



Ricerca di Sistema elettrico

Le Tecnologie Additive: sviluppo di metodi di caratterizzazione e qualifica dei materiali e dei prodotti

M. Nacucchi, F. Palano, A. Coglitore, A. Spada, U. De Angelis, A. Tatì, D. Mirabile Gattia

TITOLO MATERIALI DI FRONTIERA PER USI ENERGETICI

M. Nacucchi, F. Palano, A. Coglitore, A. Spada, U. De Angelis, D. Mirabile Gattia
(ENEA)

Dicembre 2019

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico - ENEA

Piano Triennale di Realizzazione 2019-2021 - I 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: sviluppo di metodi di caratterizzazione e qualifica dei materiali e dei prodotti (LA3.7)

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.....	7
2.1 ASPETTI TEORICI.....	7
2.2 METODOLOGIE SPERIMENTALI PER LA VALUTAZIONE DELLA QUALITÀ DEI PRODOTTI. CONTROLLI NON-DISTRUTTIVI E MICRO- INVASIVI 9	
2.2.1 <i>Ultrasuoni.</i>	11
2.2.2 <i>Termografia</i>	15
2.2.3 <i>Tomografia computerizzata ai raggi X</i>	16
2.3 METODOLOGIE SPERIMENTALI PER LA VALUTAZIONE DELLA QUALITÀ DEI PRODOTTI. TEST MECCANICI E TERMICI	19
2.4 ANALISI MICROSTRUTTURALI	24
2.5 RISULTATI SPERIMENTALI PRELIMINARI E DISCUSSIONE	25
3 CONCLUSIONI.....	38
4 RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI	39
5 ABBREVIAZIONI ED ACRONIMI.....	41
6 APPENDICE 1	41
7 APPENDICE 2	44
8 APPENDICE 3	46

Sommario

L'additive manufacturing (AM) può essere impiegata per modificare le metodologie di produzione già esistenti e/o i materiali impiegati nelle attuali tecnologie per lo sviluppo di energia in generale o la produzione di energia elettrica nello specifico; si pensi ad esempio a bruciatori, scambiatori di calore, componenti alleggerite per il settore trasporti o a turbine. Nonostante i continui miglioramenti tecnologici dei sistemi di AM per metalli, la mancanza di ripetibilità e stabilità del processo rappresenta ancora un ostacolo importante a una sua più ampia e rapida diffusione. Per questo motivo, la corrente linea di attività è focalizzata sullo sviluppo di metodi di caratterizzazione e qualifica dei materiali prodotti. Diventa quindi fondamentale l'utilizzo di tecniche di controllo, in particolare non distruttive, adeguate a rilevare i difetti tipici dei componenti realizzati con i processi di produzione additiva e quindi valutare la qualità dei prodotti. Altrettanto importante è la caratterizzazione termomeccanica e microstrutturale dei materiali e dei componenti, al fine di valutare l'affidabilità di queste tecnologie in comparazione con quelle tradizionali.

In questo rapporto, vengono descritti i difetti più frequenti riscontrati in componenti metallici realizzati con metodi di AM, soprattutto quelli che fanno uso del letto di polvere, è esposta una sintetica rassegna della normativa tecnica internazionale e dei risultati sperimentali più significativi sui controlli non-distruttivi (CND) e micro-invasivi, sui test termomeccanici e sulle analisi microstrutturali applicabili alle tecnologie di manifattura additiva. Sono presentate altresì le apparecchiature sperimentali esistenti in ENEA con le quali saranno eseguite le indagini su provini di materiali e componenti, ed è delineato il programma sperimentale. Laddove è stato o sarà necessario un adeguamento della strumentazione, esso è stato indicato. I risultati sperimentali preliminari sin qui ottenuti riguardano le analisi microstrutturali su provini in Ti6Al4V realizzati mediante fusione selettiva di un letto di polveri con fascio elettronico. Queste analisi preliminari confermano come la struttura fine generata dalla stampa su letto di polvere possa essere collegata alle caratteristiche meccaniche effettivamente riscontrabili. In appendice è inoltre riportato un elenco delle norme tecniche internazionali pertinenti.

1 Introduzione

Nel Programma Quadro europeo per la Ricerca e l'Innovazione uno dei tre "pilastri" di priorità è quello relativo alle 'societal challenges', con particolare riguardo all'ambito dell'energia sicura, pulita ed efficiente. Tra gli obiettivi specifici di tale ambito vi sono:

- lo sviluppo di un mercato per tecnologie e servizi per l'uso efficiente ed intelligente dell'energia;
- la produzione di energia elettrica a basso costo e a basse emissioni, con specifico riferimento allo sviluppo di energia eolica, di sistemi per la produzione di energia solare efficienti, affidabili e competitivi, di sistemi di riscaldamento e raffrescamento da energia rinnovabile;
- lo sviluppo di nuove tecnologie in grado di rivoluzionare il settore dell'energia.

L'additive manufacturing (AM) può incidere positivamente sul risparmio energetico dal punto di vista dei consumi. Il miglioramento dell'efficienza dei motori nel campo dei trasporti, per esempio, dipende dalla capacità di riduzione delle perdite (di natura termica, meccanica, di azionamento) durante il loro normale funzionamento. Il miglioramento dell'efficienza dei motori incide sul consumo di carburante (per i veicoli alimentati a combustibile fossile) o di elettricità (per i veicoli elettrici). Ad esempio, si stima che la riduzione di 100 kg nel peso di un aereo possa determinare un notevole risparmio annuo in termini di carburante, dell'ordine di qualche milione di dollari, considerando aerei impegnati su brevi [1]. Allo stesso modo l'additive manufacturing può essere impiegata per modificare le metodologie di produzione già esistenti e/o i materiali impiegati nelle attuali tecnologie per lo sviluppo di energia in generale o la produzione di energia elettrica nello specifico. Si può pensare ad esempio alla produzione di turbine, di scambiatori di calore, o parti specifiche degli attuali sistemi attraverso questa tecnologia innovativa in sostituzione di quelle tradizionali.

Con specifico riferimento al processo di produzione di nuovi componenti metallici per il miglioramento dell'efficienza relativa sia alla produzione che al consumo di energia, le tecniche additive, rispetto alle sottrattive tradizionali, offrono i seguenti potenziali vantaggi:

- riduzione del tempo di realizzazione;
- totale assenza di limiti alla geometria dei prodotti da realizzare;
- possibilità di ottimizzazione geometrica e conseguente drastica riduzione della quantità di materiale impiegato;
- sfruttamento del materiale alle sue massime capacità;
- possibilità di realizzazione di pezzi complessi in blocchi unici e non assemblati;
- normalmente, riduzione del consumo energetico;
- possibilità di impiego di materiali innovativi e più efficienti.

Facendo un confronto di costi, è intuibile come al crescere della complessità dell'oggetto i costi della manifattura additiva tendano a uguagliare quelli di una manifattura tradizionale, fino a che, oltre un certo grado di complessità del prototipo da realizzare, l'additive manufacturing permette di avere costi notevolmente ridotti, non richiedendo lunghe lavorazioni meccaniche, assemblaggio e saldature dei componenti e, nel caso di fusioni, la realizzazione di stampi. [2].

La famiglia dei processi dell'additive manufacturing è particolarmente attrattiva per la produzione efficiente di oggetti che altrimenti avrebbero un elevato rapporto "buy-to-fly" [3]. Il rapporto buy-to-fly è semplicemente il rapporto della massa tra il materiale di partenza e quello finale, quello della parte finita.

Rapporti buy-to-fly di 10 a 1 (cioè che soltanto il 10% del materiale originale rimane nel prodotto finito) sono comuni nelle applicazioni aerospaziali per parti prodotte attraverso processi tradizionali di manifattura sottrattiva [3]. Elevati rapporti buy-to-fly si ottengono soprattutto quando la geometria della parte finita richiede un blocco di partenza più grande e la maggior parte del volume è rimossa e gettata via. Questa riduzione di peso è critica non solo per il mercato aerospaziale ed automobilistico, ma anche nei settori medico, biotecnologico, ecc., poiché permette una significativa riduzione di energia e facilità di uso [4].

Intuitivamente, sembra chiaro che la produzione di parti attraverso la manifattura sottrattiva che richiede la rimozione della maggior parte del materiale di partenza necessita di una maggiore quantità di energia

rispetto alla manifattura additiva. Al contrario, nei casi in cui viene rimosso poco materiale, la manifattura sottrattiva potrebbe necessitare di una minore energia nel complesso [5].

Nella manifattura sottrattiva bisogna includere tutti i processi che portano al prodotto finale. Esempi sono la trapanatura, tornitura, fresatura, foratura, intagliatura, macinatura.

Durante il processo di manifattura additiva, l'energia è richiesta per il trasporto del materiale stoccato, ottenere e mantenere le appropriate condizioni termiche ed atmosferiche, azionare i motori per le fasi di posizionamento degli oggetti, fondere le parti metalliche, alimentare sensori per il monitoraggio ed il controllo del processo. Il consumo di energia varia ampiamente in funzione del processo impiegato ed inoltre è unico per ogni tipologia di macchina utilizzata [5].

Alcuni lavori in letteratura mettono a confronto i costi [6,7] e l'energia consumata [8-11] relativamente alle diverse tecniche di stampa 3D impiegate.

Zhang et al. [12] hanno realizzato uno scambiatore di calore a microcanali costruito per via additiva in Inconel 718. Rispetto a scambiatori analoghi realizzati per manifattura tradizionale questo scambiatore permette un incremento del 25% dell'efficienza relativamente alla densità di energia scambiata. Romei et al. [13] hanno proposto uno scambiatore tubolare in acciaio inossidabile 316L resistente ad altissime temperature da utilizzare in veicoli spaziali, costruito con la tecnica SLM. Studi sul miglioramento della rugosità in scambiatori di calore con micro canali realizzati con tecnologia additiva laser (Laser Bed Fusion) sono stati svolti da Kirsh and Thole [14].

L'obiettivo scientifico e tecnologico principale del corrente WP (WP3) è quello di approfondire, anche attraverso lo sviluppo, gli aspetti relativi ai materiali per sistemi di stampa 3D. Le tecnologie di produzione additive fanno emergere nuove problematiche, rispetto alle tradizionali tecnologie di fabbricazione di fonderia e sottrattive, quali la progettazione di componenti con geometrie complesse (trabecolari) al fine dell'alleggerimento del componente e l'utilizzo di materie prime seconde. Per questo motivo, la corrente linea di attività (LA3.7) è focalizzata sullo sviluppo di metodi di caratterizzazione e qualifica dei materiali prodotti.

I materiali, oggetto delle attività del WP3 sono scelti sulla base della potenziale realizzazione di componenti di diretto interesse per il sistema elettrico: bruciatori, scambiatori di calore, componenti alleggerite per il settore trasporti, turbine etc.. A differenza dei processi di produzione sottrattivi, che prevedono diverse fasi di lavorazione e assemblaggio delle parti, con la tecnologia additiva si ottiene direttamente il componente finito. Questo rende complessa la verifica dell'integrità dei componenti, in quanto il controllo può essere effettuato solo sul componente finito e non sulle sue parti. E' pertanto fondamentale l'utilizzo di tecniche di controllo, in particolare non distruttive, adeguate a rilevare le difettosità tipiche dei componenti realizzati con i processi di produzione additiva (AM) e quindi valutare la qualità dei prodotti. Altrettanto importante è la caratterizzazione termomeccanica e microstrutturale dei materiali e dei componenti, al fine di valutare l'affidabilità di queste tecnologie in comparazione con quelle tradizionali. L'aspetto della qualità dei prodotti impatta sulla diffusione di queste tecnologie nei sistemi produttivi e, indirettamente, sui consumi energetici per la produzione, nel caso di componenti che non rispettino le specifiche tecniche richieste dal committente. In generale, si può affermare che nonostante i continui miglioramenti tecnologici dei sistemi di AM per metalli, la mancanza di ripetibilità e stabilità del processo rappresenta ancora una barriera per la svolta industriale tanto attesa. D'altra parte, le applicazioni di AM in metallo attualmente più rilevanti coinvolgono l'industria in settori (ad es. aerospaziale e biomedicale) in cui l'eliminazione dei difetti è fondamentale [15].

Dopo una breve ma circostanziata esposizione, dei difetti più frequenti riscontrati in componenti metallici realizzati con metodi di AM, soprattutto quelli che fanno uso del letto di polvere, nei due paragrafi successivi è esposta una breve rassegna della normativa tecnica più specifica e dei risultati sperimentali più significativi presenti in letteratura sui controlli non-distruttivi (CND) e micro-invasivi e sui test termomeccanici, rispettivamente. E' anche descritta la realizzazione degli allestimenti strumentali che saranno adoperati nella prosecuzione del progetto.

2 Descrizione delle attività svolte e risultati

2.1 Aspetti teorici

La mancanza di robustezza, stabilità e ripetibilità dei processi di AM comporta che la presenza di difetti sia ancora troppo alta rispetto ai sistemi di produzione convenzionali [15]. L'articolo di rassegna di Grasso e Colosimo [15] offre una panoramica dei diversi tipi di difetti e delle loro cause, che è utile richiamare.

I processi Powder Bed Fusion (PBF), che sono stati i primi processi di AM per materiali metallici a essere implementati su "vasta" scala, sfruttano una sorgente di energia termica che sinterizza o fonde selettivamente le polveri metalliche. Un sottile strato di polvere metallica è depositato su un substrato piano mediante sistemi di deposizione di polveri. Poi il fascio si muove lungo un percorso predefinito e fonde localmente la polvere per realizzare la prima *slice* della parte. Quando la scansione del primo strato è completa, il substrato viene abbassato, un nuovo strato di polvere viene depositato e il processo viene ripetuto per realizzare la *slice* successiva.

Il processo Selective Laser Melting (SLM) avviene in un'atmosfera inerte per evitare la formazione di ossidi superficiali, mentre il processo Electron Beam Melting (EBM) avviene sotto una pressione di elio molto bassa e ad elevate temperature. Nei processi PBF, che includono le tecnologie SLM ed EBM, possono essere riscontrate varie tipologie di difetti, dovuti a differenti meccanismi di generazione.

Porosità. E' costituita da vuoti (cavità) all'interno del materiale massivo fuso. Questi vuoti possono essere trovati in un strato (*layer*), tra strati adiacenti o sulla superficie esterna della parte. I pori possono essere sferici o aciculari (quelli tra gli strati) e hanno dimensione di pochi micron. La porosità impatta fortemente sulla velocità di crescita delle cricche e quindi sulle prestazioni a fatica.

Balling. Consiste nella formazione di sfere fuse, si verifica quando il materiale fuso solidifica in sfere invece che in strati solidi e costituisce un severo impedimento alla connessione tra i layer. La tensione superficiale guida il fenomeno del balling, impedendo al materiale fuso di bagnare gli strati sottostanti. Il balling può aumentare la rugosità superficiale, in quanto un elevato numero di pori si possono formare tra le sfere metalliche, mentre le sfere sporgenti dallo strato di polvere possono interferire con il movimento del sistema di deposizione delle polveri.

Stress residui, cricche e delaminazioni. Tali difettosità sono dovute all'insorgenza di gradienti termici e alla fase di raffreddamento degli strati fusi. Le delaminazioni sono tipi particolari di cricche che si originano e si propagano tra strati adiacenti.

