di volume, contribuisce alla parziale densificazione delle preforme e alla connettività della matrice. Nel caso dei processi in-situ diversi dal metodo RLI, l'ottenimento di bulk densi richiede l'applicazione di elevate pressioni in fase di reazione, in modo da forzare l' MgB_2 in crescita a riempire completamente le cavità lasciate libere dalle particelle di Mg reagite contrastando l'aumento del volume apparente del bulk.

Nel caso della tecnologia Mg-RLI, l'ottimizzazione dei precursori e della loro disposizione porta allo sviluppo di bulk densi senza l'applicazione di pressioni in fase di processo. I vantaggi indotti dalla possibilità di condurre il processo in

assenza di pressione sono molteplici: non dovendo essere sottoposti all'azione di pressatura in fase di reazione, i precursori possono essere contenuti all'interno di contenitori rigidi sigillati attraverso saldatura che preservano la purezza del prodotto mantenendolo al di fuori del contatto con l'atmosfera. La scelta di forma e dimensione dei manufatti non deve più sottostare a vincoli geometrici legati all'operazione di pressatura, consentendo di progettare i bulk su misura per l'applicazione richiesta. Il processo di infiltrazione può essere condotto inoltre all'interno di forni convenzionali, di basso costo ed ampia disponibilità, senza quindi ricorrere alle apparecchiature che associano la pressatura al riscaldamento (HIP o HPA), come richiesto per i bulk di superconduttori ad alta temperatura critica.

Se si confronta la tecnologia di infiltrazione reattiva per lo MgB_2 con la tecnologia di sinterizzazione degli ossidi del tipo YBCO tessiturati, si evidenziano differenze sostanziali nelle modalità e nei tempi di processo, tali da rendere l'infiltrazione reattiva di gran lunga più economica. Infatti la crescita orientata dei grani di YBCO, in piastrelle della dimensione massima di 5 – 7 cm, richiede tempi di circa 10 giorni di trattamento del pezzo alla temperatura di circa 800°C , per ottenere un monocristallo, mentre i tempi tipici della reazione di infiltrazione, a temperature simili, sono dell'ordine dell'ora.

Il processo Mg-RLI sfrutta una tecnica di infiltrazione reattiva (RMP – reactive metal penetration), secondo la quale un metallo liquido che percola una preforma reagisce completamente o parzialmente con questa originando un materiale monofasico o polifasico, in funzione del grado di reazione. Nel caso della fabbricazione di compositi a matrice metallica, ad esempio, il metallo fuso, a contatto con una preforma sinterizzata o con un vetro, reagisce dando luogo ad una reazione di spostamento che origina una fase rinforzante continua. L'infiltrazione procede sia attraverso i vuoti interconnessi della preforma, qualora

questa sia porosa, oppure attraverso le cricche formate in seguito alle variazioni di volume indotte dalla reazione. Il materiale risultante è un composito con struttura co-continua, costituito da due reticoli interpenetrati, rispettivamente di tipo metallico e ceramico. Nel caso del processo Mg-RLI, invece, il grado di reazione fra metallo e preforma dev'essere il più elevato possibile, in modo da ottenere un materiale monofasico ceramico (MgB_2), all'interno del quale la matrice metallica (Mg) risulti assente.

Il processo Mg-RLI prevede l'infiltrazione di magnesio liquido all'interno di una preforma non sinterizzata di polvere di boro, seguita dalla reazione fra i due precursori con formazione di MgB_2 (vedi fig. 1.2).

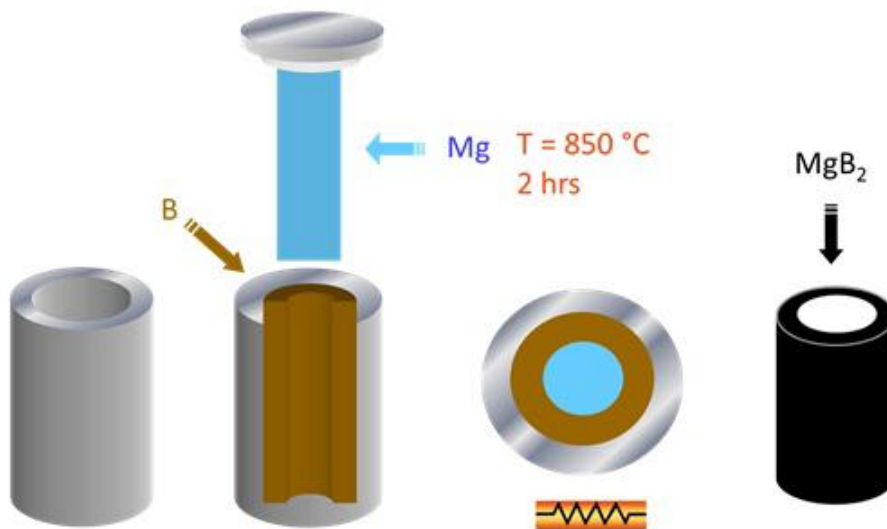


Figura 1.2 - Schema semplificato del processo di produzione di bulk MAGBOR.

2.2 I PRECURSORI

La scelta ottimale dei precursori per la realizzazione di oggetti bulk di MgB_2 in base alla tecnica Mg-RLI è determinante per l'ottenimento delle adeguate proprietà superconduttive nonché meccaniche dei prodotti finali.

Per quanto riguarda il magnesio è ovviamente necessario che questo sia di elevata purezza e in forma di bulk; in questo modo si riduce il rischio di introdurre grandi quantità di impurezze legate all'ossido di magnesio e al suo idruro presenti sulla superficie di trucioli o polveri di magnesio.

Le polveri di boro attualmente disponibili sul mercato si dividono in polveri di boro cristalline e "amorfe", più correttamente definibili come microcristalline, di dimensione granulometrica dell'ordine del μm .

Il boro cristallino viene venduto nella forma di schegge (vedi fig. 2.2) o di polvere macinata di granulometria predeterminata, sempre a partire dalla frantumazione delle schegge precedentemente citate.

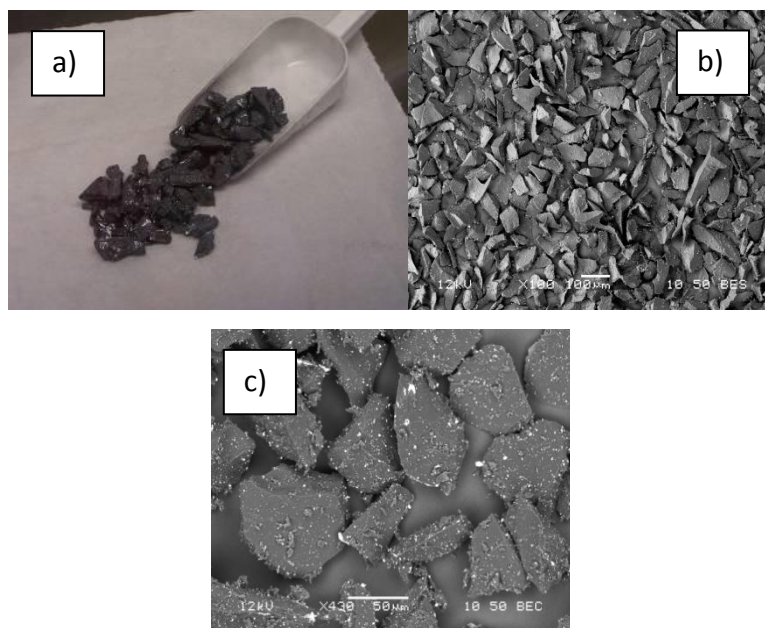


Figura 2.2 – a) schegge boro cristallino ($\approx 3-4$ cm), b) polvere di boro cristallino macinata (< 100 μm), c) ingrandimento 50x polvere di boro di immagine b).

Le polveri cristalline utilizzate per la produzione dei bulk studiati nella presente tesi derivano dalla macinazione e successivo setacciamento delle scegge di boro di purezza 99.5%. Il processo di macinazione è effettuato in un mulino a dischi Retsch mod. RS200 con giara in carburo di boro, disponibile nei laboratori del Centro RD&I di Trofarello.

A seguito di uno studio sulla granulometria ideale per l'infiltrazione reattiva è stata scelta la fascia 70-100 micron per la polvere di Boro, come compromesso ottimale tra la difficoltà di macinare le scaglie di Boro cristallino a più basse granulometrie e la limitata possibilità di infiltrazione dei grani grossi (tipicamente superiori a 200 micron). Profondità di infiltrazione di molti centimetri sono state riscontrate per polveri cristalline macinate al di sotto di 100 μm . Ciò consente di dimostrare la potenzialità del metodo per l'ottenimento di campioni di grandi dimensioni.

Come precedentemente citato esistono in commercio polveri di Boro di bassissima dimensione dei grani (dell'ordine del micron), tra l'altro meno costose delle scegge cristalline. Dal punto di vista strutturale tale polvere, invece di essere amorfa come indicato dalla casa produttrice (purezza dichiarata circa 95%) è di tipo microcristallino (fase beta-romboedrica), come risulta dal diagramma di diffrazione di Rx di figura 3.2.

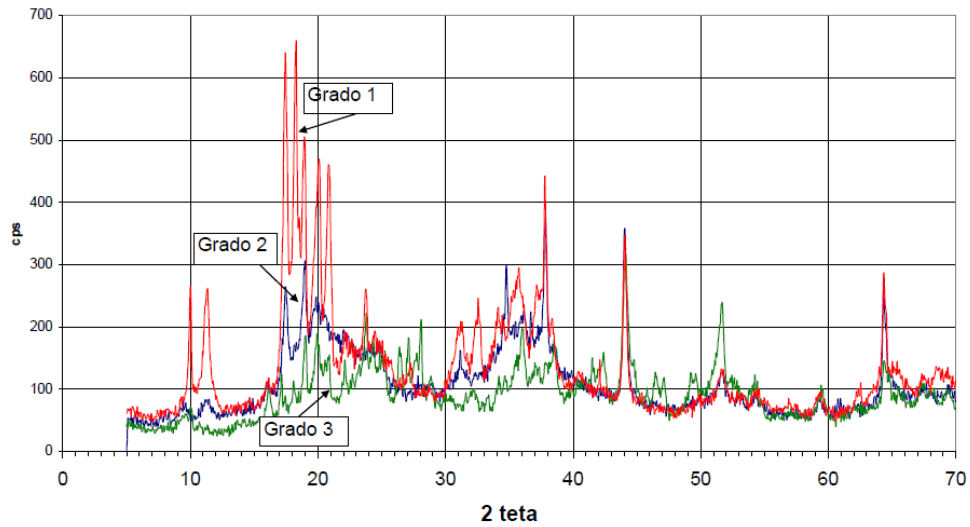


Figura 3.2 – Diffrazione di raggi X di polveri di Boro “amorfo” commerciale di diversa purezza: Grado 1: 95-97%, Grado 2: 90-92%, Grado 3: 85-88%.

Nel caso di utilizzo di questo tipo di polveri l’infiltrazione si rivela invece molto difficile, e talvolta non praticabile: la causa di questo comportamento può essere individuata nelle proprietà di superficie di queste polveri e nella loro scarsa purezza. Nel caso in cui l’infiltrazione di queste polveri avvenga, tuttavia, i bulk che se ne ottengono presentano microstruttura omogenea su scala micronica e proprietà superconduttive eccellenti. Lo studio delle caratteristiche superconduttive di alcuni bulk prodotti hanno fornito indicazioni sulle potenzialità del metodo Mg-RLI (vedi fig. 4.2).

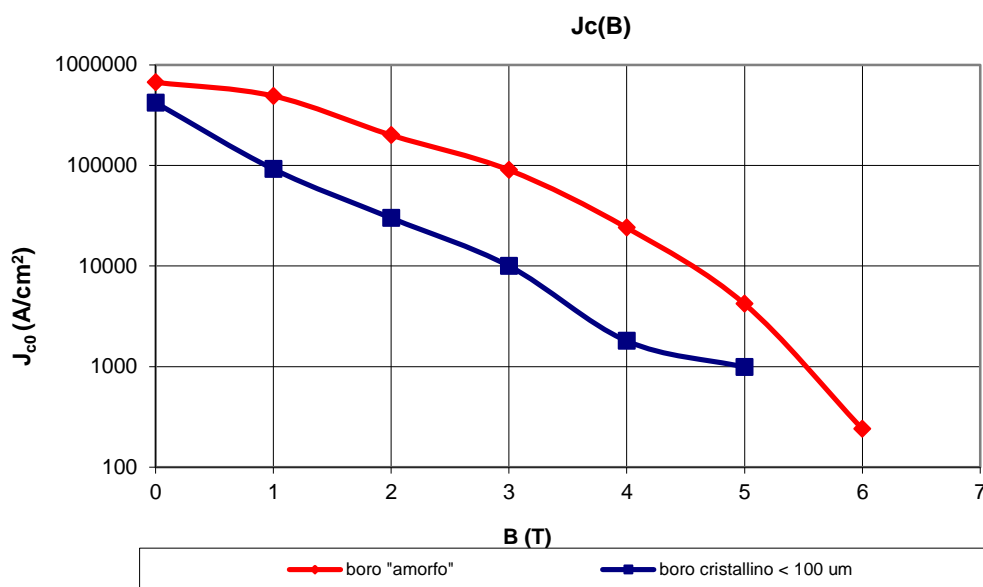


Figura 4.2 – J_c vs B su campioni bulk di MgB_2 ottenuto con tecnica RLI.

Le prove dimostrano che la polvere micrometrica fornisce bulk di MgB_2 aventi proprietà superconduttive superiori rispetto a quelle di analoghi manufatti realizzati a partire da polveri cristalline ottenute per macinazione; le eccellenti caratteristiche superconduttive contrastano tuttavia con le difficoltà relative al processo di infiltrazione per l'ottenimento di bulk.

Nel tentativo di assecondare la reazione delle polveri micrometriche, è stata sperimentata con successo la preparazione di corpi porosi. Le porosità della preforma sono necessarie per l'infiltrazione del magnesio liquido; la depressione dovuta alla diminuzione di volume (rispetto alla somma dei volumi iniziali di B e Mg) indotta localmente dalla formazione dello MgB_2 produce un effetto di richiamo del Mg fuso che si trova all'esterno della preforma verso l'interno della stessa: questo comportamento costituisce una delle driving forces del processo Mg-RLI, e consente di far avvenire l'infiltrazione anche contro la gravità.

La tecnologia Mg-RLI consente di infiltrare miscele di polvere di boro cristallino (100 micron) e di boro microcristallino fino a composizioni contenenti circa il 50% di quest'ultimo tipo. Se sono richieste profondità di infiltrazione di oltre 2 cm è necessario limitare la miscela al 20% di B "amorfo".

La morfologia del MgB_2 risultante dalle miscele è di tipo a "macchie di leopardo", con le "macchie" risultanti dalla reazione della polvere micronica. Questo risultato consiglia di preparare la preforma di polvere di Boro con il posizionamento della frazione micronica ove è più utile. Ad esempio la polvere di B micronico potrebbe essere disposta sulla superficie di una cavità a radiofrequenza, se si vuol diminuire la sua resistenza elettrica AC superficiale.

Un altro risultato importante per l'uso della polvere di B micronica è costituito dalla verifica che è possibile infiltrarla per profondità di almeno di 1 cm, quando si interponga tra essa e il Mg liquido una intercapedine di polvere di B cristallino di qualche mm di spessore. Come mostrato in figura 5.2 si realizza continuità compositiva tra lo MgB_2 derivante dai due tipi di polvere. Anche tale risultato indica che per utilizzare i vantaggi superconduttivi della polvere di B "amorfa" è necessario realizzare disposizioni non isotrope di miscele di polvere di B.

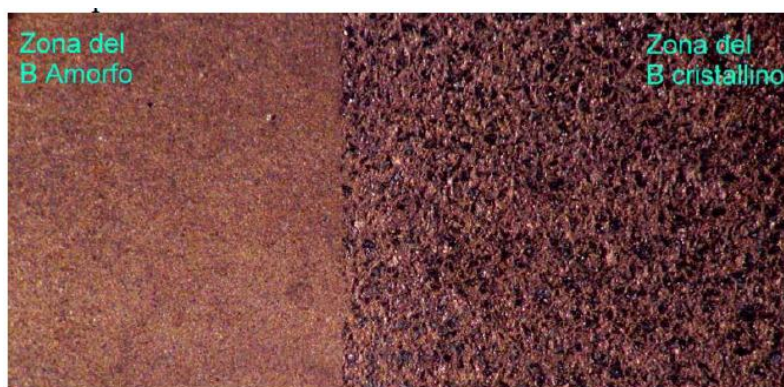


Figura 55.2 – Interfaccia tra MgB_2 ottenuto per infiltrazione di polveri di differente granulometria [14].

La creazione di interfacce fra MgB_2 ottenuto da diversi tipi di boro verrà ripreso successivamente per lo studio approfondito degli effetti delle giunzioni nei fenomeni di levitazione magnetica.

In conclusione si possono prevedere 3 tipi di manufatti massivi di MgB_2 , distinti per il tipo di polvere di B utilizzata:

a) Manufatti da polvere di B cristallino (tipicamente 70-100 micron), di caratteristiche meccaniche ottimali e di proprietà superconduttive medie.

b) Manufatti da miscele di polvere di B cristallino/"amorfo", di caratteristiche meccaniche buone e pure buone caratteristiche superconduttive

c) Manufatti porosi da polveri di B " amorfo", di caratteristiche meccaniche scadenti , ma proprietà superconduttive ottimali.

In funzione della applicazione superconduttiva si opterà per uno di questi tre tipi di manufatti.

2.3 LA REAZIONE DI SINTESI

L'ottenimento di bulk densi all'interno dei quali la matrice metallica è assente (pur senza l'applicazione di una pressione esterna) è garantito dallo sviluppo dello MgB_2 , che aumentando di volume rispetto alle particelle di boro va a riempire progressivamente gli spazi utilizzati dal magnesio liquido per raggiungere il boro. Infiltrazione, reazione e densificazione procedono quindi in parallelo.

Il processo Mg-RLI si dimostra adeguato alla realizzazione di manufatti di MgB_2 anche dal punto di vista della stabilità termodinamica dei manufatti: le condizioni operative di processo, infatti, ricadono nella zona del diagramma di

stato per la quale il diboruro di magnesio è il prodotto stabile. Operando a 850 °C e a pressioni vicine a 1 atm ($7 \cdot 10^2$ Torr) lo MgB_2 risulta in equilibrio con il Mg liquido che lo circonda (vedi fig. 6.2).

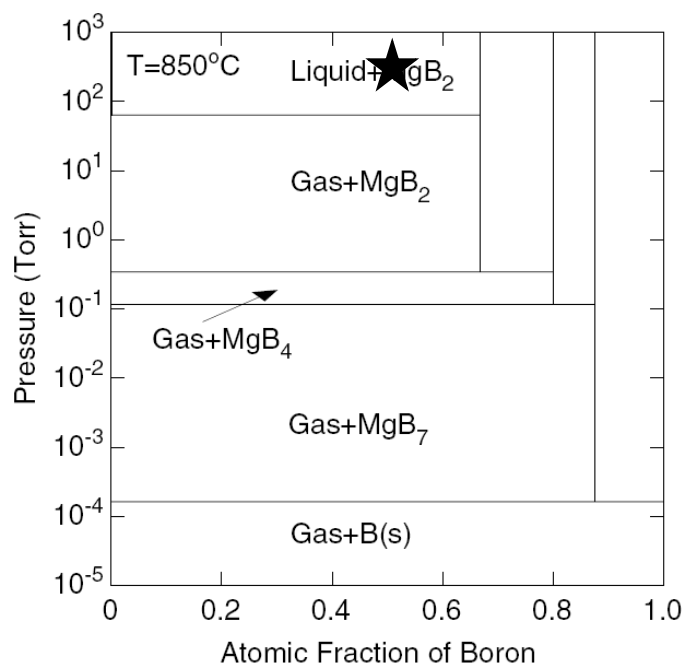


Figura 6.2 – Diagramma di stato Mg-B.

La procedura standard relativa al processo Mg-RLI prevede l'utilizzo di un contenitore di acciaio all'interno del quale sono collocati i precursori dello MgB_2 . In forma generale, le condizioni di preparazione dei campioni sono le seguenti:

- le polveri di boro, compattate ad una densità pari a circa il 50% della densità teorica del boro, sono poste a diretto contatto con il magnesio;
- le polveri di boro devono essere collocate a diretto contatto con le pareti del contenitore, affinché questo eserciti su di esse un'azione di compressione in fase di reazione;

- c) il magnesio è in forma di bulk: questa caratteristica permette di eliminare le impurezze introdotte nel caso dell'utilizzo di Mg in forma di polvere o trucioli (MgO e $Mg(OH)_2$);
- d) il posizionamento del tappo del contenitore deve essere tale da minimizzare lo spazio libero all'interno del contenitore al termine del caricamento dei reagenti.

Il contenitore metallico viene successivamente sigillato attraverso saldatura TIG e sottoposto al trattamento termico, che prevede temperature comprese fra 750° e $950^\circ C$ e tempi da mezza ad alcune ore.

La reazione avviene in modo spontaneo e l'infiltrazione procede fino a 6-7 cm in profondità all'interno della preforma. In fase di reazione, si può verificare un'espansione di volume nella zona in cui sono confinate le polveri fino al 3% lineare dovuta all'infiltrazione del magnesio, alla successiva reazione, e alla non totale reazione del boro con il magnesio precursore. Nel caso in cui la dilatazione sia eccessiva il contenitore può subire un evidente ingrossamento. Dopo raffreddamento, il contenitore viene rimosso attraverso lavorazione meccanica (tornitura, fresatura o per elettroerosione) e il bulk di MgB_2 risulta occupare tutto lo spazio inizialmente occupato dalla preforma di boro. Lo spazio inizialmente occupato dal magnesio precursore risulta a fine trattamento vuoto oppure parzialmente riempito da Mg residuo, qualora sia stato utilizzato un quantitativo di Mg superiore allo stechiometrico.

Il processo EDISON è essenzialmente del tipo "in situ" ed in questi anni ha evidenziato i seguenti elementi distintivi, per quanto concerne la sinterizzazione di corpi massivi:

- a) Il processo si attua senza pressione esterna e quindi può utilizzare forni di tipo convenzionale;

b) La durata del trattamento termico non supera le due-tre ore, per temperature entro i 950°C, quindi il processo può avere cadenze produttive di tipo industriale;

c) La reazione avviene in modo spontaneo, anche contro la forza di gravità, e l'infiltrazione si è dimostrata procedere fino a 6-7 cm in profondità;

d) La polvere di Boro più adatta all'infiltrazione appare quella cristallina di fase β -romboedrica, con granulometria fino a 100 micron;

e) La polvere di Boro amorfo o microcristallino, adatta per la reazione nelle fibre, offre resistenza all'infiltrazione nei corpi massivi;

f) Il contenitore dei reagenti può essere di acciaio dolce ed, al momento, è a perdere;

g) La sigillatura del contenitore di acciaio è fatta in modo convenzionale, saldatura a filo, avendo però cura di non surriscaldare il Mg;

h) L'asportazione del contenitore di acciaio può essere eseguita al tornio o alla fresa o con taglio di elettroerosione, facendo attenzione a non sottoporre il manufatto di MgB₂ allo stress residuo nell'acciaio, dovuto al suo diverso coefficiente di contrazione in raffreddamento;

i) Il taglio del manufatto di MgB₂ viene eseguito con elettroerosione a filo, o eventualmente a tuffo, o con lama diamantata. La finitura superficiale deve essere eseguita con mole di rettifica diamantate;

j) La reazione provoca un'espansione del volume corrispondente alla zona in cui sono poste le polveri di B. Tale espansione viene stimata del 3% lineare. Pertanto quando la polvere è situata tra pareti di acciaio, senza possibilità di scaricare la dilatazione, si provoca un evidente ingrossamento del contenitore di acciaio.

2.3.1 LE IMPUREZZE

La qualità composizionale dei campioni risulta in taluni casi affetta da impurezze: la presenza della fase Mg_2B_{25} all'interno dei campioni ottenuti da polveri cristalline e quella del Mg residuo nei campioni ottenuti da polvere microcristallina sono spesso significative.

Le due fasi citate costituiscono un'impurezza per il materiale superconduttore prodotto, poiché entrambe non superconduttive, ma con una notevole differenza: il Mg si deposita ai bordi di grano e può costituire una barriera, anche se ridotta, al flusso di corrente superconduttiva. Lo Mg_2B_{25} rimane invece disperso nella matrice di MgB_2 , in forma di nanocristalli isolati, e riduce pertanto la sezione utile del superconduttore: l'effetto positivo di questa impurezza riguarda invece il suo comportamento come centro di pinning (riduzione delle proprietà in J_c ed aumento in H_{c2}).

La fase Mg_2B_{25} , boruro metallico complesso ad alto contenuto di boro, risulta essere la fase che si sviluppa nel corso del primo step della reazione di formazione dello MgB_2 . La caratterizzazione della struttura cristallina di questa fase, effettuata attraverso diffrazione a RX di polveri [15] ha messo in luce una struttura trigonale ($a = 11.0402 \text{ \AA}$ e $c = 24.198 \text{ \AA}$), isomorfa della struttura β -romboedrica del boro da cui è originata, di densità 2.49 g/cm^3 . Il magnesio occupa parzialmente siti interstiziali all'interno della struttura del boro, formando piani perpendicolari alla direzione c (che risulta incrementata rispetto a quella di altri borri metallici). La fase Mg_2B_{25} risulta presente all'interno del prodotto finale nella forma di piccole "isole" di dimensione nanometrica (alcune centinaia di nm di diametro), disperse all'interno dei grani cristallini di MgB_2 . La qualità del prodotto finale in merito al contenuto di fase MgB_2 e Mg_2B_{25} può essere valutata in termini di composizione attraverso metodologie ad hoc [16] basate sull'analisi

RX (rapporti fra le intensità dei picchi principali relativi alle due fasi) o sulla caratterizzazione con microsonda EDS.

2.4 MAGBOR

Il prodotto che si ottiene a seguito dell'infiltrazione di polvere cristallina macinata è un materiale policristallino e polifasico, di densità circa 90% di quella teorica (2.6 g/cm^3), costituito da grani cristallini macroscopici legati tra loro da una matrice formata da Mg e grani microscopici come si osserva nella micrografia di figura 7.2 [17].

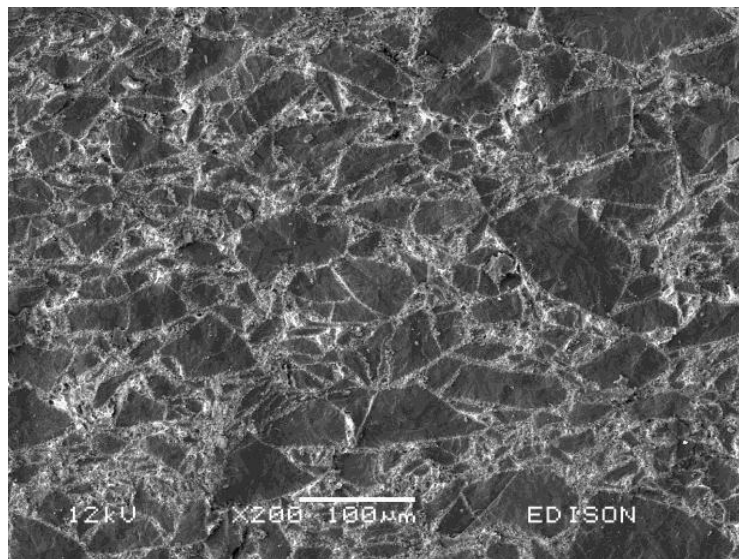


Figura 7.2 – Tipica morfologia cristallina di bulk MgB_2 ottenuto con boro cristallino macinato, 200x.

Nel caso di bulk ottenuti a partire da preforme di polvere di boro amorfo la struttura è un materiale bifasico densificato a matrice MgB_2 , con presenza di magnesio metallico residuo (vedi fig. 8.2).

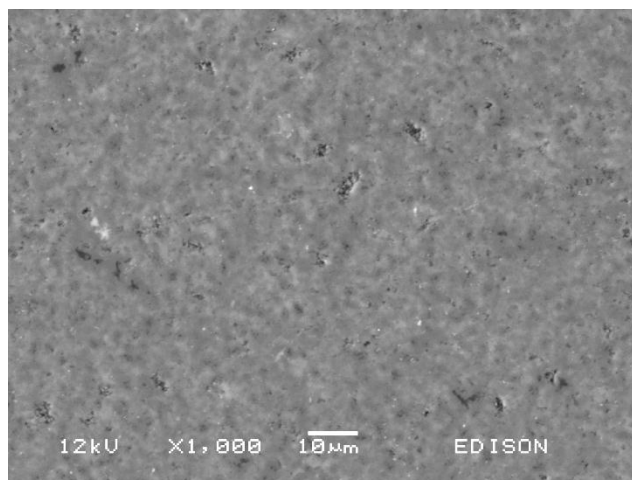


Figura 8.2 – Tipica morfologia cristallina di bulk MgB2 ottenuto con boro amorfo, 1000x.

Esempi di oggetti realizzati con la tecnologia Mg-RLI sono quelli rappresentati nelle seguenti immagini (fig 9.2).



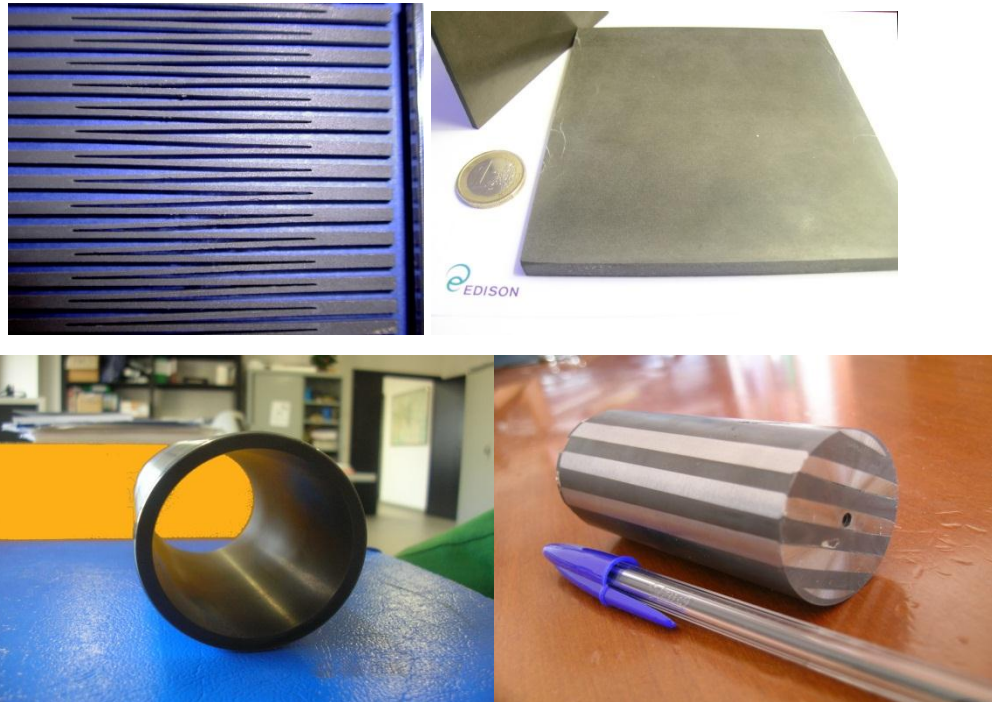


Figura 9.2 – Bulk di MAGBOR.

2.4.1 OGGETTI DI GRANDI DIMENSIONI

Le caratteristiche peculiari della tecnologia Mg-RLI la rendono adeguata alla realizzazione di oggetti di “grandi” dimensioni, come piastre o cilindri.

Per entrambe le forme il progetto inizia con la definizione della forma opportuna del contenitore dei reagenti in modo da permettere il passaggio del Mg liquido attraverso fessure che si estendano parallelamente ad una direzione. La larghezza delle fessure e la loro distanza è scelta in modo da permettere un agevole passaggio dei flussi di Mg liquido ed il loro ricongiungimento nella polvere di Boro. In figura 10.2 sono riportati i due tipi di contenitori dei reagenti da noi realizzati. Da notare che i contenitori sono stati progettati in modo che gli

inserti metallici tra Mg e B siano solidali con il contenitore e quindi poco soggetti alle pressioni indotte dal Mg liquido in movimento.

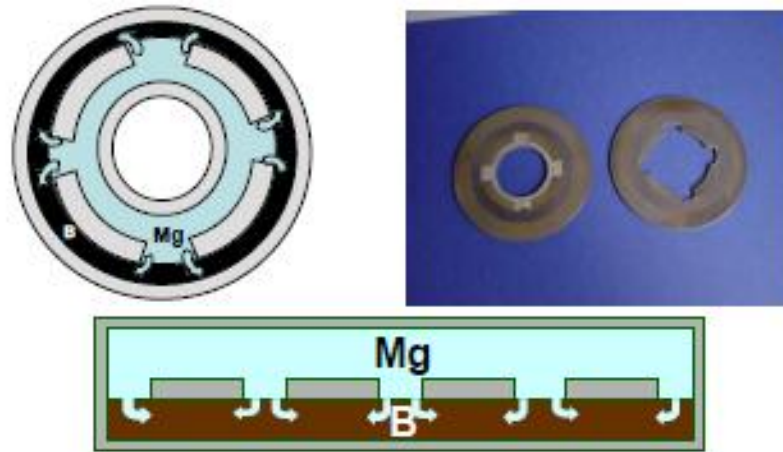


Figura 10.2 – Schema di contenitori per la reazione di MgB_2 bulk e foto di una sezione dell'interno del contenitore, dopo la reazione.

In entrambi i casi riportati a titolo di esempio l'infiltrazione ha avuto un esito positivo, con buona uniformità del pezzo sinterizzato. Il cilindro prodotto aveva un diametro di circa 60 mm ed una altezza di circa 110 mm e parte del contenitore esterno in acciaio è stato mantenuto, dopo le operazioni di rettifica.

Altri tipi di manufatti massicci di MgB_2 , di dimensione rilevante, per cui è stata dimostrata la possibilità di manifattura sono alcuni anelli aventi un diametro esterno massimo di circa 15.5 cm ed interno di 10 cm ed altezza di 8 mm. Tali anelli sono di potenziale interesse per cuscinetti magnetici levitati in flywheels o macchine elettriche rotanti (volani per energy storage, motori/generatori, etc.).

2.4.2 INSERTI SUPERCONDUTTIVI IN SUBSTRATI METALLICI (SIMS)

Tra le potenzialità della tecnologia Mg-RLI c'è quella di abbinare parti superconduttive con parti metalliche. Questo dà la possibilità di dare ai bulk in MgB_2 proprietà strutturali più vicine a quelle dei metalli, senza perdere quelle superconduttive. Inoltre consente di ottenere “percorsi” predefiniti della corrente, così da poterli definire a priori. Citiamo quindi solo brevemente i SIMS, un ibrido tra bulk e fibre, avente la prospettiva di coniugare le peculiarità di entrambi. Alcuni esempi sono riportati nelle immagini sottostanti (fig. 11.2).



Figura 11.2 – Esempi di SIMS: a) percorso chiuso a elica su entrambe le face; b) avvolgimento elicoidale su cilindro; c) current lead superconduttivo costituito da 6 linee parallele pseudo elicoidali.

Le possibili applicazioni di questi manufatti sono adduttori di corrente per macchine di potenza, rotori per motori elettrici superconduttivi, limitati di corrente resistivi e altri dispositivi per macchine elettriche.

Nel confronto tra i processi produttivi e le performances dei bulk di MgB_2 e gli altri superconduttori bulk, i vantaggi legati alla tecnologia Mg-RLI sono facilmente identificabili. Nella seguente tabella (tab. 1.2) sono confrontati bulk di

MgB₂, YBCO-123 (ottenuti con la tecnologia Melt Textured) e BSCCO-2212, i quali possono essere considerati i principali concorrenti nel mercato dei bulk.

Bulk @ 25 K, 2T	MgB₂	YBCO-123 (MT)	BSCCO-2212
Costi di produzione	Y	N	?
Proprietà meccaniche	Y	N	N
Isotropia	Y	N	N
Oggetti di grandi dimensioni	Y	N	Y
Stabilizzazione magnetica	?	Y	?
Giunzioni	Y	N	?
Brillantezza	Y	N	N

Tabella 1.2 - Confronto tra vantaggi (Y) e svantaggi (N) dei diversi tipi di bulk superconduttivi.

I principali vantaggi legati alla tecnologia Mg-RLI e al MgB₂ sono i bassi costi di produzione e i tempi rapidi. Inoltre lo MgB₂ ha le migliori proprietà meccaniche data l'elevata fragilità dei due HTS di natura ceramica. Questi ultimi richiedono inoltre tecnologie di produzione molto delicate poiché è necessario ottenere bulk costituiti da monocristalli o policristalli orientati.

2.5 FIBRE

Le fibre (o nastri) composite di MgB₂ ottenute tramite la tecnica dell'infiltrazione liquida reattiva sono caratterizzate da una particolare configurazione cava: la fibra presenta un'anima cava, circondata da un anello di diboruro di magnesio in una guaina metallica.

La tecnologia Mg-RLI per la produzione di fibre richiede l'uso di una guaina esterna metallica all'interno della quale viene inserita coassialmente una barra di magnesio di purezza 99.9% molare. Lo spazio libero tra la guaina e il magnesio viene riempito da polveri di boro pressate. Le successive fasi di trafilatura che subisce la billetta così ottenuta a un incrudimento e compattazione delle polveri di boro; la configurazione guaina – boro – magnesio rimane inalterata nonostante la riduzione del diametro (vedi fig.12.2).

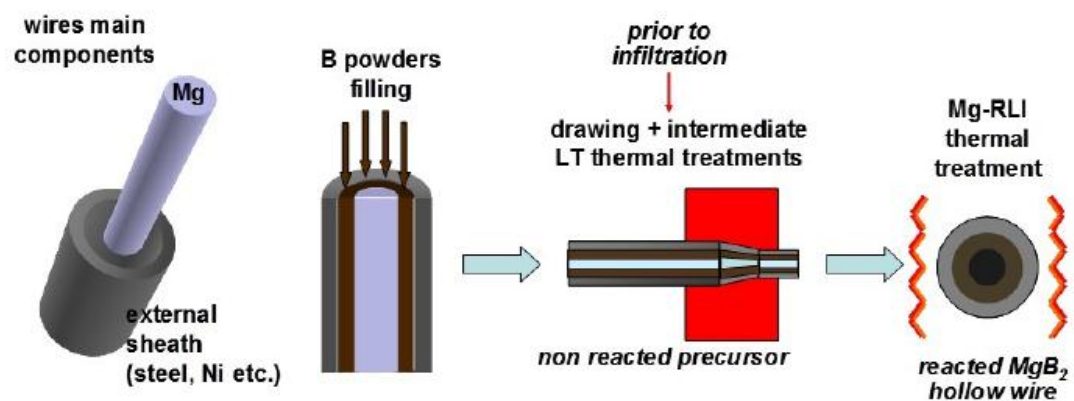


Figura 12.2 - Schema semplificato per la realizzazione di fibre cava di MgB_2 tramite tecnologia Mg-RLI.

Il trattamento termico finale del precursore consente l'infiltrazione in fase liquida del magnesio nello strato di polveri di boro e la conseguente reazione per la formazione di una fibra cava di MgB_2 (vedi fig.13.2).

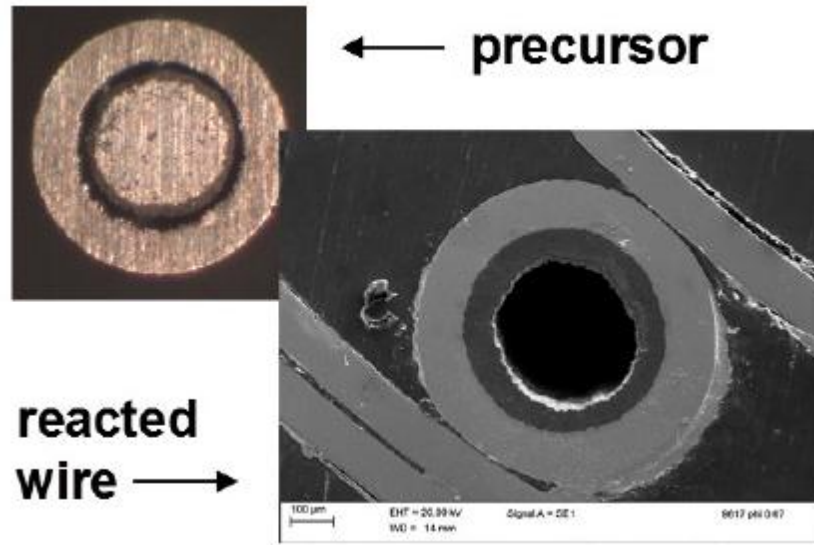


Figura 13.2 - Precursore e fibra ottenuta dopo la reazione.

A seguito dei numerosi passaggi di trafilatura, il precursore si incrudisce. Sono quindi necessari passaggi intermedi di ricottura al fine di eliminare le tensioni accumulate; la ricottura avviene in forni in atmosfera riducente con temperature dai 200 – 400 °C. Il trattamento finale di cottura ha una durata media di 1 ora alla temperatura di 750 °C.

Riassumendo gli elementi distintivi del nostro processo di produzione delle fibre sono:

a) Utilizzando polveri di B amorfo o microcristallino e una bacchetta cilindrica di Mg coassiale con il contenitore cilindrico, si possono trafilare fili a sezione circolare, aventi guaina esterna di acciaio, senza notare alterazione nella disposizione del Boro e del magnesio. Per riduzioni del diametro da 30 a 1.5 mm non sono necessari trattamenti termici intermedi.

b) E' possibile intrecciare più filamenti. Al momento sono stati testati fili con 7 filamenti.

c) Il filo superconduttore, dopo il trattamento termico, ha la caratteristica di essere cavo al centro, dove era posizionata la bacchetta di Mg ed il superconduttore, di forma anulare, è perfettamente densificato.

d) Il fattore di riempimento, dato dal rapporto della sezione superconduttiva rispetto alla sezione totale del filo, può raggiungere il 25-30.

e) Il trattamento termico deve essere fatto a temperature tra 750°C e 850°C , per qualche decina di minuti.

f) Il trattamento termico su fili di diametro superiore ad 1.5 mm non può essere fatto in continuo . Infatti il movimento del Mg liquido altera la stechiometria locale dei reagenti, con zone di mancanza di Mg. Il fenomeno non si osserva su lunghezze di qualche decina di cm, permettendo così ugualmente di ottenere conduttori corti per i discendenti di corrente.

g) La stabilizzazione del filo può essere realizzata inserendo guaine in Cu, esterne al Nb. Un test di questo assemblaggio ha portato alla riduzione della corrente critica, probabilmente per la minore compressione esercitata dal Cu durante la reazione.

h) Le caratteristiche meccaniche del filo precursore, prima del trattamento termico, permettono la sua trafila solo su diametri di alcuni dm. Per raggi di curvatura inferiori ai 10 cm, bisogna procedere a riduzioni fino a diametri del filo submillimetrici.

