

**P. DI LAZZARO, D. MURRA, S. BOLLANTI
F. FLORA, L. MEZI**

Divisione Fisica della Fusione
Laboratorio Sorgenti, Antenne e Diagnostica
Centro Ricerche Frascati, Roma

B. ALPAT

INFN, Sezione di Perugia

T. KAPLANOĞLU

MAPRad Srl, Via Cristoforo Colombo, 19
06127 Perugia (Italia)

**TEST DI SUBSTRATI PER TELESCOPI SPAZIALI:
irraggiamenti nell'ultravioletto di film poliimmide
in aria, vuoto e atmosfera controllata**

RT/2017/9/ENEA



AGENZIA NAZIONALE PER LE NUOVE TECNOLOGIE,
L'ENERGIA E LO SVILUPPO ECONOMICO SOSTENIBILE

P. DI LAZZARO, D. MURRA, S. BOLLANTI
F. FLORA, L. MEZI

Divisione Fisica della Fusione
Laboratorio Sorgenti, Antenne e Diagnostica
Centro Ricerche Frascati, Roma

B. ALPAT

INFN, Sezione di Perugia

T. KAPLANOĞLU

MAPRad Srl, Via Cristoforo Colombo, 19
06127 Perugia (Italia)

**TEST DI SUBSTRATI PER TELESCOPI SPAZIALI:
irraggiamenti nell'ultravioletto di film poliimmide
in aria, vuoto e atmosfera controllata**

RT/2017/9/ENEA



AGENZIA NAZIONALE PER LE NUOVE TECNOLOGIE,
L'ENERGIA E LO SVILUPPO ECONOMICO SOSTENIBILE

I rapporti tecnici sono scaricabili in formato pdf dal sito web ENEA alla pagina <http://www.enea.it/it/produzione-scientifica/rapporti-tecnici>

I contenuti tecnico-scientifici dei rapporti tecnici dell'ENEA rispecchiano l'opinione degli autori e non necessariamente quella dell'Agenzia

The technical and scientific contents of these reports express the opinion of the authors but not necessarily the opinion of ENEA.

TEST DI SUBSTRATI PER TELESCOPI SPAZIALI: IRRAGGIAMENTI NELL'ULTRAVIOLETTO DI FILM POLIIMMIDE IN ARIA, VUOTO E ATMOSFERA CONTROLLATA

P. Di Lazzaro, D. Murra, S. Bollanti, F. Flora, L. Mezi, T. Kaplanoğlu, B. Alpat

Riassunto

Presentiamo le tematiche scientifiche e tecnologiche affrontate durante l'irraggiamento di film poliimide nano-ibridi con una dose di radiazione ultravioletta (UV) pari a 3.000 ore equivalenti di irraggiamento solare fuori dall'atmosfera terrestre, nell'ambito di un test per selezionare il materiale più adatto all'uso come substrato dei *second surface mirrors* nei telescopi spaziali. In particolare, discutiamo i dettagli relativi al calcolo della dose UV solare, alla taratura dei rivelatori, alla distribuzione spaziale dell'emissione UV della sorgente, all'effetto di 'guida d'onda' della camera da vuoto, alla dissipazione del calore in aria, in vuoto e in atmosfera controllata, al controllo remoto continuo (24 ore al giorno) sia della temperatura dei campioni, sia della radiazione della lampada.

Parole chiave: Ultravioletto; Rivelatori; Distribuzione spaziale radiazione; Dissipazione calore; Dose.

Abstract

In the frame of a Project aiming at selecting substrates for second surface mirrors of space-telescopes, we present the scientific and technological issues addressed during irradiations of nano-hybrid polyimide films deposited on quartz with a ultraviolet (UV) dose of 3,000 space-equivalent Sun hours. In particular, we detail the calculation of the UV dose delivered by Sun, the calibration of the detectors, the spatial distribution of the UV radiation on samples, the remote control 24/24, 7/7 of both samples' temperature and lamp radiation, the 'equivalent waveguide' effect of the vacuum chamber, the heat dissipation in air, in vacuum and in a helium atmosphere.

Keywords: Ultraviolet; Detectors; Spatial distribution of radiation; Heat dissipation; Dose.

INDICE

Introduzione	7
1. Calcolo della dose UV solare	8
2. Apparato sperimentale	8
3. Irraggiamenti in aria	10
4. Irraggiamenti in vuoto	17
5. Irraggiamenti in atmosfera controllata	19
6. Riassunto, proposte e conclusioni	26
Appendice	29
Referenze bibliografiche, indirizzi web e note	33

TEST PER SUBSTRATI DI TELESCOPI SPAZIALI: IRRAGGIAMENTI NELL'ULTRAVIOLETTO DI FILM POLIIMMIDE IN ARIA, VUOTO E ATMOSFERA CONTROLLATA

INTRODUZIONE

Il progetto *Nano Hybrid Transparent Materials* si propone di realizzare materiali poliidmide nano-ibridi trasparenti (cioè a bassa assorbanza di luce solare) adatti all'uso come substrati per i *second surface mirrors* nei telescopi spaziali [1] ovvero specchi in cui l'elemento riflettente è posto dietro il substrato trasparente che agisce da schermo protettivo dello stesso elemento riflettente. Di conseguenza, i substrati devono conservare la loro trasparenza quando esposti al vento solare e alla radiazione ultravioletta (UV).

In questo ambito, MAPRad Srl [2] ha chiesto al Laboratorio Eccimeri (FSN-FUSPHY SAD) del Centro ENEA di Frascati di irraggiare alcuni prototipi di film poliidmide nano-ibridi con radiazione ultravioletta compresa tra 200 nm e 400 nm per verificare la resistenza meccanica e la trasparenza dei film dopo un irraggiamento che simula 3.000 ore di esposizione all'UV solare fuori dall'atmosfera terrestre. In questa fase, il committente desidera monitorare solo gli effetti della radiazione UV e non quelli termici: per questo motivo, la temperatura dei campioni non deve superare i 40 °C.

A dispetto dell'apparente semplicità della richiesta, per soddisfare le condizioni a contorno abbiamo dovuto affrontare problematiche scientifiche e tecnologiche non banali. Pertanto, riteniamo utile presentare in questo Rapporto gli ostacoli incontrati e le soluzioni adottate, che potrebbero essere utili per una classe più generale di esperimenti. Discuteremo i dettagli relativi al calcolo della dose UV solare, alla taratura dei rivelatori, alla distribuzione spaziale dell'emissione UV della sorgente, al controllo remoto della temperatura dei campioni e della radiazione emessa dalla lampada, all'effetto di 'guida d'onda' della camera da vuoto, alla dissipazione del calore in vuoto e in atmosfera controllata. Un paragrafo finale è dedicato alle modifiche dell'apparato sperimentale che potrebbero migliorare l'accuratezza dei risultati.

1. CALCOLO DELLA DOSE UV SOLARE

Per calcolare la dose corrispondente a 3.000 ore equivalenti di irraggiamento solare (*equivalent Sun hours, esh*) fuori dall'atmosfera terrestre, nello spettro tra 200 nm e 400 nm, usiamo i valori di intensità dell'irraggiamento solare in funzione della lunghezza d'onda riportati nella figura 1.

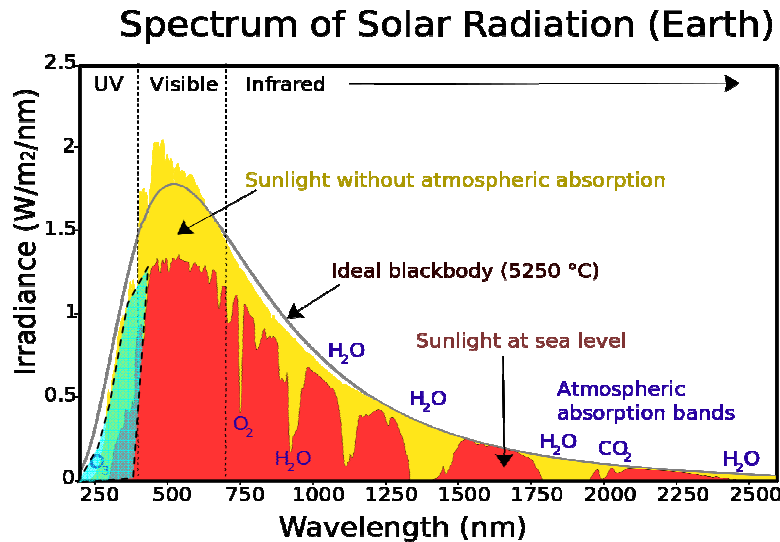


Figura 1. Spettro assoluto della radiazione emessa dal Sole sia all'esterno dell'atmosfera terrestre, sia a livello del mare. Tratto da [3]. L'area della zona tratteggiata è pari all'irraggiamento solare in W/m^2 per lunghezze d'onda comprese tra 200 nm e 400 nm fuori dall'atmosfera terrestre.

L'area della zona azzurro-verde corrisponde all'irraggiamento solare fuori dall'atmosfera tra 200 nm e 400 nm, ed è pari a $103 W/m^2 = 10,3 mW/cm^2$. Quindi, la dose (energia per unità di superficie) corrispondente a 3.000 esh tra 200 nm e 400 nm fuori dall'atmosfera terrestre è pari a

$$(10,3 \cdot 10^{-3}) W/cm^2 \times (3 \cdot 10^3 \times 3.600) s = 111.240 J/cm^2, \quad (1)$$

e si tratta di una dose assai elevata. Per valutare il tempo necessario a raggiungere in laboratorio la dose data dall'equazione (1) è necessario misurare l'intensità della radiazione emessa dalla sorgente di radiazione UV tra 200 nm e 400 nm che incide sui campioni. Questa intensità, oltre che dalle caratteristiche della sorgente, dipende dalla distanza tra sorgente e campioni, che può variare a seconda si tratti di irraggiamenti in aria, in vuoto o in atmosfera controllata, come descritto nei prossimi paragrafi.

2. APPARATO SPERIMENTALE

2.1 Sorgente di radiazione UV

Una sorgente di radiazione policromatica (tipicamente, una lampada) in grado di emulare lo spettro solare tra 200 nm e 400 nm non esiste. E' necessario trovare un compromesso tra spettro di emissione della lampada, fattore di accelerazione (cioè quante volte la densità di potenza della radiazione UV emessa dalla lampada eccede quella del Sole, e quindi quanto si accorcia la durata dell'esposizione rispetto alle 3.000 esh), area da irraggiare (data dal numero e dalla dimensione dei campioni da irraggiare contemporaneamente) e condizioni di irraggiamento.

La sorgente di radiazione UV scelta è una lampada a vapori di mercurio a media pressione, da 500 W elettrici, prodotta da Helios Italquartz Srl [4]. Questa lampada consiste di un bulbo posto in prossimità del fuoco di un riflettore parabolico di alluminio (figura 2), di una sottile finestra di quarzo a protezione del bulbo e dell'alimentatore elettrico.

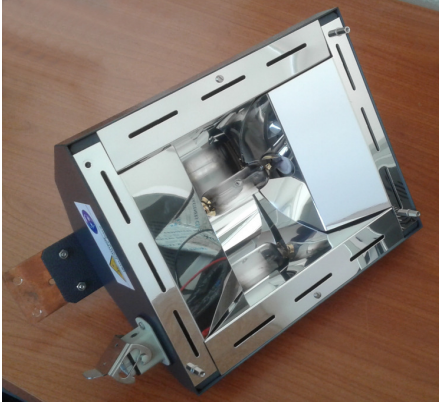


Figura 2. Testa della lampada Helios Quartz modello Polimer [4]. Al centro è visibile il bulbo e il riflettore parabolico.

Helios Quartz non fornisce lo spettro assoluto di emissione della lampada, ma solo lo spettro relativo, che riportiamo nella figura 3. Dobbiamo quindi misurare l'intensità della radiazione emessa tra 200 nm e 400 nm ed effettuare i calcoli di normalizzazione tenendo conto della risposta spettrale del rivelatore e della trasmissione spettrale dei filtri usati per eliminare la radiazione visibile emessa dalla lampada.