Difetti geometrici e accuratezza dimensionale. Consistono in deviazioni geometriche e dimensionali (ritiro, dilatazione e distorsione) dal modello nominale. Esistono vari tipi di distorsioni (incurvatura, spigoli sopraelevati), che deteriorano la topologia della superficie e l'accuratezza dimensionale della parte. Tali difetti possono peggiorare il profilo a gradini dovuto alla produzione layer by layer di superfici curve ed inclinate (effetto *stair stepping*) e, quando i vertici sopraelevati sporgono dal letto di polvere, possono interferire con il sistema di ricoprimento. Altri tipi di distorsioni critiche sono la formazione di pareti sottili, superfici sporgenti ed angoli acuti. In tali regioni, la pozza fusa è circondata da polvere sciolta, che ha conducibilità più bassa del materiale solido. Il minore flusso termico provoca un fenomeno di surriscaldamento locale che può deteriorare l'accuratezza geometrica.

Difetti superficiali. La rugosità superficiale è dovuta a due contributi, l'effetto *stair stepping* e la rugosità della superficie del metallo costituente il substrato. La finitura superficiale dipende dall'orientazione della superficie rispetto alla direzione di crescita e ha effetto sulla resistenza a fatica della parte. I difetti superficiali possono anche essere prodotti dall'effetto balling, che ostacola l'ottenimento di superfici lisce.

Disomogeneità ed impurità microstrutturali. I processi PBF comportano elevati input localizzati di calore durante i tempi molto brevi di interazione fascio-materiale, che influenzano significativamente la microstruttura della parte. La microstruttura ottenuta da processi PBF è differente da quella ottenuta mediante processi convenzionali. Esiste infatti una relazione tra le proprietà microstrutturali e la

formazione di micro-pori, cricche e stress residui. Disomogeneità della struttura includono impurezza, differenze nella dimensione dei grani e difformità nella tessitura cristallografica. L'impurezza del materiale è rappresentata da inclusioni, contaminazioni da altri materiali e formazione di ossidi superficiali. La presenza di polveri non fuse all'interno dei pori o in forma di grumi è responsabile di rottura prematura dei campioni a causa della riduzione della sezione utile.

I difetti nei metalli prodotti per AM possono essere raggruppati nelle seguenti categorie a seconda della loro origine e causa: difetti indotti dall'attrezzatura, dal processo, dal modello e dalla fornitura del materiale

Difetti indotti dall'attrezzatura. I difetti dovuti alla strumentazione sono riconducibili principalmente al sistema di deflessione e scansione del fascio, al controllo ambientale della camera di lavoro, alla raccolta e trattamento delle polveri e al sistema di deposizione e a insufficiente spessore del substrato. Queste problematiche possono portare a mancanza di fusione e produrre differenti difetti, incluse porosità e scarsa accuratezza geometrica.

La contaminazione da prodotti gassosi o l'energia riflessa dal letto di polvere possono influenzare la distribuzione locale di energia del fascio. Anche piccoli cambiamenti nella composizione di ossigeno possono provocare variazioni rilevanti della pozza fusa ed influire sulla stabilità del processo. Il contenuto di ossigeno nella camera è critico per la generazione del fenomeno di balling.

Difetti associati a distorsioni, deformazioni, delaminazioni e cricche sono influenzati dallo spessore del substrato e dal modo in cui il calore del processo viene dissipato attraverso il substrato. Il preriscaldamento del letto di polvere è importante per abbassare i gradienti termici e le tensioni.

Un'errata deposizione delle polveri può creare strati irregolari di polvere, che hanno un effetto negativo sull'interazione fisica tra il fascio laser e il materiale.

Difetti indotti dal processo. I difetti causati da errori nel processo sono associati all'interazione tra il fascio, la polvere fusa e il materiale precedentemente fuso. La strategia di scansione influenza la distribuzione di temperatura sulla slice e la generazione di porosità e vuoti e potrebbe comportare l'insorgenza di tensioni residue. Strategie improprie possono provocare la generazione di vertici sopraelevati e influenzare le proprietà microstrutturali.

Lo spessore dello strato influenza le tensioni residue nella parte e l'iniziazione del fenomeno di balling.

I parametri di processo, la strategia di scansione, la morfologia dei pori e le prestazioni del componente hanno effetti anche sulla densità della parte. Infatti, la potenza del laser, la velocità di scansione e la distanza tra le tracce determinano la densità di energia. Esiste una correlazione tra la densità di energia e la densità del componente, che permette di identificare una finestra di parametri di processo corrispondenti a una buona densità e qualità della parte.

Un'altra fonte di difetti è correlata all'espulsione di particelle e di metallo liquido dovuta all'interazione tra il fascio ed il materiale. Quando gli schizzi cadono sul letto di polvere, essi possono produrre due tipologie di difetti: vuoti e discontinuità nel materiale.

Difetti indotti dal modello. Gli errori indotti dalle scelte progettuali implementate nel modello possono essere compiuti nella progettazione di supporti ed elementi sacrificali e nell'orientazione della parte rispetto al substrato e al sistema di riferimento della macchina. Il comportamento anisotropo del prodotto finale è fortemente correlato alla direzione di costruzione della parte, che eventualmente influenza le sue proprietà fisiche e meccaniche.

Difetti indotti dalla fornitura di materiale. La qualità della polvere è direttamente correlata al processo di produzione. La fluidità e la densità apparente hanno il maggior impatto sulla qualità del prodotto. Particelle sferiche e lisce migliorano queste due proprietà della polvere. Le polveri metalliche possono essere contaminate da umidità, composti organici, gas adsorbiti, film di ossidi e nitriti sulle superfici delle particelle. Tali contaminazioni possono degradare le proprietà meccaniche e l'accuratezza geometrica del componente consolidato.

2.2 Metodologie sperimentali per la valutazione della qualità dei prodotti. Controlli non-distruttivi e micro-invasivi

L'uso di processi di AM ha un grande potenziale per la produzione di parti di alto valore, complesse e personalizzate e potrebbe rivoluzionare la produzione di pezzi in settori di frontiera come quello aerospaziale, consentendo l'introduzione di prodotti con "vincoli di progettazione" tali da non poter essere fabbricati utilizzando processi convenzionali, riducendo gli scarti (green manufacturing), eliminando la dipendenza dai produttori di apparecchiature originali (original equipment manufacturers, OEMs) per i pezzi di ricambio critici e prolungando la durata dei componenti in servizio attraverso metodologie di riparazione innovative [16,17]. Tuttavia, l'adozione da parte dell'industria di parti fatte mediante AM è lenta a causa dell'ambiguità negli attuali approcci di validazione e verifica, che sono intimamente legati alla capacità dei CND. Una barriera già evidenziata in rapporti redatti dal NIST e dalla NASA e non ancora del tutto superata per i processi e le apparecchiature di AM è che i metodi e le tecniche delle indagini non-distruttive esistenti non sono, in generale, ottimizzati per processi, materiali o parti AM [17,18]. Inoltre, l'applicazione delle tecniche d'indagine ND in situ durante il processo di AM è relativamente nuova che necessita ulteriore attività di ricerca. Le tecniche ND convenzionali per i controlli post-trattamento di pezzi finiti realizzati da AM risultano impegnative e non sono state ancora definitivamente messe a punto, data la varietà di tecnologie e di materiali impiegati nell'AM [17,18]. L'organismo di normazione statunitense ASTM International si è interessato sin dal 2009 alle tecnologie di produzione additiva, creando il comitato tecnico F42 che ha lo scopo di stimolare la ricerca e l'implementazione della tecnologia attraverso lo sviluppo di standard. I lavori di questo comitato sono coordinati con altri comitati tecnici ASTM, in particolare con quello E07 sui controlli non-distruttivi, creato nel lontano 1938. E' opportuno fare una breve panoramica della produzione di norme tecniche del comitato F42, prima di esaminare contributi più specifici dedicati ai metodi di caratterizzazione e qualifica di materiali e di prodotti realizzati mediante tecniche di AM.

Le norme emesse dalla commissione ASTM F42 includono le norme chiave necessarie per misurare le proprietà dei materiali usati per le produzioni additive [19]. Ecco un breve elenco.

Standard ISO/ASTM di applicazione generale su AM

- ISO/ASTM52900, Standard Terminology for Additive Manufacturing – General Principles – Terminology
- ISO/ASTM52901, Standard Guide for Additive Manufacturing – General Principles – Requirements for Purchased AM Parts
- ISO/ASTM52910, Standard Guidelines for Design for Additive Manufacturing
- ISO/ASTM52915, Standard Specification for Additive Manufacturing File Format (AMF) Version 1.2.

Standard ASTM su AM

- F2924, Standard Specification for Additive Manufacturing Titanium-6 Aluminum-4 Vanadium with Powder Bed Fusion.
- F2971, Standard Practice for Reporting Data for Test Specimens Prepared by Additive Manufacturing.
- F3122, Standard Guide for Evaluating Mechanical Properties of Metal Materials Made via Additive Manufacturing Processes.
- F3049, Standard Guide for Characterizing Properties of Metal Powders Used for Additive Manufacturing Processes.
- F3187, Standard Guide for Directed Energy Deposition of Metals.

La norma ASTM F2924 è più specifica per la produzione additiva nell'area dei dispositivi medici. La norma ISO/ASTM 52900 contiene tre schemi molto efficaci che permettono di avere una panoramica dei diversi principi in base ai quali si distinguono le tecnologie di produzione additiva nell'ambito di ciascun tipo di materiale: metalli (Figura 1), polimeri (Figura 2) e ceramici (Figura 3).

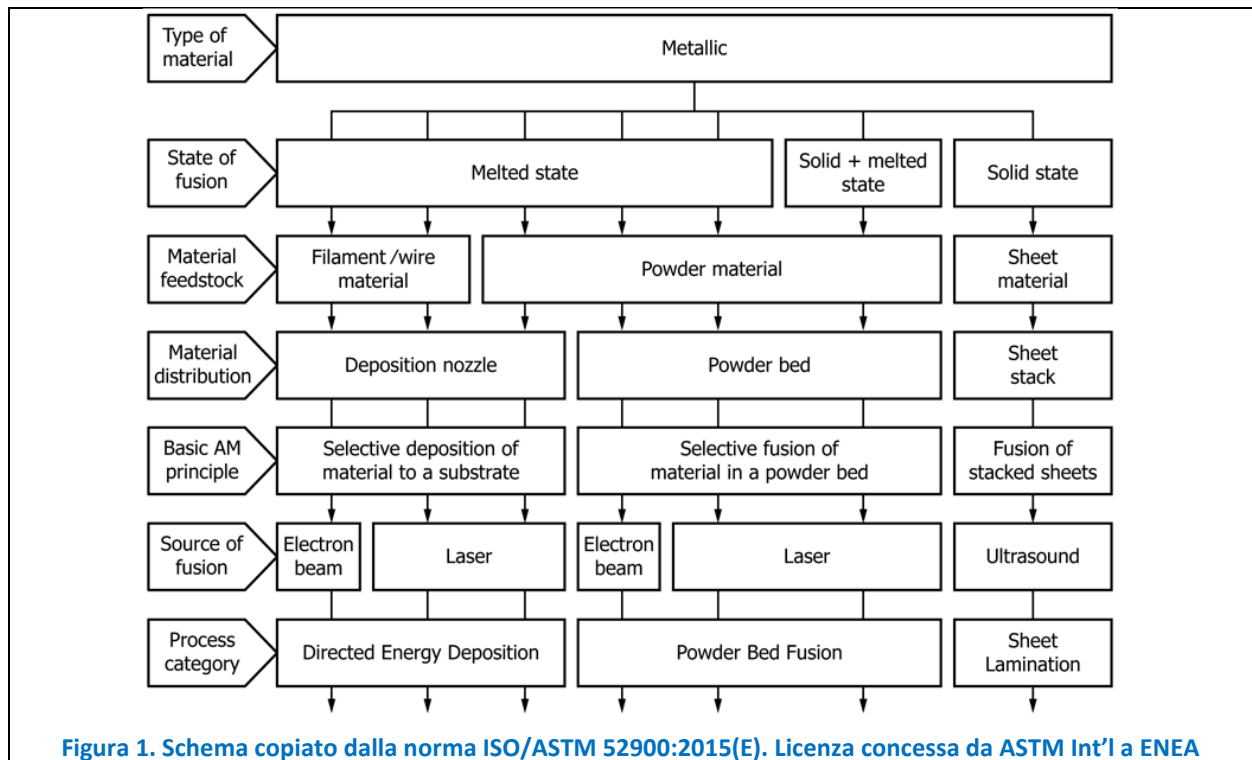


Figura 1. Schema copiato dalla norma ISO/ASTM 52900:2015(E). Licenza concessa da ASTM Int'l a ENEA

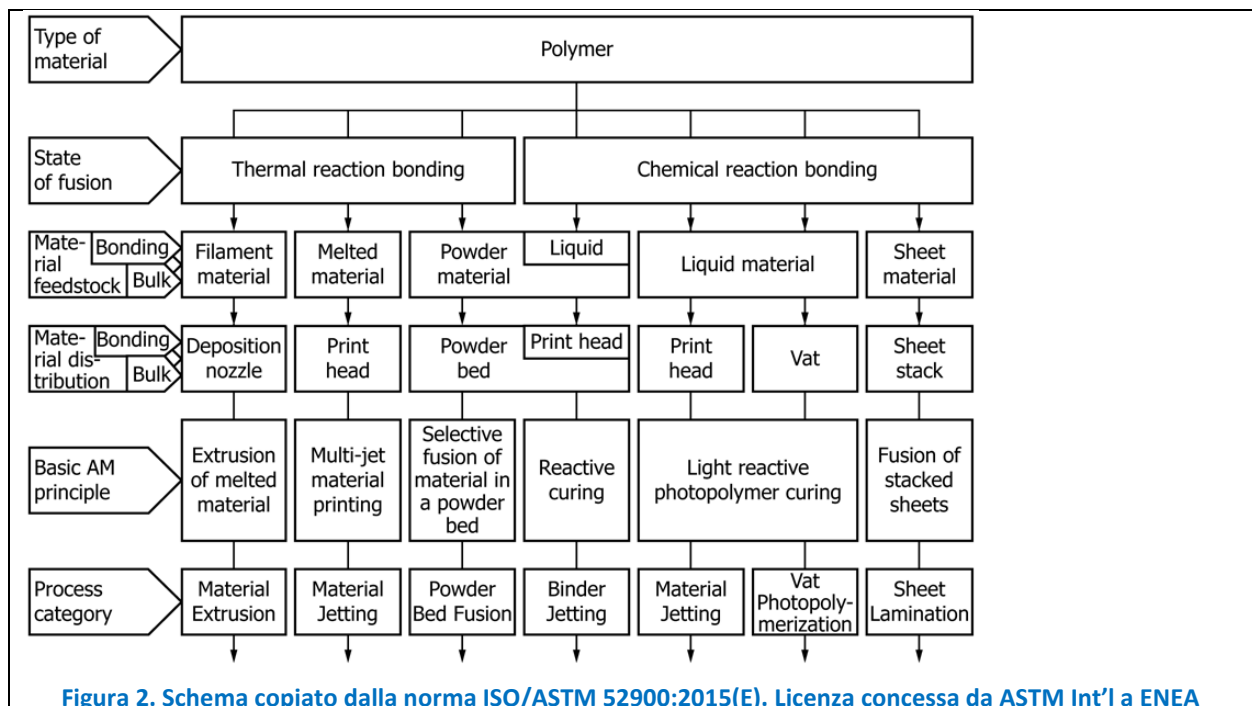
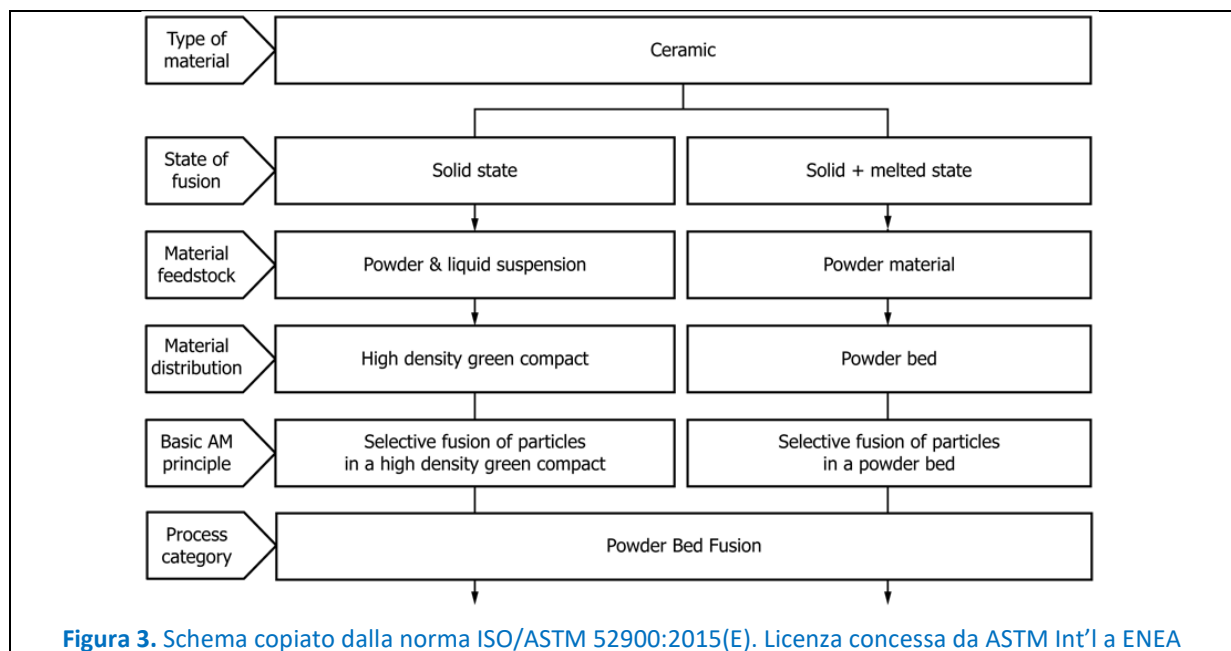