Riguardo alla corrente critica ottenibile nelle fibre di MgB₂, vi è un generale consenso sul dato sperimentale che le metodologie del tipo “in situ” producano materiali più performanti [10]. Però queste ultime tecnologie sono più laboriose dal punto di vista della preparazione del filo. Ugualmente un dato sperimentale ormai assodato indica che per le metodologie “ex situ” i trattamenti termici prolungati e ad alte temperature (> 800°C) portano a prestazioni più scadenti in presenza di campo magnetico. In molti lavori la temperatura di ricottura è anche inferiore ai 650°C, temperatura di fusione del Mg. Le scadenti prestazioni in campo magnetico delle

fibre di MgB₂ potranno essere sostanzialmente migliorate utilizzando composti droganti, quali il carbonio, il SiC o svariati ossidi, tutti in forma nanometrica [18-21]. Questa previsione è desunta dalle misure magnetiche in campioni di laboratorio, ma ancora non è stata validata a livello di produzione di fibre lunghe.

2.6 FLYWHEELS E CUSCINETTI SUPERCONDUTTIVI

Una flywheel è un accumulatore di energia sotto forma di energia cinetica di un elemento rotante con una certa inerzia. Un motore/generatore è connesso meccanicamente al rotore ed elettricamente alla rete AC tramite un sistema di controllo della potenza. Quando il volano funziona da motore, assorbe potenza dalla rete e il rotore viene accelerato, per cui converte energia da elettrica a meccanica. Il viceversa avviene quando si utilizza come generatore. Se non c'è conversione di corrente, l'energia può essere conservata nel rotore per molto tempo, a meno di piccole perdite dovute ai cuscinetti che sostengono il rotore. I volani sono sistemi di accumulo dell'energia caratterizzati da un tempo di risposta molto rapido e da una grande potenza di output. Lo schema tipico di un volano è riportato in figura 14.2.

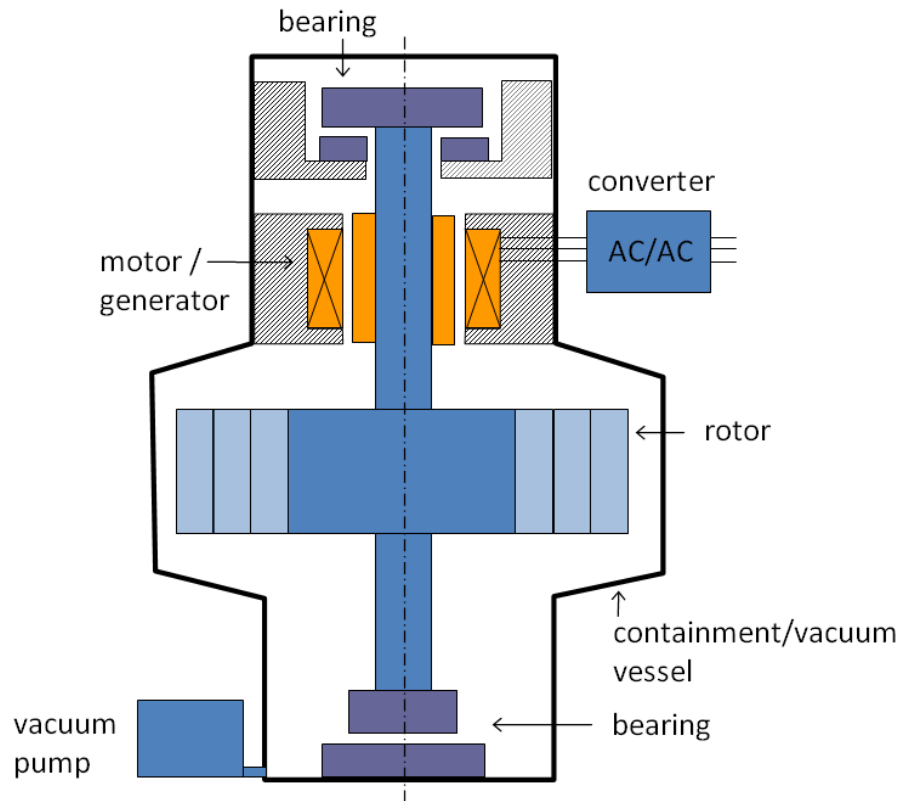


Figura 14.2 – Schema di un sistema di accumulo a flywheel.

Grandi valori di densità di energia, che corrispondono a rotazioni dell'ordine di $10^4 - 10^5$ rpm, possono essere raggiunti solo se è usato un materiale con bassa densità e alta tenacità. I materiali compositi a base di fibre di carboni sono ottimi per questo tipo di applicazione; il rotore è di solito costituito da anelli composti connessi ad un hub metallico [22].

Le perdite sono legate all'attrito aerodinamico e sono proporzionali alla pressione del gas che circonda il volano: per ridurre queste perdite di solito le flywheels ruotano in una camera da vuoto. La camera deve inoltre resistere ad eventuali impatti dovuti ad anomalie di funzionamento del rotore, che potrebbe

colpire la camera, danneggiarla, e causare la proiezione di frammenti verso l'esterno.

Il fattore limitante di un sistema di accumulo dell'energia a volano tradizionale sono le perdite derivanti dall'attrito dei cuscinetti, che riducono l'efficienza e i tempi di vita del dispositivo. Le perdite si riducono drasticamente se si usano cuscinetti senza attrito basati sulla levitazione magnetica. Tuttavia la levitazione magnetica basata su materiali convenzionali non stabile e i cuscinetti richiedono un controllo attivo di retroazione con l'ausilio di bobine.

Una levitazione magnetica intrinsecamente stabile si ottiene invece con magneti permanenti, bobine o bulk di superconduttori del II tipo [23], [24]. L'efficienza che si può raggiungere con cuscinetti magnetici superconduttivi è dell'ordine del 85%.

La massima forza di levitazione che un bulk superconduttore può sviluppare su un magnete permanente non può superare quella prodotta da un magnete immagine delle stesse dimensioni e magnetizzazione [24]. Ciò implica che considerando un campo residuo di 1 T, che è il valore tipico di magneti permanenti commerciali, la pressione di levitazione teorica massima è di 400 kPa. Questo valore è molto inferiore rispetto a quello che si riesce ad ottenere con cuscinetti magnetici attivi, ma non pone limiti sul numero e la dimensione dei cuscinetti superconduttivi utilizzabili e quindi sulla pressione massima globale sostenibile.

Un possibile metodo per aumentare la forza di levitazione è usare bobine superconduttive al posto di magneti permanenti per indurre il campo [25]. Queste bobine possono produrre un campo magnetico più alto e quindi una forza di levitazione molto superiore; i superconduttori richiedono però un sistema di raffreddamento e di alimentazione elettrica che complicano il sistema (il

raffreddamento coinvolge rotore e statore). Inoltre, dati gli alti campi coinvolti, i superconduttori HTS devono operare a più basse temperature.

In alcuni casi il rotore può compiere grandi oscillazioni che devono essere smorzate; in particolare poiché i volani lavorano in regimi di smorzamento supercritici a velocità elevate, è essenziale evitare contatti tra il rotore e lo statore, i quali di solito hanno un gap di circa 1 mm. Lo smorzamento può essere ottenuto sfruttando le perdite AC indotte nel bulk superconduttivo dalle oscillazioni del rotore. Ciò deve essere realizzato a temperature operative più alte (una bassa J_c è necessaria per avere alte perdite AC), indebolendo le prestazioni del superconduttore, per cui risulta una strada non percorribile.

Sistemi ibridi costituiti da SC/PM e PM/PM o con cuscinetti magnetici attivi sono usati in volani per aumentare sia le forze di levitazione sia le prestazioni dinamiche del rotore [22], [26], [27].

Come detto precedentemente valori tipici di rimanenza dei magneti permanenti commerciali sono dell'ordine di 1-1.5 T. In questo range i superconduttori HTS che lavorano alla temperatura dell'azoto liquido, hanno valori di densità di corrente sufficientemente elevati per raggiungere gli opportuni valori di forze di levitazione. Sono stati realizzati cuscinetti in YBCO bulk che lavorano tra i 63 – 77 K. Gli ossidi ceramici superconduttivi richiedono costi minori riguardo al sistema di raffreddamento (si utilizza l'azoto liquido), ma richiedono tempi, costi e metodi di ottenimento molto più costosi e di estrema difficoltà tecnologica. Un ottimo sostituto sia per questi materiali sia per i tradizionali LTS (NbTi, Nb₃Sn) è proprio l'MgB₂.

La possibilità di realizzare un cuscinetto magnetico superconduttivo in MgB₂ che lavora tra i 10 e i 20 K è stata dimostrata [28]. Le ottime proprietà meccaniche del MgB₂ unite alla possibilità di realizzare oggetti di forma

qualsivoglia con la tecnologia Mg-RLI, costituiscono l'input per lo studio dell'utilizzo di questo materiale nelle applicazioni precedentemente descritte.

Numerosi passi avanti sono stati fatti negli ultimi anni per sviluppare cuscinetti superconduttivi in YBCO che aprono la strada a prototipi su scala reale di volani superconduttivi. In particolare Boeing ha realizzato un dispositivo da 5 kWh/ 100 kW con cuscinetti PM/PM per la sospensione e cuscinetti PM/YBCO per il supporto radiale [22]. Nell'ambito del progetto NEDO in Giappone è stato sviluppato un volano da 10 kWh/ 100 kW [27]. Questo prototipo usa un cuscinetto PM/YBCO di sospensione e un sistema di stabilizzazione con cuscinetti magnetici attivi. Un altro prototipo da 5 kWh / 250 kW è stato sviluppato da Adelwitz Technologiezentrum e L-3 Magnet-Motor basato su sospensioni PM/YBCO e dispositivi di emergenza dinamici posizionati alla fine del rotore per smorzare le vibrazioni critiche [26].

2.7 SISTEMI MAGLEV

Il fenomeno della levitazione magnetica tra PM e bulk superconduttori può essere utilizzato anche nei sistemi di trasporto e movimentazione di tipo Maglev. Tali sistemi sono caratterizzati da una stabilità intrinseca (passiva) che non necessita di alcun controllo esterno.

Il principio su cui si basano questi treni è quello della repulsione/attrazione che si genera tra un superconduttore e un campo magnetico. Il superconduttore è realizzato in forma di avvolgimento di cavi superconduttori e viene alloggiato in appositi sistemi refrigerati a bordo della motrice del treno. La rotaia è costituita da avvolgimenti classici in configurazione tale da creare, al passaggio del treno,

campi magnetici con polarità alternata così da esercitare attrazione verso la bobina successiva e repulsione da quella appena passata. In questo modo il treno viene accelerato, senza creare nessun attrito tra binario e motrice levitante.

I treni attualmente in uso si basano su avvolgimenti di cavi in superconduttori a bassa temperatura, raffreddati con elio liquido, ma sono in corso numerosi progetti che mirano a sostituire gli LTS con superconduttori ossidi ceramici.

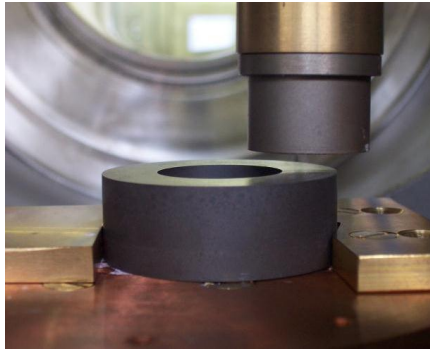
Nonostante sia difficile prevedere lo sviluppo commerciale e dei prezzi di questo tipo di materiali, il principio su cui si basa il Maglev prospetta vagoni più leggeri e riduzione dei costi di infrastrutture e di manutenzione (circa metà di un treno leggero [29]). Il 31 dicembre 2000 è stato eseguito il primo test di trasporto di persone con un treno Maglev HTS con la presenza di 5 persone a bordo, con un gap di levitazione maggiore di 20 mm su una pista di magneti permanenti di 15.5 m in Cina [30]. Esistono altri tre prototipi di treni per il trasporto di persone con superconduttori HTS in Germania (“SupraTrans I” e “SupraTrans II”) [31] e in Russia. Un importante esempio è quello sviluppato in Brasile, il “Maglev Cobra” su una linea di test di 200 m [29] (vedi fig. 10.3).



Figura 15.2 - Prototipi dimostrativi dei principali HTS Maglev. a) Cina [32], b) Germania [31], Brasile [33].

3

SISTEMA DI LEVITAZIONE



L'attività di dottorato ha riguardato l'analisi sperimentale delle proprietà di levitazione di bulk di MgB_2 superconduttivi. I campioni sono stati preparati presso i laboratori del Centro RD&I di Edison secondo le modalità previste dalla tecnologia proprietaria Mg-RLI. La fase preliminare degli studi ha richiesto la progettazione e la costruzione di una camera di misura ad hoc per lo svolgimento delle prove di levitazione in ambiente cryogen – free e con l'ausilio di un opportuno sistema di movimentazione. La seconda fase ha visto lo sviluppo del software di misura in ambiente Labview e la messa a punto del set-up sperimentale.

Obiettivo di questo capitolo è la descrizione dettagliata della messa a punto del sistema di misura per le prove di forze di levitazione e per le prove di spin-down.

3.1 SET-UP SPERIMENTALE

Il primo problema affrontato è stato quello della criogenica, ossia il raffreddamento necessario del campione affinché possa raggiungere lo stato superconduttivo sotto i 39 K. I metodi di raffreddamento sono principalmente tre:

1. Immersione in liquido criogenico,
2. Raffreddamento per conduzione tramite un dito freddo,
3. Raffreddamento per mezzo di un fluido gassoso.

La scelta adottata è stata quella del raffreddamento mediante conduzione: il corpo superconduttore è posto a contatto con una superficie in rame tramite (dito freddo), la cui temperatura è controllata mediante un cryocooler. Tale sistema non utilizza il liquido criogenico ed è detto cryogen-free. Tali sistemi offrono numerosi vantaggi rispetto alle altre due possibilità, prima fra tutte la facilità d'uso legata, l'assenza di manipolazione di liquidi criogenici e quindi il rischio di ustioni da freddo. Inoltre i cryocoolers richiedono manutenzioni programmate a scadenze a lungo termine (solitamente dopo decine di migliaia di ore di lavoro) e sono facilmente assemblabili a sistemi da vuoto necessari per il raggiungimento delle basse temperature. Unico svantaggio di questo tipo di sistemi è l'inevitabile presenza di vibrazioni dovute al moto del pistone.

Il cryocooler a nostra disposizione è un Sumitomo Cryocooler modello RDK 415E, con compressore ad aria CSA 71A (vedi fig 1.4 a e b). Questo modello dei cryocooler consente di raggiungere la temperatura di 4.2 K, con una potenza di 1.5 W, in tempi relativamente veloci, dell'ordine di 3-4 ore. Il sistema di raffreddamento comprende anche le linee flessibili da 20 m per il trasferimento dell'elio gas e il cavo di alimentazione della testa fredda.



Figura 1.4 a - Testa fredda Sumitomo RDK-415E.

Questo tipo di cryocooler è un refrigeratore Gifford – McMahon (GM); il suo funzionamento si basa su cicli chiusi di refrigerazione fin al raggiungimento della temperatura minima. La testa fredda ha tre componenti principali: il cilindro, la drive unit e l'assemblaggio displacer-regenerator, che è posizionato all'interno del cilindro. È necessario l'uso di un compressore per pressurizzare il gas elio utilizzato nel ciclo termodinamico interno alla macchina.



Figura 2.4b - Compressore Sumitomo CSA 71A.

L'elio gas ad alta pressione proveniente dal compressore arriva al displacer-regenerator, ci passa attraverso e esce verso il guscio metallico fino al motore, ritornando al compressore attraverso le linee di connessione. L'espansione dell'elio gas nel displacer-regenerator crea le condizioni per il raffreddamento del primo e del secondo stadio (vedi fig. 2.4).

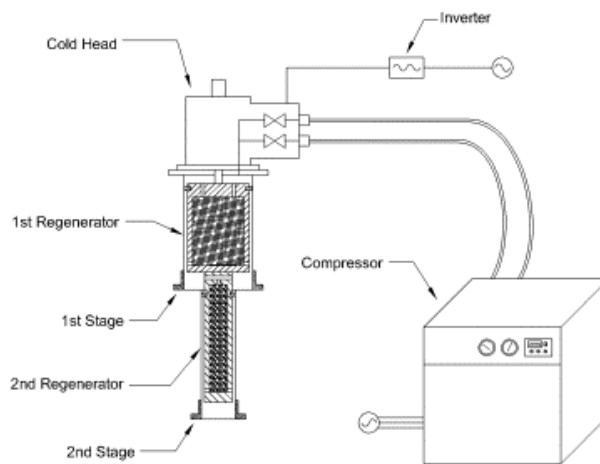


Figura 3.4 - Schema semplificato di funzionamento cryocooler a due stadi.

Le caratteristiche principali della testa fredda Sumitomo RDD-415E e del compressore ad aria Sumitomo CSA-71A, sono elencate nelle tabelle sottostanti e riportate negli allegati tecnici (tab. 1.4, tab. 2.4).

Capacità refrigerante	
Primo stadio	35 W @ 50 K
Secondo stadio	1.5 W @ 4.2 K
Orientazione	Qualsiasi Perdite: max 15%
Temperatura ambiente di lavoro	5 – 28 °C 28 – 35 °C con perdite del 5%
Pressione elio gas	
Statica	16.5 kgf/cmG (235 psig)
Operativa	
Alta	20 – 24 kgf/cmG (284 – 341 psig)
Bassa	5 – 6 kgf/cmG (71 – 85 psig)
Pressione setting valvola di sicurezza	19.6 kgf/cmG (280 psig)
Connettore gas ingresso	½ - inch Coupling
Connettore gas uscita	½ - inch Coupling
Dimensioni	
Larghezza	180 mm
Lunghezza	295 mm
Profondità	557 mm
Peso	18.5 kg

Tabella 1.4 - Specifiche della testa fredda Sumitomo.

Dimensioni	
Larghezza	550 mm
Lunghezza	550 mm
Profondità	885 mm
Pressione elio gas	
Statica	1.60 – 1.65 MPa @ 20 °C
Operativa	2.10 - 2.30 MPa
Temperatura ambiente di lavoro	5 – 28 °C 28 – 35 °C con perdite del 5%
Peso	140 kg
Caratteristiche elettriche	
Tensione alimentazione (± 10%)	AC 200 V / 50 , 60 Hz, 3 fasi
Corrente alimentazione	25 A
Potenza richiesta	9 kVA
Potenza consumata	Max 8.3 kW, stazionario 7.5 kW
Tensione di controllo	DC 24 V
BTU output	Max 28320 BTH/H Operativo 25590 BTU/H
Pressione setting valvola di sicurezza	2.61 – 2.75 MPa
Connettore gas ingresso	½ - inch Coupling
Connettore gas uscita	½ - inch Coupling

Tabella 2.4 - Specifiche del compressore ad aria Sumitomo.

La configurazione del dito freddo ha facilmente permesso la connessione dello stesso ad una camera a vuoto con configurazione a croce con sei uscite, ISO 250 (vedi fig. 3.4). Come si può notare non è stata scelta una semplice forma a

sfera, ma una configurazione più complessa che riduce il volume interno e contemporaneamente consente la connessione multipla a tutti gli ausiliari. Ciascuna delle aperture svolge infatti una funzione dedicata, ad eccezione di quella posteriore, chiusa con una flangia in acciaio.

Il cryocooler è fissato tramite un'apposita flangia sull'apertura inferiore: i due stadi di raffreddamento sono all'interno della camera a vuoto per evitare congelamenti. Ognuno di essi svolge un ruolo preciso: il primo stadio è collegato con uno schermo termico per proteggere il secondo stadio, il secondo stadio sarà il punto di contatto tra la piattaforma di misura e il campione. L'apertura anteriore è dotata di un vetro a bassa emissività per l'osservazione diretta delle attività svolte nella camera; tale finestra costituisce inevitabilmente una fonte di calore dovuta all'irraggiamento della luce esterna. È però fondamentale l'ispezione visiva del posizionamento tra magneti e superconduttore e dell'intero sistema.

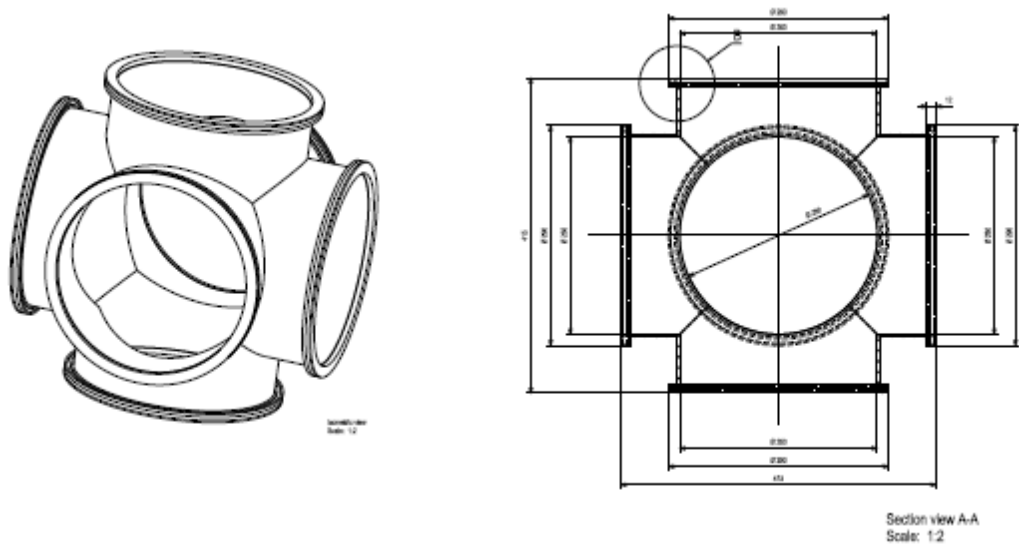


Figura 3.4 - Vista 3D e sezione della camera da vuoto.

L'apertura laterale sinistra è collegata tramite opportune flange di diversa dimensione (ISO63, 2 x KF40, KF16) al sistema da vuoto che descriveremo in seguito. Sul lato destro abbiamo i connettori per la sensoristica e valvola frangi-vuoto. La parte superiore della camera da vuoto è occupata dal sistema di movimentazione. Tutto il sistema di misura è fissato su una struttura modulare in alluminio (vedi fig. 4.4 e disegni tecnici allegati).

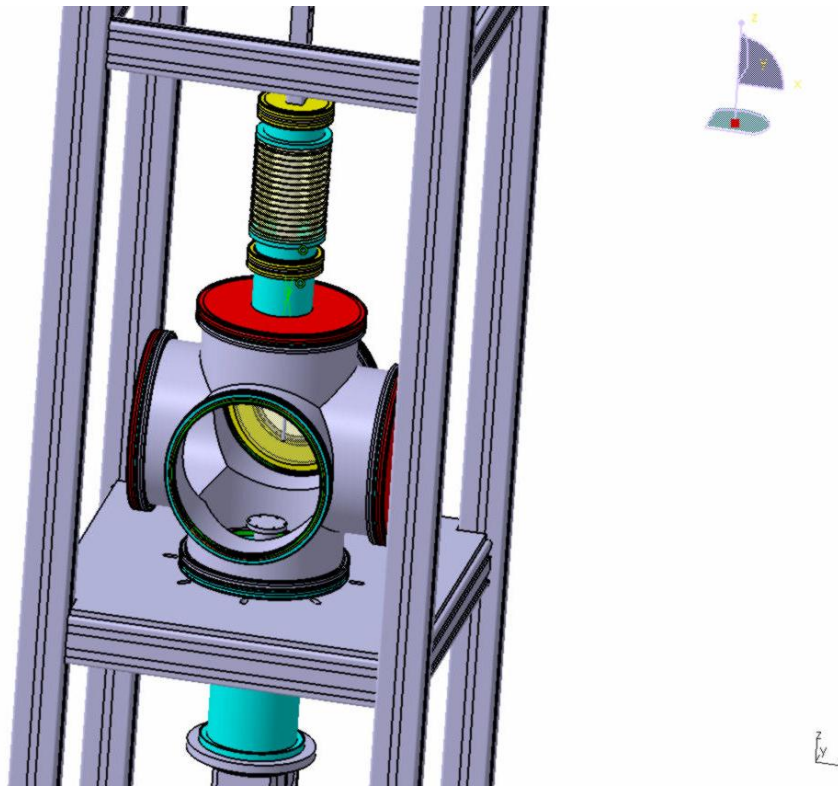


Figura 420.4 - Struttura completa del set-up di misura.

3.1.1 IL SISTEMA DA VUOTO

Il sistema da vuoto abbinato al set-up sperimentale è costituito dai seguenti componenti (vedi fig. 5.4):

1. Pompa rotativa Leybold mod. Trivac D4B;
2. Pompa turbomolecolare Leybold mod Turbovac 151;
3. Sistema di controllo pompa turbomolecolare Leybold mod. Turbotronik;
4. Centralia di comando sistema da vuoto Leybold mod. PT 151;
5. Sensore per basso vuoto Leybold mod. Termovac TTR 90;
6. Sensore per alto vuoto Leybold mod. PTR225;
7. Centralina di controllo sensori da vuoto Leybold mod. Center Two;
8. Valvole di apertura/chiusa, tubi corrugati in acciaio per vuoto e connettori.



Figura 5.4 - Sistema da vuoto Leybold.

Il sistema da vuoto è collegato alla camera di misura attraverso una flangia ISO-KF50; il sensore per l'alto vuoto è montato direttamente sulla camera così da misurare il valore reale di vuoto.

All'accensione la pompa rotativa crea vuoto fino ad un valore prossimo a $1e^{-03}$ mbar nella camera; raggiunto tale valore si procede all'accensione della pompa turbomolecolare tramite la centralina di comando. Il sistema di controllo provvede alla gestione dell'accensione regolare della pompa turbomolecolare; è necessario un opportuno periodo di tempo (circa 4 ore) affinché il sistema raggiunga un valore di vuoto dell'ordine di $1e^{-06}$ mbar. Tale valore diminuirà ulteriormente all'accensione del sistema criogenico che funzionerà da pompa criogenica fino a $1e^{-09}$ mbar.

3.1.2 LA STRUMENTAZIONE HARDWARE

Il rack di misura per le prove di forze di levitazione è costituito da un insieme di strumentazione collegata direttamente alla camera di misura e ad un pc di acquisizione dati. I dispositivi che lo costituiscono sono i seguenti (vedi fig. 6.4):

1. Motore passo-passo a due assi (x, z);
2. Controllore del motore passo-passo mod. Schrittmotor-Controller C142-4 (ISEL);
3. Controllore per la temperatura Lakeshore mod. 331
4. Misuratori dei sensori di forza, 2 canali (BURSTER 9181);
5. Centralina per il controllo dello statore mod. EGGS Elektronik motor driver 24 V;

6. Pc e monitor commerciali.



Figura 6.4 – Rack di misura.

Tutti i dispositivi di misura sono collegati con la sensoristica all'interno della camera tramite due appositi connettori da vuoto (sub-D) sull'apertura laterale destra tramite una flangia ISO63, evidenziati nel cerchio rosso in figura 7.4.

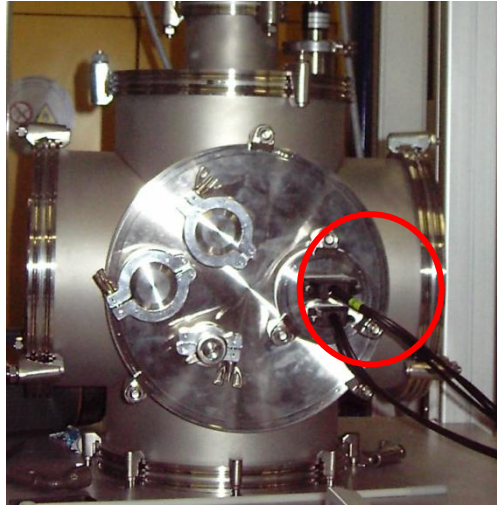


Figura 7.4 - Particolare delle connessioni della sensoristica.

3.1.2.1 Il sistema di movimentazione

Per poter effettuare la movimentazione dei magneti permanenti sui campioni in analisi, è presente sulla parte superiore della camera un sistema di motorizzazione a due assi; il motore è collegato alla camera tramite un soffietto metallico (ISO 100) per vuoto ed è fissato su una tavola di assi xy: ciò consente il movimento del braccio in orizzontale e in verticale senza perdita di vuoto (vedi fig. 8.4).

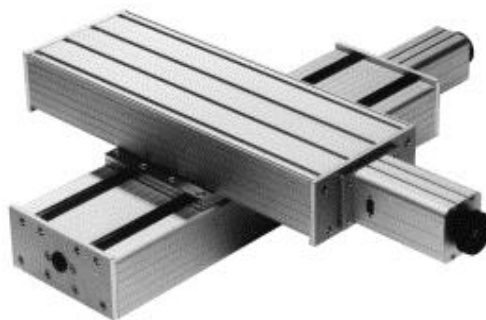


Figura 8.4 - Tavola su pattini per motore passo-passo.

Il motore è collegato ad un braccio di movimentazione che entra nella camera di misura di dimensioni (620 x 40 x 30 mm³). A esso può essere fissato il set di misura per forze di levitazione oppure il set per le prove di rotazione, che descriveremo in seguito.

Lo spostamento massimo consentito dalla dimensione del soffietto è di 45.9 mm, in orizzontale (direzione x) e in verticale (direzione z); il motore è un motore passo-passo con movimento minimo di 0.0062 mm . È comandato da una centralina Isel modello 142-4 (vedi fig. 9.4) che è un'unità di controllo che può gestire stepper motors fino a 3 assi. Poiché nel nostro caso il motore è su due assi, sono stati implementati solo gli slot per gli assi x e z.

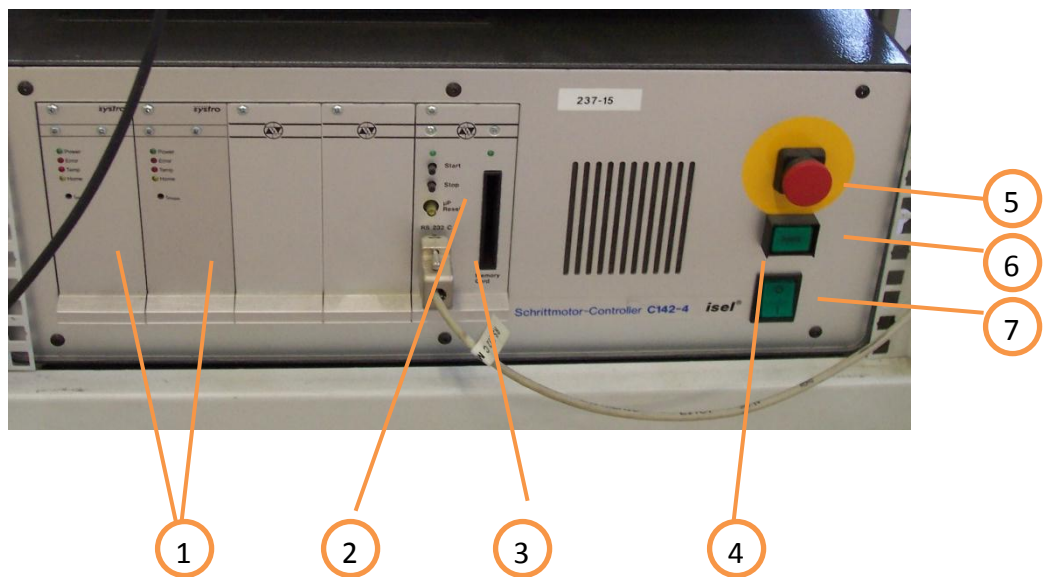


Figura 9.4 - Centralina Isel per il controllo della movimentazione del motore.

In figura è visualizzata il lato frontale della centralina Isel:

- 1) Stage di uscita della potenza del motore;
- 2) scheda di interfaccia;
- 3) connessione RS 232;

- 4) blocco di potenza;
- 5) pulsante di emergenza;
- 6) pulsante di accensione;
- 7) alimentazione principale.

I due slot di uscita della potenza per l'alimentazione degli assi x e z del motore sono collegati al motore stesso tramite i connettori posti sul retro della centralina. Il connettore frontale della scheda interfaccia ha lo scopo di collegare la centralina con il computer tramite la linea RS 232. Lo schema dettagliato delle connessioni è indicato in figura 10.4 per un sistema su tre assi.

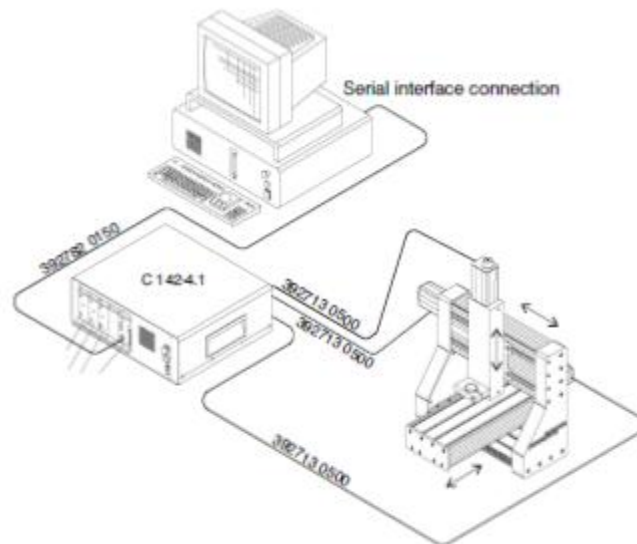


Figura 10.4 - Schema connessioni sistema motore – centralina – computer.

3.1.2.2 Gestione della temperatura

Il portacampioni avvitato sulla testa fredda è un disco di rame OFHC (purezza 99,99%) di diametro 140 mm con la configurazione mostra in figura

11.4° e allegati tecnici). I sei fori passanti diametro 5 sono allineati con i fori presenti sul dito freddo. In questo modo, tramite viti in rame per migliorare il contatto termico, il portacampioni viene meccanicamente e strettamente fissato sul cryocooler. I campioni misurabili possono avere forme e dimensioni a piacimento, compatibili con il portacampioni e la capacità del sistema di raffreddamento di rimuovere il calore che incide a causa dell'irraggiamento e mantenere la temperatura. Per bloccare il campione nella posizione voluta sono stati realizzati due holder in ottone che vengono fissati al portacampioni con due modalità: uno tramite viti-dado-controdado nelle due file da 9 dei fori presenti sul lato destro del disco in rame; il secondo è scorrevole sulle due scanalature passanti sul lato sinistro. L'anello esterno di fori consente l'alloggiamento di eventuali sistemi di fissaggio e di stabilizzazione termica per campioni di "grandi" dimensioni. Il lato posteriore del portacampioni alloggia la sensoristica per il monitoraggio e la gestione della temperatura del campione (vedi figura 11b).

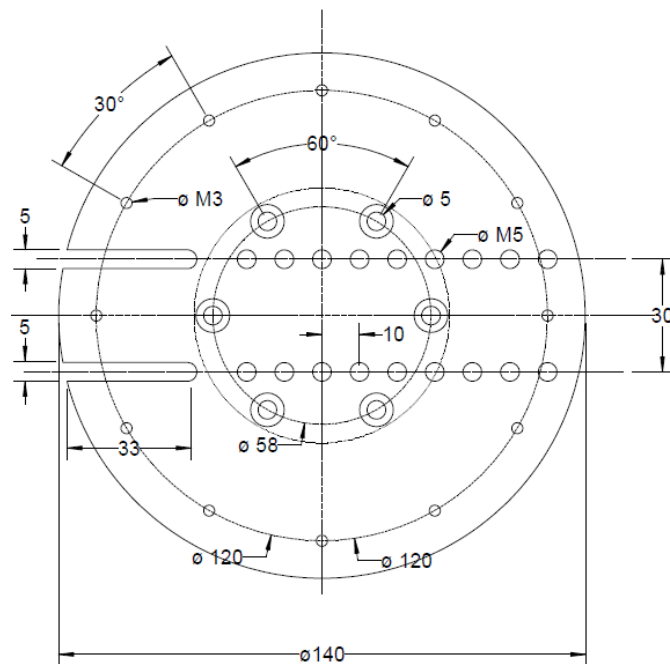


Figura 11.4 - a) Disegno tecnico portacampioni.

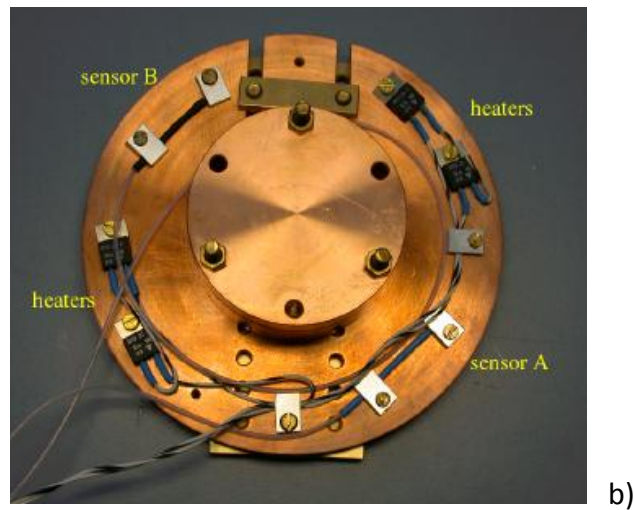


Figura 11.4 –b) Assemblaggio sensoristica sul lato posteriore.

Due diodi al silicio per la lettura accurata della temperatura (Lakeshore, modello DT-670-SD-4L) sono fissati sia meccanicamente, sia tramite una colla criogenica alla piattaforma di misura; la loro posizione è alternata a quella di due riscaldatori da 12Ω , 20 W connessi in serie. La regolazione della temperatura è svolta dal controllore di temperatura Lakeshore 331 (vedi fig. 12.4). Il display visualizza entrambe le letture dei due diodi di silicio (in figura indicati con A e B), la potenza in percentuale che viene trasferita ai riscaldatori (in figura indicata con 0% High) e il valore di set-point (in figura indicato come S 20.000 K). Il cryocooler non può essere pilotato elettronicamente, ma durante il funzionamento lavora in ciclo continuo, rendendo disponibile la potenza di raffreddamento massima. Il controllo della temperatura è ottenuto mediante il controllo in retroazione dei riscaldatori.

Come si può vedere dall'immagine, il ΔT tra i due diodi è di circa 0.3 K ; non è stato possibile ridurre tale valore in alcun modo, nonostante entrambi i diodi siano collegati nello stesso modo al portacampioni e siano della stessa classe di misura.

Il profilo termico durante le prove è visualizzato e memorizzato dal software di misura che descriveremo successivamente.



Figura 12.4 - Centralina di controllo della temperatura Lakeshore 331.

3.1.2.3 Set-up per misure di forze di levitazione

Il set-up per la misura di forze di levitazione è costituito da una barra in acciaio che deve essere avvitata al discendente del motore passo-passo. In questo modo viene trasmesso il moto dal motore al magnete permanente di volta in volta scelto per la misura; lo spostamento consentito è di ± 45.9 mm, sia nella direzione orizzontale (x), sia in quella verticale (z). Al supporto in acciaio sono fissati due sensori di forza (strain gage) Burster, mod. 8432-6001 da 1000 N, uno per misurare le forze in direzione verticale F_z , uno in quella orizzontale F_x (vedi fig. 13.4). Lo strain gage per la misura di F_z è avvitato al perno centrale del set-up, in asse con un perno a cui è possibile collegare tutte le configurazioni di magneti permanenti utilizzate per i test.

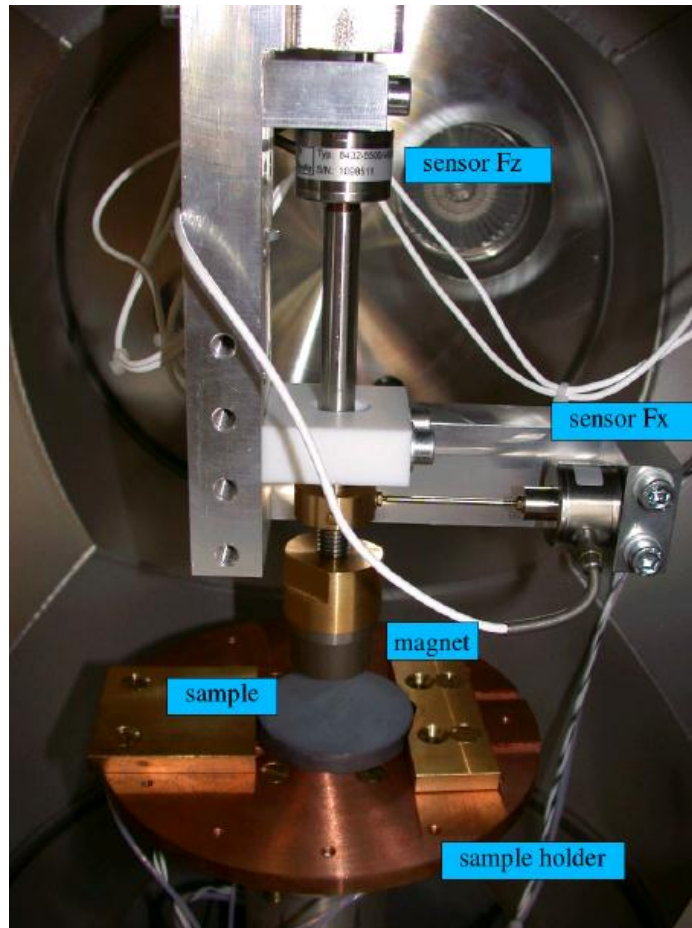


Figura 13.4 - Set-up di misura per forze di levitazione assemblato su portacampioni e campione in MgB_2 .

I sensori utilizzati sono caratterizzati da dimensioni piccole, alta accuratezza, possono misurare sia valori in tensione sia in compressione e sono protetti da valori di sovraccarico. I valori di forze di levitazione misurati dai due sensori sono letti dalla centralina Burster Digimaster 9181 tramite un collegamento a 15 pin Sub-D.



Figura 14.4 - Singolo componente per lettura forze di levitazione Burster 9181.

3.1.2.4 Set-up per misure di spin down

Il set per le prove di rotazione è costituito da un braccio in vetroresina su cui è montato un sistema di quattro bobine e un sensore Hall (vedi fig. 15.4). Questo braccio viene affacciato ad un opportuno magnete, tenuto sollevato dal campione con un supporto in alluminio. Al raffreddamento del campione, il supporto viene abbassato e fatto ruotare, mentre il magnete rimane sospeso sul campione per effetto della superconduttività.

Il rotore è costituito da quattro magneti permanenti con polarità alternata, posti sulla parte superiore. Questi ultimi, abbinati allo statore, consentono sia di movimentare il rotore sia di misurarne la velocità di rotazione. Sul rotore è stato montato un magnete permanente a simmetria assiale che è responsabile dell'effetto di levitazione quando interagisce con il superconduttore (vedi fig. 16.4).

Lo statore è formato da quattro bobine, ciascuna con le seguenti caratteristiche: 560 avvolgimenti, resistenza 4Ω , induttanza 2.3 mH .

Per monitorare la rotazione lo statore è fornito di una sonda Hall (TLE 4905L), la quale genera un segnale digitale sensibile alla direzione del campo magnetico, cioè in base all'orientazione del magnete prossimo al sensore. Durante la rotazione, il sensore Hall genera impulsi rettangolari sincroni (due impulsi ogni giro) che vengono inviati alla centralina che esegue in controllo retroazionato della rotazione. Questo segnale alimenta il controller.