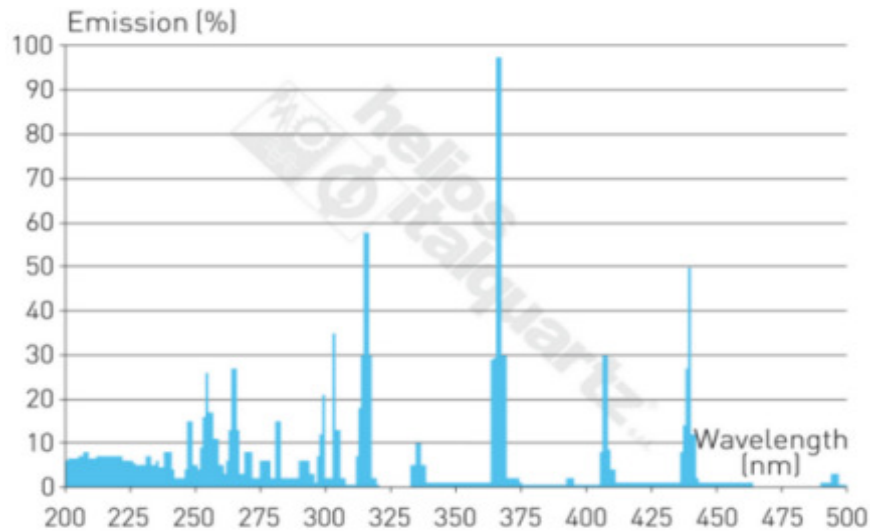


Figura 3. Spettro di emissione relativo della lampada Heliosquartz mod. Polimer. In ordinata, unità arbitrarie normalizzate alla riga più intensa. In ascissa, lunghezza d'onda in nm. Tratto da [4].

2.2 Rivelatori di radiazione UV

Per motivi di praticità abbiamo scelto un fotodiodo Thorlabs mod. DET2-SI [5] già usato in passato per misurare la durata temporale degli impulsi laser eccimeri XeCl (308 nm). La figura 4 mostra la risposta spettrale del fotodiodo in termini di corrente erogata per unità di potenza radiativa incidente.

Per misurare l'intensità della radiazione emessa nel solo intervallo spettrale di interesse abbiamo posto di fronte al

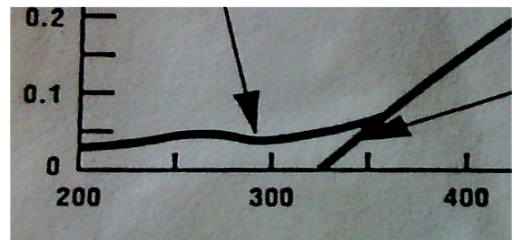


Figura 4. Sensibilità radiante (mA/W) del fotodiodo Thorlabs DET2-SI versus la lunghezza d'onda della radiazione (nm).

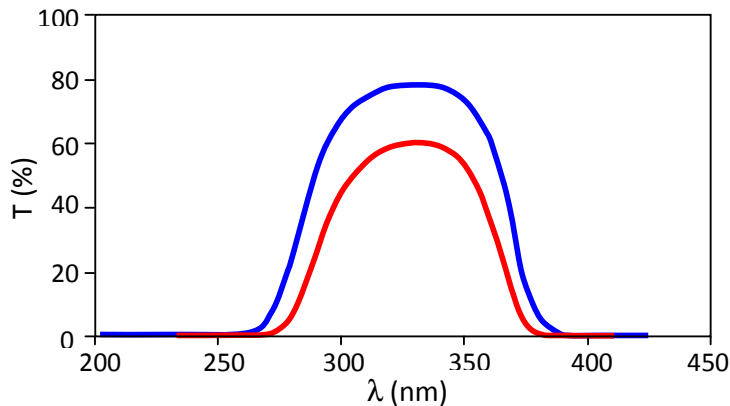


Figura 5. Spettro di trasmissione del filtro UTVAF 34-U per 2,5 mm di spessore (curva blu) e 5 mm di spessore (curva rossa).

(figura 4) e della trasmissione dei due filtri (figura 5). Di questa combinazione bisogna tener conto per stimare l'intensità UV assoluta corrispondente al segnale del fotodiode. I calcoli, illustrati nell'Appendice, mostrano che il fattore di conversione è pari a $1 \text{ V} = 0,69 \text{ W/cm}^2$.

3. IRRAGGIAMENTI IN ARIA

Benché i film poliimmide nano-ibridi siano destinati ad un uso nello spazio, è comunque interessante testare il comportamento dei film irraggiati in presenza di ossigeno.

3.1 Distribuzione spaziale dell'intensità UV

Le dimensioni del riflettore della lampada Helios Quartz (figura 2) consentono di irraggiare diversi film contemporaneamente. Per conoscere la dose UV rilasciata a ciascuno dei film è necessario conoscere la distribuzione spaziale dell'intensità della radiazione UV emessa dalla lampada. A tal fine, abbiamo montato il fotodiode e i filtri su un carrello che si muove su un doppio binario di traslazione XY con una corsa massima di 200 mm e un'accuratezza di riposizionamento di 10^{-3} mm [6]. Un software dedicato permette di muovere il carrello su ciascun binario nella posizione voluta per la misura dell'intensità in un punto, oppure di muovere il carrello in continua per l'acquisizione dell'intensità lungo una direzione. Il segnale del fotodiode viene monitorato su un oscilloscopio Tektronix e inviato al PC tramite interfaccia GPIB per la registrazione. Il risultato finale è una matrice di valori equispaziati il cui passo è predeterminato a seconda dell'accuratezza richiesta.

La figura 6 mostra la mappa dell'intensità UV sul piano posto alla distanza di 145 mm dalla finestra di quarzo di protezione della lampada. Notiamo il doppio lobo di emissione, di intensità diseguale a causa dal disallineamento del bulbo della lampada rispetto alla linea focale del riflettore parabolico posto dietro il bulbo stesso. Non conviene tentare di migliorare l'allineamento del bulbo rispetto al riflettore: anche se perfettamente allineato, infatti, il suo diametro di 20 mm preclude la possibilità di ottenere un singolo lobo di

fotodiode due filtri Optosigma UTVAF 34-U, ciascuno avente 2,5 mm di spessore. La curva spettrale di trasmissione del filtro UTVAF riportata nella figura 5 dimostra che il doppio filtro elimina il contributo della radiazione con lunghezze d'onda maggiori di 400 nm.

Il segnale generato dal fotodiode è il risultato della combinazione dello spettro della lampada (figura 3), della sensibilità del fotodiode

emissione, a causa delle zone di emissione distanti dalla linea focale le cui riflessioni generano il doppio lobo.

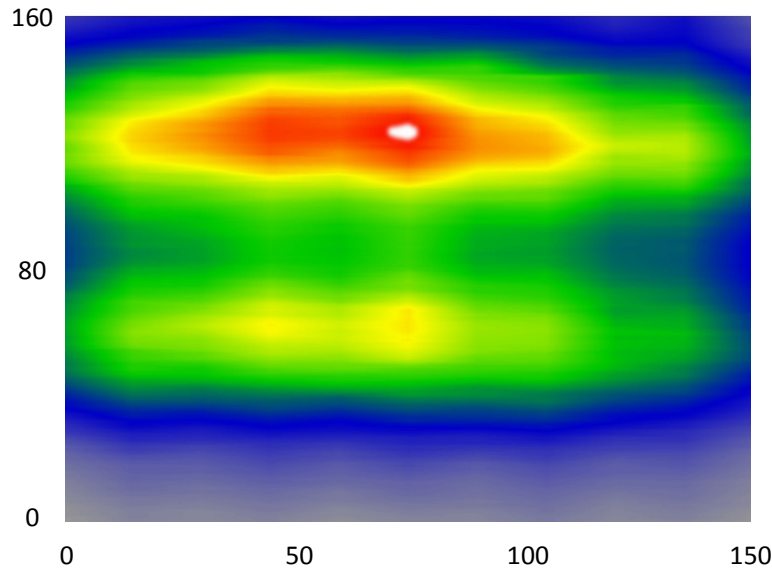


Figura 6. Mappa spaziale dell'intensità della radiazione UV emessa dalla lampada a 145 mm di distanza. L'intensità è massima in corrispondenza del colore bianco, per decrescere mano a mano nel rosso, arancio, giallo, verde, verde e blu. Le scale orizzontali e verticali sono in mm.

Per migliorare il valore medio e l'omogeneità dell'intensità UV abbiamo realizzato una 'guida d'onda' della radiazione, formata da quattro lastre di alluminio poste lungo il perimetro della lampada, in grado di riflettere e recuperare i raggi a divergenza elevata che nella figura 6 sono perduti, perché diretti fuori dalla zona utile. La figura 7 mostra la mappa dell'intensità usando lastre alte 135 mm, in modo da effettuare la misura alla stessa distanza dalla lampada del caso precedente.

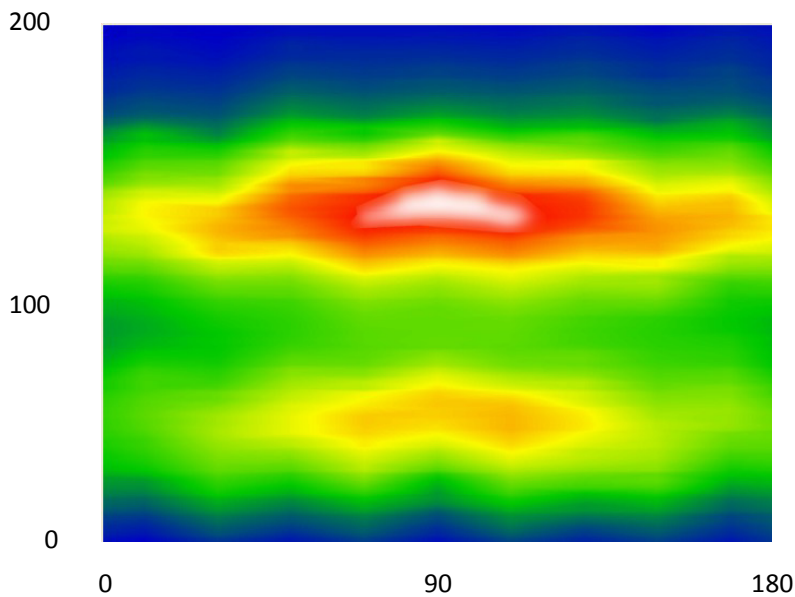


Figura 7. Mappa dell'intensità della radiazione UV emessa dalla lampada con guida d'onda, misurata alla stessa distanza dalla lampada della figura 6. La relazione tra colori e intensità UV è la stessa della figura 6. Le scale orizzontali e verticali sono in mm.

Il confronto tra le figure 6 e 7 mostra che la guida di alluminio ha aumentato l'intensità media e ha migliorato la simmetria dei due lobi di emissione.

Un semplice programma di *ray-tracing* mostra che maggiore è l'altezza della guida, maggiore è la percentuale di radiazione divergente che viene riflessa nella zona utile e quindi recuperata. Tuttavia, la maggiore altezza della guida implica una maggiore distanza D dei campioni dalla lampada, che a sua volta comporta un fattore di abbattimento dell'intensità da una lampada con specchio retro-riflettore, che sperimentalmente è stato quantificato essere pari a $D^{-1.67}$ [7, 8, 9]. Per trovare il miglior compromesso, abbiamo effettuato diverse prove sperimentali, sia cambiando l'altezza della guida, sia provando ad inclinare separatamente ciascuna delle 4 pareti della guida. I risultati non sono migliorati sensibilmente, e di conseguenza abbiamo effettuato gli irraggiamenti dei campioni in aria nella configurazione della figura 7 che risulta essere ottimale.

La figura 8 mostra in 3-D la stessa mappa della figura 7 con i valori in Volt misurati dal fotodiode Thorlab. Il picco del lobo maggiore è pari a 0,39 V corrispondente a $0,27 \text{ W/cm}^2$, mentre il picco del lobo minore è pari a 0,34 V corrispondente a $0,23 \text{ W/cm}^2$, vedi l'equazione (A4) in Appendice.

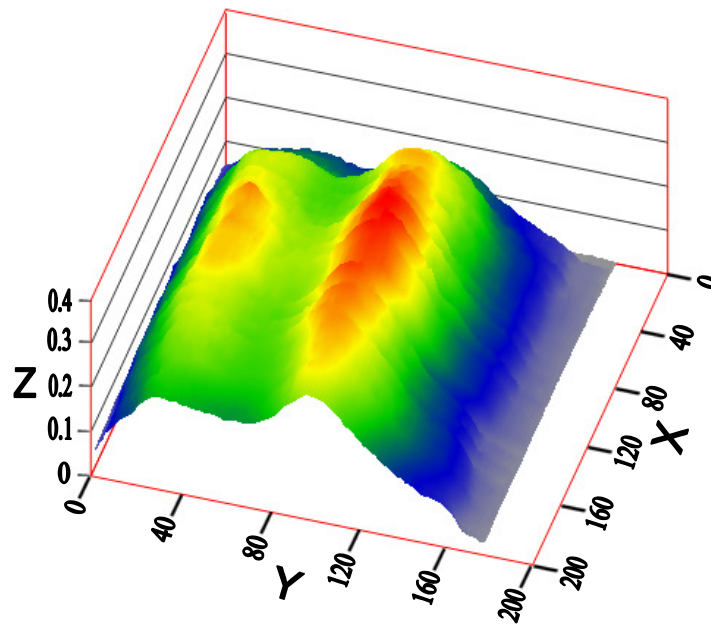


Figura 8. Mappa in 3D dell'intensità della radiazione UV emessa dalla lampada con guida d'onda misurata a 145 mm di distanza dalla lampada. Le scale orizzontali (piano XY) sono in mm. La scala verticale è in Volt misurati dal fotodiode Thorlab.

