



Ricerca di Sistema elettrico

## Le Tecnologie Additive: caratterizzazione e qualifica di prodotti

A. Coglitore, U. De Angelis, F. De Pascalis, T. Marcianò, D. Marseglia, M. Nacucchi, F. Palano, A. Spada, A. Tati, G. Barbieri, D. Mirabile Gattia

## LE TECNOLOGIE ADDITIVE: CARATTERIZZAZIONE E QUALIFICA DI PRODOTTI

A. Coglitore, U. De Angelis, F. De Pascalis, T. Marciànò, D. Marseglia, M. Nacucchi, F. Palano, A. Spada, A. Tati, G. Barbieri, D. Mirabile Gattia

Aprile 2021

### Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico - ENEA

Piano Triennale di Realizzazione 2019-2021 - II annualità

Obiettivo: Tecnologie

Progetto: Materiali di frontiera per usi energetici

Work package: Sviluppo dei materiali per Additive Manufacturing, per la produzione di componenti metallici in sostituzione dei prodotti di fonderia (WP3)

Linea di attività: Le tecnologie additive: caratterizzazione e qualifica di prodotti (LA3.8)

Responsabile del Progetto: Daniele Mirabile Gattia ENEA

Responsabile del Work package: Daniele Mirabile Gattia ENEA

## Indice

SOMMARIO.....	4
1 INTRODUZIONE.....	5
2 DESCRIZIONE DELLE ATTIVITÀ SVOLTE E RISULTATI .....	5
2.1 DESCRIZIONE DELLA PREPARAZIONE DEI CAMPIONI IN LEGA Ti6Al4V MEDIANTE STAMPA 3D E POST-TRATTAMENTI .....	5
2.2 METODOLOGIE SPERIMENTALI PER LA VALUTAZIONE DELLA QUALITÀ DEI PRODOTTI. CONTROLLI NON-DISTRUTTIVI: ULTRASUONI E TOMOGRAFIA X .....	7
2.2.1 <i>Ultrasuoni</i> .....	7
2.2.1.1 Caso Oggetto piano .....	9
2.2.1.2 Caso: oggetto Cilindrico .....	10
2.2.2 <i>Tomografia computerizzata a raggi X</i> .....	15
2.3 METODOLOGIE SPERIMENTALI PER LA VALUTAZIONE DELLA QUALITÀ DEI PRODOTTI. TEST MECCANICI E TERMICI .....	19
2.3.1 <i>Descrizione della procedura di prova dei test meccanici</i> .....	19
2.4 METODOLOGIE SPERIMENTALI PER LA VALUTAZIONE DELLA QUALITÀ DEI PRODOTTI. ANALISI MICROSTRUTTURALI .....	21
2.5 RISULTATI .....	21
2.5.1 <i>Ultrasuoni</i> .....	21
2.5.1.1 Piastra .....	21
2.5.1.2 Cilindri privi di finitura superficiale ( <i>as built</i> ) .....	23
2.5.1.3 Campioni cilindrici per prove meccaniche .....	26
2.5.1.4 Dischetti .....	29
2.5.2 <i>Tomografia computerizzata</i> .....	31
2.5.3 <i>Prove di trazione e test termomeccanici</i> .....	34
2.5.4 <i>Analisi microstrutturale</i> .....	37
3 CONCLUSIONI.....	48
4 RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI.....	50
5 ABBREVIAZIONI ED ACRONIMI.....	51

## Sommario

L'attività sperimentale ha visto la caratterizzazione di campioni in lega metallica, in particolare Ti6Al4V, prodotti con una stampante 3D, mediante diverse tecniche: Non Distruttive (Tomografia Computerizzata a Raggi X (CT), Ultrasuoni), Distruttive (Prove Meccaniche, indagini microstrutturali). Sono stati prodotti diversi campioni mediante una stampante 3D a letto di polvere di tipo EBM (Electron Beam Melting), la quale prevede la fusione, strato per strato, di particelle sferiche, di dimensioni di qualche decina di micron. La stampa avviene in una camera in condizioni di vuoto e alla temperatura di 700°C. Alcuni dei campioni realizzati sono stati successivamente trattati mediante un processo di pressatura isostatica a caldo in una pressa isostatica a caldo, HIP (Hot Isostatic Press), al fine del miglioramento delle caratteristiche strutturali. I campioni cresciuti in diverse direzioni sono stati analizzati. Le indagini non distruttive, NDT, nei limiti delle diverse tecniche, hanno permesso di evidenziare la presenza di porosità nei campioni stampati, mentre queste non sono state rilevate nei campioni sottoposti a processo mediante HIP. Le indagini microstrutturali hanno confermato alcuni dei risultati evidenziati mediante le NDT, in particolare la presenza delle porosità, anche di dimensioni inferiori rispetto a quelle rilevate mediante CT, e hanno permesso di valutare la microstruttura della lega Ti6Al4V subito dopo la stampa e dopo il processo di HIP. Questi dati sono stati correlati con i dati derivanti dalle prove meccaniche. Queste sono state effettuate in modalità statica uniassiale a temperatura ambiente. Le prove a temperatura superiore a quella ambiente sono programmate per l'ultimo anno di progetto. Il comportamento meccanico dei campioni realizzati mediante EBM si è dimostrato comparabile con quello di campioni realizzati con le tecnologie convenzionali. Sono state condotte inoltre alcune indagini sulle polveri di partenza per utilizzo in stampanti di tipo EBM e DMLS/SLM, in particolare SEM e XRD, al fine di evidenziarne le differenze dal punto di vista microstrutturale.

L'attività, oltre a mettere in luce alcune criticità legate alla caratterizzazione dei componenti realizzati mediante stampa 3D, permettono di effettuare delle valutazioni sull'utilizzo di componenti, realizzate mediante stampa 3D di metalli, in processi energetici, quali quelli della produzione di energia e per applicazioni nel campo dell'alleggerimento strutturale.

## 1 Introduzione

L'attività 3.8 prevede l'esecuzione di caratterizzazioni e test completi su campioni realizzati in lega di Ti (Ti6Al4V) mediante processi di AM, seguendo la normativa tecnica, e l'estensione delle metodologie messe a punto su questi campioni a componenti in scala reale, realizzati con materiale commerciale. L'attività prevede la messa a punto di protocolli di qualifica dei componenti prodotti per AM, con indicazioni sui vari settori applicativi, tenendo conto della normativa esistente.

Per poter fare quanto previsto, l'attività è stata svolta utilizzando un approccio integrato tra varie tecniche di caratterizzazione:

- tecniche di diagnostica non distruttiva (micro/nano-CT, controlli ultrasonori etc.)
- caratterizzazione microstrutturale (microscopia ottica ed elettronica e diffrazione di raggi X)
- prove meccaniche di tipo statico (prove di trazione a temperatura ambiente).

Queste attività sono state svolte nei centri ENEA di Casaccia, Brindisi e Faenza con il supporto del centro di Portici.

E' stato progettato ed implementato un sistema automatico di mappatura ultrasonora, selezionando impulsatori e sonde convenzionali e phased array di opportuna frequenza. L'attività è in parte propedeutica a quella della terza annualità, nella quale si prevede, entro limiti di scala definiti, l'effettuazione di test incrociati a partire dalle analisi delle difettosità mediante mappatura ultrasonora e tomografia a raggi X.

Il sistema di tomografia a raggi X acquistato nel corso del 2020 in Casaccia e quello ad alta risoluzione (nano-CT), già installato presso il laboratorio di Brindisi, hanno permesso l'analisi di provini di piccole dimensioni, utilizzati per prove meccaniche. I risultati ottenuti mediante le prove meccaniche sono stati correlati con i risultati microstrutturali.

## 2 Descrizione delle attività svolte e risultati

### 2.1 Descrizione della preparazione dei campioni in lega Ti6Al4V mediante stampa 3D e post-trattamenti

In figura 1 è riportata l'immagine della stampante EBM (Electron Beam Melting) utilizzata per la stampa dei campioni. Questa consente di stampare oggetti in lega di Titanio, Ti6Al4V, partendo dalla lega in forma di particelle sferiche con dimensioni micrometriche. Nell'immagine sono riportate anche alcune delle fasi di stampa: caricamento delle polveri (a), preparazione della camera di stampa (b); preriscaldamento delle polveri (c) e stampa (d); monitoraggio del processo (e); stampa conclusa (f); estrazione del "build" (g); post-trattamento (sabbiatura) (h).

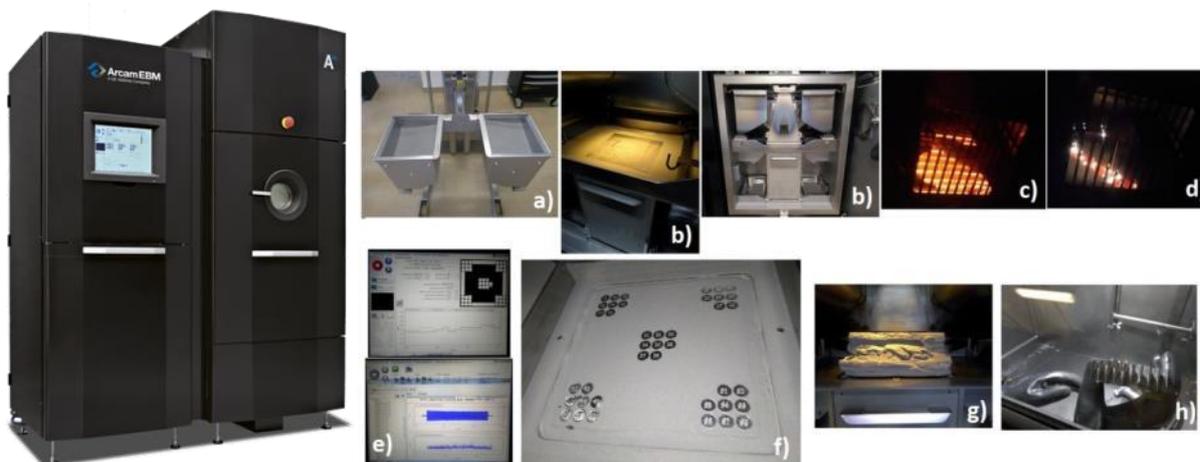


Figura 1: Immagine della stampante 3D a fascio elettronico e letto di polvere ARCAM A2X (EBM) e di alcune fasi del processo di stampa.

I materiali stampabili con questa stampante sono i seguenti: Titanio Ti6Al4V, Titanio Ti6Al4V ELI, Titanium Grade 2, Cromo-Cobalto, ASTM F75, Lega di Nichel 718. Le dimensioni di stampa sono: 200 mm x 200 mm x 380 mm.

L'interesse nell'utilizzo del processo EBM rispetto ad altri, quali quello Laser, DMLS/SLM, è legato a una maggiore velocità di stampa dell'EBM, presentando un "build rate" pari a 80 cm<sup>3</sup>/h e una potenza nominale di 3 kW. L'EBM, tra le varie tecniche di stampa di metalli, è quella che presenta il consumo di energia specifico (SEC) minore. [1, 2]. In generale il processo, a letto di polvere, prevede che il fascio di elettroni, focalizzato mediante delle lenti elettromagnetiche, fornisca il calore necessario a fondere localmente le particelle metalliche in strati successivi. Il processo avviene con un costante riscaldamento del piatto di stampa e successivamente del letto di polvere a circa 700°C. Gli stress residui nei componenti realizzati mediante questo processo sono minimi [3]

I provini per le prove da trazione, secondo la normativa ASTM E8 [4], sono stati realizzati mediante lavorazioni meccaniche. Questi sono stati realizzati a partire da piastre (asse del provino ortogonale alla direzione di crescita) e da cilindri (asse del provino parallelo alla direzione di crescita).

I campioni dopo queste lavorazioni sono osservabili in Figura 2.

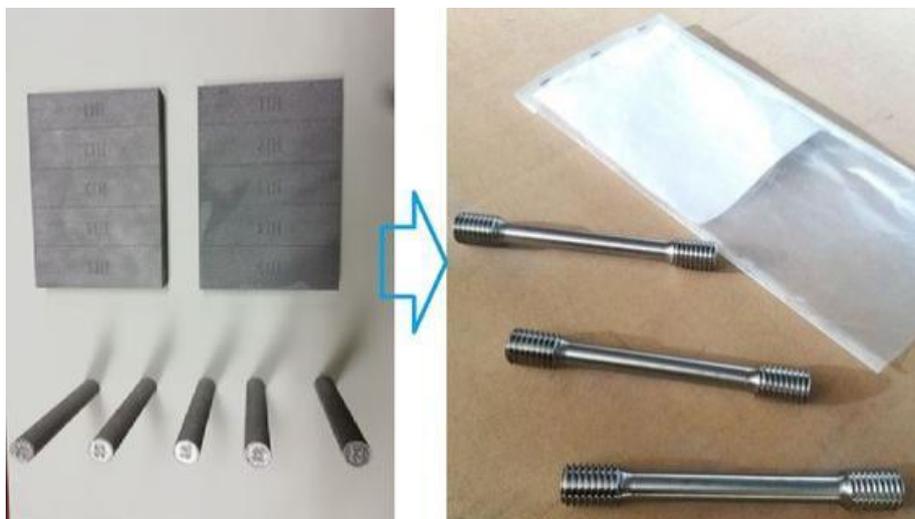


Figura 2: immagine dei provini da trazione (ASTM E8) realizzati a partire dalle piastre e dai cilindri.

Al fine di verificare l'effetto di trattamenti termo-meccanici sulla microstruttura e sulle proprietà meccaniche dei componenti realizzati mediante stampa 3D, alcuni campioni sono stati trattati mediante processo di pressatura isostatica a caldo (HIP). Nella figura 3, è riportata l'immagine della HIP, QIH 21 M URQ della Quintus, presente presso il Centro di Casaccia, a), e alcuni dettagli quali la camera, b), i cestelli porta-campioni in molibdeno, c), e la fornace, d), con all'interno il portacampioni e dei campioni da trattare, dopo l'inserimento all'interno della camera di processo.



Figura 3: Immagine della pressa isostatica a caldo (HIP) QIH 21 M URQ della QUINTUS

Nel proseguo i campioni che sono stati processati mediante HIP verranno indicati con la lettera “H”, mentre quelli non processati con la sigla “NH”.

## 2.2 Metodologie sperimentali per la valutazione della qualità dei prodotti. Controlli non-distruttivi: Ultrasuoni e Tomografia X

### 2.2.1 Ultrasuoni

L’analisi mediante ultrasuoni è stata utilizzata inizialmente per lo studio delle porosità interne al processo di stampa.

Il sistema automatico ad ultrasuoni è composto da:

- sonda ultrasonora
- pulsatore/amplificatore
- oscilloscopio
- posizionatore
- computer con controller motori/encoders
- Software di acquisizione ed elaborazione



Fig. 4 sistemi di acquisizione per la mappatura ultrasonora

Il supporto contenente la sonda viene fatto scorrere sulla superficie del pezzo, i dati ultrasonori sono acquisiti, memorizzati ed elaborati dallo strumento che restituisce diverse rappresentazioni grafiche dell'interno del componente in una forma ecografica.

Le informazioni grafiche sono così elaborate sono:

- A-scan: Il segnale ultrasonoro (tensione / tempo) rappresenta il propagarsi del suono all'interno del materiale emesso da un singolo elemento della sonda;
- S-scan: L'insieme dei segnali emessi dai singoli elementi sono visualizzati in un'unica immagine (tensione=colore / tempo);
- C-scan: Il segnale rappresenta il suono che si propaga all'interno del materiale dalla superficie di contatto della sonda fino a giungere alla parete opposta e torna verso l'elemento emettitore. Il software analizza il segnale estraendo i segnali relativi ai difetti presenti nello spessore interno del campione.

Per ogni A-scan si ottiene un valore corrispondente al massimo in ampiezza dell'eco in presenza di un difetto o il valore 0 o il rumore di fondo in assenza di difetto. La sonda scorrendo sul pezzo esegue una scansione e il risultato finale sarà una mappa in mm in falsi colori con le seguenti caratteristiche:

Asse X = scansione in mm

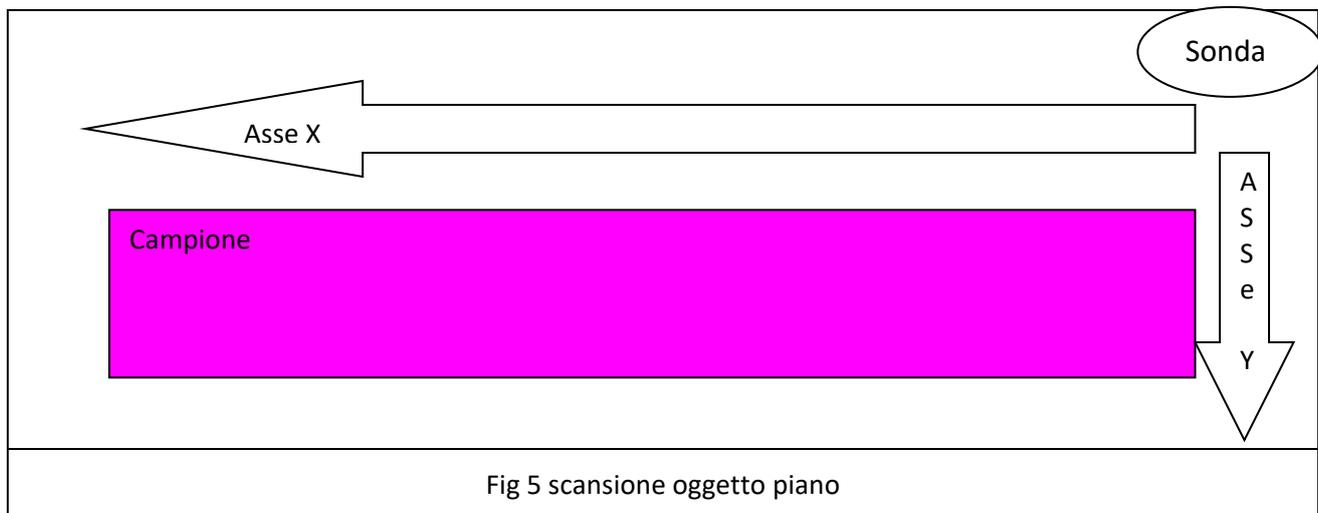
Asse Y = n-elementi della sonda

Colore = ampiezza del segnale all'interno dello spessore

Il segnale di partenza degli ultrasuoni (eco di interfaccia) e quello riflesso dalla superficie opposta a quella d'entrata (eco di fondo) vengono visualizzati sullo schermo dello strumento con dei picchi, la cui distanza risulta proporzionale al tempo (tempo di volo) che gli ultrasuoni impiegano per percorrere il viaggio di andata e di ritorno dalla sonda alla superficie riflettente presente all'interno del materiale. Se durante tale percorso il fascio ultrasonoro incontra delle discontinuità esse fungono da riflettori, e sullo schermo, tra i due precedenti picchi (eco di interfaccia ed eco di fondo), ne compariranno degli altri che rappresentano delle indicazioni relative al tipo di discontinuità incontrate. I segnali più forti (picco più alto) si rivelano nel C-scan con colori spostati verso il giallo-rosso, mentre segnali più attenuati con colori spostati verso il verde-blu.

Tutti i metodi si avvalgono di sistemi automatici che guidano l'operatore a valutare la salute del componente in modo veloce e ripetibile sollevandolo da un compito certo volte lungo e stancante. L'esame ultrasonoro è un metodo molto efficace se abbinato ad un sistema d'ispezione motorizzato. A tale scopo, ENEA ha sviluppato per le proprie attività di ricerca sui nuovi materiali e componenti utilizzati in campo industriale e civile, un software di acquisizione ed elaborazione dedicato ai controlli non distruttivi. Il software gestisce, tramite computer e schede elettroniche, dei sistemi motorizzati ed acquisisce i segnali provenienti dai sensori relativi al metodo utilizzato. I dati ottenuti sono elaborati per ottenere delle mappature in bianco e nero e falsi colori che evidenziano i difetti presenti nel materiale. La configurazione degli assi di scansione dipende dall'oggetto in esame. Prendiamo in considerazione i due casi considerati in questa linea di attività del progetto.

### 2.2.1.1 Caso Oggetto piano



La sonda ad ultrasuoni (UT) ispeziona dall'alto l'oggetto in esame. Entrambi sono immersi in acqua, quest'ultima permette il passaggio dell'onda acustica dalla sonda al pezzo. L'onda acustica generata dalla sonda è diretta verso il basso (asse Z) e viene riflessa dalle superfici ad essa perpendicolari.

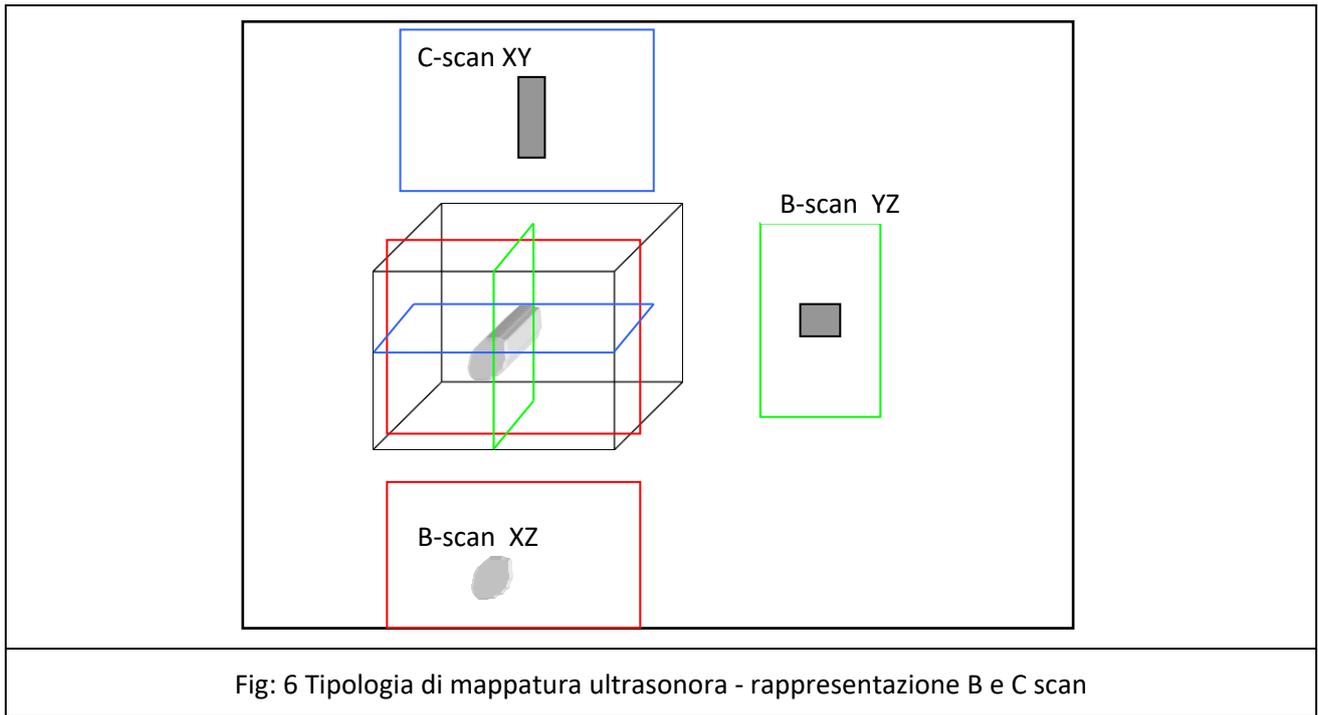
Il primo eco riflesso è la superficie del pezzo più vicina alla sonda (eco di superficie). Un secondo eco è generato dalla superficie opposta (eco di fondo). L'onda acustica attraversa tutto lo spessore evidenziando eventuali difetti. L'insieme di questi echi prende nome di rappresentazione A-scan o segnale Radiofrequenza (frequenza UT espressa in MHz) o segnale UT. Se limitiamo la nostra osservazione alla sola superficie del campione e trasliamo la sonda nella direzione X e Y otteniamo una mappatura dell'oggetto in esame (figura 5). Come un sonar di una nave che esplora il fondo oceanico, la sonda esplora il pezzo ottenendo diverse informazioni numeriche in quanto ogni eco è formato da onde sinusoidali smorzate con frequenza dipendente dalla sonda riassumibili in 2 valori:

- Ampiezza massima dell'eco modulata per due ragioni:
  1. ortogonalità della superficie ( esterna o interna, superficie o fondo) rispetto al fascio ultrasonoro
  2. difetti presenti in superficie
- Distanza dell'eco di superficie dalla sonda

La sonda ad ultrasuoni scansiona l'oggetto nella direzione X e Y, con una modalità di movimento cosiddetta a greca, tramite un sistema di movimentazione controllato da PC. Il computer, per mezzo di una scheda oscilloscopio, acquisisce i segnali UT per ogni punto della scansione della sonda. Il risultato finale è un file di grandi dimensioni che contiene tutti i segnali della scansione. Un software dedicato elabora il file memorizzato per estrarre diverse informazioni sotto forma di mappatura grafica.

Queste informazioni numeriche abbinate alla posizione della sonda (X e Y) determinano la rappresentazione grafica chiamata mappatura ultrasonora. La rappresentazione C-scan mostra l'informazione di massimo assoluto e il D-scan la distanza dalla sonda in mm. Entrambe le rappresentazioni mostrano l'oggetto dall'alto.