Figura 2. Schema copiato dalla norma ISO/ASTM 52900:2015(E). Licenza concessa da ASTM Int'l a ENEA



In appendice 1 e 2 sono riportate le attività in corso delle commissioni ISO/TC 261 e ASTM e le principali norme generate in merito alle tecnologie additive.

Accanto alle norme vere e proprie esistono anche delle raccomandazioni emesse dal NIST. Un protocollo per gli studi inter-laboratori (round-robin) è riportato in [20].

La commissione ASTM/TC-E07 sui controlli non-distruttivi è enorme essendo costituita da oltre 500 membri e mantenendo più di 225 standard attivi [19]. Questi standard hanno svolto e continuano a svolgere un ruolo preminente in tutti gli aspetti relativi alle metodologie tradizionali ed emergenti per Radiologia (X, Gamma e Neutroni), Liquidi Penetranti, Particelle magnetiche, Emissione acustica, Ultrasuoni, Elettromagnetismo, Test di tenuta e immagini di riferimento in Radiologia. Data la varietà di metodi e di tecniche, in questo paragrafo ci si limita a ricordare solo la norma relativa alla terminologia adoperata per la stesura delle norme preparate dalla commissione E07 sulle indagini non-distruttive:

Standard ASTM

- E1316, Standard Terminology for Non-destructive Examinations.

Nei prossimi paragrafi saranno citate le norme o i documenti tecnici pertinenti ai diversi metodi d'indagine considerati e di una certa rilevanza per la caratterizzazione e qualifica di materiali e di prodotti realizzati mediante AM.

2.2.1 Ultrasuoni.

In generale, per l'ispezione mediante CND è necessario mettere a punto procedure adatte al materiale utilizzato, alla geometria del componente ed al processo di AM, tenendo conto delle caratteristiche più rilevanti dei metodi d'ispezione ND selezionati e delle specifiche più stringenti per il componente in esame e per ogni sua parte ritenuta critica. La tecnica ultrasonora (UT) permette di analizzare campioni metallici e ceramici realizzati mediante processi di additive manufacturing, al fine di rilevare la presenza di eventuali difetti e contribuire alla validazione dei processi messi a punto e alla qualificazione delle parti realizzate. Nonostante il controllo ultrasonoro sia annoverato tra le tecniche NDT adatte a componenti metallici realizzati per AM [18,21-23], ne esistono ancora pochi esempi applicativi in letteratura. Ad esempio, in [23] gli autori valutano la capacità di individuazione dei difetti in materiali realizzati mediante processi di Welding Arc Additive Manufacturing (WAAM) da parte di alcuni metodi NDT. Tra le tecniche non distruttive selezionate vi è anche quella UT. Gli autori hanno dimostrato che il metodo UT fornisce una corretta informazione sulla localizzazione dei difetti, nonostante alcune limitazioni. Il metodo UT è il più flessibile

per quanto riguarda il posizionamento della strumentazione per l'ispezione ed è in grado di rilevare i difetti presenti nei materiali WAAM.

I laboratori di Brindisi e di Casaccia (Roma) della Divisione Tecnologie e processi dei materiali per la sostenibilità dell'ENEA si propongono di analizzare mediante il sistema automatico di mappatura ultrasonora componenti metallici realizzati mediante processi di additive manufacturing, al fine di rilevare la presenza di eventuali difettosità e di contribuire alla validazione dei processi considerati e alla qualificazione delle parti realizzate. Non esistendo ancora norme di riferimento specifiche per controlli mediante UT di componenti realizzati in AM, le norme a cui si farà riferimento sono quelle per materiali metallici prodotti con metodi convenzionali. Se ne riportano alcune a titolo di esempio:

- UNI EN 1330-1-2010, Prove non distruttive – Terminologia – Parte 4: termini utilizzati nel controllo con ultrasuoni
- UNI EN 4050-1-2013, Serie aerospaziale – Metodi di prova per materiali metallici – Ispezione ultrasonora di barre, piatti, barre da forgiare e stampati - Parte 1: Requisiti generali
- UNI EN 4050-2-2013, Serie aerospaziale – Metodi di prova per materiali metallici – Ispezione ultrasonora di barre, piatti, barre da forgiare e stampati - Parte 2: Esecuzione della prova
- UNI EN 4050-3-2013, Serie aerospaziale – Metodi di prova per materiali metallici – Ispezione ultrasonora di barre, piatti, barre da forgiare e stampati - Parte 3: Blocchetti di riferimento
- UNI EN 4050-4-2013, Serie aerospaziale – Metodi di prova per materiali metallici – Ispezione ultrasonora di barre, piatti, barre da forgiare e stampati - Parte 4: criteri di accettazione
- UNI EN 16810 – 2014, Prove non distruttive – Esame ad ultrasuoni – Principi generali
- UNI EN ISO 16827 – 2014, Prove non distruttive – Esami ad ultrasuoni – Caratterizzazione e dimensionamento delle discontinuità
- UNI EN ISO 18563-1-2015, Prove non distruttive – Caratterizzazione e verifica dei sistemi ad ultrasuoni “phased array” – Parte 2: Sonde

L'attività del secondo e terzo anno di progetto prevede la progettazione e realizzazione di un set-up sperimentale per effettuare dei test non distruttivi tramite ultrasuoni su provini e piccoli componenti in materiale metallico realizzati mediante AM. Si utilizzeranno controlli UT in riflessione con sonde convenzionali e phased array di elevata frequenza, alcune già in dotazione e altre da acquisire nel corso del prossimo anno di progetto. La tecnica ultrasonora Phased Array utilizza sonde a molti elementi per il controllo di difetti in componenti e materiali. Lo strumento, di cui è dotato il laboratorio di caratterizzazione non distruttiva ad ultrasuoni del Centro Ricerche ENEA di Brindisi, è l'OMNISCAN MX2 dell'OLYMPUS mostrato in Figura 4.



Figura 4. Impulsatore OMNISCAN MX2

L'OmniScan MX2, un apparecchio modulare e portatile, offre una velocità di acquisizione elevata, nonché nuove e potenti funzioni software per eseguire con efficacia ispezioni manuali ed automatiche.

Le ispezioni condotte con queste tecnologie dimostrano un notevole incremento nella sensibilità di rilevamento delle discontinuità e nella precisione del dimensionamento. Gli incrementi dovuti alla qualità di rappresentazione grafica e la gestione dell'elettronica hanno automatizzato i controlli, offrendo la possibilità di ridurre i limiti applicativi in cantiere o in laboratorio poiché, con lo stesso sistema, si possono controllare linee di diverse tipologie con differenti parametri costruttivi.

Per effettuare, con tale tecnica, un controllo automatizzato di componenti sarà necessario adattare il sistema di movimentazione utilizzato per controlli C-Scan (Figura 5) presente presso il Laboratorio di Caratterizzazione Non Distruttiva del Centro Ricerche ENEA di Brindisi composto da:

1. Movimentatore Micro Controlle–Newport XYZ + rotazione su Z + tavola rotante
2. Newport Motion controller MM4006
3. Strumento Ultrasonoro Panametrics 9100
4. Computer DELL con NI PCI-GPIB
5. Sonde ultrasonore ad immersione di varia frequenza (5-10 MHz focalizzate)
6. Vasca in plexiglass

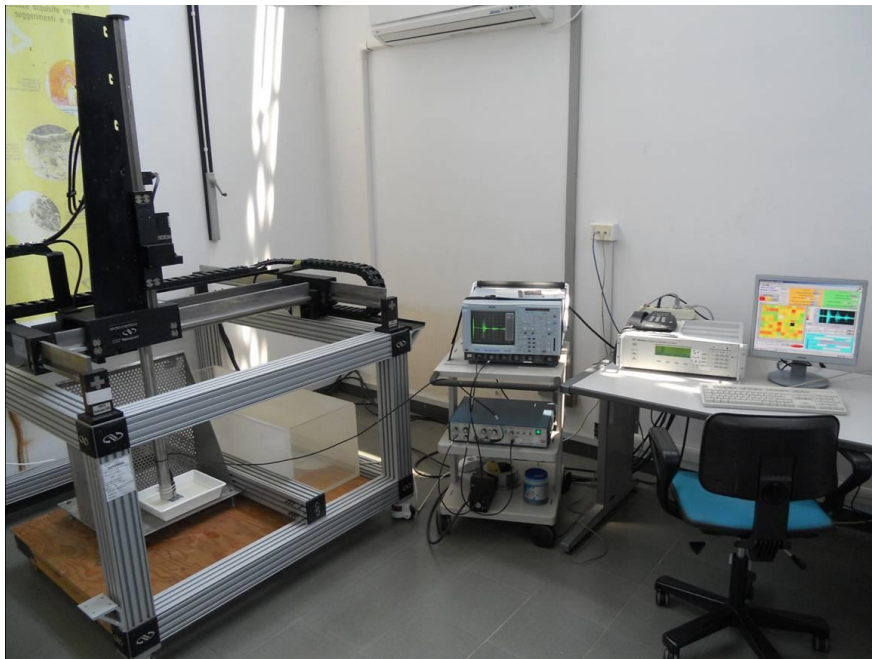


Figura 5. Sistema di movimentazione

Il programma di gestione assi e acquisizione dati è stato realizzato con Labview in Enea Casaccia. Il programma acquisisce il segnale ultrasonoro in radiofrequenza (RF) con l'oscilloscopio e controlla in modo remoto un sistema di movimentazione a più assi (due assi alla volta) di modo che si può associare il segnale RF con la posizione. Si genera quindi una matrice tridimensionale (X=asse 1, Y=asse 2, Z=segnale RF) dalla quale si ottengono delle mappe in falsi colori che ci danno informazioni sull'interno del campione sotto esame.

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 i 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 avremo 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 risultati finale sarà una mappa in scala millimetrica 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

Lo strumento OMNISCAN prevede un ingresso per 2 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 (trigger di posizione) durante il movimento dell'asse. Finita la scansione sul pezzo in esame i segnali ultrasonori memorizzati vengono elaborati per la visualizzazione grafica dei difetti attraverso mappatura.

Il set-up sperimentale necessita di un software in grado di gestire tutte le fasi sperimentali quali l'acquisizione, l'elaborazione e la presentazione dei risultati delle scansioni. TomoView della Olympus è compatibile con il sistema Omniscan MX2 della Olympus e permette l'integrazione del sistema di controllo phased array con il sistema di movimentazione C-scan già installato presso il laboratorio di Controlli Non

Distruttivi. TomoView è concepito per eseguire l'acquisizione di dati per controlli ultrasonori con diversi strumenti Olympus ad ultrasuoni Phased Array o convenzionali, consentendo di scegliere la configurazione più adatta per le proprie applicazioni. In particolare, TomoView potrà essere utilizzato perché include gli strumenti più avanzati di analisi NDT, permettendo una comprensione approfondita dei dati acquisiti. Mediante tale software è possibile, ad esempio, valutare la percentuale di area difettata rispetto all'area totale del componente e quindi implementare un criterio di accettabilità dei campioni.

2.2.2 Termografia

I metodi termografici permettono di rilevare la presenza di difetti superficiali e sub-superficiali. Analogamente a quanto osservato per i test ND a ultrasuoni, non esistono norme di riferimento per componenti realizzati in AM. Pertanto, le norme di riferimento sono quelle per materiali metallici prodotti con metodi convenzionali. Anche per tali materiali, tuttavia, le norme disponibili riferite ai metodi termografici sono in numero alquanto esiguo:

- UNI EN 16714-1-2016, Prove non distruttive – Prove termografiche – Parte 1: Principi generali
- UNI EN 16714-2-2016, Prove non distruttive – Prove termografiche – Parte 2: Strumentazione
- UNI EN 16714-3-2016, Prove non distruttive – Prove termografiche – Parte 1: Termini e definizioni
- UNI EN 17119-2018, Prove non distruttive – Prove termografiche – termografia attiva

Per rilevare mediante tecniche termografiche la presenza di difettosità in campioni o semplici componenti realizzati in AM sarà messo a punto un set-up opportuno. L'approccio termografico utilizzato sarà quello attivo. Le tecniche di termografia attiva si basano sull'utilizzo di uno stimolo esterno (termico o meccanico), che genera nella struttura una risposta, in termini di evoluzione della temperatura superficiale, influenzata dalla presenza o meno di difetti sub-superficiali. Analizzando le mappe dei termogrammi acquisiti nel tempo, i difetti quindi si palesano in genere sotto forma di contrasto termico.

Il laboratorio Controlli Non Distruttivi del C. R. ENEA di Brindisi dispone di una termocamera FLIR modello SC7200, dotata di detector raffreddato ed elevata frequenza di acquisizione (Figura 6 e Tabella 1).