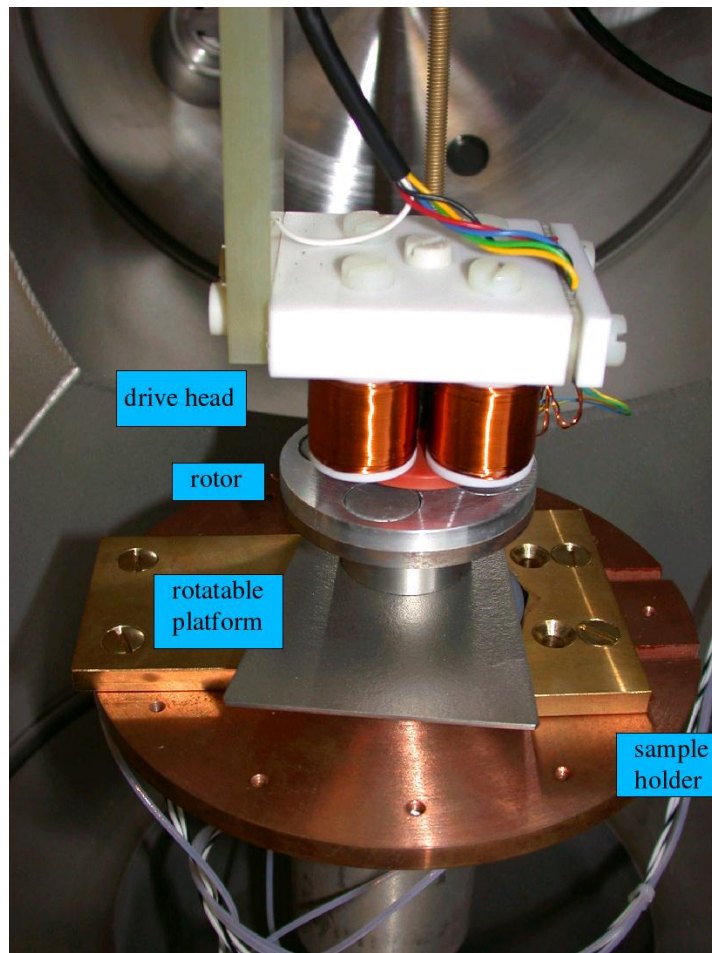


Figura 21.4 - Set – up per misure di spin down.



Figura 16.4 - Rotore per prove di spin-down.

Lo statore non è progettato per rimanere acceso a lungo, solo il tempo di mettere in rotazione il rotore e accelerarlo alla velocità voluta; il sistema è stato progettato in questo modo per dare un forte impulso di rotazione anche a magneti privi di core in acciaio, quindi più leggeri. Per questa ragione sul pannello frontale è collocato un pulsante on/off che accende o spegne le bobine dello statore da/verso l'amplificatore, il quale è sempre acceso per consentire la conversione del segnale TTL.

3.2 IL SOFTWARE LABVIEW

L'esecuzione semi-automatizzata delle misure di caratterizzazione è gestita da un gruppo di programmi sviluppati in ambiente Labview.

Per la gestione diretta di due dispositivi chiave, quali la centralina del motore Isel e il lettore di temperatura Lakeshore, sono stati scritti due programmi specifici indipendenti. Entrambi convergono in un programma principale denominato "Force Measurement" che consente di gestire in modo completo tutti i parametri da impostare per eseguire le misure di forze di levitazione.

Per quanto riguarda le misure di spin down è stato sviluppato un programma indipendente denominato "Rotation".

3.2.1 LAKESHORE

Il programma per la gestione della temperatura permette di:

- ✓ leggere le temperature dei due diodi A e B sotto il portacampione, (TA [K], TB [K]);
- ✓ accendere / spegnere il riscaldatore (Heater on/off);
- ✓ indicatore luminoso a led (Heater) che segnala se il riscaldatore è acceso oppure no;
- ✓ impostare la temperatura del campione (Set T [K]);
- ✓ verificare la temperatura impostata (Set T [K]);
- ✓ impostare l'intervallo di tempo di misura delle temperature (time step [ms]);
- ✓ memorizzare i dati delle temperature (Record);
- ✓ salvare i dati (Save);
- ✓ visualizzare l'andamento dei due valori di temperatura.

Sul pannello di controllo (vedi fig. 17.4) sono presenti 5 pulsanti di azione, con le seguenti funzioni:

- ✓ settare il valore di temperatura voluto,
- ✓ accendere o spegnere il riscaldatore,
- ✓ registrare i dati di temperatura,
- ✓ salvare i dati di temperatura,
- ✓ fermare la prova.

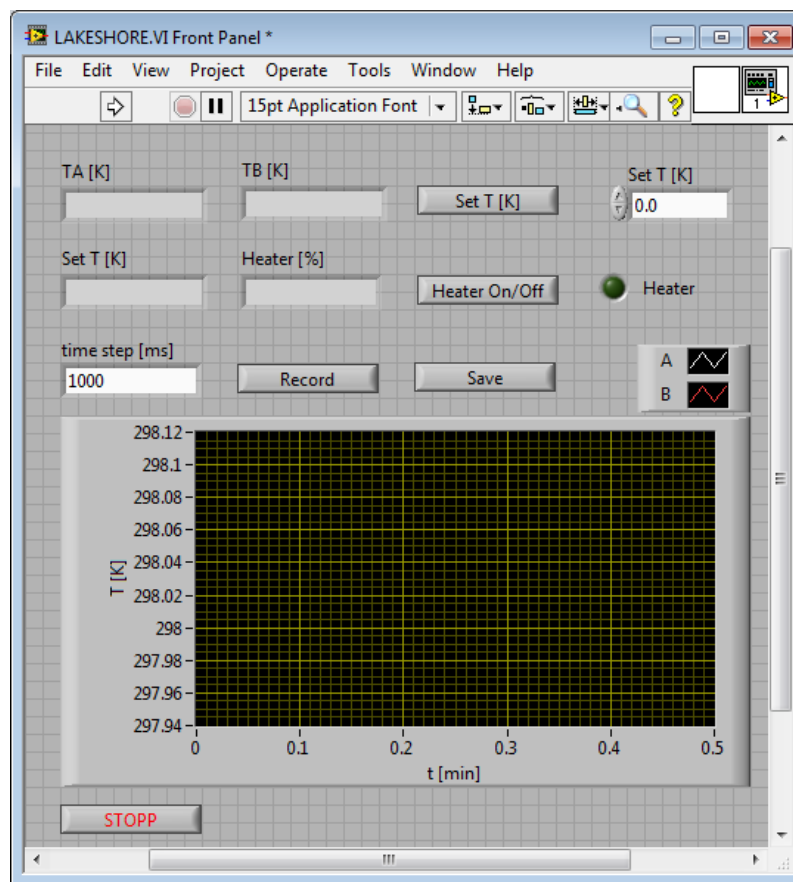


Figura 17.4 – Schermata principale programma Lakeshore.vi

All'attivazione del programma (freccia bianca in alto), sulla schermata compaiono i valori di temperatura letti, il valore di default della temperatura settata (300 K) e la percentuale del riscaldatore (Heater %). Per visualizzare i dati nel grafico sottostante bisogna premere il tasto Record. Per impostare il valore di temperatura voluto è necessario scriverlo nella casella relativa, premere il tasto Set T e accendere il riscaldatore. Lo strumento Lakeshore 331 imposterà automaticamente la rampa di riscaldamento in base alle opzioni possibili dal suo menu (low / medium / high).

Le scale del grafico sono in autoscale, cioè si adeguano automaticamente ai valori da visualizzare.

3.2.2 ISEL

Il programma per l'uso informatico della centralina del motore si chiama come lo strumento stesso, Isel.

Come si può vedere dalla schermata principale (vedi fig. 18.4), il programma consente di:

- ✓ portare il braccio del motore passo passo nella sua posizione iniziale (0,0) in alto a destra;
- ✓ impostare i passi dX e dZ di movimento;
- ✓ imporre il movimento con i quattro pulsanti +/- X e +/- Z;
- ✓ impostare la velocità con cui vengono eseguiti i passi con vz e vx;
- ✓ terminare l'esecuzione con il tasto STOPP.

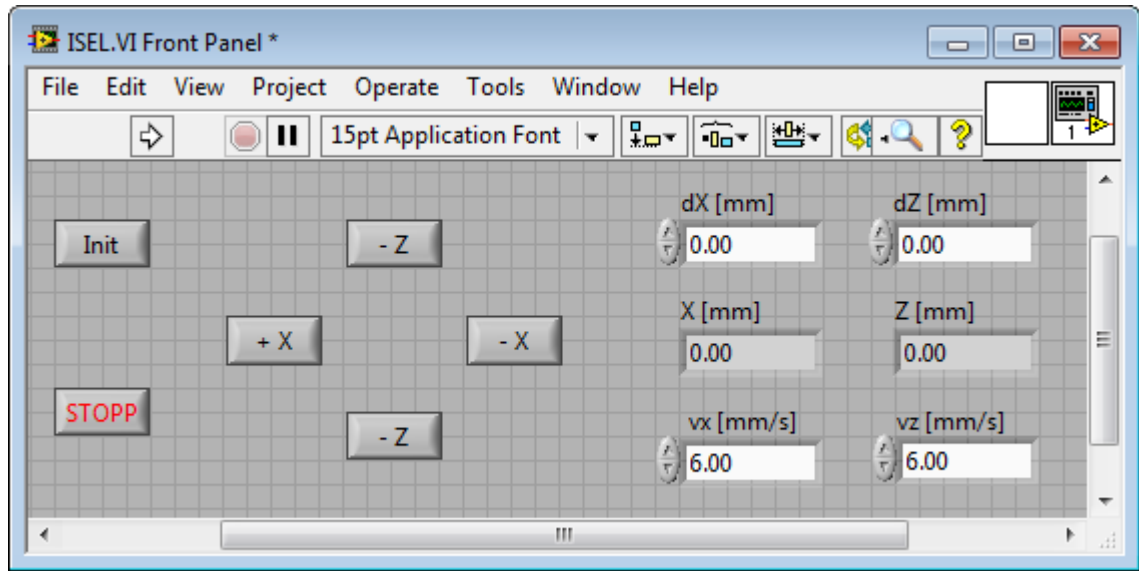


Figura 18.4 – Schermata principale del programma ISEL.vi.

Questo programma farà parte del gruppo di sottoprogrammi del VI principale, ossia Force Measurement.vi.

3.2.3 FORCE MEASUREMENT

Il programma padre per l'esecuzione delle prove di levitazione è costituito da una serie di sottoprogrammi che gestiscono separatamente tutte le operazioni eseguibili, vedi schermata principale in figura (vedi fig. 19.4).

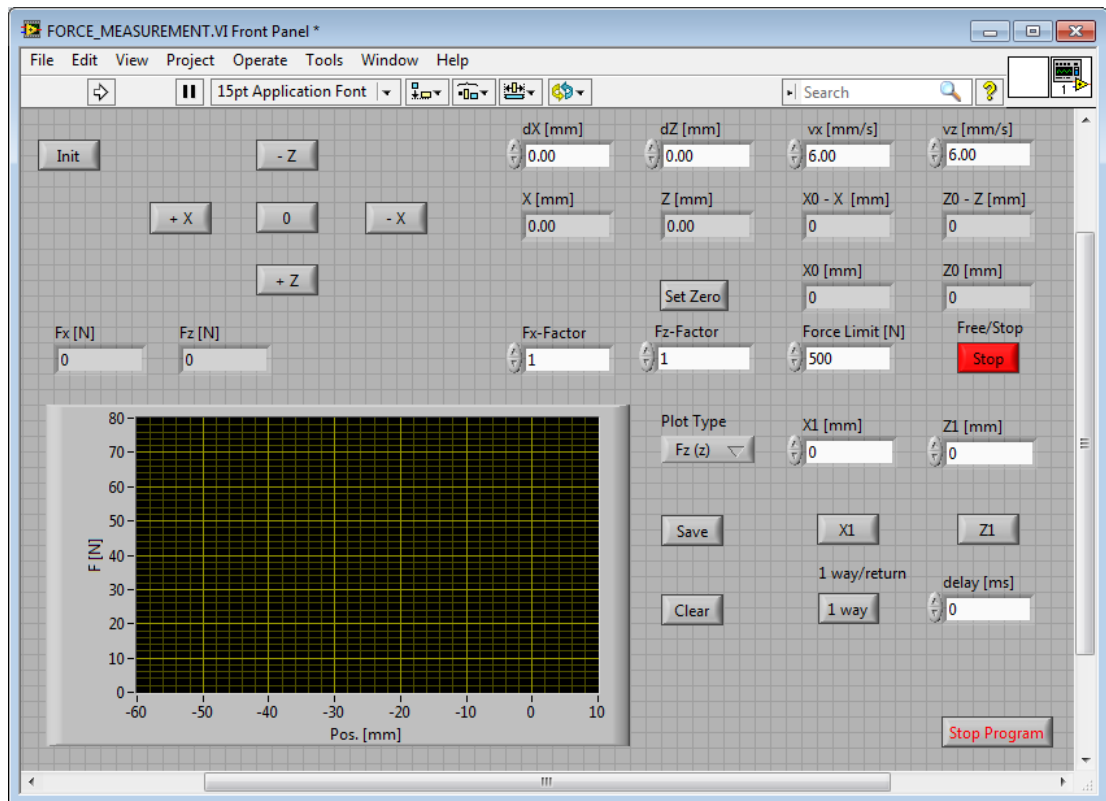


Figura 19.4 – Schermata principale del programma Force Measurement.vi.

L’attivazione del programma avviene sempre premendo la freccia bianca in alto a sinistra. Con il tasto init riportiamo il braccio del motore nella posizione di default, corrispondente a $x=0$ e $z=0$, in alto a destra.

Tutti i movimenti sono gestibili tramite i quattro pulsanti $+/-x$ e $+/-z$, così come avveniva nel programma Isel.vi. Gli spostamenti e le velocità sono parametri impostabili dall’operatore nelle quattro caselle bianche in alto a destra (dX , dZ , vz , vx).

Il valore di zero di default abbiamo detto essere quello in alto a destra; è possibile però modificarlo, scegliendo uno zero relativo. Portando il braccio nella posizione voluta e premendo il tasto Set Zero, la posizione attuale verrà definita

come nuovo zero e ogni volta che verrà premuto il tasto "0" tra i pulsanti di movimentazione, il sistema si porterà in quella posizione.

I valori di x e z attuali, così come la posizione relativa rispetto allo zero, vengono visualizzati nelle quattro caselle X , Z , $X0-X$, $Z0-Z$.

I valori di forza sia in direzione x sia in direzione z vengono visualizzati numericamente, movimento per movimento, nelle caselle F_x e F_z , e graficati automaticamente. Il limite massimo di forza del sensore è impostabile nella casella Force Limit e dipende dal datasheet del sensore; superato questo valore il programma si ferma automaticamente e libera il pulsante rosso di STOP. Per far ripartire la prova bisogna spostare il magnete dalla posizione, e ripremere il tasto Stop; se il valore è ancora superiore a quello limite, continuare a spostare il magnete permanente.

È possibile scegliere quali forze visualizzare agendo sul pulsante a tendina di fianco al grafico; le possibili opzioni sono $F_x(x)$ oppure $F_z(z)$ e naturalmente no plott. Il pulsante Save consente di salvare solo il grafico e i relativi dati esposti a video. Una volta cancellato il grafico con il pulsante Clear i dati non saranno più recuperabili.

Per eseguire le misure semi-automaticamente si possono utilizzare le due caselle $X1$ e $Z1$; impostando in essi i valori di x e z che l'operatore vuole raggiungere e premendo il tasto $X1$ o il tasto $Z1$, il programma automaticamente comanda il motore per raggiungere la posizione voluta con il passo dX o dZ impostato in alto.

I due movimenti sono alternativi: o ci muoviamo in x o ci muoviamo in z . Poiché l'asse di riferimento ha lo zero in alto a destra, tutti i movimenti possibili (verso sinistra o verso il basso) avranno segno negativo. Con il pulsante 1 way / return possiamo decidere se eseguire questo movimento solo in una direzione (1 way) oppure se tornare anche alla posizione di partenza (return). Se volessimo

imporre un ritardo temporale tra un movimento e il successivo, è possibile impostare il valore di ritardo (delay) nell'apposita casella.

Con il pulsante STOPP il programma è disattivato.

3.2.4 ROTATION

Il computer della stazione di misura è dotato della scheda ME-4610 che trasferisce il segnale TTL dal controller della rotazione al counter interno. Il programma Rotation.vi legge periodicamente il contatore e calcola la velocità di rotazione.

La schermata principale è la seguente (vedi fig. 20.4):

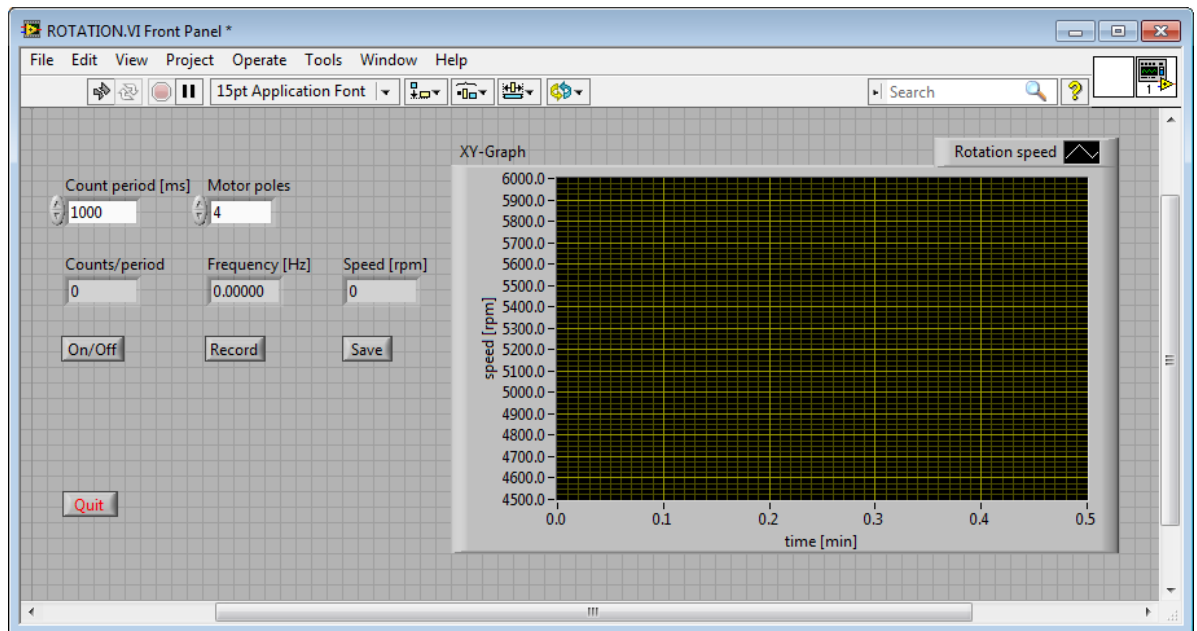


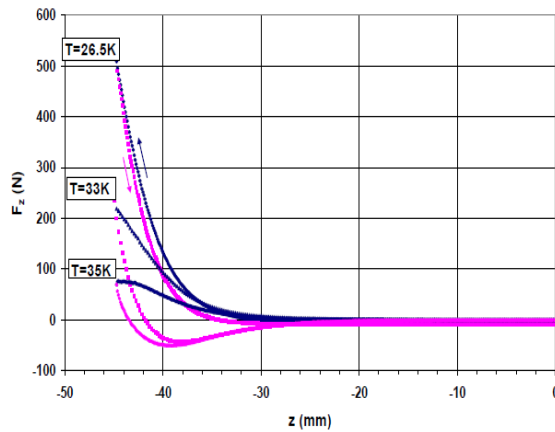
Figura 20.4 – Schermata principale del software Rotation.vi.

Il programma consente di modificare il periodo del count, cioè l'intervallo di tempo tra due letture consecutive del conter e il numero di poli del rotore. A seconda del range di misura della velocità di rotazione il periodo del count dovrebbe essere scelto in modo tale da avere un sufficiente numero di conteggi nel periodo di tempo e quindi una sufficiente precisione della misura della frequenza.

Il pulsante On/Off attiva la misura della frequenza e quindi della velocità, mentre il pulsante Record registra i dati e li visualizza sul grafico. Ogni volta che il programma viene spento o fermato i dati precedenti vengono cancellati a meno che non si salvino con il pulsante Save.

4

Risultati sperimentali



In questo capitolo verranno descritti i principali risultati sperimentali conseguiti nello studio di campioni di MgB_2 di diversa forma. Il capitolo descrive inizialmente il protocollo sperimentale e i parametri derivabili da ogni tipo di prova;

seguirà lo studio delle caratteristiche di levitazione di un disco e la possibilità di giuntare parti diverse di MgB_2 con la medesima tecnica di produzione. Vengono poi analizzati un cilindro e una piastra per lo studio di configurazioni con simmetria assiale e traslazionale.

4.1 PROTOCOLLO SPERIMENTALE

Le prove effettuate presso i laboratori del Centro Ricerca & Sviluppo EDISON sono state numerose e si possono suddividere in due grandi tipologie:

- ✓ le prove in ZFC (Zero Field Cooling), ossia con il superconduttore raffreddato in assenza di campo;
- ✓ le prove in FC (Field Cooling), cioè con il superconduttore raffreddato in presenza di campo.

In pratica, la differenza tra le due tipologie si realizza modificando la posizione del magnete nel momento in cui il superconduttore è raffreddato. Per entrambe le tipologie sono state eseguite misurazioni della forza di levitazione, per spostamenti assiali o radiali, in un vasto range di temperature, che spazia da 21 K a 37 K. L'indagine del comportamento del superconduttore a temperature diverse è fondamentale per conoscerne le prestazioni, come sarà più chiaro a breve.

Oltre ai rilevamenti sulla forza di levitazione causata dal moto relativo tra superconduttore e magnete, si è studiata anche la sua stabilità nel tempo, sia nel caso del FC sia dello ZFC (relaxation time).

Prima di passare alle misurazioni vere e proprio e al loro commento, è bene rilevare che la differenza tra ZFC e FC è fondamentale per il tipo di interazione che si instaura tra magnete permanente e superconduttore. La differenza nella risposta del superconduttore è dovuta alla presenza/assenza del campo nel momento in cui esso transisce e alla capacità, dei superconduttori di tipo II, di intrappolare al proprio interno il campo di induzione per mezzo di flussoni. I flussoni sono dei tubi di flusso di campo magnetico, ossia delle piccole zone all'interno del materiale che transiscono allo stato normale, venendo

attraversate dal campo. Il flusso così generato è sostenuto da vortici locali di supercorrenti che separa la zona normale da quella superconduttiva.

Questo comportamento è interpretabile macroscopicamente in termini di correnti indotte nel superconduttore dal movimento del magnete. Le correnti indotte sono sempre tali da produrre un campo magnetico (disposto in flussoni, ma che macroscopicamente appare continuo) che si oppone alla variazione di campo prodotta dal movimento del magnete. Dato che nel superconduttore non si verificano dissipazioni, le correnti indotte circolano permanentemente ed interagiscono meccanicamente con il magnete mediante la forza di Lorentz, dando così luogo ad un'interazione meccanica (attrazione/repulsione) che non è solo transitoria come nei materiali convenzionali, ma che si conserva stabilmente nel tempo.

Nello ZFC la forza che nasce è sempre repulsiva in quanto il bulk transisce allo stato superconduttivo, quando è portato al di sotto della sua temperatura critica, senza intrappolare il campo. Tale configurazione iniziale è quella che il superconduttore cerca di mantenere e ciò implica che il magnete si trovi ad una distanza sufficiente a non modificare la distribuzione di campo all'interno del corpo. Di conseguenza, nel momento in cui si prova ad avvicinare il magnete, il superconduttore reagisce con una forza repulsiva in grado di allontanarlo. Nel FC, invece, il disco transisce in presenza di un certo campo che penetra all'interno del corpo, nella modalità descritta, e vi rimane intrappolato. In questo caso, quindi, il superconduttore reagisce in maniera tale da mantenere al suo interno un flusso pari a quello iniziale. Ne segue che la forza di levitazione risultante è repulsiva o attrattiva a seconda che il magnete permanente si avvicini o si allontani rispettivamente.

Un'ulteriore osservazione può essere fatta, in relazione alle applicazioni tecniche, sulle due tipologie di esperimenti: sebbene, come si vedrà in seguito, i valori di forza raggiunti nel caso dello zero field cooling siano maggiori degli altri,

questa tecnica risulta inadeguata per sistemi a levitazione reali per via dell'instabilità radiale. Inoltre, la necessità di raffreddare il superconduttore in assenza del magnete può essere impraticabile in diverse situazioni, il che rende utilizzabile solo field cooling.

4.1.1 MISURE IN ZERO FIELD COOLING

Per ottenere lo ZFC il superconduttore è raffreddato quando il magnete è alla massima distanza possibile, in modo tale che il SC sia sottoposto ad un campo del tutto trascurabile, ossia paragonabile al valore del campo di fondo presente nel laboratorio. Questo vuol dire, in sostanza, che il raffreddamento avviene quando la distanza tra PM e SC è 54 mm, distanza massima raggiungibile all'interno della camera a vuoto.

Una volta che il bulk raggiunge lo stato superconduttivo è possibile avvicinare il magnete e misurare le forze di interazione che nascono. Nello specifico, le misure sono state rilevate sollecitando il superconduttore in due diversi modi:

- ✓ spostando il magnete lungo l'asse z, a velocità costante, dalla distanza massima a quella minima (variabile a seconda della configurazione di misura tra PM e SC) e viceversa. Durante l'avvicinamento e l'allontanamento del magnete è stata misurata la componente assiale della forza di levitazione;

- ✓ spostando il magnete lungo l'asse x a velocità costante. In questo caso sono stati rilevati sia i valori della componente assiale che di quella radiale.

Tutte le misure sono state ripetute per diverse temperature per valutare le prestazioni raggiungibili in termini di forza.

4.1.2 MISURE IN FIELD COOLING

Il FC si realizza raffreddando il superconduttore quando il magnete è alla minima distanza da esso. In questo modo, se il campo generato dal magnete non supera il valore del campo critico superiore, il superconduttore transisce senza espellerlo. All'interno della camera la distanza minima è 1 mm, ma varia a seconda della configurazione di misura.

Dopo la transizione sono stati misurati i valori della componente assiale della forza di levitazione ottenuta per spostamenti assiali del magnete. In questo caso gli spostamenti (o corse), sempre ottenuti muovendo il PM dalla posizione iniziale per un massimo di 54 mm lungo l'asse z, sono stati ripetuti più volte per evidenziare meglio l'isteresi. Per il FC si effettua prima una corsa che allontana il magnete e poi una che lo avvicina, portandolo alla posizione iniziale. Ogni ciclo di allontanamento e avvicinamento è stato ripetuto due volte per ciascuna temperatura sempre per valutare le diverse prestazioni del superconduttore.

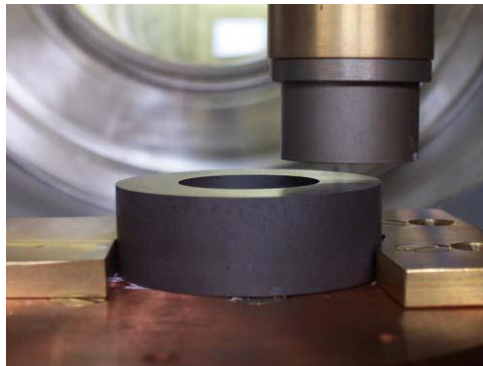


Figura 1.4 – Esempio di configurazione Field Cooling.

4.1.3. MISURE DI RELAXATION TIME

L'andamento nel tempo della forza è fondamentale per verificare la stabilità nel tempo del sistema. Un parametro importante, utilizzato in tale

valutazione, è il tasso di rilassamento (Relaxation Rate), la cui definizione è la seguente:

$$S = -\frac{1}{F_0} \frac{\partial F}{\partial \ln t} \quad (1)$$

dove F_0 è il valore della forza nell'istante iniziale, F è la forza, t è il tempo.

L'andamento logaritmico del rilassamento della forza di levitazione col tempo è stato rilevato sperimentalmente ed è interpretabile attraverso la teoria relativa al flux-creep termicamente attivato [33].

Questa tipologia di prove viene eseguita spostando il magnete assialmente, in maniera tale da instaurare un'interazione tra questo ed il superconduttore, e poi bloccandolo alla distanza per la quale si intende studiare la stabilità della forza di levitazione nel tempo. Anche queste rilevazioni sono state effettuate nelle modalità ZFC e FC, ciascuna delle quali ripetuta a più temperature per vedere quanto e come le prestazioni del superconduttore ne siano influenzate. La componente misurata è sempre quella assiale.

4.1.4 MISURE DI SPIN-DOWN

Il sistema di misura sviluppato nell'ambito di questo dottorato consente l'effettuazione anche di prove di spin-down.

Questo tipo di prove vengono condotte in configurazione field cooling: un rotore equipaggiato con magnete permanente viene mantenuto sollevato al di sopra del campione in esame con un apposito sostegno amagnetico da temperatura ambiente fino a temperatura inferiore alla T_c . Sopra il rotore è posto uno statore collegato al braccio meccanico della camera.

Una volta raggiunta la temperatura voluta, il rotore può levitare sul superconduttore; il piattello viene rimosso così da non costituire ostacolo. Il rotore viene accelerato fino a raggiungere la velocità prescritta (fino ad un massimo di 1000 rpm). Successivamente il rotore viene disalimentato e si effettua la registrazione continua e la memorizzazione dell'andamento nel tempo della velocità del rotore.

4.1.5 MAGNETE PERMANENTE IN SMCO

Uno dei magneti permanenti utilizzati per la caratterizzazione dei campioni è un magnete cilindrico in Samario-Cobalto (SmCo, denominato singolo PM) delle dimensioni di 25 mm di diametro e 15 mm di altezza, con una base fissata, attraverso una vite di acciaio inox, ad un disco di acciaio comune di 27 mm di diametro, spessore 4 mm (vedi fig.2.4).



Figura 2.4 – Magnete SmCo

Il campo generato dal PM ha un profilo assialsimmetrico.

Le figure sottostanti riportano le mappe del campo ottenute ipotizzando che il PM sia uniformemente magnetizzato $M_z = 964968 \frac{A}{m}$. I valori di campo mostrati coincidono con ottima approssimazione con quelli rilevati sperimentalmente. Il valore di magnetizzazione assegnato sarà utilizzato per l'analisi numerica del sistema di levitazione (vedi fig. 3.4).

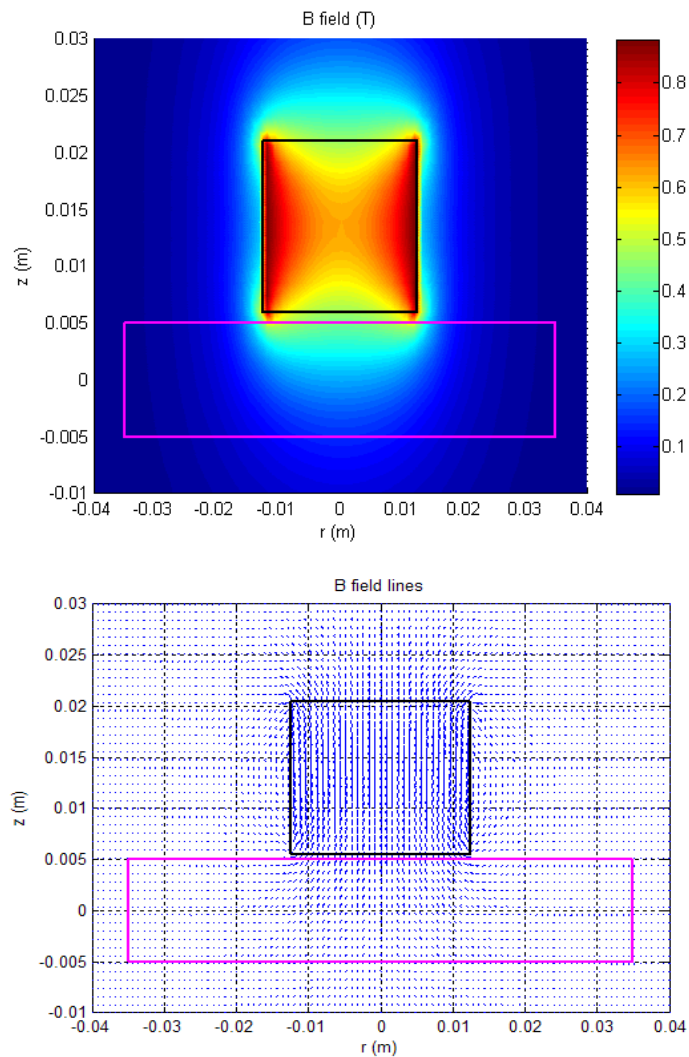


Figura 3.4 – Mappa del campo prodotto da un cilindro uniformemente magnetizzato.

4.1.6 BINARI DI MAGNETI PERMANENTI

Lo studio delle caratteristiche di campioni di grandi dimensioni è stato condotto con l'ausilio di diverse "rotaie magnetiche", realizzate mediante l'assemblaggio di più magneti permanenti in diverse configurazioni.

Configurazione A1: otto magneti in NdFeB delle dimensioni di 10 x 14 x 50 mm, con polarità opposta, sono fissati in un supporto di alluminio di dimensioni

complessive pari a 75 x 100 x 22 mm. I PM sono inframmezzati da spacerin ferro delle dimensioni di 5 x 14 x 50 come mostrato in figura (vedi fig. 4.4). La superficie totale che si affaccia al campione è di 65 cm².

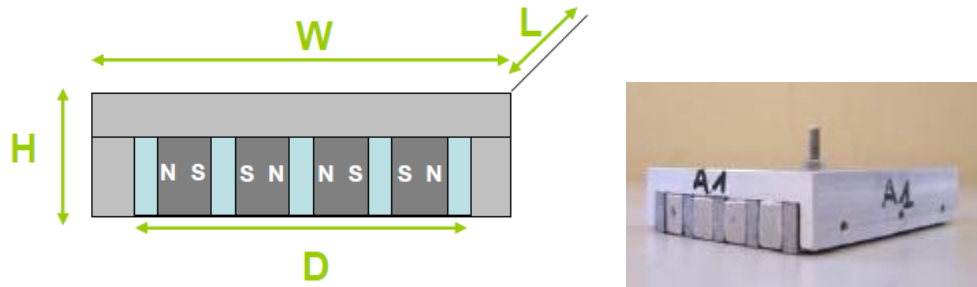


Figura 22.4 – Configurazione binario A1.

Configurazione A1 bis: il binario denominato A1 bis riprende la configurazione del binario A1 amplificando le dimensioni. I quattro PM in NdFeB hanno dimensioni 10 x 40 x 50 mm, mentre le dimensioni complessive del binario sono 100 x 50 x 54 mm (considerando anche le barre laterali di sicurezza). La superficie complessiva di affaccio al campione in misura è di 48.6 cm²(vedi fig. 5.4).



Figura 523.4 – Configurazione denominata A1 bis.

Configurazione A2: in questa configurazione più PM sono affiancati per amplificare l'effetto del campo. Sono stati utilizzati 6 magneti permanenti in NdFeB sono suddivisi in due gruppi come evidenziato in figura 7.4 (vedi fig. 6.4); hanno dimensioni pari a 10 x 13 x 50 mm, in una struttura complessiva di 100 x 22 x 100 mm ed una superficie di esposizione pari a 90 cm².

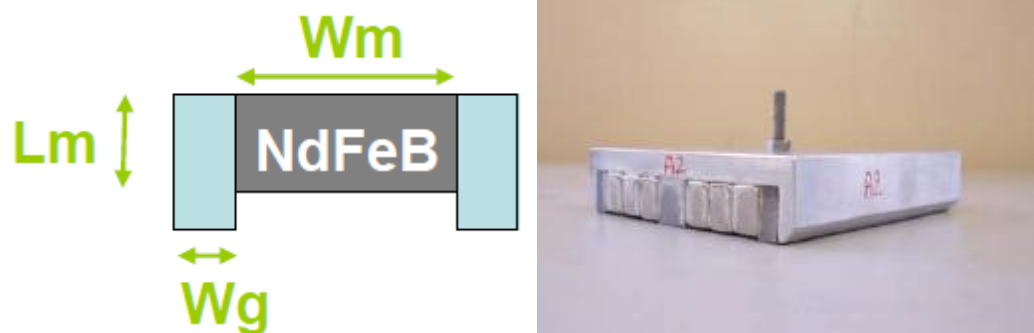


Figura 6.4 – Configurazione denominata A2.

Tutte le caratteristiche dimensionali sono riportate nella seguente tabella (vedi tab. 1.4), secondo lo schema di fig. 3.4 - 6.4.

	W (mm)	H (mm)	L (mm)	Wm (mm)	Lm (mm)	Wg (mm)	D (mm)	D*L (mm)
A1	75	22	100	10	14	5	65	65
A2	100	22	100	10	13	7	90	90
A1 bis	100	50	54	10	40	10	90	48.6

Tabella 1.4 – Dimensioni dei PM e dei binari di misura.

4.2 DISCO SUPERCONDUTTORE IN MgB₂

Il superconduttore (SC) utilizzato nelle prove sperimentali è un disco (bulk) di 70 mm di diametro per 10 mm di altezza, realizzato in diboruro di magnesio (MgB₂). Il campione utilizzato negli esperimenti è stato realizzato secondo il

processo di infiltrazione di magnesio liquido reattivo (Mg-RLI, Reactive Mg Liquid Infiltration® [34]), sviluppato e brevettato dallo stesso Centro Ricerca e Sviluppo di EDISON S.p.A., descritto nel cap. 2. Il campione è stato ottenuto facendo reagire, in assenza di ossigeno, polvere di boro in grani di dimensioni inferiori a 100 µm con un blocco di magnesio. La reazione di formazione del MgB_2 viene termicamente attivata portando il contenitore, in cui sono stati inseriti gli elementi, a circa 850°C per 2 ore, temperatura in corrispondenza della quale in magnesio fonde e si infila tra le polveri.

4.2.1 DISCO INTERO DI MgB_2 E SINGOLO PM

In questo paragrafo riportiamo i risultati ottenuti dalle misure effettuate sul disco intero in MgB_2 abbinato al singolo PM, sia in condizioni ZFC sia FC, campione 6302. È stata fatta una mappatura in direzione x per determinare il punto in cui le forze, sia assiale sia radiale, sono massime. In figura evidenziamo i risultati (vedi fig. 7.4).

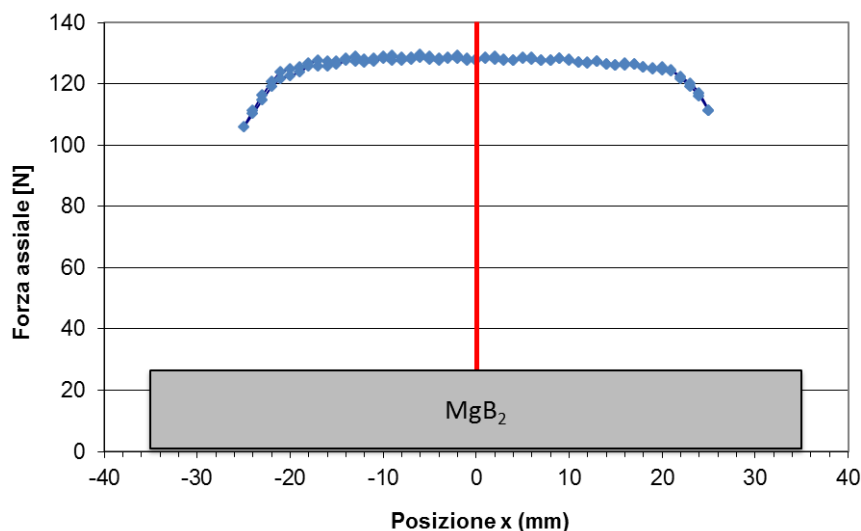


Figura 7.4 – Ricerca del punto di massimo accoppiamento campione – PM in base alla misura della forza assiale.

Dal grafico risulta che il punto di massimo corrisponde a $x = 34$ mm, cioè circa il centro del campione (definito da ora $x=0$). In questa posizione sono state effettuate tutte le misure di forze assiale in funzione della distanza dal campione e della temperatura.

A ogni temperatura si distinguono i due spostamenti di avvicinamento ed allontanamento (vedi fig. 8.4). Si osserva, innanzitutto, come il valore della temperatura influisca pesantemente sulle prestazioni del superconduttore. Passando da 21 K a 37 K, il modulo della forza di repulsione aumenta di un fattore 6. Inoltre, per temperature inferiori a 31 K, le curve non presentano un'isteresi apprezzabile e seguono esattamente le previsioni teoriche.

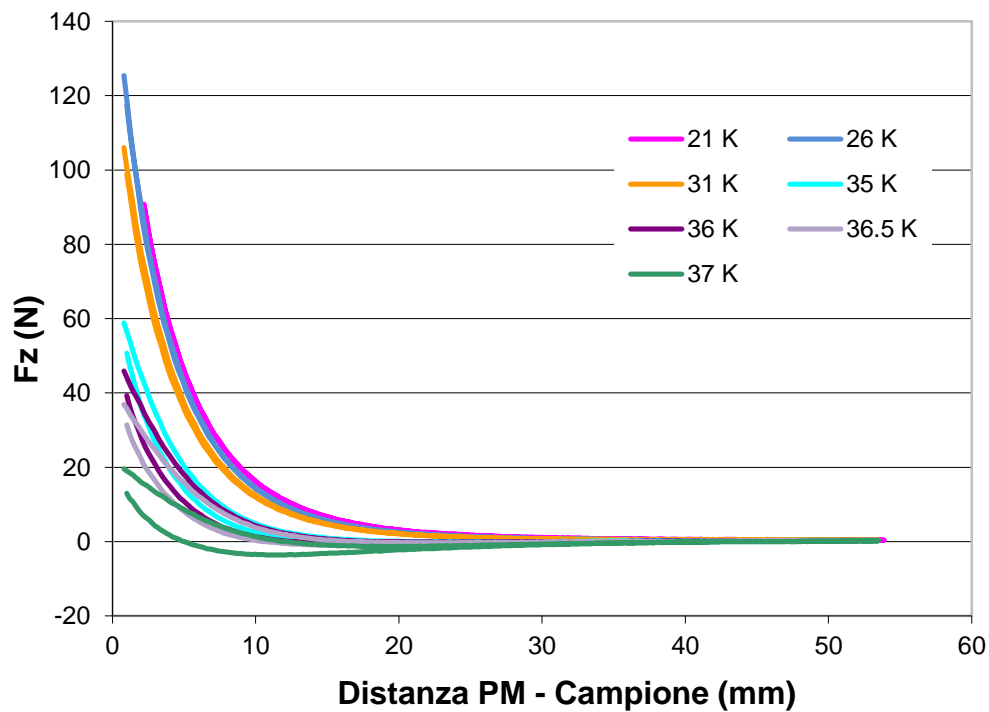


Figura 8.4 – Forza assiale di levitazione per diversi valori di temperatura in condizioni ZFC.

All'aumentare della temperatura i valori di forza raggiunti durante l'avvicinamento del magnete sono maggiori di quelli raggiunti nell'allontanamento dalla posizione di partenza. Si evidenzia anche che, per

temperature maggiori di 36 K, la forza in alcuni punti diventa addirittura attrattiva, invece che repulsiva, proprio nei tratti di ritorno.

In figura 9.4 è riportato l'andamento del valore massimo di forza, raggiunto alla distanza minima tra campione - magnete permanente, in funzione della temperatura. Si evidenzia la notevole diminuzione di forza a 35 K.