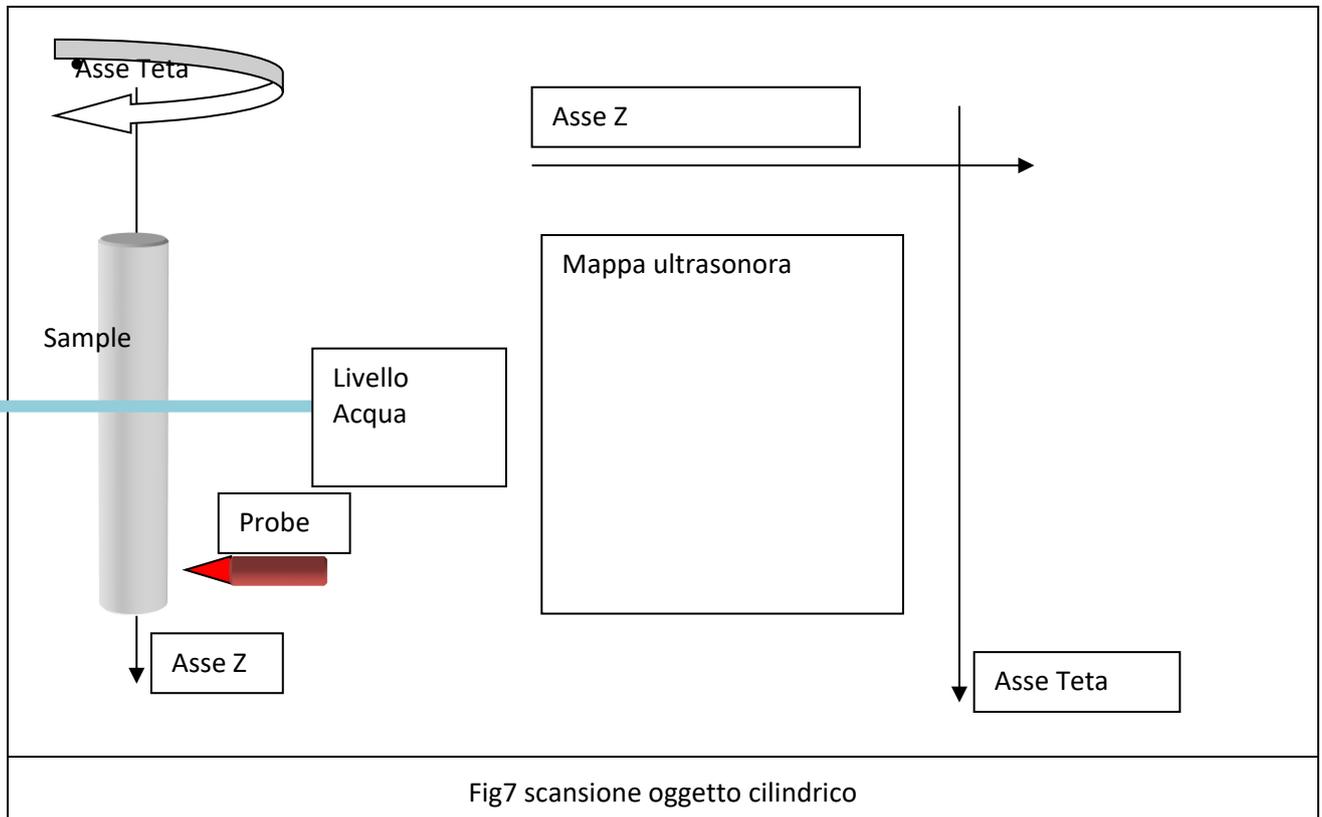
Il C-scan è fondamentale perché se l'oggetto ha una superficie piana o costante, l'eco riflesso dovrebbe essere costante nella direzione X e Y. Se non lo è ci sono dei difetti superficiali o subsuperficiali. Il D-scan rappresenta il profilo Z dell'oggetto nelle direzioni X e Y similmente ad un profilometro laser mostra la forma dell'oggetto. La rappresentazione B-scan mostra una sezione verticale dell'oggetto, essa rappresenta l'ecografia dell'oggetto, in maniera analoga all'ecografia effettuata in ambito medico (figura6).



2.2.1.2 Caso: oggetto Cilindrico

Se l'oggetto è circolare come tubi o anelli cambiano gli assi di traslazione nel seguente modo (figura 7):

- Asse di traslazione X -> Asse di traslazione Z
- Asse di traslazione Y -> Asse di rotazione Teta



La sonda rimane fissa, l'oggetto ruota su se stesso e nel contempo trasla lungo Z. La sonda è immersa completamente in acqua mentre il campione si muove immergendo solo la parte esaminata.

Il movimento così descritto permette la scansione dell'intera superficie. La mappatura C-scan rappresenta il tubo aperto lungo Z e steso su un piano.

Sono state effettuate delle prove preliminari su una piastra in lega di titanio Ti6Al4V realizzata mediante additive manufacturing avente dimensioni 150X100X15 mm<sup>3</sup> mediante le sonde disponibili in laboratorio, ossia sonde convenzionali a contatto per immersione piane e focalizzate con frequenze comprese tra 1 e 15 MHz.

Dall'analisi dei pochi lavori in letteratura riguardanti l'applicazione di controlli ultrasonori su campioni metallici realizzati per additive, si evince che sono state utilizzate differenti tecniche, sia con sonde convenzionali a contatto [5] o in immersione [6], che con sonde phased array [7 - 10].

E' stata anche sviluppata una tecnica in cui le onde ultrasonore superficiali sono prodotte da una sorgente laser e rilevate da sonde convenzionali. [11 - 13]. In [7] vengono utilizzate la tecnica phased array (PAUT) e la tecnica Full Matrix Capture (FMC).

La tecnica PAUT è più flessibile grazie a tutte le sue differenti configurazioni. In questo modo è possibile settare la configurazione ottimale per ogni campione. Al contrario, la tecnica FMC è una tecnica con un grande potenziale nell'individuazione di difetti e molto più semplice dal momento che è utilizzata sempre l'apertura completa con un singolo elemento emettitore alla volta. Un miglior rapporto segnale/rumore significa miglior sensibilità e risoluzione. L'utilizzo di una sonda da 10 MHz rispetto a quella da 5 MHz ha permesso di ottenere un maggiore rapporto segnale/rumore.

Nella maggior parte dei lavori la tecnica ultrasonora viene utilizzata su materiali come acciaio [ 5,6, 9, 10] e alluminio [8-10]. In [13] la tecnica ultrasonora laser è stata applicata su campioni in Inconel 710 e Ti6Al4V prodotti mediante additive manufacturing, riuscendo a rilevare difetti come mancanza di fusione, mancanza di adesione e porosità.

In alcuni lavori scientifici è stata studiata la correlazione tra i risultati dei controlli ultrasonori e la rugosità superficiale. [11, , 8-10]. La rugosità superficiale influisce sui risultati dei controlli ultrasonori. Infatti, l'energia acustica trasmessa da un mezzo ad un altro dipende fortemente dalla rugosità superficiale: l'aumento di essa riduce l'energia trasmessa dal fascio ultrasonoro, che riduce di conseguenza la pressione ultrasonora trasmessa e quindi la capacità di rilevazione dei difetti. In [11] è stato rilevato un aumento dell'ampiezza del segnale del laser che genera onde superficiali ed una diminuzione del rapporto segnale-rumore all'aumentare del livello di rugosità.

In [8] viene utilizzato il metodo phased array per il controllo di componenti in alluminio realizzati per additive manufacturing, ottenendo dei risultati promettenti con sonde da 10 MHz anche su superfici rugose.

In [9] viene studiata l'influenza della rugosità superficiale su campioni in acciaio ed alluminio realizzati mediante stampa 3D, analizzati mediante tecnica ultrasonora con sonde da 4 e 5 MHz. La soluzione prospettata per risolvere le problematiche relative alla rugosità superficiale è quella di prevedere sempre una lavorazione meccanica superficiale dei campioni o quella di utilizzare delle sonde customizzate.

In [10], mediante test su campioni in alluminio con sonde phased array da 3.25 e 5 MHz con diversi tipi di suddivisioni in gruppi di elementi e di focalizzazioni, viene tuttavia dimostrato che non vi è una diretta proporzionalità tra rugosità superficiale e ampiezza del segnale ultrasonoro. Lo studio dimostra che, selezionando opportunamente il mezzo accoppiante e la frequenza della sonda, è possibile rilevare correttamente la dimensione dei difetti anche su superfici rugose.

In generale, l'attenuazione del segnale aumenta quando si utilizzano sonde ad alta frequenza e lo scattering dalle superfici rugose può mascherare la presenza di un difetto vicino alla superficie.

Se la variazione di rugosità è inferiore alla lunghezza d'onda, l'ampiezza del fascio sarà ridotta ma sarà mantenuta la forma del fascio. D'altra parte però la condizione della superficie distorcerà il fascio.

L'utilizzo di una sonda da 3.25 MHz e il settaggio di una distanza focale prossima alla superficie permette di ottimizzare la pressione ultrasonora nella regione di interesse.

Per quanto riguarda la rilevazione dei difetti, il numero di elementi usati è stato ottimizzato sulla base della dimensione degli stessi e del rapporto segnale rumore desiderato: maggiore è la dimensione del difetto, meno elementi della sonda devono essere attivati. Sono state valutate diverse alternative disponibili per realizzare un set-up sperimentale, al fine di individuare quello in grado di fornire il maggior numero di informazioni sul campione e di permettere lo sviluppo di una procedura di controllo automatica o semiautomatica.

Per i test preliminari sulla piastra (figura 8) si è scelto di utilizzare la tecnica ultrasonora in riflessione (pulse-echo), in cui la sonda ultrasonora funge da emettitore di onde ultrasonore e da ricevitore delle onde riflesse, sia a contatto che in immersione, e differenti pulsatori ultrasonori (Panametrics 5073PR, Panametrics 9100 e Omniscan MX2 Olympus). Sono stati, pertanto, messi a punto diversi setup, sia in modalità manuale, che semiautomatica ed automatica. Sono stati eseguiti dei controlli con le sonde convenzionali collegate all'impulsatore Panametrics 9100, utilizzando:

- 1) Sonde per immersione focalizzate da 5, 10 e 15 MHz
- 2) Sonde piane a contatto da 10 MHz e 15 MHz

Inoltre è stato possibile evidenziare come la scelta del setup sperimentale e la qualità dei controlli dipendano dalla finitura superficiale e dalla rugosità della superficie del pezzo realizzato per additive manufacturing.

Ciò ha permesso di identificare il setup e le sonde ottimali. Le sonde che hanno garantito i migliori risultati sono quelle focalizzate ad elevata frequenza. Quindi, le sonde che hanno dato migliori risultati nel controllo manuale a contatto (sonde focalizzate da 10 e 15 MHz e sonda piana da 15 MHz) sono state montate sul sistema di movimentazione automatico C-scan.

Si è deciso, sulla base di queste prove preliminari e della precedente esperienza su componenti in superlega realizzati per additive, di acquistare delle sonde convenzionali focalizzate ad alta frequenza (15-25 MHz) con distanza di focalizzazione differente.

Successivamente è stata utilizzata anche la tecnica ultrasonora phased array, sempre in riflessione. La piastra è stata pertanto controllata da entrambi i lati.

In tutti i controlli ND è stato utilizzato un impulsatore ultrasonoro Omniscan MX2 Olympus, ma sono stati sperimentati tre diversi set-up di prova (figura 9):

- Controllo manuale a contatto con gel con sonda PA 64 elementi 3.5 MHz Olympus con zoccolo;
- Controllo semiautomatico in immersione con sonde PA 64 elementi da 3.5 MHz e 5 MHz Olympus montate su opportuno portasonda in teflon;
- Controllo semiautomatico con sonda Rollerform PA 64 elementi 5 MHz dotata di encoder e laser.

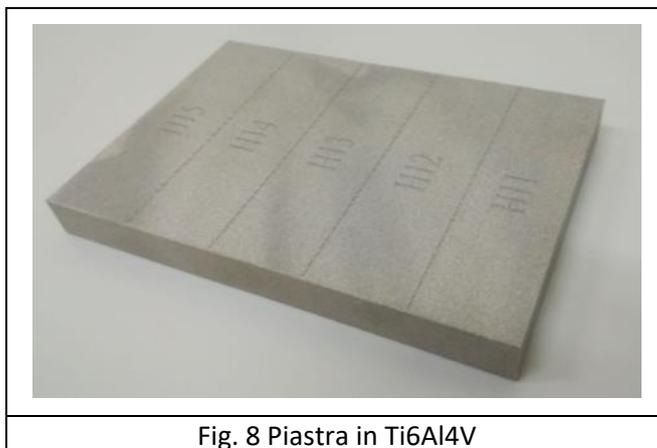


Fig. 8 Piastra in Ti6Al4V



Fig. 9 Campione in immersione con sonda e portasonda in due differenti setup

La tecnologia Phased Array si basa sull'utilizzo di trasduttori suddivisi in elementi individuali, che possono essere comandati in modo indipendente. Questi sensori sono collegati a dispositivi elettronici di comando specifici, che permettono di emettere e di ricevere in modo indipendente e simultaneo su ognuna delle linee. Questi dispositivi elettronici devono, inoltre, poter inserire ritardi elettronici differenziati per ogni linea, sia in emissione, sia in ricezione. La scansione elettronica consiste nel deviare nello spazio un fascio elettronico, attivando in modo sequenziale diversi gruppi di elementi del sensore Phased Array. La focalizzazione elettronica si basa sull'utilizzo di ritardi elettronici applicati in emissione e in ricezione su ognuna delle linee del sensore. La focalizzazione elettronica permette di utilizzare un unico sensore Phased Array, laddove sarebbero necessari diversi sensori a singolo elemento dotati di diverse distanze focali. Il pulsatore ultrasonoro per la gestione dell'elettronica Phased Array è l'Omniscan MX2 dell'OLYMPUS (Figura 10). L'Omniscan MX2, un apparecchio modulare e portatile, offre una velocità di acquisizione elevata, adattere eseguire con efficacia ispezioni manuali ed automatiche.

Lo strumento OmniScan prevede un ingresso per un encoder con cui sincronizzare lo spostamento della sonda. Dopo opportuna calibrazione dell'encoder il sistema è in grado di acquisire in automatico i segnali ultrasonori durante il movimento dell'asse.



Fig. 10 Pulsatore ultrasonoro OMNISCAN MX2 Olympus e portasonda per sonda phased array

La taratura della sensibilità per un gruppo PA normalizza il guadagno delle leggi focali di tutti gli elementi della sonda in modo che producano segnali di simile ampiezza per tutti i riflettori di riferimento. La taratura

della velocità di propagazione dell'onda ultrasonora permette di misurare la velocità reale delle onde ultrasonore nel materiale da ispezionare.



Fig. 11 setup semiautomatici con sonda phased array e Rollerform

Il provino è stato ispezionato mediante sonde piane phased array da 64 elementi che lavorano ad una frequenza di 3.5 MHz e 5 MHz alloggiato in apposito portasonda costruito ad hoc e collegata tramite barra filettata alla guida, in modo da connettere la sonda in maniera solidale all'asse di movimentazione (Figure 10 e 11). L'accoppiamento pezzo-sonda è ottenuto mediante immersione in acqua e il supporto contenente la sonda viene fatto scorrere sulla superficie del pezzo.

La sonda RollerFORM™ Olympus è una nuova sonda phased array dotata di componente rotante che è stata sviluppata per le ispezioni di materiali compositi e di altri materiali a superficie liscia, impiegati generalmente nell'industria aerospaziale. Essa è stata utilizzata solo nelle prove preliminari.

I campioni in Ti6Al4V realizzati per additive manufacturing analizzati in seguito alle prove preliminari sulla piastra sono:

- N. 2 cilindri non lavorati
- N. 3 campioni cilindrici destinati a prove meccaniche (tabella 1 e figura 12)
- N. 2 dischetti

Sulla base dei risultati delle prove preliminari e della geometri dei provini, i controlli ultrasonori su tali campioni sono stati effettuati con sonde convenzionali focalizzate per immersione con frequenza compresa tra 15 e 25 MHz.

Tabella 1: elenco dei campioni dopo lavorazioni meccaniche indagati mediante tecniche ND

Tipologia CAMPIONI	Sigla	Ispezione ND
campione da cilindro (verticale) NON hippato	25 –26 as built	Ultrasuoni
	24 (NH1)	Ultrasuoni/ CT
Campione da piastra (orizzontale) hippato	H2	Ultrasuoni/micro-CT
campione da piastra (orizzontale) non hippato	NH3	Ultrasuoni/micro-CT



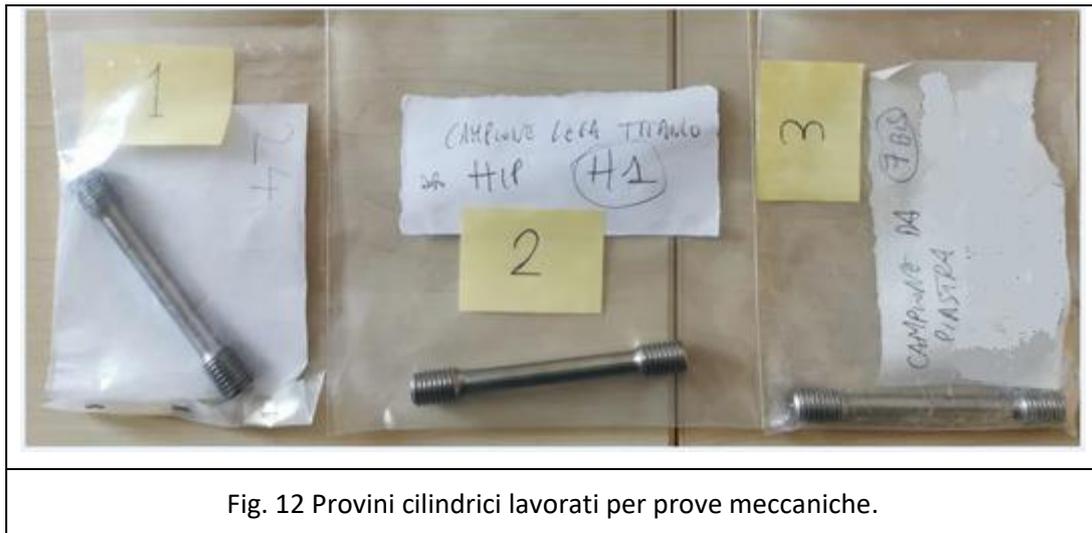


Fig. 12 Provini cilindrici lavorati per prove meccaniche.

### 2.2.2 Tomografia computerizzata a raggi X

Le analisi tomografiche sono state eseguite attenendosi in modo generale alle raccomandazioni della norma ISO 15708 (un sintetico esame della normativa tecnica internazionale applicabile è contenuta nel precedente rapporto tecnico annuale, relativo alla linea di attività 3.7). Lo scopo principale dell'analisi tomografica è quello di analizzare e caratterizzare la microstruttura del materiale, e in particolare di rilevare l'eventuale presenza di difetti e porosità interne e di analizzarne la distribuzione. Le condizioni sperimentali selezionate hanno tenuto conto della profondità di penetrazione dei raggi X nella lega Ti6Al4V. I valori del coefficiente di attenuazione al variare della tensione sono stati calcolati facendo la media pesata dei coefficienti degli elementi costituenti la lega, in base alla loro concentrazione nominale. I valori dei coefficienti per i singoli elementi sono presi dal database del NIST [14]. Nelle due colonne intestate con "t<sub>90</sub>" e "t<sub>99</sub>" della tabella 2 sono elencate le profondità di penetrazione corrispondenti a un assorbimento del 90% e del 99%, rispettivamente. La densità di massa è stata assunta uguale a quella riportata in letteratura pari a 4.420 g/cm<sup>3</sup>; essa è stata confermata misurando il volume e il peso dei campioni, ottenendo un valore compreso tra 4.23 g/cm<sup>3</sup> e 4.58 g/cm<sup>3</sup>.

Tabella 2: profondità di penetrazione e coefficienti di attenuazione di raggi X per lega Ti6Al4V in funzione dell'energia del fascio incidente

	Target Ti-6Al-4V		
Energia (keV)	$\mu/\rho$ (cm <sup>2</sup> /g)	t <sub>90</sub> (cm)	t <sub>99</sub> (cm)
100	2,666E-01	2.0	3.9
150	1,634E-01	3.2	6.4
200	1,309E-01	4.0	8.0

Le scansioni sono state eseguite con due tomografi: uno industriale in modalità mini/micro-fuoco prodotto dalla Gilardoni, con tensione massima operativa di 450 kV e doppia macchia focale di 400  $\mu$ m/1.0 mm, installato presso il Centro ENEA di Casaccia e l'altro in modalità micro/nano-fuoco, prodotto da Phoenix General Electric (ora Baker Hughes), modello Nanotom, con tensione massima operativa di 180 kV e macchia focale minore di 2  $\mu$ m di larghezza, installato presso il Centro ENEA di Brindisi. Si tratta di macchine dalle caratteristiche abbastanza diverse: la prima progettata per l'ispezione di campioni metallici anche di dimensioni relativamente grandi (ad esempio palette di turbina); la seconda progettata per

eseguire indagini ad alta risoluzione su campioni di piccole dimensioni. Una chiara e sufficientemente completa descrizione della tecnica tomografica si trova in [15].

La micro-tomografia (micro-CT) con il Nanotom è stata eseguita solo su due campioni, quello non sottoposto a pressatura isostatica a caldo (campione non “hippato”, NH), corrispondente alla sigla 24 (ovvero NH1) nella tabella 1, e su uno di quelli sottoposti a trattamento dopo la fase di stampa (campione “hippato”), H2. I due campioni hanno medesime dimensioni e forma: struttura cilindrica, con altezza di circa 10 cm e diametro variabile, 12 mm sulla filettatura e 8 mm sul resto della colonna (fig. 13). In entrambi i campioni è stata eseguita una finitura superficiale mediante macchine utensili.



Figura 13: foto rappresentativa dei campioni analizzati

Essendo i campioni metallici, è stato utilizzato il contro-catodo (target) di tungsteno, che permette di lavorare a tensioni più alte rispetto a quelle tipiche del target di molibdeno; sono state selezionate una tensione di accelerazione nel tubo radiogeno di 150KV e una corrente del fascio di 50 $\mu$ A. L'ingrandimento geometrico è stato di 2.5 volte, ottenendo una risoluzione nominale (voxel/pixel size) di 20  $\mu$ m. Per ogni scansione sono state registrate 800 radiografie - ognuna delle quali a sua volta media di tre acquisizioni - con un passo angolare di 0.45°. Il tempo totale di scansione è stato di circa 2 ore e 45 minuti. La policromaticità del fascio è stata ridotta utilizzando un filtro di rame spesso 0.5 mm. Questo accorgimento permette di ridurre il cosiddetto artefatto da “*beam hardening*” che dà luogo a immagini più luminose ai bordi del campione, rispetto alle zone centrali. Questa differente luminosità ai bordi crea problemi in fase di analisi, specialmente quantitativa, delle immagini. La ricostruzione delle sezioni tomografiche è stata effettuata attraverso il software proprietario GE Datos|x. Tale software usa un algoritmo di Filtered Back Projections in grado di generare il set di sezioni tomografiche (*slice*) a partire dall'insieme di radiografie acquisite. In fase di ricostruzione 3D, si completa la correzione da beam hardening, mediante un apposito modulo software, presente nell'applicativo Datos|x. La figura 14 mostra come agisce la correzione da beam hardening su una sezione tomografica del campione.

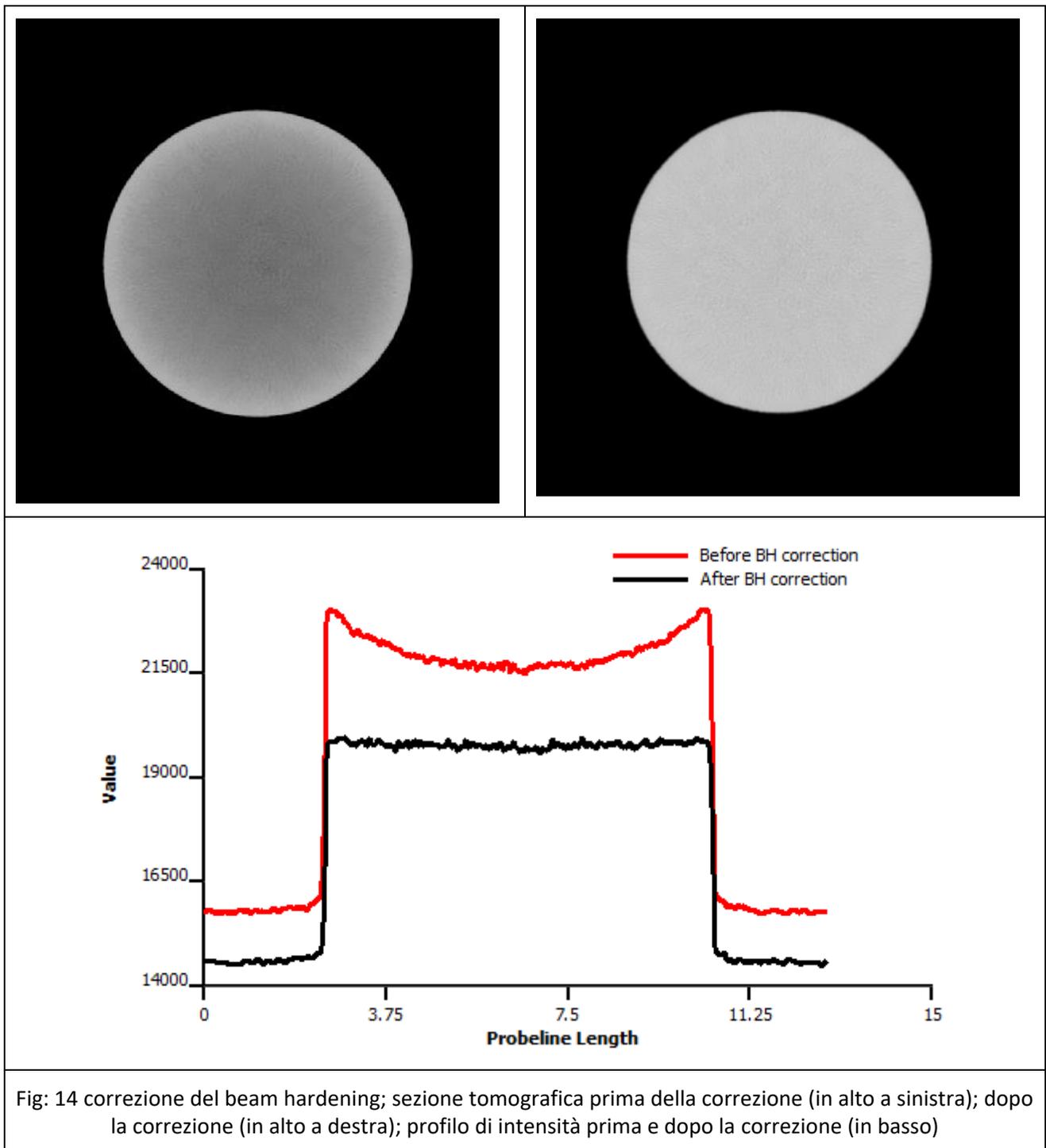


Fig: 14 correzione del beam hardening; sezione tomografica prima della correzione (in alto a sinistra); dopo la correzione (in alto a destra); profilo di intensità prima e dopo la correzione (in basso)

Una volta ricostruito il *dataset* tomografico, cioè il file di volume, l'analisi di porosità è stata effettuata su una zona limitata del campione (vedi figura 15), corrispondente alla colonna centrale priva di filettatura e di altezza pari a 6 cm. La corrispondente dimensione del dataset è di 640x640x3000 voxels. Ad ogni voxels è associato un valore d'intensità codificato con una profondità di 16bit. La riduzione del livello di rumore presente nelle sezioni tomografiche è stata ottenuta applicando un filtro passa basso (non-local-means) [16].