Figura 6. Termocamera SC7210

Tabella 1 Caratteristiche tecniche della termocamera FLIR SC7210

Termocamera	Modello camera	FLIR SC7210 raffreddata
	Tipo di sensore	sensore InSb
	Lunghezza d'onda osservabile (μm)	1,5 - 5,1
	Intervalli di temperatura osservabili ($^{\circ}\text{C}$)	5 -300 300 – 1500

		1500- 2500
	Frequenza di immagine (Hz)	Fino a 190
	IR Risoluzione (pxl x pxl)	320 X 256
	Altre caratteristiche	lunghezza focale 50 mm apertura F/3

L'attrezzatura adoperata per condurre i test termografici è di seguito elencata:

- una termocamera SC7000 modello 7200M della FLIR con treppiedi, equipaggiata con un sensore di tipo Focal Plane Array FPA, raffreddato ad azoto liquido mediante un ciclo Stirling, avente una risoluzione NETD (Noise Equivalent Temperature Difference) pari a 20 mK;
- un personal computer laptop per l'acquisizione e l'analisi dei dati digitali avente le seguenti caratteristiche: processore Intel Pentium Core i5, RAM 4 GB;
- software di acquisizione ed elaborazione ALTAIR, mediante il quale la termocamera è controllata in remoto. Il programma consente di compiere delle funzioni di valutazione dei termogrammi acquisiti in ogni prova: profili e istogrammi, estrazione di dati statistici, aree d'interesse, sottrazione d'immagini. Permette inoltre l'esportazione dei dati nei formati ascii, bmp, tiff, jpeg, avi.
- software CIRRUS, designato per gestire la configurazione interna della termocamera.

Verrà acquisito, inoltre, nell'ambito del progetto, un laser di potenza e lunghezza d'onda opportune da utilizzare come sorgente eccitatrice per l'analisi termografica di componenti metallici realizzati per additive manufacturing, secondo le indicazioni dei pochi ma recenti lavori apparsi in letteratura [24,25]. In tali lavori gli autori propongono un approccio non a contatto e a campo intero, denominato *laser scanning thermography*, che è considerato una valida alternativa ad altri metodi NDT convenzionali di rilevazione dei difetti. I risultati ottenuti dimostrano l'applicabilità della tecnica di laser scanning thermography per l'individuazione in linea di difetti tipici di componenti realizzati per AM e la minore sensibilità alla rugosità superficiale rispetto ad altre tecniche non a contatto. Da quanto appena detto, si dovrà prevedere di realizzare anche un sistema di movimentazione del pezzo per poterne effettuare la scansione con il laser.

2.2.3 Tomografia computerizzata ai raggi X

Il processo AM è sicuramente il più adatto per realizzare le parti con geometrie complesse, ma queste geometrie rappresentano una sfida per i metodi convenzionali CND come ultrasuoni, correnti indotte e anche la radiografia. Allo stesso modo, molte parti realizzate mediante AM hanno una struttura interna che potrebbe non essere accessibile neanche a metodi quali i liquidi penetranti e la magnetoscopia, che sono meno sensibili alla geometria. Inoltre, le superfici irregolari o ruvide presenti in queste parti rendono i metodi tradizionali CND per il rilevamento di difetti superficiali, come la magnetoscopia, difficili o impossibili da applicare a causa dell'elevato rumore di fondo dovuto alla rugosità superficiale *as-manufactured* [18]. A ciò si aggiunge anche il fatto che le parti AM finite hanno in genere una maggiore gamma di porosità e difetti di mancanza di fusione, con una distribuzione estesa a tutta la parte, che rende difficile il dimensionamento a priori di difetti rilevanti o l'assunzione di un singolo difetto anomalo [18]. Quindi, la tecnica più promettente per le parti geometriche complesse sembra essere la tomografia computerizzata a raggi X (CT). Tuttavia, anche la CT ha dei limiti. Ad esempio, l'indagine CT non è adatta al rilevamento di difetti lineari e richiede tempo sia per l'acquisizione che per l'analisi dei dati (l'interpretazione visiva fetta per fetta è inaggirabile). Inoltre, la sensibilità della CT diminuisce quando le parti diventano fisicamente più grandi o più spesse [26]. Gli attuali sistemi micro-CT potrebbero non avere la combinazione di potenza penetrante e risoluzione per rilevare difetti critici nelle parti di più grandi dimensioni prodotte per AM. Nonostante le citate limitazioni, l'indagine CT appare comunque la più adatta per l'indagine di parti dalla geometria complessa.

Nell'ambito della Commissione ISO/TC 135 "Non-destructive testing", la sotto-commissione 5 "Radiographic testing" ha emesso la seguente norma [27]:

Standard ISO

- ISO 15708, Non-destructive testing — Radiation methods for computed tomography:

- Part 1: Terminology
- Part 2: Principles, equipment and samples
- Part 3: Operation and interpretation
- Part 4: Qualification

La norma citata è quella di riferimento per l'applicazione della CT a raggi X alla ricerca e identificazione di difetti in provini o componenti realizzati con non importa quali tecnologie produttive. In particolare, la CT a raggi X è adatta soprattutto alla rilevazione e misura della porosità interna. Su quest'argomento, nell'ambito dell'AM, si segnala la pubblicazione [28] curata dal NIST dove le due tecniche d'indagine ND quella basata sugli ultrasuoni (UT) e la CT a raggi X sono usate in modo combinato per raggiungere lo scopo.

L'ENEA dispone di un tomografo X ad alta risoluzione GE Phoenix Nanotom installato presso la sua sede di Brindisi, a dicembre del 2014 (Figura 7). Il tomografo è munito di un tubo a nanofuoco, da 180 kV/15 W, di un sistema di movimentazione del campione con meccanica di alta precisione ed estremamente stabile (basamento in granito e tavola rotante su cuscino d'aria) e di un rivelatore piano 2300 x 2300 pixel, con una larghezza fisica dei pixel quadrati di 50 μm e una gamma dinamica di 12 bit. La caratteristica di nano-fuoco del tubo radiogeno sta a significare semplicemente che la larghezza della sorgente di raggi X può essere rimpicciolita sino a dimensioni sub-micrometriche (la dimensione della sorgente coincide in pratica con quella della macchia focale del fascio elettronico sul contro-catodo, dato che quest'ultimo è costituito da uno strato sottile autosostenentesi di tungsteno o molibdeno). La distanza tra rivelatore e tubo radiogeno può variare da 200 mm a 500 mm, consentendo un ampio intervallo di ingrandimenti. Infatti, l'ingrandimento è meramente geometrico ed è uguale al rapporto tra la distanza rivelatore – sorgente (FDD) e oggetto – sorgente (FOD):

$$M = \text{FDD}/\text{FOD}.$$

Ad esempio, per una FDD uguale a 250 mm e una FOD a 10 mm, l'ingrandimento M è uguale a 25 e, di conseguenza, la larghezza effettiva di ogni pixel diventa di 2 μm . Dall'esempio considerato si deduce che per ottenere forti ingrandimenti e quindi alte risoluzioni spaziali, l'oggetto deve potersi avvicinare il più possibile al tubo radiogeno e ciò pone, ovviamente, una limitazione alle sue dimensioni fisiche, in quanto il l'oggetto deve poter girare su se stesso durante la scansione tomografica. Il sistema installato presso il Centro di Brindisi è ottimizzato per l'alta risoluzione, pertanto soffre di notevoli limitazioni alle dimensioni e al peso dei campioni analizzabili: se immaginiamo il campione come un cilindro, il suo diametro di base non può essere più lungo di 120 mm, la sua altezza non superiore a 150 mm e il suo peso deve essere inferiore a 2 kg. D'altra parte, va da sé che l'importanza della taglia dei difetti o dei dettagli da analizzare generalmente cresce con le dimensioni del campione: ha poco senso andare alla ricerca di cavità interne di 1 μm in un campione con un diametro di 100 mm.

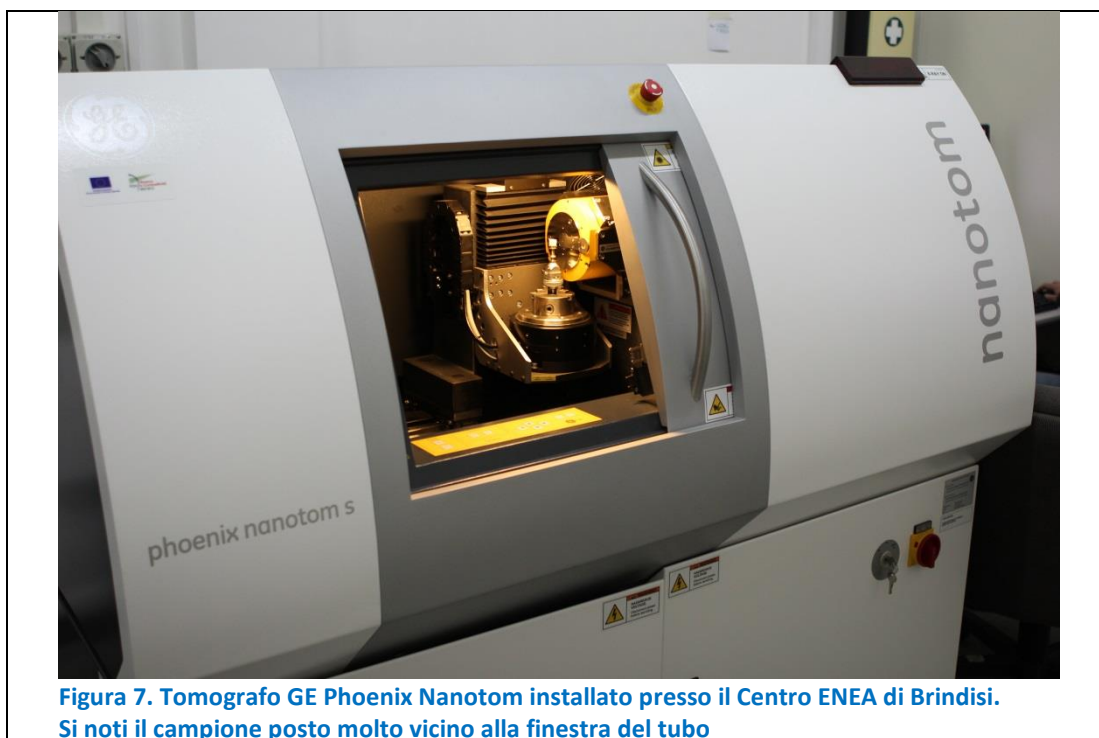


Figura 7. Tomografo GE Phoenix Nanotom installato presso il Centro ENEA di Brindisi. Si noti il campione posto molto vicino alla finestra del tubo

Accanto alle limitazioni d'ingombro, bisogna tener conto anche della profondità di penetrazione dei raggi X. Nella tabella 1 sono indicati i valori calcolati di massima profondità di penetrazione (t) di raggi X nel ferro, corrispondente al 99% di assorbimento, al variare dell'energia dei fotoni del fascio, assumendo una densità di massa del ferro pari a 7.874 g/cm^3 e usando i coefficienti di attenuazione di massa (μ/ρ) elencati nel data base del NIST [29] (Tabella 2):

Tabella 2. Profondità massima di penetrazione dei raggi X

Target Fe		
Energia (keV)	$\mu/\rho \text{ (cm}^2/\text{g)}$	$t \text{ (mm)}$
100	0,3717	15,7
110	0,3366	17,4
120	0,3016	19,4
130	0,2665	21,9
140	0,2315	25,3
150	0,1964	29,8
160	0,1863	31,4
170	0,1762	33,2
180	0,1662	35,2
200	0,1460	40,1

Tenuto conto che la massima tensione acceleratrice del tubo in modo continuativo è pari a 160 kV e che, essendo il fascio policromatico, il picco di emissione si ha intorno ai due terzi della tensione massima, pari a circa 110 kV, si ottiene il valore di 17.4 mm. Considerazioni sul rapporto segnale/rumore consigliano di assumere un valore cautelativo più basso di un 10 – 20% di quello calcolato. Quindi, se ad esempio dovessimo analizzare un pezzo pieno in acciaio 100Cr6 ($\rho = 7.81 \text{ g/cm}^3$, concentrazione di ferro uguale a 96.45 wt%) di forma cubica, dovremmo indicare come lunghezza massima dello spigolo 15 mm.

Questa limitazione può apparire forte, ma è possibile in molti casi superarla, pur rinunciando alle ricostruzioni 3D di alta qualità, combinando insieme le capacità della tomografia X con quelle dei test ultrasonori. Questo approccio è stato già seguito in attività condotte presso il Centro ENEA di Brindisi: su richiesta di un'azienda aeronautica, misure quantitative attendibili di porosità eseguite con il nanotomografo su campioni $50 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}$ di pannelli in materiale composito sono state usate per calibrare il

sistema di controlli a ultrasuoni dell'azienda allo scopo di verificare che la porosità totale dei pannelli dei flap (con apertura > 1 m) fosse entro i limiti indicati dall'azienda appaltatrice. Un esempio di uso combinato di entrambe le tecniche per determinare la porosità di parti realizzate mediante AM è illustrato nella già citata pubblicazione del NIST [28].

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

La produzione di componenti metallici realizzati in AM in sostituzione delle tecniche sottrattive o da fonderia, non può essere avviata su scala industriale se non dopo una valutazione del comportamento costitutivo dei nuovi materiali impiegati e delle caratteristiche meccaniche dei prototipi prodotti, al fine di validarne i livelli di qualità in relazione all'impiego previsto.

Poiché l'AM è una tecnica ancora innovativa, attualmente non esistono norme specifiche in ambito europeo per il controllo della qualità dei prodotti ottenuti. Tuttavia, da una ricerca bibliografica di settore, risulta che gli Stati Uniti stanno mettendo in atto un piano d'azione per la standardizzazione dell'additive manufacturing - come già illustrato nel paragrafo 2.2 - e nel 2014 hanno promulgato la norma ASTM F3122-14 dedicata alla valutazione delle proprietà meccaniche. Questa norma sarà acquisita e considerata possibilmente come riferimento per l'intero processo di produzione.

Attualmente, la prassi più diffusa è quella di valutare le proprietà meccaniche in ottemperanza alla comune normativa per i materiali metallici. I test meccanici (svolti a temperatura ambiente e non) possono essere suddivisi in test a trazione, a fatica, di valutazione della tenacità a frattura (fracture toughness) e/o della propagazione della frattura.

Le norme ASTM E8 ed ISO 6892-1 sono le norme di base per le prove statiche a trazione monoassiale sui metalli svolte a temperatura ambiente ($10\text{ °C} \div 38\text{ °C}$). Le norme ASTM E21 ed ISO 6892-2 sono le analoghe norme per prove a trazione monoassiale ad elevata temperatura ($> 38\text{ °C}$), mentre la ISO 15579 viene utilizzata in caso di prove a bassa temperatura ($-196\text{ °C} \div 10\text{ °C}$). Tutte queste norme forniscono indicazioni sulla geometria dei provini da testare e su come valutare la tensione di snervamento e di rottura del metallo sottoposto a prova.

La *fracture toughness* misura la resistenza di un materiale a fratturarsi. I metodi sperimentali da applicare per la valutazione di questa resistenza sono indicati dalle norme ASTM E399 ed E1820 e dalle equivalenti ISO 12737 e 12135. Queste norme si applicano ai metalli in condizioni di deformazione piana (plane strain) in fase elastica.

Per quanto attiene la valutazione della resistenza del materiale sottoposto ad azioni cicliche o che subisce un impatto vengono effettuate prove sperimentali di tipo dinamico. Le norme di riferimento per le prove a fatica a temperatura ambiente o ad alta temperatura sono la ASTM E466 e la ISO 1099. Il provino viene sottoposto ad una forza assiale periodica variabile in un intervallo di ampiezza costante. La norma ASTM E606 permette ugualmente di determinare la vita a fatica di un provino, ma la prova è a controllo di deformazione anziché di forza.

Le norme ASTM E647 ed ISO 12108 si riferiscono a test a fatica per la misura della crescita di una frattura nel provino. In questo caso si utilizzano provini intagliati e criccati preliminarmente e si misura la dimensione della frattura in funzione del numero di cicli.

I test a fatica a flessione rotante sono invece descritti dalla norma ISO 1143. In questo caso si usa un provino di forma cilindrica che viene ruotato e sottoposto ad un momento flettente.