3.2 Posizionamento dei film

A causa della disuniformità spaziale della radiazione UV emessa dalla lampada (figure 7 e 8) dobbiamo dividere i film da irraggiare in 3 gruppi, posizzarli in corrispondenza dei due lobi di emissione e quindi scambiarli di posizione durante l'irraggiamento in modo da uguagliare il più possibile la dose ricevuta da ciascuno dei campioni. La figura 9 mostra la foto dei 19 film poliimmide nano-ibridi depositati su 3 substrati di quarzo, prima dell'irraggiamento. Ci sono 3 film grigi e 16 film trasparenti alla luce visibile. Inizialmente,

abbiamo posto i due substrati in basso della figura 9 (che chiameremo Campione I e Campione II) in corrispondenza del lobo maggiore di emissione, mentre il terzo substrato in alto a sinistra (Campione III) viene posto in corrispondenza del lobo minore.

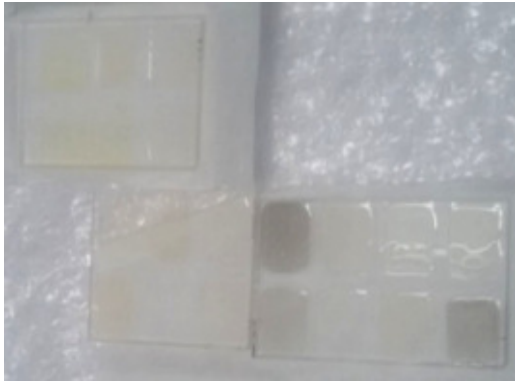


Figura 9. Foto di 19 films poliimmide depositati su 3 substrati di quarzo, prima dell'irraggiamento.

Per ciascuno dei 3 campioni la Tabella 1 mostra l'intensità UV media incidente sul campione, la deviazione standard dell'intensità e la durata di irraggiamento in ore per raggiungere le 3.000 esh, ricordando dal §1 che l'intensità solare tra 200 nm e 400 nm fuori dall'atmosfera terrestre è pari a $10,3 \text{ mW/cm}^2$.

<i>Tabella 1</i>	<i>I media mW/cm²</i>	<i>Deviazione standard</i>	<i>Ore di irraggiamento</i>
Campione I	182	13,7%	170
Campione II	187	14%	165
Campione III	166	13,7%	186

Dalla Tabella 1 ricaviamo il fattore di accelerazione medio, che a seconda della posizione del campione varia tra $3000/165 = 18,2$ a $3000/186 = 16,1$.

3.3 Apparato sperimentale di irraggiamento in aria

La figura 10 mostra una fotografia dell'apparato sperimentale durante l'irraggiamento in aria dei campioni poliimmide nano-ibridi, depositati su quarzo.

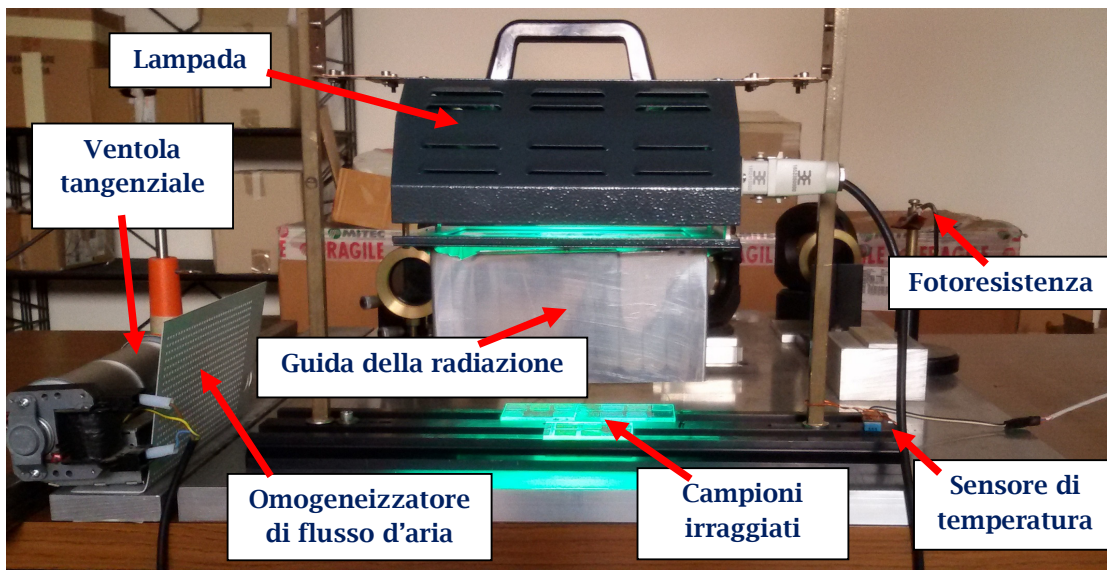


Figura 10. Foto dell'apparato sperimentale durante l'irraggiamento UV di campioni di film depositati su quarzo in aria.

La lampada è fissata su due barre regolabili in altezza ed emette la radiazione verso il basso, in modo da posizionare i campioni su un piano orizzontale costituito da una base metallica con scanalature che favoriscono il raffreddamento dei campioni. Il sensore di temperatura è posizionato fuori la zona irraggiata, sulla stessa base metallica dove poggiano i campioni, in modo da misurare una temperatura vicina a quella dei campioni stessi senza risentire del riscaldamento da radiazione diretta. Tre foto-resistenze schermate da filtri colorati misurano diverse componenti spettrali della luce visibile emessa dalla lampada. La lastra metallica forata posta di fronte alla ventola tangenziale assolve la triplice funzione di rallentare e omogeneizzare il flusso d'aria che investe i campioni e di distribuire il flusso sia sui campioni, sia sulla testa della lampada.

3.4 Sistema di acquisizione dati

La necessità di irraggiare i campioni per circa 7 giorni consecutivi, 24 ore al giorno (vedi Tabella 1) impone un monitoraggio costante delle prestazioni della lampada e della temperatura raggiunta dai campioni. Per motivi di sicurezza, una webcam connessa ad internet e controllabile da remoto ha permesso di sorvegliare ininterrottamente l'intera area di lavoro.

Il sistema di monitoraggio realizzato *ad hoc* è basato su una semplice architettura che ha consentito di registrare su un notebook i dati salienti dell'esperimento. Il cuore del sistema è una scheda Arduino Nano, un circuito elettronico basato sul microprocessore Atmel ATmega328, dotato di 8 ingressi analogici e 14 porte digitali. Abbiamo scelto questo sistema di *datalogging* poiché si può personalizzare tramite un software scritto in linguaggio C e interfacciare ad un computer pilotabile da remoto.

Per acquisire i valori dei sensori e registrare i dati in modo costante e permanente sono stati sviluppati due programmi ad hoc. Il primo, che risiede nel microprocessore di Arduino, preleva i valori del sensore di temperatura e dei sensori di luminosità e provvede ad inviare una stringa di dati tramite porta seriale. Il secondo, che risiede su un notebook, acquisisce la stringa di dati inviata via seriale dalla scheda Arduino, mostra sul monitor i valori correnti e salva su hard-disk i dati salienti ogni 5 minuti (l'intervallo di tempo tra acquisizioni successive è selezionabile tramite software). Il notebook è controllato da remoto usando il programma gratuito Teamviewer [10]. Allo stesso computer era connessa la webcam per sorvegliare la zona sperimentale.

Per distinguere gli effetti della radiazione UV da quelli del calore, abbiamo dovuto mantenere la temperatura dei campioni inferiore ai 40 °C. La temperatura è stata monitorata tramite il sensore DHT11, un modulo dotato di una sonda analogica connessa ad un convertitore analogico digitale a 8 bit con risoluzione di 1 °C [11]. Data la posizione del sensore, distante dai campioni in modo da non essere influenzato dall'irraggiamento della lampada, vedi figura 10, è possibile che la temperatura misurata fosse leggermente più bassa di quella dei campioni. In ogni caso, l'elevata diffusività termica dell'alluminio, posto sotto la lampada, garantisce che lo scarto tra la temperatura dei campioni e quello della sonda sia confrontabile con la precisione del sensore.

La figura 11 mostra l'evoluzione temporale della temperatura, misurata dal momento dell'accensione fino al termine dell'irraggiamento.

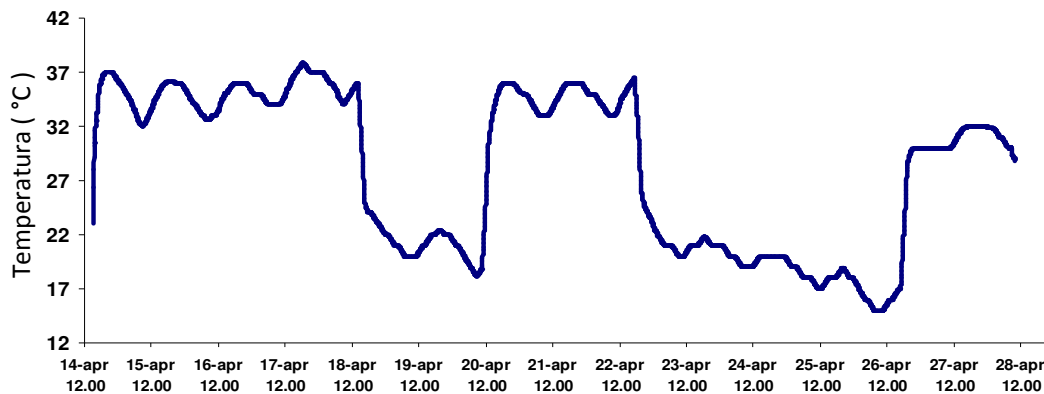


Figura 11: Andamento della temperatura misurata dal sensore DHT11, i cui dati sono registrati dalla scheda Arduino e inviati al computer. I due periodi in cui la temperatura è scesa sotto i 22 °C sono quelli in cui la lampada è stata spenta. Le oscillazioni giornaliere, di alcuni gradi centigradi, sono dovute alla variazione della temperatura ambiente nell'alternarsi giorno/notte.

La lampada è stata spenta in due occasioni: il 18 Aprile, per riposizionare i campioni, e il 22 Aprile, a causa di un periodo di chiusura del Centro che avrebbe impedito di spegnere la lampada al raggiungimento delle 3.000 esh. Nella figura 11 è possibile notare piccole variazioni di temperatura, di circa 4 °C, dovute all'avvicinarsi del giorno e della notte e conseguente cambio della temperatura ambiente. La massima temperatura raggiunta, di circa 38 °C, risponde alla richiesta di evitare processi fisico-chimici di origine termica potenzialmente innescati da una temperatura superiore ai 40 °C.

Per monitorare la luminosità nello spettro visibile della lampada abbiamo utilizzato 3 foto-resistenze orientate verso la lampada da differenti direzioni. Tre filtri colorati rosso, verde e viola sono stati rispettivamente posti davanti alle 3 foto-resistenze, per valutare eventuali sbilanciamenti della temperatura di colore della lampada. La figura 12 mostra lo schema del circuito di controllo della risposta delle foto-resistenze. Ciascuna foto-resistenza F è alimentata da una tensione di 5 V tramite una resistenza R = 10 kΩ ed è connessa a massa sul secondo terminale. La tensione, prelevata nel punto di contatto tra la foto-resistenza ed il resistore, è inviata agli ingressi analogici di Arduino che al suo interno ha un convertitore analogico-digitale a 10 bit, quindi con una dinamica di misura tra 0 e 1023.

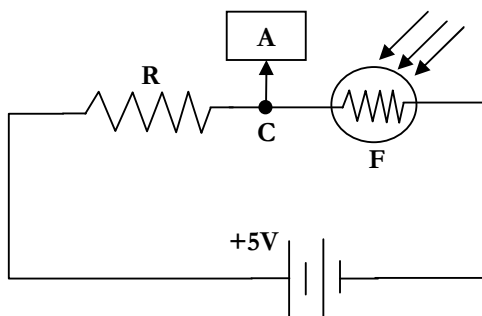


Figura 12. Schema del circuito elettrico che abbiamo realizzato per ai sensori di luminosità. In funzione della luce che investe la foto-resistenza F, la tensione al punto C varia da pochi mV fin quasi a 5 V quando vi è buio completo. Il segnale in tensione, inviato al convertitore analogico-digitale AD, è trasformato in un numero che varia da 0 fino a 1023.