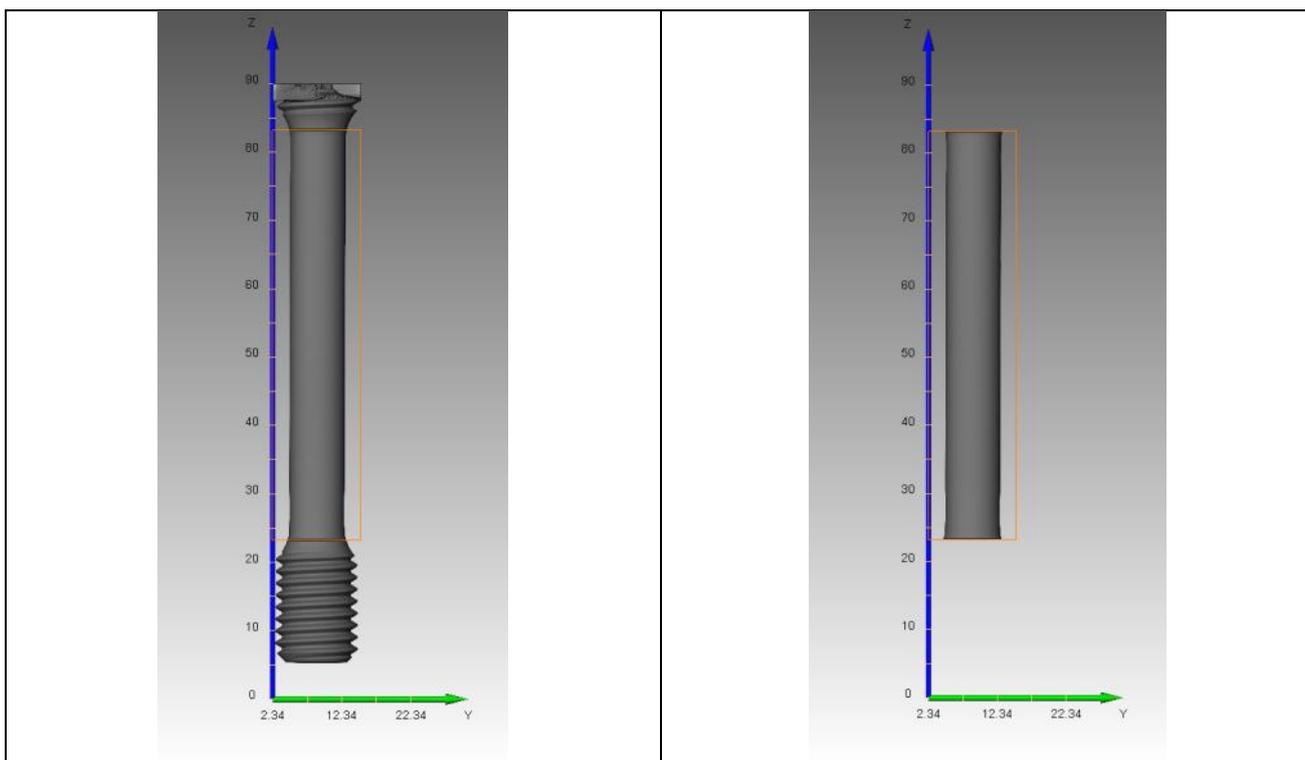


Fig 15: ricostruzione 3D del campione (a sinistra); zona investigata (a destra)

In figura 16 è riportato un confronto tra immagini relative ad una sezione trasversale dell'oggetto prima e dopo l'applicazione del filtro.

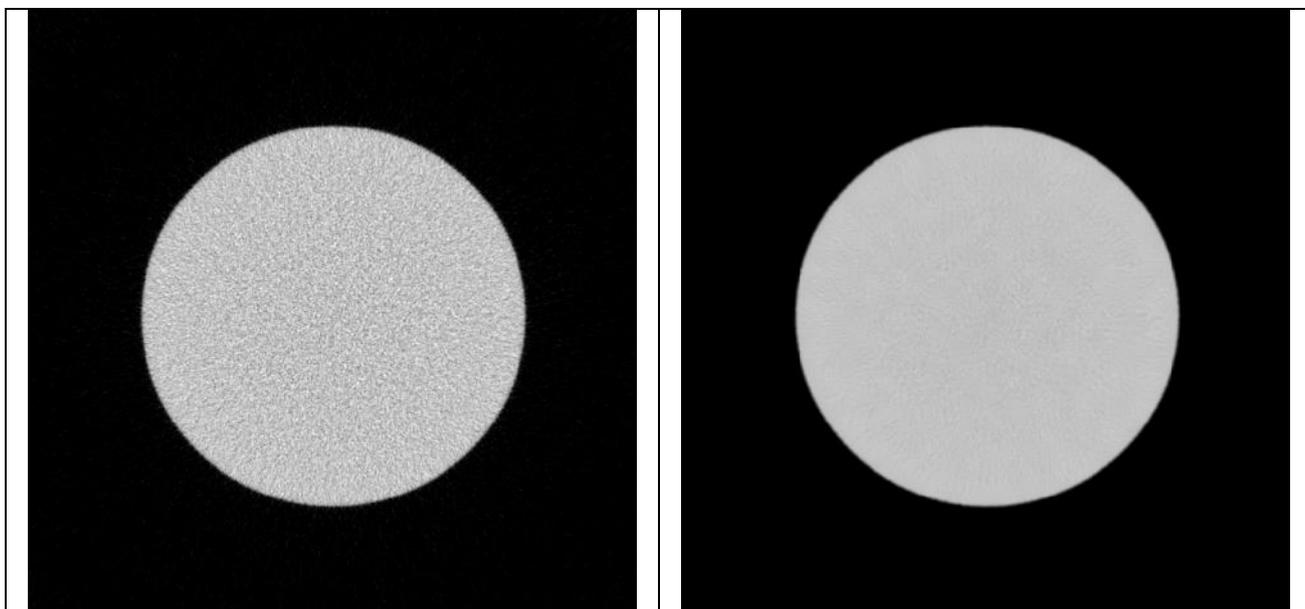


Fig 16: sezione tomografica xy (a sinistra); sezione tomografica filtrata con filtro passa basso (a destra)

Successivamente le immagini sono state segmentate (binarizzate) con l'intento di separare i pori dal resto del materiale. A tal fine è stato utilizzato l'algoritmo di *thresholding*. L'algoritmo si basa su un'analisi dell'istogramma delle intensità dell'intero dataset. Poiché l'istogramma mostra un andamento bimodale (figura 17), il valore della soglia viene fatto coincidere all'incirca con l'ascissa del minimo relativo tra i due picchi della distribuzione. La binarizzazione procede assegnando il valore 1 (materiale) a tutti i voxels il cui valore di intensità è superiore alla soglia e 0 (pori) a quelli sotto la soglia. Il valore della soglia è stato

calcolato utilizzando il metodo di Otsu [17] e, quindi, perfezionato interattivamente dall'operatore con un'analisi visiva delle immagini prima e dopo l'elaborazione. Le fasi di trattamento dati sopra descritte sono state le stesse per entrambi i campioni. All'operazione di segmentazione è seguita quella di identificazione e classificazione degli eventuali pori, come descritto nella sezione risultati.

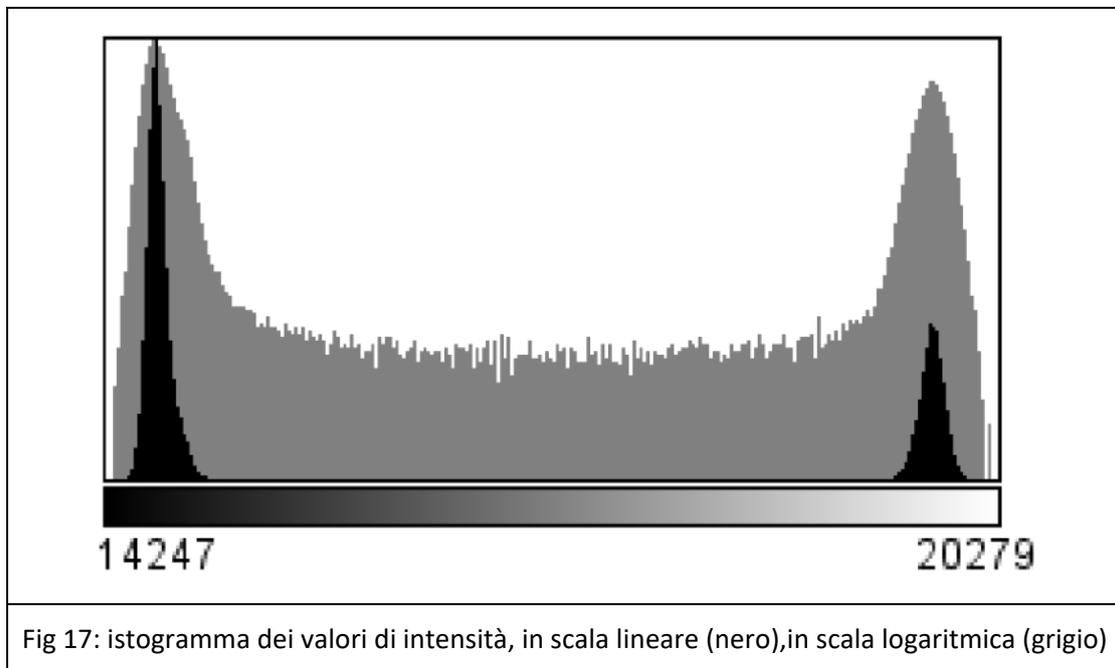


Fig 17: istogramma dei valori di intensità, in scala lineare (nero), in scala logaritmica (grigio)

Le acquisizioni con il tomografo industriale Gilardoni (mini-CT) sono state eseguite a una tensione acceleratrice di 150 kV. E' stata fatta sia un'analisi di porosità che delle inclusioni del campione NH1, analogo a quello NH3 esaminato con il Nanotom. Per la segmentazione e l'analisi si è utilizzato il SW applicativo VGstudio Max prodotto da Volume Graphics, che è uno dei programmi più diffusi per l'analisi tomografica.

## 2.3 Metodologie sperimentali per la valutazione della qualità dei prodotti. Test meccanici e termici

### 2.3.1 Descrizione della procedura di prova dei test meccanici

Le prove di trazione sono state effettuate utilizzando una macchina MTS attrezzata con cella di carico con fondo scala di 100 kN [18, 19] attrezzata con 2 afferraggi opportunamente raffreddati per prove ad alte temperature (figura 18), quello inferiore è dotato di un sistema di centraggio per una corretta distribuzione del carico; per la misura di deformazione è stato utilizzato un estensimetro MTS con fondo scala di 25 mm. Il provino è stato realizzato con geometria e dimensioni come da figura 19.

Sono state effettuate prove di caratterizzazione meccanica a trazione a temperatura ambiente (23 °C) per un totale di 8 test, secondo le normative di riferimento ASTM E 8 [4], UNI 10002 parti 1-5 [20]. I risultati sono elencati nella tabella 4, contenuta nella sezione 2.5.3. Inoltre, per ciascuna temperatura, sono stati condotti tre test, per tipologia di provenienza del campione, piastra (campioni NH) e cilindro (test 21, 22, 24, 25 e 26). Infine, un gruppo di campioni è stato sottoposto ad Hot Isostatic Pressing (HIP) (campioni H).

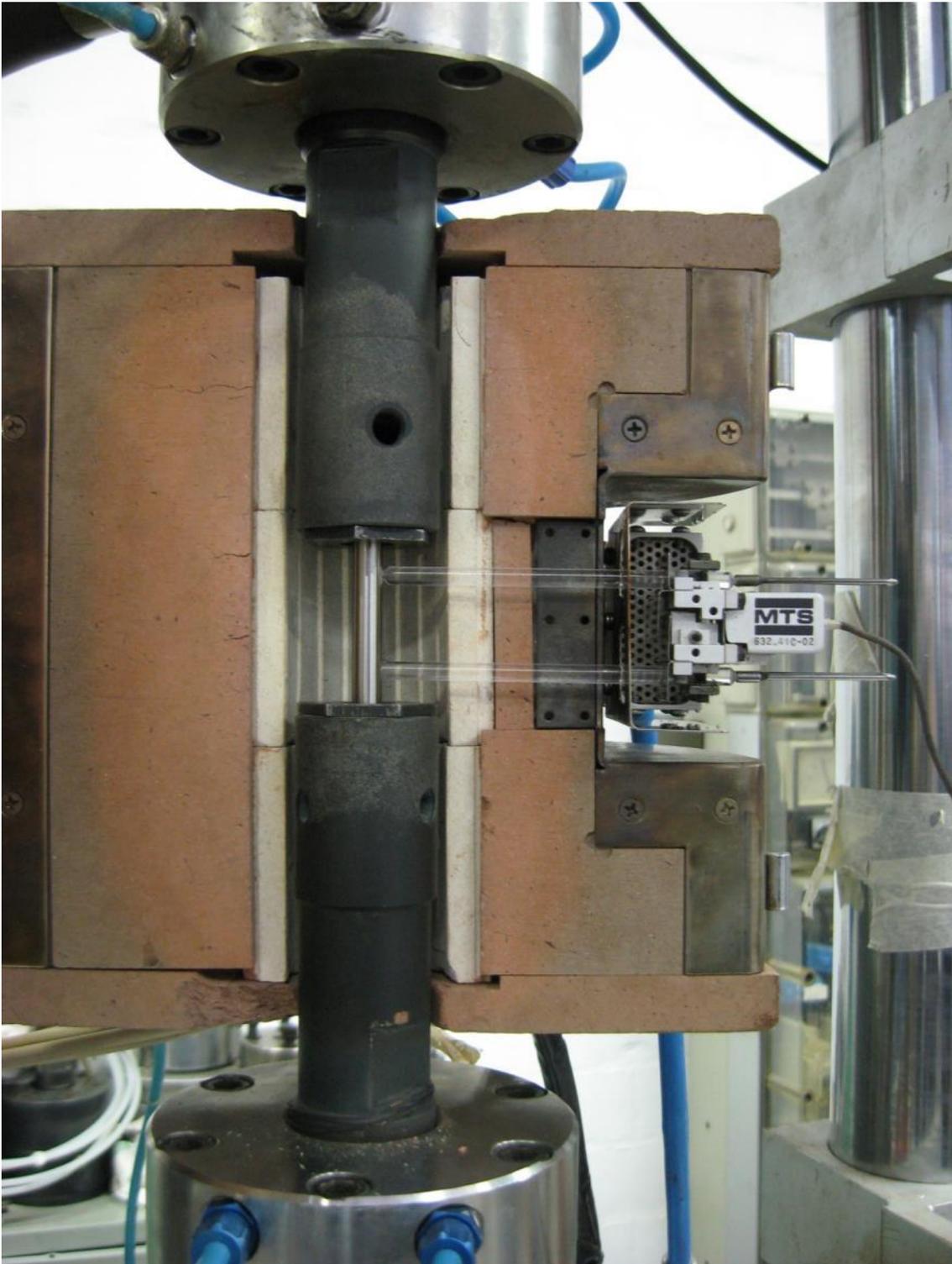


Figura 18 – Assemblaggio per prova di trazione

La velocità di deformazione della prova è stata impostata a  $10^{-4}$  [mm/mm/s] in campo elastico e a 0,001 [mm/mm/s] in campo plastico; sono stati acquisiti carico applicato, corsa del pistone e deformazione, quest'ultima misura fino al raggiungimento del carico di snervamento del provino, dopodiché l'estensimetro è stato rimosso per evitare un suo danneggiamento al momento della rottura del campione.

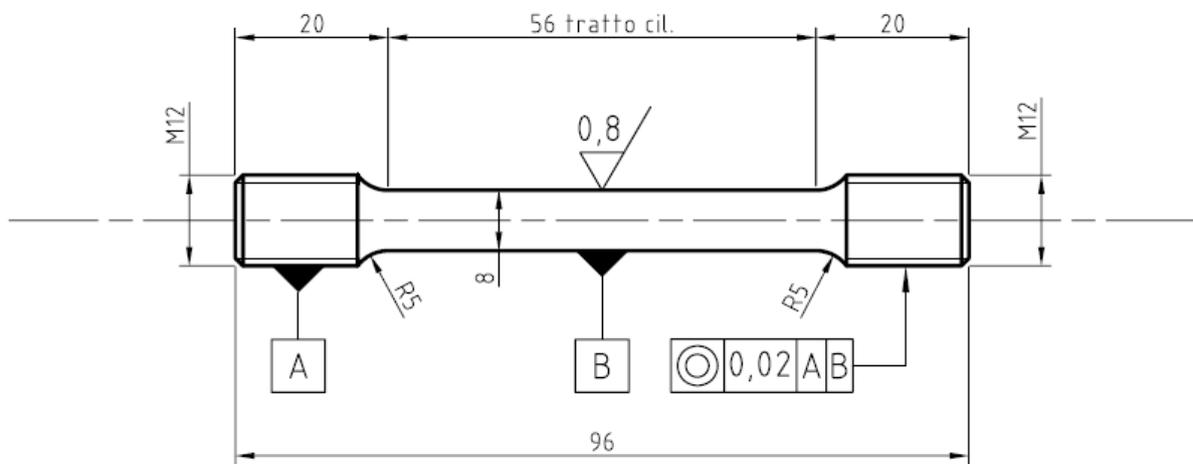


Figura 19 – Provino per prove di trazione

## 2.4 Metodologie sperimentali per la valutazione della qualità dei prodotti. Analisi microstrutturali

I campioni sono stati preparati mediante una preparazione metallografica classica che prevede: taglio, inglobatura, rettifica con carte abrasive e lucidatura, su panni, con paste diamantate, mediante una lucidatrice semi automatica. Per le indagini microstrutturali è stato utilizzato un Microscopio Elettronico a Scansione EVO MA15 della Zeiss. Le osservazioni sono state effettuate a 20 kV, sia mediante il rilevatore di elettroni secondari, SE, che retrodiffusi, BSE.

Il diffrattometro SmartLab Rigaku è stato utilizzato per ottenere i diffrattogrammi X sia delle polveri di partenza che di alcuni campioni tagliati. Il diffrattometro è stato operato a 40 kV e 30 mA, in modalità continua, nell'intervallo 5-90° 2 $\theta$ .

## 2.5 Risultati

### 2.5.1 Ultrasuoni

Vengono di seguito riportati i risultati ottenuti mediante l'utilizzo degli ultrasuoni su campioni di tipo a piastra e cilindro.

#### 2.5.1.1 Piastra

Le immagini seguenti illustrano le configurazioni e i risultati dei test preliminari su piastra. Per motivi di spazio non sono illustrati tutti i setup sperimentali.

Nella figura 20 nel C-scan in alto a sinistra sono evidenti le difettosità rilevate imputabili sia alle porosità presenti nel materiale che allo scattering del fascio ultrasonoro dovuto alla rugosità superficiale della piastra. Nella figura 21 è stata analizzata la distribuzione delle ampiezze delle discontinuità rilevate e calcolata la percentuale di difettosità complessiva rilevata rispetto alla superficie totale della piastra mediante l'utilizzo della sonda focalizzata da 15 MHz.

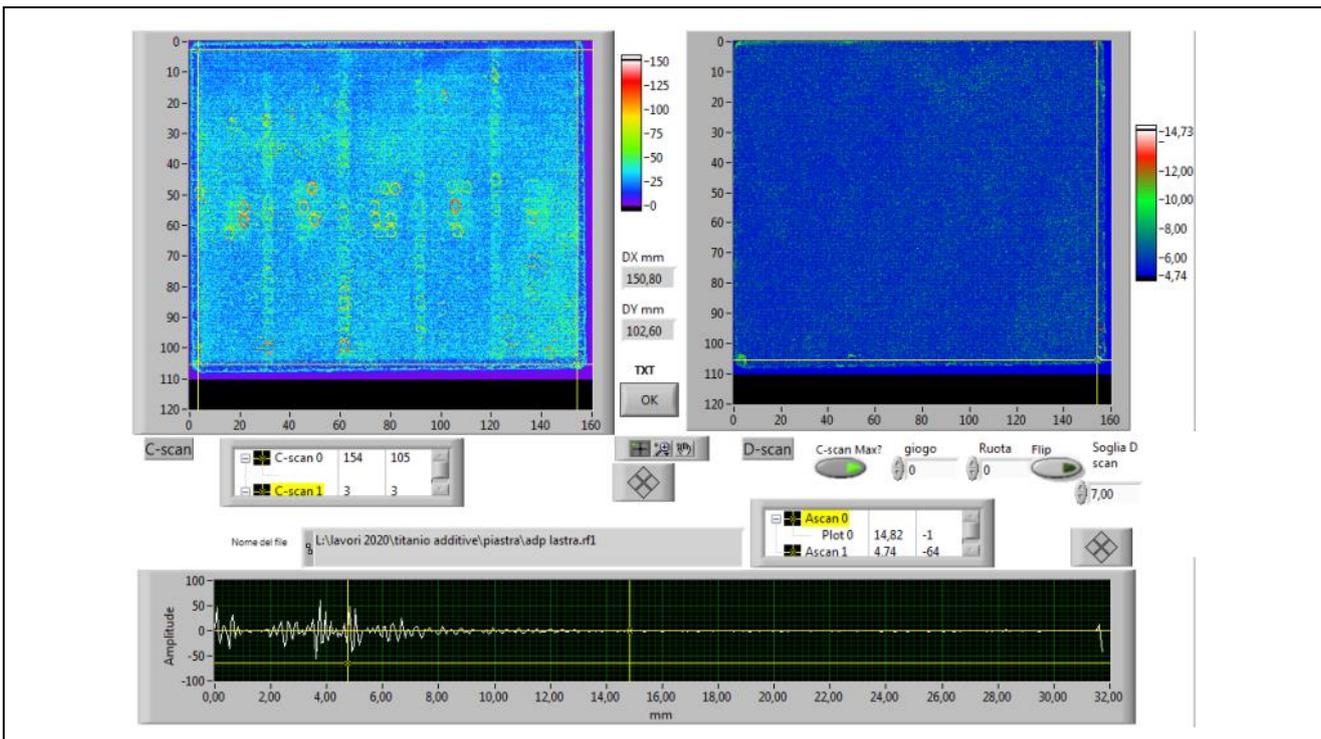


Fig. 20 Controllo automatico in immersione con sonda da 15 MHz (lato scritte) - Mappatura ultrasonora

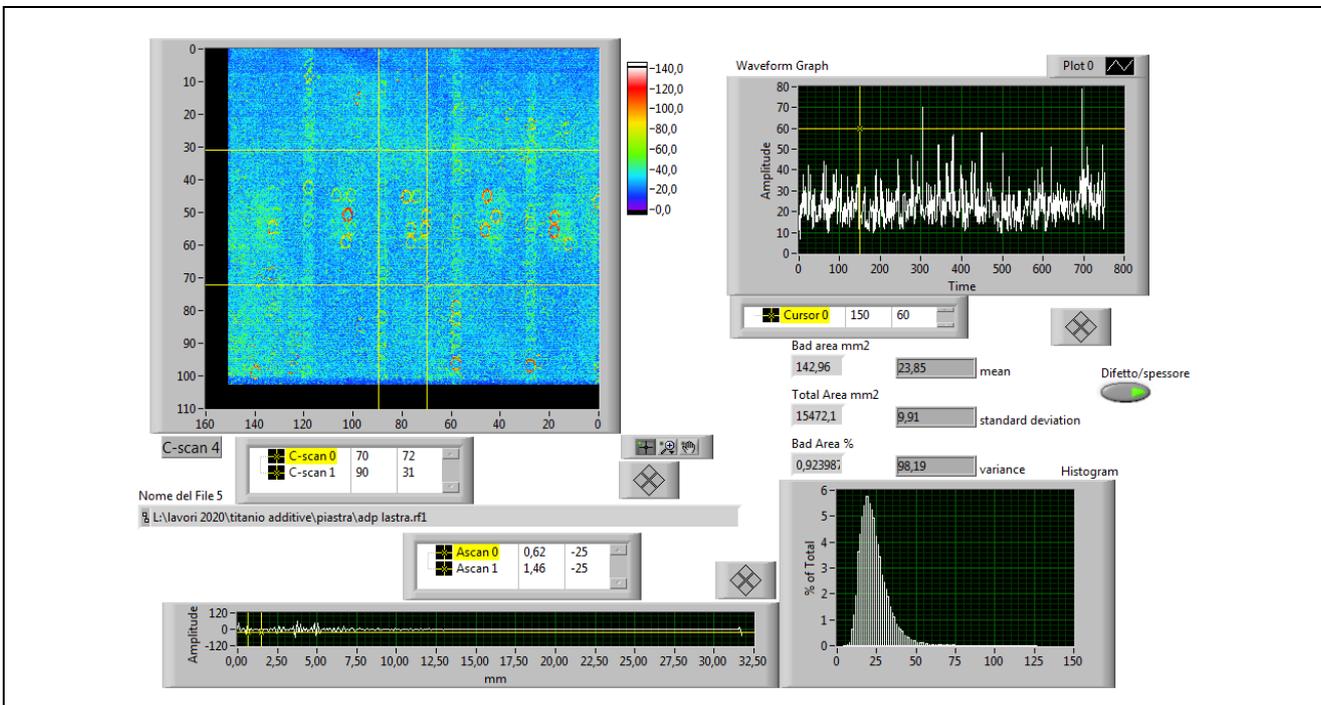


Fig. 21 Controllo automatico in immersione con sonda da 15 MHz (lato scritte) - Analisi delle porosità

### 2.5.1.2 Cilindri privi di finitura superficiale (*as built*)

All'inizio del lavoro la superficie grezza dei campioni stampati in 3D non ha permesso alle prove ultrasonore di rilevare le porosità interne dal diametro equivalente dell'ordine di decine di micron evidenziate dal controllo con il SEM. La superficie ha creato degli echi spuri e nella mappa apparivano degli artefatti non riconducibili a difetti interni.

Tutti i campioni lavorati sottoposti al controllo UT, avendo una superficie liscia e levigata, hanno evidenziato delle porosità interne al di sotto dei 100 micron. I campioni cilindrici lavorati dalla piastra che hanno subito il processo di hipatura non hanno evidenziato differenze con quelli non sottoposti a tale processo. Mentre i campioni ottenuti dal cilindro hanno presentato delle differenze a causa della diversa orientazione di crescita.

Nella figura 22 è rappresentato il setup di prova per il controllo dei cilindri e sono indicati le caratteristiche della strumentazione utilizzata e i parametri adottati per l'acquisizione ultrasonora automatica.

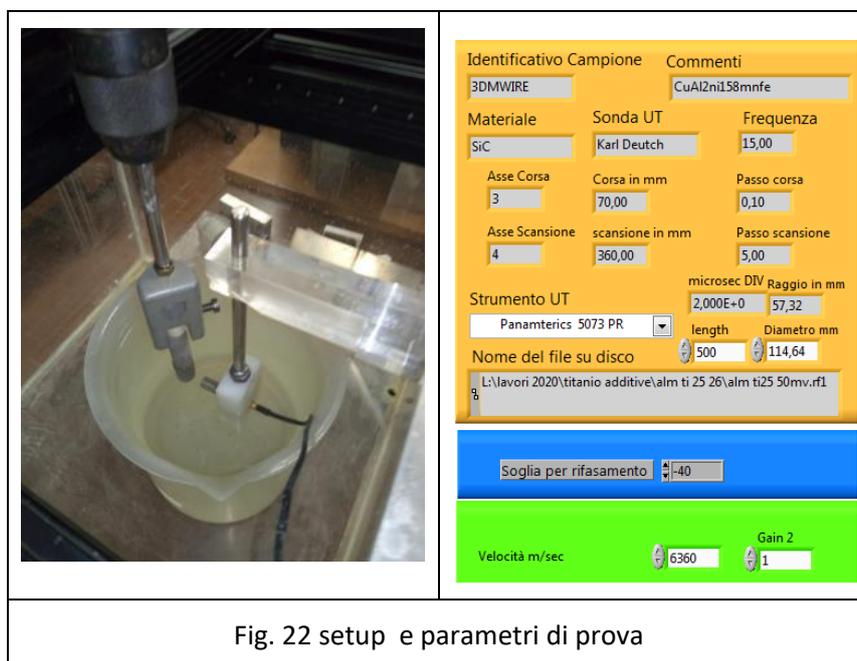


Fig. 22 setup e parametri di prova

Nelle figure 23 e25 sono riportate le rappresentazioni ultrasonore dei cilindri analizzati che permettono di visualizzare (nel Cscan in alto a sinistra è rappresentato lo sviluppo della superficie del cilindro) le difettosità rilevate imputabili sia alle porosità presenti nel materiale che allo scattering del fascio ultrasonoro dovuto alla rugosità superficiale dei cilindri. E' stata quantificata la percentuale di porosità rilevata in ogni cilindro rispetto alla superficie totale e l'ampiezza media e la varianza delle difettosità.