L'energia assorbita a seguito di un impatto (a temperatura nota) viene valutata utilizzando un pendolo di Charpy in accordo con le norme ASTM E23 ed ISO 148-1.

Una ricerca bibliografica su quanto presente in letteratura riguardo ai risultati di prove meccaniche eseguite su provini realizzati mediante AM si è resa necessaria sia per la programmazione di quali test meccanici svolgere e sia per avere dei termini di paragone per confrontare i dati che si otterranno dal

medesimo tipo di prove. Nella letteratura degli ultimi venti anni, lavori sempre più numerosi hanno affrontato, nello specifico, il problema delle proprietà meccaniche di provini stampati con tecnologia additiva, in funzione del tipo di tecnica impiegata. D'altro canto, il continuo progresso tecnologico porta alla necessità di una costante revisione delle procedure adottate. Le tecniche di stampa per metalli più utilizzate prevedono:

- fusione di polvere metallica attraverso un fascio di elettroni (EBM);
- fusione di polvere metallica attraverso un fascio laser (SLM, DMLS, ...).

Entrambe le tecniche consistono nel fondere una polvere metallica stesa strato dopo strato sul piatto di una camera di crescita. Così facendo si ottiene un oggetto tridimensionale la cui densità è leggermente ridotta rispetto ad un medesimo oggetto ottenuto per colata di metallo fuso. Allo stesso modo, subito dopo la stampa l'oggetto non avrà una superficie esterna con un grado di rifinitura ottimale. Per questo motivo l'oggetto può essere sottoposto a un successivo trattamento termico, di pressatura isostatica a caldo (hipping, HIP) e di lucidatura per incrementare la densità, le proprietà meccaniche e la finitura esterna. Da un punto di vista sperimentale le caratteristiche meccaniche degli oggetti realizzati dipendono da diversi fattori di stampa, tra cui i più importanti risultano la temperatura, lo spessore degli strati, la velocità di avanzamento, la disposizione del provino (verticale, orizzontale, inclinata). Diversi sono gli aspetti da prendere in considerazione e diverse le domande che ci si potrebbe porre. Oltre alle questioni relative alla dimensione massima dei grani di polvere o alla temperatura della camera di stampa, ci si può chiedere come influisce la disposizione del provino nella camera e quali risultati si sono ottenuti quando i provini sono stati sottoposti a prova dopo aver subito un processo di trattamento rispetto a un provino non trattato. E cosa accade se il provino è stampato direttamente nella sua forma finale oppure è ricavato dal cuore di un blocco più grande? I lavori sperimentali che diversi autori hanno condotto focalizzano l'attenzione sulla risposta meccanica che si ottiene tenendo conto della tecnica di stampa impiegata e dei fattori sopra menzionati. È possibile differenziare tra i risultati da prove statiche e quelli da prove dinamiche.

I risultati di prove statiche riportati in letteratura sono stati effettuati alternativamente su provini cilindrici o piatti in accordo, nella maggior parte dei casi, con la norma ASTM E8 ovvero UNI EN 10002-1:2002. Come previsto dalle norme, i test sono stati svolti a temperatura ambiente. I dati ottenuti differiscono in funzione del materiale impiegato. Nel presente rapporto, l'attenzione è posta verso i campioni in Ti-6Al-4V in quanto, come meglio specificato più avanti, proprio su provini in Ti-6Al-4V sono previste le prime prove sperimentali. La Tabella 3, ricavata sui dati forniti da [30], riporta uno dei primi riassunti apparsi in letteratura sulle proprietà a trazione del Ti-6Al-4V in funzione della tecnica di stampa e del trattamento post stampa impiegato.

Tabella 3. Riassunto delle proprietà a trazione del Ti-6Al-4V in funzione della tecnica di produzione e di trattamento. DMD = Direct Metal Deposition, LENS = Laser-Engineered Net Shaping, DMLS = Direct Metal Laser Sintering, EBM = Electron Beam Melting, HT = Heat Treated, HIP = Hot Isostatic Pressing, YS = Yield Stress, UTS = Ultimate Tensile Stress. Rielaborazione da [30].

Tecnica	YS (MPa)	UTS (MPa)	Allungamento (%)
DMD	986	1108	5,5
DMD, HIP+HT	884	977	16,0
LENS, HT	1042	1139	9,2
LENS, HIP	951	1037	13,0
DMLS	1140	1227	7,5
DMLS, HIP+HT	894	992	11,5

EBM	935	1038	10,7
EBM, HIP	889	1002	9,2
Stampo	798	901	10,1
Forgiatura	792	859	15,1
Sagomatura, ricotto	792	858	15,1

I valori medi delle tensioni di snervamento e di rottura e dell'allungamento a rottura nel caso del Ti-6Al-4V stampato attraverso tecnica EBM risultano rispettivamente di circa 870 MPa, 940 MPa, 10%, mentre nel caso di Ti-6Al-4V stampato utilizzando tecniche laser risultano rispettivamente di circa 1020 MPa, 1140 MPa, 8%. Questi valori sono stati ottenuti inserendo tutti i dati raccolti in letteratura, indipendentemente dalla direzione di stampa e dal trattamento post stampa subito dai campioni. Valori più specifici possono essere naturalmente ricavati effettuando una selezione caso per caso che qui, per semplicità, si omette.

I risultati da prove dinamiche a fatica riportati in letteratura sono stati ottenuti su provini di forma cilindrica seguendo quasi sempre le indicazioni della norma ASTM E466. La prova sperimentale alla quale i provini vengono sottoposti dalla maggior parte degli autori è una High Cycle Fatigue (HCF) con rapporto $R = 0.1$, frequenza fissata a 20 o 30 Hz e legge sinusoidale. Normalmente i test vengono effettuati a temperatura ambiente, ma in qualche caso sono stati eseguiti test a 149 °C o -196 °C [31]. In [31] sono riportati anche i risultati di prove cicliche in Low Cycle Fatigue (LCF) sotto le seguenti condizioni: $R = -1$, frequenza 0.5 Hz ad andamento triangolare.

Dai test di fatica alto ciclica effettuati da [30] si evince che la risposta dei provini migliora quando questi vengono preventivamente sottoposti a hiping o lucidatura/trattamento della superficie, indipendentemente dalla tecnica impiegata. Inoltre, in generale comportamenti migliori si ottengono se la tecnica di stampa è del tipo laser piuttosto che EBM.

Nel corso del progetto, lo studio delle proprietà termomeccaniche dei materiali sarà eseguito su provini ottenuti mediante tecnologia EBM, come illustrato nella sezione 2.5 di questo rapporto. A partire da campioni cilindrici, saranno ricavati, dei campioni per test di tipo statico (trazione) per la determinazione della tensione di snervamento, rottura e il modulo elastico, in accordo alla norma ASTM E8 per le prove a temperatura ambiente, e alla norma ASTM E21 per i test ad alta temperatura. La geometria del campione è quella di Figura 8.

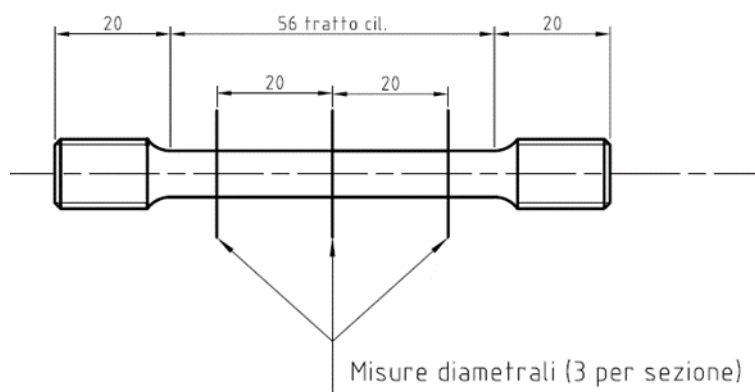


Figura 8. Disegno provino per test di trazione

In Figura 9 è mostrato un esempio della macchina di prova materiali “MTS” allestita per effettuare i test sopracitati.

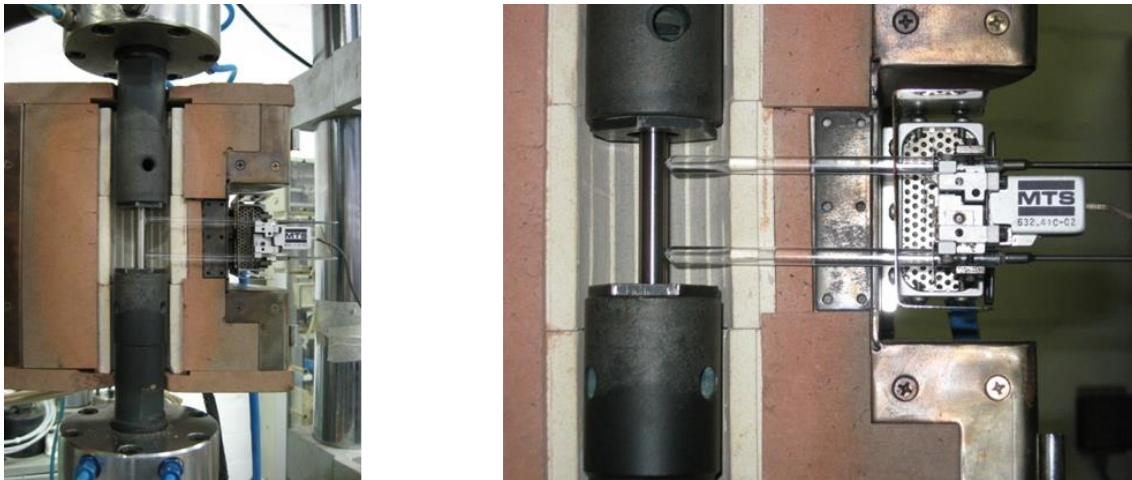


Figura 9. Macchina di prova materiali “MTS” allestita per prove di trazione

Se le proprietà termomeccaniche ricavate dai test a trazione sono paragonabili a quanto riportato in letteratura, verranno effettuate prove di tipo dinamico per determinare la vita a fatica di un provino sottoposto a fatica a basso numero di cicli, in accordo alla norma ASTM E606, a temperatura ambiente e ad alta temperatura. Anche per questi test i provini saranno ricavati campioni da cilindri ottenuti con tecnologia EBM. La geometria del campione è mostrata in Figura 10. Infine, la Figura 11 mostra un esempio della macchina di prova materiali “MTS” allestita per effettuare i test di LCF.

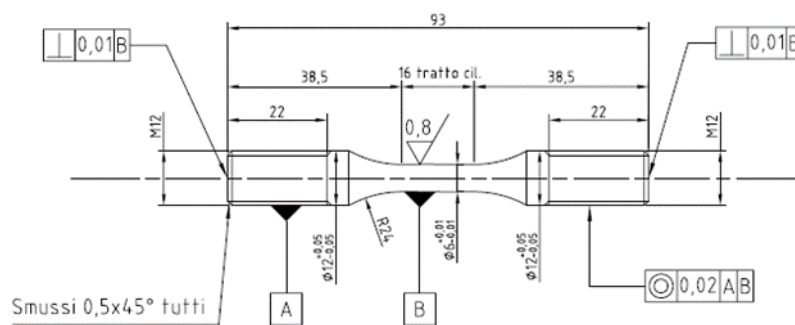


Figura 10. Disegno provino per test di LCF.

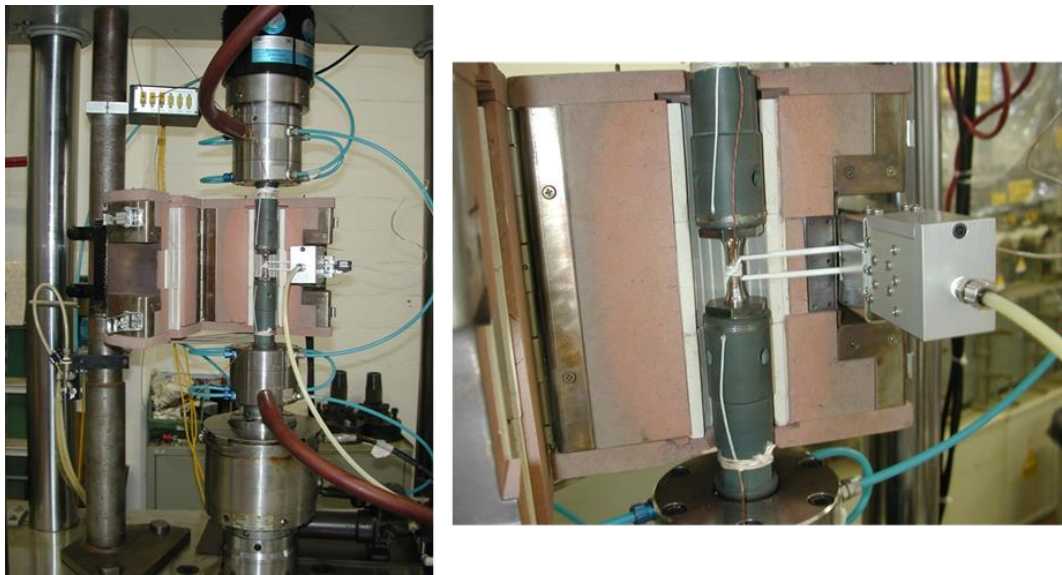


Figura 11. Macchina di prova materiali “MTS” allestita per prove di LCF

Se anche le prove di fatica oligo-ciclica (LCF) dovessero indicare delle proprietà termomeccaniche simili alla lega realizzata mediante tecniche tradizionali, nell'ipotesi che i tempi previsti dal progetto lo consentano, si cercherà di effettuare ulteriori indagini sulle proprietà termomeccaniche di tipo dinamico, ad es. risposta a fatica alto-ciclica (HCF), fatica alto-ciclica a flessione rotante, o su quelle della meccanica della frattura come Fracture Toughness (FT) e Fatigue Crack Growth (FCG).

Per concludere, si rende noto che allo scopo di migliorare la qualità di gestione di una macchina elettroidraulica di prova universale “MTS”, presente presso il laboratorio termomeccanico ENEA di Faenza, è stato necessario effettuare un'aggiornamento dell'elettronica di gestione. L'aggiornamento, oltre a migliorare la gestione generale della macchina di prova universale MTS, permette una miglior gestione delle prove termomeccaniche ed una più accurata acquisizione dei parametri di prova. La Figura 12 mostra la nuova unità di controllo della macchina di prova MTS con esempi di schermata video.

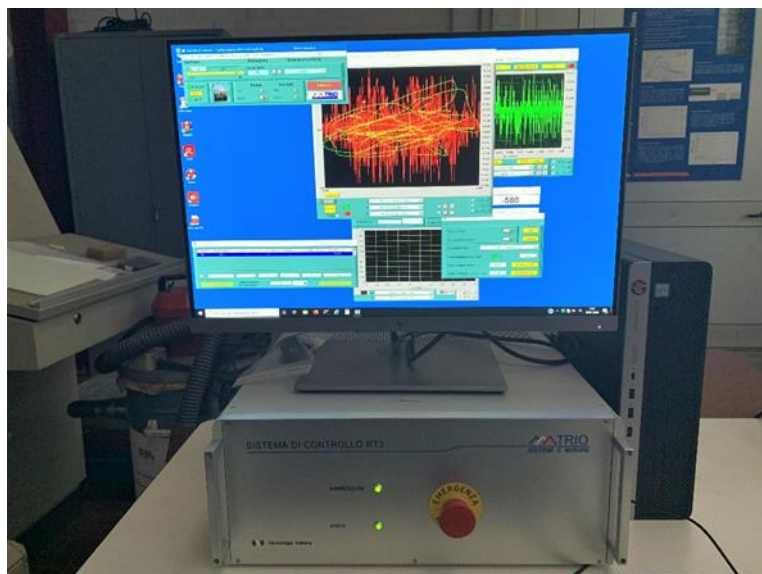


Figura 12. Nuova unità di controllo macchina di prova universale MTS.