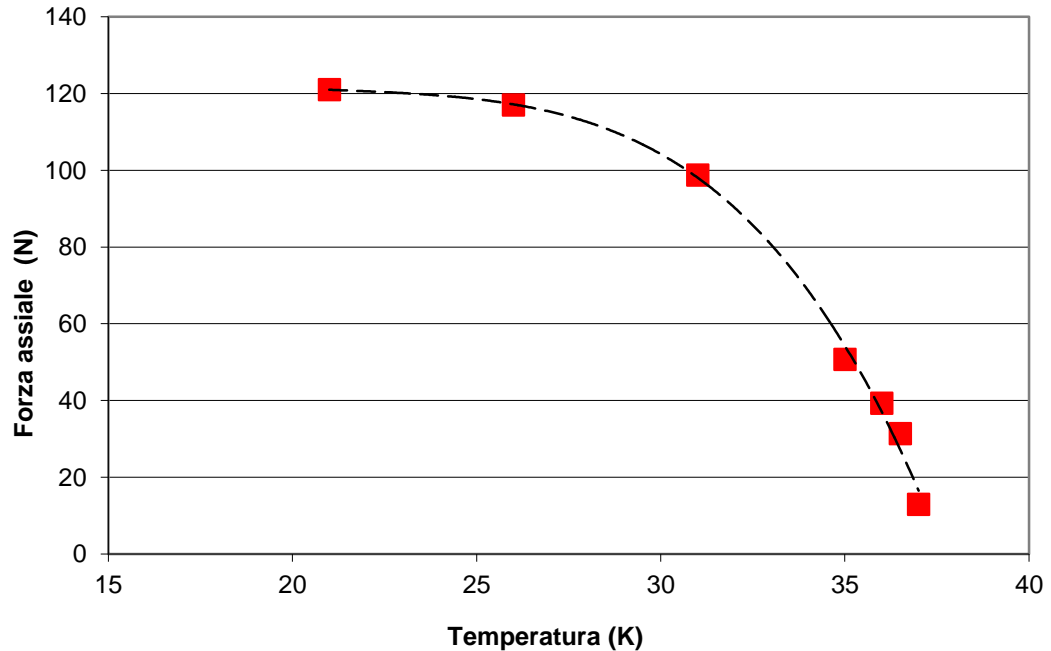


Figura 9.4 – Andamento della forza assiale di levitazione in condizioni ZFC in funzione della temperatura del campione 6302.

È stata poi effettuata una misura della componente radiale della forza di levitazione, in condizioni ZFC; il PM è stato mosso nella direzione x lungo tutto il campione, a 1 mm di distanza dallo stesso, alla temperatura di 21 K. I risultati ottenuti sono evidenziati nel grafico seguente (vedi fig. 10.4).

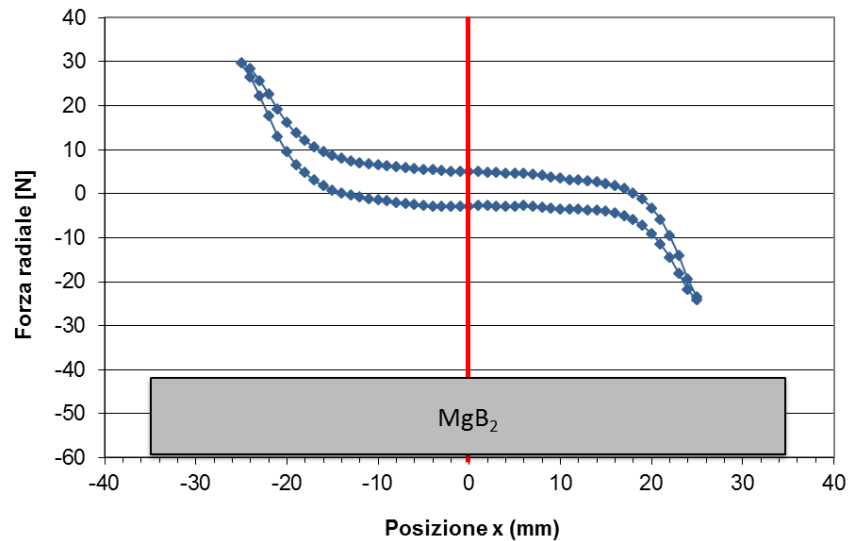


Figura 10.4 – Profilo di forza radiale F_x lungo il diametro del campione 6302, 21 K.

Come si può notare la forza F_x è circa nulla al centro del campione, mentre ha segno opposto sui due estremi del diametro: positiva a sinistra e negativa a destra. Il significato fisico è però il medesimo: in entrambi i casi il magnete viene attratto verso il centro; nel caso dell'estremo destro una forza negativa significa che il magnete sente una forza verso sinistra, definita come negativa, nel caso dell'estremo sinistro la forza è positiva, cioè il magnete viene attratto verso il centro del campione in direzione $+x$. A differenza della forza assiale rappresentata in figura 8.4, la componente radiale presenta una forte componente di isteresi anche a temperature relativamente basse.

Il FC si realizza raffreddando il superconduttore quando il magnete è alla minima distanza da esso. In questo modo, se il campo generato dal magnete non supera il valore del campo critico superiore, il superconduttore transisce senza espellerlo. All'interno della camera la distanza minima è 1 mm.

Dopo la transizione sono state rilevate le misure relative al valore della componente assiale della forza di levitazione ottenuta per spostamenti assiali del magnete. In questo caso gli spostamenti (o corse), sempre ottenuti muovendo il

PM dalla posizione iniziale per 53 mm lungo l'asse z, sono stati ripetuti più volte per evidenziare meglio l'isteresi. Per il FC si effettua prima una corsa che allontana il magnete e poi una che lo avvicina, portandolo alla posizione iniziale. Ogni ciclo di allontanamento e avvicinamento è stato ripetuto due volte per ciascuna temperatura sempre per valutare le diverse prestazioni del superconduttore.

In figura 11.4 si riportano i dati, che mostrano la componente assiale della forza in funzione della posizione assiale del magnete, rilevati alla temperatura di 26 K. Quest'ultima è stata presa di riferimento per quanto riguarda il comportamento del superconduttore alle basse temperature. Nella figura 12.4 si riportano i dati riguardanti la temperatura di 36K, che è invece presa a riferimento per il comportamento alle temperature elevate. Le corse sono simbolicamente indicate con andata o ritorno e con un numero che indica l'ordine di esecuzione.

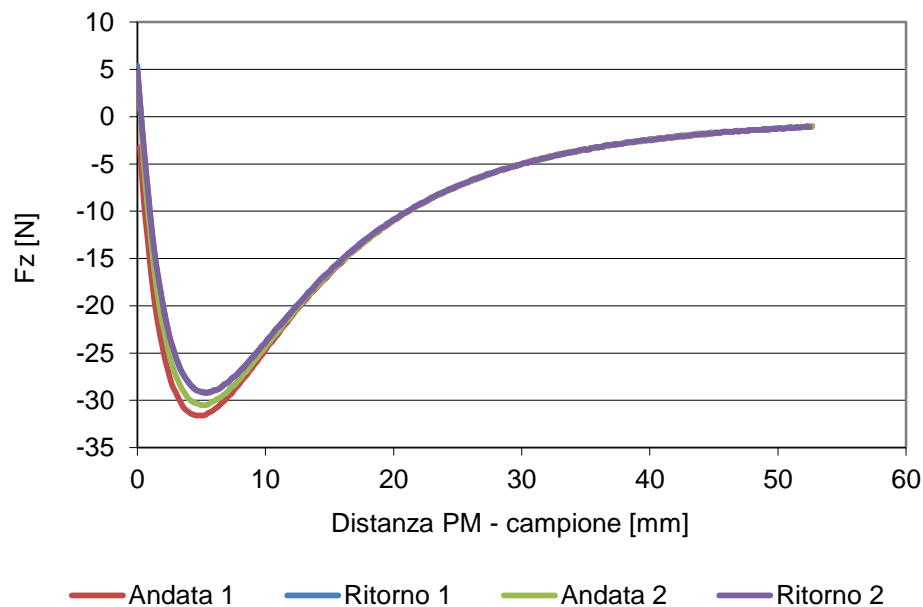


Figura 11.4 - Componente assiale della forza in funzione della posizione @ 26 K.

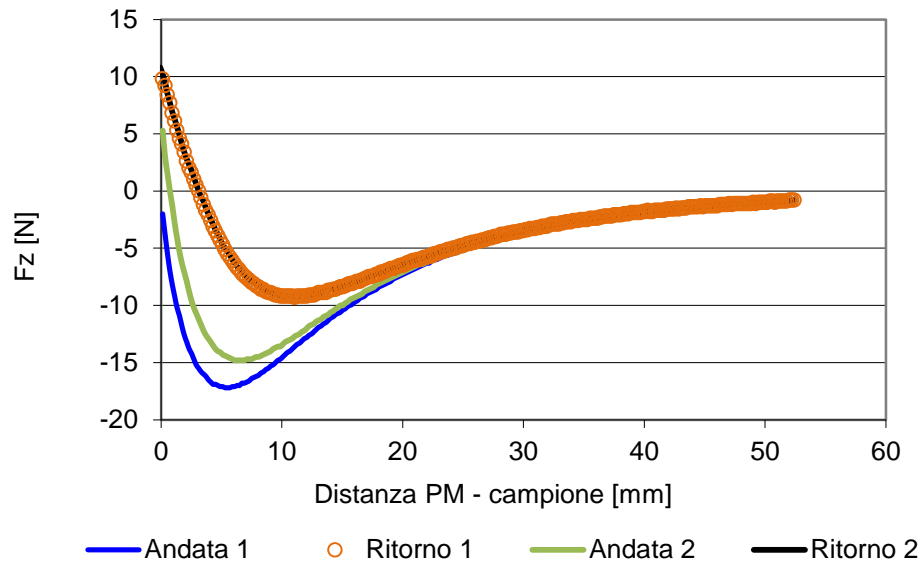


Figura 12.4 – Componente assiale della forza in funzione della posizione @ 36K.

Si può notare come il valore massimo raggiunto diminuisce notevolmente con la temperatura, passando da 31.6 N, a 26 K, a 17.2 N, a 36 K, mentre il comportamento isteretico risulta più pronunciato all'aumentare di quest'ultima. Va poi evidenziato che, in entrambi i casi, la terza corsa si va ad inserire tra le prime due, mentre la quarta si sovrappone alla seconda.

L'andamento delle curve presenta un minimo in corrispondenza della posizione relativa tra campione e magnete permanente per cui la forza è massima. Per valori di x minori la forza è attrattiva: più il PM si allontana dalla posizione iniziale di equilibrio, più il superconduttore tende a riportarlo in quella posizione. Per valori di x maggiori la forza è sempre meno attrattiva: l'effetto del superconduttore diminuisce man mano che il PM si allontana.

Sono state condotte prove di forza di levitazione assiale anche in funzione della distanza iniziale tra campione PM al variare della temperatura. Analizziamo in particolare il caso a 28 K con distanze iniziali pari a 1,2, 4, 6,8 mm (vedi fig. 13.4).

Questa analisi è stata condotta a diversi valori di temperatura. Il risultato è evidenziato in figura (vedi fig. 14.4). Oltre a valutare l'andamento dei valori di forza in funzione della distanza, questo tipo di analisi consente di fare un'analisi qualitativa della temperatura critica.

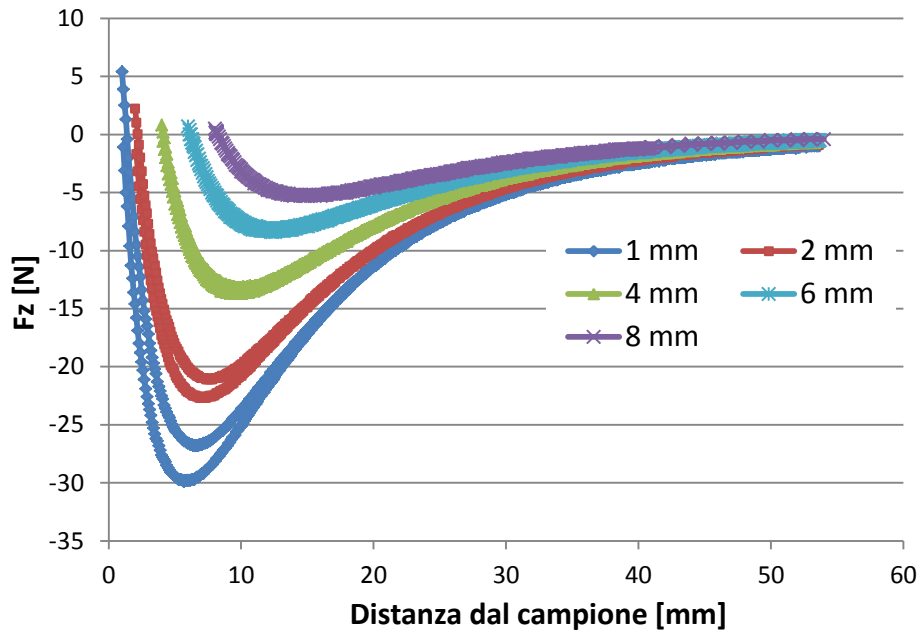


Figura 13.4 – Andamento della forza assiale in funzione della posizione di partenza, FC, 28 K, campione 6302.

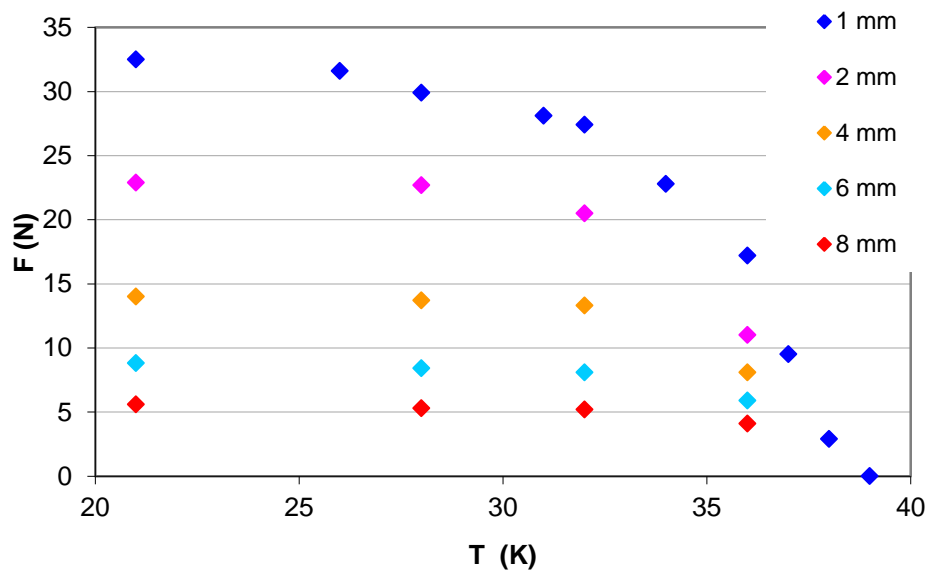


Figura 14.4 – Andamento della F_z in funzione della distanza PM-campione e della temperatura, campione 6302, FC.

Risultati sperimentali

Sono state poi condotte prove di relaxation time a 23 K, per 20 ore, in condizioni di ZFC; i risultati ottenuti sono presentati in figura (vedi fig. 15.4).

La procedura seguita per eseguire questa prova è stata la seguente:

- Raffreddamento del campione con PM lontano;
- Spostamento in x per portarsi al centro del campione;
- Discesa in z fino a 1 mm dal campione;
- Salita di 4 mm: distanza finale dal campione 5 mm.

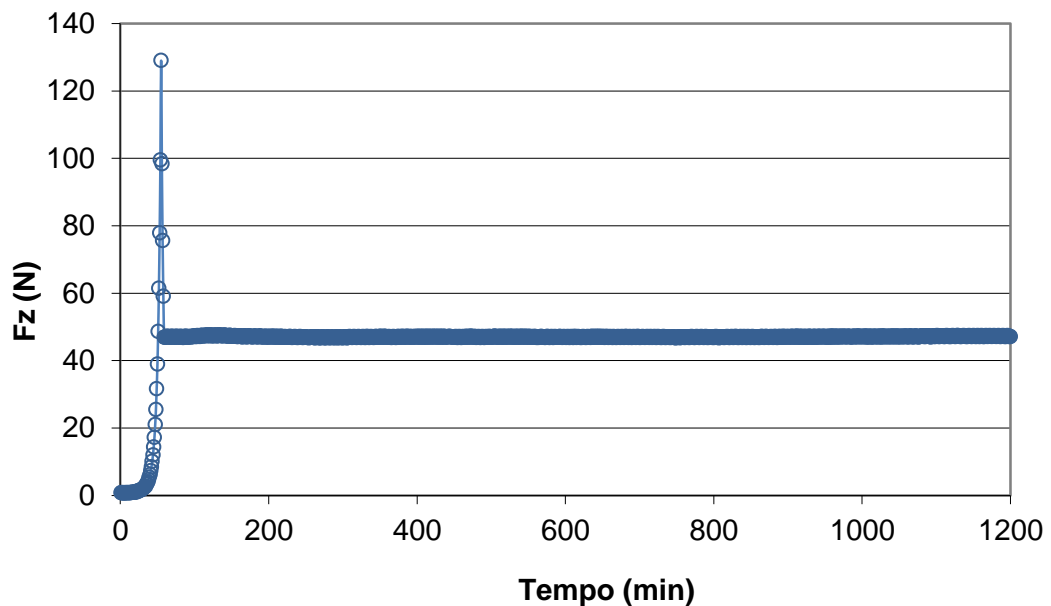


Figura 15.4 – Prova di relaxation time a 23 K, per 20 ore, ZFC.

Si può osservare che l'andamento è caratterizzato da 3 fasi diverse:

- 1) aumento della componente assiale della forza a seguito dell'avvicinamento del magnete al campione;
- 2) crollo repentino dovuto al rilassamento di corrente nel momento in cui viene fermato il PM;
- 3) stabilità della componente nel tempo.

Il rilassamento è dovuto al fatto che la densità di corrente indotta all'atto dell'arresto del magnete è nell'ordine del valore critico J_c . A tale corrente è

associato un campo elettrico deducibile dalla relazione caratteristica del superconduttore riportata sotto. Seppur modesto, tale campo è diverso da zero e pertanto genera una piccola dissipazione ed una conseguente diminuzione della corrente e quindi della forza di levitazione. A causa dell'elevato valore dell'esponente n caratteristico dei superconduttori, al diminuire della corrente il campo elettrico diviene in pratica evanescente e il fenomeno di decadimento (che pur procede a rigore) non è più percepibile a livello pratico. In pratica il fenomeno del rilassamento è caratterizzato da una costante di tempo molto ripida nella fase iniziale e molto lunga in seguito. Dal grafico si può dedurre un tasso di rilassamento. Il decadimento della forza rispetto al valore registrato al tempo $T = 200$ min è inferiore al 1% per un periodo di 10 anni.

Un discorso analogo può essere fatto per la prova eseguita a 28 K, sempre per 20 ore, con la medesima procedura (vedi fig. 16.4).

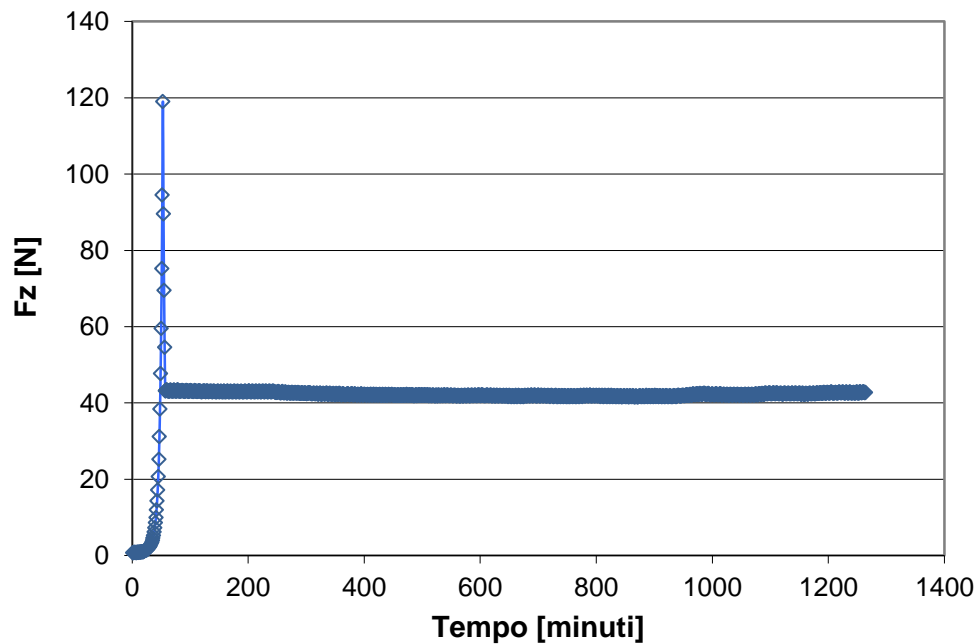


Figura 16.4 - Prova di relaxation time a 28 K, per 20 ore, ZFC.

Per quanto riguarda il FC, in figura 17.4 si riportano i dati relativi a 33 K della componente assiale in funzione del tempo. Anche questa prova è durata per circa 20 ore. In figura 18.4 si riporta infine una prova a 36 K durata 88 ore.

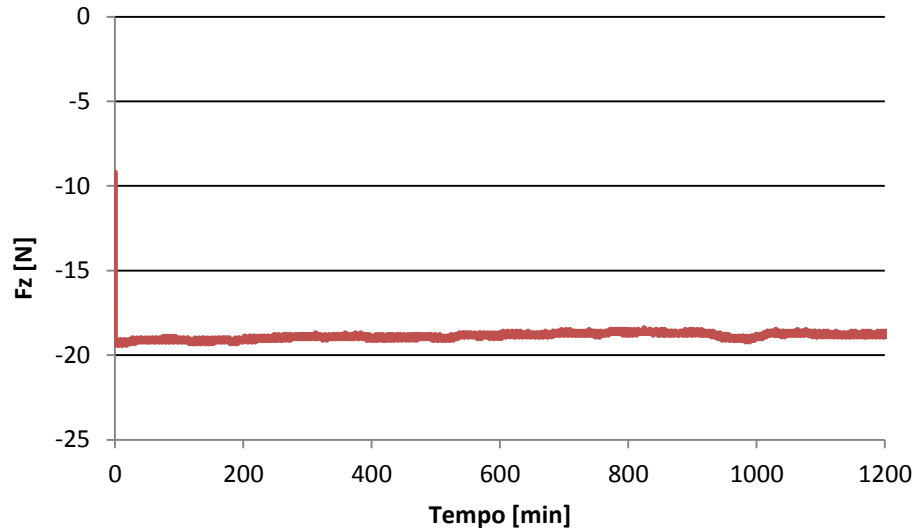


Figura 17.4 - Prova di relaxation time a 33 K, per 20 ore, FC.

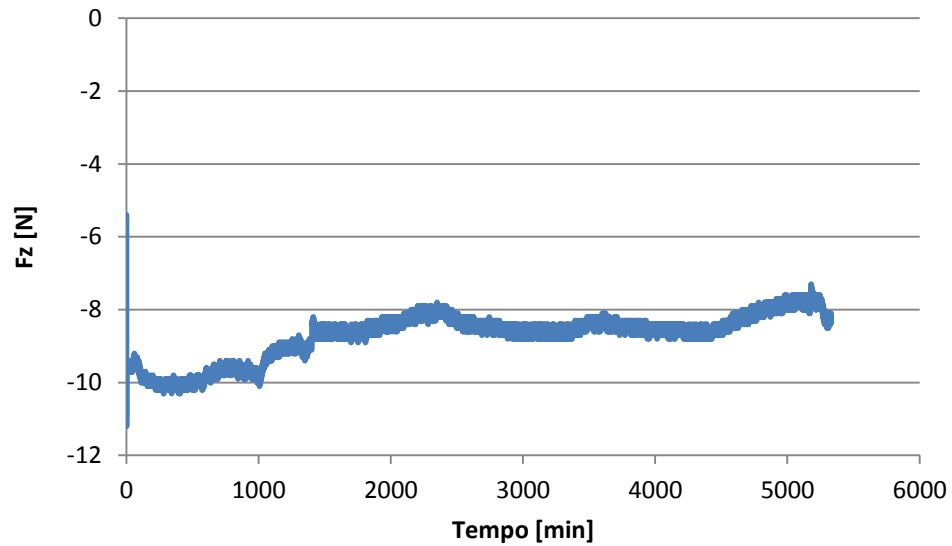


Figura 18.4 - Prova di relaxation time a 36 K, per 88ore,ZFC.

La stabilità nel tempo dipende molto dalla temperatura, più che dalla modalità di raffreddamento. Questo si può vedere bene attraverso il tasso di rilassamento. Dai dati sperimentali il Relaxation Rate è risultato praticamente nullo per 28 K sul picco di forza, ossia non sono state misurate variazioni della apprezzabili dallo strumento. A 33 K, invece, è risultato $S = 0.009$. Quest'ultimo dato rappresenta comunque un passo avanti in confronto ai sistemi di levitazione in cui il superconduttore è YBCO. In questi ultimi, infatti, il tasso di rilassamento misurato a 77 K, ossia per lo stesso rapporto T/T_c , è $S = 0.015$.

4.2.2 DISCO TAGLIATO DI MgB_2 E SINGOLO PM

Il disco di MgB_2 usato per le prove descritte nel paragrafo precedente è stato successivamente tagliato in quattro fette, eliminando tre strisce sottili di materiale, come rappresentato nella seguente figura (vedi fig. 19.4).

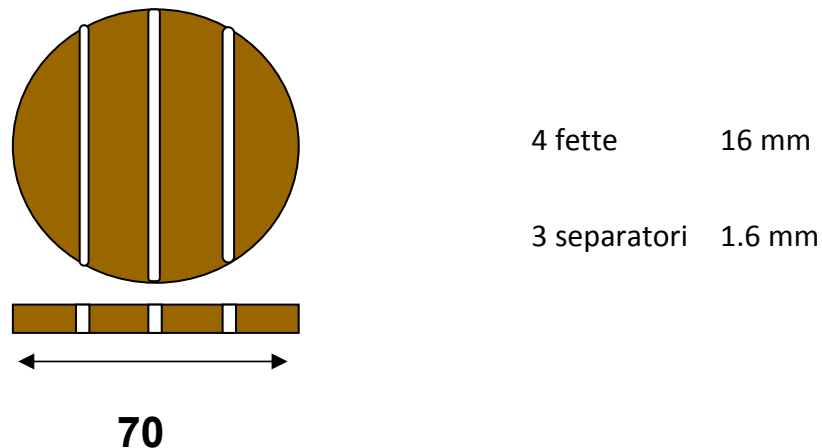


Figura 19.4 – Schema di taglio del campione 6302.

Sono state condotte prove di forze di levitazione in condizioni di zero field cooling in tre posizioni diverse per valutare l'effetto del taglio sulle diverse aree del campione (vedi fig. 20.4).

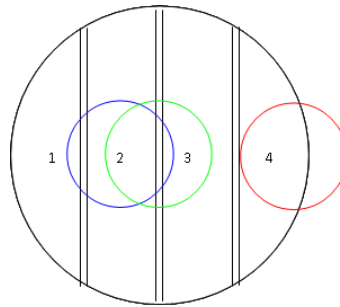


Figura 20.4 – Posizioni di misura del PM in ZFC; blu = centro fettina 2, verde = centro campione, rosso = estremo destro.

Le misure effettuate alla temperatura di 27 K, in condizioni ZFC, sono riportate nel seguente grafico (vedi fig. 21.4).

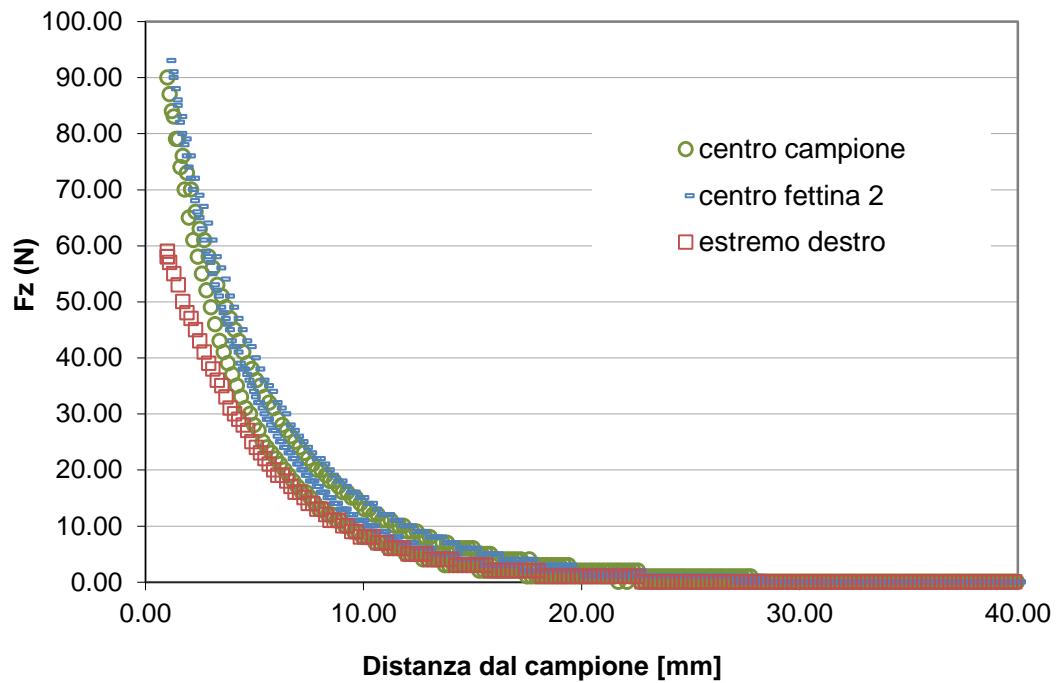


Figura 21.4 – Misure di forza assiale su campione 6302 tagliato, al variare della posizione in x.

Se riportiamo i valori di forza misurata a 26 K al centro del campione non tagliato, vediamo che la forza scende da 125 N a 93 N, pari al 25.6 %. Ancora più

evidente è l'effetto sull'estremo destro del campione; mentre nel caso del campione intero la F_z è 126 N, per il campione tagliato la forza scende a 58 N, pari al 54 %. Ciò può dipendere dalla quantità di materiale interessata dalla misura.

L'andamento della forza assiale al centro del campione in funzione della temperatura è rappresentato nel grafico seguente (vedi fig. 22.4).

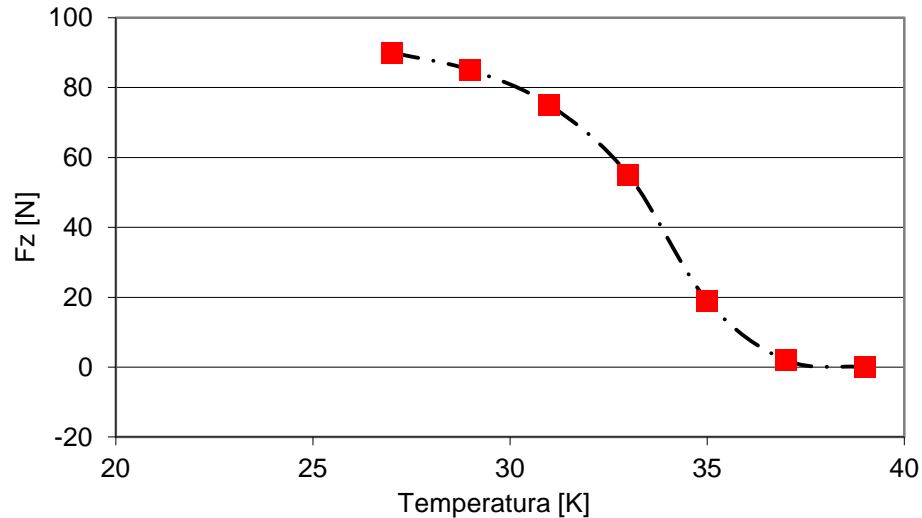


Figura 22.4 – Andamento della forza assiale in funzione della temperatura del campione.

Mantenendo costante la posizione in z , cioè 1 mm dal campione e riferendoci alla posizione di partenza in x pari all'estremo destro, è stata valutata la forza in direzione radiale, muovendosi in x .

Il campione è stato analizzato dall'estremo destro all'estremo sinistro e ritorno. I risultati sono evidenziati in figura 23.4.

I valori di forza raggiunti sono simili con quelli visti nel caso del campione intero; ciò che si nota particolarmente è l'effetto d'isteresi.

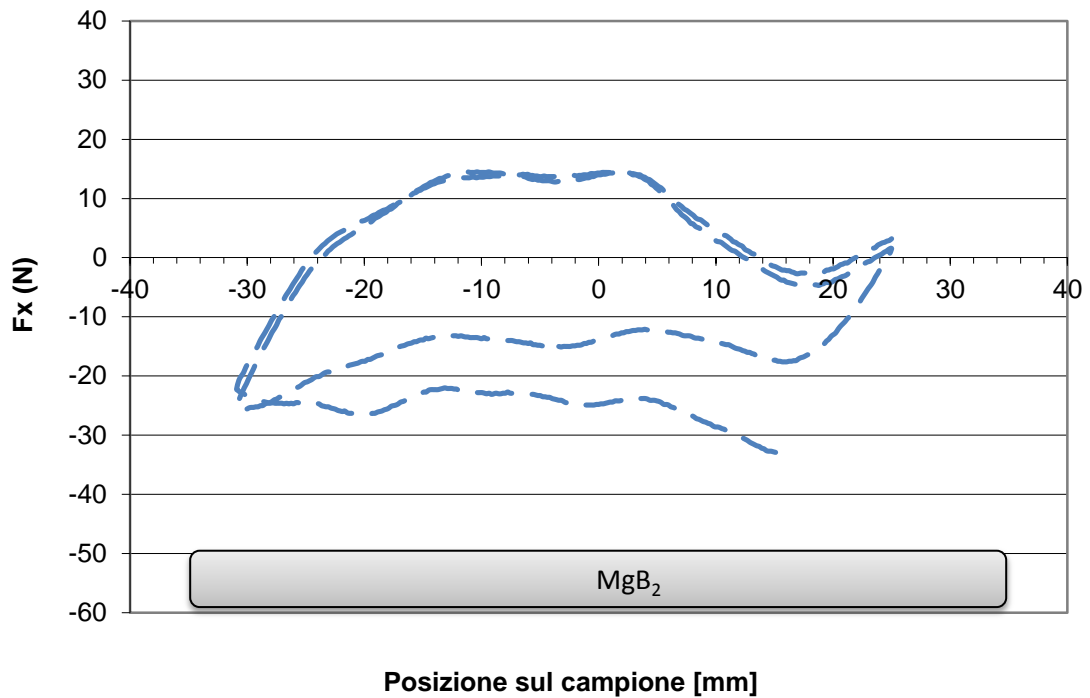


Figura 23.4 – Andamento della forza radiale sul campione 6302 tagliato, condizioni ZFC, 27 K, distanza in z 1 mm dalla superficie del campione.

4.2.3 DISCO GIUNTATO DI MgB_2 E SINGOLO PM

Il campione 6302, sottoposto ad analisi sia integro sia tagliato, è stato in seguito giuntato sfruttando le caratteristiche della tecnologia RLI. Le strisce che erano state in precedenza tagliate, sono state riempite di boro di granulometria minore di 40 μ m e il campione è stato ricoperto con un disco di magnesio. Chiuso in un contenitore in acciaio, il campione è stato ricotto in forno a 850 °C per due ore; il risultato è evidenziato in figura (vedi figg. 24.4 -25.4) [35].

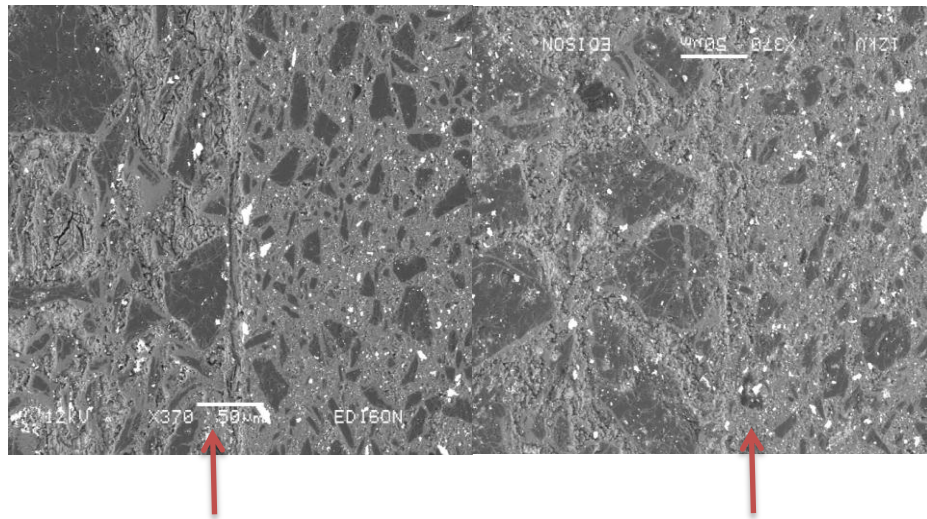


Figura 24.4 – Micrografie delle aree di giunzione del campione 6302



Figura 25.4 – Immagini del campione 6302 giuntato.

Come si può notare dalle micrografie non sono presenti discontinuità del materiale nelle aree di giunzione. Il boro utilizzato per realizzare i giunti è di granulometria più fine rispetto a quelli di partenza poiché, come visto nel capitolo 2, polveri più fini favoriscono la reazione. Dalle immagini ottiche del campione si notano linee di magnesio non reagito su una faccia del campione, come vedremo ciò non limita le prestazioni dello stesso dal punto di vista delle forze magnetiche.

Il primo aspetto che è stato verificato è la forza di levitazione in direzione assiale alla temperatura di riferimento di 26 K; nel grafico seguente sono

rappresentate le forze di levitazione nelle tre posizioni già esaminate nel caso di campione tagliato (vedi fig. 26.4).

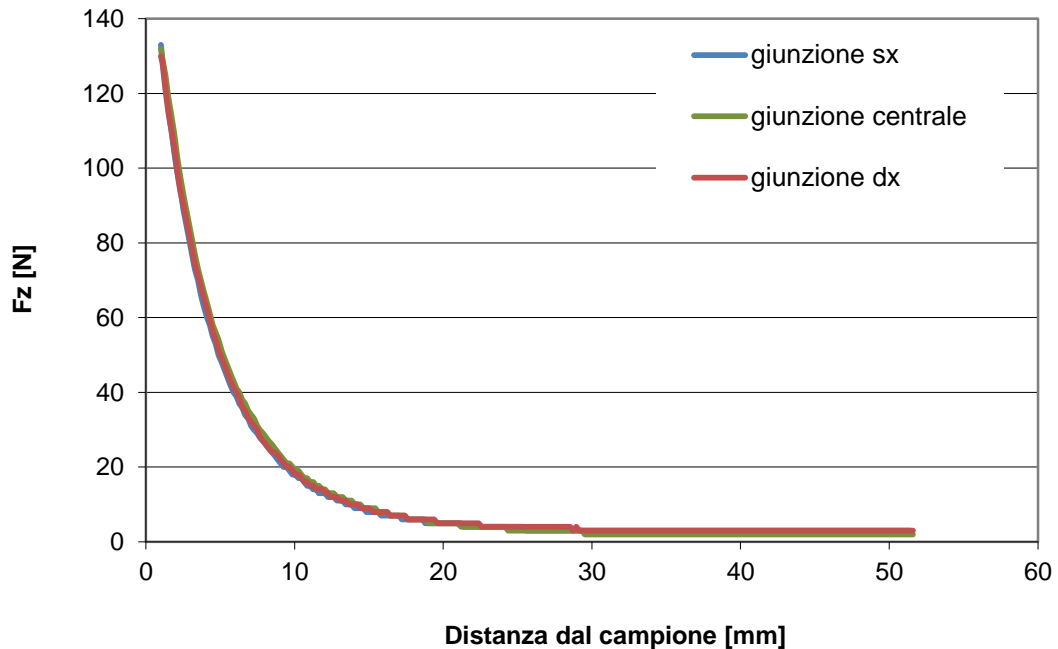


Figura 26.4 – Andamento della forza assiale del campione 6302 giuntato in funzione della posizione sulle tre giunzioni, 26 K, ZFC.

Come si può notare le linee che rappresentano l'andamento della F_z sono perfettamente sovrapposte lungo tutto il percorso effettuato dal magnete permanente e non risentono della presenza della giunzione.

L'omogeneità del campione è stata verificata anche in direzione radiale: alla distanza di 1 mm dalla superficie del 6302 è stata fatta una scansione in direzione x (vedi fig. 27.4).

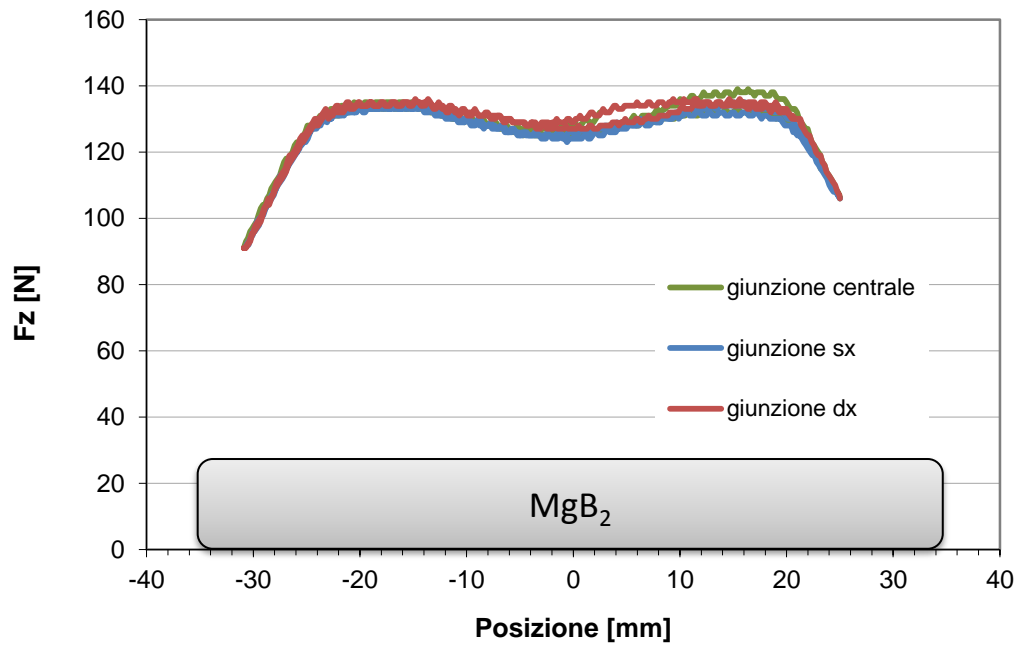


Figura 27.4 – Confronto forza radiale del campione 6302 integro, tagliato, giuntato, ZFC, 26 K, in funzione della posizione in x .

Questo è confermato anche dal confronto con le curve di forze di levitazione assiale misurate sul campione integro, tagliato e giuntato nelle medesime condizioni di misura: Zero Field Cooling, 27 K, posizione centrale (vedi fig. 28.4). I valori raggiunti nel caso di campione giuntato sono leggermente superiori del caso integro per l'utilizzo di polvere di granulometria inferiore, che aumenta le prestazioni del MgB_2 .