La foto-resistenza non si comporta in modo lineare, e per ottenere il valore di luminosità assoluta è necessaria una complessa operazione di taratura. Nel nostro caso la taratura non è necessaria perché siamo interessati solo a monitorare le eventuali oscillazioni del flusso luminoso visibile emesso dalla lampada.

I segnali delle foto-resistenze hanno mostrato notevoli variazioni dovute all'alternanza giorno/notte. Per valutare le prestazioni della lampada, abbiamo tenuto conto esclusivamente dei valori registrati durante la notte. Sottolineiamo che i valori ottenuti durante il giorno, una volta sottratto il contributo della luce solare, hanno fornito risultati simili. La figura 13 mostra l'andamento dei minimi di luce registrati nei 7 giorni di irraggiamento (le due pause di interruzione dell'irraggiamento non sono riportate). Notiamo un aumento di emissione luminosa della lampada con il tempo, dovuto al progressivo miglioramento delle prestazioni della lampada previsto dal produttore nelle prime 100 ore di funzionamento.

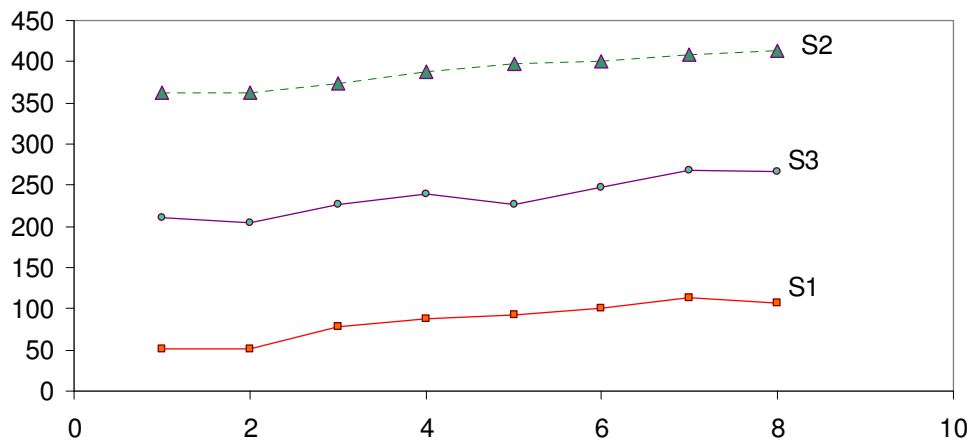


Figura 13. Evoluzione temporale dei segnali delle 3 foto-resistenze durante le notti in cui la lampada era in funzione. S1 = sensore con filtro rosso. S2 = sensore con filtro verde. S3 = sensore con filtro violetto. Scala orizzontale: giorni di irraggiamento. Scala verticale: segnale delle foto-resistenze, in unità arbitrarie.

3.5 Risultati dell'irraggiamento in aria

La figura 14 mostra la foto dei campioni durante l'irraggiamento a 20 ore dall'accensione della lampada.

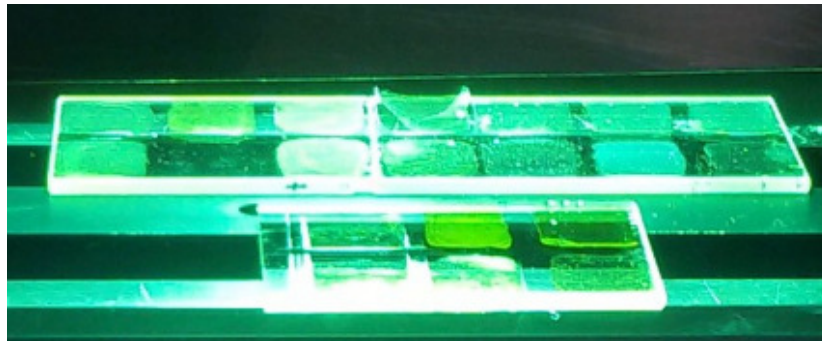


Figura 14. Foto dei film durante l'irraggiamento UV in aria dopo le prime 20 ore. In alto a destra c'è il substrato Campione I, in alto a sinistra il Campione II, in basso il Campione III.

Notiamo che alcuni film hanno perduto la trasparenza, e nel Campione I si osserva un film staccato dal substrato, a causa di essiccazione prodotta da polimerizzazione UV. Per quel film, 20 ore corrispondono a circa 365 esh.

Un secondo film si è staccato dopo 27 ore. Dopo 44 ore, 3 film sono frantumati e 2 distaccati. Al termine dell'irraggiamento, raggiunte le 3000 esh, 8 film sono frantumati e gli altri si sono colorati, vedi la figura 15.

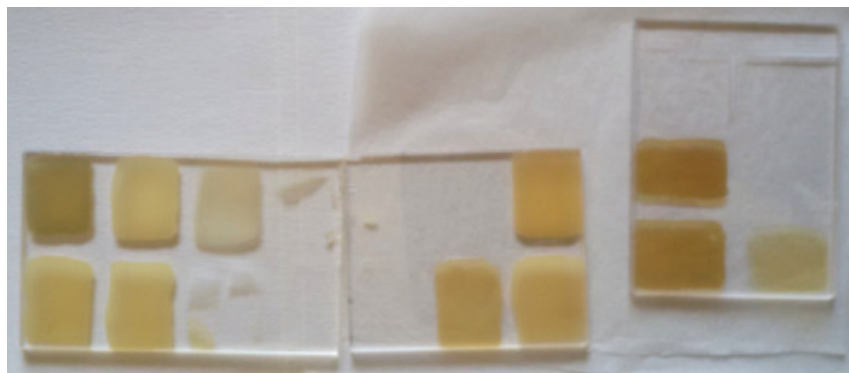


Figura 15. Foto dei film al termine dell'irraggiamento UV in aria dopo aver raggiunto le 3000 esh. Da sinistra a destra: Campione I, Campione II, Campione III.

L'andamento dell'intensità luminosa misurata dalle foto-resistenze ha consentito di calcolare l'effettiva dose rilasciata su ciascun campione. A causa dell'aumento dell'intensità della lampada con il tempo evidenziato nella figura 13, infatti, i campioni sono stati sovra-irraggiati: la dose oscilla tra un minimo di 3.032 esh ad un massimo di 3.357 esh, corrispondente ad una variazione massima sui campioni del 10,7%, un valore accettabile considerando la non uniformità della distribuzione della radiazione UV evidenziata nelle figure 7 e 8.

4. IRRAGGIAMENTI IN VUOTO

4.1 Apparato sperimentale di irraggiamento in vuoto

E' evidente che la presenza di ossigeno durante l'irraggiamento UV in aria ha accelerato i processi di polimerizzazione della resina poliimmide nano-ibrida provocando perdita della trasparenza, invecchiamento e decomposizione a livello strutturale. Più significativa sarà la verifica del comportamento dei substrati irraggiati in vuoto, in una condizione simile a quella di irraggiamento solare fuori dall'atmosfera terrestre, per cui abbiamo allestito un apparato per eseguire l'irraggiamento senza la presenza di gas reattivi a contatto con i substrati.

La mancanza di convezione termica in un ambiente privo di aria lascia presagire un aumento della temperatura dei campioni durante l'irraggiamento in vuoto, rispetto ai valori misurati in aria della figura 11. Per aumentare lo scambio di calore tramite contatto, abbiamo predisposto una camera da vuoto cilindrica fornita di una intercapedine posta sotto la base e intorno alla parete in cui scorre acqua a 15 °C. Il diametro interno della camera è di 180 mm, tale da raccogliere quasi tutta la superficie di emissione della lampada, e l'altezza pari a 130 mm consente di posizionare i campioni sulla base della camera alla stessa distanza dalla lampada degli irraggiamenti in aria.

Il sensore di temperatura DHT11 usato negli irraggiamenti in aria non è adatto a lavorare in vuoto [11]. Abbiamo pertanto usato il termometro digitale DS18B20 [12] (risoluzione 0,1 °C) coperto da un foglio

sottile di Mylar a protezione dall'irraggiamento della lampada. Il contatto tra termometro digitale e campione di prova è garantito da una pasta siliconica termo-conduttiva [13]. La figura 16 mostra la foto della camera da vuoto aperta, con il campione di prova e il sensore posti sul fondo.

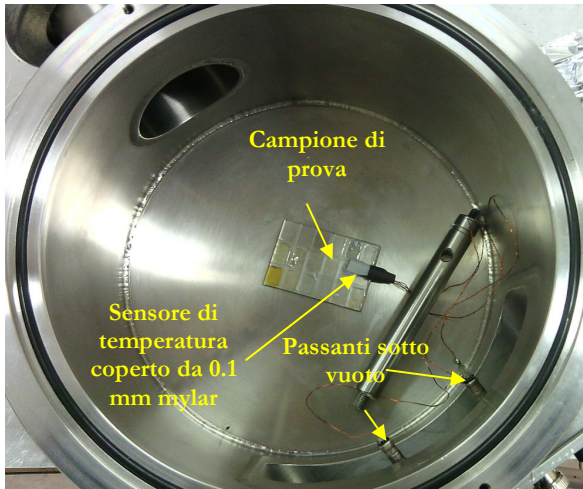


Figura 16. Foto dall'alto della camera da vuoto con il campione di prova su cui è collocato il sensore di temperatura protetto da un foglio di mylar a schermare l'irraggiamento (e il riscaldamento) diretto della radiazione emessa dalla lampada. I due fili di rame sono connessi all'esterno tramite passanti sotto vuoto per l'alimentazione del sensore e per l'uscita del segnale del sensore.

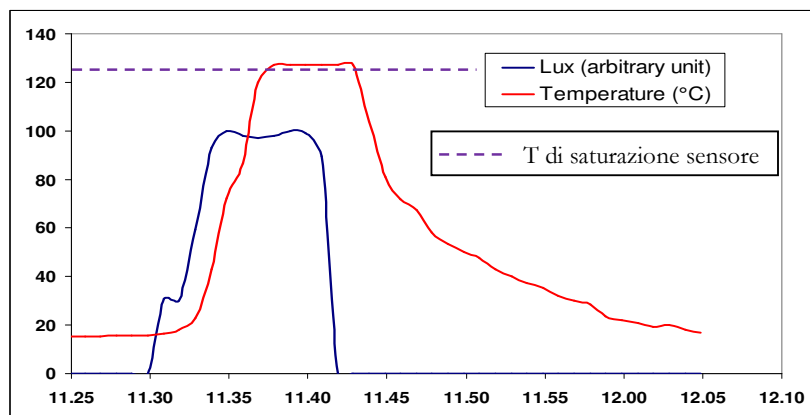
La radiazione UV della lampada entra nella camera attraverso una finestra di quarzo (*UV-graded fused silica JGS1*) che sigilla la camera in alto, di diametro 200 mm e spessore 14 mm, corrispondente ad un fattore di sicurezza FS ~ 9 [14] per una differenza di pressione di 1 atm.

Il vuoto è generato dal set Pfeiffer HiCube 80 Eco [15] composto da una pompa a membrana da 0,7 m³/h connessa a una pompa turbo-molecolare.

4.2 Test di irraggiamento in vuoto

Abbiamo posto la lampada sopra la camera della figura 16 chiusa dalla finestra di quarzo e portato la pressione a $1,9 \times 10^{-3}$ mbar. A lampada spenta, la temperatura del campione è di 15,6 °C, quasi uguale alla temperatura dell'acqua che scorre nell'intercapedine della camera. La temperatura del campione dopo l'accensione della lampada è riportata nella figura 17 insieme al segnale di una delle foto-resistenze.

Figura 17. Traccia rossa: temperatura del campione irraggiato in vuoto nella camera della figura 16. Traccia blu: fluorescenza visibile della lampada in unità arbitrarie, allo scopo di indicare i momenti di accensione e spegnimento. Ascissa: ore.minuti. Ordinata: °C.



La temperatura ha raggiunto il valore di saturazione del sensore, pari a 127 °C, in appena 7 minuti, con un gradiente medio superiore a 16 °C al minuto, proporzionale alla derivata dell'intensità della radiazione. Viceversa, il raffreddamento è più lento.