2.4 Analisi Microstrutturali

La microstruttura di un manufatto metallico riveste un ruolo fondamentale nel comportamento meccanico, termico e di resistenza alla corrosione. Le analisi microstrutturali rientrano tra quelle prove sperimentali mini o micro invasive. Nei processi di stampa 3D la microstruttura delle leghe depositate dipende dalle condizioni termiche di stampa dipendenti dai principali parametri di processo. Inoltre, i processi di stampa possono generare anisotropia nella microstruttura, che causa comportamenti diversi lungo direzioni differenti nel componente realizzato.

Nel caso della stampa mediante EBM la profondità di penetrazione del fascio di elettroni è due o tre volte più grande rispetto a quella della stampa mediante laser. Inoltre, la stampa di metalli mediante EBM è in generale più rapida rispetto ai processi laser per la maggiore intensità di potenza del fascio di elettroni e maggiore velocità di scansione. Generalmente nel processo EBM, la polvere viene preriscaldata passando sopra con il fascio largo ad alta velocità e a bassa corrente. Questo passaggio, rimuovendo possibili piccole quantità di umidità adsorbita sulle particelle, permette sia di ridurre fenomeni di contaminazione e in particolare di ossidazione e inoltre riduce la formazione di stress locali dovuti a forti gradienti di temperatura tra i vari strati di polvere. La fase di fusione delle particelle avviene invece con un passaggio del fascio di minore dimensione a bassa velocità e alta corrente.

Per l'analisi della microstruttura di una lega metallica, di un materiale ceramico o polimerico è necessaria una preparazione del campione che implica il taglio, la rettifica, la lucidatura e in alcuni casi l'utilizzo di attacchi metallografici. Inoltre, alcune misure, quali l'analisi elementare effettuata mediante microsonda, o mediante EDS (Energy Dispersive X-Ray Spettroscopy) o WDS (Wavelength-dispersive X-ray spectroscopy) in un Microscopio Elettronico, richiedono, per avere le condizioni ideali di misura, campioni planari e con il minimo livello di porosità. Il volume di analisi generalmente considera una profondità non superiore a 10 μm e un'area superficiale inferiore a 100 μm^2 .

Dal punto di vista dell'utilizzo analitico delle strumentazioni generalmente impiegate per lo studio della microstruttura dei materiali, è presente una commissione internazionale, la ISO/TC 202 "Microbeam analysis", che si occupa di standardizzare il campo delle analisi mediante "microbeam", ovvero le tecniche che utilizzano elettroni come fascio incidente e elettroni e fotoni come fascio da rilevare. La tecnica permette l'analisi della composizione di materiali solidi [32]. La commissione ha generato diverse norme che considerano l'utilizzo di strumentazioni quali il Microscopio Elettronico a Scansione (SEM) e la microsonda (EPMA) per l'analisi microstrutturale e elementare di campioni.

Per quanto riguarda l'analisi delle polveri la norma ISO 20720:2018 stabilisce i metodi di preparazione dei campioni in forma di polvere per analisi mediante WDS o EDS. La norma ISO 22309:2006, rivista dalla ISO 22309:2011, riporta le indicazioni per un'analisi quantitativa effettuata mediante EDS in SEM o con EPMA. Le indicazioni riportate considerano l'utilizzo di questa analisi quantitativa per frazioni in massa fino all'1% e soprattutto per elementi con numero atomico superiore a 11 (Na). Per elementi con numero atomico inferiore a 11 vengono riportate delle indicazioni operative.

Per quanto riguarda le leghe a base titanio ci sono diverse norme e una commissione dedicata (ISO/TC 79/SC 11). In particolare vale la pena citare le ISO 28401:2010 e ISO/AWI 23515.2 (in preparazione), sulla classificazione e terminologia delle leghe a base titanio, le norme ISO 5832-da 1 a 14, sugli impianti chirurgici in leghe metalliche, e le norme quali la ISO 5817:2014 sulla qualità delle saldature e imperfezioni, escluse le saldature a fascio, di diverse leghe tra le quali quelle a base titanio. La norma ISO 5832-3-2016, che verrà sostituita dalla ISO/WD 5832-3, riporta le microstrutture che è possibile incontrare in leghe del tipo Ti6Al4V, da A1 a A24, e definisce quelle che sono adeguate per la realizzazione di impianti chirurgici. La norma fa direttamente riferimento a 2 documenti che sono stati redatti dalla "Technical Committee of European Titanium Producer": ETTC 2 e ETTC 4. Questa commissione era stata creata nel 1972 da 4 produttori europei di Titanio: Contimet, Fried Krupp GmbH, IMI Titanium e Compagnie Européenne du Zirconium Cezus. Questi documenti riportavano le microstrutture, sia lungo la direzione longitudinale che trasversale, in barre e piastre in leghe di Titanio del tipo $\alpha+\beta$ che rientravano nei limiti di accettabilità nel campo aerospaziale (Standard Aircraft Quality, STQ e Premium Quality, PQ). In genere, nella vendita di

prodotti in lega Ti6Al4V si fa riferimento a questi standard. La norma ISO 5832-2:2018 riporta indicazioni in merito a titanio non in lega per impianti chirurgici. In questo caso per la misura della dimensione dei grani rimanda alle norme ISO 643 o ASTM E 112.

Per quanto riguarda la lega Ti6Al4V esiste una norma ISO che fornisce un catalogo di micrografie per il riconoscimento delle microstrutture delle fasi α e β in leghe di titanio nella forma di barre da utilizzarsi per la manifattura di impianti chirurgici (ISO 20160:2006).

Sono presenti inoltre diverse norme su manufatti in lega di titanio per il settore aerospaziale, quali la UNI EN 3114-001 sulla microstruttura di prodotti da lavorazione plastica in leghe di titanio (-001 requisiti generali, -002 microstruttura di barre, estrusi, barre da forgiare e stampati, -003 microstruttura dei piatti, sono riportate micrografie con diverse microstrutture da 3T1 a 3T202, -004 microstruttura di lamiere per formatura superplastica).

Si possono inoltre citare: la UNI ISO 18762:2019 sui Tubi di titanio e leghe di titanio e tubi saldati per condensatori e scambiatori di calore, la UNI ISO 13092:2019 sulla spugna di titanio. In appendice 3 sono riportate le principali norme relative alle leghe a base titanio che fanno particolare riferimento alla microstruttura, sia per applicazioni nel campo biomedico che aerospaziale.

2.5 Risultati sperimentali preliminari e discussione

In questa sezione sono riportati i risultati preliminari ottenuti nel primo anno di attività che ha previsto principalmente la realizzazione di campioni cilindrici e di piastre mediante EBM, dalle quali è possibile ottenere campioni per le successive indagini. Nel seguito saranno riportati i risultati della caratterizzazione microstrutturale dei campioni realizzati mediante EBM, con lo studio delle difettosità.

Nel programma sperimentale avviato sono stati stampati cinque cilindri e due piastre in Ti-6Al-4V grade 5, utilizzando la tecnica EBM, da cui saranno ricavati i provini necessari per l'effettuazione di test preliminari. La forma geometrica di tali provini nonché le corrispondenti prove sperimentali previste sono di seguito meglio descritte. I provini sono stati stampati dopo aver generato un file stl a partire dal disegno tridimensionale mostrato in Figura 13. Da tale figura si evince la posizione finale dei provini in camera al termine della stampa.

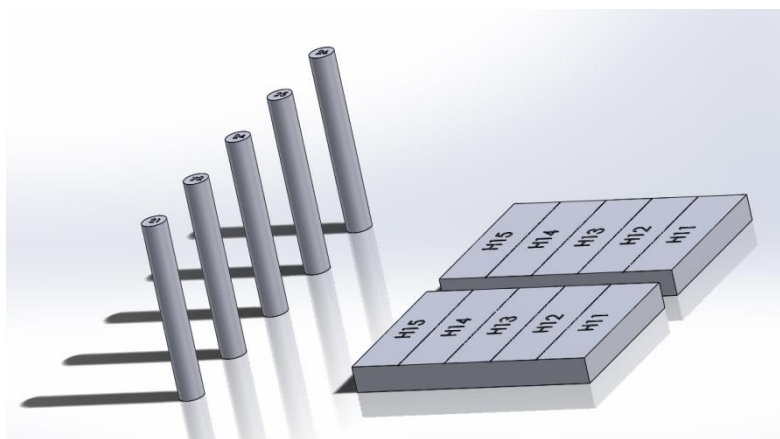


Figura 13. Geometria 3D e disposizione dei provini forniti in input alla stampante

La stampa dei cilindri e delle piastre è stata effettuata impiegando la stampante Arcam A2X, di cui in Figura 14 si mostra un'immagine del modello presente in ENEA.



Figura 14. Stampante Arcam A2X con cui sono stati stampati i cilindri e le piastre in Ti-6Al-4V.

I cilindri hanno diametro nominale di 15 mm ed una lunghezza di 103 mm. Le piastre hanno dimensione nominale di 152 x 103 x 15 mm³. Cilindri e piastre sono stati stampati in un unico processo di stampa impiegando una polvere di Ti-6Al-4V grade 5 riciclata 20 volte con diametro delle sfere variabile nel range 45-100 µm. La temperatura di stampa è stata mantenuta costante nel range 650 °C – 700 °C. I provini, in forma cilindrica e piastre, sono stati stampati in direzione verticale (direzione di crescita parallela al fascio di elettroni), nella posizione nella quale si trovano nella Figura 15, in strati di spessore nominale di 50 µm.

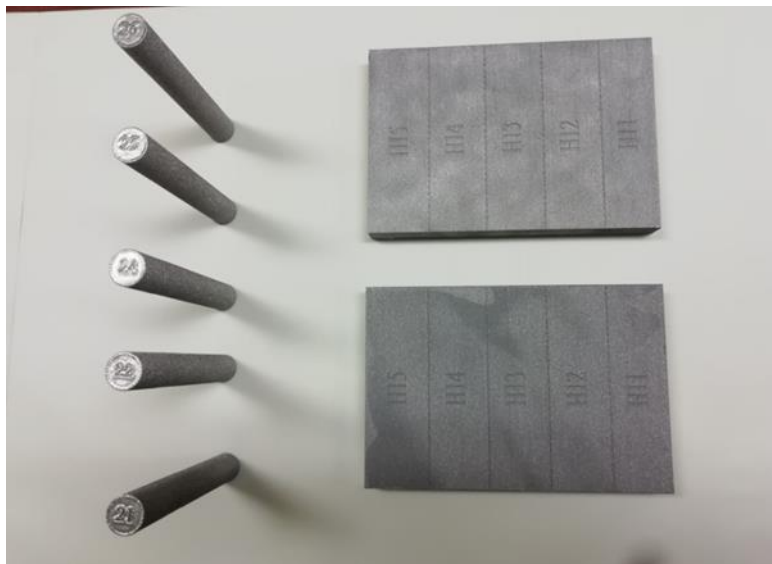


Figura 15. Provini in Ti-6Al-4V grade 5 ottenuti con la stampante Arcam A2X a tecnologia EBM.

Sono state effettuate alcune indagini preliminari di tipo non distruttivo mediante ultrasuoni (UT) e radiografie. Le due tecniche sono volumetriche e complementari perché evidenziano aspetti diversi della microstruttura dei campioni.

Prove ad ultrasuoni

Le indagini hanno previsto l'effettuazione di misure su campioni appena prodotti ("as built") mediante EBM e su campioni lavorati al fine di rimuovere localmente la rugosità superficiale presente.

Il sistema automatico ad ultrasuoni è composto da:

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

La configurazione degli assi di scansione dipende dall'oggetto in esame.

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. 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) 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, quindi tutti gli echi di superficie, di fondo ed eventuali difetti. Un software dedicato elabora il file memorizzato per estrarre diverse informazioni sottoforma 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 per esempio dell'eco di superficie 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 similmente all'ecografia medica.

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 mentre il cilindro pieno è tagliato per metà spessore lungo Z e deformato sul piano.

Strumentazione :	Panametrics 5073PR	Sonda :	AEROTECH
Frequenza	15 MHz	Fuoco	1"
Diametro	– ½"	Metodo:	Pulse-Echo
Mezzo di accoppiamento	immersione	Passo in X - Theta	0,1 mm - 2°
Sistema automatico	4 gradi di libertà	XYZ	Theta
Digitalizzazione	Oscilloscopio	Tektronics	2.5 Gcampionamenti per secondo

L'indagine condotta sul campione con rugosità non ha permesso alle prove ultrasonore di rilevare le porosità interne (decine di micron) evidenziate dal controllo con il SEM. La rugosità superficiale presente genera dei segnali spuri che appaiono come degli artefatti, non riconducibili a difetti interni realmente presenti.

Nel caso del campione lavorato, con superficie liscia e levigata, è stato possibile individuare, al controllo UT, la presenza di porosità con dimensioni caratteristiche inferiori a 100 µm.

Nelle mappe ultrasonore, Figura 16, ottenute effettuando le analisi su due campioni differenti, barra cilindrica "as built" e barra cilindrica dopo levigatura, ma nelle stesse condizioni di misura, è possibile osservare la presenza di echi spuri dovuti alla superficie del campione grezzo, mentre in quello levigato sono presenti echi principalmente dovuti alle porosità con ampiezza intorno al 10 % (colore celeste) del fondo scala. Mentre nel grezzo gli echi raggiungono anche il 100% (colore rosso).

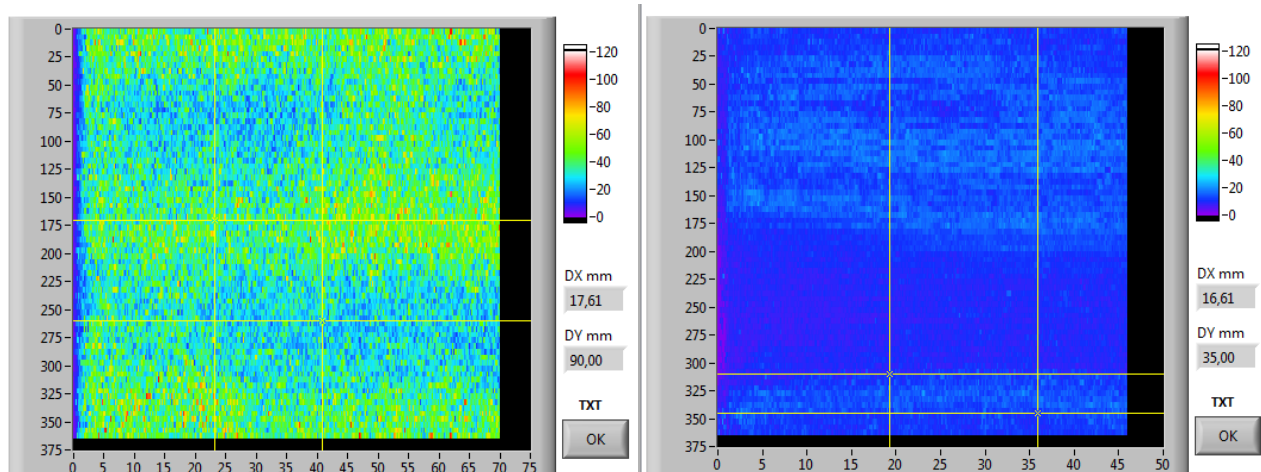


Figura 16: Indagine condotta mediante ultrasuoni di una barra cilindrica "as built", sinistra, e dopo levigatura (destra)

L'indagine è stata condotta facendo ruotare i cilindri in un mandrino a velocità costante e acquisendo il segnale, mediante una sonda a 25 MHz.