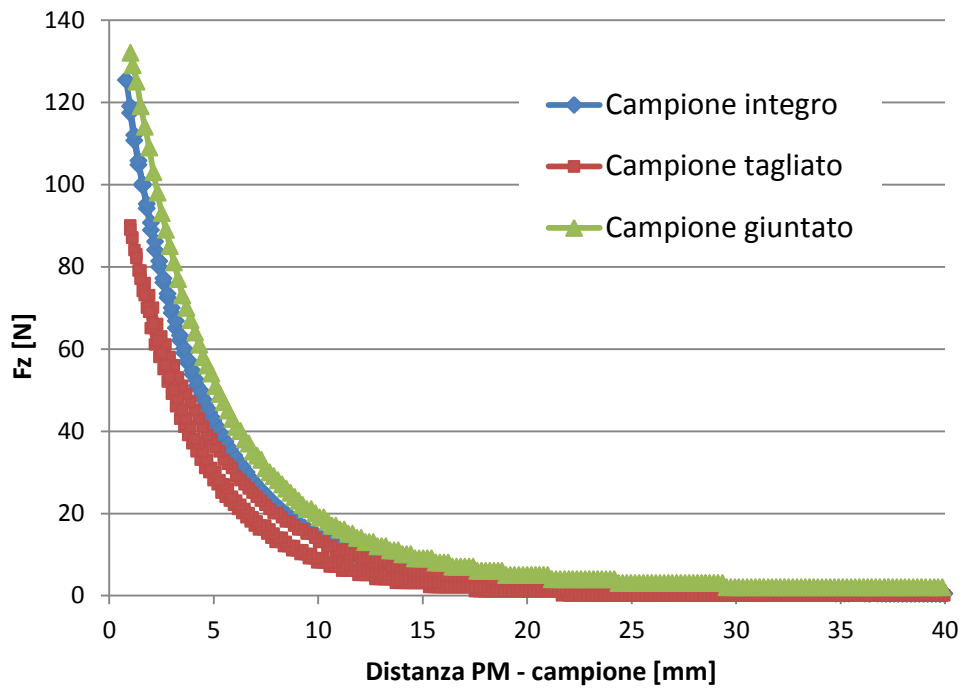


Figura 28.4 – Confronto forza assiale campione 6302 integro, tagliato, giuntato, ZFC, 26 K, posizione centrale.

Come nel caso del campione integro è stato valutato l'andamento della forza di levitazione in direzione assiale come funzione della posizione iniziale del PM dal campione (distanze 1, 2, 3, 6, 8 mm) in condizioni di field cooling (vedi fig. 29.4).

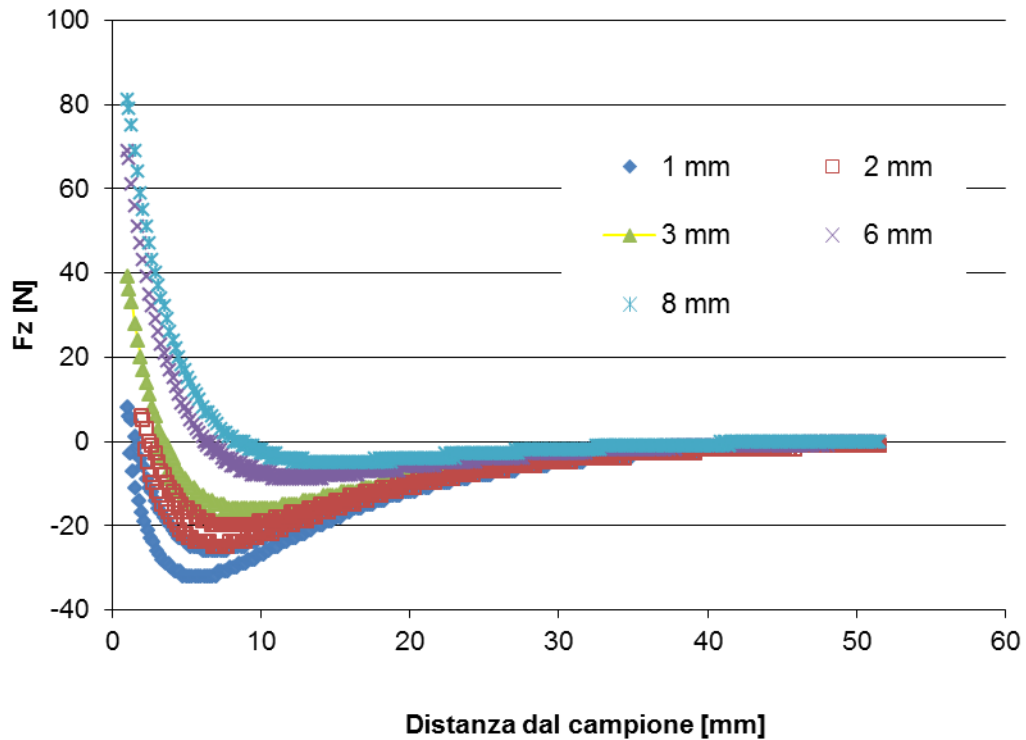


Figura 29.4 – Andamento della forza assiale in funzione della distanza iniziale PM – campione, 28 K, Field cooling.

Possiamo concludere che le operazioni di taglio e giunzione condotte su un campione di MgB2 realizzato con la tecnologia di infiltrazione liquida in fase reattiva non comportano modifiche delle proprietà superconduttive. La flessibilità della tecnica abbinata alla resistenza meccanica del materiale consentono di progettare forme anche complesse e secondo le specifiche tecniche.

4.2.4 SIMULAZIONE NUMERICA

L'interpretazione dei risultati sperimentali ottenuti nei paragrafi precedenti è stata condotta anche sulla base di un modello numerico; quest'ultimo costituisce uno strumento di previsione delle prestazioni di bulk in

MgB₂ con configurazione di simmetria assiale ed è utilizzabile per il dimensionamento di sistemi di scala reale di interesse applicativo.

Il modello si basa sulla simmetria assiale del sistema sotto analisi: disco di superconduttore e magnete permanente cilindrico, e si basa sulla suddivisione dell'intero campione in un numero finito di anelli elementari, dove circola la supercorrente. La forza elettromotrice che agisce su ciascun anello elementare è composta di due contributi: uno legato al movimento del PM (che agisce come una forza elettromotrice applicata esternamente) e uno legato alla mutua induzione tra le supercorrenti tra di loro.

È importante notare che la componente assiale del campo magnetico non contribuisce alla forza motrice. L'unica sorgente di forza (e quindi di correnti indotte) è la componente radiale del campo magnetico. Questo presupposto pone le basi per importanti considerazioni nel design di sistemi levitanti.

La legge che lega campo elettrico e densità di corrente secondo il modello superconduttivo è la seguente:

$$\mathbf{E} = E_0 \left(\frac{J}{J_c(B, T)} \right)^{n(B, T)}$$

Dove E è il campo elettrico, E_0 il campo critico convenzionale $E_0 = 1\Omega/\text{cm}$, J la densità di corrente, J_c la densità di corrente critica, B il campo magnetico, T la temperatura.

Come descritto da Igarashi [36], la legge E-J porta intrinsecamente ad un comportamento isteretico. La dipendenza della densità di corrente critica J_c dalla temperatura e dal campo magnetico è esprimibile tramite il fitting di Kramer. I parametri di questo fitting sono stati derivati attraverso misure di corrente di trasporto su campioni bulk di MgB₂ ottenuti con tecnologia RLI e sono riportati in [37] (vedi fig. 30.4).

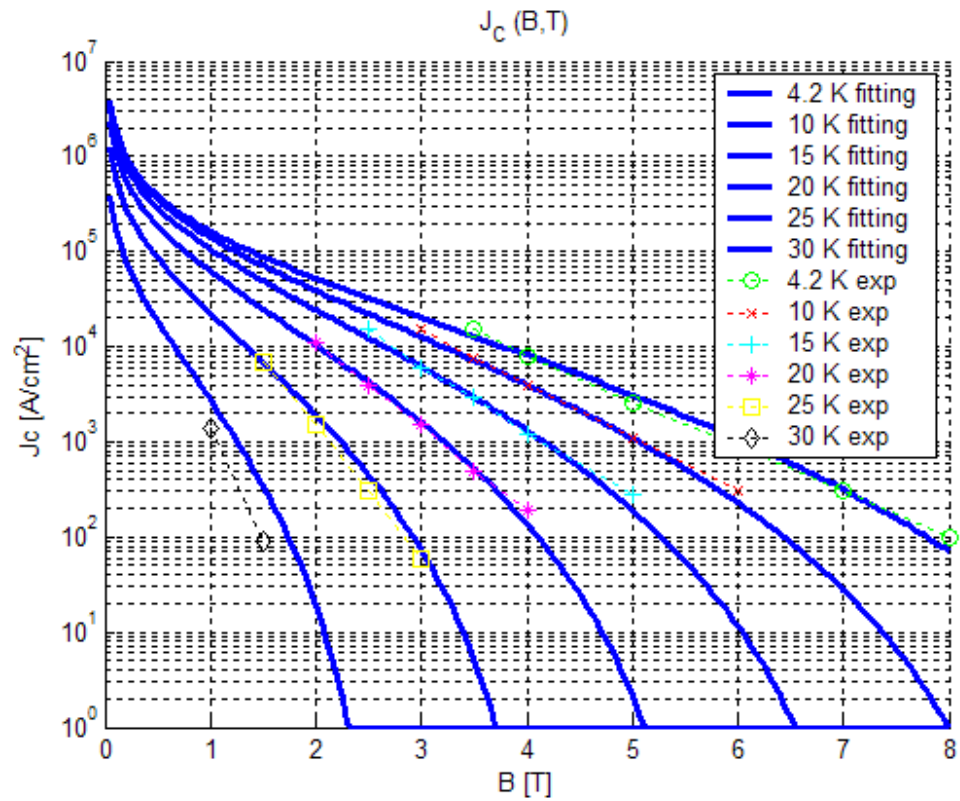


Figura 30.4 – Confronto tra dati sperimentali e simulazione di $J_c(B, T)$.
 Il confronto tra i risultati del modello numerico e quelli sperimentali per il caso field cooling a 36 K è mostrato in figura (vedi fig. 31.4).

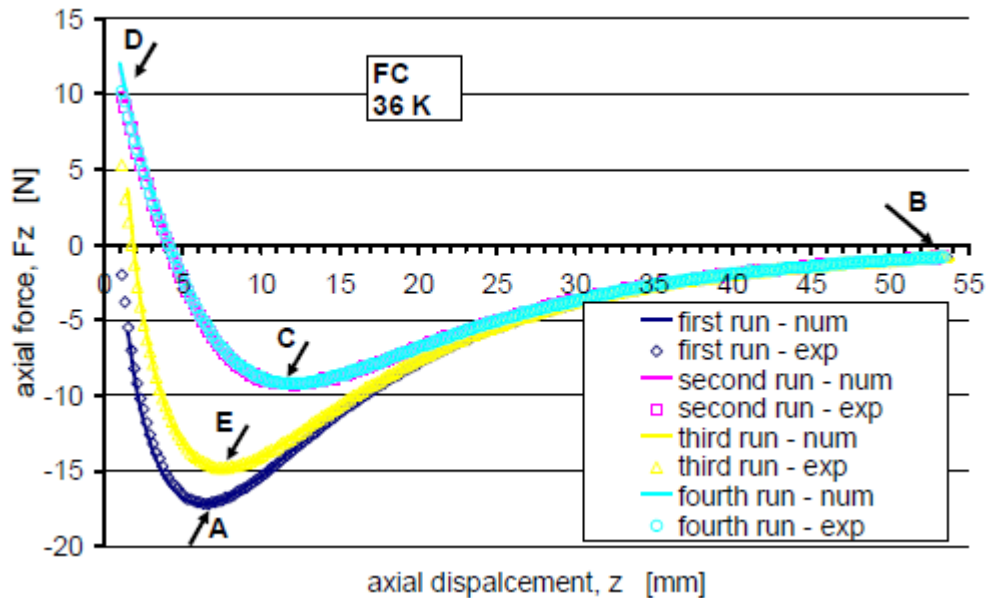


Figura 31.4 – Confronto tra modello numerico e dati sperimentali, FC, 36 K, campione 6302 integro.

Come si può osservare c'è un ottimo accordo tra la simulazione e i risultati sperimentali.

In figura (vedi fig. 32.4) la sequenza simulata distribuzione di corrente nei punti A-B-C-D-E definiti nella figura precedente (vedi fig. 31.4). Dalla figura 32.4 si può notare che quando il magnete raggiunge la posizione corrispondente al primo picco della forza di levitazione (punto A), la corrente indotta nel disco superconduttore si estende a circa metà del raggio sulla superficie superiore. Questa è esattamente la zona in cui la componente radiale misurata è elevata.

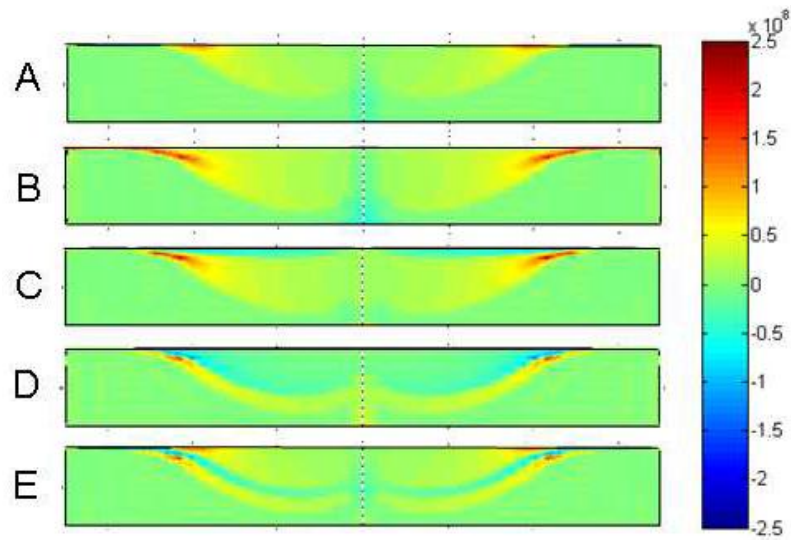


Figura 32.4 – Sviluppo della distribuzione delle correnti indotte all'interno del campione 6302.

Quando il magnete si allontana dal campione e raggiunge il massimo spostamento (punto B) le correnti non variano di molto, si osserva soltanto un maggiore allargamento dovuto alla variazione di campo prodotta durante l'ulteriore allontanamento. A questo punto il campo magnetico misurato sul campione è trascurabile così come la forza di levitazione.

All'inversione, quando il magnete scende di nuovo verso il campione raggiungendo il punto C, viene indotto uno strato di corrente circolante in senso opposto. Questo strato dà un contributo repulsivo e indebolisce la forza di levitazione attrattiva. Come si vede tuttavia il nuovo strato non ha completamente cancellato quello precedente. Questo è il motivo per cui il secondo picco è inferiore al primo. Quando il magnete ritorna alla sua posizione di partenza (punto D) lo strato di corrente opposta compensa quello di partenza e la corrente totale nel campione è zero.

Tuttavia, a seguito della separazione spaziale tra i due strati, la forza totale non è zero. Infatti lo strato di corrente opposta è più spazialmente più vicina al magnete ed è quindi soggetta ad un campo maggiore, per cui la forza repulsiva

che genera non può essere compensata dalla forza attrattiva prodotta dallo strato inferiore.

Quando il magnete si allontana di nuovo dal campione uno strato di corrente “diretta” si genera sulla superficie del campione e si muove verso il basso, per cui cancella parte dello strato di corrente inversa generato al ciclo precedente.

Nel punto E una parte dello strato di corrente inversa continua a sopravvivere, chiusa tra due strati di corrente diretta; ciò spiega l’abbassamento dei valori di forza di levitazione. La distanza spaziale tra i due strati gioca un ruolo fondamentale nel comportamento isteretico di un sistema di levitazione.

Nel caso field cooling a 26 K la dinamica di penetrazione della corrente nel disco di MgB_2 è analoga al caso a più alta temperatura, 36 K. Tuttavia, date le più alte densità di corrente, gli strati di corrente indotti sono confinati dalla superficie del campione e sono molto fini. Ciò implica che al punto C il contributo attrattivo dello strato di corrente diretta non è indebolito troppo dal fatto che questo strato è più distante dal magnete e il picco della forza è molto diverso da quello del punto A. Ciò spiega cicli di isteresi più stretti osservati sperimentalmente [38].

4.3 CILINDRO IN MgB_2

Si considera un cilindro in MgB_2 realizzato secondo il processo Mg-RLI. La polvere macinata di B cristallino, con dimensione dei grani inferiore ai 200 μm , e magnesio massivo vengono introdotti in un contenitore di acciaio inossidabile; il contenitore viene saldato e posto in forno a 850 °C per circa 2 ore. Il campione ottenuto ha forma cilindrica di altezza 43.4 mm, 44 mm diametro esterno, 25 mm diametro interno.

Sono state eseguite prove di field cooling con diverse configurazioni di magneti permanenti per valutare lo stack ideale per applicazioni in sistemi levitanti accoppiati quali ad esempio le flywheel (vedi fig. 33.4).

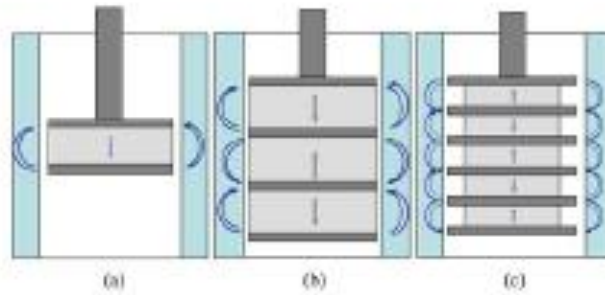


Figura 33.4 – Esempi di configurazione di magneti usati in prove field cooling.

4.3.1 CILINDRO MgB_2 CON SINGOLO PM

Questo primo tipo di prove effettuate sul cilindro sono state condotte in condizioni field cooling. A circa 50 K il magnete singolo in SmCo è stato introdotto nel cilindro per circa metà dalla sua altezza, come mostrato in figura (vedi fig. 34.4). Data l'altezza del cilindro è stato necessario coprirlo con un "cappuccio" in rame OFC per ancorarlo termicamente alla testa fredda e raffreddarlo uniformemente anche nella parte superiore.

Successivamente il campione è stato raffreddato a 21 K e portato quindi in stato superconduttivo.

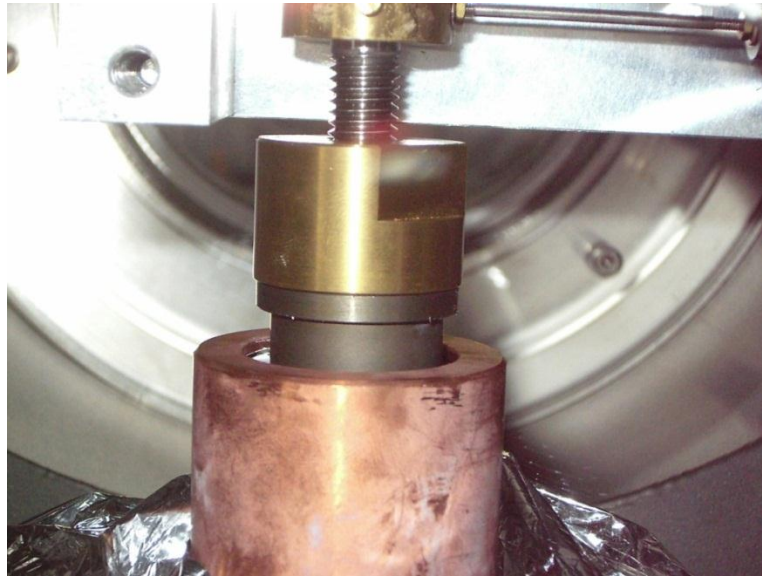


Figura 34.4 - Configurazione di misura nella posizione iniziale A e intermedia C.

Raggiunto lo stato superconduttivo, il magnete singolo è stato abbassato all'interno del cilindro fino al punto definito B (in questa posizione il PM è quasi completamente all'interno del cilindro). Non è stato possibile abbassare ulteriormente il PM poiché il diametro del disco di inox a cui è ancorato è superiore a quello interno del cilindro stesso. Successivamente il PM è stato completamente estratto dal cilindro (punto D) e sollevato fino al punto massimo raggiungibile (punto E). La forza in direzione assiale ottenuta per tutto il ciclo qui esposto è rappresentata in figura (vedi fig. 33.4).

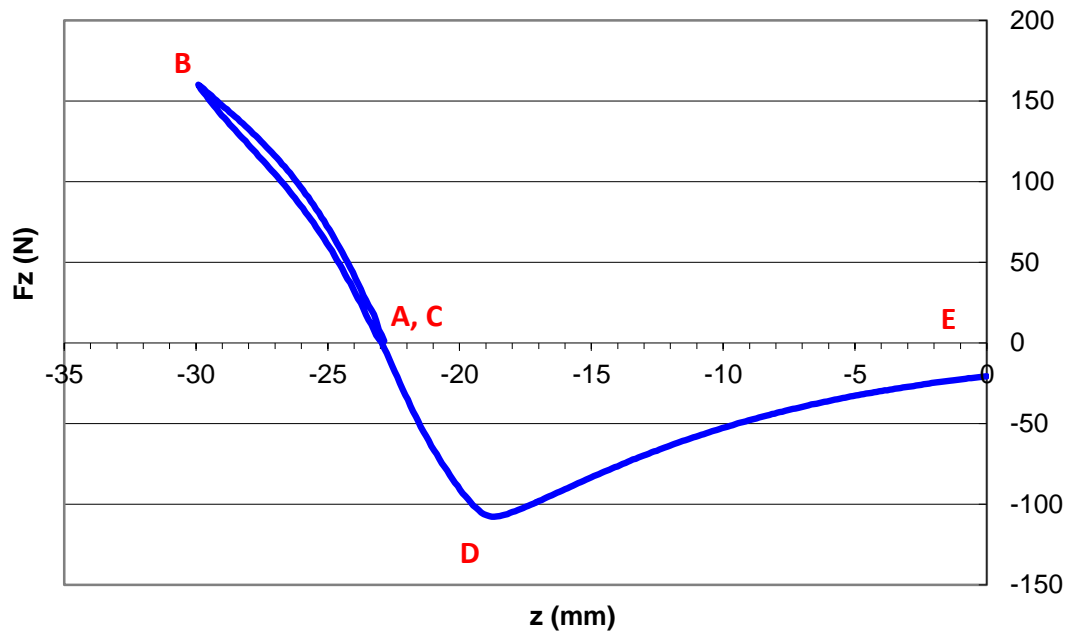


Figura 35.4 - Forza assiale in FC a 21 K

La forza necessaria ad inserire il PM all'interno del cilindro partendo dalla posizione iniziale A è di tipo repulsivo e raggiunge il suo valore massimo nel punto B (pari a circa 160 N) dove è massima la penetrazione del magnete nel cilindro. All'estrazione del magnete dal cilindro la forza diminuisce fino a raggiungere lo zero nel punto iniziale, ora punto C, e diminuisce a valori negativi fino a raggiungere il punto D di estrazione totale del magnete dal cilindro (110 N). se ci allontaniamo ulteriormente dal cilindro, la forza attrattiva diminuisce e tende ad annullarsi per distanze dal campione crescenti (punto E).

Questo tipo di prova è stata ripetuta una seconda volta, evidenziando un andamento del tutto analogo alla precedente, a meno di effetti di isteresi (vedi fig. 36.4).

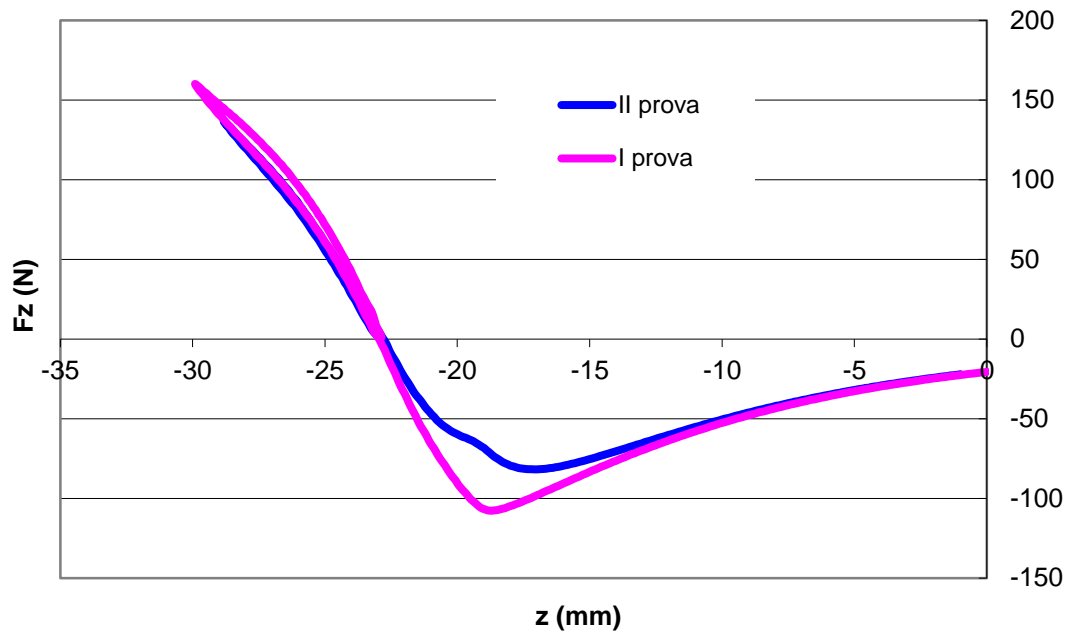


Figura 36.4 - Confronto prove consecutive FC 21 K.

La costante elastica vicino alla posizione di equilibrio iniziale è di 40 N/mm (primo ciclo) e diminuisce a circa 35 N/mm nel secondo.

L'andamento della forza assiale nel punto B in funzione della temperatura è rappresentato in figura(vedi fig. 37.4).

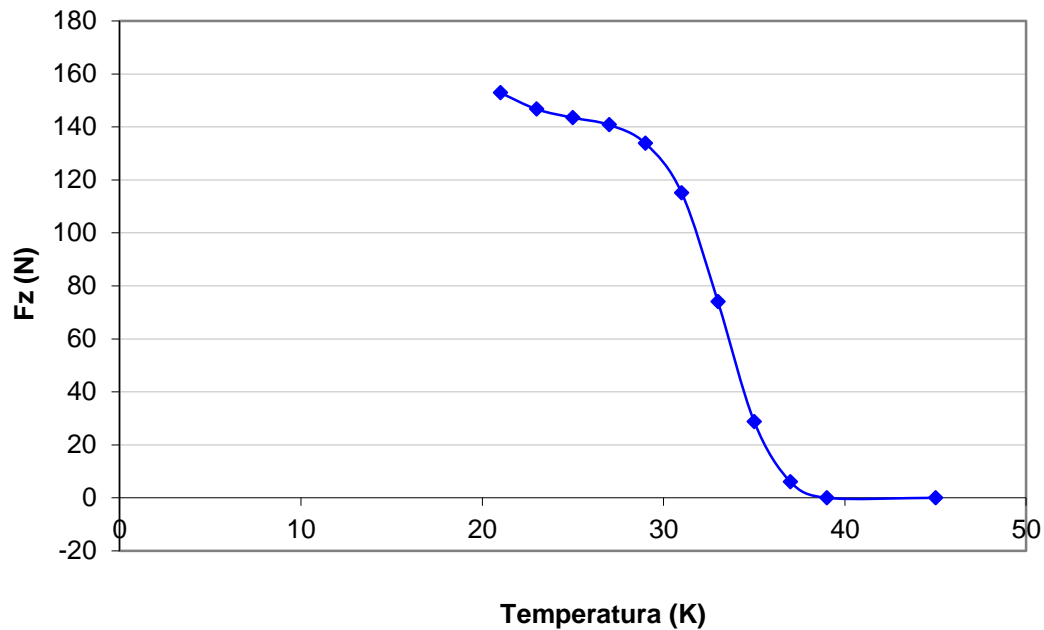


Figura 37.4 - Andamento della Fz nel punto B in funzione della temperatura.

4.3.2 CILINDRO MgB₂ CON SINGOLO PM STACK

Considerando un magnete permanente formato da un disco PM in NdFeB tra due dischi di acciaio dolce, otteniamo uno “stack”, cioè un impilaggio di magneti permanenti alternati da elementi in acciaio dolce che possono concentrare il flusso magnetico. Il sandwich così descritto costituisce l’unità base degli stack multipli che andremo a studiare in seguito. I traferri hanno diametro 23 mm e spessore 3 mm mentre i magneti hanno spessore 10 mm e diametro 23 mm.

La prima prova eseguita con l’unità base è presentata in figura 38.4 e riprende il protocollo sperimentale descritto nel paragrafo precedente. Il PM è stato inserito ed estratto più volte per verificare la ripetibilità della prova in configurazione FC a 21 K, con un andamento analogo a quello visto nel caso del magnete permanente in SmCo. In figura rappresentiamo l’andamento della forza

assiale in funzione del movimento rispetto al punto iniziale di equilibrio $z=0$ (vedi fig.)

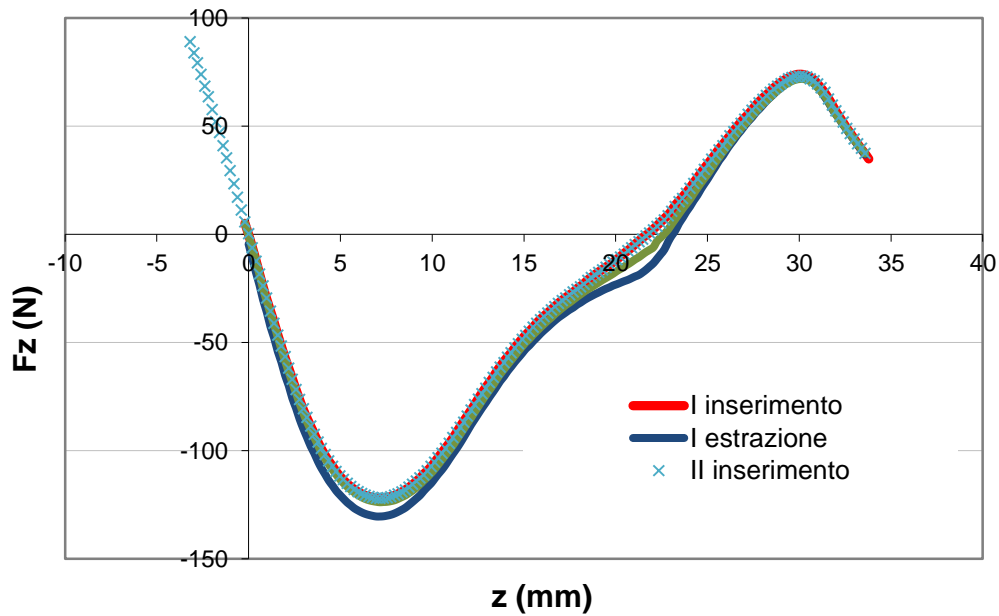


Figura 38.4 - Andamento della forza assiale (2 ripetizioni, 21 K, FC).

Questa prova evidenzia la presenza di un piccolo shifting tra la prima estrazione e il primo inserimento; nel ciclo successivo che inizia con la seconda estrazione questa differenza non si nota più e le curve si sovrappongono perfettamente. Questo spostamento inoltre dipende fortemente dalla temperatura di esecuzione delle prove, così come si può notare confrontando le curve prima esposte a 21 K e quelle a 31 K (vedi fig.). Anche in questo caso lo shifting scompare dopo un paio di ripetizioni poiché la struttura dei flussoni raggiunge una posizione di equilibrio. Successivamente è stato valutato l'effetto della posizione di partenza del magnete in condizioni di field cooling a 35 K, come evidenziato in figura 40.4. Le diverse posizioni di partenza nel cilindro sono indicate in modo approssimativo nella figura qui a lato (vedi fig. 39.4). Il punto a $z=-49$ è il punto più in basso, a salire $z=-42.4$, $z=-30$ e $z=-21.7$. Questi quattro punti sono stati identificati nel grafico come A, B, C, D e sono stati posti a $z = 0$. Il grafico della forza

Risultati sperimentali

corrispondente al punto A non potrà quindi corrispondere a valori di z negativi poiché è il punto di massima penetrazione del PM nel magnete. Per i punti A, B, C esistono invece sia z negative sia positive. Il punto in cui per ogni curva il PM esce dal cilindro è indicato con una freccia.

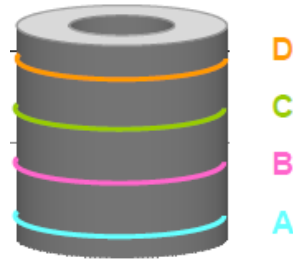


Figura 39.5 – Configurazione di misura in field cooling.

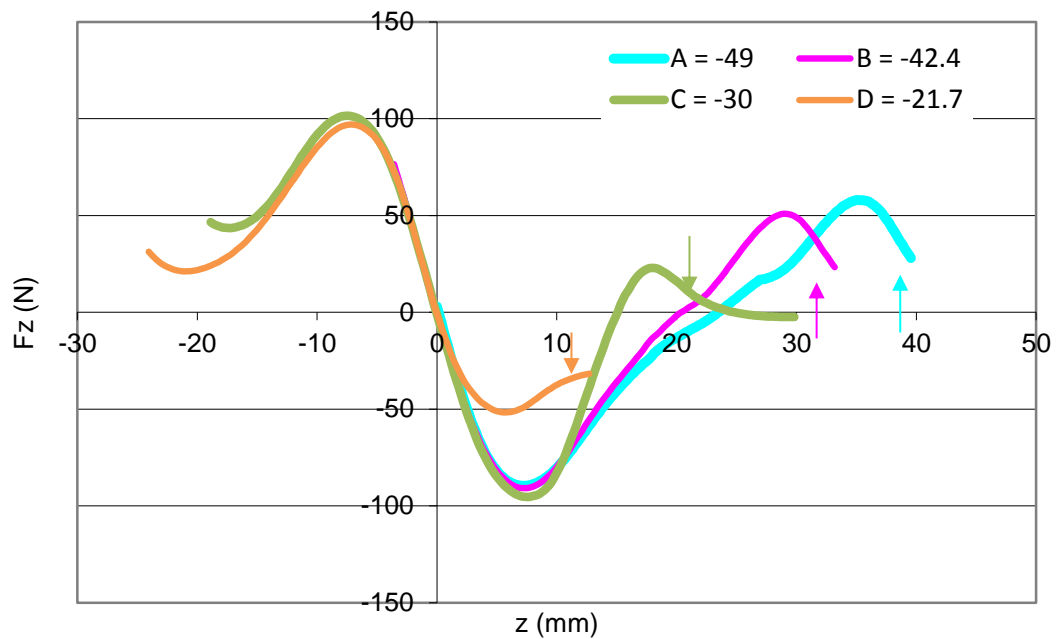


Figura 40.4 - Andamento della forza in funzione della posizione di partenza, FC, 35K.

4.3.3 CILINDRO MgB₂ CON 3 PM STACK

Misure analoghe sono state condotte con uno stack formato da 3 unità elementari con le polarizzazioni dei magneti opposte: ne è risultato un insieme di 3 PM e 4 traferri per un'altezza totale di 42 mm.

Confrontando le forze assiali nella configurazione di 1 PM rispetto a quella con 3 PM a 31 K si ottiene il grafico in figura (vedi fig. 41.4). Come si può notare il valore della forza passando da uno a tre magneti permanenti è quasi triplicato.

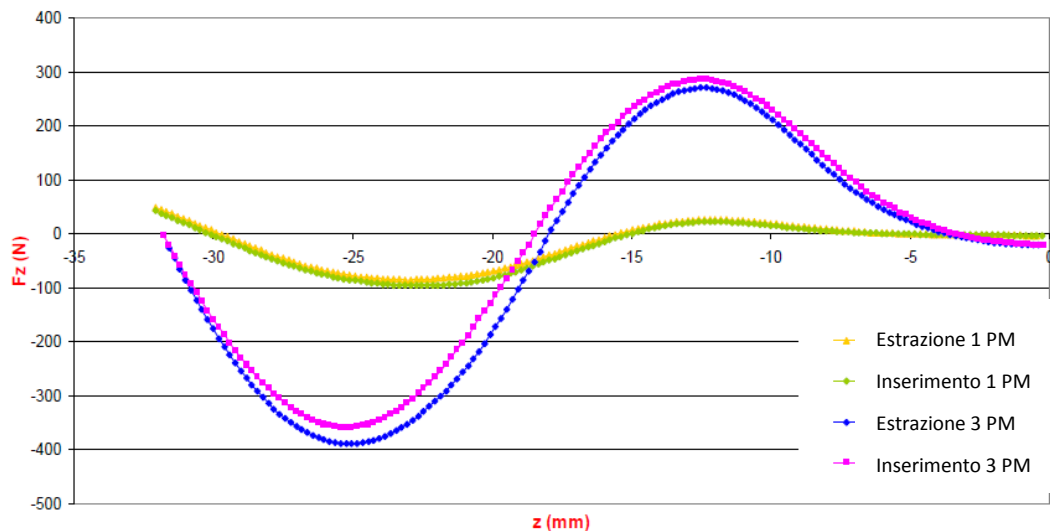


Figura 41.4 -Andamento della forza assiale e confronto tra 1 e 3 PM a 31 K.

4.3.4 CILINDRO MgB₂ CON 5 PM STACK

Per studiare l'effetto di un numero maggiore di magneti, sempre con polarità opposte tra di loro, è stato costruito uno stack formato da 5 PM di spessore 3 mm e diametro 20 mm, e 6 traferri, di diametro 23 e spessore 3 mm,

per un'altezza totale di 33 mm. In questo modo lo stack può essere completamente inserito nel cilindro, come mostrato in figura 42.4.

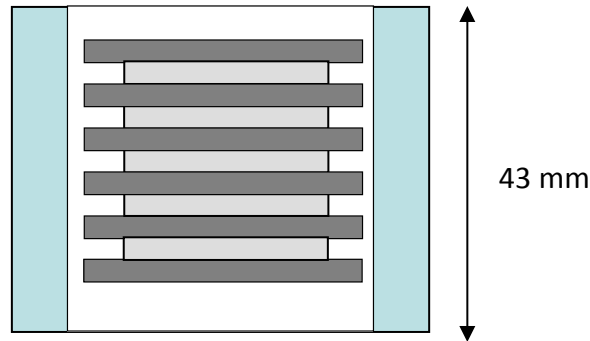


Figura 42.4 – Configurazione di misura per cilindro e stack di magneti permanenti.

Con una configurazione come quella mostrata nella figura sovrastante, è stata misurata la forza in condizioni FC a diversi valori di temperatura: 21, 26, 30, 36 K, estraendo ed inserendo il magnete una volta. Il comportamento cambia in funzione della temperatura come evidenziato nei grafici seguenti (vedi figg. 43.4 - 46.4). Al crescere della temperatura i valori di massimo e minimo della forza assiale diminuiscono e le due curve di estrazione prima e di inserimento dopo risentono sempre più del fenomeno di isteresi.

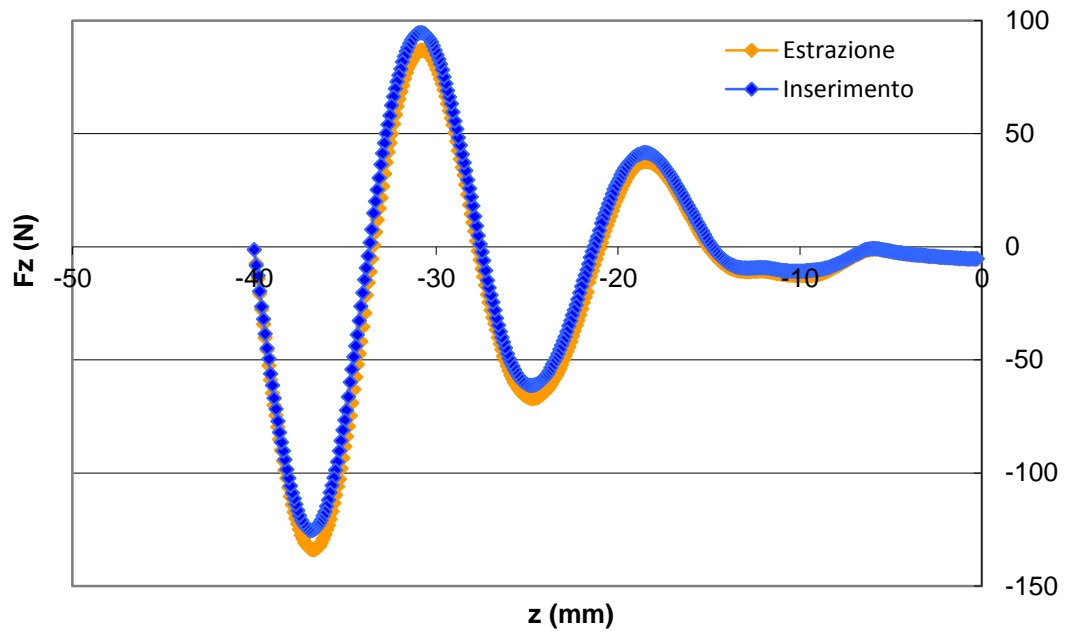


Figura 43.4 – Prova in field cooling cilindro e magnete a 5 stack, $T = 21$ K.

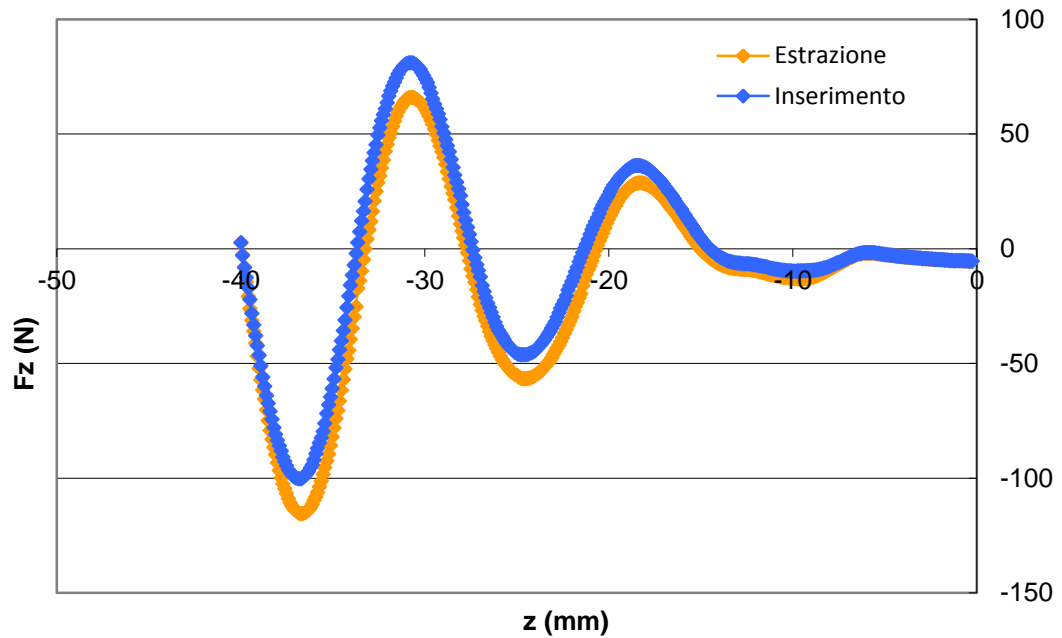


Figura 44.4 – Prova in field cooling cilindro e magnete a 5 stack, $T = 26$ K.