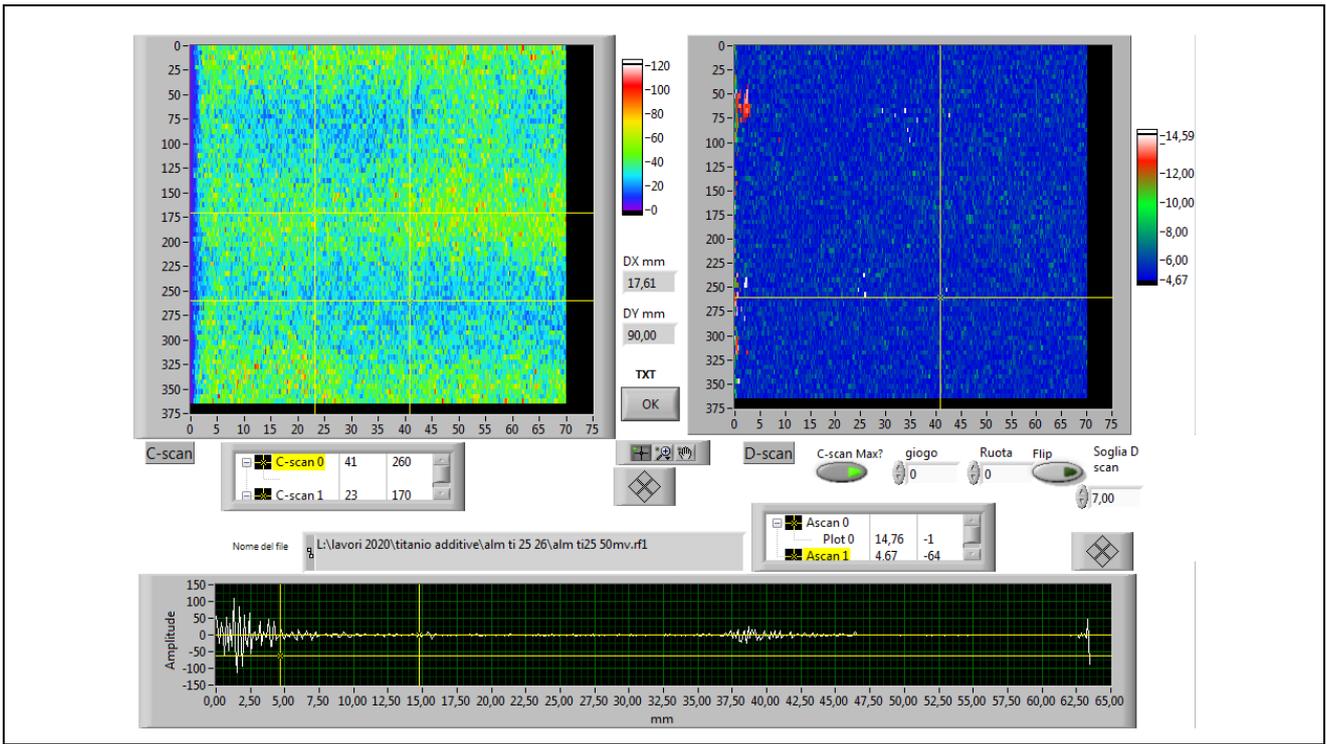


Fig. 23 Controllo automatico in immersione cilindro 25 con sonda da 15 MHz – Mappatura ultrasonora

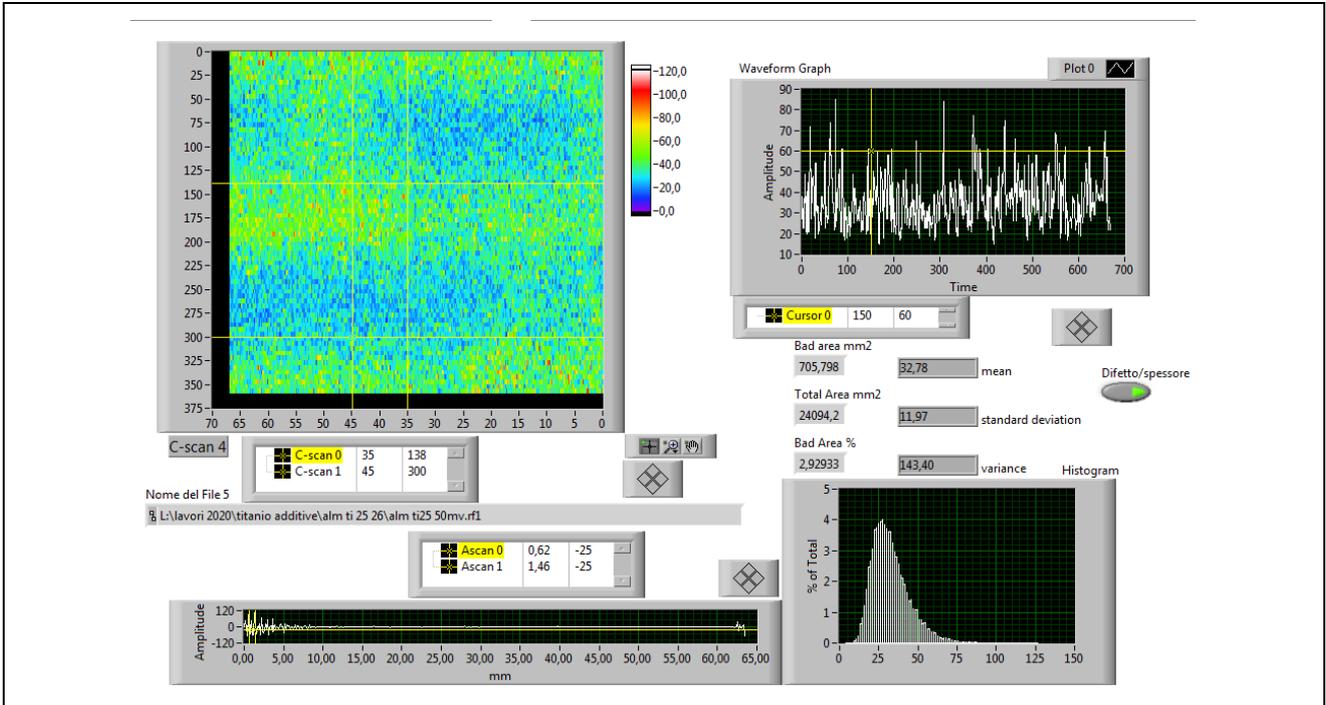


Fig. 24 Controllo automatico in immersione cilindro 25 con sonda da 15 MHz – Analisi delle porosità

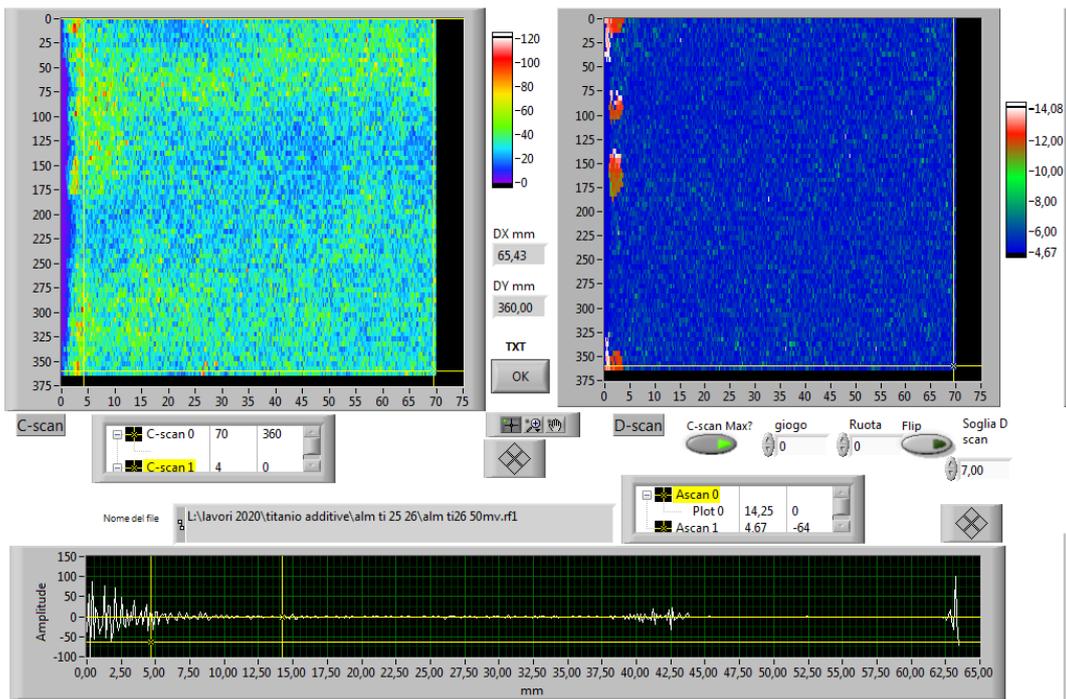


Fig. 25 Controllo automatico in immersione cilindro 26 con sonda focalizzata da 15 MHz – Mappatura ultrasonora

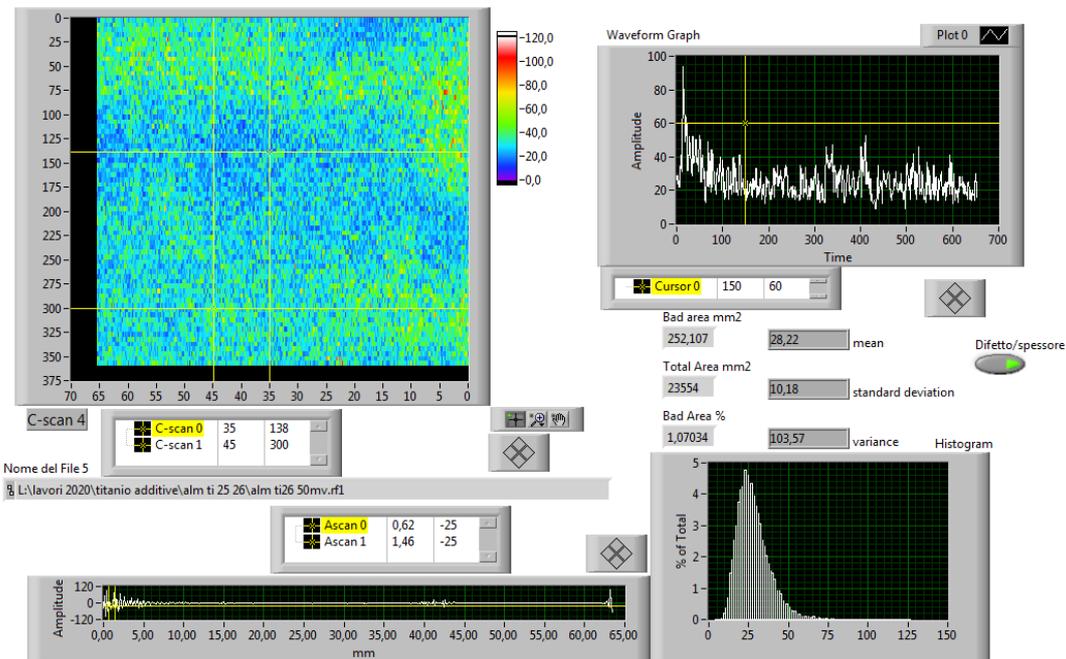


Fig. 26 Controllo automatico in immersione cilindro 26 con sonda focalizzata da 15 MHz – Analisi delle porosità

### 2.5.1.3 Campioni cilindrici per prove meccaniche

Per eseguire il controllo ultrasonoro automatico in immersione su tale tipo di campioni a simmetria assiale è stato progettato e realizzato un portasonda ad hoc per regolare il posizionamento della sonda focalizzata ad immersione.

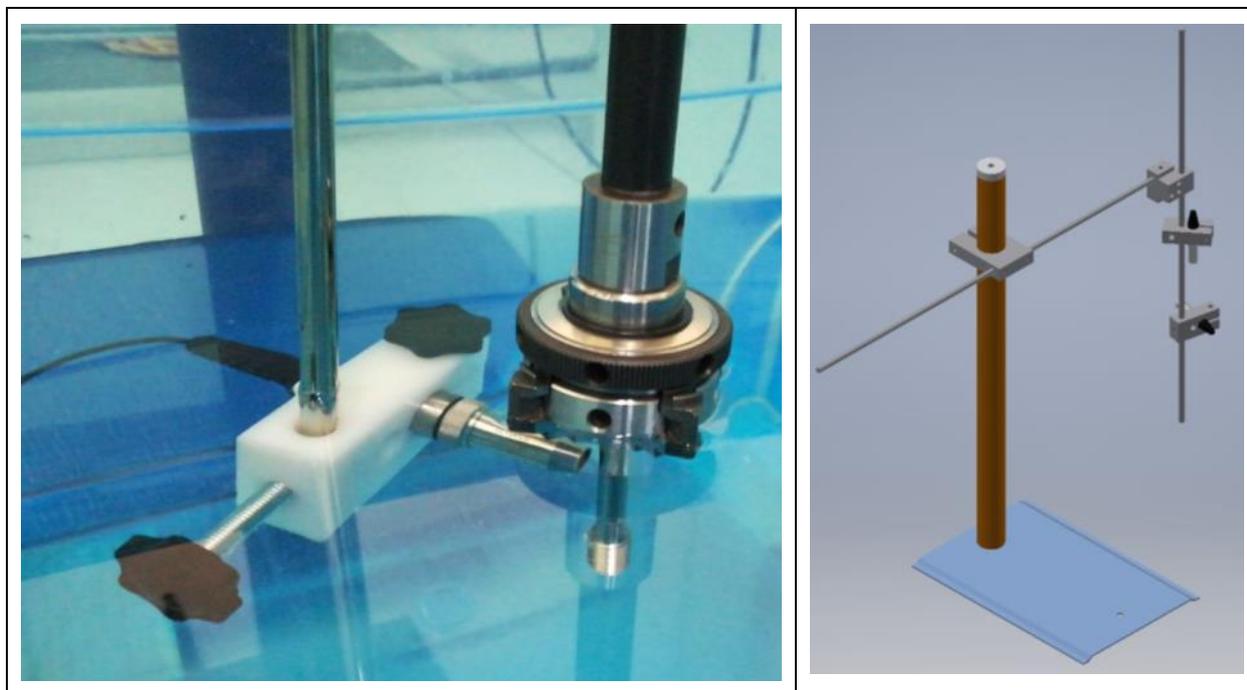


Fig. 27 setup e progettazione portasonda

Nelle figure 28 e 30 sono riportate le immagini C-scan ottenute calcolando l'integrale di tutti i valori del segnale UT compresi tra i cursori gialli rappresentati nell'A-scan (in basso in ogni figura) per i differenti campioni cilindrici.

Nelle figure 29 e 31 sono riportate le immagini C-scan ottenute calcolando il valore del massimo assoluto tra tutti i valori del segnale UT compresi tra i cursori gialli per i differenti campioni cilindrici.

Dal D-scan e dal C-scan delle figure 30 e 31 si evince che nel campione 3 (non hippato) la presenza di porosità è maggiore rispetto ai campioni hippati.

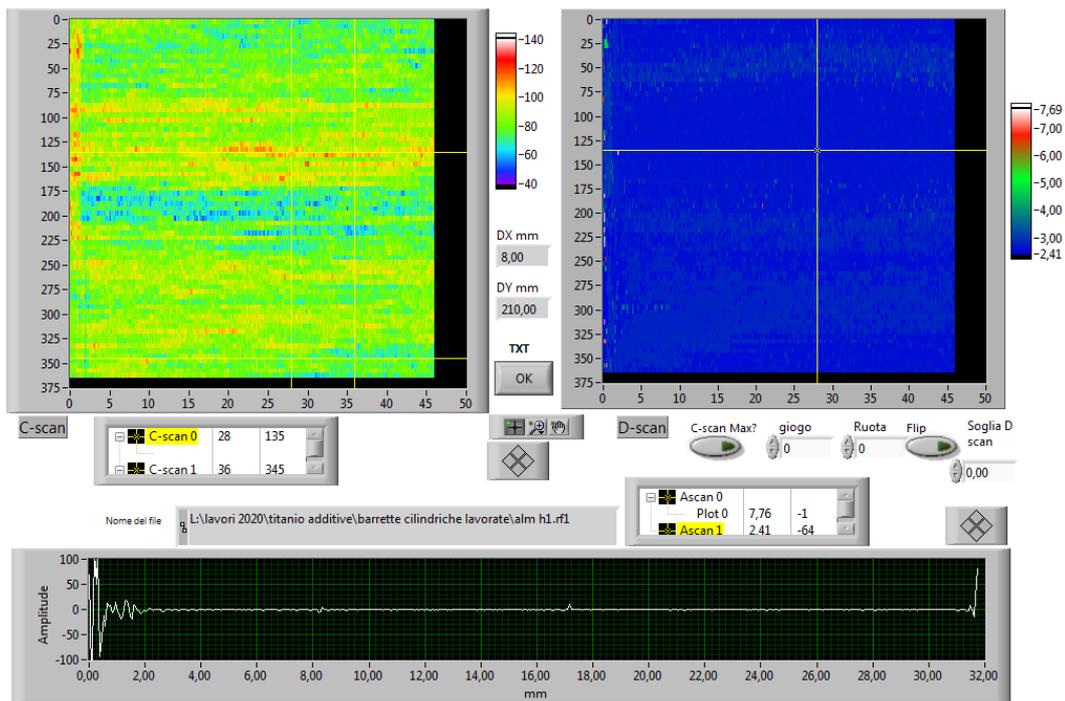


Fig. 28 Controllo automatico in immersione campione H2 con sonda focalizzata da 15 MHz - C-scan Integrale ottenuto sommando tutti i valori del segnale UT tra i cursori gialli

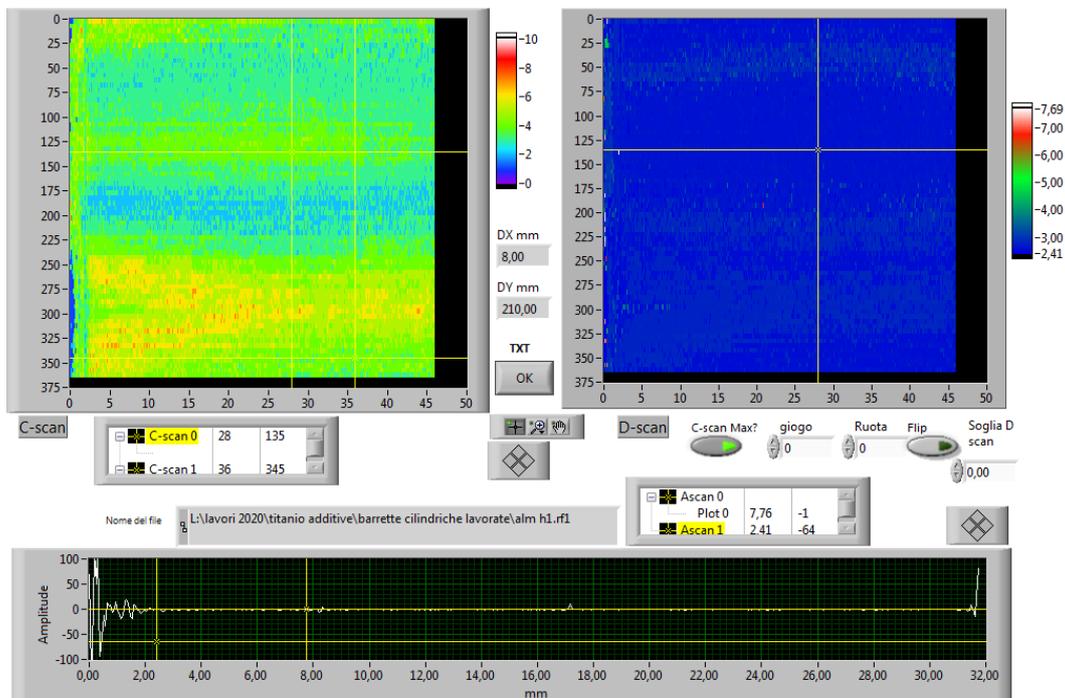


Fig. 29 Controllo automatico in immersione campione H2 con sonda focalizzata da 15 MHz - C-scan Massimo ottenuto cercando il massimo assoluto tra tutti i valori del segnale UT tra i cursori gialli

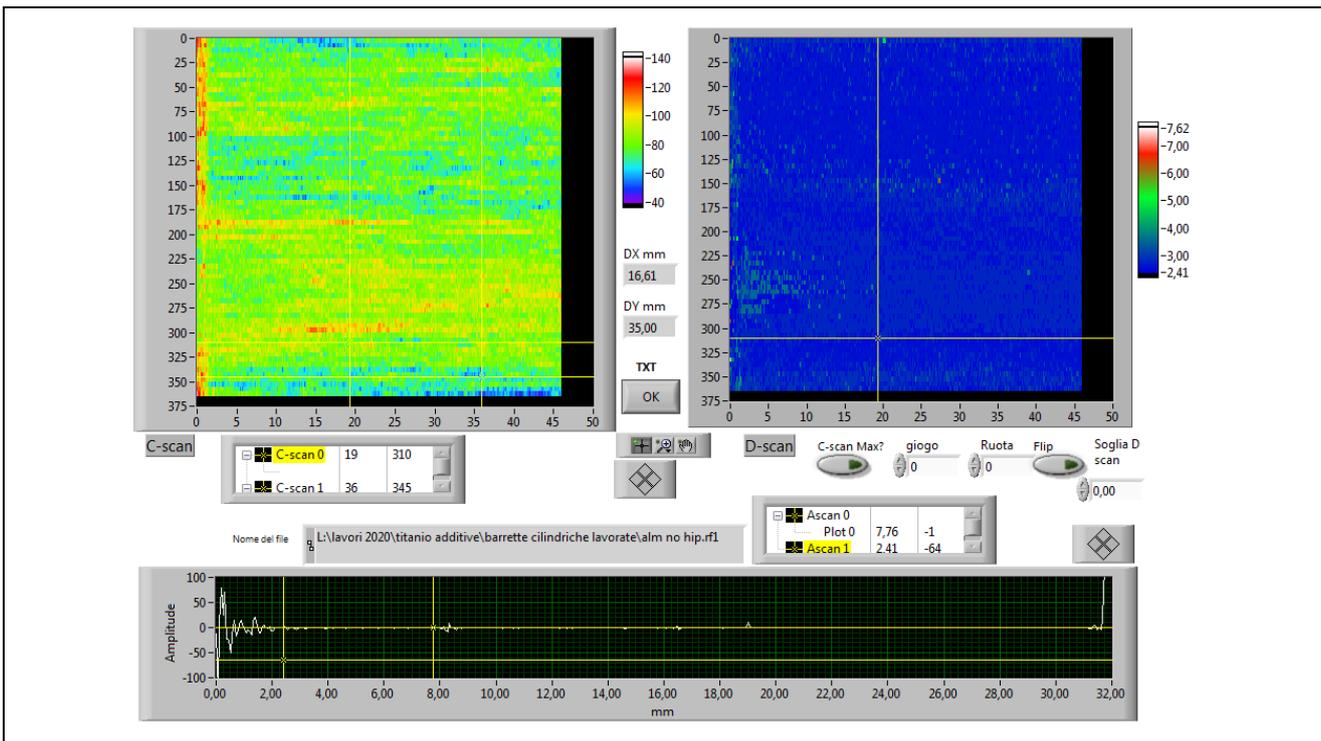


Fig. 30 Controllo automatico in immersione campione NH3 con sonda focalizzata da 15 MHz - C-scan Integrale ottenuto sommando tutti i valori del segnale UT tra i cursori gialli

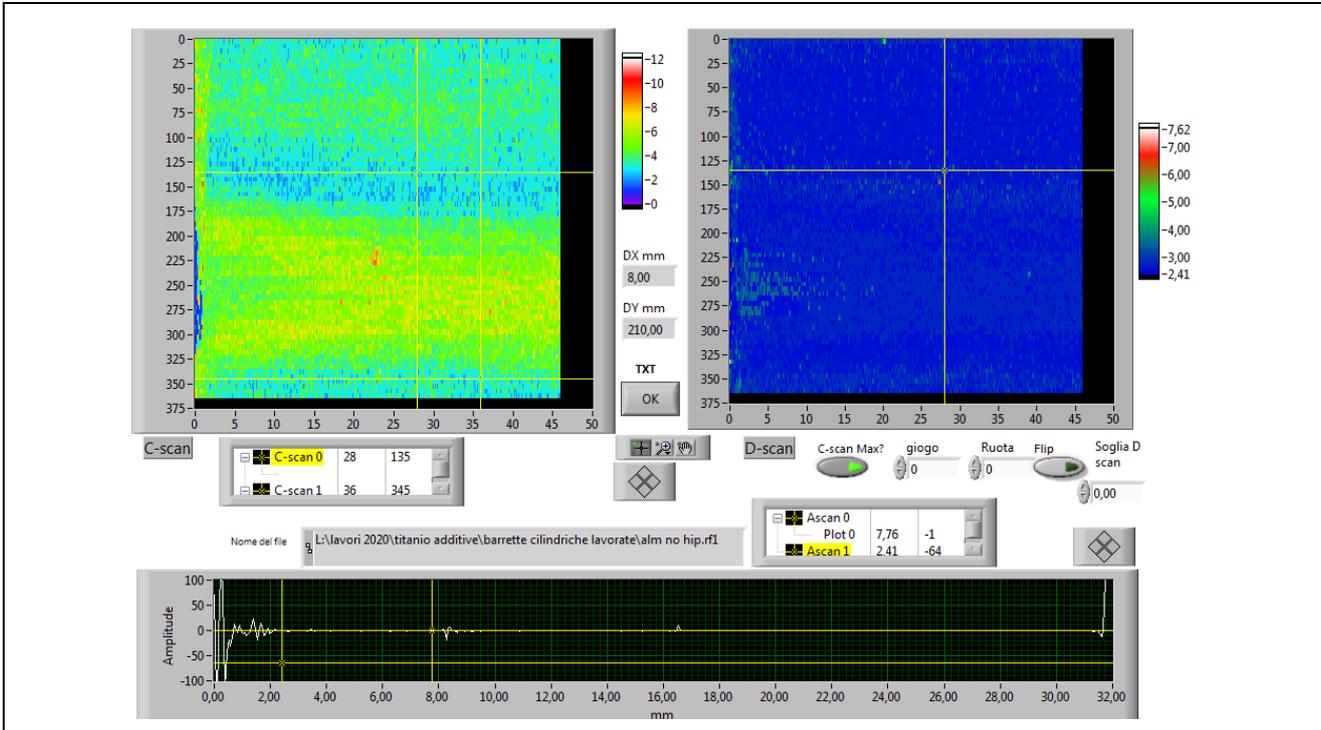
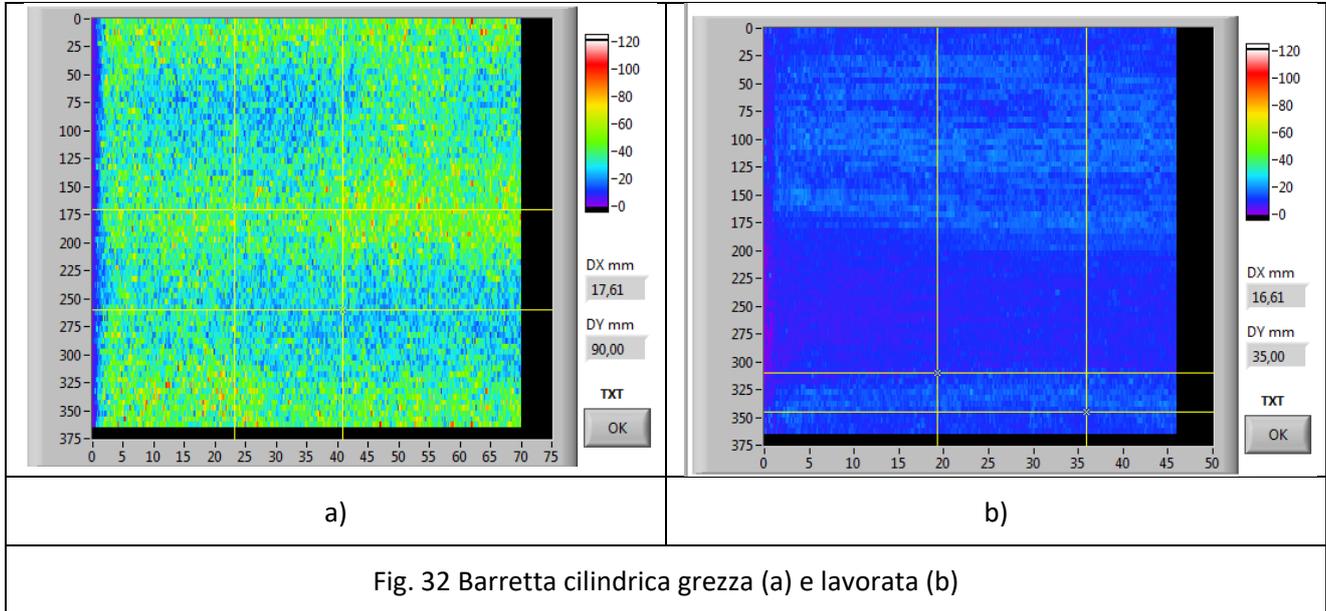


Fig. 31 Controllo automatico in immersione campione NH3 con sonda focalizzata da 15 MHz - C-scan Massimo ottenuto cercando il massimo assoluto tra tutti i valori del segnale UT tra i cursori gialli

In generale, si può notare che nelle mappe ultrasonore con gli stessi parametri di ampiezza è evidente l'effetto degli echi spuri dovuti alla superficie del campione grezzo mentre in quello lavorato sono presenti

echi dovuti alle porosità con ampiezza intorno al 10 % (colore celeste) del fondo scala. Mentre nel grezzo gli echi raggiungono anche il 100% (colore rosso). La figura 513 mostra proprio la differenza riscontrata nei risultati tra una barretta cilindrica lavorata e non.