La saturazione del sensore di temperatura impedisce di conoscere la temperatura massima raggiunta nei 12 minuti di irraggiamento, ma un'extrapolazione dei dati porta ad una stima di circa 200 °C. E' evidente che il contatto tra campione e base raffreddata della camera non fornisce uno scambio termico sufficiente a moderare la temperatura del campione stesso. Questo risultato si può spiegare ricordando che due oggetti solidi piani posti in contatto tra loro, hanno un'effettiva area totale di contatto dell'ordine di 10^{-4} volte la superficie del solido più piccolo. Infatti, a livello microscopico gli effettivi punti di contatto sono le piccole protrusioni, i "picchi" di rugosità delle due superfici, attraverso i quali il calore fluisce subendo una "resistenza al flusso di calore". Nel nostro caso, la superficie del campione è $50 \text{ mm} \times 36 \text{ mm} = 1800 \text{ mm}^2$, e l'area effettiva di contatto è dell'ordine di $0,18 \text{ mm}^2$, evidentemente troppo piccola per garantire un efficace scambio termico.

4.3 Metodi per migliorare lo scambio termico in vuoto

Il risultato della figura 17 rappresenta una sfida tecnologica non banale. Esistono, infatti, diversi metodi per migliorare lo scambio termico tra due oggetti solidi, ma nessuno di questi soddisfa contemporaneamente due condizioni essenziali per il nostro esperimento:

- a) la resistenza a dosi elevate di UV e la compatibilità con il vuoto (assenza di *sputtering* e *degassing*, per evitare la contaminazione dei campioni con sostanze estranee),
- b) il basso costo e l'immediatezza della soluzione (le scadenze del progetto davano solo un mese di tempo per completare gli irraggiamenti).

Abbiamo perciò proposto questo *technical challenge* alla comunità scientifica di ResearchGate, nella quale vi sono esperti di vuoto e di termologia. Il quesito posto e le numerose proposte/commenti/suggerimenti ricevuti si possono consultare alla pagina web https://www.researchgate.net/post/How_to_improve_contact_thermal_exchange_in_vacuum.

Dalla discussione su ResearchGate emerge che la soluzione ideale non esiste. Non si riesce a trovare un sistema che migliori lo scambio termico in vuoto e al tempo stesso sia resistente all'irraggiamento UV, privo di contaminazioni, poco costoso e implementabile in breve tempo.

Di conseguenza, abbiamo optato per una soluzione diversa: l'inserimento di gas elio (He) a pressione atmosferica nella camera. Questa soluzione permette di risolvere molti problemi associati al vuoto. Infatti, l'He non assorbe la radiazione UV, ha una delle migliori conduttività termiche fra tutti i gas, è poco costoso e di immediata applicazione. Bisogna rinunciare al vuoto, ma il vuoto era funzionale ad evitare la contaminazione dei film da parte dell'aria, e usando He a pressione superiore a 1 atmsofera possiamo evitare accidentali ingressi di aria nella camera.

5. IRRAGGIAMENTI IN ATMOSFERA CONTROLLATA

Una verifica preliminare della capacità dell'He di scambiare calore con le pareti raffreddate della camera ha dato ottimi risultati: nella stessa situazione della figura 16, riempiendo la camera con 1,1 bar di He statico

(senza ricircolo di gas), la temperatura del campione di prova è salita da 15,6 °C a 34 °C in 13 minuti (1,4 °C al minuto), raggiungendo la temperatura stazionaria di 34,8 °C fino al termine dei 40 minuti di irraggiamento. L'aumento della temperatura di circa 19 °C ha comportato un leggero aumento della pressione dell'He pari a 0,01 bar.

5.1 Distribuzione spaziale dell'intensità UV nella camera da vuoto

Per ottimizzare il posizionamento dei film sul fondo della camera da vuoto, dobbiamo misurare la distribuzione spaziale dell'intensità UV su quel piano.

Sul fondo della camera non è possibile ripetere la scansione bidimensionale effettuata nel caso degli irraggiamenti in aria (vedi §3.1). Abbiamo quindi effettuato la misura in due passi: prima abbiamo misurato qualitativamente la distribuzione della radiazione UV sul fondo della camera tramite carta Dylux [16], vedi la figura 18.

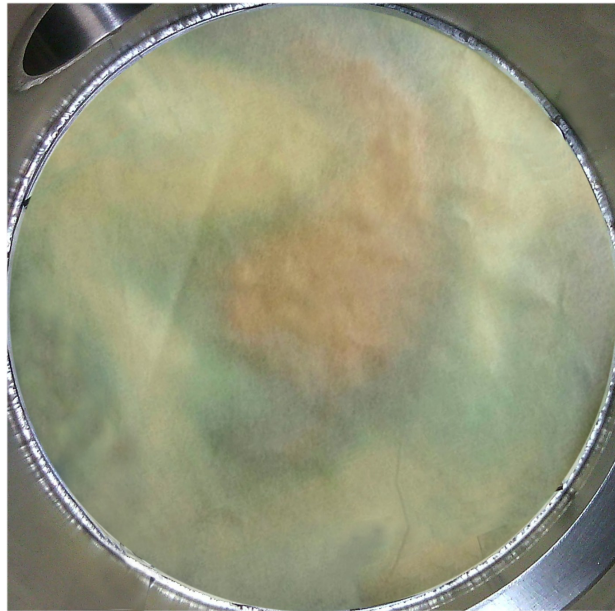


Figura 18. Foto della carta Dylux [16] posta sul fondo della camera e sottoposta a 5 minuti di irraggiamento. Il colore arancio corrisponde alla zona di massima intensità UV, il colore giallo è la zona di minima intensità, gli altri colori indicano zone di intensità intermedie.

Successivamente, abbiamo posto il fotodiode Newport 818-UV/DB [17] in alcune zone del fondo della camera, corrispondenti a diverse colorazioni (diversa intensità UV) della carta Dylux. I valori forniti dal fotodiode, schermato con un filtro metallico fornito dalla Newport (fattore di attenuazione 1.000 su tutto lo spettro UV) e con un filtro Optosigma UTVAF 34-U da 2,5 mm di spessore (vedi la figura 5), variano da un massimo di 25 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$ ad un minimo di 11 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$ che, opportunamente rinormalizzati come descritto in Appendice, corrispondono rispettivamente a 70 mW/cm^2 e 30,8 mW/cm^2 di intensità UV, vedi l'equazione (A9) in Appendice.

Il confronto della figura 18 con la figura 6 mostra che la parete interna della camera da vuoto ha modificato drasticamente la distribuzione spaziale della radiazione UV. La parete interna non riflette

specularmente l'UV, e agisce come 'diffusore' cilindrico della radiazione a maggiore divergenza, trasformando la distribuzione spaziale a simmetria rettangolare della lampada in una a simmetria quasi radiale, con un'asimmetria causata dalla disuguaglianza dei due lobi di emissione.

Notiamo anche la presenza di zone vicine al perimetro della base della camera irraggiate con intensità intermedie, a causa di raggi UV diffusi nelle zone inferiori della parete interna.

Purtroppo, la non perfetta trasmissione UV della finestra di quarzo e l'invecchiamento naturale del bulbo della lampada hanno comportato una drastica riduzione della massima intensità UV da 270 mW/cm² misurati in aria (vedi §3.1) a 70 mW/cm². Questa riduzione si riflette nel fattore di accelerazione. Infatti, considerando il valore medio dell'intensità UV pari a 50,4 mW/cm² (la media tra il massimo 70 mW/cm² e il minimo 30,8 mW/cm²), il valore di accelerazione medio è 4,89 e le 3.000 esh corrispondono a 613 ore (circa 25 giorni e mezzo) di irraggiamento.

5.2 Posizionamento dei film

I film da irraggiare in atmosfera controllata sono posti su 4 substrati di quarzo. Una coppia di substrati con dimensioni 73 mm × 50 mm e 65 mm × 50 mm è coperta da strisce di film poliimmide ciascuna avente dimensioni 50 mm × 1,5 mm. I film a strisce sono fissati ai substrati con un adesivo di Kapton giallo posto alle estremità delle strisce (campioni A e B nella figura 19). Questi film saranno usati per i test di resistenza alla trazione post-irraggiamento.

Altri 17 film poliimmide, ciascuno avente dimensioni 8 mm × 10 mm sono depositati su due substrati di quarzo, ciascuno avente dimensioni 35 mm × 50 mm (campioni C e D nella figura 19). Questi campioni saranno usati per i test di trasmittanza nel visibile e nell'UV, un substrato dopo l'irraggiamento UV, e l'altro substrato dopo l'irraggiamento UV e successivi irraggiamenti con elettroni e protoni.

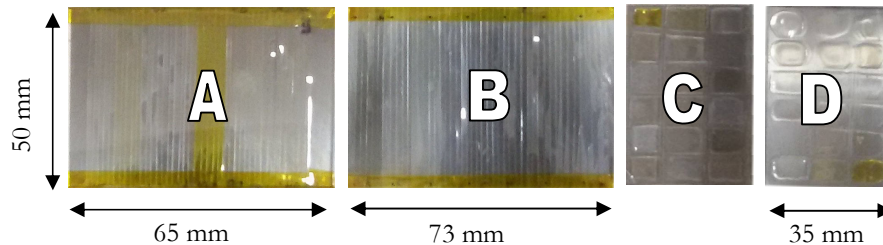


Figura 19. Foto dei quattro substrati di quarzo con i film poliimmide nano-ibridi da irraggiare in atmosfera controllata di He.

E' impossibile posizionare tutti i 4 substrati nella zona di massima intensità al centro della camera, vedi la figura 18. Di conseguenza, anche in questo caso è necessario effettuare una rotazione dei campioni a circa metà dell'irraggiamento. Per trovare la migliore combinazione di posizionamento e riposizionamento dei campioni atta ad ottenere una dose UV quanto più possibile omogenea, abbiamo effettuato alcune simulazioni. Il posizionamento che rende più omogenea possibile la dose rilasciata ai 4 campioni è mostrato nella figura 20.

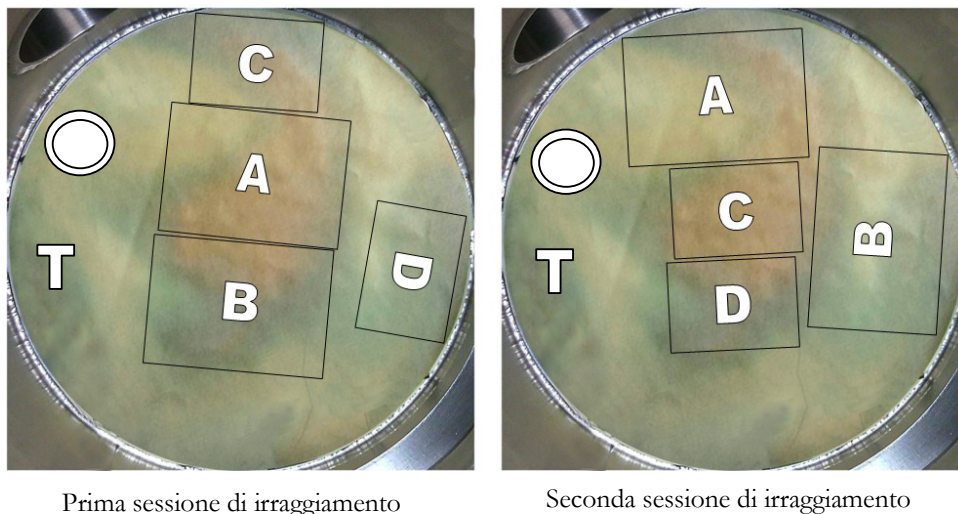


Figura 20. A sinistra: posizionamento iniziale dei 4 campioni della figura 19 sul fondo della camera. A destra: posizionamento degli stessi campioni nella seconda metà della durata di irraggiamento. La lettera T indica la posizione del substrato di prova su cui è posizionato il sensore di temperatura. Il cerchio in alto indica la posizione del sensore di contaminazione.

Tramite un software di *image processing*, sommando i colori della carta Dylux per ciascun campione delle due immagini della figura 20, otteniamo la figura 21.

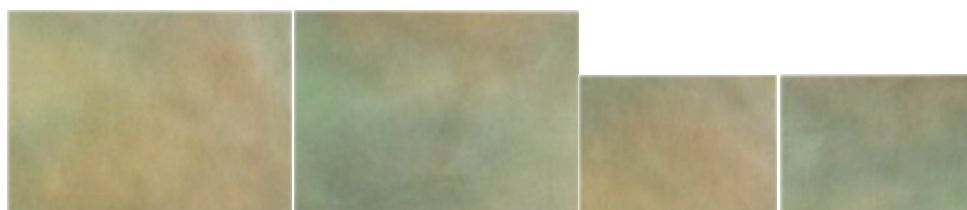


Figura 21. Intensità simulata sui 4 campioni sommando i colori della carta Dylux nella figura 20: da sinistra a destra i campioni A, B, C e D.