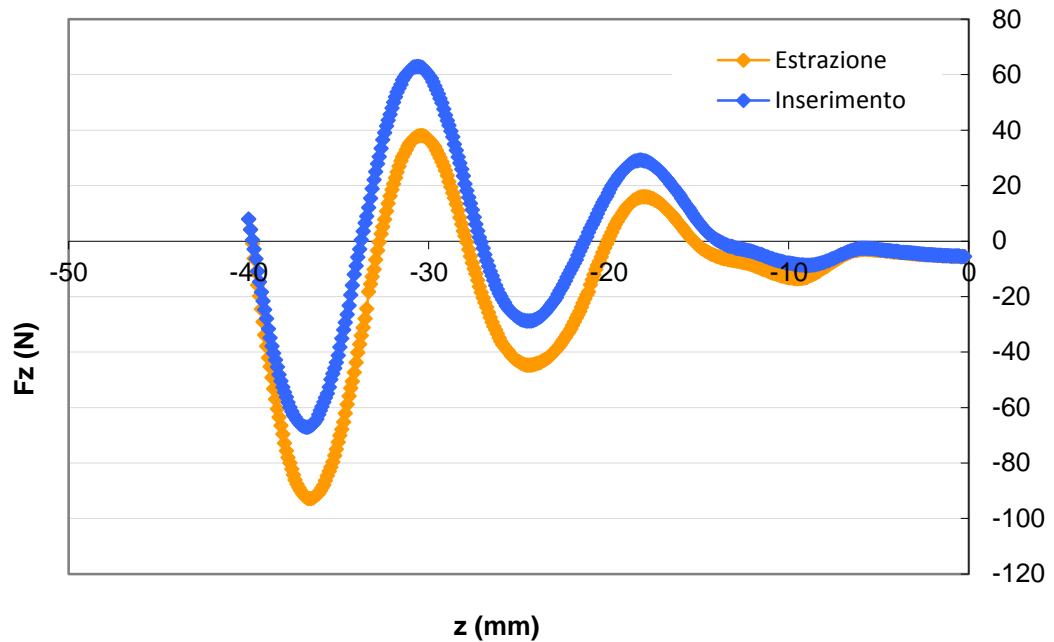


Figura 45.4 – Prova in field cooling cilindro e magnete a 5 stack, $T=30$ K.

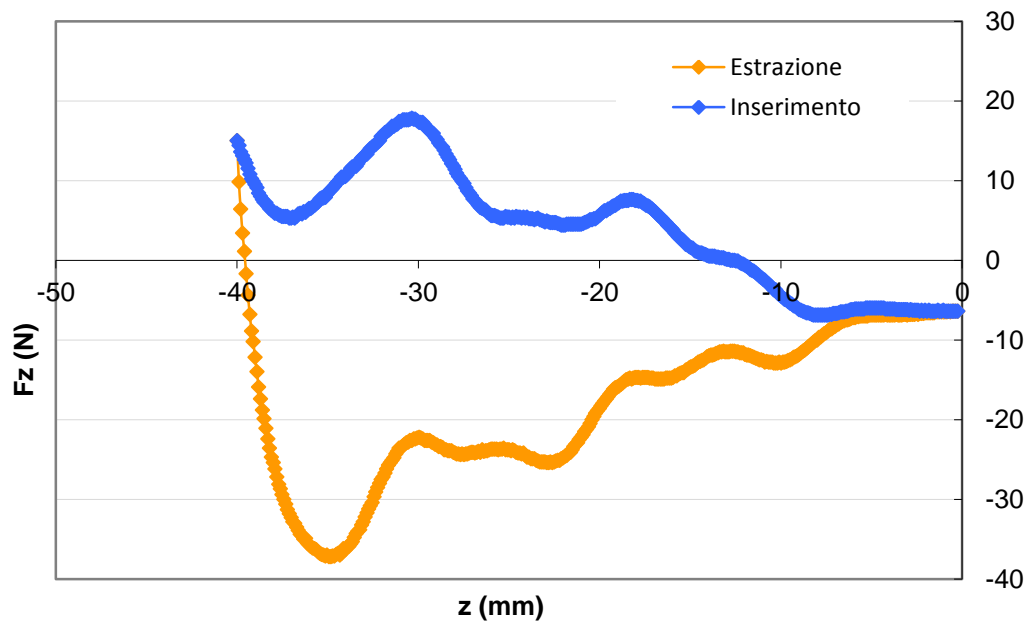


Figura 46.4 – Prova in field cooling cilindro e magnete a 5 stack, $T=36$ K.

Nella configurazione iniziale, ad alta temperatura, con lo stack inserito nel cilindro, l'MgB₂, che non è ancora nello stato superconduttivo e quindi diamagnetico, viene penetrato dal campo del PM. Poiché i magneti sono impilati

con polarità opposte, queste si imprimono nel materiale con il medesimo profilo. Abbassando la temperatura sotto la temperatura critica, il campione memorizza lo stato magnetico iniziale definito di equilibrio e si oppone a qualsiasi movimento. Estrahendo il PM verso l'alto per 3 mm, si passa dallo stato iniziale allo stato B (vedi fig. 47.4); in questa posizione si riaffacciano 10 anelli di corrente, ciascuno di intensità I e di verso contrario, quindi tra le correnti si crea una forza di repulsione che, per come è il sistema, si traduce in uno spostamento del sandwich verso l'alto o verso il basso, o come nel nostro sistema in una forza negativa, cioè che tende a riportare il sistema nello stato iniziale.

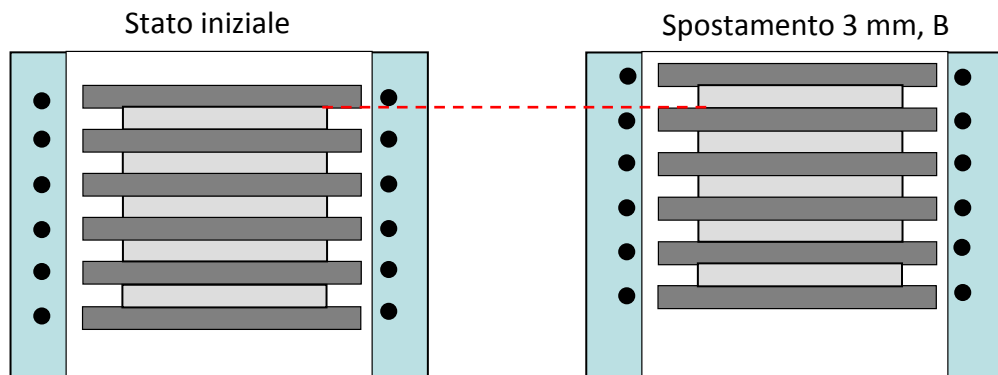


Figura 47.4 – Movimento dello stack all'interno del cilindro.

Per un ulteriore spostamento di 3 mm i traferri si affacciano alla posizione iniziale, con polarità opposta ma di uguale intensità per cui la forza netta è nulla. Questi passi si ripetono man mano che lo stack viene estratto dal cilindro; la forza va decrescendo perché il numero di traferri all'interno del cilindro diminuisce.

Se tracciamo l'andamento della forza massima e minima in funzione della temperatura otteniamo il grafico in figura (vedi fig. 48.4).

Risultati sperimentali

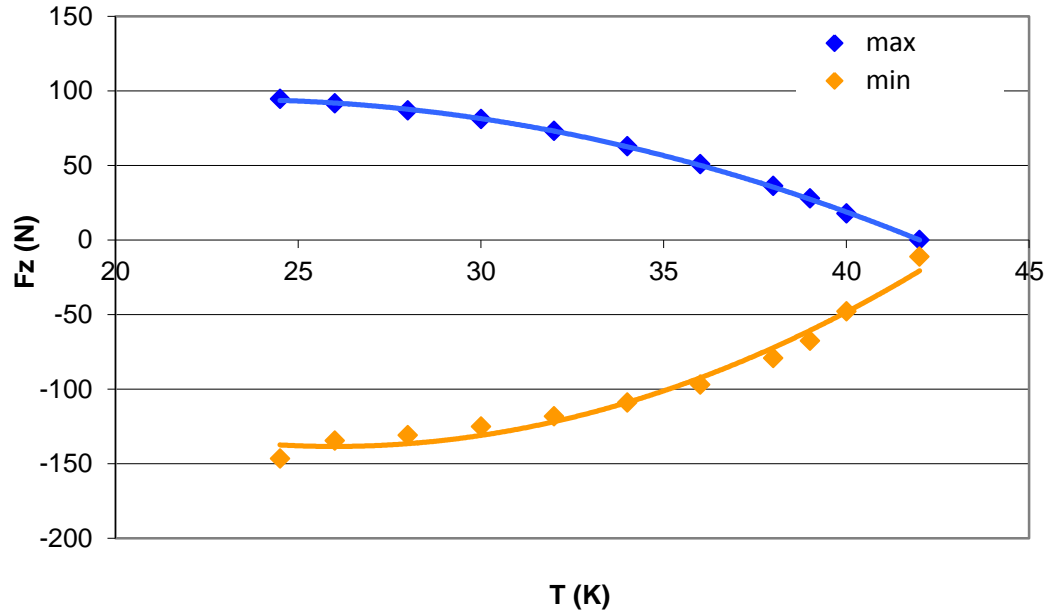


Figura 48.4 - Andamento della forza minima e massima in funzione della temperatura, FC, cilindro e cinque stack.

4.3.5 SIMULAZIONE PER OTTIMIZZAZIONE PM

Nelle figure 49.4 possiamo osservare che i risultati ottenuti sperimentalmente sono in buon accordo con quelli ricavati dal codice. Come si può vedere gli andamenti delle curve sono molto simili ed i valori numerici assunti sono circa gli stessi; le uniche differenze sono da imputare al fatto che nel codice non è stato possibile considerare il ferro in quanto non era nota la caratteristica di magnetizzazione.

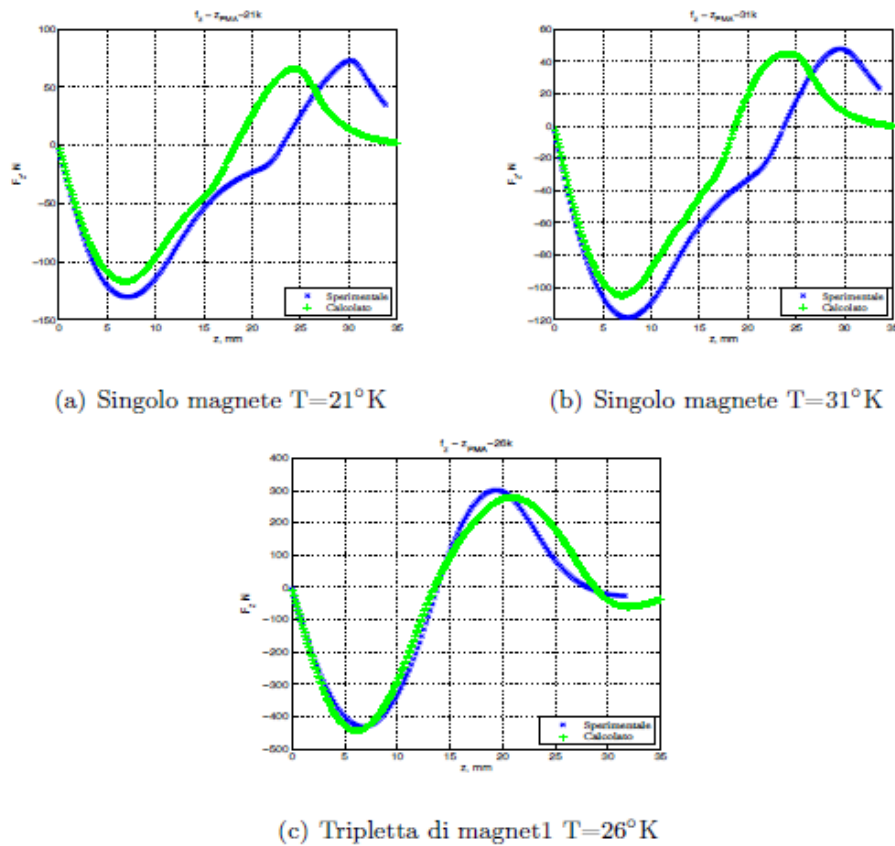


Figura 49.4 - Confronto tra risultati sperimentali e simulati.

Lo strumento creato risulta essere particolarmente funzionale per la ricerca della configurazione ottimale dei magneti permanenti e dei trasferri, : permette di calcolare rapidamente e in modo preciso i valori di forza che verranno espressi.

Sulla base del software descritto è stato possibile identificare le soluzioni al problema di ottimizzazione del rotore. Le configurazioni di studio scelte per massimizzare il flusso sono principalmente tre: due con magneti accoppiati, per un'altezza di 12 mm e una con un rotore composto da singoli PM di 6 mm (vedi fig. 50.4). Lo stack identificato come ottimale potrà essere abbinato ad un cilindro di MgB2 di dimensioni adeguate, data la flessibilità della tecnologia di produzione.

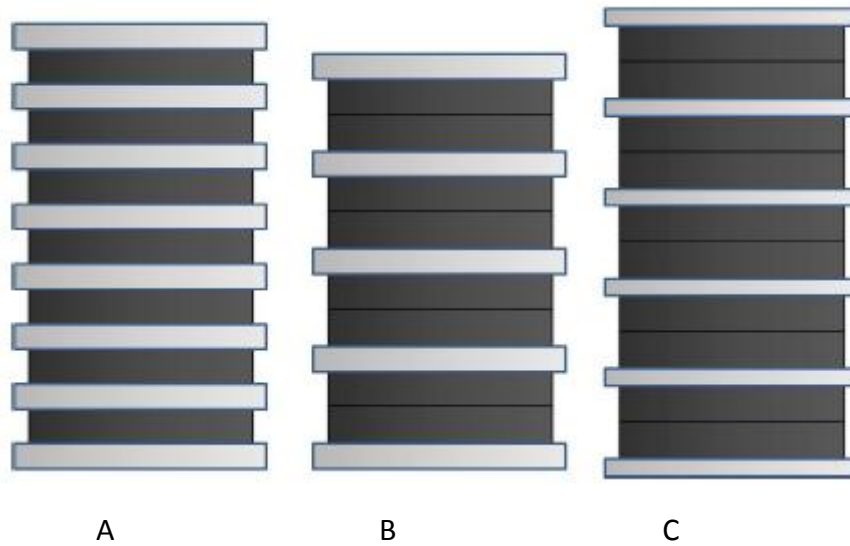


Figura 50.4 - Schema delle tre possibili soluzioni esaminati in questo capitolo.

I dati ottenuti da valutare sono riassunti nella seguente tabella (δ = spessore traferri, vedi tab. 2.4):

- configurazione A: 7 PM da 6 mm con $\delta=4,5$ mm;
- configurazione B: 4 PM da 12 mm con $\delta=4,5$ mm;
- configurazione C: 5 PM da 12 mm con $\delta=3$ mm.

	Config. A	Config. B	Config. C
F max [N]	816.11	1012.5	1146.3
Stiffness [N/mm]	247.26	211.45	284.04
z di Fmax [mm]	5.5	7.5	7.5
Altezza tot [mm]	78	70.5	78
	Config. A	Config. B	Config. C
Vol tot PM [mm ³]	70621.74	80710.56	100888.2
Fmax / Vol PM[N/cm ³]	11.5561	12.5448	11.3621

Tabella 2.4 - Parametri per la scelta della configurazione ottimale

Si può notare come il miglior rapporto forza massima su volume di magnete permanente nel rotore si abbia nel caso di 4 coppie di magneti distanziati da 4,5 mm, configurazione B. Questo significa che si riesce a sfruttare al meglio i PM che sono la parte principale del rotore. Inoltre si nota che in questa configurazione l'altezza complessiva è la minore delle tre, in altre parole è certamente realizzabile per l'ingombro che genera, non solo, sapendo che il massimo della forza si ha per 5 mm di altezza del traferro è possibile, se necessario, andare a guadagnare qualche altro Newton a discapito però di un po' di stiffness iniziale. Il punto di miglioramento è la bassa stiffness, la cui importanza dovrà però essere ancora valutata in base ad una futura applicazione del sistema.

Per quanto riguarda la configurazione A il rapporto forza massima su volume di magnete è ancora accettabile, ma il punto di forza del sistema sta nella piccola quantità di magnete inserito, nella semplicità costruttiva, poichè i magneti possono essere disposti singolarmente e nel buon valore di stiffness. È però abbastanza lontano in termini di forza massima dai valori ottenibili con altre configurazioni, anche se il sistema garantisce una maggiore stabilità.

Il rotore con performance di punta è ovviamente quello composto da 5 coppie di magneti con una distanza tra i PM pari a 3 mm, configurazione C.

Il massimo della forza si ottiene per altezze dei dischi di ferro dolce maggiori, ma in questo caso il limite è imposto dall'altezza complessiva della struttura. Ciò permette al rotore di avere una stiffness maggiore di un altro rotore formato da coppie di magneti, rendendo così questa soluzione come la più performante anche in questo ambito.

Il fatto di non avere un'altezza del traferro pari a 5 mm però implica che le capacità magnetiche dei PM non siano sfruttate al massimo, da qui il rapporto forza massima su volume magneti non ottimale.

In definitiva se si cerca un rotore con alte prestazioni la scelta ricade su un albero formato da 5 PM da 12 mm intervallati da 3 mm di traferro. Un fattore

molto importante per la costruzione dello stack ottimale è la scelta di un acciaio adeguato per i trasferri, come ad esempio un acciaio magnetico.

È stata sviluppata una seconda versione del software di simulazione, la quale tenesse conto della presenza degli anelli in acciaio magnetico [39]. Ci si aspetta infatti che l'introduzione di anelli in acciaio tra i magneti induca un aumento del campo (e del gradiente) e quindi incrementi i valori di forza di levitazione ottenibili. La mappa a colori del campo prodotto dal rotore, con e senza gli anelli in acciaio, è rappresentata in figura 51.4.

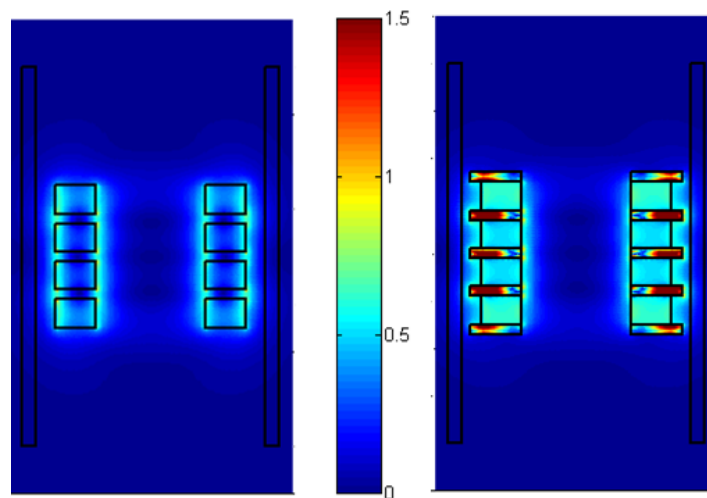


Figura 51.4 – Intensità di campo magnetico prodotto dal rotore con e senza anelli in acciaio, Tesla.

Come si può vedere, l'introduzione degli anelli in acciaio C40 produce una diversa distribuzione del campo magnetico che agisce sul cilindro superconduttivo esterno. Inoltre il campo magnetico massimo raggiunto è superiore al caso in assenza degli anelli grazie alla saturazione degli stessi.

Per valutare numericamente gli effetti di questo profilo di campo modificato, sono stati simulati il profilo di forze in entrambi i casi (vedi fig. 51.4).

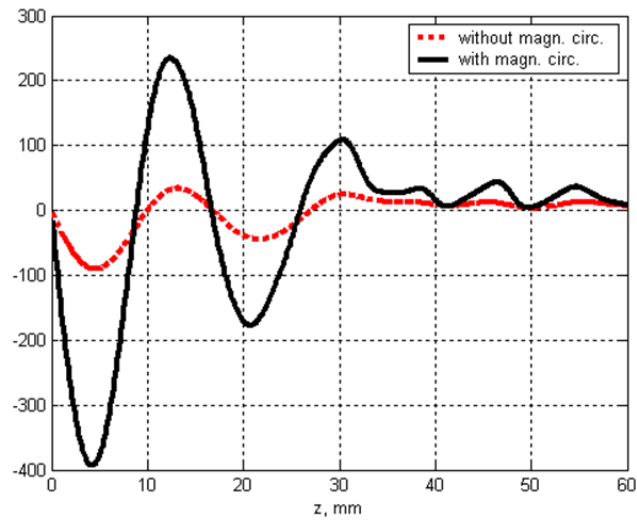


Figura 52.4 – Andamento della forza di levitazione [N] in presenza e in assenza di distanziali in acciaio magnetico.

Utilizzando questo software di simulazione è stato possibile prevedere il comportamento sperimentale del cilindro in MgB2 accoppiato ad un rotore costituito da 4 magneti permanenti in NdFeB (spessore 6 mm) intervallati da anelli in acciaio (spessore 4 mm). I risultati sperimentali e quelli attesi sono in ottimo accordo (vedi fig. 53.4)

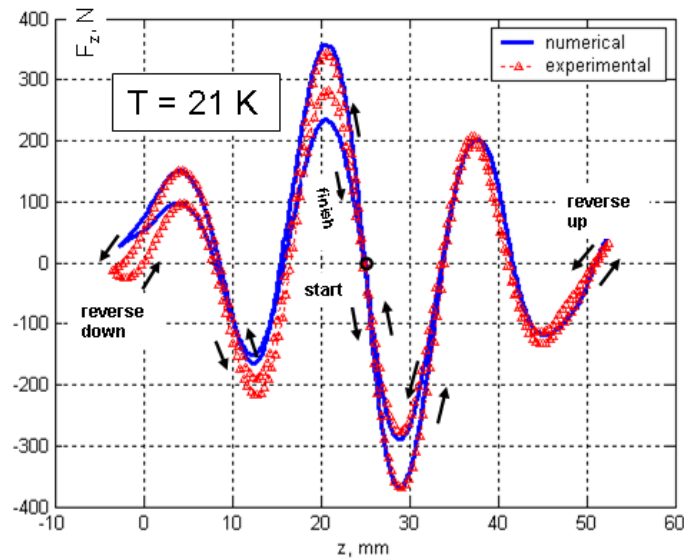


Figura 53.4 – Forze di levitazione ottenute sperimentalmente e confronto con i risultati simulati.

In conclusione il software sviluppato consente di riprodurre fedelmente il comportamento di un cilindro superconduttivo che interagisce con un rotore in magneti permanenti e anelli in acciaio, compresi i meccanismi di isteresi e l'andamento in funzione della temperatura. Inoltre il modello consente un'analisi accurata e veloce delle performance di rotori complessi e di ottimizzare la struttura degli stessi tramite il confronto con layout differenti.

4.4 PIASTRA IN MgB_2

In questo paragrafo descriveremo le prove effettuate per valutazione delle prestazioni di un campione di MgB_2 di dimensioni 100 x 100 x 10 mm abbinato ai binari di PM descritti nel § 4.1.5.

Per la realizzazione di un campione di queste dimensioni è stato seguito un procedimento particolare atto a garantire la stabilità del contenitore di acciaio e quindi l'ottenimento di una forma quadrata piana. I precursori sono stati disposti come mostrato in figura 54.4; le polveri di boro di granulometria inferiore ai 100 micron sono state compattate tra due lastre laterali di magnesio.

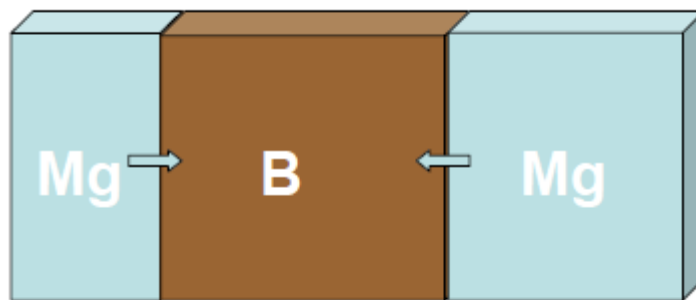


Figura 54.4 - Disposizione dei precursori nel contenitore di acciaio.

Dopo la saldatura, il precursore è stato cotto in forno a 850 °C per un'ora; dopo un raffreddamento naturale, il contenitore è stato aperto e la piastrina di MgB_2 è stata lavorata meccanicamente (elettroerosione + seppiatura con pasta diamantata).

Una parte critica nella preparazione delle piastre è costituita dagli stress di compressione che si inducono sui campioni, per effetto del differenziale del coefficiente di espansione termica tra MgB_2 e acciaio, valutabile dell'ordine di 5-7 ppm/K. Tali stress possono essere diminuiti eliminando progressivamente l'acciaio che circonda la piastra, senza permettere il formarsi di zone di sforzi di taglio che tendono ad innescare la frattura della piastra. Il campione ottenuto è in figura 55.4.



Figura 55.4 - Piastrina di MgB_2 .

Le prove effettuate su questo campione hanno coinvolto magneti permanenti di medie-grandi dimensioni, quali i binari A1, A1 bis e A2. Sono state condotte campagne di misura in condizioni zero field cooling e field cooling, a diversi valori di temperatura e con diverse configurazioni campione-magnete.

Il campione è denominato T45.

4.4.1 PIASTRA T45 E BINARIO PM A1

In figura 56.4 sono rappresentate le due configurazioni di misura del campione e del binario: nella prima, identificata come A, la magnetizzazione dei magneti è parallela alla direzione del moto x ; nella seconda, B, l'asse x è perpendicolare all'asse di polarizzazione.

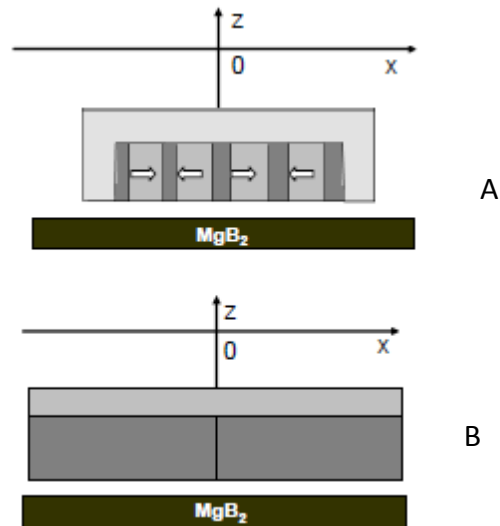


Figura 56.4 - Binario A1 di tipo Halbach, nelle due configurazioni di misura: A) lato lungo dei magneti perpendicolare alla direzione del moto; B) lato lungo dei magneti parallelo all'asse x .

4.4.2.1 PM con magnetizzazione perpendicolare all'asse del moto

Il campione è stato introdotto nel sistema di misura delle forze di levitazione per la misura delle forze in condizioni zero field cooling, ponendo il binario in posizione centrata rispetto alla piastrina. Dopo aver raffreddato il campione, il PM è stato mosso in direzione verticale, prima avvicinandosi e poi allontanandosi. Sono state condotte prove a diversi valori di temperatura; ne sono state rappresentate alcune nel grafico seguente (vedi fig. 57.4).

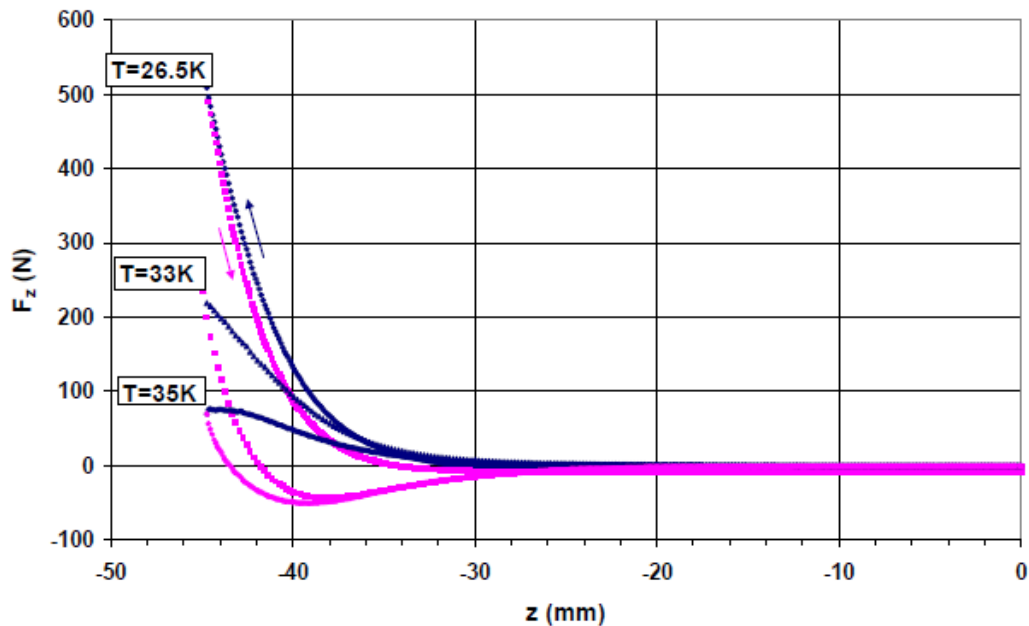


Figura 57.4 - Misure ZFC piastrella + binario A1, PM perpendicolare, a diversi valori di temperatura.

Ciò che si nota riprende tutti i casi già visti precedentemente e riassumibili nei seguenti punti:

- Al crescere della temperatura i valori di forza di levitazione diminuiscono;
- Le curve di andata e ritorno (avvicinamento e allontanamento dal campione) subiscono maggiori effetti di isteresi a più alta temperatura;
- A basse temperature le forze sono solo repulsive, mentre ad alta temperatura possono diventare attrattive nella fase di allontanamento dal campione;
- Oltre una certa distanza l'interazione tra magnete e superconduttore è nulla.

Valutando l'andamento della forza assiale lungo tutto l'asse x alla distanza di 5 mm dalla superficie del campione, abbiamo verificato l'omogeneità del materiale (vedi fig. 58.4).

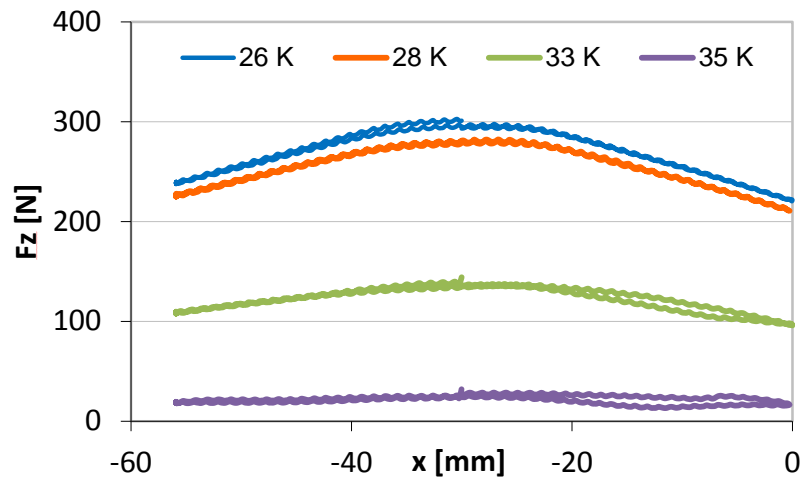


Figura 58.4 –Andamento della forza assiale lungo l'asse x , piastra T45 e binario A1, condizioni zero field cooling, a diversi valori di temperatura.

Il profilo non perfettamente piatto è legato al fatto che la superficie del campione è prossima a quella del magnete per cui dopo un piccolo spostamento dalla posizione centrale, parte del binario fuoriesce dalla piastra, influenzandola sempre di meno.

In condizioni field cooling le curve mostrano i classici andamenti di forza repulsiva e fenomeno di isteresi alle più alte temperature (vedi fig. 59.4).

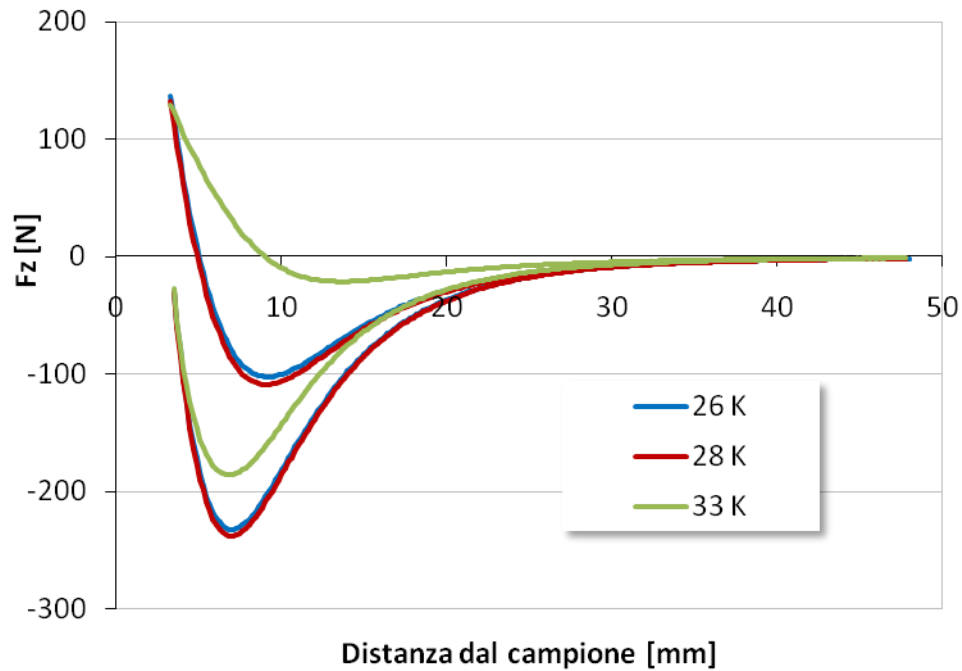


Figura 59.4 – Andamento della forza assiale in funzione della temperatura, condizioni field cooling, piastra T45 e binario A1.

4.4.2.2 PM con magnetizzazione parallela all'asse del moto

Nella figura è riportato il confronto tra la forza in direzione x nel caso di binario perpendicolare e parallelo (vedi fig. 60.4). Dalla figura si riscontra un elevato valore di stiffness in direzione perpendicolare che garantisce l'adeguatezza del sistema per applicazioni di interesse reale. Nella direzione parallela è comunque presente una modesta stiffness dovuta al fatto che il binario utilizzato è di dimensione comparabile con la piastra di superconduttore. Nei sistemi reali, dove il binario può essere considerato "infinito", la stiffness in direzione parallela diviene trascurabile.

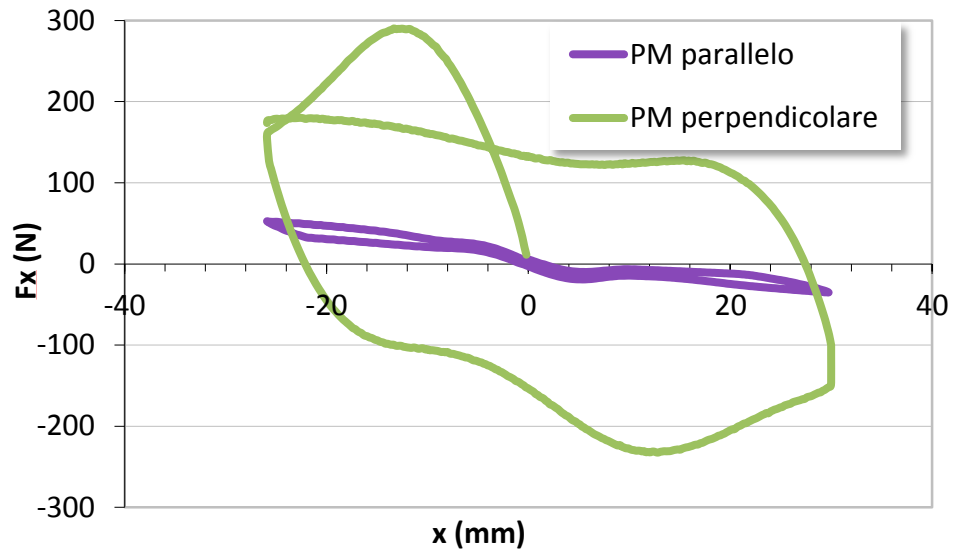


Figura 60.4 – Confronto tra PM parallelo e PM perpendicolare a 28 K, T45 e binario A1 in ZFC.

4.4.2 PIASTRA T45 E BINARIO PM A1BIS

Per quanto riguarda il binario A1 bis sono state condotte prove sia con l'asse di polarizzazione parallelo all'asse x (lato lungo del PM perpendicolare) sia perpendicolare (lato lungo parallelo).

4.4.2.1 PM parallelo asse x

La configurazione di misura è mostrata in figura 61.4.

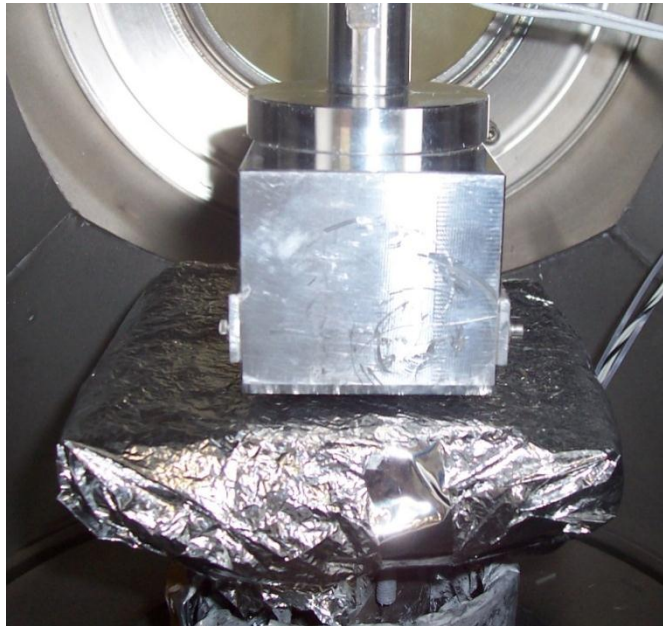


Figura 61.4 - PM parallelo all'asse x abbinato al campione T45.

Le prime prove riguardano il comportamento in condizioni ZFC a diversi valori di temperatura. Il PM è posizionato al centro del campione (in direzione x), lontano dalla superficie raffreddata; al raggiungimento dello stato superconduttivo, il binario viene fatto scendere fino alla distanza minima di 1 mm. Come si può vedere dal grafico in figura 62.4 i valori di forza diminuiscono con la temperatura in modo evidente sopra i 30 K. Al di sotto di questa temperatura la forza assiale ad 1 mm dalla superficie è di circa 500 N come evidenziato in figura 63.4.

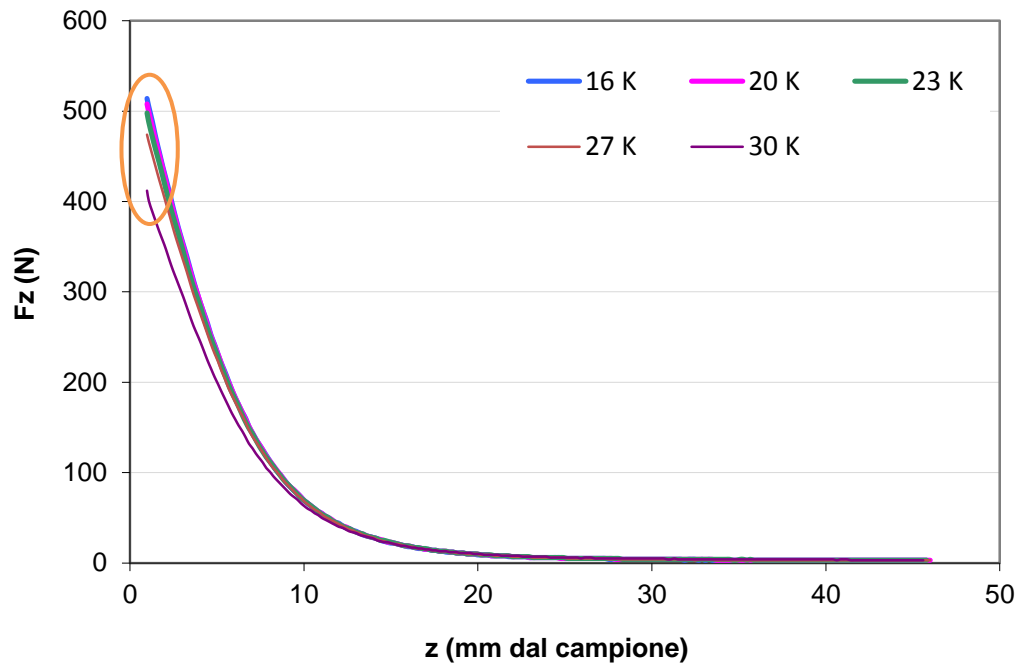


Figura 62.4 - Andamento F_z in funzione distanza dal campione, ZFC T45 + binario A1 bis.

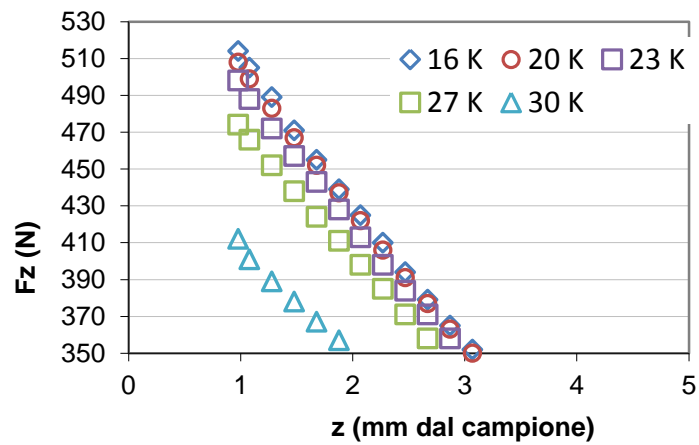


Figura 63.4 - Ingrandimento della zona evidenziata.

Partendo dalla posizione centrata sul campione, alla distanza di 1 mm dalla superficie dello stesso, è stata verificata l'uniformità del materiale misurando l'andamento della F_z in tutta la direzione x (vedi fig. 64.4).

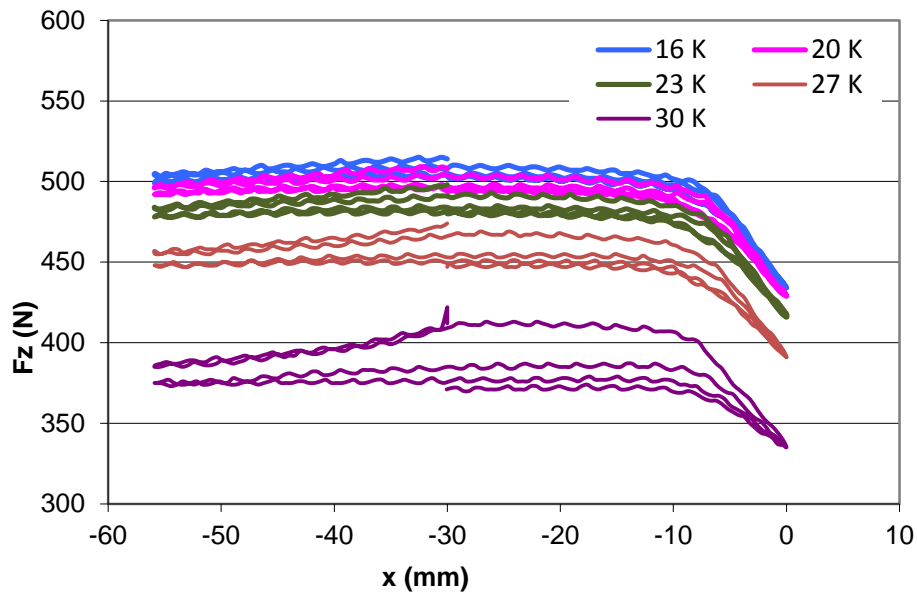


Figura 64.4 - T45 + binario A1 bis, ZFC, binario parallelo x, diverse temperature.