### 2.5.1.4 Dischetti

I dischetti analizzati hanno un diametro di 15 mm ed uno spessore di 3 mm. Nella figura 33 è rappresentato il setup per il controllo automatizzato con sonda convenzionale focalizzata.

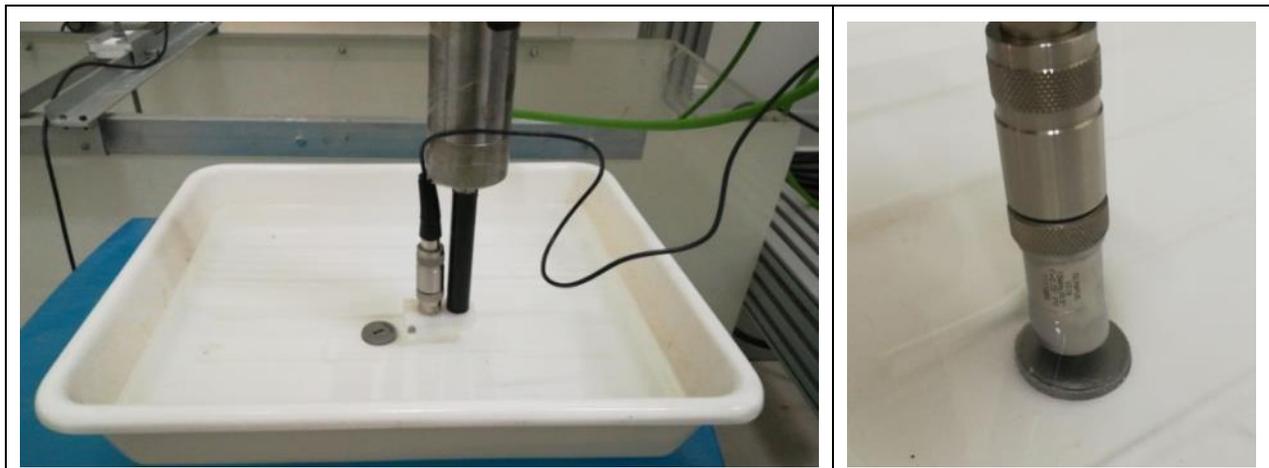


Fig. 520 setup di per il controllo ultrasonoro dei dischetti

Nella figura 34 è stata effettuata un'analisi della superficie, posizionando opportunamente i gate nell'A-scan (in basso) in prossimità di essa e riportando la corrispondente ampiezza del segnale per mettere in evidenza la lavorazione superficiale

Nella figura 35 è stata analizzato l'eco massimo in corrispondenza della superficie, riportando una rappresentazione 3D del C-scan dell'ampiezza del segnale, per mettere in evidenza i difetti all'interno del campione entro il 1 mm dalla superficie.

Nella figura 36 è stata analizzato l'eco massimo in corrispondenza della superficie, riportando il C-scan e B-scan dell'ampiezza del segnale, per mettere in evidenza i difetti all'interno del campione entro 1 mm dalla superficie. Dal B-scan è perfettamente visibile lo spessore di 3 mm del dischetto.

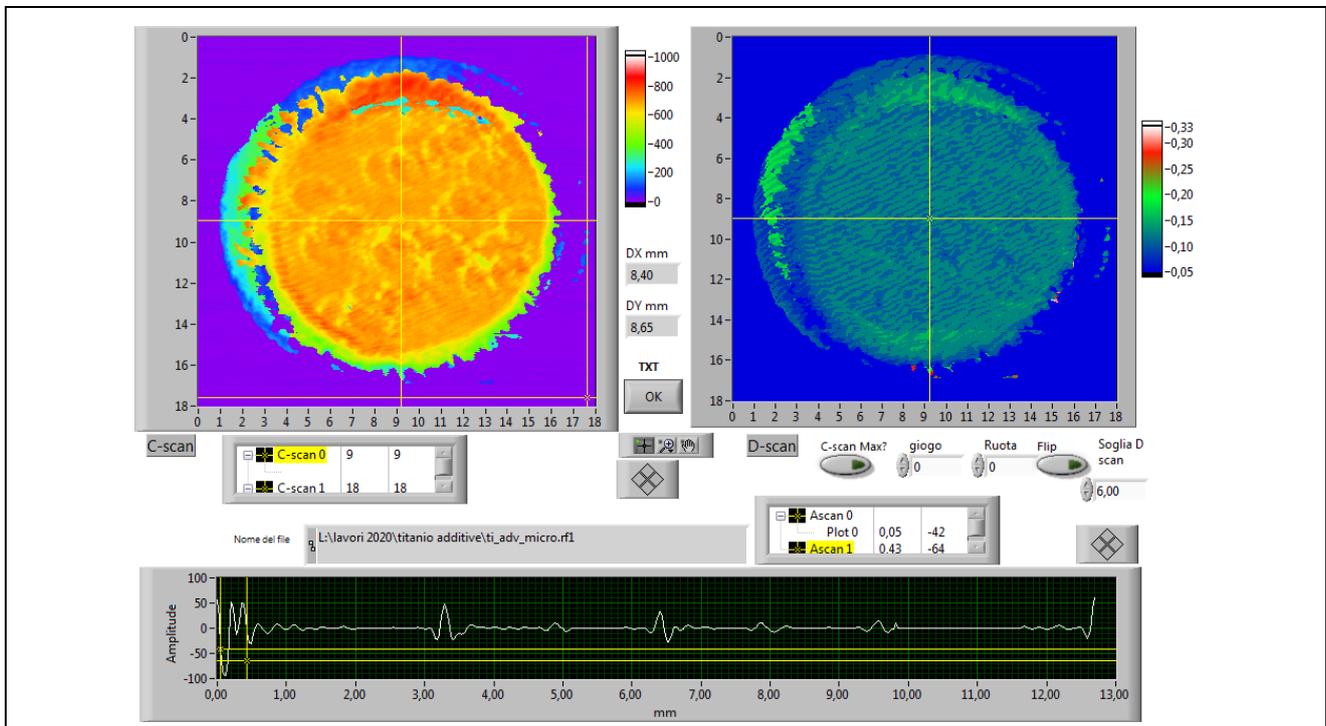


Fig. 34 Controllo automatico in immersione dischetto 1 con sonda focalizzata da 15 MHz - Analisi della superficie. Rappresentazione XY C-scan Ampiezza. Lavorazione superficiale

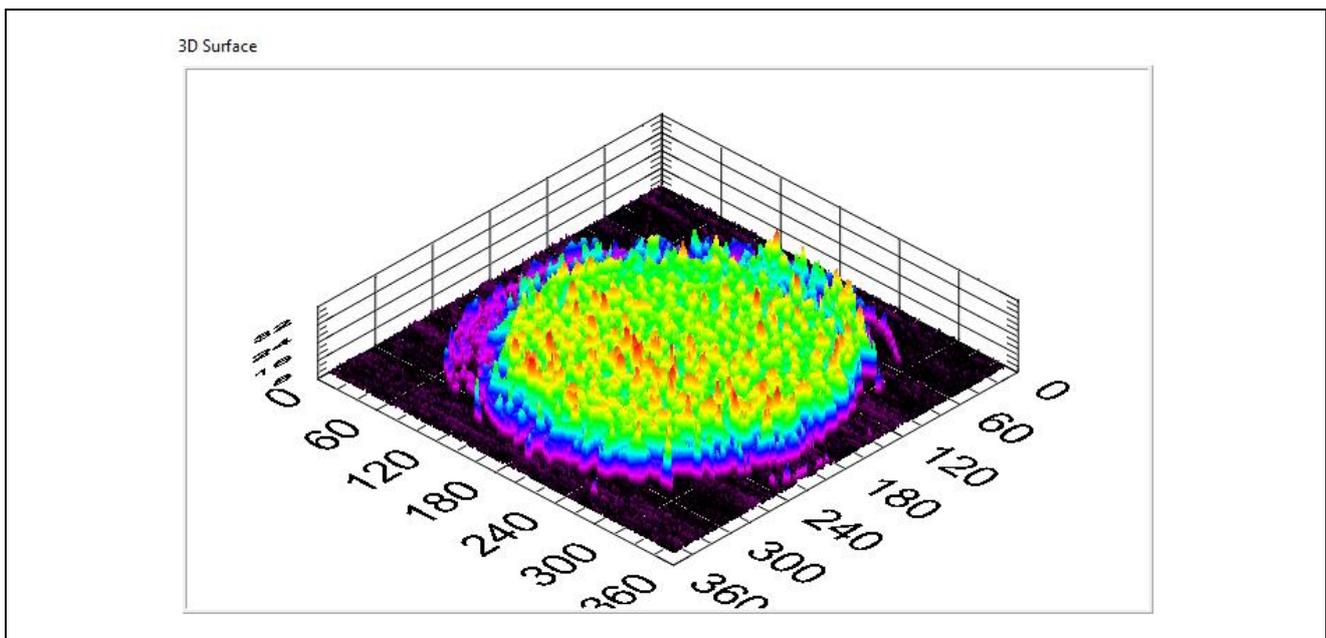


Fig. 35 Controllo automatico in immersione dischetto 1 con sonda focalizzata da 15 MHz - Analisi della superficie. Rappresentazione 3D - C-scan Ampiezza. Difetti all'interno del campione entro il 1 mm dalla superficie. Analisi dell'eco massimo

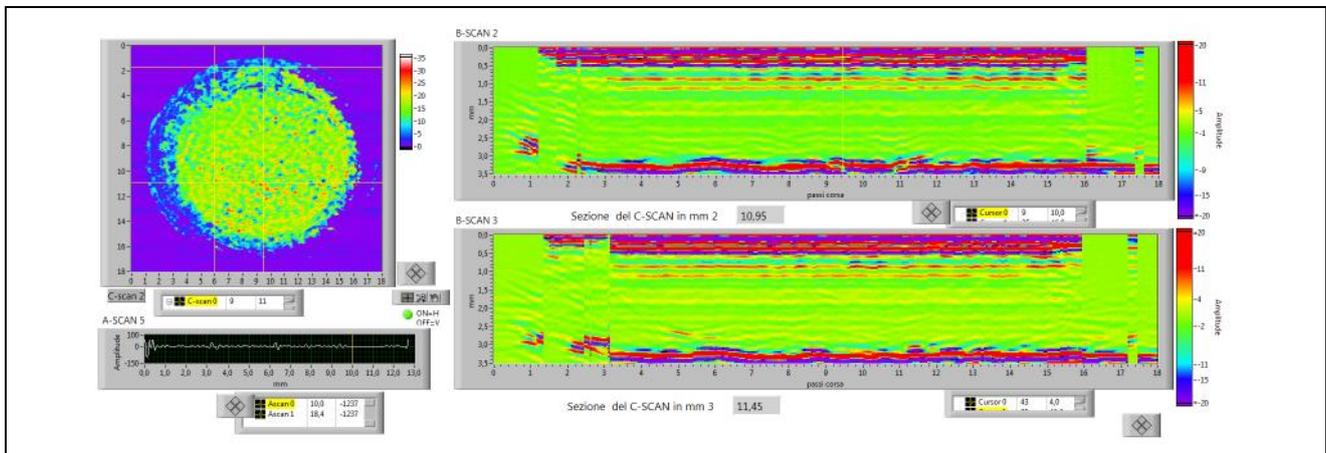


Fig. 36 Controllo automatico in immersione dischetto 1 con sonda focalizzata da 15 MHz - Rappresentazione XY e XZ - C-scan e B-scan Ampiezza. Difetti all'interno del campione entro il 1 mm dalla superficie. Analisi dell'eco massimo

### 2.5.2 Tomografia computerizzata

*Analisi con il tomografo ad alta risoluzione Nanotom.* La segmentazione delle immagini permette un'analisi quantitativa. Per ognuno dei pori individuati è stato calcolato il volume. La porosità totale del campione corrisponde alla somma dei volumi di ogni singolo poro rapportata al volume totale della zona investigata. La figura 37 mostra come esempio l'immagine di una sezione trasversale del campione non sottoposto a trattamento di pressatura isostatica a caldo, sia in toni di grigio che dopo la binarizzazione. E' evidenziata la presenza di un poro.

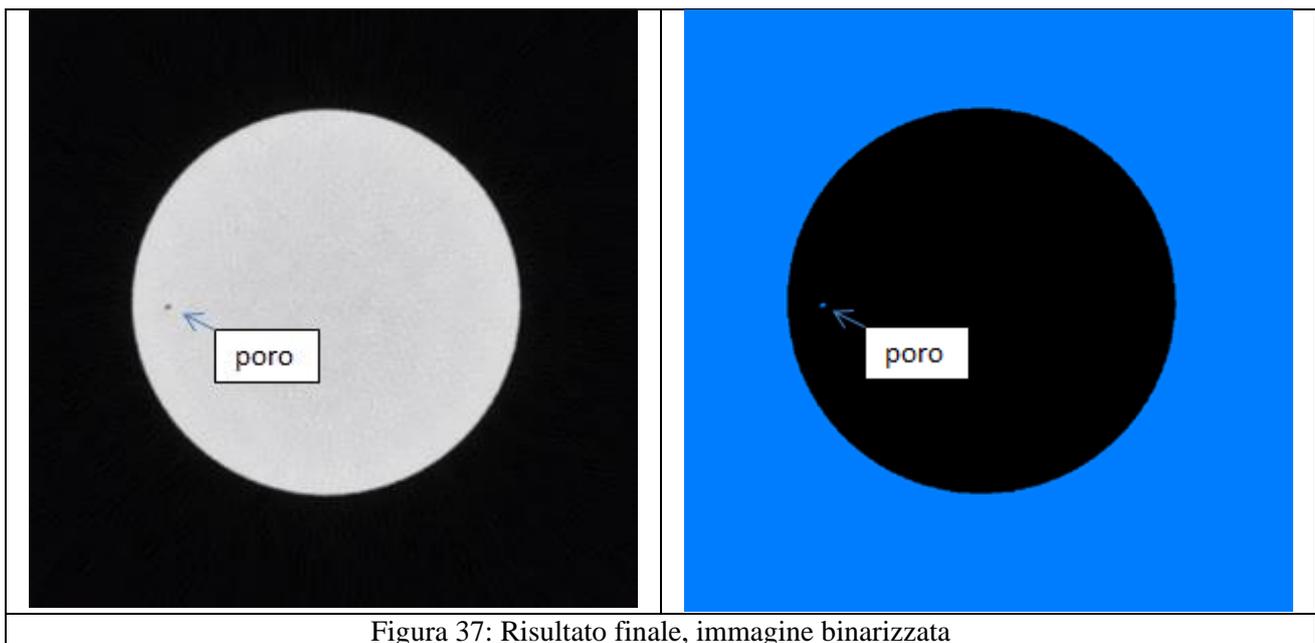


Figura 37: Risultato finale, immagine binarizzata

I risultati dell'analisi tomografica eseguita con il tomografo Nanotom, a una risoluzione nominale di 20  $\mu\text{m}$  sono riassunti nella tabella 3:

Tabella 3. Porosità e inclusioni nei campioni NH3 e H2 rilevate mediante tomografia computerizzata

	Campione non hippato (NH3)	Campione hippato (H2)
Volume di campione analizzato	$3.016 \cdot 10^3 \text{ mm}^3$	$3.016 \cdot 10^3 \text{ mm}^3$
Porosità		
Numero pori rilevati	88	0
Volume totale	$1.52 \cdot 10^{-2} \text{ mm}^3$	
Volume medio	$1.73 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^3$	
Volume massimo	$9.76 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^3$	
Volume minimo	$8.0 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3$	
Diametro equivalente medio	66.6 $\mu\text{m}$	
Diametro equivalente massimo	123.1 $\mu\text{m}$	
Diametro equivalente minimo	53.5 $\mu\text{m}$	
Porosità totale	$0.504 \cdot 10^{-5}$	
Inclusioni		
Numero inclusioni rilevate	5	4
Volume medio delle inclusioni	$4.56 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^3$	$5.64 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^3$
Diametro equivalente medio	93.4 $\mu\text{m}$	99.6 $\mu\text{m}$

La tabella contiene dati relativi all’analisi di probabili inclusioni. Si tratta di zone, approssimativamente circolari viste in sezione ortogonale, che all’osservazione appaiono più brillanti del resto del campione, che è invece molto omogeneo. Zone più brillanti corrispondono a zone più assorbenti e quindi, generalmente, più dense. Si tratta pertanto di disomogeneità, che per comodità di scrittura sono state classificate come “inclusioni”.

*Analisi con il tomografo industriale.* Le figure 38 e 39 mostrano i pori interni del provino NH1, evidenziati in falsi colori, individuati mediante l’analisi eseguita con il tomografo Gilardoni a 450 kV.

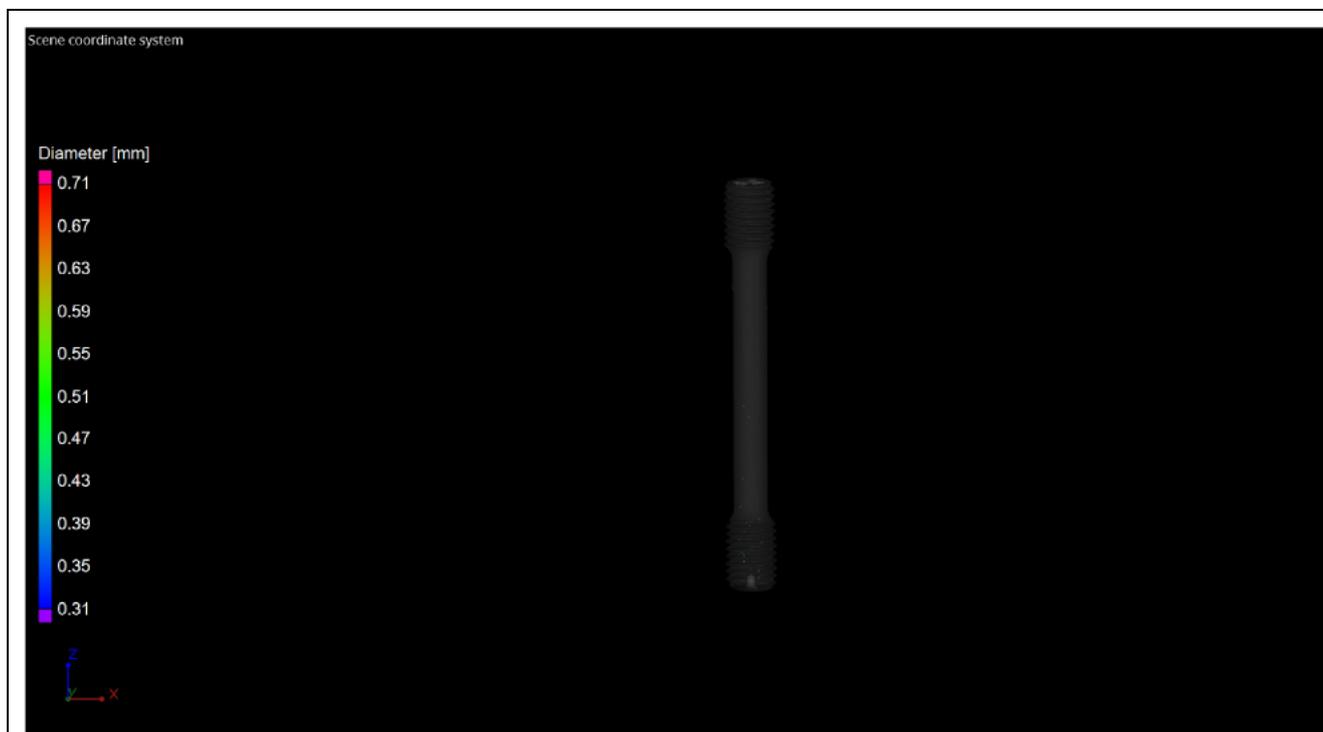


Figura 38. Vista frontale del provino. I pori interni sono evidenziati in falsi colori

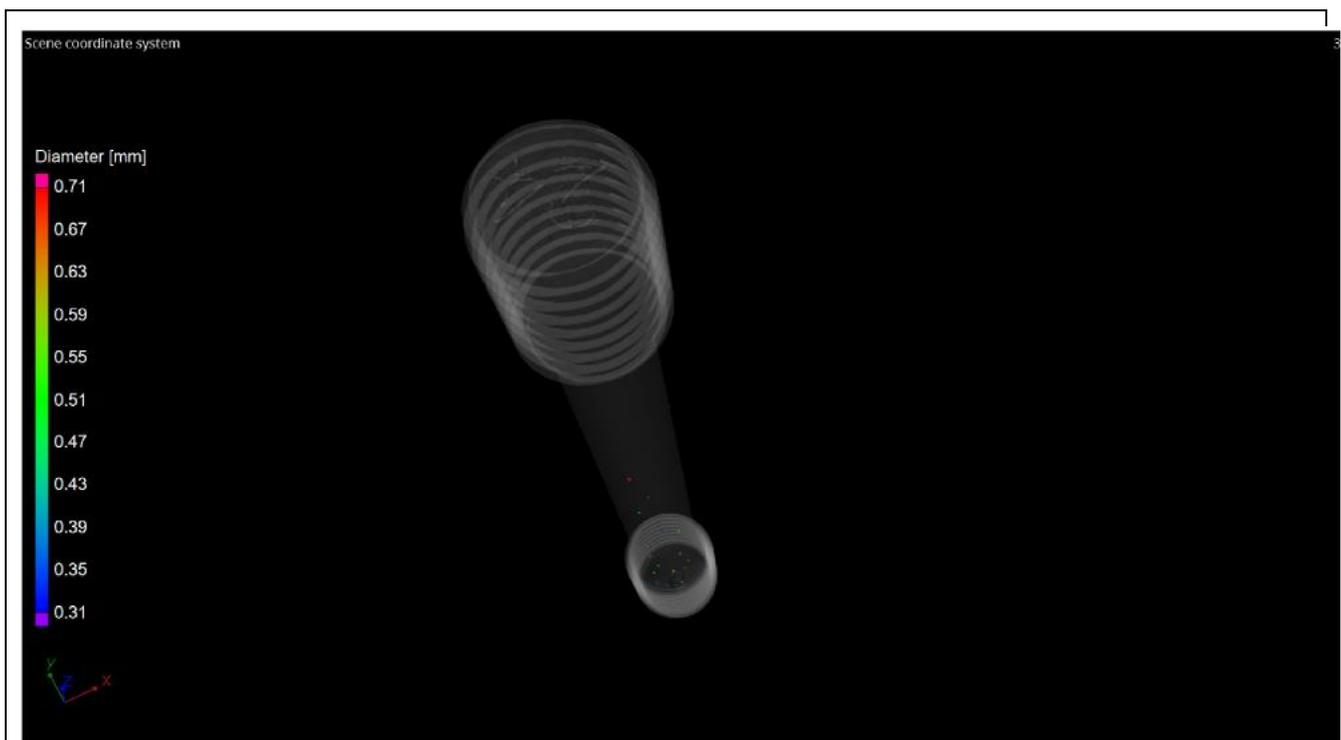


Figura 39. Vista in prospettiva del provino. I pori interni sono evidenziati in falsi colori

La distribuzione dei pori in base alle dimensioni è disponibile solo in forma tabellare ed è fornita in allegato. In questo caso, il volume analizzato ha incluso anche le estremità del campione, che vengono strette dagli afferraggi durante le prove meccaniche. Il volume totale del campione misura  $6247.42 \text{ mm}^3$ ; il volume totale dei pori è risultato essere uguale a  $0.21 \text{ mm}^3$ . La porosità calcolata risulta pertanto uguale a  $3.4 \times 10^{-5}$ . L'ordine di grandezza è quindi in accordo con i risultati ottenuti con il nano-tomografo per il campione NH3. La figura 40, mostra invece le possibili inclusioni all'interno dello stesso provino, evidenziate in falsi colori. Il volume totale delle inclusioni è circa un decimo di quello dei pori. Anche questo risultato non si discosta tanto da quello ottenuto con il nano-tomografo, dove il volume delle inclusioni è circa sette volte più piccolo di quello dei pori.