La figura 21 mostra una discreta omogeneità di colore per i campioni A, C e D, ed evidenzia una dose media in B e D minore che negli altri 2 campioni.

5.3 Apparato sperimentale di irraggiamento in atmosfera controllata

Abbiamo posizionato i campioni sul fondo della camera come in figura 20, inizialmente alla pressione di 3×10^{-4} mbar, e successivamente con He alla pressione di 1,1 bar. La figura 22 mostra una foto dell'apparato sperimentale.

Il sistema di acquisizione dati è rimasto identico a quello descritto nel §3.4, salvo il cambio del sensore di temperatura. La figura 23 mostra una schermata notturna del programma Teamviewer che consente il controllo remoto sia delle stringhe di dati (3 foto-resistenze e sensore di temperatura) inviati al PC dal sistema di acquisizione Arduino ogni 5 minuti, sia delle immagini in tempo reale della webcam che inquadra l'apparato sperimentale.

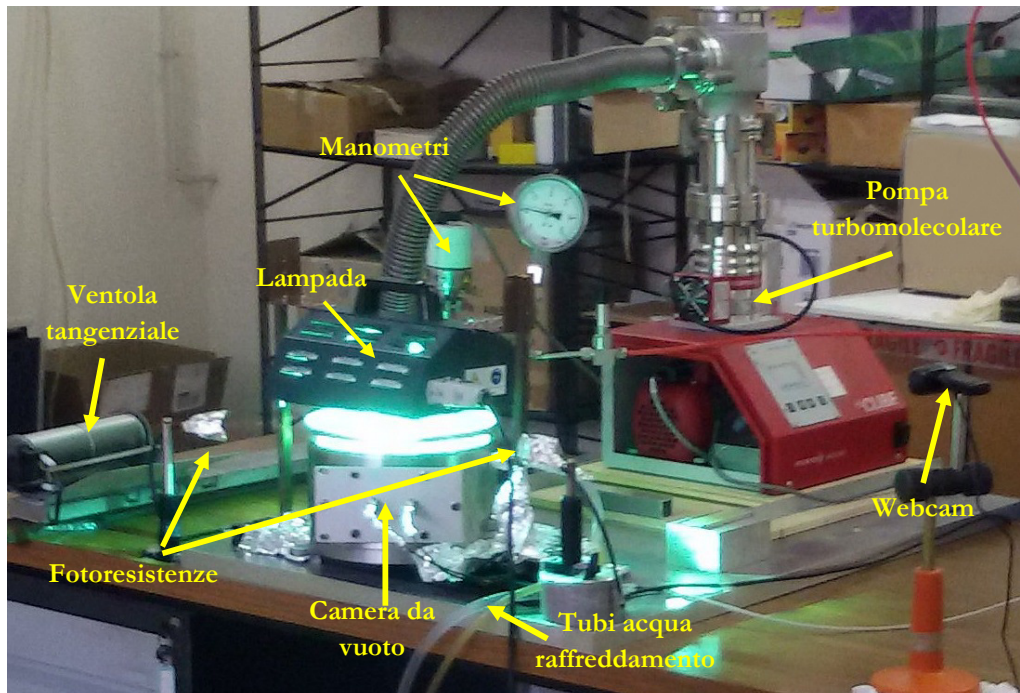


Figura 22. Apparato sperimentale durante l'irraggiamento UV di film poliimmide nano-ibridi in atmosfera controllata. La bombola di He puro al 99,8% è fuori quadro.

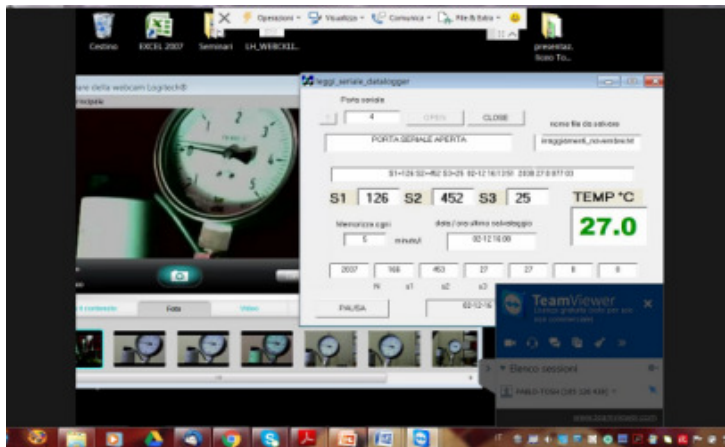


Figura 23. Foto della schermata PC vista da remoto tramite Teamviewer. Sono visibili lo zoom della webcam sul manometro che indica la pressione di He all'interno della camera, i tre segnali delle foto-resistenze, la temperatura del campione interno alla camera e le immagini del manometro memorizzate nelle ore precedenti.

5.4 Risultati dell'irraggiamento in atmosfera controllata

Nella prima sessione abbiamo irraggiato i campioni per 14 giorni consecutivi, dal 23 Novembre al 7 Dicembre, data in cui la lampada è stata spenta a causa di 4 giorni di chiusura del Centro ENEA, durante i quali i campioni sono rimasti in atmosfera di elio. La figura 24 permette un confronto macroscopico dei campioni prima e dopo la prima sessione di irraggiamento.

Nei primi 14 giorni di irraggiamento (1.644 esh medie) la maggior parte dei film si è colorata, perdendo quindi la trasparenza. Un film del campione D si è indurito per polimerizzazione e si è parzialmente staccato dal substrato.

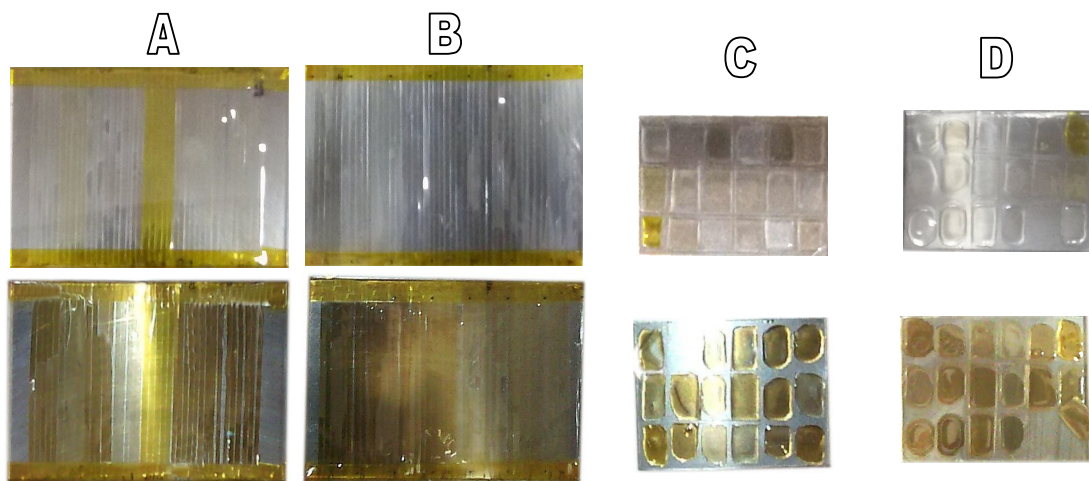


Figura 24. Foto dei film prima (in alto) e dopo (in basso) i primi 14 giorni di irraggiamento UV in He a pressione 1,1 bar. In questa sessione, i campioni A e B (vedi figura 20 a sinistra) hanno ricevuto una dose equivalente di circa 2120 esh e i campioni C e D di circa 718 esh.

Alla riapertura del Centro, il 12 Dicembre, abbiamo cambiato la disposizione dei campioni come indicato nella figura 20, riportato la camera in atmosfera controllata di He ed iniziato la seconda fase dell'irraggiamento, che si è prolungata fino al 22 Dicembre, ultimo giorno a disposizione per gli irraggiamenti. In totale, abbiamo accumulato 576 ore di irraggiamento effettivo. Usando il fattore di accelerazione medio 4,89 (vedi §5.1) l'irraggiamento corrisponde a 2.817 esh mediate su tutti i campioni.

La figura 21 suggerisce che i campioni A e C hanno ricevuto una dose più elevata dei campioni B e D, a causa della loro maggiore permanenza media nelle zone di massima intensità UV, dove il fattore di accelerazione è 6,8. Quindi, la dose ricevuta dai campioni A e C è superiore alle 3.000 esh, anche se non è possibile stabilire l'ammontare esatto.

Al termine dell'irraggiamento, i campioni avevano un aspetto molto simile a quello mostrato nella figura 24. Li abbiamo inseriti in buste plastificate, messe sotto vuoto, e inviate in parte per l'analisi e in parte per l'irraggiamento con elettroni e protoni, come spiegato nel §5.2.

La figura 25 mostra l'evoluzione temporale della temperatura e dell'emissione della lampada, misurate dall'accensione fino al termine dell'irraggiamento. Possiamo notare che durante i 24 giorni totali di irraggiamento non ci sono stati scostamenti significativi dalla temperatura media di 27 °C dei campioni, né variazioni dell'intensità emessa dalla lampada (assumendo una proporzionalità fra l'intensità UV e quella nel verde misurata dalla foto-resistenza S2).

Al termine degli irraggiamenti, durante la rimozione dei campioni, abbiamo osservato la presenza di macchie indelebili sulla base della camera, alcune delle quali riproducevano la forma dei film a strisce, altre la forma dei film rettangolari, vedi la figura 26.

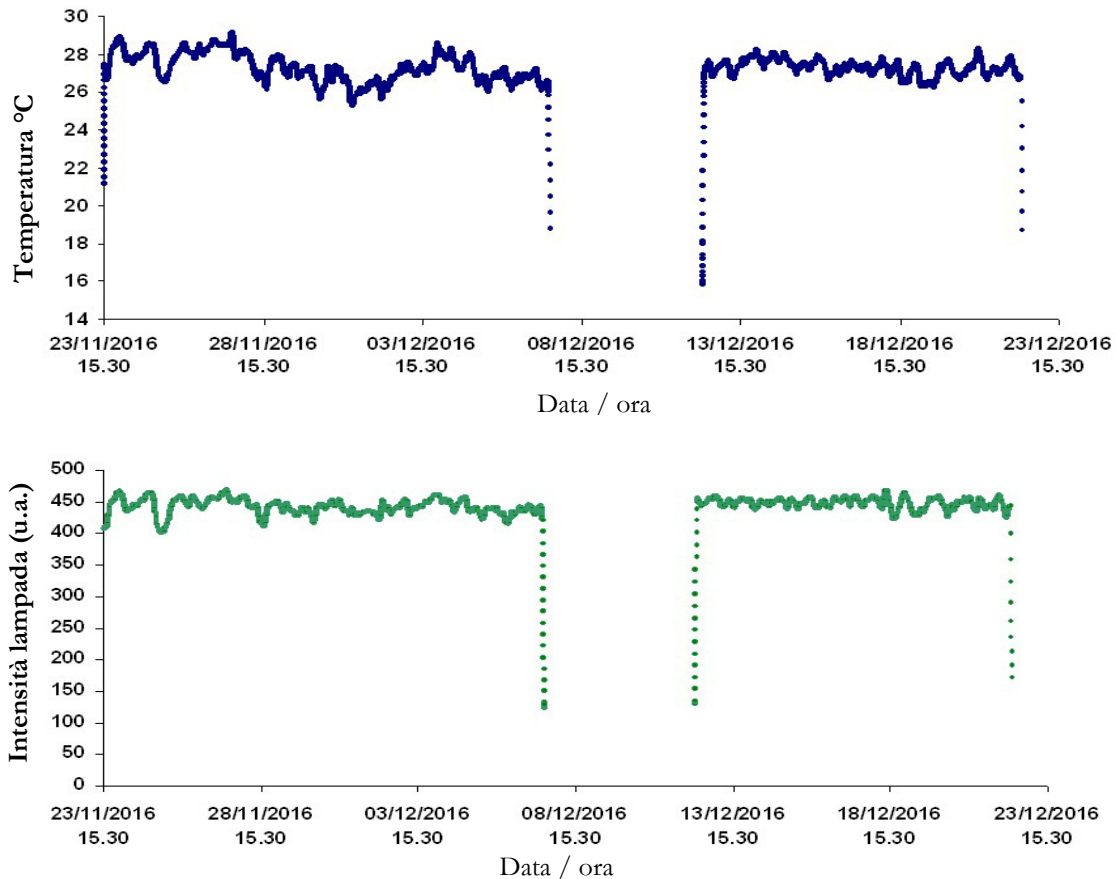


Figura 25: In alto: andamento della temperatura misurata dal sensore DS18B20 (risoluzione 0,1 °C). In basso: andamento della luce visibile emessa dalla lampada misurata dalla foto-resistenza S2 (vedi figura 13) dopo aver rimosso il segnale della luce diurna. In entrambi i casi, i dati sono registrati dalla scheda Arduino e inviati al computer ogni 5 minuti. La zona centrale del grafico corrisponde al periodo in cui la lampada è stata spenta.