Come si vede la forza, a parità di temperatura, si mantiene costante muovendosi lungo la direzione x , ad eccezione dell'area $x > -10$, dove il binario sta uscendo dal bordo destro del campione e la forza decresce. Oltre all'uniformità del materiale, possiamo anche notare come i valori della forza rimangano molto alti (superiori ai 350 N) alla temperatura di 30 K.

Non si rappresentano i valori di F_x in funzione di entrambi i movimenti poiché in questa configurazione sono molto bassi (asse di polarizzazione perpendicolare a x).

Sono state poi condotte prove in condizioni field cooling per valutare sia la forza assiale sia quella longitudinale lungo l'asse x . I valori di forza in direzione x sono molto importanti per valutare l'effetto di uno spostamento laterale per la progettazione del sistema criopattino.

Il percorso in x e z seguito per questo tipo di prove a diversi valori di temperatura è il seguente:

- Posizione iniziale: 10 mm dal campione a temperatura ambiente, magnete centrato sul campione,

Risultati sperimentali

- Raffreddamento in field cooling,
- Movimento in x di ± 5 mm,
- Spostamento in z fino a 5 mm dal campione,
- Movimento in x di ± 5 mm,
- Spostamento in z fino a 1 mm dal campione,
- Risalita e discesa di 46 mm rispetto alla superficie del campione.

I risultati ottenuti danno la stiffness del campione a 10 mm e a 5 mm dalla superficie e la forza repulsiva rispetto alla posizione iniziale a 10 mm.

Nei grafici seguenti viene riportata la forza in x in funzione della posizione e della temperatura e la forza assiale nel movimento in z (vedi figg. 65.4 – 66.4).

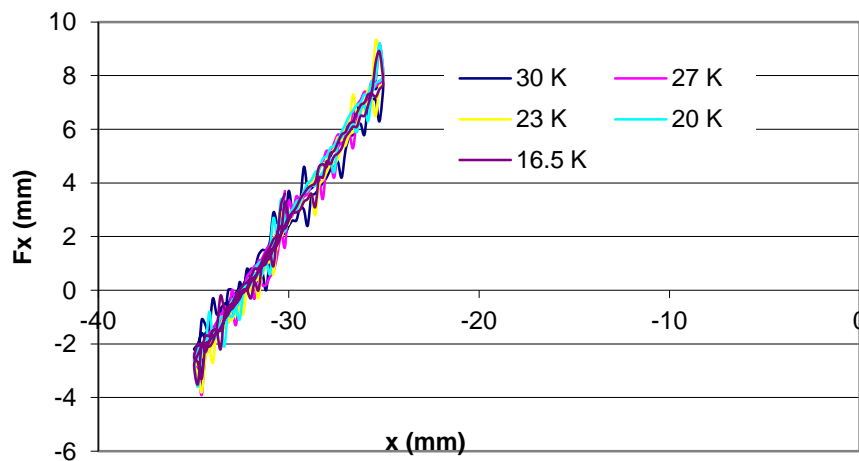


Figura 65.4 – Andamento della forza in direzione longitudinale, piastra T45 e binario A1bis, a diversi valori di temperatura, condizioni field cooling, 10 mm dal campione.

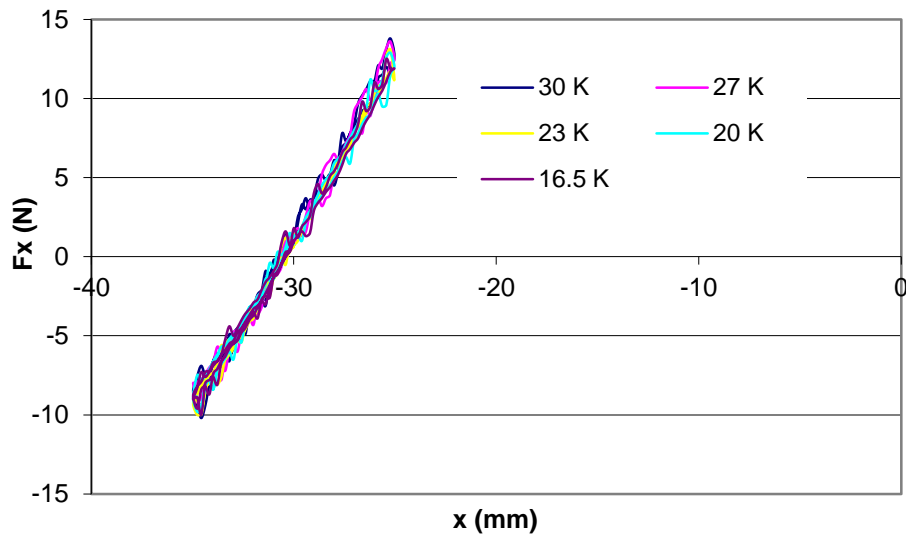


Figura 66.4 - Andamento della forza in direzione longitudinale, piastra T45 e binario A1bis, a diversi valori di temperatura, condizioni field cooling, 5 mm dal campione.

Come si nota dal confronto tra i due grafici precedenti a distanza maggiore dal campione le forze coinvolte sono leggermente superiori e risentono di meno dell'effetto della temperatura. In questo caso la temperatura non agisce sulla riduzione delle forze, a parità di distanza, ma sulle oscillazioni lungo il movimento.

La forza in direzione assiale raggiunge valori molto alti nella parte di movimento al di sotto della posizione iniziale che vincolano maggiormente il magnete; ciò è molto utile nella progettazione di un sistema di trasporto come il criopattino poiché maggiore è il peso da sostenere maggiore sarà la forza con cui il superconduttore reagisce (vedi fig. 67.4).

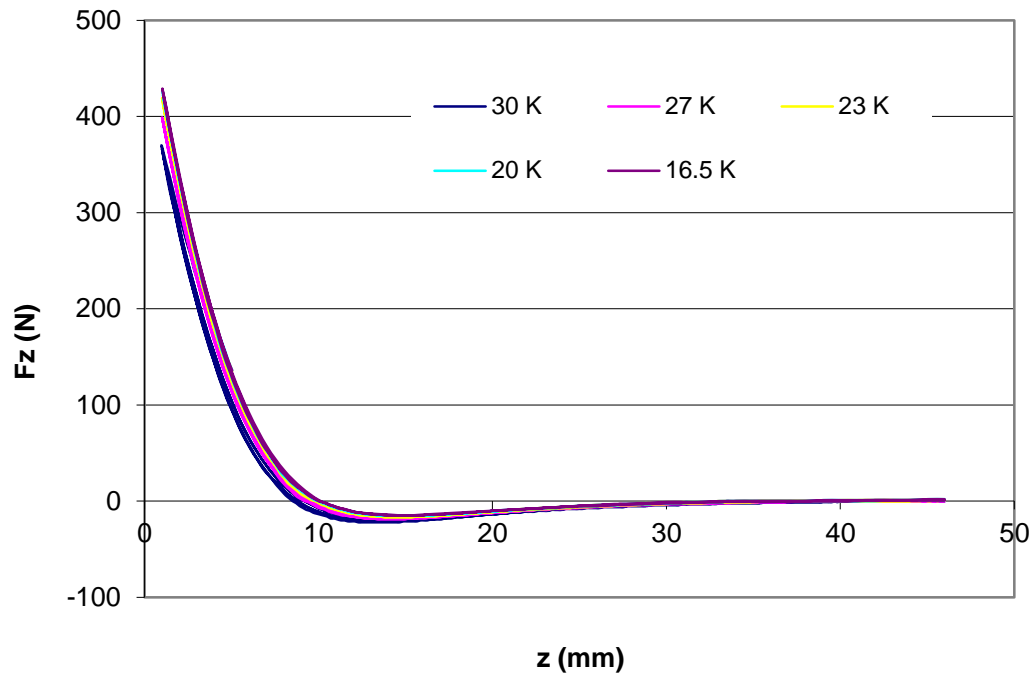


Figura 67.4 – Andamento della forza assiale al variare della temperatura, condizioni field cooling, piastra T45 e binario A1 bis.

4.4.2.2 PM perpendicolare all'asse x

In questo paragrafo descriveremo le principali prove eseguite nella configurazione mostrata in figura 68.4, cioè con il magnete permanente perpendicolare all'asse x.



Figura 68.4 – Configurazione di misura piastra T45 e magnete A1 bis perpendicolare all'asse x.

In condizioni zero field cooling è stata condotta una prova preliminare di verifica della forza in direzione assiale già misurata con il magnete parallelo alla direzione x , che ha confermato i valori già ottenuti.

Con la misura della forza assiale è stata valutata l'omogeneità del campione e la variazione in funzione della temperatura. Passando da 16 K a 27 K la forza assiale si riduce da 550 N a 450 N, come mostrato in figura 69.4.

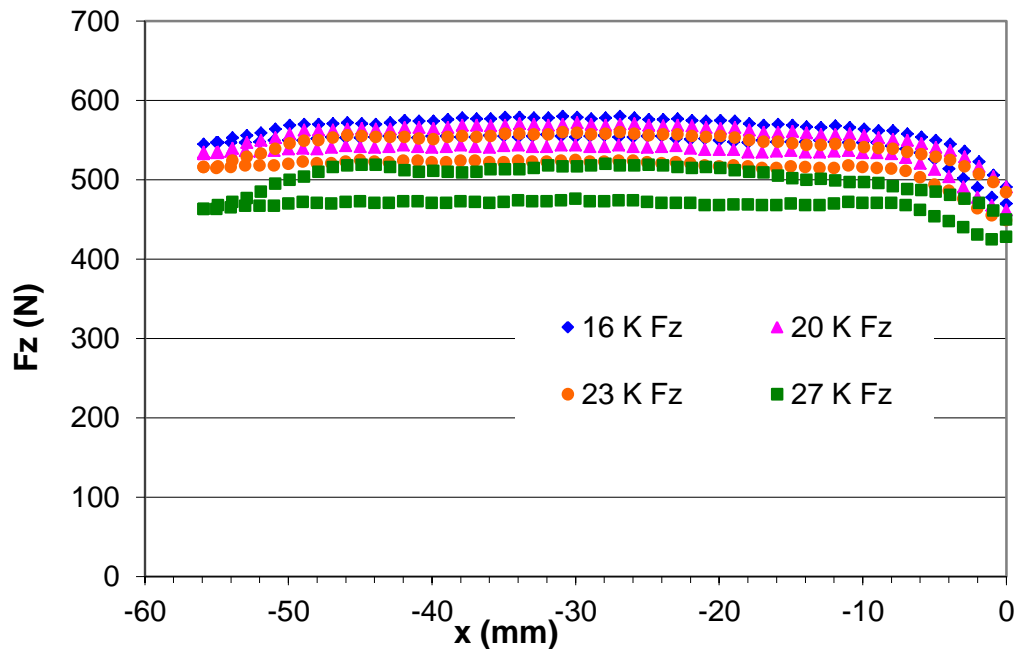


Figura 69.4 – Andamento della F_z lungo l'asse x , piastra T45 e bianrio A1 bis, condizioni zero field cooling, a diversi valori di temperatura.

Una prova di maggiore interesse in questo caso è la valutazione della forza in direzione x a diversi valori di distanza dal campione, a temperatura costante. I valori ottenuti a 1 mm dal campione sono più di un ordine di grandezza maggiori rispetto a quelli a 5 mm, come mostra chiaramente il grafico in figura 70.4. È stato verificato sia l'andamento per un movimento a piccolo raggio ± 5 mm intorno alla posizione centrale, sia su tutto il campione, a due distanze dalla superficie dello stesso. La stiffness a 1 mm nell'intorno del centro

del campione è di 42 N/mm, all'estremità sinistra è di 22 N/mm mentre a quella destra è di 38.5 N/mm.

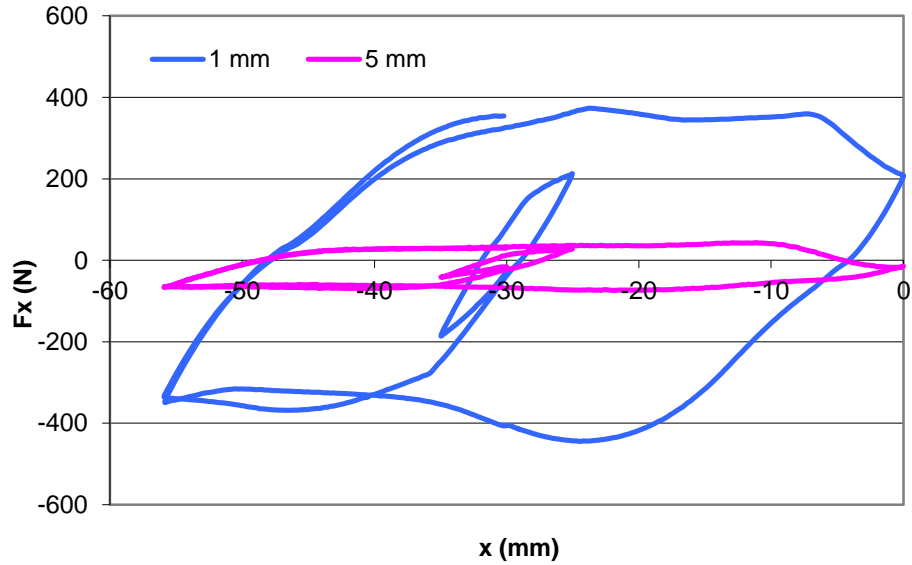


Figura 70.4 – Andamento della forza in direzione x , piastra T45 e binario A1 bis perpendicolare, $T = 27$ K, condizioni zero field cooling.

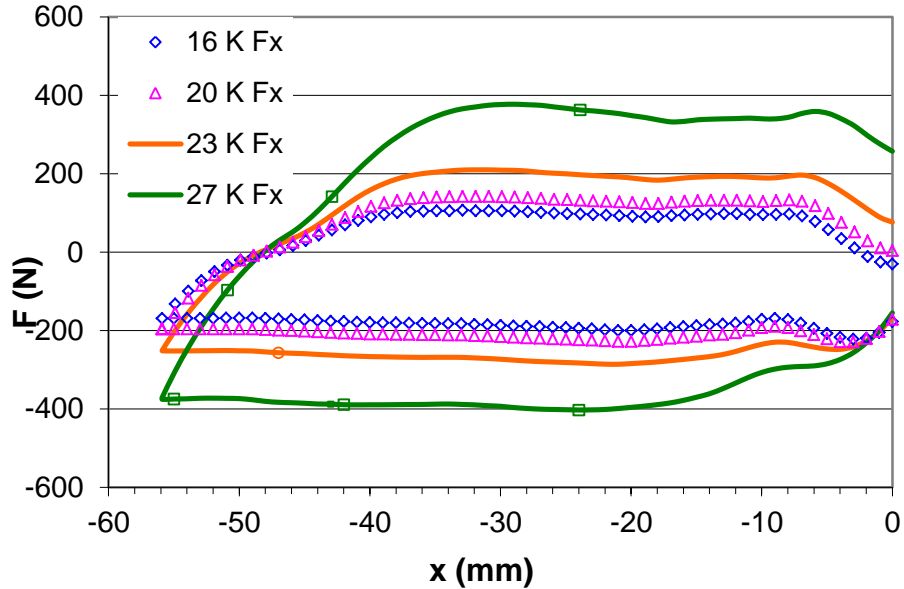


Figura 71.4 – Andamento della forza in direzione x , piastra T45 e binario A1 bis perpendicolare, condizioni zero field cooling, a diversi valori di temperatura.

Un particolare comportamento che richiederà ulteriori verifiche, è stato riscontrato nella misura della forza di levitazione in direzione x al variare della temperatura. Ciò che è stato verificato con prove successive che ne attestassero la veridicità è l'aumento delle forze all'aumentare della temperatura come ben visibile in figura 71.4. L'aumento è anche considerevole poiché si passa dai 200 N a 16 K a circa 400 N a 27 K. Non è stata trovata una giustificazione fisica a questo fenomeno per il quale si rimanda a studi più approfonditi.

Per quanto riguarda le prove in condizioni field cooling, è stato valutato il comportamento, sia in direzione x sia in direzione z , in funzione della posizione iniziale. Le distanze campione – magnete scelte sono state: 20 mm, 10 mm, 5 mm. Come nel caso di binario parallelo alla direzione x , il protocollo seguito è stato quello di partire da una distanza maggiore e di ripetere le prove di movimento in x (± 5 mm) man mano che ci si avvicinava alla superficie.

Riportiamo qui di seguito sia le prove in F_z sia quelle in F_x con distanza iniziale campione – binario di 20 mm a diversi valori di temperatura (vedi figg. 72.4 – 75.4).

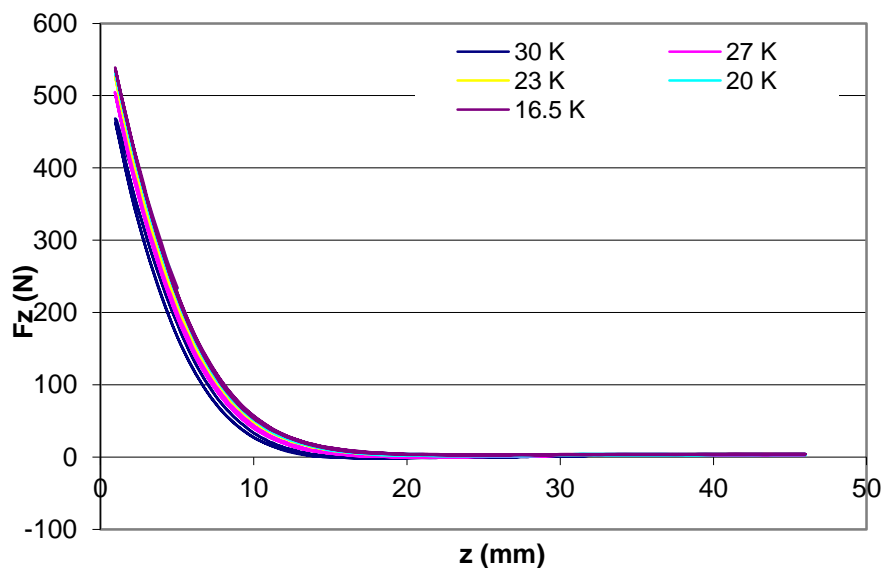


Figura 72.4 – Andamento della forza assiale in funzione della temperatura, campione T45 e binario A1 bis, condizioni field cooling, 20 mm dal campione.

Risultati sperimentali

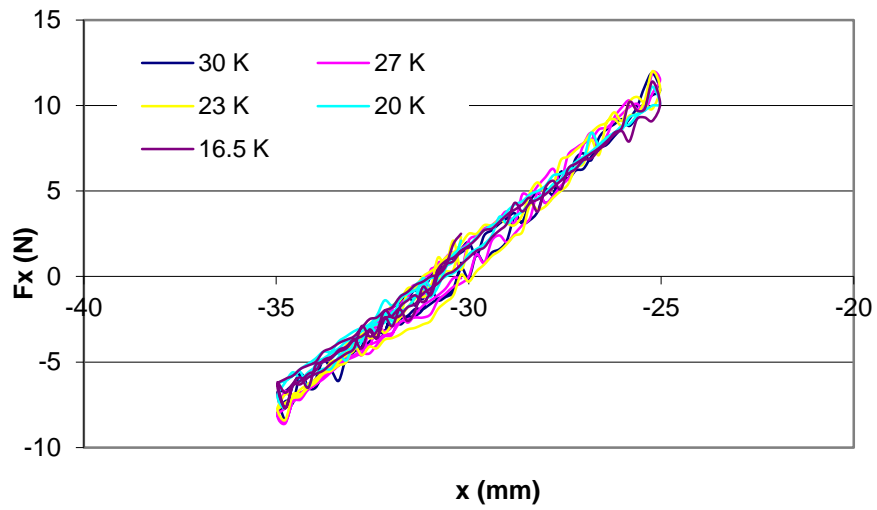


Figura 73.4 – Forza longitudinale, campione T45 e binario A1bis, condizioni field cooling, a diversi valori di temperatura, distanza 20 mm dal campione.

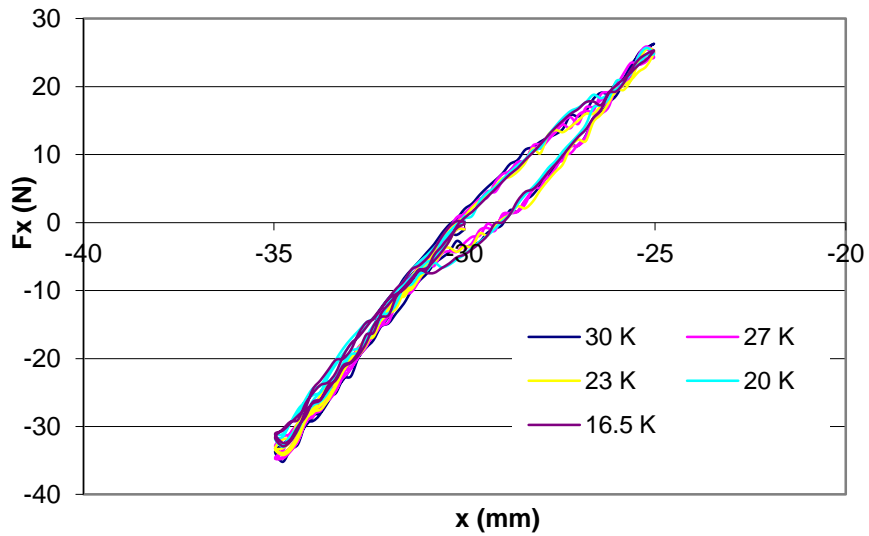


Figura 74.4 - Forza longitudinale, campione T45 e binario A1bis, condizioni field cooling, a diversi valori di temperatura, distanza 10 mm dal campione.

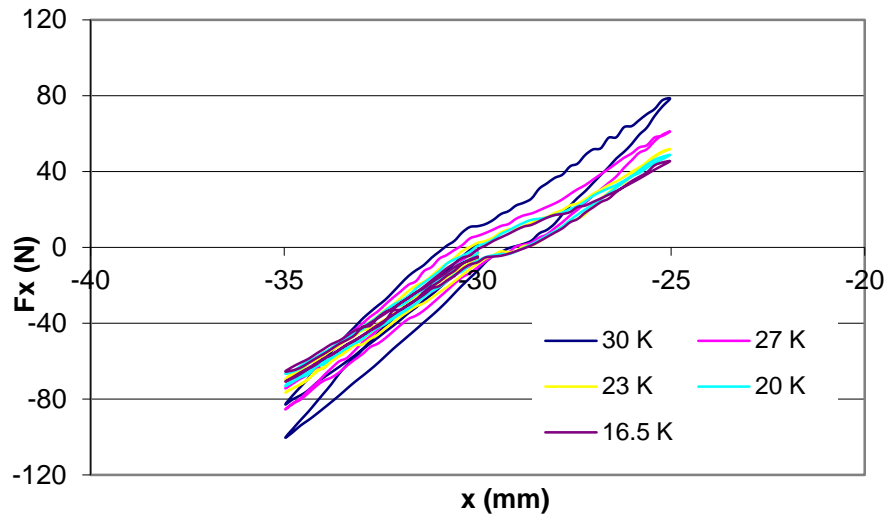


Figura 75.4 - Forza longitudinale, campione T45 e binario A1bis, condizioni field cooling, a diversi valori di temperatura, distanza 5 mm dal campione.

Ciò che si nota è che la forza F_x aumenta di intensità man mano che ci avviciniamo al campione, ma le curve al crescere della temperatura diventano via via meno sovrapponibili e risentono maggiormente di fenomeni di isteresi.

Riportiamo per utilità (vedi capitolo sul criopattino) la curva delle forze assiali e longitudinali ricavabili con distanza iniziale tra il campione e il magnete di 10 mm (vedi fig. 76.4 – 77.4).

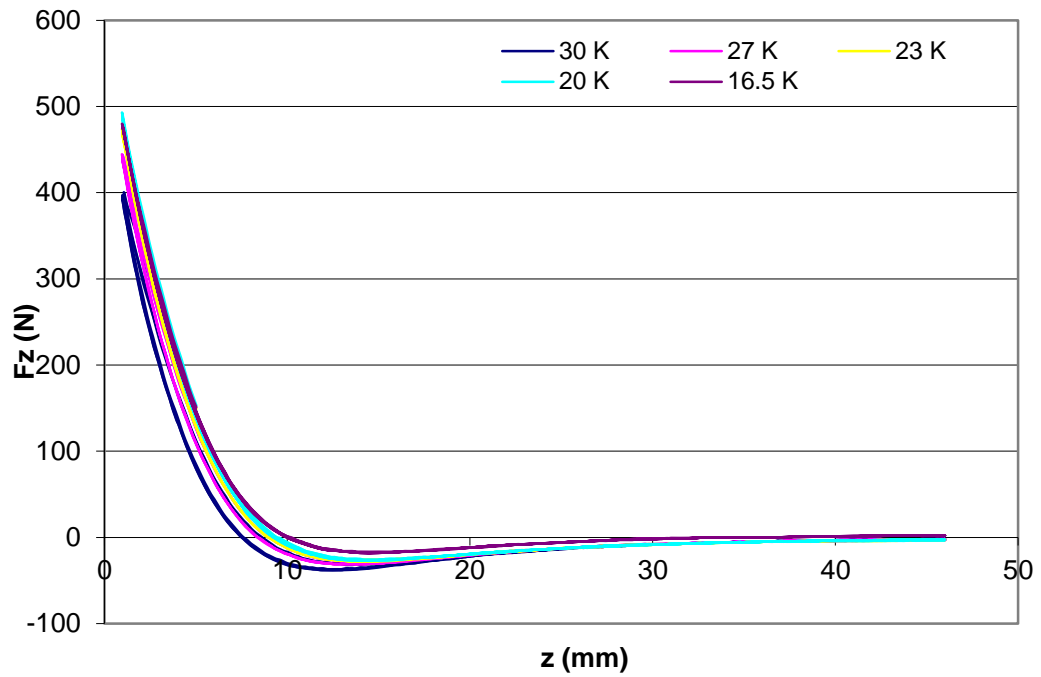


Figura 76.4 – Andamento della forza assiale in funzione della temperatura, campione T45 e binario A1 bis, condizioni field cooling, 10 mm dal campione.

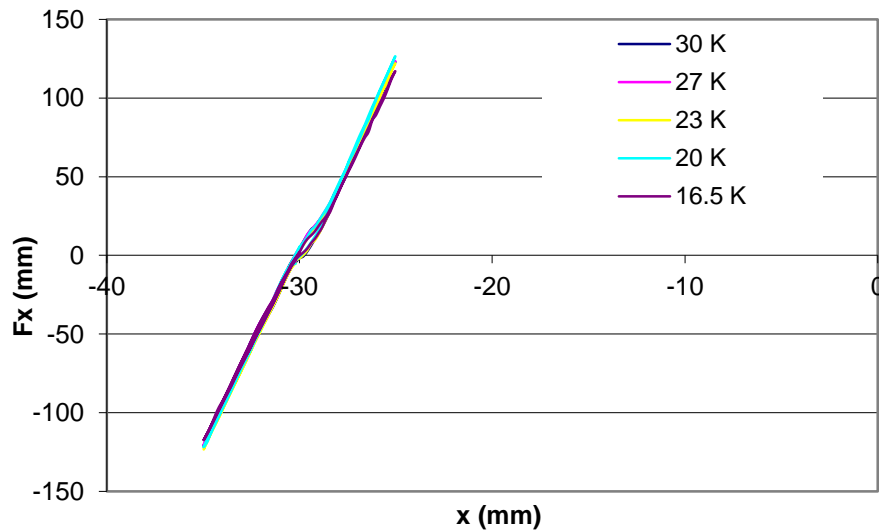


Figura 77.4 - Forza longitudinale, campione T45 e binario A1bis, condizioni field cooling, a diversi valori di temperatura, distanza 10 mm dal campione.

5

Progetto criopattino



Le prove sperimentali descritte nel capitolo precedente hanno permesso la valutazione delle performance superconduttive del MgB2 ottenuto con tecnologia Mg-RLI in diverse configurazioni e al variare dei principali parametri operativi.

Come ulteriore passo verso lo sviluppo di sistemi di levitazione in MgB2 di interesse applicativo si è eseguita la progettazione di un sistema levitante denominato "Criopattino", costituito da bulk in MgB2 e da una pista in magneti permanenti in NdFeB. Il sistema è provvisto di un innovativo sistema di raffreddamento all'azoto solido che consente di mantenere la temperatura adeguata per effettuare prove in condizioni field cooling.

Obiettivi di questo capitolo sono la descrizione di dettaglio del sistema di levitazione, nonché la validazione preliminare del sistema di raffreddamento utilizzato.

5.1 LAYOUT DEL CRIOPATTINO E DELLA PISTA MAGNETICA

Il criopattino è costituito da due dewar, ciascuno dotato di intercapedine per il vuoto. Nel dewar interna è posizionato il bulk di MgB_2 , sotto forma di 4 strisce di dimensioni $20 \times 7 \times 10 \text{ mm}^3$, fissate da dei separatori (vedi fig. 1.5).

Il sistema è raffreddato mediante azoto solido. L'azoto è inizialmente posto in forma liquida nel dewar interno, a contatto con il superconduttore. All'interno del dewar è posta una serpentina (di diametro 1 cm e lunghezza complessiva 135 cm), all'interno della quale avviene un flusso di elio gas che determina la solidificazione dell'azoto. Tale metodo di raffreddamento è caratterizzato da notevole semplicità. Il flusso di elio può essere interrotto con facilità. Una volta cessata l'alimentazione criogenica la temperatura dell'azoto può essere mantenuta al di sotto del valore critico del superconduttore (39 K) per un tempo sufficientemente lungo per effettuare le prove di levitazione.

Il raffreddamento del criopattino avverrà in presenza di campo (condizioni FC), ossia esso sarà posizionato, tramite l'utilizzo di alcuni tiranti, al di sopra di una pista magnetica, ed in quella sede sarà raffreddato mediante il sistema descritto. La distanza iniziale tra il superconduttore e la guida sarà di 10 mm.

Il dewar esterno garantisce il mantenimento del vuoto statico necessario per limitare gli ingressi termici; dal punto di vista meccanico è in grado di sostenere il peso caricato. La parte inferiore deve essere aerodinamica e amagnetica. Il dewar interno contiene il materiale superconduttore, il quale verrà

tenuto in posizione da 4 longaroni in titanio; all'interno sarà alloggiata la serpentina e dovrà limitare le perdite termiche per mantenere la temperatura sufficiente bassa. Il sistema è facilmente assemblabile; sono presenti tre soffietti per smorzare le vibrazioni dovute al processo di levitazione. La parte interna al pattino è in grado di accogliere circa 2,5 l di azoto, oltre al materiale superconduttore.

Al fine e per non influenzare l'interazione magnetica tra guida e superconduttore il guscio inferiore del dewar interno è in titanio (spessore 2 mm). L'uso del titanio comporta anche una riduzione di peso; il lato esterno è rivestito di un materiale ad alta riflettanza per limitare l'irraggiamento del calore dal dewar esterno. Il guscio superiore è invece realizzato in acciaio criogenico per motivi di riduzione dei costi. Anche il dewar più esterno è costituito da due materiali: la parte superiore di nuovo in acciaio inox criogenico, mentre quella inferiore è in Ergal (spessore 2.5 mm), una lega di alluminio 7075 con zinco e magnesio, che si contraddistingue per un'ottima resistenza meccanica e densità inferiore anche al titanio. Il guscio è anodizzato per ridurre le perdite in temperatura.

Sia l'Ergal sia il titanio sono materiali non magneti poiché devono consentire l'interazione della pista magnetica con il solo superconduttore; sono entrambi molto leggeri, ma la scelta di due materiali diversi per l'interno e l'esterno del pattino è dipendente dalle proprietà termiche: il titanio ha una conducibilità inferiore rispetto all'Ergal, ed è quindi stato inserito nella parte a contatto con l'azoto solido, in modo tale da isolarlo efficacemente. La scelta di realizzare entrambi i gusci superiori in acciaio inox comporta un aumento considerevole del peso del criopattino rispetto ad altri materiali, ma limita i costi.

Per quanto riguarda le connessioni con l'esterno sono stati previsti:

- 2 attacchi per l'alimentazione e la fuoriuscita dell'elio nella serpentina interna all'azoto;
- 2 attacchi per l'alimentazione e la fuoriuscita dell'azoto liquido;
- 1 valvola di sicurezza per sovrappressione;
- 4 ingressi per sensoristica wireless (temperatura, pressione, accelerazione);
- 1 connessione per il pompaggio del vuoto nella camera esterna.

Le dimensioni finali dell'oggetto realizzato da DG-Technology (Parma) sono: lunghezza 46 cm, larghezza 30 cm, altezza 21 cm.

Si riportano alcuni disegni in 3 dimensioni e immagini dell'oggetto finito (vedi figg. 1.5 – 8.5).

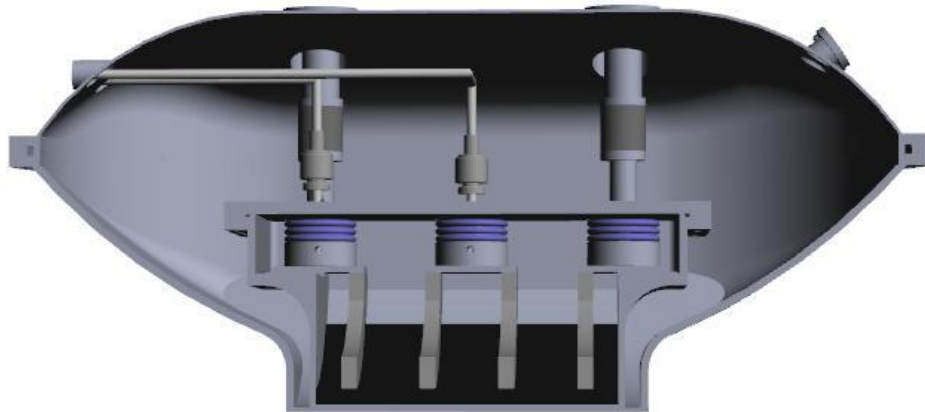


Figura 1.5 -Sezione longitudinale del criopattino.

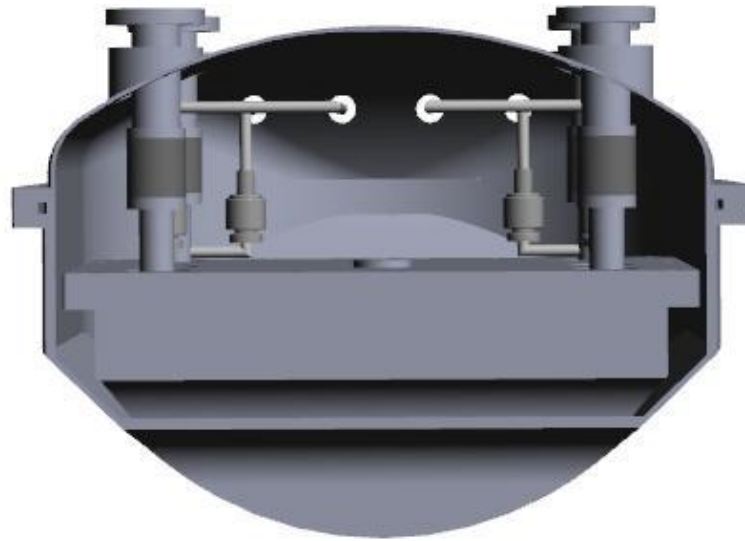


Figura 2.5 - Sezione della camera superiore del criopattino realizzata tramite solidworks. sono visibili le linee di trasferimento dei liquidi criogenici e di pompaggio.



Figura 3.5 - Vista laterale del criopattino.

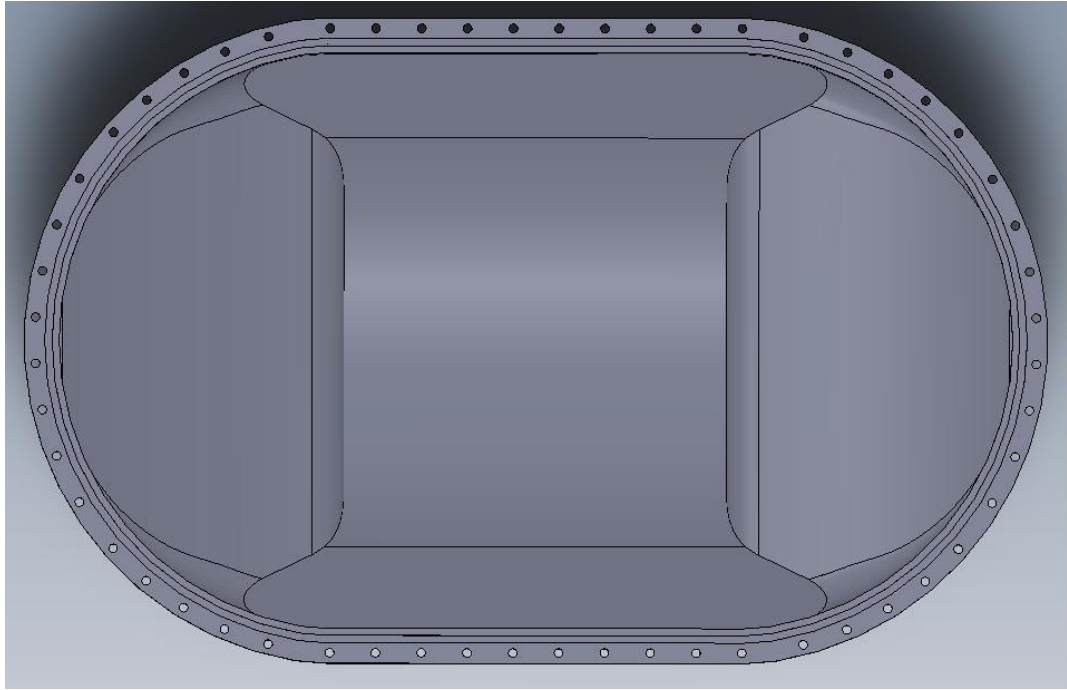


Figura 4.5 - Vista superiore della camera inferiore del criopattino.

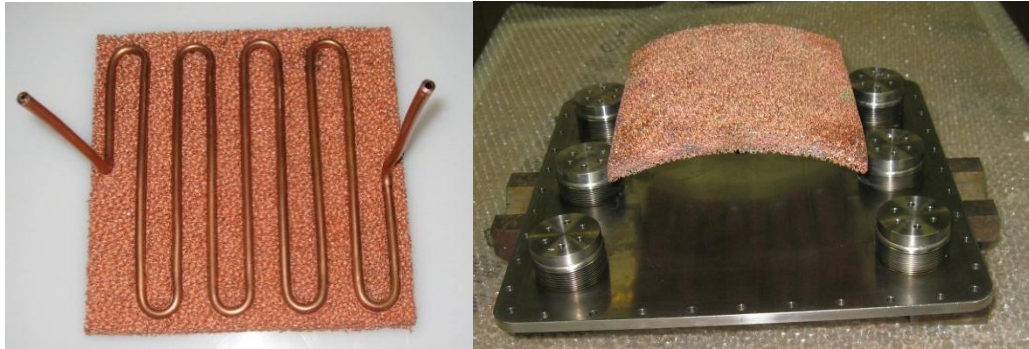


Figura 5.5 – Serpentina in rame inserita in una spugna in rame, libera e installata nel criopattino.



Figura 6.5 – Guscio in titanio, dewar interno.



Figura 7.5 – Criopattino completo.



Figura 8.5 – Criopattino con piattelo superiore per eventuali carichi.

La “pista” magnetica è stata progettata con la medesima concavità del criopattino, ed è costituita in sezione da 5 coppie di magneti permanenti in NdFeB sinterizzato (vedi fig. 9.5); il NdFeB è il magnete permanente con la massima densità di energia disponibile, che consente di ottenere un’elevata induzione residua (pari a circa 1,2 T).

La scelta di utilizzare una pista concava che complica notevolmente sia l’aspetto progettuale, ma soprattutto quello realizzativo, è legata dal fatto che il criopattino deve avere una forma aerodinamica e in più, tale da favorire il mantenimento di un alto livello di vuoto per limitare le perdite termiche.

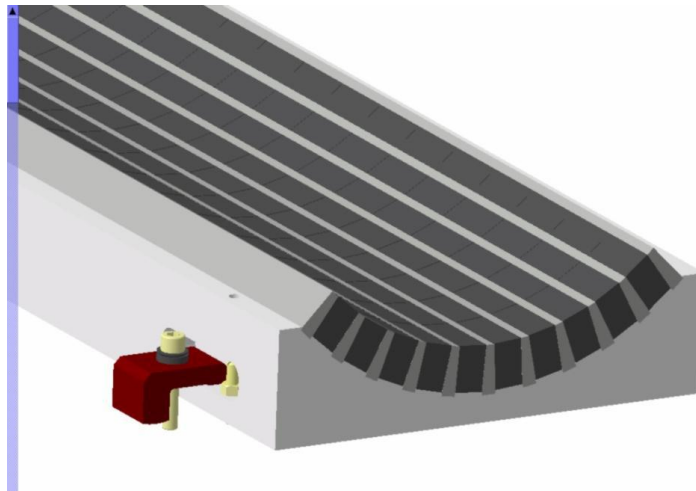


Figura 9.5 - Sezione della pista magnetica.

Ogni magnete che compone il binario ha una dimensione di $50 \times 30 \times 20$ mm³, e tra un magnete e l'altro è stato inserito un traferro, in modo tale da canalizzare il campo lungo una certa direzione specifica (ortogonale al pattino nella configurazione dell'esperimento, vedi fig. 10.5). I due magneti che compongono ogni coppia sono posizionati con la polarizzazione in senso opposto in modo da sommare l'effetto nel traferro centrale. Le misure di forze di levitazione tra una piastra e i diversi tipi di magneti permanenti (vedi cap. 4) hanno dimostrato che tale disposizione massimizza sia la stiffness assiale sia quella laterale.



Figura 10.5 – Coppie di magneti per pista.

5.2 STUDIO PRELIMINARE DI UN SISTEMA DI RAFFREDDAMENTO MEDIANTE AZOTO SOLIDO

Lo sviluppo delle tecnologie criogeniche gioca un ruolo fondamentale per la superconduzione, poiché la ricerca di un superconduttore ad “alta temperatura” è strettamente legata dai vantaggi che questo può comportare in termini economici per l’utilizzo della tecnologia dell’azoto rispetto a quella - molto più costosa - dell’elio o di altri liquidi criogenici.

5.1.1 CONSIDERAZIONI PRELIMINARI SUI LIQUIDI CRIOGENICI

La criogenia è una branca della fisica che si occupa dello studio, della produzione e dell'utilizzo di temperature molto basse e del comportamento dei materiali in queste condizioni. La temperatura "limite" tra lo stadio criogenico e quello di semplice refrigerazione non è univoca, ma è generalmente accettata la definizione fornita dagli studiosi del National Institute Of Standard Technology di Boulder [40], che hanno scelto di considerare il campo della criogenia quello che riguarda temperature sotto i $-180\text{ }^{\circ}\text{C}$ (ossia i 93.15 K). I tipici punti di ebollizione della maggior parte degli elementi che si trovano allo stato gassoso in condizioni di pressione e temperatura ambiente (He, H, Ne, N₂, O₂), si trovano infatti al di sotto dei $-180\text{ }^{\circ}\text{C}$ mentre alcuni refrigeranti comuni (come il freon) hanno punto di ebollizione sopra i 94 K.

Esistono sostanzialmente due metodologie per raffreddare i superconduttori: l'immersione del materiale in un liquido criogenico, oppure per conduzione mediante l'utilizzo di un cryocooler, che sfruttando cicli di compressione ed espansione di un gas (solitamente He) per refrigerare la superficie fredda messa a contatto con il corpo superconduttore da refrigerare. In tutti i casi il superconduttore è posto in una camera a vuoto in modo da ridurre gli ingressi termici dall'esterno.