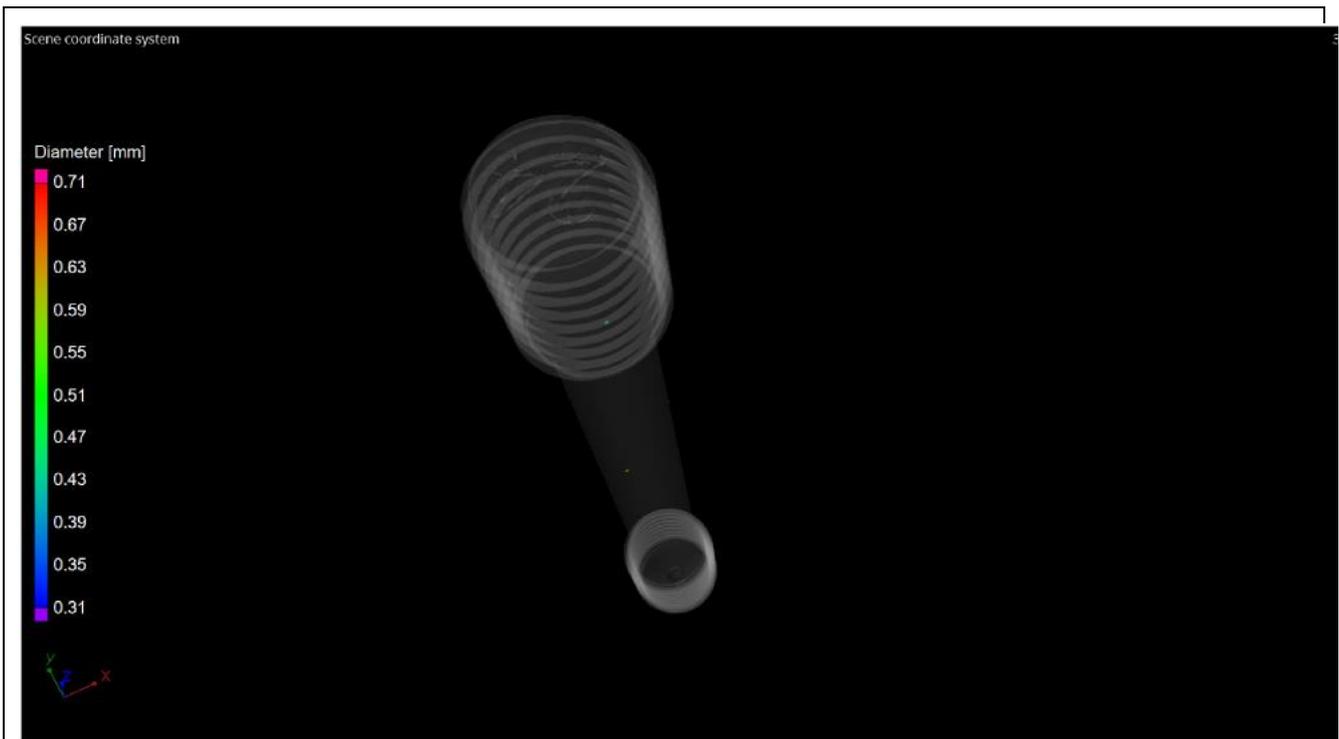


Figura 40. Vista in prospettiva del provino. Le possibili inclusioni sono evidenziati in falsi colori

### 2.5.3 Prove di trazione e test termomeccanici

Per ogni campione sono state condotte 3 misure diametrali per 3 sezioni diverse della parte calibrata del provino (figura 41).

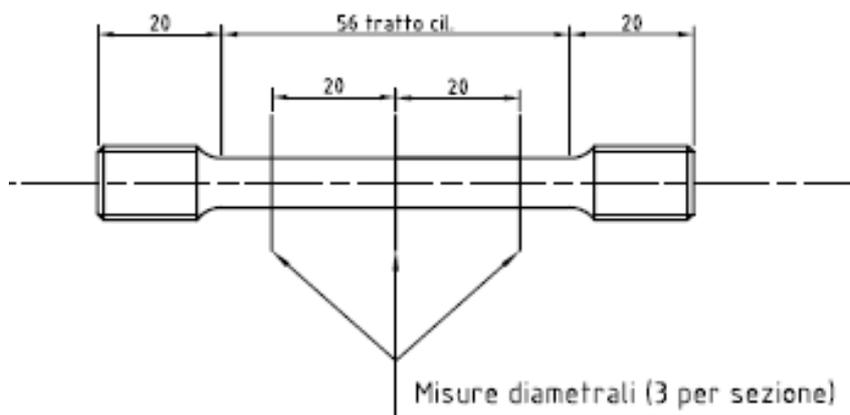


Figura 41- Schema di rilevamento dimensionale

In tabella 4 sono riportati, per ogni campione, temperatura di esecuzione della prova, tensione di scostamento dalla proporzionalità allo 0,2%, tensione massima, modulo elastico, allungamento a rottura percentuale e riduzione di sezione percentuale

Il valore del modulo elastico è stato ricavato mediante regressione lineare nel tratto rettilineo ad inclinazione positiva nel grafico Tensione-Deformazione.

Tabella 4: Risultati delle prove di trazione

Camp.	Temp. (°C)	Snerv. (Mpa)	UTS (Mpa)	E (GPa)	A(%)	Z (%)
NH1	23	876	1022	116	17	30
NH2	23	856	1025	118	18	33
NH3	23	870	1029	117	17	26
H4	23	840	1000	117	15	27
H5	23	880	994	113	16	24
H6	23	849	997	114	16	24
21	23	895	1025	118	21	45
22	23	902	1020	117	20	44

In generale i provini si rompono in sezioni decentrate rispetto la mezzaria ma sempre all'interno della sezione calibrata.

La figura 42 rappresenta il grafico che rapporta la tensione nel provino alla corsa del pistone (mediante cui si impone la trazione a velocità predefinita) riferito a una delle prove condotte a 23°C.

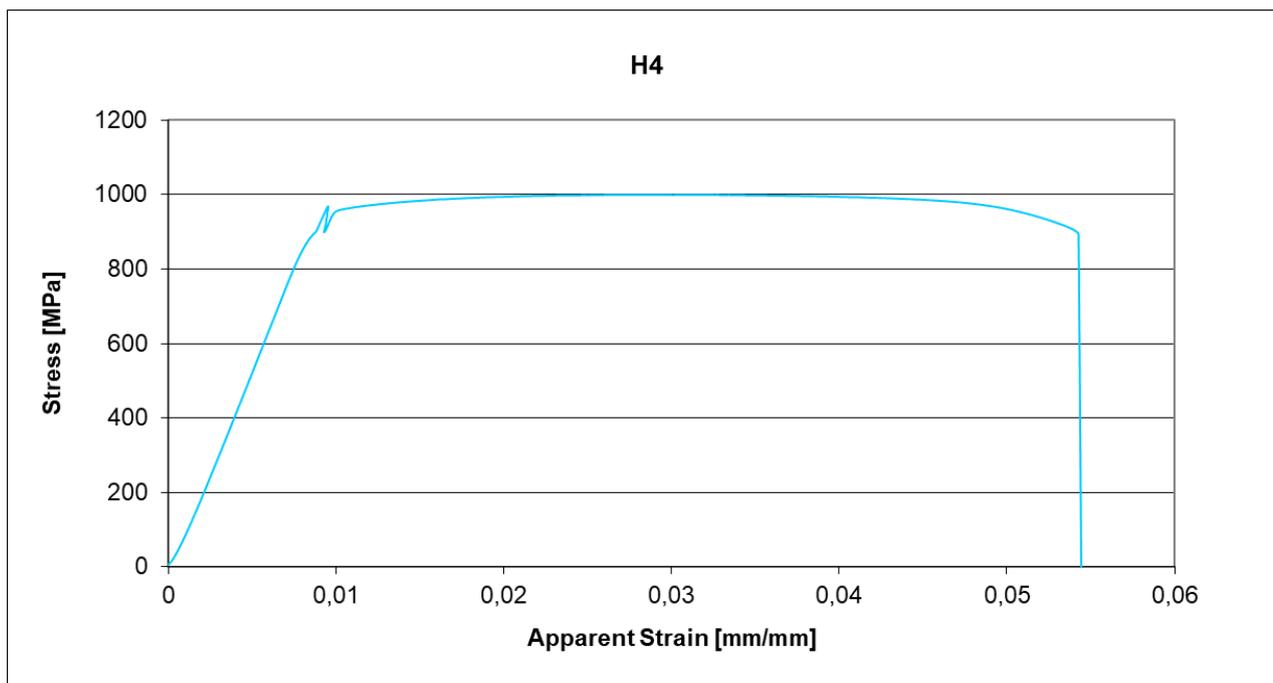


Figura 42 – Tensione in funzione della corsa del pistone, prova a 23 °C

Nella figura 43 è visibile un provino dopo la prova di trazione a temperatura ambiente.

Analizzando i risultati ottenuti dalle prove di trazione si può affermare:

- che non si notano sostanziali differenze delle proprietà meccaniche nei campioni, la lega Ti6Al4V (dal punto di vista meccanico) sembra abbastanza omogenea;
- il trattamento mediante HIP non ha modificato in modo rilevante le proprietà meccaniche della lega Ti6Al4V;



Figura 43s – Provino H4 dopo prova meccanica di trazione a T ambiente

Il comportamento meccanico a temperatura ambiente dei campioni realizzati mediante il processo EBM è prossimo a quello della lega Ti6Al4V dopo solubilizzazione e invecchiamento e superiore a quello della stessa lega ricotta. [21, 22].

I risultati delle prove meccaniche a temperatura ambiente permettono di confermare che i campioni, sia non trattati che trattati termo-meccanicamente, rispettano le specifiche indicate nella norma ISO 5832-3 (Tabella 5), che fa riferimento ai componenti per uso in ambito medicale.

Tabella 5: specifiche riportate nella norma ISO 5832-3 relative alla lega Ti6Al4V lavorato o ricotto.

	<b>YS (Mpa)</b>	<b>UTS (MPa)</b>	<b>A(%)</b>	<b>Z (%)</b>
<b>ISO 5832-3 (valori minimi per materiale lavorato e ricotto)</b>	780	860	10	-

I valori di riferimento relativi al comportamento meccanico della lega Ti6Al4V sono riportate nella tabella 6 [22]:

Tabella 6: proprietà meccaniche della lega Ti6Al4V Gr 5 nel caso di barra ricotta

	<b>E (GPa)</b>	<b>YS (MPa)</b>	<b>UTS (MPa)</b>	<b>EL %</b>	<b>RA %</b>	<b>Charpy Impact (J)</b>
<b>Ti6Al4V Gr 5 barra ricotta</b>	113.8	880	950	14	25-36	17

dove E=modulo di elasticità; YS=carico di snervamento; UTS=carico di rottura; Charpy impact=energia assorbita in prove di resilienza, con intaglio a V.

I risultati riportati precedentemente sono relativi a prove statiche. I risultati di prove di fatica potrebbero, soprattutto nel caso dei campioni non trattati, all'interno dei quali sono presenti porosità, manifestare alcune problematiche relative a campioni realizzati mediante AM.

#### 2.5.4 Analisi microstrutturale

Nel seguito sono riportate le immagini SEM delle particelle di polvere utilizzate per i processi EBM (Figura 44). Per confronto sono riportate anche le immagini delle polveri utilizzate nei processi DMLS/SLM (Figura 44b). Dalla figura è possibile osservare come nei processi di stampa mediante DMLS/SLM le polveri hanno una dimensione media inferiore rispetto a quelle impiegate nel processo EBM.

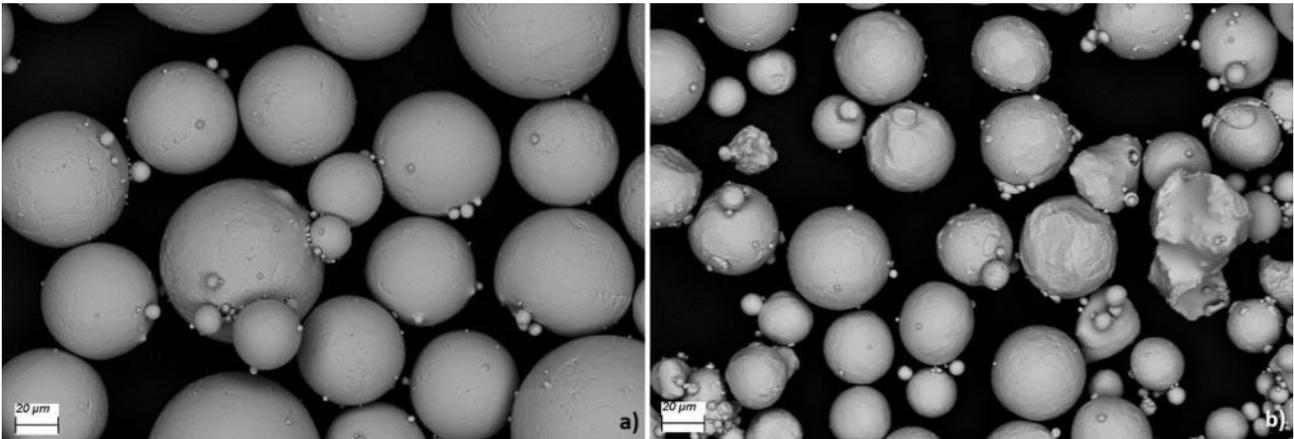


Figura 44: immagini SEM delle particelle di polvere di lega Ti6Al4V utilizzate per i processi EBM (a) e DMLS/SLM (b).

Il produttore che fornisce le polveri per i processi EBM riporta la distribuzione delle particelle per questo processo, con dimensioni comprese tra 45-106 µm, come riportato in figura 45 (curva nera continua). In figura sono riportate le distribuzioni delle particelle, misurate mediante diffrazione laser secondo la norma ASTM B822 [23], ottenibili con atomizzazione a gas e successivo trattamento di setacciatura, nell'intervallo 0-150 µm.

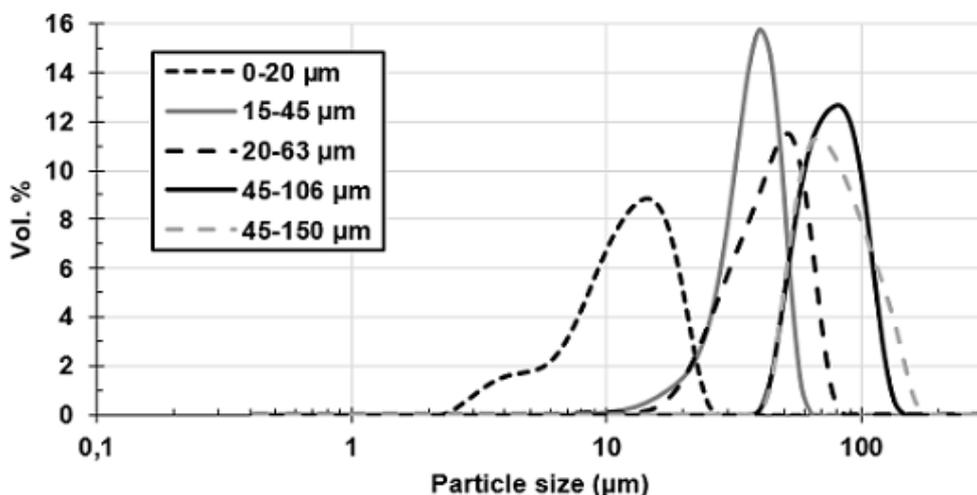


Figura 45: distribuzione delle particelle per il processo EBM [24].

Nel caso dello studio della distribuzione granulometrica di particelle mediante analisi d'immagine statica la norma di riferimento è la ISO 13322-1 [25]. Effettuando una misura mediante l'analisi delle immagini, acquisite mediante SEM, su un numero significativo di particelle è possibile ottenere una distribuzione abbastanza simile a quella riportata in figura 45 (Figura 46). Nella figura sono riportate le distribuzioni delle particelle rispettivamente in funzione dei conteggi (sinistra) e della percentuale in volume (%vol) (destra). Considerando il diagramma in %vol la dimensione media delle particelle è pari a 65  $\mu\text{m}$ . I due grafici evidenziano come, benché siano presenti particelle fini, il contributo in volume delle particelle con diametro inferiore a 45  $\mu\text{m}$  sia molto basso.

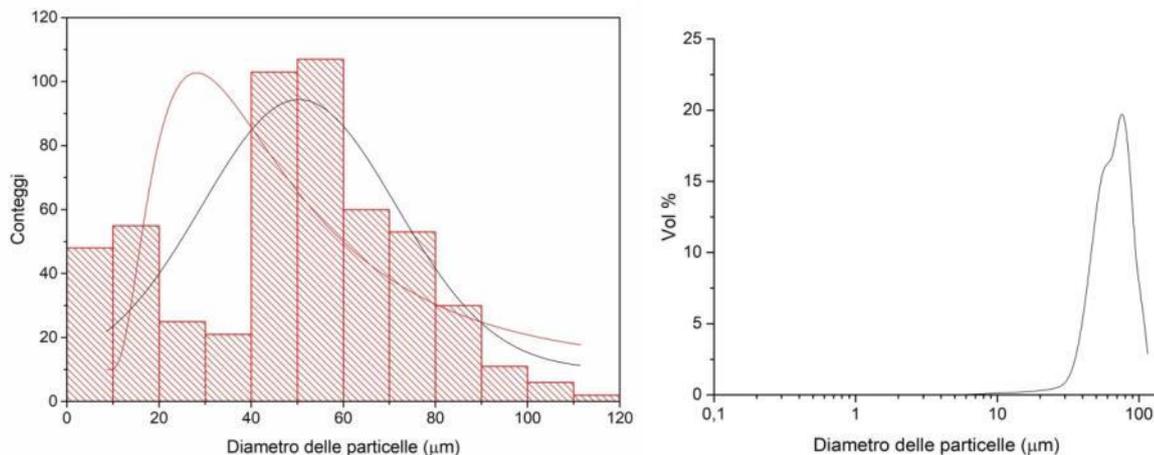


Figura 46: distribuzione delle particelle di polvere per il processo EBM ottenuta mediante analisi d'immagine. In nero la distribuzione normale e in rosso quella lognormale. Nella figura sono riportate le distribuzioni delle particelle rispettivamente in funzione dei conteggi (sinistra) e della percentuale in volume (%vol) (destra).

Lo stesso tipo di analisi è stata effettuata sulle immagini acquisite al SEM delle polveri utilizzate nei processi DMLS/SLM. In questo caso la dimensione media delle particelle è pari a circa 30  $\mu\text{m}$  (figura 47).

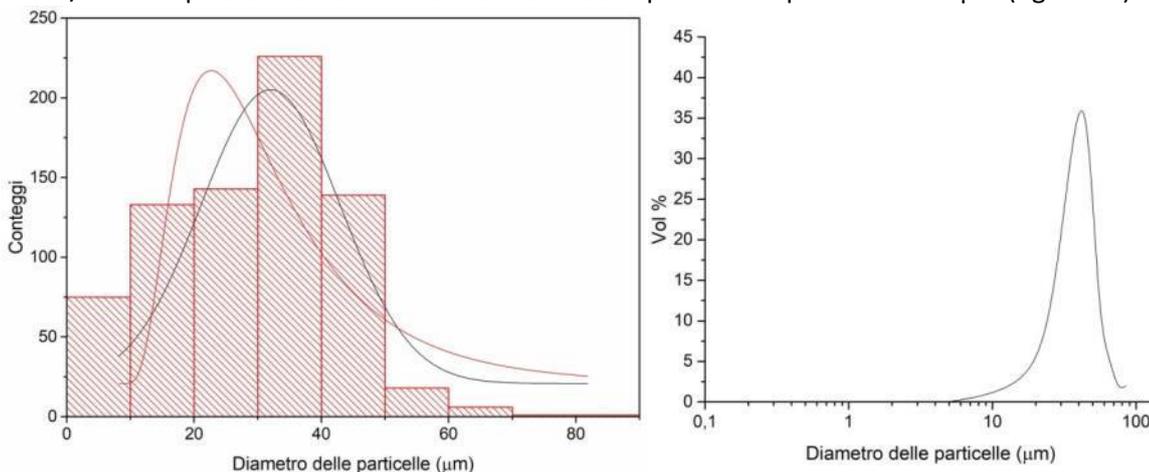


Figura 47: distribuzione delle particelle di polvere per il processo DMLS/SLM ottenuta mediante analisi d'immagine. In nero la distribuzione normale e in rosso quella lognormale. Nella figura sono riportate le distribuzioni delle particelle rispettivamente in funzione dei conteggi (sinistra) e della percentuale in volume (%vol) (destra).

Si evince, dalle immagini SEM, la presenza, nei diversi tipi di polvere, sia di particelle non perfettamente sferiche, in alcuni casi con forme estremamente eterogenee, che di particelle con dimensioni inferiori rispetto alle specifiche dichiarate. Le particelle di dimensione inferiore a 45  $\mu\text{m}$  rappresentano, nel caso

delle polveri per processi EBM, circa il 39% delle particelle conteggiate, ma solamente il 2% in volume. In alcuni casi le particelle non sono state conteggiate né misurate perché verosimilmente fuse con le particelle più grandi (satelliti).

Sono stati acquisiti i diffrattogrammi X delle due tipologie di polveri, per i processi EBM e DMLS/SLM, riportati in figura 48. Dal punto di vista cristallografico le due polveri sono simili. I diffrattogrammi X mostrano principalmente la presenza della fase  $\alpha$ .

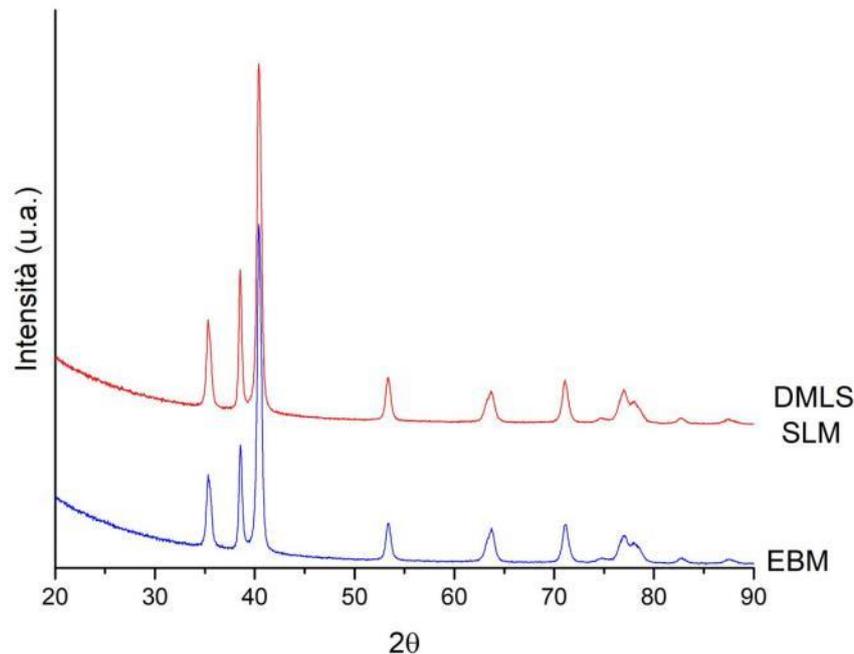


Figura 48: diffrattogrammi X acquisiti dall'analisi delle polveri, prodotte mediante gas atomizzazione, per i processi EBM e DMLS/SLM.

Sono state effettuate indagini microstrutturali con l'intento di evidenziare le caratteristiche delle tipologie di campioni realizzati e processati e di correlare questi risultati con quelli ottenuti mediante le altre metodologie diagnostiche e con quelli delle prove meccaniche.

Le indagini microstrutturali hanno previsto lo studio dei seguenti campioni:

- Campioni per prove meccaniche realizzati da piastre (asse del campione ortogonale alla direzione di crescita), NHL e HL;
- Campioni per prove meccaniche realizzati da cilindri (asse del campione parallelo alla direzione di crescita) NH||,

sia prima (NH) che dopo (H) il processo di pressatura isostatica a caldo.

Inoltre sono state effettuate delle osservazioni delle superfici di frattura, frattografie, per individuare i meccanismi di rottura delle diverse tipologie di campioni.

Nelle immagini che seguono sono riportate alcuni difetti riscontrati all'interno dei campioni osservati. Come già accennato nel rapporto del precedente anno, è possibile trovare nei campioni in lega metallica, realizzati mediante stampa 3D, principalmente porosità, completamente o parzialmente cave, di forma sferica e delle porosità di forma irregolare. Le prime sono da associare allo sviluppo e intrappolamento di gas all'interno del letto durante la fusione o a porosità già presenti all'interno della polvere di partenza. Le seconde, più rare, sono invece dovute a una disomogeneità della distribuzione della polvere e alla non completa fusione delle particelle. Nella figura 49 è riportata l'immagine SEM della sezione di un campione cilindrico effettuata lungo il piano ortogonale alla direzione di crescita. Le porosità sono in questo caso principalmente di tipo sferico e completamente cave, con dimensioni generalmente tra 20 e 85  $\mu\text{m}$ .