Figura 26. Foto del fondo della camera al termine dell'irraggiamento, dopo aver rimosso i campioni. Sono visibili diverse macchie scure, risultate indelebili ai solventi alcolici, che riproducono la forma sia dei films a strisce dei campioni A e B sia dei rettangoli dei campioni C e D (vedi figure 20 e 24).

Una possibile ipotesi, in grado di spiegare sia la distribuzione sia la forma delle macchie è la seguente: dosi elevate di radiazione UV possono provocare la rottura di legami alla superficie dei campioni, producendo polverizzazione (*sputtering*) sotto forma di particolato, che viene spostato dai moti di convezione dell'He causati dai gradienti termici interni alla camera, fino a cadere per gravità sul fondo della camera. Laddove sul fondo

della camera arriva una dose elevata di radiazione UV, questa tenderà a frammentare ulteriormente i prodotti di *sputtering*, rendendoli più piccoli, leggeri, e quindi più facilmente sollevati a seguire i moti di convezione dell'He. Viceversa, laddove la dose UV sul fondo della camera è minore perché schermata dai campioni, il particolato non si frammenta, rimane a lungo e può fissarsi all'acciaio tramite l'energia fornita dalla dose UV residua in quella zona. Di conseguenza, il particolato di maggiori dimensioni si fissa colorando il fondo della camera prevalentemente in corrispondenza dei film assorbenti l'UV, riproducendone la forma.

6. RIASSUNTO, PROPOSTE E CONCLUSIONI

Abbiamo presentato alcuni aspetti scientifici e tecnologici dell'irraggiamento di film poliimmide nano-ibridi depositati su quarzo con una dose di radiazione UV pari a circa 3.000 esh nell'ambito di un test di trasparenza e di resistenza meccanica per selezionare i substrati dei *second surface mirrors* nei telescopi spaziali.

In attesa dei risultati delle analisi, la semplice ispezione visiva (figura 24) suggerisce che il test è stato severo per quanto concerne la capacità dei film poliimmide nano-ibridi di mantenere la trasparenza necessaria all'uso come substrati degli specchi per telescopi spaziali.

Le difficoltà tecnologiche e scientifiche che abbiamo incontrato impongono alcune riflessioni allo scopo di migliorare l'apparato sperimentale per ottenere risultati più precisi e performanti, e di ridurre i margini di errore della stima della dose rilasciata ai campioni, come dettagliato nel seguito.

6.1 La sorgente di radiazione UV e le ottiche dicroiche

La figura 17 mostra che i campioni sotto vuoto non riescono a scambiare calore con la camera raffreddata in quantità sufficiente a mantenere la temperatura entro limiti ragionevoli. Per scambiare più efficacemente il calore nei campioni sotto vuoto di solito si usano opportuni materiali nell'interfaccia tra i campioni e il dispersore di calore (la camera raffreddata, nel nostro caso). Questi materiali hanno un'elevata conducibilità termica e sono sufficientemente morbidi da aumentare la superficie di contatto. Citiamo, ad esempio, l'indio e le leghe di stagno, indio e bismuto. Oltre ad essere costosi, questi materiali possono essere degradati da dosi elevate di radiazione UV, quindi il loro uso è sconsigliato nel nostro caso.

Uno specchio dicroico a multistrati, in grado di riflettere verso i campioni solo la componente UV della radiazione emessa dalla lampada, eliminando la componente visibile (Vis) e infrarossa (IR) permetterebbe di ridurre la temperatura dei campioni irraggiati. Infatti, una nostra misura ha permesso di stimare la componente UV emessa dalla lampada a vapori di mercurio Polimer essere pari a circa il 4% della radiazione totale UV+Vis+IR. Di conseguenza, lo specchio dicroico eliminerebbe circa il 96% della radiazione inutile all'esperimento, riducendo il riscaldamento dei campioni. Sfortunatamente, uno specchio dicroico posto a 45° rispetto all'asse di emissione della lampada e in grado di raccogliere tutta la radiazione emessa (vedi la figura 6) avrebbe dimensioni notevoli, pari a circa $160 \text{ mm} \times 140/\sqrt{2} = 198 \text{ mm}$, e potrebbe risultare il componente più costoso dell'apparato di irraggiamento.

In questo ambito, converrebbe usare lampade diverse da quelle a mercurio. Ci sono infatti lampade che emettono una minore potenza totale ma con una maggiore percentuale di radiazione UV. Viceversa, le lampade eccimero sono quasi monocromatiche nell'UV ancorché di bassa potenza [8, 9], e di conseguenza non sono adatte a testare campioni in una banda spettrale estesa come nel nostro caso, da 200 nm a 400 nm.

6.2 L'uniformità spaziale della radiazione UV

Le figure 8, 18 e 20 mostrano che l'emissione della lampada non è distribuita in modo uniforme e in queste condizioni è impossibile fornire la stessa dose UV a tutti i campioni. Per migliorare l'uniformità di emissione della lampada si può usare un sistema ottico omogeneizzatore [18]. Un omogeneizzatore a trasmissione realizzato con lenti e *arrays* cilindrici consente di rendere collimata e spazialmente omogenea la radiazione, indipendentemente dalla distribuzione spaziale iniziale. Tuttavia, un omogeneizzatore realizzato con lenti trasparenti fino a 200 nm sarebbe estremamente costoso, date le dimensioni (vedi la figura 27). Viceversa, il materiale PMMA ha un costo minore ma è trasparente solo alle lunghezze d'onda maggiori di 300 nm. Nel nostro caso, essendo interessati alla radiazione emessa tra 200 nm e 400 nm, conviene usare un omogeneizzatore a riflessione, realizzato con specchi cilindrici.

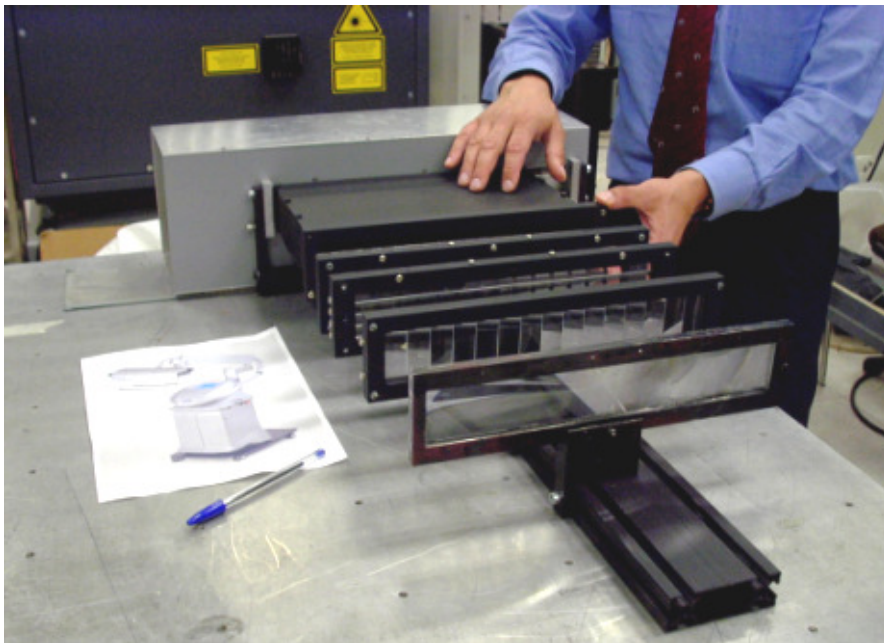


Figura 27: Foto del sistema ottico omogeneizzatore con zoom (brevetto ENEA) applicato ad una lampada eccimero a 308 nm per applicazioni medicali.

6.3 La mappatura dell'intensità UV assoluta

La mappa spaziale dei valori assoluti della radiazione UV dei campioni irraggiati in aria (vedi figure 6, 7 e 8) consente una il calcolo accurato della dose rilasciata ai singoli campioni. Purtroppo, negli irraggiamenti in atmosfera controllata il piano dei campioni coincide con la base della camera, rendendo impossibile l'uso del doppio binario di traslazione atto a misurare la mappa dettagliata su quel piano.

Un metodo per risolvere il problema è costruire una copia della camera senza base, ovvero un cilindro metallico avente lo stesso diametro interno, altezza e finitura superficiale della camera da vuoto per misurare la distribuzione spaziale sul piano corrispondente al fondo della camera con una griglia di misure del fotodiode.

6.4 I residui di sputtering dei campioni

La figura 26 mostra che dosi molto elevate di radiazione UV creano *sputtering* dei film irraggiati. Il particolato creato dallo *sputtering* ha seguito i moti convettivi termici nell'He, per poi depositarsi e fissarsi alla base della camera, ma una parte di esso può essere ricaduta sui campioni, risultando un potenziale agente di contaminazione.

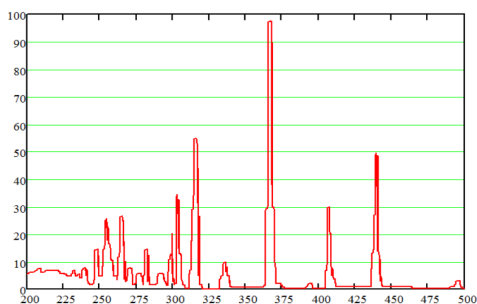
Questo fenomeno può essere ridotto mantenendo nella camera un piccolo flusso di He in equilibrio dinamico tra immissione e pompaggio, regolando la pressione sempre poco sopra 1 bar. In questo modo, il flusso di gas in uscita può trascinare via i prodotti decomposizione da *sputtering* dei campioni, che prima di depositarsi sul fondo fluttuano nella camera a causa dei moti convettivi per un tempo inversamente proporzionale al peso del singolo frammento.

APPENDICE

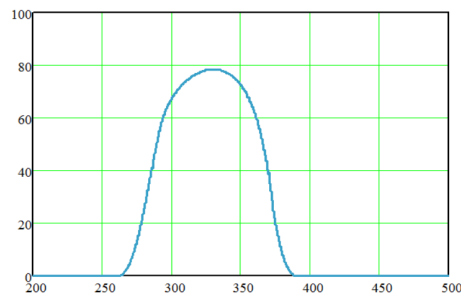
Calcolo dell'intensità della lampada UV Helios ItalQuartz Polimer sul piano degli irraggiamenti tramite le misure con fotodiodi in aria e in atmosfera controllata.

Questo calcolo richiede la digitalizzazione del comportamento spettrale dei vari componenti utilizzati nelle misure: emissione lampada, trasmissione filtri, responsività dei rivelatori. Abbiamo usato il programma WebPlotDigitizer [19] per digitalizzare i grafici disponibili. Tutte le curve sono state digitalizzate nell'intervallo 200 nm-500 nm con lo stesso passo $\Delta\lambda$, ma in tutti i calcoli si considera l'intervallo di interesse 200 nm-400 nm.

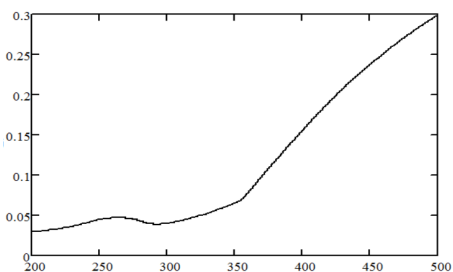
I risultati sono riportati nei seguenti grafici.



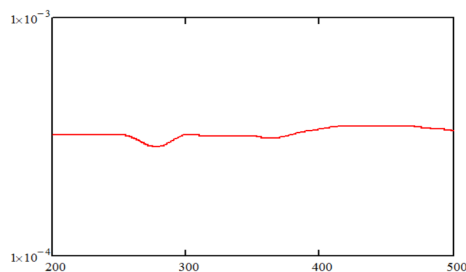
Digitalizzazione dello spettro di emissione della lampada della figura 3.



Digitalizzazione dello spettro di trasmissione del filtro Optosigma della figura 5.



Digitalizzazione della responsività spettrale del fotodiode Thorlab della figura 4.



Digitalizzazione della responsività spettrale del fotodiode Newport con attenuatore OD 3 [17]. Nell'intervallo 200 nm-250 nm, non fornito dalla ditta, abbiamo estrapolato il valore dato per 253 nm.