Le prove preliminari effettuate permettono di validare l'utilizzo delle tecniche ad ultrasuoni al fine dell'analisi di campioni prodotti mediante stampa 3D di metalli, ma anche di constatare che è necessario utilizzare particolare accorgimenti e definire una corretta strategia di analisi al fine di ottenere maggiore risoluzione spaziale nell'individuazione dei difetti e di migliorare il post-processing dei dati che presentano numerosi segnali da discriminare

Prove Radiografiche

Sono state condotte delle indagini radiografiche dei campioni analizzati mediante Microscopia Elettronica e mediante ultrasuoni, ma non è stato possibile rilevare difetti interni poiché la strumentazione attuale non permette di risolvere oggetti con dimensione inferiore a 500 μm . Nella seconda annualità sarà possibile avere a disposizione una strumentazione più sofisticata per l'analisi dei difetti di piccole dimensioni.

Nella seconda annualità verranno effettuate delle indagini, sia su: campioni tal quali ("as-built"), su campioni lavorati mediante macchine utensili e su campioni sottoposti a un processo di pressatura a caldo (HIP, hot isostatic press). Questi campioni verranno realizzati con direzioni di crescita differenti, anche al fine di definire gli aspetti relativi alla loro anisotropia. In particolare si cercherà di ottimizzare le condizioni di analisi mediante UT dei campioni tal quali al fine di individuare la presenza di difetti riducendo le componenti spurie dovute alla rugosità superficiale. Questi risultati potranno essere utili a comprendere i difetti presenti nei componenti, in particolare in lega metallica, prodotti mediante tecnologie additive, senza però richiedere particolari trattamenti della superficie.

In questa sezione sono riportati i risultati sperimentali ottenuti mediante analisi microstrutturali dei campioni prodotti con EBM. L'obiettivo è quello di definire le difettosità presenti nei campioni stampati e individuarne la microstruttura e i precipitati. Inoltre è possibile definire la rugosità superficiale dalle sezioni dei campioni.

I campioni cilindrici sono stati inizialmente tagliati in tondi lungo la direzione ortogonale all'asse di crescita. Dopo aver tagliato i campioni, questi sono stati rettificati su carta abrasiva fino a grana 1200 e successivamente sono stati lucidati su panni opportuni utilizzando paste diamantate da 6, 1, 1/4 μm . La finitura finale è stata ottenuta mediante lucidatura con silica colloidale. Una volta preparati i campioni sono stati osservati mediante il Microscopio Elettronico a Scansione SEM EVO MA15 con tensione di accelerazione del fascio primario pari a 20kV. Le immagini sono state acquisite sia mediante rivelatore di elettroni secondari (SE) che retrodiffusi (BSD). Inoltre è stata effettuata l'analisi elementare mediante Energy Dispersive Spectroscopy (EDS). Al fine dello studio della microstruttura la normativa ASTM richiede un livello di finitura analogo a quello riportato sopra. Per gli studi metallografici mediante microscopio ottico si esegue un attacco chimico quale quello denominato di Kroll [33].

In Figura 17 è riportata un'immagine SEM del campione in lega Ti6Al4V in sezione. E' possibile osservare una rugosità superficiale, intesa come distanza tra il bulk e le parti più esterne del campione, dell'ordine dei 200 μm . Nella figura sono già visibili alcuni piccoli difetti rappresentati principalmente da porosità di forma sferica con diametri di qualche decina di micron.

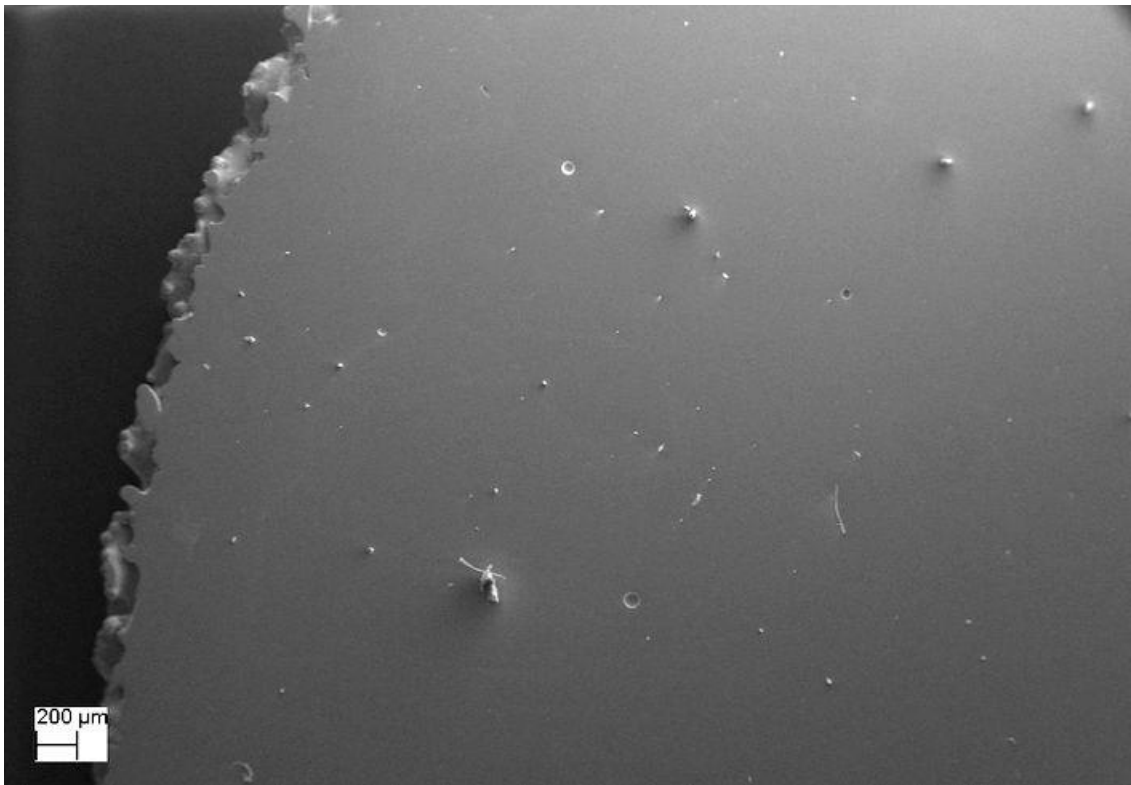


Figura 17: Immagine SEM a basso ingrandimento del campione in lega Ti6Al4V

Il bordo del pezzo stampato presenta una rugosità superficiale con geometrie e forme direttamente collegate alle particelle parzialmente fuse presenti. Nell'immagine SEM riportata in Figura 18 è mostrato il bordo del campione in lega Ti6Al4V appena stampato mediante EBM. E' possibile osservare una particella del letto di polvere parzialmente fusa e attaccata al resto del campione (diametro 87 μm). Nel riquadro è riportato ingrandita l'interfaccia tra la particella e il bulk. Questa porosità può essere modulata, entro certi limiti, modificando il carico termico ai bordi.

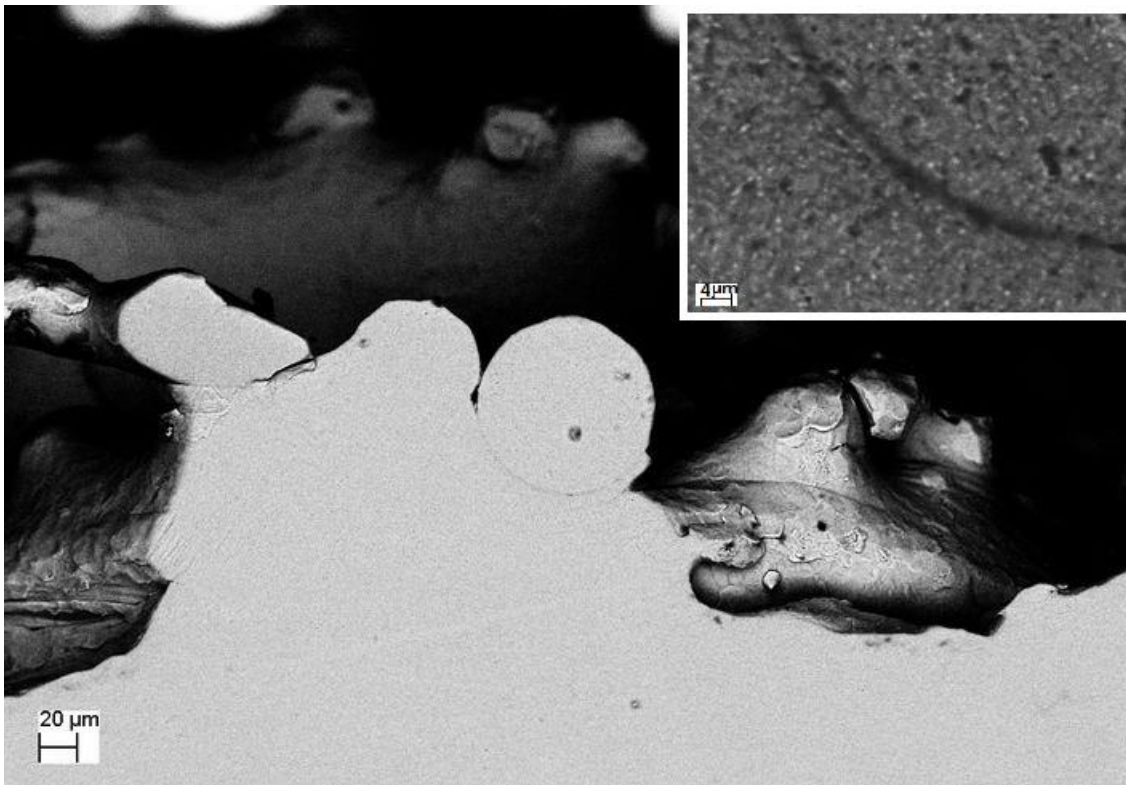


Figura 18 immagine SEM del bordo del campione in lega Ti6Al4V preparato mediante EBM.

L'analisi EDS effettuata nella zona di parziale fusione della particella ha mostrato un contenuto di Al doppio rispetto al bulk.

Il bordo del campione presenta diverse particelle parzialmente fuse lungo le direzioni di massima temperatura indotta nella polvere durante il passaggio del fascio di elettroni.

Nei campioni stampati mediante EBM è possibile osservare dei difetti generalmente riconducibili a [34,35]:

- i. Porosità di forma regolare dovuti a una non completa fusione delle particelle;
- ii. Porosità dovute al gas intrappolato tra le particelle durante il processo di produzione delle polveri mediante atomizzazione o a una non corretta manipolazione delle polveri stesse;
- iii. Porosità che si formano nel fuso per fenomeni di evaporazione;
- iv. Difetti generati da una disomogeneità nella stesura della polvere.

A livello macroscopico, il campione osservato presenta principalmente le tipologie di difetti i, ii e iv (Figura 19). Il primo tipo di difetto si presenta con forma sferica di diametro pari a circa 70-100 micron. Il difetto visibile in Figura 19 ha un diametro pari a 70 μm. Questo tipo di difetti in genere sono associati a porosità presenti all'interno della polvere di partenza. Nella stessa figura in basso è riportata una porosità che potrebbe essere associata alla non perfetta fusione di particelle adiacenti. Questo difetto presenta una forma differente rispetto alle porosità generate da gas o alle disomogeneità presenti all'interno delle polveri di partenza (cavità interne), meno regolare, ma dimensioni dello stesso ordine di grandezza delle precedenti. Nello specifico la porosità ha una forma, visibile, triangolare con altezza pari a circa 70 μm e base pari a circa 35 μm. Dall'osservazione dell'immagine è possibile immaginare una non completa fusione locale di particelle vicine. Infatti se si guardano i due lati destro e sinistro delle porosità si può osservare un raggio di curvatura di dimensione analoga a quella delle particelle utilizzate nel letto di polvere (circa 45 μm)

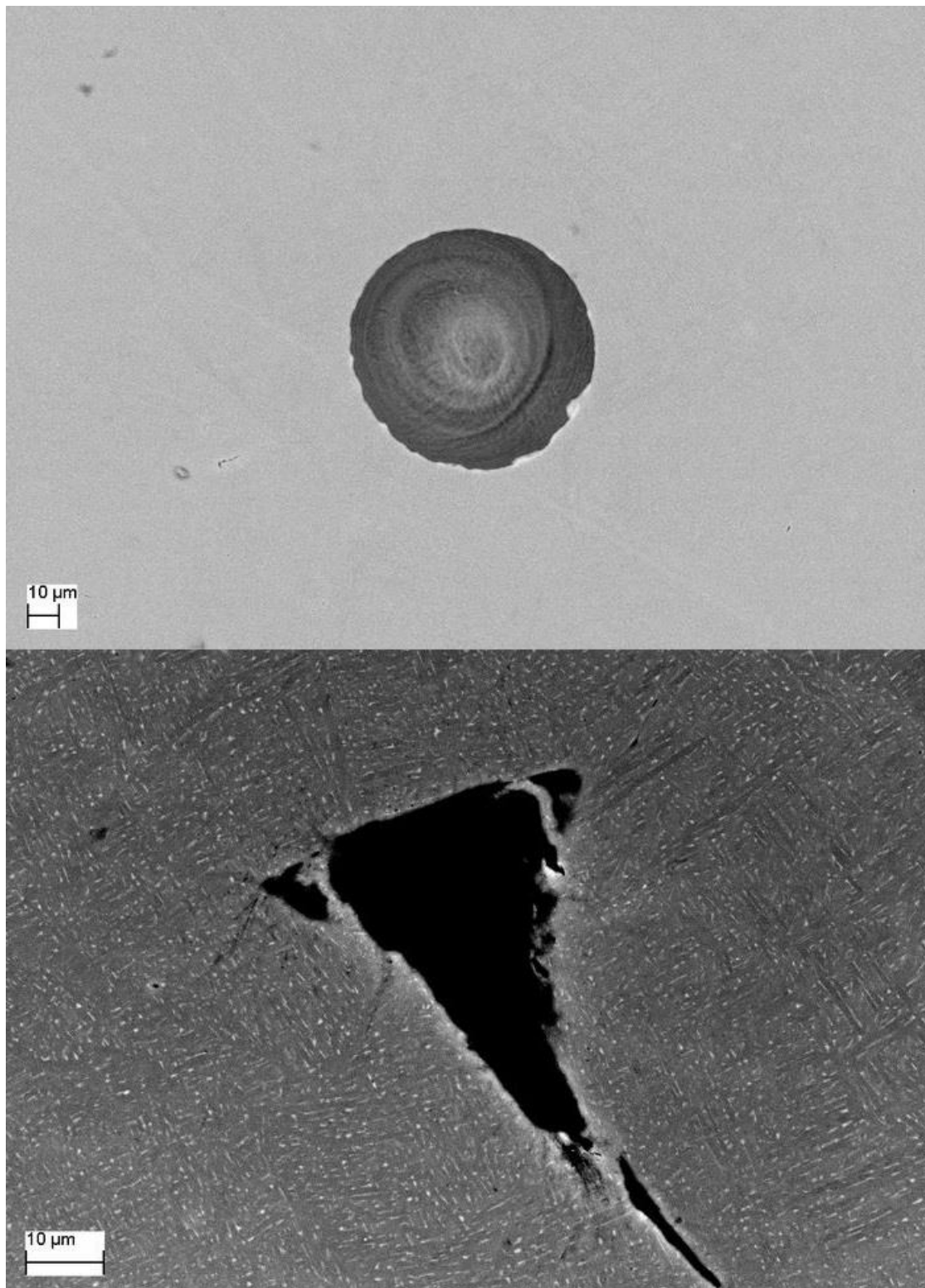


Figura 19: immagine SEM delle due tipologie di difettosità riscontrate nel campione in lega Ti6Al4V realizzato mediante EBM

Questo tipo di difetti potrebbe essere alla base di fenomeni di innesco delle cricche, essendo le tensioni sugli spigoli estremamente elevate con localizzazione delle deformazioni e con conseguente diminuzione della resistenza a fatica. I difetti riscontrati sono di piccola dimensione ed è possibile ottenerne la rimozione mediante trattamenti quali pressatura isostatica a caldo (Hot Isostatic Pressing, HIP), implementandone anche la duttilità e la resistenza a fatica [36-38].