I principali liquidi criogenici utilizzati sono l'elio e l'azoto liquido, presenti anche nella parte sperimentale di codesta trattazione.

L'elio è l'elemento presente in natura col più basso punto di ebollizione (4,2 K), il che lo rende il refrigerante ideale per molte applicazioni a temperatura molto bassa, come richiesto ad esempio per i magneti superconduttori che stanno alla base delle tecnologie NMR e MRI. L'elio è presente nell'atmosfera terrestre solo in piccole tracce (5 ppm = 0,0005 %), il che rende l'estrazione

dall'aria molto dispendiosa e antieconomica: per questo motivo l'elio viene ricavato esclusivamente da giacimenti di gas naturale, ricchi di elio, presenti sulla terra in pochi luoghi che presentano condizioni geologiche particolari (USA, Algeria, Qatar e Russia sono i maggiori estrattori). L'elio è trasferito in forma gassosa all'interno di speciali serbatoi container (TC), isolati e sottovuoto, grazie ai quali viene portato in stabilimenti che lo tratteranno e lo purificheranno secondo le applicazioni. L'elio fu liquefatto per la prima volta da Heike Kamerlingh Onnes nel 1908, il quale ottenne per questo motivo il premio Nobel nel 1913, ma il procedimento, a causa della bassissima temperatura cui si trova l'elemento in fase liquida, è piuttosto costoso. Il risultato è che questo materiale è estremamente caro, circa 6 €/l, anche se il suo utilizzo in campo medico lo rende facilmente reperibile.

L'azoto liquido, al contrario, è un sottoprodotto della produzione dell'ossigeno ed è ricavato dalla distillazione frazionata dell'aria, in quanto l'azoto sotto forma di gas è notoriamente molto comune in natura (comprende il 79% dell'atmosfera terrestre); il suo punto di ebollizione è fissato a 77,35 K (-195,80 °C) a pressione di 1 atm. L'azoto gassoso viene ridotto allo stato liquido, può in seguito essere trasportato in dewar; quando viene liberato, assorbe grandi quantità di calore per poter evaporare, risultando un buon refrigerante. La solidificazione dell'azoto avviene a 63,14 K, essendo un'opzione anch'esso per quanto riguarda la refrigerazione proposta nella tesi: sono state osservate sei fasi solide dell'azoto, denominate α , β , γ , δ , ϵ e θ ma solo le prime due esistono a pressioni inferiori a 3500 bar, con temperatura di transizione tra le due fasi alla pressione di 1 bar di 36.61 K. La fase α , quella che esiste a minor temperatura, ha un reticolo cubico a facce centrate (con parametro reticolare $a = 5.660 \text{ \AA}$), mentre la fase beta possiede un reticolo esagonale ($a = 4.036 \text{ \AA}$ e $c = 6.630 \text{ \AA}$); la fase

solida è però accompagnata da una struttura non compatta, definita “a batuffoli” (cotton wool) che può dare origine a problemi di contatto termico [41].

L’azoto liquido reperibile sul mercato ha un costo di circa 0.55 €/l.

Se fino ad alcuni anni fa nel progetto dei sistemi superconduttivi si doveva di solito ricorrere a soluzioni di tipo “cryogen-cooled”, utilizzando un bagno in liquido criogenico per il raffreddamento dei materiali, oggi la disponibilità di piccoli cryocooler in grado di assolvere questo compito sta determinando la sempre maggiore diffusione dei sistemi di tipo “cryogen-free”, nei quali si utilizza appunto un cryocooler per il raffreddamento dei materiali. I principali vantaggi dei sistemi “cryogen-free” stanno in una maggiore semplicità d’uso (non richiedendo le conoscenze tecniche specifiche necessarie alla manipolazione di liquidi criogenici), oltre che in una maggiore compattezza, flessibilità e facilità d’integrazione nell’impianto (sono in grado di funzionare ovunque sia disponibile una sorgente di potenza elettrica). Inoltre, la garanzia di un funzionamento autonomo per migliaia di ore senza bisogno di manutenzione determina un abbattimento dei costi di gestione e di funzionamento. Gli svantaggi sono in termini di peso, vibrazioni e ingombro che il sistema può creare, aspetti particolarmente cruciali che ne limitano l’utilizzo [42].

5.2.2 SISTEMA DI RAFFREDDAMENTO

Il sistema di raffreddamento pensato per il sistema criopattino deve garantire la completa indipendenza del sistema da fonti di alimentazione sia elettrica (no cryocooler) né di fluidi (elio gas o liquido).

La metodologia scelta è stata quella dell’azoto solido sulla base dei numerosi lavori svolti in ambito internazionale [43], [44]. Per poter verificare la

fattibilità di questo metodo di raffreddamento è stato messo a punto un sistema criogenico in grado di contenere azoto liquido raffreddabile tramite flusso di elio gas/liquido.

Lo schema del sistema di misura è presentato in figura 11.5.

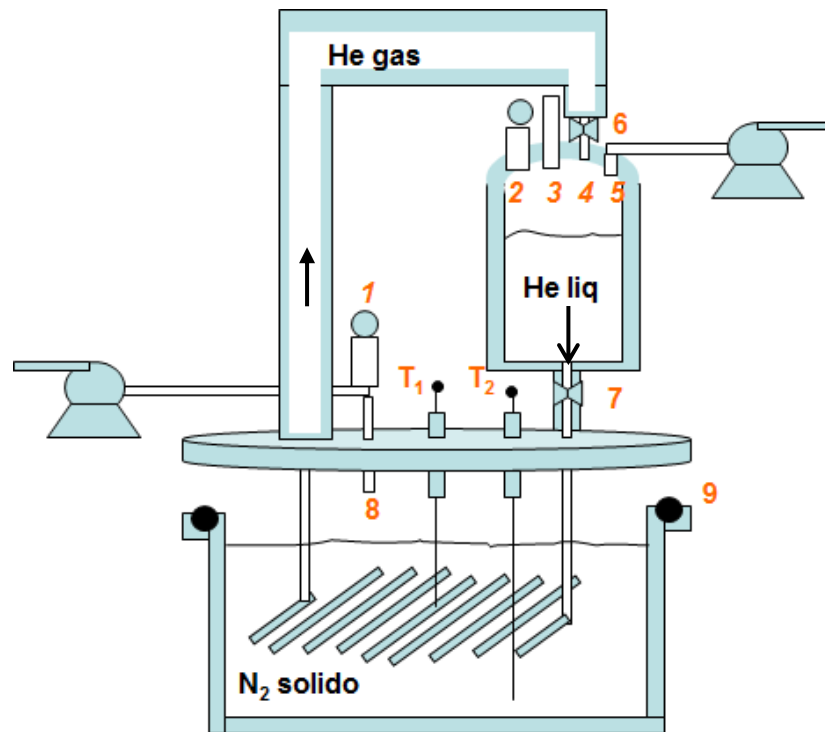


Figura 11.5 – Schema di misura per azoto solido.

Il sistema è costituito da due camere (non in scala nel disegno): in quella inferiore è contenuto l'azoto liquido che verrà raffreddato dal flusso di elio, contenuto sotto forma liquida nella camera superiore. Entrambi i dewar sono contornati da una camera esterna in cui viene fatto il vuoto e una serie di strati di materiale isolante (MLI) per il mantenimento della temperatura. All'interno della camera inferiore, collegata al dewar dell'elio e alla linea di recupero, è stata

saldata una serpentina in rame (diametro 10 mm), sulla quale sono stati installati due sensori di temperatura (diodi in silicio T1 e T2) per il monitoraggio della stessa in ingresso e in uscita. Il dewar dell'azoto è apribile per l'inserimento del liquido e richiudibile con 20 viti sul piattello superiore. Il vuoto iniziale e la pressione dovuta all'evaporazione del liquido, sono garantiti dalla tenuta (9). Sia il dewar dell'azoto, sia quello dell'elio sono dotati di valvole di sfiato per la garantire la sicurezza in caso di sovrappressione.

L'alimentazione per la ricarica dell'elio avviene tramite il punto 3, dove è installato un connettore per le linee di trasferimento, mentre l'elio recuperato viene trasferito tramite la linea con camera da vuoto numero 4. Questa linea è dotata di valvola per consentire l'eventuale sfiato dell'elio usato per il raffreddamento dell'azoto in aria.

Entrambi i dewar sono dotati di una valvola per il vuoto; in particolare per l'azoto liquido ciò serve per abbassare la temperatura dai 77.4 K del liquido ai 63 K sotto vuoto. Sopra la serpentina sono posti dei piattelli riflettenti le radiazioni, in modo tale da ridurre ulteriormente le perdite di calore per irraggiamento.

Prima dell'esecuzione delle prove è auspicabile fare il vuoto in tutte le camicie esterne (dewar e linea trasferimento); è sufficiente il raggiungimento di un vuoto da pompa rotativa (10^{-3} mbar) che verrà lasciato in modalità statica.

Il protocollo di prova prevede i seguenti passi:

- Trasferimento dell'azoto liquido nel dewar inferiore,
- Chiusura del dewar con relativo raffreddamento della serpentina,
- Depressurizzazione del bagno di azoto per raggiungimento dei 63K,
- Riempimento del dewar di elio liquido tramite transfer line,
- Alimentazione della serpentina presente nel bagno di azoto e riduzione della temperatura fino a circa 10 K,

- Chiusura dell'alimentazione dell'elio verso l'azoto,
- Misura del tempo di permanenza della temperatura dell'azoto solido al di sotto dei 30 K.

Il sistema di prova è stato realizzato dalla società DG-Technology (Parma) ed è mostrato nelle immagini seguenti (vedi figg. 12.5 – 13.5).



Figura 12.5 – Particolare camicia da vuoto dewar azoto.



Figura 13.5 – Apparato criogenico in assenza del dewar elio e azoto.

L'attività sperimentale di verifica della possibilità di utilizzare l'azoto solido per il raffreddamento di un bulk di MgB₂ per i tempi necessari per l'esecuzione delle prove, è stata svolta inizialmente indagando il raffreddamento di azoto liquido in un dewar, sfruttando unicamente la riduzione di pressione sul bagno, per portarlo alla temperatura di transizione liquido – solido [45].

La rilevazione di temperatura nel bagno avviene tramite diodi al silicio, uno dei quali posizionato sulla serpentina e uno direttamente all'interno del bagno.

La solidificazione dell'azoto è indotta quindi tramite l'utilizzo di una pompa rotativa, con rilevazione della pressione sul bagno: com'è possibile osservare nella figura sottostante, fin quando il sistema si trova a pressione elevata la temperatura stenta a decrescere. Questo dimostra come operare a

pressioni molto basse faciliti la velocità del raffreddamento (vedi fig. 14.5). Una volta ridotta la pressione, il sistema si porta rapidamente in una condizione di equilibrio, propria della transizione liquido-solido dell'azoto (63 K). Una volta spento il pompaggio la temperatura rimane costante per circa 45 minuti.

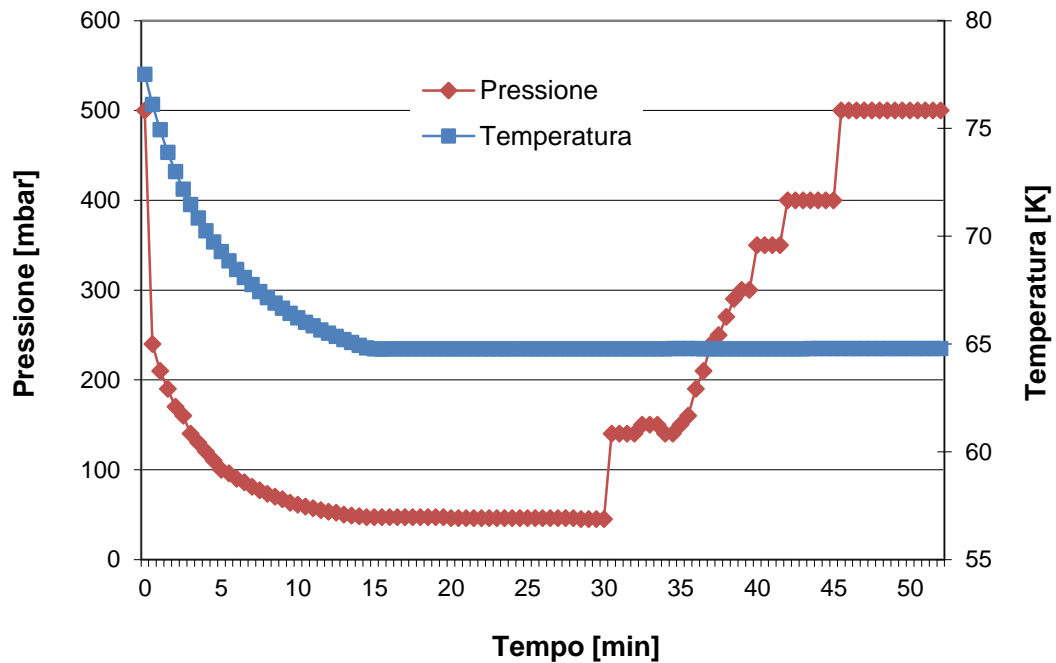


Figura 14.5 - Andamento di pressione (sinistra, in mbar) e temperatura (destra, in k) nella fase di solidificazione dell'azoto.

Sono stati condotti esperimenti di raffreddamento (con l'ausilio di tecnologie del basso vuoto) e successivo riscaldamento (naturale, in assenza di pompaggio), per stabilire in quanto tempo l'azoto contenuto all'interno del dewar si porti alla temperatura di equilibrio liquido – solido.

I risultati sono stati ottenuti utilizzando due diodi al silicio, posizionati rispettivamente sulla serpentina e all'interno del bagno, per verificare eventuali discrepanze di temperatura (vedi fig. 15.5).

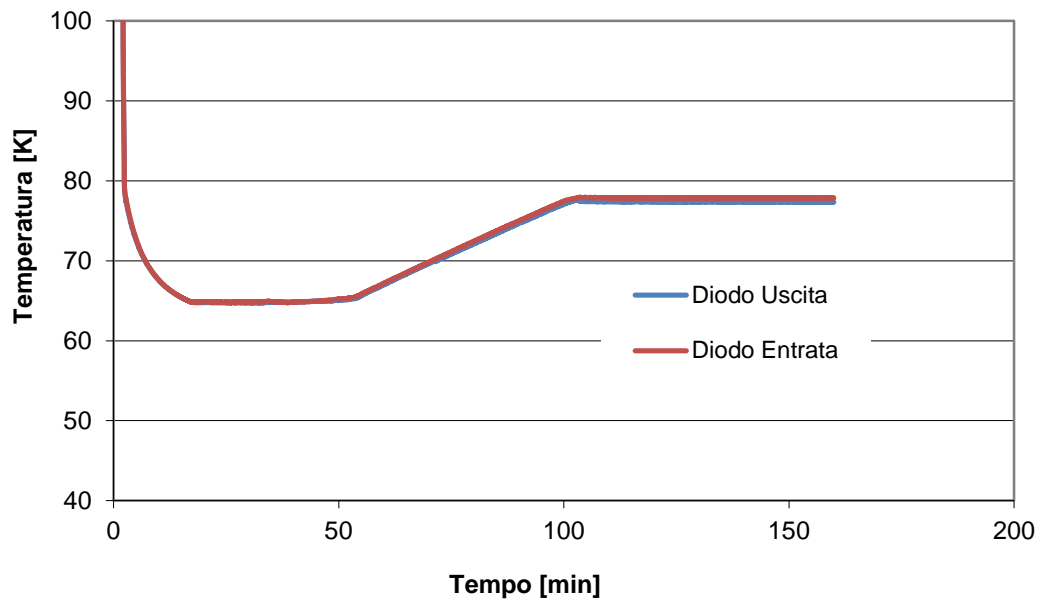


Figura 15.5 - Andamento della temperatura rilevata nel bagno e sulla serpentina.

I due andamenti di temperatura sono identici, a dimostrare che la temperatura nel bagno è pressoché uniforme; come sarà possibile verificare però, questo aspetto cambierà fortemente una volta utilizzato l'elio all'interno della serpentina.

E' necessario considerare, infatti, il comportamento dell'azoto, che non solidifica in una forma compatta, ma in una configurazione definita "a batuffoli" (cotton wool), con considerevoli problemi legati al contatto termico con la serpentina di rame e con il materiale superconduttore (vedi fig. 16.5).



Figura 16.5 - Struttura cotton wool dell'azoto solido.

Per contrastare questo effetto sono state eseguite successive prove con alcune varianti, come quella dell'utilizzo di diversi materiali in forma di chips immersi nel bagno come piombo, rame e zinco, allo scopo di migliorare la conducibilità dell'azoto solido (vedi fig. 17.5).

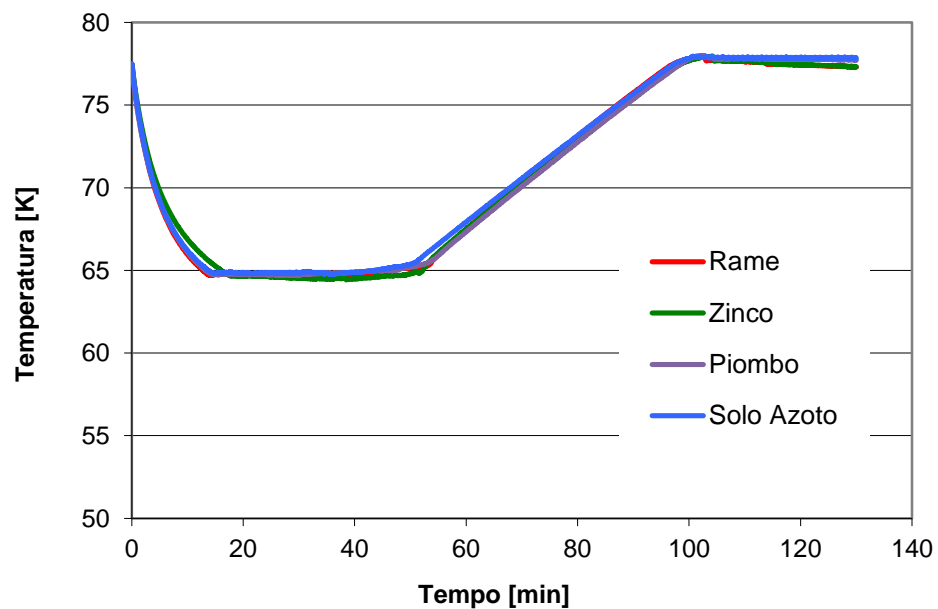


Figura 17.5 - Andamento della temperatura dell'azoto utilizzando diversi tipi di materiale immersi nel bagno.

La presenza di piccole scaglie di materiale conduttore, può infatti agire da massa termica, migliorando quindi il mantenimento del sistema in temperatura una volta rimossa la fonte di raffreddamento.

Dai risultati si evince che l'utilizzo di una solidificazione di tipo eterogeneo non giustifica gli svantaggi che la metodologia porta in termini di peso aggiuntivo al sistema.

Si è passato quindi all'analisi del trasferimento dell'elio, che presenta una serie di problemi termici considerevoli, specie perché la serpentina risulta troppo calda (si trova a temperatura ambiente) e la tenuta della ghiera posta all'ingresso della serpentina stessa non è ottimale.

E' necessario inizialmente realizzare il vuoto in tutte le parti del sistema che possono portare delle perdite termiche, come le cavie da vuoto che circondano il dewar dell'azoto, dell'elio e tutte le linee di comunicazione (linea di transfer dell'elio liquido, circuito di recupero dell'elio gas). Particolare attenzione deve essere posta per quanto riguarda la serpentina in cui flussa l'elio liquido all'interno dell'azoto; in essa si può intrappolare dell'aria in grado di creare un "tappo" al flusso di elio, impedendo il raffreddamento efficace del bagno e aumentando i consumi del liquido criogenico (vedi fig. 18.5). Il flusso di elio viene regolato facendo flussare nel dewar del liquido dell'elio gas, in modo da creare una leggera sovrappressione (< 0.5 bar).

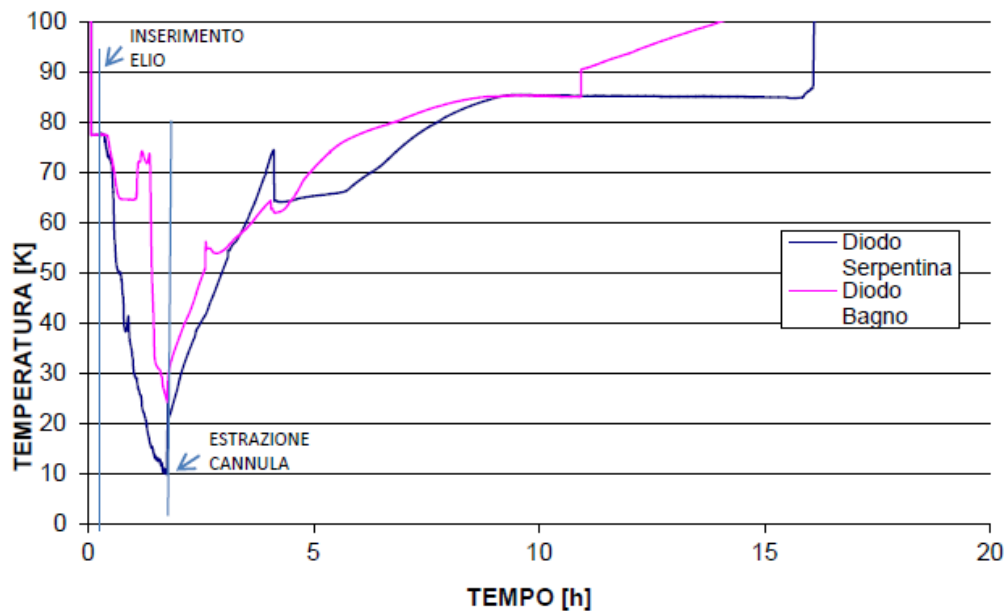


Figura 18.5 - Andamento della temperatura del sistema nel bagno e sulla serpentina, nel processo di trasferimento dell'elio.

Con le termocoppie attivate nella configurazione precedentemente descritta, il diodo sulla serpentina raggiunge la temperatura di circa 9 K. La temperatura registrata dalla termocoppia posizionata sulla serpentina è però molto diversa di quella all'interno del bagno, quindi è necessario parecchio tempo (e parecchio elio) per raffreddare anche il bagno, proprio a causa della scarsa conducibilità termica e della struttura dell'azoto. Il sistema si mantiene al di sotto la temperatura critica del MgB_2 (39 K) per circa 18 minuti. La parte più critica è quella concernente l'estrazione della cannula di trasferimento dell'elio, che fa aumentare istantaneamente la temperatura.

Per questo motivo sono state attuate delle modifiche al sistema, volte a migliorare in particolare le condizioni per il trasferimento, con l'utilizzo di connessioni a camera di vuoto per evitare perdite di calore che danneggiano l'efficienza del sistema.

La serpentina è stata modificata, aumentando la superficie di scambio mediante l'aggiunta di una spugna in rame tramite brasatura ed è stata posta ad una distanza minore dal fondo del dewar, in modo tale da poter utilizzare un quantitativo di azoto inferiore, riducendo anche la massa di liquido criogenico da raffreddare (e di conseguenza i tempi per il raffreddamento). Sono state poi aggiunte delle alette di trasferimento sui piattelli e break termici, così da diminuire ulteriormente le perdite termiche. I risultati sono mostrati nel seguente grafico (vedi fig. 19.5).

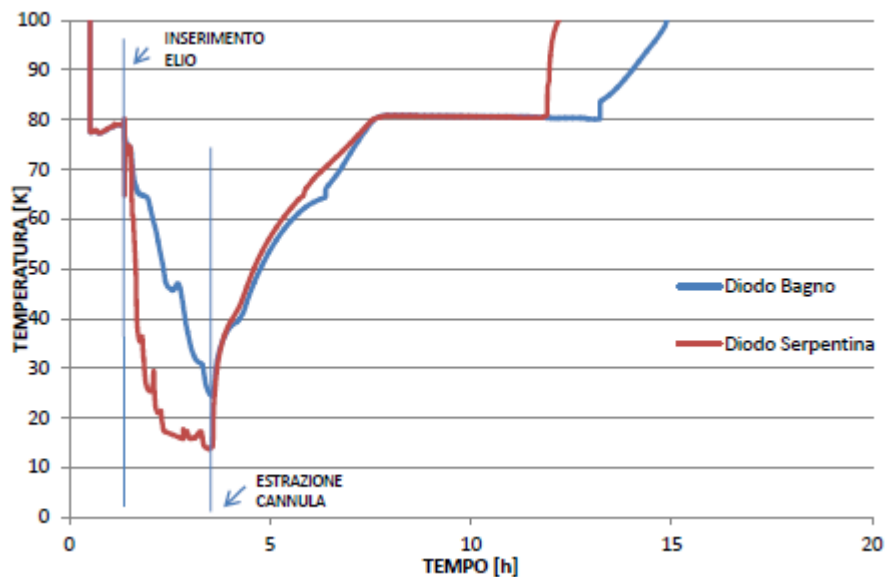


Figura 19.5 - Andamento della temperatura nel bagno e sulla serpentina con le modifiche attuate.

Si evidenzia che le modifiche alla serpentina hanno aumentato l'evaporazione dell'azoto, che in questo modo crea una sovrappressione sul bagno, col risultato di rendere problematico il pompaggio; per questo motivo ci si è affidati unicamente all'utilizzo dell'elio per il raffreddamento, senza procedere all'iniziale fase di depressurizzazione per il raggiungimento dei 63 K. Obiettivo

della nuova prova non era ottenere una temperatura inferiore, ma cercare di mantenere il sistema al di sotto della temperatura critica per un periodo superiore, target che è stato raggiunto, in quanto la temperatura del bagno resta inferiore ai 39 k per un periodo di 28 minuti, quasi raddoppiato rispetto all'analisi effettuata sul sistema non ancora modificato.

Conclusioni

L'attività condotta nell'ambito di questa tesi di Dottorato presso il centro Ricerca e Sviluppo di Edison Spa si è conclusa con il raggiungimento di numerosi obiettivi dal carattere spiccatamente innovativo.

La scelta di approfondire il tema della levitazione superconduttiva è legata al sempre maggior interesse della comunità internazionale verso i sistemi di accumulo dell'energia (flywheel) e del trasporto efficiente e veloce (Maglev). Questi due campi applicativi, uniti alla tecnologia di produzione sviluppata e brevettata da Edison si sono uniti in questa tesi di Dottorato dal "Sviluppo e caratterizzazione di bulk superconduttori in MgB_2 per sistemi di levitazione".

La tecnologia Mg-RLI, brevettata da Edison, ha dimostrato di essere estremamente flessibile e competitiva rispetto alle tecniche tradizionali; i manufatti in MgB_2 ottenibili hanno eccellenti prestazioni meccaniche, senza limiti sulle dimensioni, ed estrema flessibilità di forme. Questo materiale può essere considerato un valido competitor sia dei superconduttori tradizionali a bassa temperatura critica, sia degli ossidi ceramici HTS.

Il primo risultato ottenuto è stato la messa a punto di un sistema di misura per la determinazione delle forze di levitazione tra magneti permanenti e campioni superconduttivi, a temperatura variabile. Il sistema consente di misurare le forze che intervengono nell'interazione tra un superconduttore e un magnete permanente, in diverse configurazioni, che possono riprodurre condizioni simili a quelle reali.

È stata eseguita un'ampia attività di caratterizzazione sperimentale di bulk in MgB_2 con diversa geometria e della loro interazione con i PM in termini di forza di levitazione e stiffness. Uno studio approfondito è stato condotto su un disco, un cilindro e una piastra di MgB_2 ottenute con tecnologia Mg-RLI.

Le prestazioni rilevate sono superiori rispetto a quelle dei sistemi convenzionali e possono essere utilizzate per la realizzazioni di sistemi di scala reale ad alte prestazioni. Per simulare il comportamento del fenomeno della levitazione a livello macroscopico sono stati sviluppati modelli numerici, validati sulla base dei risultati sperimentali. Essi possono essere utilizzati per la progettazione e l'ottimizzazione di dispositivi di scala reale.

Tutto il lavoro di comprensione del fenomeno e di caratterizzazione di diversi campioni superconduttivi è stato la base per l'avvio del progetto di un dimostratore di dispositivo di levitazione su rotaia per applicazioni industriale e nei trasporti: Progetto Criopattino. Per tale sistema è stato concepito un impianto di raffreddamento innovativo basato sull'uso di azoto solido. La realizzazione del criopattino e del corrispondente binario in magneti permanenti consentirà di valutare l'applicabilità del MgB_2 ottenuto con tecnologia Mg-RLI in dispositivi superconduttivi reali basati sulla levitazione magnetica.

Bibliografia

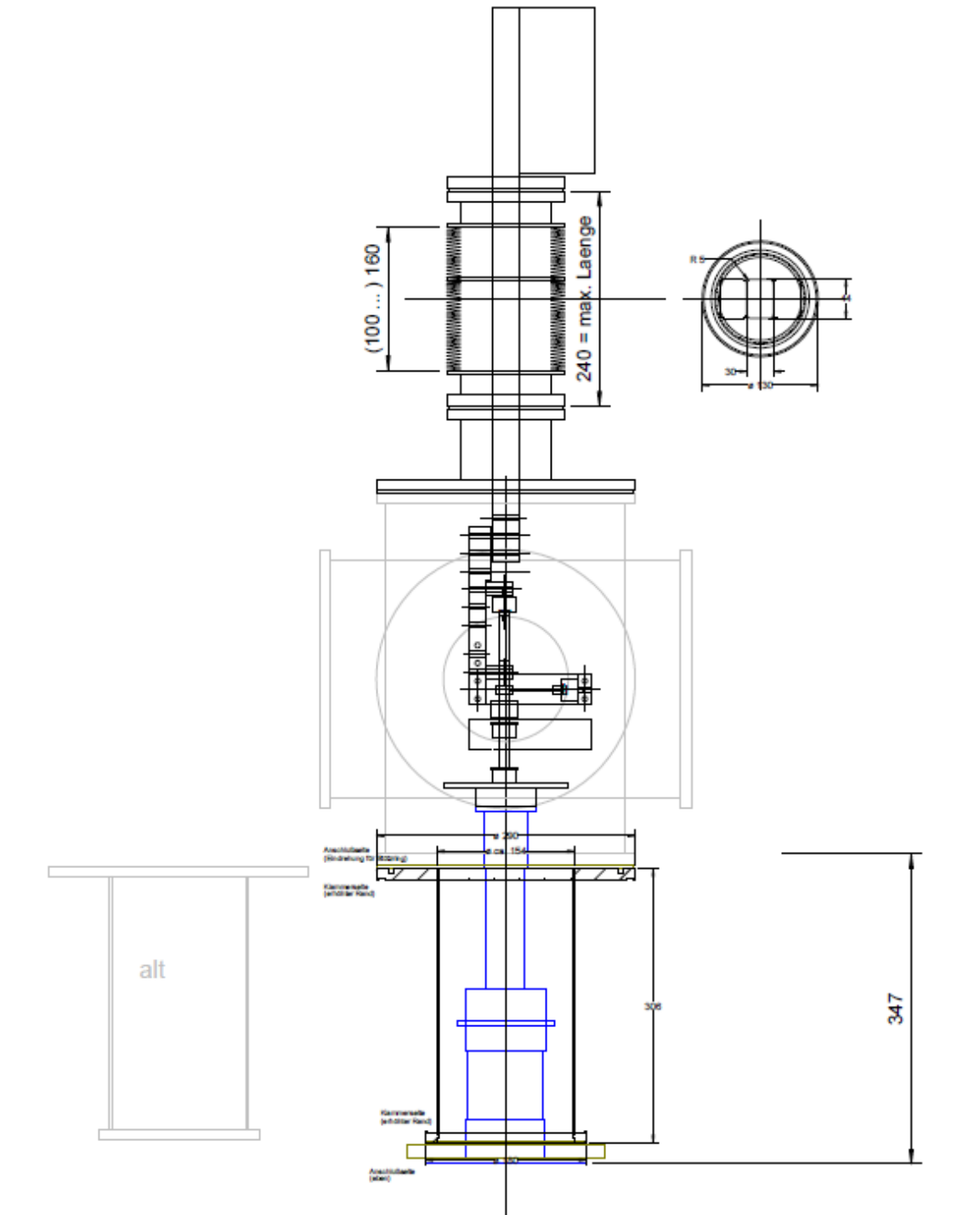
- [1] J.G. Bednorz e K.A. Müller, Z. Phys. B 64, 189, 1986
- [2] A.C. Rose-Innes and E.H. Rhoderick, *Introduction to Superconductivity*, 1978, Pergamon Press.
- [3] M. Tinkham, *Introduction to Superconductivity*, ed. McGraw-Hill.
- [4] Nagamatsu et al. Nature 410, 63 (2001)
- [5] Z.K. Liu, D.G. Schlom, Q. Li, Applied Physics Letters, Volume 78, Issue 23, id. 3678 (2001)
- [6] S. Bohnenstiehl et al., IEEE Transactions on Applied Superconductivity, Vol. 17, No. 2 (2007)
- [7] P. C. Canfield, S. L. Bud'ko, D. K. Finnemore et al., Physica C: Superconductivity, Volume 385, Issues 1-2, Pages 1-7 (2003)
- [8] V. N. Narozhnyi et. Al., Journal of Superconductivity: Incorporating Novel Magnetism, Vol. 15, No. 6 (2002)
- [9] T. A. Prikhna et al., Journal of Physics, Conference Series 43, 496-499 (2006)
- [10] C. Buzea, T. Yamashita, Supercond. Sci. Technol. 14, R115–R146 (2001)
- [11] G. Giunchi et al., International Journal of Modern Physics B, Vol. 17, Nos. 4, 5 & 6, 453-460 (2003)
- [12] G. Giunchi et al., Advances in Science and Technology, Vol. 47, pp. 7-16 (2006)
- [13] “Metodo per la preparazione di corpi massivi superconduttivi di MgB₂, altamente densificati, relativi manufatti e loro uso” Brevetto Europeo EP

- 1390992 (2001)
- [14] Giovanni Giunchi, Giovanni Ripamonti, Elena Perini, Stefano Ginocchio, Enrico Bassani and Tommaso Cavallin “Highly densified MgB₂ bulks by reactive Mg liquid infiltration”. *Advances in Science and Technology* Vol. 47 (2006) pp. 7-16
- [15] G. Giunchi, L. Malpezzi et al., *Solid State Sciences*, Vol. 10, 1202-1208 (2006)
- [16] G.Giunchi et al., *Physica C* 433, 182 (2006)
- [17] G. Giunchi, S. Ginocchio, S. Raineri, D. Botta, R. Gerbaldo, B. Minetti, R. Quarantiello, and A. Matrone “High Density MgB₂ Bulk Materials of Different Grains Size: Supercurrents Instability and Losses in Variable Magnetic Fields” *IEEE TRANS. ON APPLIED SUPERCONDUCTIVITY*, 15, 3230-3233 (2005)
- [18] Akiyasu Yamamoto, Jun-ichi Shimoyama, Shinya Ueda, Isao Iwayama, Yukari Katsura, Shigeru Horii and Kohji Kishio “Strong Relationship between Irreversibility Field and Crystallinity Discovered in Undoped and Carbon Substituted MgB₂ Bulks” *Journal of Physics: Conference Series* 43 (2006) 111–114 37/45
- [19] S. X. Dou, S. Soltanian, X. L. Wang, P. Munroe, S. H. Zhou, M. Ionescu, H. K. Liu, and M. Tomsic, *Applied Physics Letter* 81, 3419 (2002)
- [20] T. Masui, S. Lee, A. Yamamoto, H. Uchiyama, S. Tajima “Carbon-substitution effect on superconducting properties in MgB₂ single crystals” *Physica C* 412–414 (2004) 303–306
- [21] J. Wang, Y. Bugoslavsky, A. Berenov, L. Cowey, A. D. Caplin, L. F. Cohen, J. L. MacManus Driscoll, L. D. Cooley, X. Song, and D. C. Larbalestier, *Appl. Phys. Lett.* 81 (2002) 2026
- [22] M Strasik et al., *Supercond. Sci. Technol.* 23 (2010) 034021 (5pp)

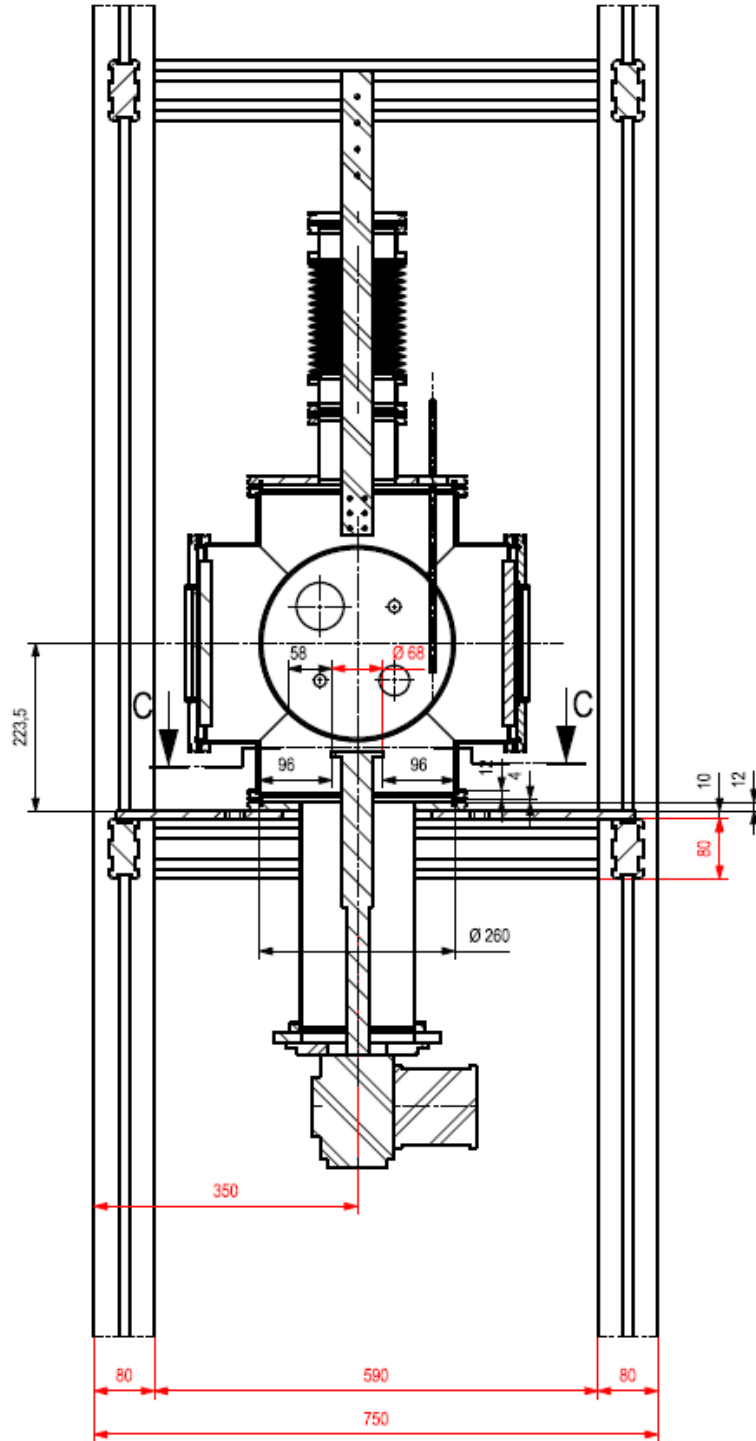
- [23] J R Hull 2000 Supercond. Sci. Technol. 13 R1
- [24] F N Werfel et al., Supercond. Sci. Technol. 25 (2012) 014007 (16pp)
- [25] Y. Arai et al., Physica C 2013, dx.doi.org/10.1016/j.physc.2013.04.039
- [26] F N Werfel et al., Applied Superconductivity, IEEE Transactions on , vol.20, no.4, pp.2272,2275, Aug. 2010
- [27] N. Koshizuka et al., PASREG'10 Workshop, Washington DC, July 29, 2010
- [28] A. Morandi et al., Applied Superconductivity, IEEE Transactions on , vol.21, no.3, pp.1460,1463, June 2011
- [29] Stephan R M et al 2012 IEEE Veh. Tech. Mag. 7 122
- [30] Wang J S et al 2002 Physica C 378–381 809
- [31] www.supratrans.de
- [32] Wang J S and Wang S Y 2012 High Temperature Superconductive Maglev Vehicle (Beijing: Beijing University Press)
- [33] Riise, T. H. Johansen, H. Bratsberg and Z. J. Yang, “Logarithmic relaxation in the levitation force in a magnet-high TC superconductor system”, Appt. Phys. Lett., Vol. 60, No. 18, 4 May 1992, pp. 2294-2296
- [34] G. Giunchi, Advances in Cryogenic Engineering Transaction of ICMC, Vol 52 (2006) pp. 813-819.
- [35] G. Giunchi, L.Saglietti, G. Ripamonti, A. Figini Albisetti, E.Bassani, E.Perini Superconducting Joints between MgB₂ wires and bulks IEEE Trans.on Appl. SupercondVol 20(3), 2010, 1524-1527
- [36] H. Igarashi, T. Honma and A. Kost, “Inverce inference og magnetization distribution in cylindrical permanent magnets”, IEEE Transactions on Magnetics, Vol. 369, N. 4, 2000.
- [37] Massimo Fabbri, “Magnetic Flux Density and Vector Potential of Uniform Polyhedral Sources”, IEEE Transactions on Magnetics, Vol. 44, N. 1, January 2008

- [38] E. Perini, G. Giunchi, M. Geri and A. Morandi, "Experimental and Numerical Investigation of the Levitation Force between Bulk Permanent Magnet and MgB₂ Disk". IEEE Trans. on Appl. Superconductivity Vol 19(3), 2009, 2124-2128
- [39] A. Morandi, E. Perini, G. Giunchi and M. Fabbri, "Numerical analysis and experimental measurements of magnetic bearings based on MgB₂ hollow cylinders"
- [40] M. Murakami, T. Oyama, H. Fujimoto, S. Gotoh e K. Yamaguchi, «Melt processing of bulk high T_c superconductors and their application,» IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETIC, vol. 27, n. 2, 1991.
- [41] A. Vajpayee, «Superconductive properties of MgB₂,» Supercond. Sci. Technol, 2011.
- [42] M. Kobayashi e Y. Ishikawa, «Surface Magnetic Charge Distributions and Demagnetizing Factors of Circular Cylinder,» IEEE Trans. Magn, vol. 28, pp. 1810-1814, 1992
- [43] Benjamin J. Haid, Haigun Lee, Yukikazu Iwasa, Sang-Soo Oh, Young-Kil Kwon, Kang-Sik Ryu, "A "permanent" high-temperature superconducting magnet operated in thermal communication with a mass of solid nitrogen", Cryogenics 42 (2002) 229–244
- [44] Akira Sugawara, Hisashi Isogami, Benjamin J. Haid, Yukikazu Iwasa, "Beneficial effect of solid nitrogen on a BSCCO-2223/Ag composite tape subjected to local heating" Physica C 372–376 (2002) 1443–1446
- [45] E. Altshuler e T. H. Johansen, «Vortex Avalanches with robust statistics observed in superconductors,» Rev. Mod. Phys., vol. 76, p. 471, 2004.

Annex i – Disegni tecnici sistema di levitazione



Vista in sezione del sistema di levitazione



Disegno tecnico portacampioni in rame OFHC.