Riportiamo nella figura A1 sia lo schema per il calcolo del fattore di conversione del segnale in Volt del fotodiode Thorlab DET2-SI letto sull'oscilloscopio in intensità sul piano degli irraggiamenti in aria in W/cm^2 , sia lo schema seguito per ricavare il fattore di conversione dal valore di intensità in W/cm^2 fornito

dal lettore associato al fotodiodo Newport 818-UV a quello, sempre in W/cm^2 , sul fondo della camera per gli irraggiamenti in atmosfera controllata.

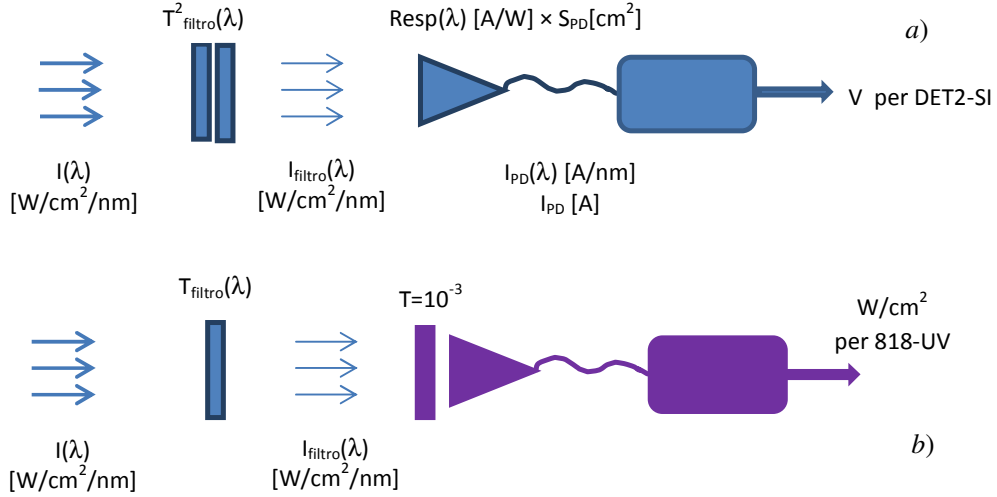


Figura A1. Schemi per calcolare il fattore di conversione dal segnale dei fotodiodi all'intensità della lampada sui campioni: a) in aria e b) in atmosfera controllata.

A1. Calcolo intensità in aria con fotodiodo Thorlab DET2-SI

L'intensità della radiazione della lampada, che vogliamo calcolare sul piano di irraggiamento, è data dall'equazione:

$$I [W/cm^2] = F \cdot \Delta\lambda \cdot \sum_i I_i(\lambda_i) \quad (A1)$$

dove $I(\lambda)$ è lo spettro adimensionale in unità arbitrarie della figura 3, $\Delta\lambda$ è il passo di integrazione discreta, corrispondente all'intervallo tra i punti digitalizzati $I_i(\lambda_i)$, che è costante, ed F è il fattore incognito di proporzionalità che ha le dimensioni di [$W/(cm^2 nm)$].

Dopo l'attraversamento dei due filtri Optosigma, vedi la figura A1, la distribuzione spettrale dell'intensità $F \cdot I(\lambda)$ viene così modificata:

$$I_{\text{filtri}}(\lambda)[W/cm^2/nm] = F \cdot I(\lambda) \cdot T_{\text{filtro}}^2(\lambda) \quad (A2)$$

Possiamo calcolare la percentuale della potenza della radiazione che attraversa i filtri nell'intervallo 200-400 nm:

$$\sum_i [I_i(\lambda_i) \cdot T_{\text{filtro}}^2(\lambda_i)] / \sum_i I_i(\lambda_i) = 0,223.$$

Per calcolare la corrente totale i_{PD} prodotta dal fotodiodo, dobbiamo moltiplicare la distribuzione spettrale dell'intensità dopo i filtri data dall'equazione (A2) per la distribuzione spettrale della responsività del fotodiodo $Resp(\lambda)$ e per l'area attiva del fotodiodo A_{PD} , e infine integrare su λ :

$$i_{PD} = A_{PD} \cdot \Delta\lambda \cdot \sum_i [I_{\text{filtri}}(\lambda_i) \cdot Resp_i(\lambda_i)] = A_{PD} \cdot \Delta\lambda \cdot F \cdot \sum_i [I_i(\lambda_i) \cdot T_{\text{filtro}}^2(\lambda_i) \cdot Resp_i(\lambda_i)]$$

Per ottenere il segnale in volt V_{PD} misurato dall'oscilloscopio bisogna moltiplicare i_{PD} per la resistenza $R = 1.1 \cdot 10^4 \Omega$ usata nella misura:

$$V_{PD} = R \cdot A_{PD} \cdot \Delta\lambda \cdot F \cdot \sum_i [I_i(\lambda_i) \cdot T_{i \text{ filtro}}^2(\lambda_i) \cdot \text{Resp}_i(\lambda_i)] \quad (A3)$$

Dal confronto delle equazioni (A1) e (A3) otteniamo l'intensità assoluta sul piano dei campioni irraggiati in aria espressa come:

$$I [\text{W/cm}^2] = V_{PD} \cdot \sum_i I_i(\lambda_i) / \{ R \cdot A_{PD} \cdot \sum_i [I_i(\lambda_i) \cdot T_{i \text{ filtro}}^2(\lambda_i) \cdot \text{Resp}_i(\lambda_i)] \}.$$

Inserendo i valori conosciuti, abbiamo:

$$I [\text{W/cm}^2] = 0.685 \cdot V_{PD} [\text{V}] \quad (A4)$$

che è il fattore di conversione cercato.

Ad esempio, l'equazione (A4) permette di calcolare una densità di potenza sui campioni pari a 270 mW/cm^2 corrispondente al valore misurato $V_{PD} = 394 \text{ mV}$.

A2. Calcolo intensità in atmosfera controllata di He con fotodiode Newport 818-UV

Anche in questo caso, l'intensità della radiazione sul piano degli irraggiamenti, che vogliamo calcolare, è data dall'equazione (A1).

Dopo l'attraversamento del singolo filtro Optosigma, vedi la figura A1, la distribuzione spettrale dell'intensità $F \cdot I(\lambda)$ viene così modificata:

$$I_{\text{filtro}}(\lambda) [\text{W}/(\text{cm}^2 \text{ nm})] = F \cdot I(\lambda) \cdot T_{\text{filtro}}(\lambda) \quad (A5)$$

L'intensità totale dopo il filtro sarà data dalla somma dei contributi spettrali dell'equazione (A5):

$$I_{\text{filtro}} [\text{W/cm}^2] = \Delta\lambda \cdot \sum_i I_{i \text{ filtro}}(\lambda_i) = F \cdot \Delta\lambda \cdot \sum_i I_i(\lambda_i) \cdot T_{i \text{ filtro}}(\lambda_i) \quad (A6)$$

La percentuale dell'intensità della radiazione che attraversa il filtro (sempre considerando l'intervallo 200 nm-400 nm) è data da:

$$I_{\text{filtro}} / I = \sum_i [I_i(\lambda_i) \cdot T_{i \text{ filtro}}(\lambda_i)] / \sum_i I_i(\lambda_i) = 0.358$$

Seguendo la figura A1, a questo punto la radiazione incontra l'attenuatore A con fattore di trasmissione 10^{-3} e, moltiplicando I_{filtro} (equazione (A6) per questo fattore, si ha la potenza misurata dal fotodiode, che è la quantità nota:

$$I_{PD} [\text{W/cm}^2] = A \cdot I_{\text{filtro}} = A \cdot F \cdot \Delta\lambda \cdot \sum_i I_i(\lambda_i) \cdot T_{i \text{ filtro}}(\lambda_i) \quad (A7)$$

Nell'equazione (A7) abbiamo assunto la responsività del fotodiode indipendente da λ , dato che, nell'intervallo 200 nm-400 nm, la deviazione standard dei valori della responsività intorno al valor medio è di poco superiore al 3%.

Dal confronto delle Equazioni (A1) e (A7) otteniamo l'intensità assoluta sul piano dei campioni irraggiati in atmosfera controllata, espressa come:

$$I [\text{W/cm}^2] = I_{\text{PD}} \cdot \sum_i I_i(\lambda_i) / \{A \cdot \sum_i [I_i(\lambda_i) \cdot T_{\text{filtri}}(\lambda_i)]\} \quad (\text{A8})$$

Inserendo i valori conosciuti nell'equazione (A8), abbiamo:

$$I [\text{W/cm}^2] = 2.8 \cdot 10^3 \cdot I_{\text{PD}} [\text{W/cm}^2] \quad (\text{A9})$$

che è il fattore di conversione cercato.

Ad esempio, al valore misurato di $25 \mu\text{W/cm}^2$ corrisponde una densità di potenza sui campioni pari a 70 mW/cm^2 .

Referenze bibliografiche, indirizzi web e note

[1] V. Liedtke, L. Bača, N. Stelzer, J. Eck, D. Lavielle, T. Rohr: *Development of nano-hybrid transparent polymer film* Proceedings of the 13th International Symposium on Materials in the Space Environment (At Pau, France, 2015).

[2] <http://www.maprad.com/>

[3] <https://en.wikipedia.org/wiki/Sunlight>

[4] <http://www.heliosquartz.com/prodotti/lampade-uv-a-media-pressione/>

[5] https://www.thorlabs.com/navigation.cfm?guide_id=36

[6] Physik Instrumente, modello M-521. Ciascun binario di traslazione è pilotato da un motore DC Mercury C-863.

[7] D. Murra, P. Di Lazzaro, S. Bollanti, S. Fu, A. Baldesi, C.E. Zheng: *Lampada eccimero per fototerapia UV-B: distribuzione spaziale dell'intensità di radiazione emessa* ENEA RT/2003/39/FIS (2003). <http://opac.bologna.enea.it:8991/RT/2003/fis39.pdf>

[8] P. Di Lazzaro, D. Murra, G. Felici, S. Fu: *Spatial distribution of the light emitted by an excimer lamp used for UV-B phototherapy: Experiment and modeling* Review Scientific Instruments **75**, 1332-1336 (2004).

[9] S. Bollanti, G. Clementi, P. Di Lazzaro, F. Flora, G. Giordano, T. Letardi, F. Muzzi, G. Schina, C.E. Zheng: *Excimer lamp pumped by a triggered longitudinal discharge* IEEE Transaction Plasma Science **27**, 211-218 (1999).

[10] <https://www.teamviewer.com/it/>

[11] http://www.adrirobot.it/sensori/sensore_dht11

[12] <http://datasheets.maximintegrated.com/en/ds/DS18B20.pdf>

[13] <http://termopasty.pl/en/produkty/heat-conductive-silicone-paste-en/>

[14] Il fattore di sicurezza FS di un materiale a simmetria circolare/cilindrica che deve sostenere una differenza di pressione P è dato dalla formula: $FS = (MR \times T^2) / (1,1 \times P \times R^2)$, dove MR è il modulo di rottura del materiale, T è lo spessore del materiale, R è il raggio della zona sottoposta alla differenza di pressione P, 1,1 è un coefficiente empirico quando P ed MR sono espressi in psi e T ed R sono espressi in pollici. Nel nostro caso, il fused silica ha MR = 48,3 MPa = 7.000 psi, T = 14 mm = 0,55 pollici, P = 1 atm = 14,7 psi, R = 96 mm = 3,78 pollici. Ne segue FS = 9,16. Abbiamo scelto lo spessore T in modo da avere un valore di FS circa doppio rispetto al valore consigliato sui manuali, che oscilla tra FS = 4 e FS = 5, perché oltre a sostenere la differenza di pressione senza rompersi, la finestra di quarzo non deve flettersi, pena la cattiva tenuta dell'o-ring che sigilla il quarzo sulla camera da vuoto.

[15] http://annol.usv.ro/DOC/Pfeiffer_HiCube80_Eco.pdf

[16] Du Pont Dylux proofing paper. Si tratta di carta con una delle due facce (quella gialla) che si colora solo in presenza di luce UV con una soglia di 5 mJ/cm^2 . Sopra soglia, all'aumentare della dose UV, il colore varia in sfumature dall'azzurro al blu notte. In caso di dosi elevate, la carta satura e il colore vira in arancione. Fornisce una stima qualitativa della distribuzione spaziale della radiazione UV incidente sulla carta. La carta Du Pont Dylux non risulta più in produzione.

[17] <https://www.newport.com/p/818-UV--DB> Il segnale del fotodiode calibrato è letto tramite power meter 843-R.

[18] S. Bollanti, P. Di Lazzaro, D. Murra: *More about the light beam shaping by the integration method* European Physics Journal: Applied Physics **28**, 179-186 (2004).

[19] <http://arohatgi.info/WebPlotDigitizer/>

ENEA
Servizio Promozione e Comunicazione
www.enea.it

Stampa: Laboratorio Tecnografico ENEA - C.R. Frascati
aprile 2017