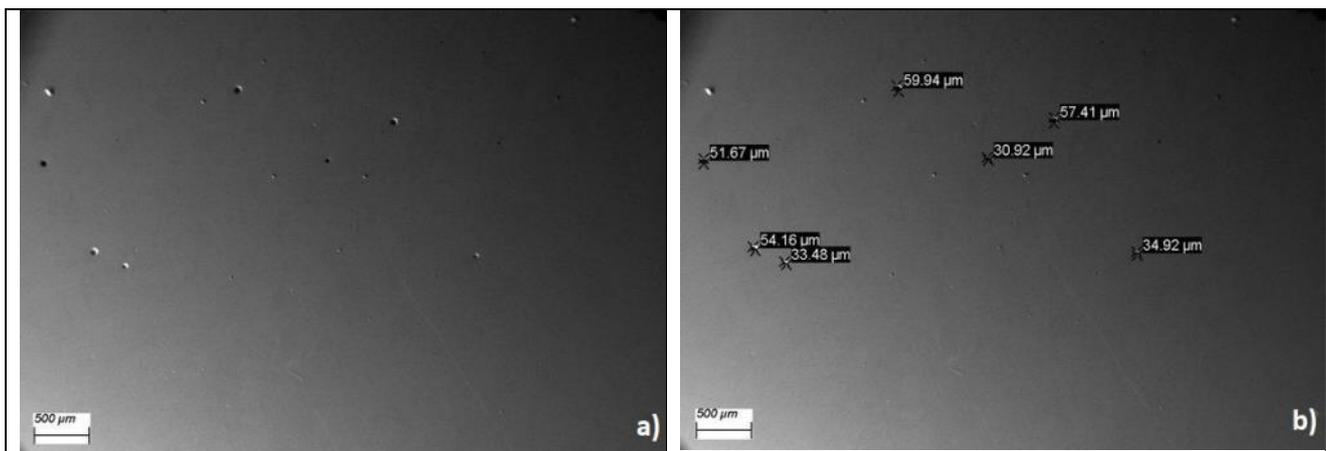


Figura 49: Immagine SEM della sezione del campione NH, a), e misura delle dimensioni delle porosità presenti, b). Il piano della sezione è ortogonale alla direzione di crescita (NH<sub>L</sub>).

Nelle immagini di figura 50 sono visibili i vari tipi di porosità individuate nel piano parallelo alla direzione di crescita del campione: sferica cava, a); sferica parzialmente cava, b) e d); di forma irregolare, c). In quest'ultima è possibile individuare i contorni delle particelle parzialmente fuse.

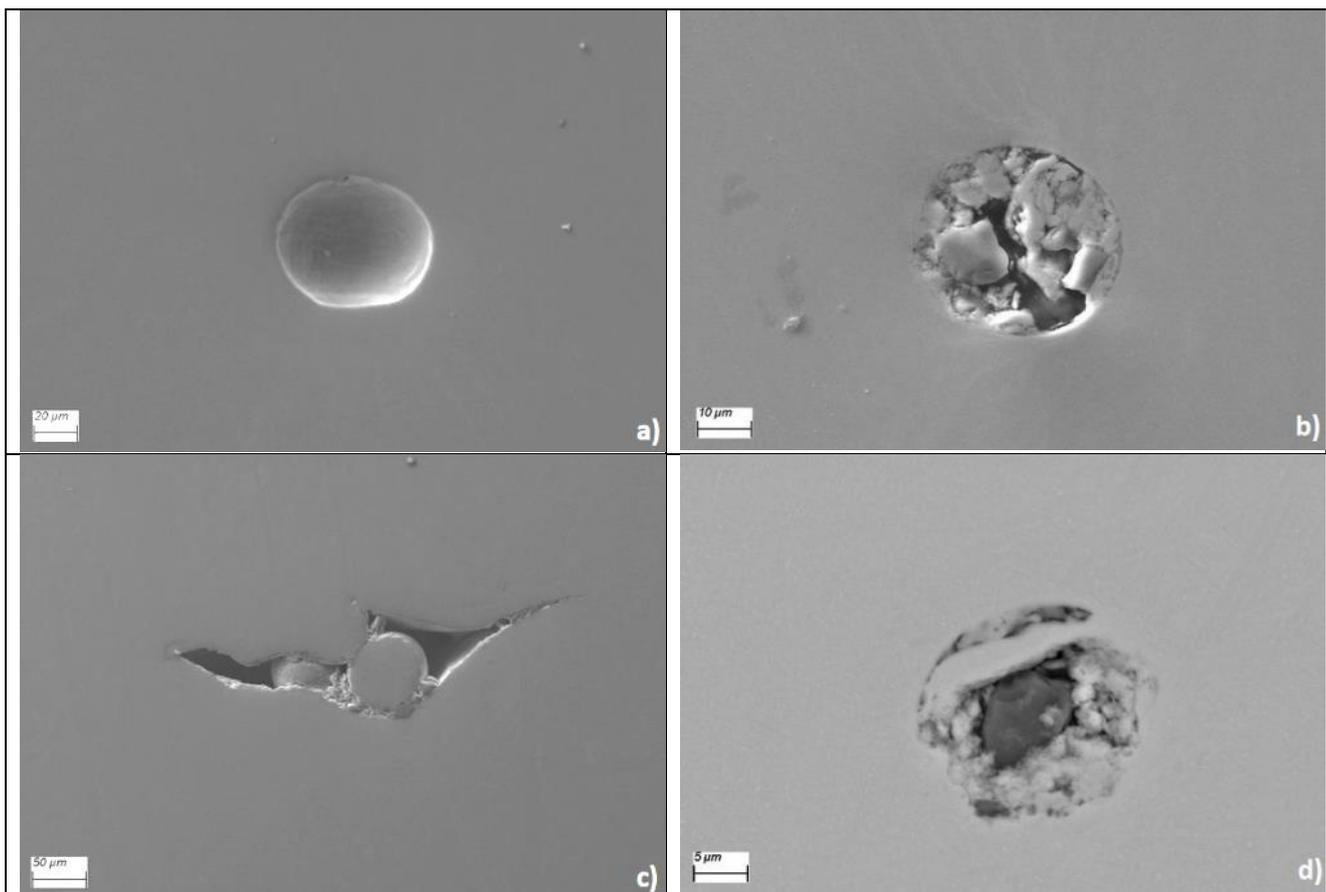


Figura 50: Immagine SEM delle diverse tipologie di difetti presenti all'interno di campioni realizzati mediante stampa 3D (EBM, Ti6Al4V).

Dopo il processo di pressatura isostatica a caldo le porosità sono state quasi totalmente eliminate (Figura 51, a)). In rari casi sono presenti delle porosità di forma irregolare, con dimensioni ordini di grandezza inferiori rispetto al caso del campione non trattato, provenienti probabilmente dalla contrazione delle

porosità presenti nei campioni tal quali (Figura 51, b)). In altre parole, si tratta di pori non completamente chiusi dal trattamento termico (HIP).

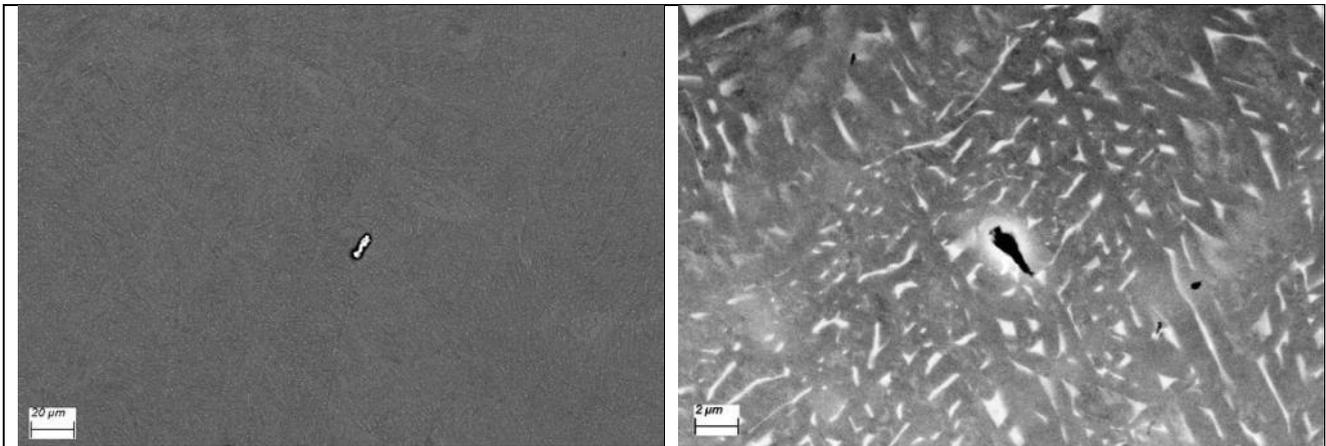


Figura 51: Immagine SEM delle sezioni lungo la direzione rispettivamente ortogonale, a), e parallela, b), alla direzione di crescita (campione H).

Le frattografie acquisite mediante l'osservazione diretta dei campioni dopo le prove meccaniche hanno permesso di evidenziare la differenza tra i campioni H e NH.

In Figura 52 sono visibili le superfici della zona di frattura nei 2 campioni, H e NH, ottenuti dalle piastre (NHL e HL).

La Figura 52-a) evidenzia, nel caso del campione NH, come la superficie di frattura mostri porosità analoghe a quelle già individuate nella sezione dello stesso campione.

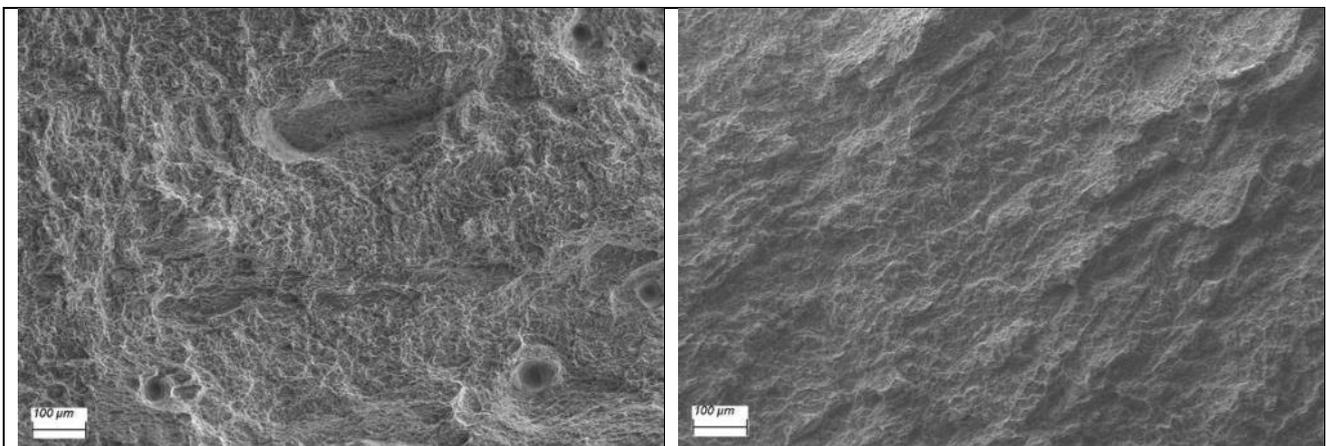


Figura 52: Immagine SEM delle superfici di frattura dei campioni H, sinistra, e NH, destra.

In un solido elastico, la presenza di discontinuità, quali appunto porosità, inclusioni, causa una variazione della distribuzione delle tensioni intorno alla discontinuità stessa. Questa alterazione genera un incremento della tensione massima. In corrispondenza delle discontinuità in un campione è quindi necessario considerare dei fattori di concentrazione delle tensioni che si possono indicare con  $k_t$ , tensioni normali, e  $k_{ts}$ , tensioni tangenziali. Le equazioni che legano la tensione in assenza di discontinuità, nominale, con quella massima in presenza di discontinuità sono le seguenti:

$$k_t = \frac{\sigma_{max}}{\sigma_{nom}} \quad ; \quad k_{ts} = \frac{\tau_{max}}{\tau_{nom}}$$

Porosità sferiche causano una concentrazione degli sforzi pari a un fattore  $k_t$  tre.

In presenza di un materiale duttile, quale la lega Ti6Al4V, durante una prova di trazione, si arriva allo snervamento del materiale prima nelle zone dove sono presenti le discontinuità. Il materiale intorno si fa carico del più elevato valore di tensione localizzata e il materiale resisterà, prima della rottura, fino al raggiungimento, su tutta la sezione, della tensione di snervamento. Nel caso in cui le regioni dei campioni plasticizzate non siano molto estese, e in presenza di un carico statico, la rottura del campione avverrà in pratica quando la tensione nominale sarà prossima a quella di snervamento.

Questo spiega come i valori del carico di snervamento e UTS, ottenuti nelle prove meccaniche effettuate durante la presente annualità, siano prossimi ai valori ottenuti su una barra di Ti6Al4V ricotta (Tabella 6).

Nel caso di materiali fragili invece non appena il campione raggiunge la tensione di rottura  $\sigma_r$ , anche localmente, si ha una propagazione delle sollecitazioni nell'intorno della discontinuità e successivamente su tutta la sezione.

Mentre nel caso di sollecitazioni statiche, l'effetto delle porosità influenza parzialmente le proprietà meccaniche, nel caso di sollecitazioni cicliche (fatica) gli effetti dovuti alla concentrazione degli sforzi in presenza di discontinuità sono amplificati e vanno sempre considerati.

In letteratura è riportato come la presenza di difetti in prossimità della superficie dei componenti e il grado di lavorazione della superficie, sia particolarmente deleteria per l'innescare delle cricche. La distribuzione eterogenea delle porosità nei campioni prodotti mediante EBM potrebbe essere modificata quindi attraverso diverse strategie di stampa, che tendano a limitare le porosità, e attraverso il corretto utilizzo dei trattamenti termo-meccanici (HIP) [26]

Nelle immagini che seguono sono riportate le zone di frattura dei diversi campioni sui quali sono state effettuate le prove meccaniche a temperatura ambiente. In figura 53, le immagini evidenziano una frattura duttile di tipo prettamente "cono-coppa", con una zona centrale piatta e fibrosa, sia nei campioni non trattati che in quelli dopo HIP, e una zona, soggetta a scorrimento, inclinata a 45° rispetto alla direzione di trazione, cosiddetta "shear lip", rispetto alla zona piatta. Questo è particolarmente evidente nel campione NH||, e meno negli altri due che presentano dei bordi maggiormente frastagliati.

Le immagini inoltre mostrano come la strizione sia maggiore nel caso di campioni con asse parallelo alla direzione di crescita.

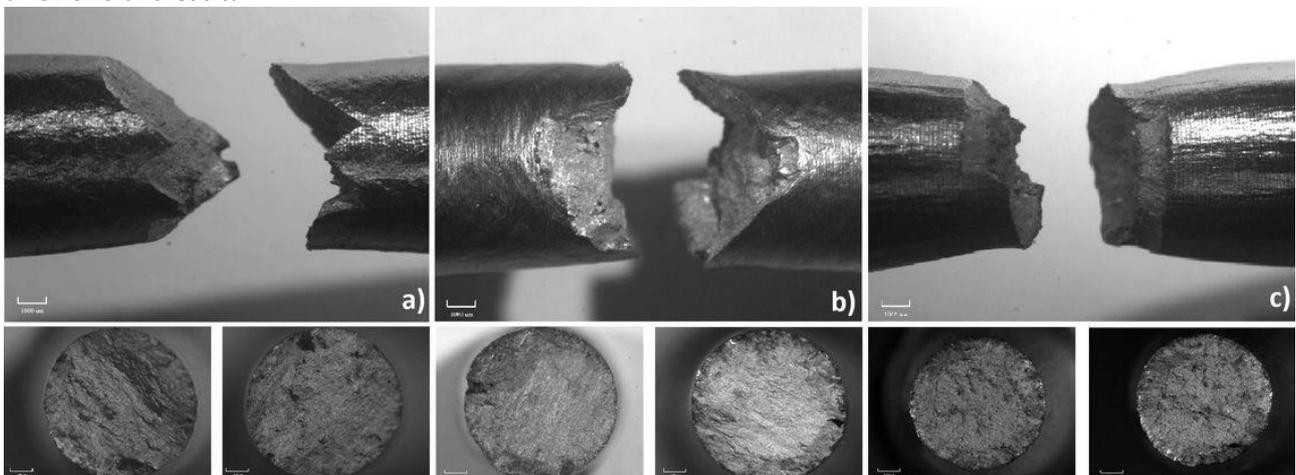


Figura 53: immagini al microscopio ottico, delle zone di frattura dopo le prove meccaniche a temperatura ambiente. Campioni con asse ortogonale alla direzione di crescita: NH<sub>L</sub>, a); H<sub>L</sub>, b). Campione con asse parallelo alla direzione di crescita NH<sub>||</sub>, c) (dimensione del marker 1 mm).

Nei campioni NH<sub>L</sub> e H<sub>L</sub> sono visibili nelle zone di frattura delle linee orientate probabilmente lungo la direzione di crescita e che potrebbero seguire i bordi dei grani allungati presenti in questi campioni. La stessa cosa non è osservabile nel campione NH<sub>||</sub>. Inoltre nei campioni NH sono visibili le porosità presenti all'interno.

In Figura 54 sono riportate le immagini SEM a più alto ingrandimento delle superfici di frattura dei campioni "hipped" e "non-hipped". In entrambe i campioni sono visibili le "dimples", tipiche di un comportamento duttile, con numerose "creste".

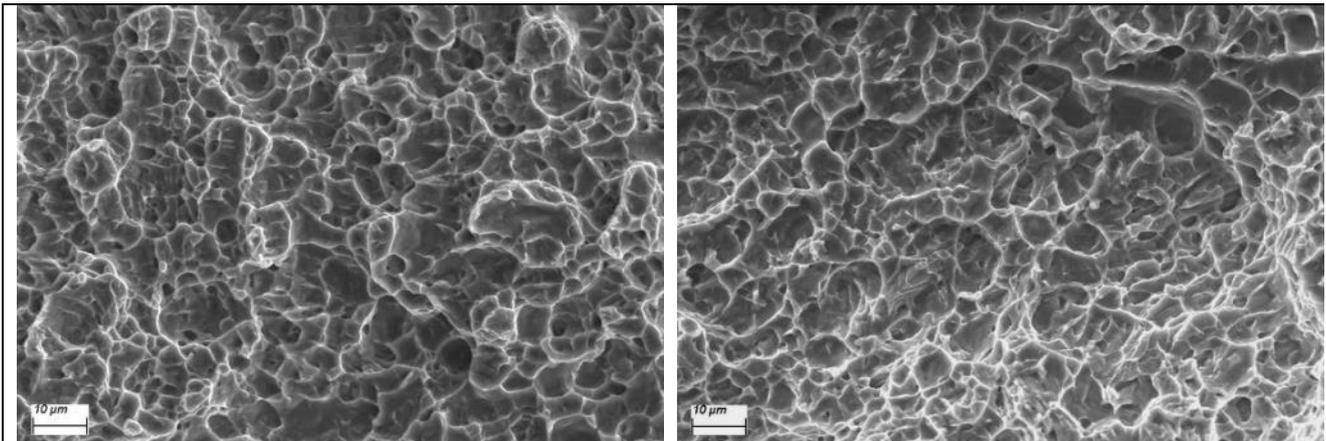


Figura 54: Immagine SEM delle superfici di frattura dei campioni H, sinistra, e NH, destra, dove sono visibili le “dimples” caratteristiche delle fratture di tipo duttile.

I risultati delle prove meccaniche mostrano come i campioni dopo pressatura isostatica a caldo, siano leggermente meno duttili rispetto a quelli NH, presentando una minore elongazione e strizione, e questo si traduce anche in una lieve riduzione del carico di snervamento e dell’UTS. Il motivo potrebbe essere collegato alla microstruttura presente all’interno di questi campioni, che subisce una modifica a seguito del trattamento termo-meccanico.

Dal punto di vista microstrutturale le leghe di Titanio, quali la lega Ti6Al4V, sono caratterizzate da 2 fasi:  $\alpha$ , con struttura esagonale hcp, e  $\beta$ , con struttura cubica bcc. In generale per le leghe di Titanio, alcuni elementi in lega agiscono come stabilizzanti della fase  $\alpha$  (Al, Sn, Ga, Zr) e altri della fase  $\beta$  (in genere metalli di transizione, V, Mo, Nb, Ta, Cr). Gli  $\alpha$ -stabilizzanti in genere non modificano la temperatura di trasformazione dalla fase hcp ( $\alpha$ ) a quella bcc ( $\beta$ ) del Ti puro durante il riscaldamento e, viceversa, da bcc a hcp, durante il raffreddamento ( $\beta$ -transus 885°C per il Ti puro). In questo caso le leghe di titanio presentano un miglior comportamento alle alte temperature. Nel caso dei  $\beta$  stabilizzanti, in genere questi agiscono con una riduzione della temperatura di trasformazione. Altri elementi quali Si, Ni, Cu, Fe, B possono essere aggiunti alle leghe di Ti per migliorarne la resistenza meccanica, la stabilità chimica, per migliorare il fuso e per affinare il grano.

In genere nelle leghe di Ti un incremento della fase  $\alpha$  causa: l’aumento della temperatura di trasformazione  $\beta$ -transus; il miglioramento della resistenza a creep e ad alta temperatura, grazie alla minore diffusione all’interno della fase  $\alpha$ , dove gli atomi sono densamente impacchettati, rispetto alla  $\beta$ ; il miglioramento delle caratteristiche di saldabilità. Con un incremento della frazione  $\beta$  si ottiene invece: un incremento della resistenza a temperatura ambiente; miglioramento della formabilità e ai trattamenti termici; maggiore sensibilità alla velocità di deformazione che rende la lega compatibile al “superplastic-forming”. [27]

In funzione della storia termica delle leghe di titanio del tipo  $\alpha+\beta$  si possono avere diverse microstrutture: lamellare, equiassiacca, mista [28]. La strutture lamellare è preferibile nel caso sia richiesta un’elevata tenacità e una migliore resistenza a fatica [29]. In generale è possibile affermare che un raffreddamento veloce, al di sotto della temperatura di transizione ( $\beta$ -transus) porta a delle lamelle molto fini, mentre un raffreddamento lento porta a lamelle più grossolane. Per velocità di raffreddamento molto elevate, da temperature superiori a quella di trasformazione martensitica, si osserva la formazione di una microstruttura martensitica che può essere di tipo esagonale,  $\alpha'$ , o ortorombica,  $\alpha''$ . Nel caso della lega Ti6Al4V la temperatura di  $\beta$ -transus è superiore rispetto a quella del Ti puro, e pari a 995°C.

In figura 55 è riportato il ciclo di pressatura isostatica a caldo effettuato sui campioni di lega di titanio al fine di ridurre le porosità presenti e di modificarne la microstruttura. Il ciclo prevede una fase di riscaldamento fino a 820°C, temperatura che viene mantenuta per 2 ore, e 200 MPa, e un successivo riscaldamento naturale fino a 600°C e successivo raffreddamento rapido.

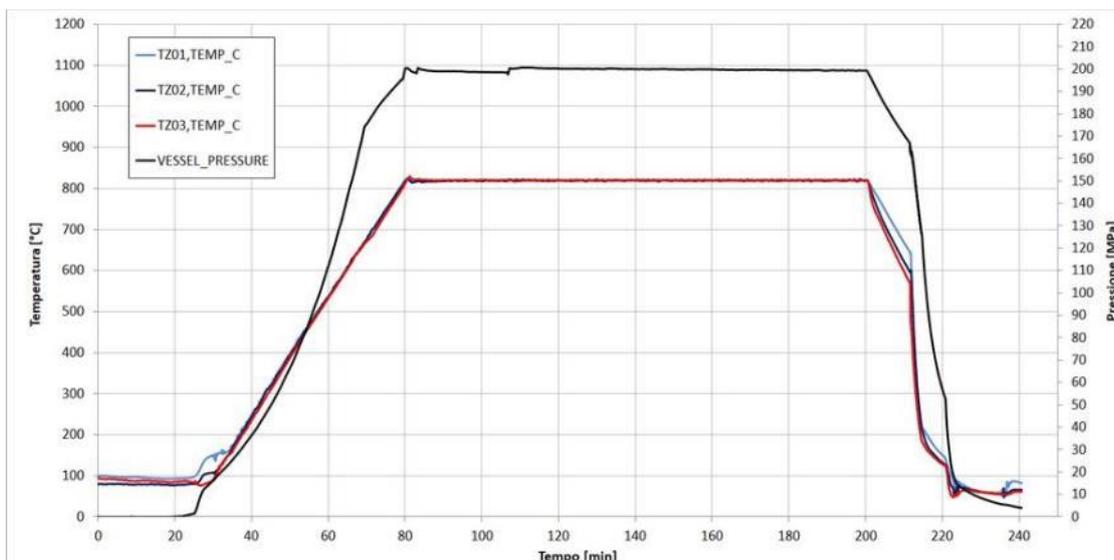


Figura 55: trattamento effettuato mediante HIP sulla lega Ti6Al4V. Il processo consente principalmente due modifiche: 1) riduzione della porosità presenti, 2) modifica della microstruttura e di conseguenza anche una modifica delle proprietà meccaniche.

Il processo di HIP può alterare in maniera sostanziale la microstruttura. Ad esempio si possono osservare una modifica delle dimensioni dei grani aciculari della fase  $\alpha$  e un aumento o diminuzione della loro dimensione, un aumento della dimensione dei pacchetti di grani aciculari, una modifica della dimensione e forma dei grani e una modifica della quantità e delle fasi presenti, fino a indurre una trasformazione di tipo martensitico con formazione delle fasi  $\alpha'$  e  $\alpha''$ . Le modifiche della microstruttura si traducono in una modifica delle proprietà meccaniche, quindi del carico a rottura e di snervamento, della duttilità, dell'elongazione etc..

Attualmente la norma ASTM F2924-14 [30], relativa ai componenti realizzati in Ti6Al4V mediante stampa 3D, in processi a letto di polvere, EBM o DMLS/SLM, contempla trattamenti per le leghe di titanio tra 895 e 955 °C, con pressione minima pari a 100 MPa per almeno 2 ore. Questo tipo di processo è stato sviluppato per la lega Ti6Al4V ottenuta dal fuso e richiamato in pratica nella norma citata. Si è reso quindi necessario uno studio che consenta il miglioramento delle proprietà dei componenti realizzati mediante stampa 3D. Le immagini SEM dei campioni realizzati in ENEA e sottoposti a pressatura isostatica a caldo dimostrano che il processo effettuato è estremamente efficace nel ridurre le porosità presenti nei campioni appena stampati. Rispetto al trattamento convenzionale, il trattamento utilizzato consente di ottenere adeguate proprietà meccaniche dei componenti realizzati mediante EBM con una riduzione della temperatura tra 75 e 135 °C, ma con un incremento della pressione.

In genere il processo di HIP causa oltre a una riduzione delle porosità anche una lieve riduzione del carico di snervamento, probabilmente per un incremento delle dimensioni dei grani. Nel caso dei componenti realizzati mediante stampa 3D questi presentano una struttura a grani colonnari orientati nella direzione di crescita.

In Figura 56 sono visibili gli effetti del processo di pressatura isostatica a caldo sulla microstruttura dei campioni in Ti6Al4V realizzati mediante EBM. La figura 56-a) mostra la microstruttura in un campione non trattato. Sono presenti pacchetti o colonie fase  $\alpha$ , in forma di *lamelle*, con lunghezza variabile da pochi a qualche decina di micron. Le lamelle sono separati da uno strato fine della fase cubica  $\beta$ . La struttura osservabile è una struttura di tipo Widmanstätten che in genere si forma, nelle leghe a base titanio, durante la fase di raffreddamento a partire dai bordi grano della fase  $\beta$ . Questa microstruttura presenta una elevata tenacità alla frattura e una ridotta duttilità. La microstruttura che si viene a generare durante la stampa 3D nel processo EBM deriva dalla fusione alla temperatura di 1900 °C della lega e dal rapido raffreddamento fino alla temperatura di 700°C, temperatura di processo, e successivo raffreddamento a temperatura ambiente.

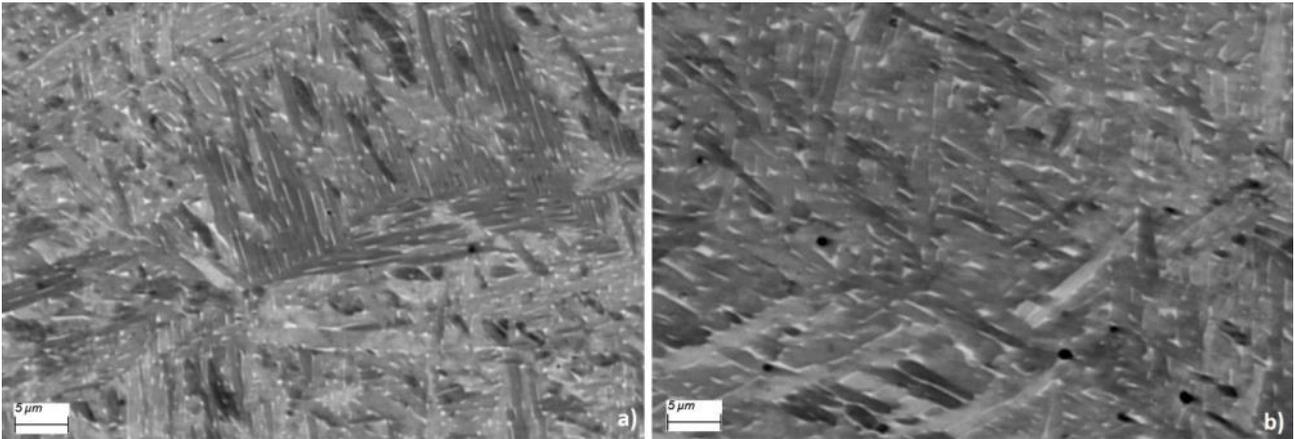


Figura 56: immagini SEM della microstruttura dei campioni H e NH (direzione ortogonale a quella di crescita): a) NH; b) H. Nell'immagine la fase  $\beta$  è quella più chiara.

Nel campione H si osserva una dimensione delle lamelle della fase  $\alpha$  più grandi rispetto al campione NH. Risultato analogo è riportato da S.S. Al-Bermani e colleghi [31] i quali correlano la riduzione di resistenza a rottura e allo snervamento a seguito del processo di HIP con l'incremento della dimensione delle lamelle della fase  $\alpha$ .

I risultati ottenuti nel presente lavoro però mostrano una variazione percentuale del carico di snervamento e del carico a rottura inferiore rispetto a quanto riportato in [31], come riportato in tabella 7:

Tabella 7: confronto dei valori della tensione di snervamento e del carico a rottura nei campioni NH e H per il presente lavoro e [31].

	<b>Tensione di snervamento [MPa]</b>	<b>Carico a rottura[MPa]</b>
<b>NH</b>	867.3	1025.3
<b>H</b>	856.3	997
<b>Var.%</b>	<b>1.27</b>	<b>2.76</b>
<b>NH [31]</b>	883.7	993.9
<b>H [31]</b>	841.4	938.8
<b>Var.% [31]</b>	<b>4,79</b>	<b>5,54</b>

Contrariamente a quanto osservato in [31] non è stato osservato un aumento dell'elongazione nei campioni sottoposti a HIP, quanto una diminuzione, pari a circa il 10%, e una diminuzione della strizione, pari a circa il 16%. L'aumento della dimensione delle lamelle potrebbe giustificare una maggiore duttilità del campione tal quale rispetto al campione trattato mediante HIP.

Le immagini SEM in figura 57 mostrano le sezioni dei campioni NH e H, rispettivamente a) e b), lungo il piano parallelo alla direzione di crescita. Le immagini mostrano una struttura a grani colonnari che ricalcano i grani della fase  $\beta$ , presente inizialmente nei campioni. Da un punto di vista macroscopico, il processo di HIP non ha determinato una diversa microstruttura, come evidenziato nell'immagine, essendo i grani colonnari ancora presenti.

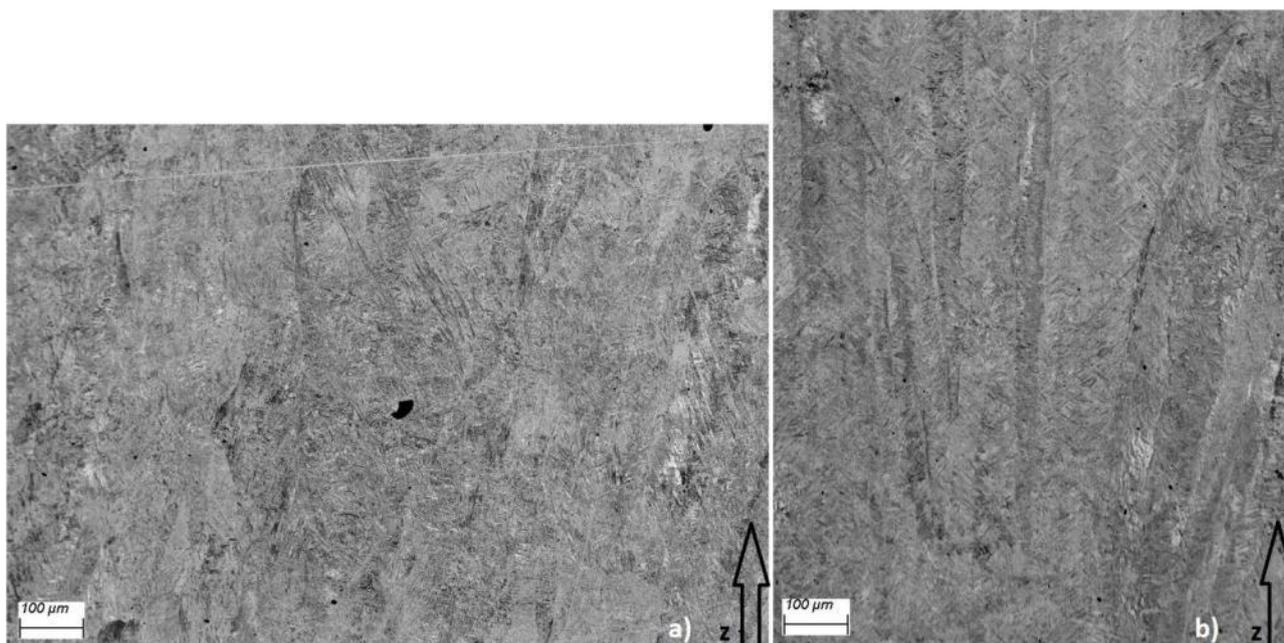


Figura 57: immagini SEM delle sezioni dei campioni NH, a), e H, b), lungo il piano parallelo alla direzione di crescita.

Mediante diffrazione di raggi X sono stati acquisiti i diffrattogrammi relativi al campione H e NH, sezione lungo il piano ortogonale alla direzione di crescita, riportati in figura 58. E' possibile osservare un evidente spostamento dei picchi relativi alla fase  $\beta$  verso valori di  $2\theta$  più piccoli. I parametri di cella relativi alle fasi cristalline  $\alpha$  e  $\beta$  sono riportati in tabella 8.

Tabella 8: parametri di cella e contenuto in peso delle fasi  $\alpha$  e  $\beta$  nei campioni NH e H (sezione lungo il piano ortogonale alla direzione di crescita)

Fase	NH	H
$\alpha$	$a = 2.9260 \pm 3E-4$ $c = 4.6700 \pm 5E-4$ $c/a = 1,5960$ 91.2 wt%	$a = 2.9262 \pm 2E-4$ $c = 4.6701 \pm 3E-4$ $c/a = 1,5959$ 92,4 wt%
$\beta$	$a = 3.1846 \pm 2E-4$ 8.8 wt%	$a = 3.2175 \pm 6E-4$ 7,6 wt%

Uno spostamento dei picchi analogo è stato osservato da alcuni autori. Toh e co-autori associano questo spostamento dei picchi con la formazione della fase martensitica  $\alpha'$  [32]. Lo spostamento dei picchi, nel campione sottoposto a HIP, verso valori più bassi in  $2\theta$ , potrebbe inoltre essere associato a una riduzione del contenuto di V nella cella bcc della fase  $\beta$  [33].

Come riportato nella tabella 8 la fase  $\beta$  è presente in quantità inferiore nel campione sottoposto a HIP rispetto al campione non trattato. Anche questo risultato potrebbe spiegare la diminuzione di duttilità riscontrata nel campione H rispetto a quello NH.

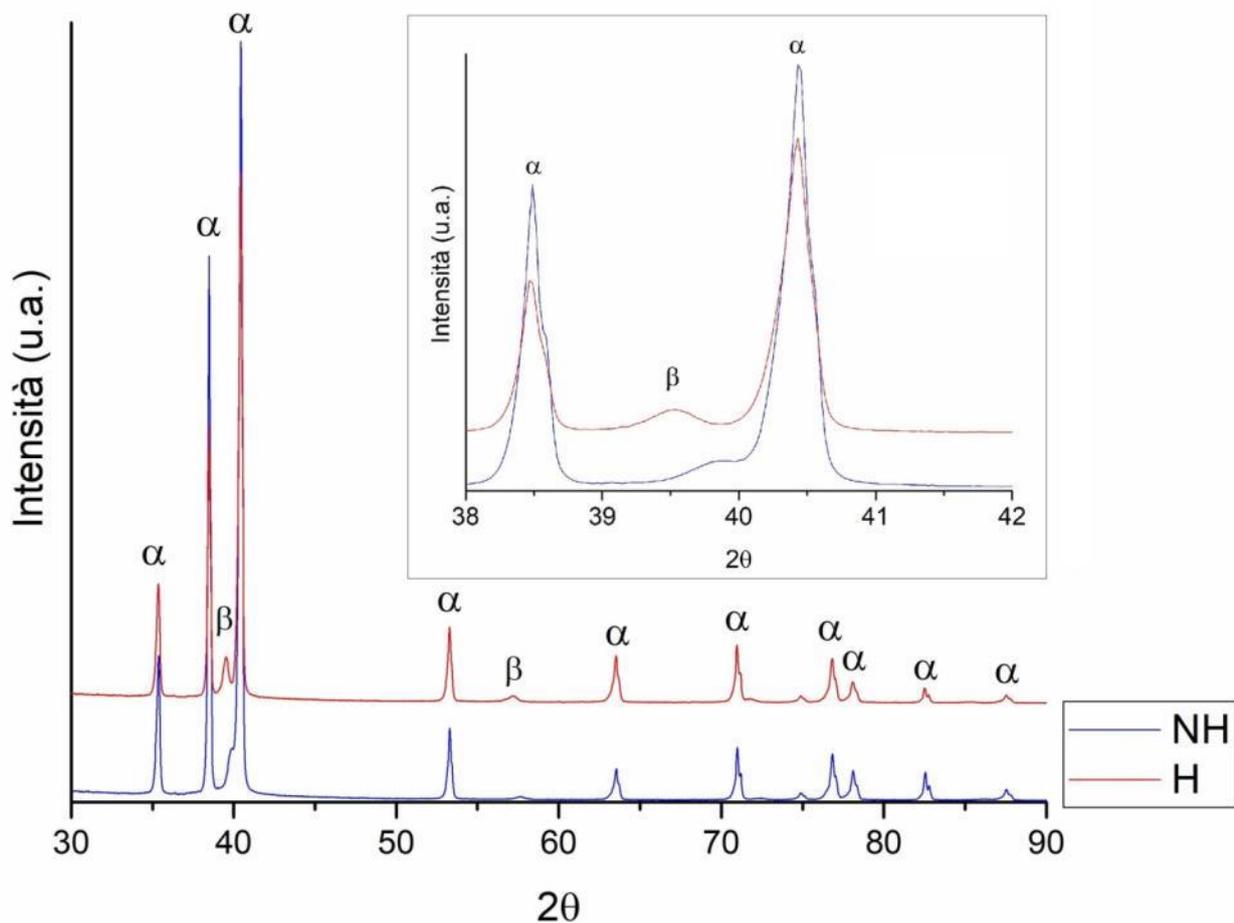


Figura 58: diffrattogrammi X ottenuti su campioni NH e H (sezione lungo il piano ortogonale alla direzione di crescita).

In figura 58 il picco presente tra 35 e 37° 2θ visibile in particolare nel campione NH potrebbe essere associato alla riflessione (020) della fase α'', fase martensitica [34].

Sono stati acquisiti anche i diffrattogrammi X, di campioni NH e H, relativi alle sezioni parallele alla direzione di crescita, come riportato in figura 59. Anche in questo caso è osservabile uno spostamento dei picchi relativi alla fase β nei campioni H.

I parametri di cella e le concentrazioni di fase α e β nei campioni NH e H, sezione lungo il piano parallelo alla direzione di crescita, sono riportate nella tabella 9. I rapporti c/a sono analoghi a quelli del caso precedente, mentre si osserva un lieve aumento della concentrazione di fase β nel campione sottoposto a HIP.

Tabella 9: parametri di cella e contenuto in peso delle fasi α e β nei campioni NH e H (sezione lungo il piano parallelo alla direzione di crescita)

Fase	NH	H
α	a= 2.9241+- 1E-4 c= 4.6690+- 2E-4 c/a= 1,5967 95.9 wt%	a= 2.9243+- 2E-4 c= 4.6689+- 4E-4 c/a = 1,5966 93.1 wt%
β	a=3.1846+-2E-4 4.1 wt%	a=3.2178+-7E-4 6.9 wt%

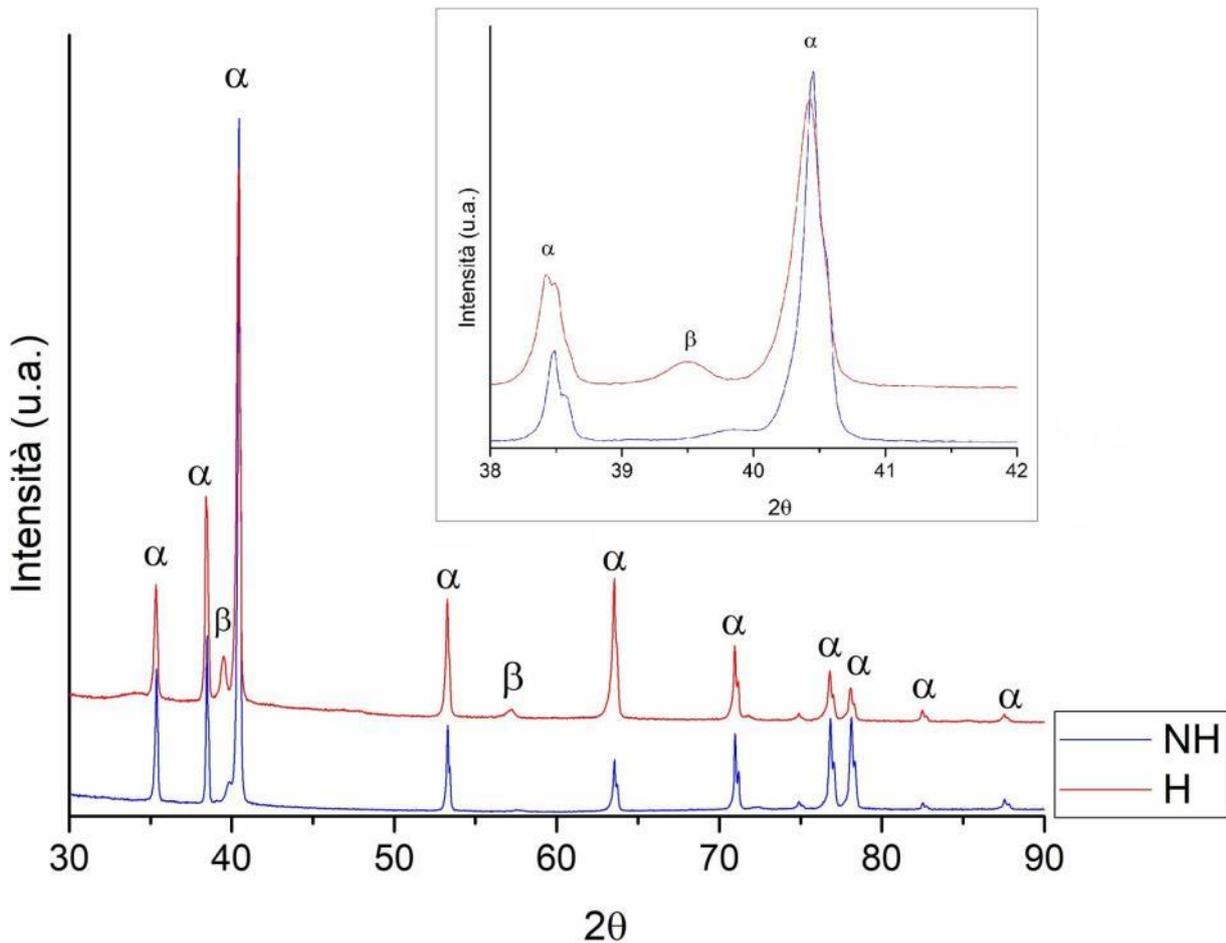


Figura 59: diffrattogrammi X ottenuti su campioni NH e H (sezione lungo il piano parallelo alla direzione di crescita).

### 3 Conclusioni

Le analisi sperimentali eseguite hanno permesso di trarre delle conclusioni sia sull'efficacia dei metodi di qualifica che sui materiali stessi.

La tecnica ultrasonora pulse-echo in immersione con sonde focalizzate ad alta frequenza si è dimostrata efficace per la rilevazione di difettosità. Certamente la tecnica deve essere ottimizzata e deve essere selezionato il setup automatizzato più opportuno in base alle caratteristiche geometriche del campione e le difettosità che si intende rilevare. La tecnica ultrasonora ha una risoluzione minore rispetto alla nanotomografia, ma si è rivelata più speditiva nell'analisi dei campioni e richiede un minore lavoro di elaborazione dei dati sperimentali. Le prove ci permettono di asserire che la tecnica è valida ma è necessario utilizzare risoluzioni migliori ed elaborare molti dati provenienti dagli echi dei diversi pori.

La tomografia X computerizzata si conferma come la tecnica non distruttiva forse più idonea a rilevare difetti come pori interni o mancanza di fusione sino a dimensioni caratteristiche dell'ordine di alcune decine di micrometri, ammesso che la potenza del fascio sia sufficiente non solo ad attraversare il campione, ma anche a ottenere un buon rapporto contrasto/rumore. Esiste un intervallo di scale di lunghezza dove entrambe le tecniche, quella basata sugli ultrasuoni e quella basata sui raggi X, danno risultati soddisfacenti. Questo aspetto verrà ulteriormente approfondito nell'ultimo anno di progetto.

In ogni caso, le indagini non distruttive e micro-invasive sono utili soprattutto per interpretare i risultati delle prove meccaniche. Queste ultime hanno evidenziato che non vi sono sostanziali differenze dal punto

di vista del comportamento meccanico nei campioni realizzati in lega Ti6Al4V e cresciuti in direzioni differenti. Inoltre, il trattamento di Hot Isostatic Pressing (HIP), che è stato ottimizzato per la lega Ti6Al4V, non ha modificato in modo rilevante le proprietà meccaniche della lega. Nell'ultimo anno di progetto sono programmate prove meccaniche condotte a una temperatura di 400 °C, per valutare il comportamento del materiale a simili temperature di esercizio.

Dal punto di vista microstrutturale è stato possibile evidenziare da un lato come la polvere di lega metallica, utilizzata nei processi a letto di polvere sia EBM che DMLS/SLM, possa essere ulteriormente uniformata dal punto di vista morfologico, anche al fine della riduzione della formazione di difetti all'interno dei componenti stampati. Dall'altro lato è stato possibile evidenziare le tipologie di difetti, con una risoluzione migliore rispetto alle altre tecniche utilizzate, ma su volumi ridotti, e la microstruttura della lega Ti6Al4V dopo il processo di stampa e dopo il successivo trattamento mediante HIP. I risultati della ricerca delimitano quindi, insieme ai dati già presenti in letteratura, l'ambito di azione dei processi a letto di polvere, in particolare EBM, per la stampa di componenti in lega Ti6Al4V, anche per un loro utilizzo in processi quali quelli finalizzati alla produzione di energia, in particolare in ambiente corrosivo.

## 4 Riferimenti bibliografici

- [1] W. E. Frazier, "Metal additive manufacturing: A review" *J. Mater. Eng. Perform.* 23 (2014) 1917–1928
- [2] H. Yoon, J. Lee, H. Kim, et al. "A comparison of energy consumption in bulk forming, subtractive, and additive processes: Review and case study", *Int. J. of Precis. Eng. and Manuf.-Green Tech.* 1, (2014) 261–279.
- [3] P. Edwards, A. O’Conner & M. Ramulu, "Electron Beam Additive Manufacturing of Titanium Components: Properties and Performance" *J. Manuf. Sci. Eng.* 135 (2013) 61016.
- [4] ASTM E 8/E 8M: Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials.
- [5] A. Bellotti, J.-Y. K., J. E. Bishop, B. H. Jared, D. Susan, L. J. Jacobs, (2019) "Nonlinear ultrasonic technique for the quantification of dislocation density in additive materials, AIP Conference Proceedings 2102, 020040.
- [6] A.Castellano, M.Mazzarisi, S. L. Campanelli, A. Angelastro, A. Fraddosio, M. D. Piccioni, "Ultrasonic Characterization of Components Manufactured by Direct Laser Metal Deposition", *Materials*, 13 (2020) 2658.
- [7] N. Xu, Y. W. Shi,, F. C. He, P. H. Yang, "Ultrasonic Array Inspection for Additive Manufacturing Components using Full Matrix Capture", 15th Asia Pacific Conference for Non-Destructive Testing (APCNDT2017), November 13-17, 2017, Singapore, 2017.
- [8] A. Chabot, N. Laroche, E. Carcreff, M. Rauch, J.-Y. Hascoët, "Towards defect monitoring for metallic additive manufacturing components using phased array ultrasonic testing", *Journal of Intelligent Manufacturing* 31 (2020) 1191–1201.
- [9] A. Lopez, R. Bacelar, I. Pires, T. G. Santos, J.P. Sousac, L. Quintino, "Non-destructive testing application of radiography and ultrasound for wire and arc additive manufacturing", *Additive Manufacturing* 21 (2018) 298–306.
- [10] A. B.Lopez, J. Santos, J. P. Sousa, T. G. Santos, L. Quintino, "Phased Array Ultrasonic Inspection of Metal Additive Manufacturing Parts", *Journal of Nondestructive Evaluation* 38 (2019)62.
- [11] C. Bakre, M. Hassanian, C. Lissenden, "Influence of surface roughness from additive manufacturing on laser ultrasonics measurements", AIP Conference Proceedings 2102 (2019) 020009.
- [12] K. Sarah, D. Phill, T. Chris, Dutton Ben, "Identification of sub-surface defects in parts produced by additive manufacturing, using laser generated ultrasound", *Materials Science* (2016).
- [13] D. Levesque, C. Bescond, M. Lord, X. Cao, P. Wanjara, J. Monchalain, "Inspection of additive manufactured parts using laser ultrasonics", AIP Conference Proceedings 1706 (2016), 130003.
- [14] <https://www.nist.gov/pml/x-ray-mass-attenuation-coefficients>.
- [15] Cantatore, A. & Muller, P. Introduction to computed tomography. Technical report, DTU Mechanical Engineering (2011).
- [16] A. Buades, B. Coll and J. Morel, "A non-local algorithm for image denoising," 2005 IEEE Computer Society Conference on Computer Vision and Pattern Recognition (CVPR'05), vol. 2, 2005, pp. 60-65 doi: 10.1109/CVPR.2005.38
- [17] N. Otsu, (1979) "A Threshold Selection Method from Gray-Level Histograms," in *IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics*, vol. 9, no. 1, Jan. 1979, pp. 62-66, doi: 10.1109/TSMC.1979.4310076
- [18] ACCREDIA certificate for load cell 500 kN f.s., s/n 1027871: KIWA CERMET no. LAT 052 1816185FSE, date of issue: 2018/10/17
- [19] ACCREDIA certificate for LVDT 150 mm, s/n 250: KIWA CERMET no. LAT 052 1816230FSE, date of issue: 2018/10/17
- [20] Normativa UNI 10002 parti 1-5: Materiali Metallici – Prova di trazione.
- [21] F.H. Froes, "Mechanical Properties and Testing of Titanium Alloys", *TITANIUM Physical Metallurgy Processing and Applications* (2015) pp. 113 – 139, ASM International, Materials Park, Ohio.
- [22] MATWEB, <http://www.matweb.com/>.
- [23] ASTM B822
- [24] <https://www.advancedpowders.com/powders/titanium/ti-6al-4v-5>
- [25] iso 13322-1

- [26] S. Tammam-Williams, P. J. Withers, I. Todd, P. B. Prangnell, "The Influence of Porosity on Fatigue Crack Initiation in Additively Manufactured Titanium Components", *Scientific Reports* 7 (2017) 7308.
- [27] Y. Oshida, "Materials Classification", *Bioscience and Bioengineering of Titanium Materials* (II edition), 2013, Pages 9-34, Elsevier.
- [28] C. Leyens, M. Peters, *Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications*, 2003, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA
- [29] Z. Tarzimoğhadam, S. Sandlöbes, K.G. Pradeep, D. Raabe, *Microstructure design and mechanical properties in a near- $\alpha$  Ti-4Mo alloy*, *Acta Mater.* 97 (2015) 291–304
- [30] ASTM F2924-14
- [31] S.S. Al-Bermani, M.L. Blackmore, W. Zhang, and I. Todd, "The Origin of Microstructural Diversity, Texture, and Mechanical Properties in Electron Beam Melted Ti-6Al-4V", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41A (2010) 3422-3434.
- [32] W.Q. Toh, P. Wang, X. Tan, M. L. Sharon Nai, E. Liu, S. Beng Tor, "Microstructure and Wear Properties of Electron Beam Melted Ti-6Al-4V Parts: A Comparison Study against As-Cast Form", *Metals*, 6 (2016) 284.
- [33] J.W. Elmer, T.A. Palmer, S.S. Babu, E.D. Specht, "In situ observations of lattice expansion and transformation rates of  $\alpha$  and  $\beta$  phases in Ti-6Al-4V", *Materials Science and Engineering A* 391 (2005) 104–113.
- [34] L. Zeng, T.R. Bieler, "Effects of working, heat treatment, and aging on microstructural evolution and crystallographic texture of  $\alpha$ ,  $\alpha'$ ,  $\alpha''$  and  $\beta$  phases in Ti-6Al-4V wire", *Materials Science and Engineering A* 392 (2005) 403–414.

## 5 Abbreviazioni ed acronimi

CT	Computed Tomography (X-Ray CT)
DMLS	Direct metal laser sintering
EBM	Electron Beam Melting
FMC	Full Matrix Capture
HIP	Hot Isostatic Press
PAUT	Phased Array Ultrasonic Testing Test
SLM	Selective Laser Melting