La microstruttura riscontrata nei campioni preparati mediante EBM (Figura 20) è analoga a quella riportata in [39] con la presenza di una fase α , aciculare con struttura *hcp*, organizzata appunto in lamelle in una struttura di tipo Widmanstätten con dimensioni e orientazioni differenti, e con una fase β , con struttura *bcc*, lungo i bordi grano [39]. A seguito del gradiente di temperatura che si genera nella direzione di crescita (asse *z*) (dove dall'alto viene fornito calore mediante il fascio, mentre lateralmente e soprattutto nella parte inferiore il calore può disperdersi rapidamente) generalmente la fase β cresce in forma colonnare lungo questa direzione attraversando diversi strati depositati. In merito alla formazione della fase β in grani colonnari è stato riportato come mediante la modifica dei movimenti del fascio sia possibile interrompere la struttura colonnare per formarne una equiassiale parallela alla direzione di crescita [40]. Inoltre in letteratura è riportata la formazione della fase α' , martensitica, insieme alle fasi α e β [41], mentre alcuni autori riportano che la temperatura di deposizione nei processi EBM è sufficiente a decomporre la fase α' [35]. Questa fase si decompone infatti nelle fasi α e β a seguito di trattamenti termici [42]. Nella lega Ti6Al4V il ruolo ricoperto dall'Al e dal V sono quello di stabilizzare la fase α (esagonale) e β (cubico a corpo centrato) rispettivamente nella trasformazione allotropica $\beta \rightarrow \alpha$. Il Fe è uno stabilizzante della fase β nel titanio non legato.

Sulla base delle analisi preliminari della microstruttura si possono fare alcune considerazioni: la struttura fine generata dalla stampa su letto di polvere (sia SLM che EBM) può essere collegata a caratteristiche meccaniche implementate; generalmente i campioni preparati mediante SLM presentano una bassa duttilità che può essere migliorata mediante trattamenti termici nel campo di esistenza delle fasi α e β , con la precipitazione della martensite in fase β e miglioramento dell'allungamento; i materiali stampati mediante EBM presentano invece valori di allungamento superiori a 10 (la normativa ISO 5832-3 prevede valori > 10 per il settore biomedicale); la microstruttura generata mediante tecniche SLM e EBM presenta una minore resistenza a fatica e minore duttilità rispetto al caso di prodotti lavorati e ricotti, che generalmente presentano una microstruttura α -globulare. Infatti la fase α in forma aciculare riduce la nucleazione delle cricche, ma favorisce la propagazione delle cricche nucleate [43,44]. C'è quindi un forte interesse nel cercare di trovare opportuni parametri di stampa e trattamenti termici che permettano di ottenere microstrutture idonee per l'esercizio dei componenti, realizzati mediante tecnologie additive, in determinate condizioni applicative. In particolare si rileva una mancanza di determinate normative, relative alla microstruttura delle leghe a base titanio, che integrino quelle già esistenti per il settore biomedicale e aerospaziale. In questi settori infatti la normativa prevede particolari condizioni di utilizzo dei componenti (ad es.: protesi) che indicano specifiche differenti rispetto ad altri settori applicativi quali quello energetico e automobilistico.

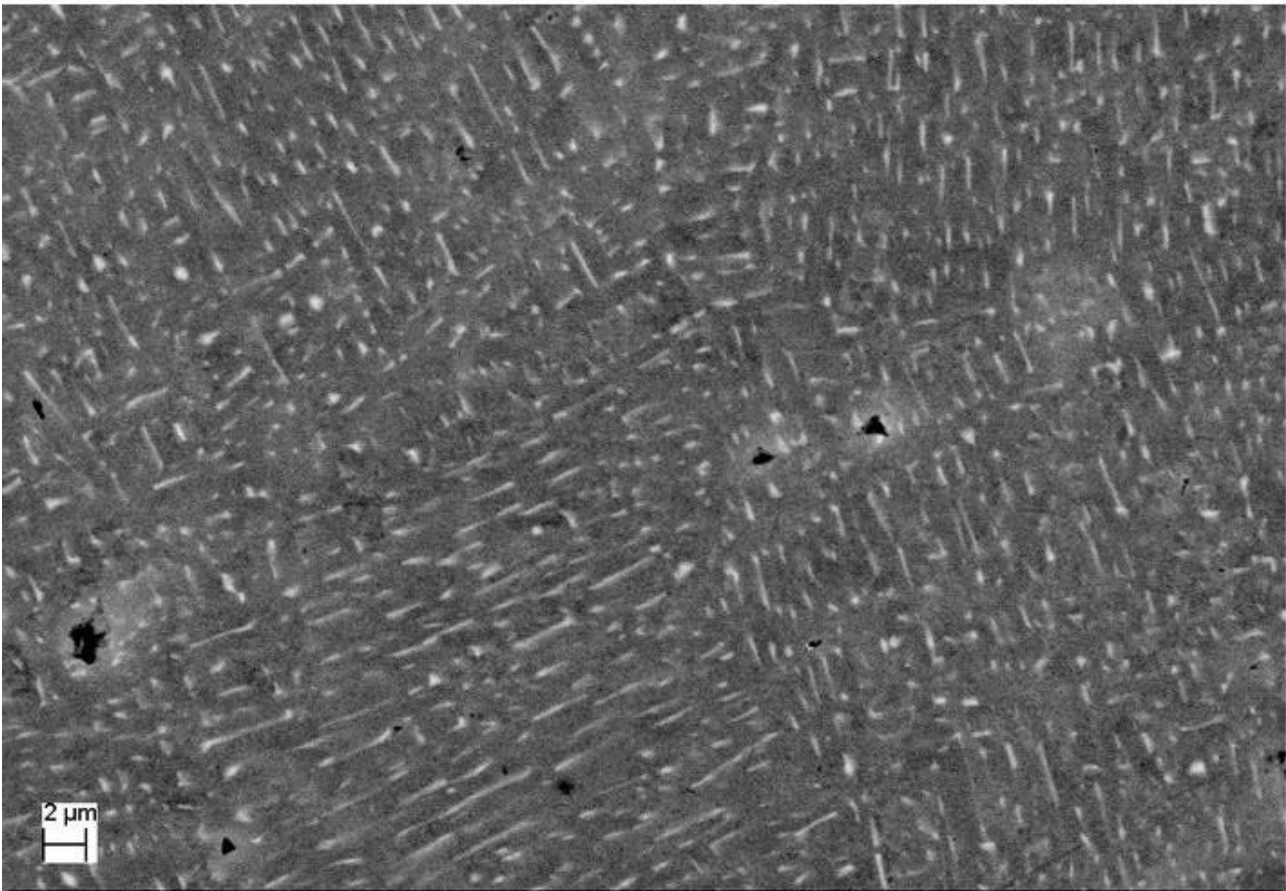
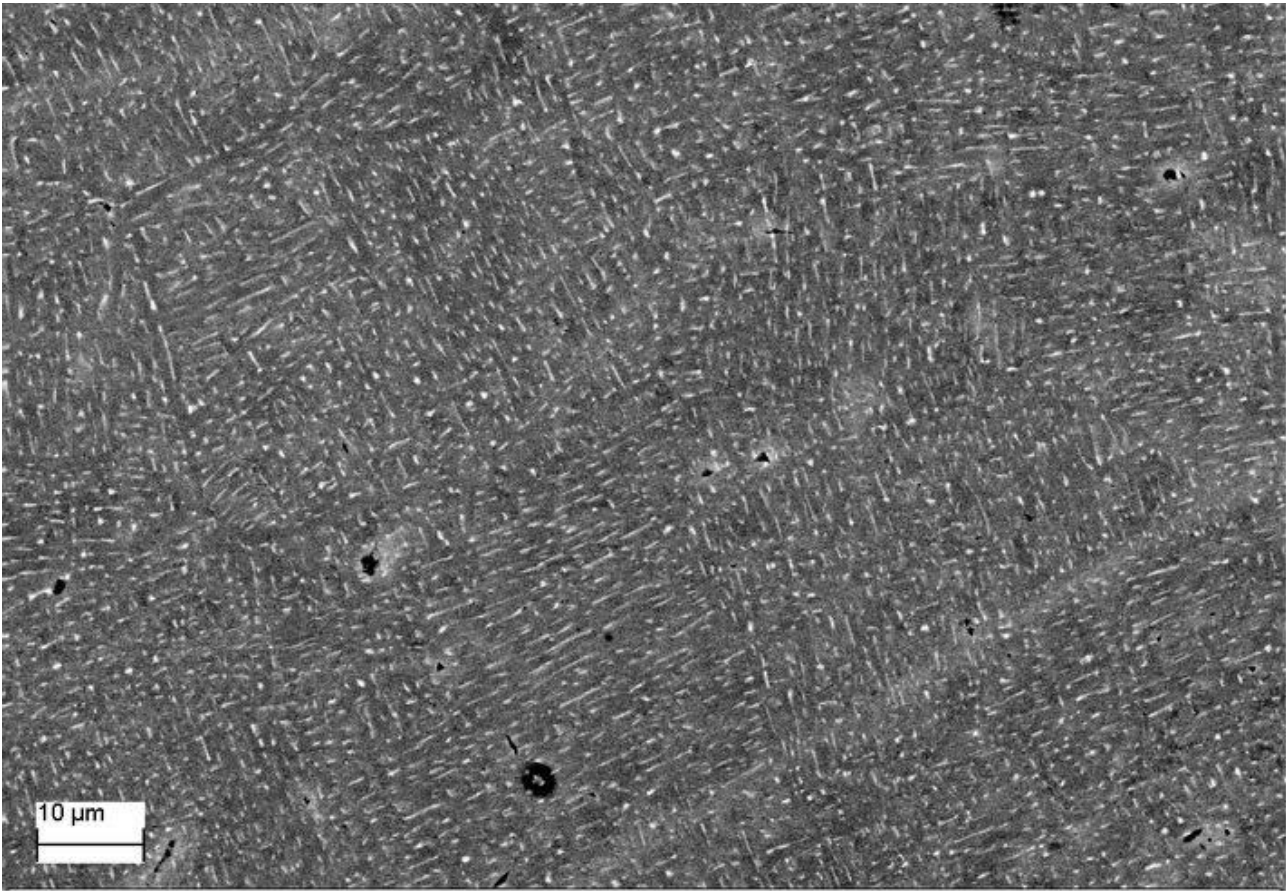


Figura 20: immagine SEM delle forme di precipitazione osservate nel campione in lega Ti6Al4V realizzato mediante EBM

A titolo di esempio nella Tabella 4 sono riportati i dati sperimentali ottenuti su campioni realizzati mediante SLM e EBM in confronto con quelli ottenuti con sistemi convenzionali (lavorato e ricotto), prima e dopo trattamenti mediante HIP e termici, come riportato in [35] e [45].

Tabella 4. Proprietà meccaniche di campioni realizzati mediante EBM, SLM in confronto a campioni realizzati mediante tecniche convenzionali [35,45].

	Appena Stampato	Dopo HIP / Dopo Trattamento Termico	Lavorato e ricotto	ISO 5832-3
	EBM ^a [35] / SLM ^b [45]	EBM (HIP) [35] ^c / SLM ^d (TT) [45]	[35,45]	
Modulo elastico (GPa)	118±5 / 110±5	117±4 / 117±1	104±2	-
Tensione di snervamento (MPa)	830±5 / 990±5	795±10 / 870±15	790±20	> 780
Tensione di Rottura (MPa)	915±10 / 1095±10	870± 10 / 990±15	870±10	> 860
Allungamento (MPa)	13.1±0.4 / 8.1±0.3	13.7± 1.0 / 11.0±0.5	18.1±0.8	> 10
Valore medio del limite di rottura (probabilità di rottura 50%) (MPa) (val. rif. 380^e)	391±21 / 381±27	441±42 / -	445±7	-

Note: ^a fine aciculare $\alpha+\beta$; ^b fine aciculare α' ; ^c lamellare, con dimensione delle lamelle maggiori rispetto a ^a; ^d fine lamellare $\alpha+\beta$ e globulare α ; ^e ASM Metals Handbook (1985a)

In questi stessi lavori, gli autori riportano come la microstruttura dei campioni preparati mediante EBM e SLM, fine e aciculare, subisca delle modifiche, dopo i trattamenti di pressatura isostatica a caldo e termici, ma che non si arrivi comunque a una struttura α -globulare e a lamelle fini. Questo dovrebbe spiegare il comportamento meccanico dei diversi campioni realizzati mediante EBM e SLM che comunque si presenta analogo a quelli lavorati.

Come già accennato in precedenza, la microstruttura è fondamentale per le proprietà del componente che viene realizzato. La microstruttura che si viene a creare in un componente appena stampato potrebbe non essere ideale per determinate applicazioni e condizioni di esercizio. L'interesse dello sviluppo delle tecnologie di stampa è focalizzato quindi anche verso il controllo della microstruttura. Sono infatti state proposte delle mappe dove sono riportate per processo di deposizione e parametri di stampa le microstrutture generate [46]. L'attività sperimentale quindi dovrà consentire di implementare queste mappe per definire le modalità di stampa più idonee al fine dell'ottenimento di componenti e oggetti stampati con determinate microstrutture e di conseguenza caratteristiche meccaniche, termiche etc.. [40,47,48]. In teoria si ritiene possibile "indirizzare" durante la stampa la formazione di una determinata microstruttura modificando i parametri di processo. Quest'approccio presenta numerose problematiche poiché la microstruttura dipende da fenomeni complessi dovuti alle condizioni di solidificazione, condizioni termiche (ambiente di stampa e ciclaggio), cinetiche e trasformazioni di fase. Bisogna considerare che nei processi di stampa 3D a letto di polvere sono presenti fenomeni a diverse scale [46]:

- dimensione dei componenti: centinaia di cm³
- fuso: < mm in profondità e larghezza;
- dimensione della polvere: generalmente < 100 μ m;
- strati depositati: dello stesso ordine di grandezza della dimensione della polvere

Inoltre, in questi processi, i fenomeni termici avvengono anch'essi a differenti livelli dimensionali:

- nei processi a letto di polvere, questo viene fuso attraverso l'energia fornita dal fascio (di elettroni o laser). Questo processo è estremamente rapido con tempi di solidificazione anch'essi molto veloci;
- il componente che viene via via realizzato subisce un trattamento termico determinato sia dall'ambiente di stampa (sistemi preriscaldati), sia dal contributo termico che strato per strato viene fornito dal fascio e che diffonde nel letto di polvere e nella porzione di componente già solidificata. In questo caso i tempi sono più lunghi rispetto al caso precedente.

Solamente in alcuni processi è possibile avere condizioni che permettono di ridurre gli stress termici causati dalla stampa. Questi stress possono causare, in un componente sottoposto a determinate condizioni di esercizio, distorsioni e fratture, in maniera analoga a quanto avviene nei processi convenzionali di saldatura, e che conseguentemente possono portare alla rottura del componente in esercizio e al fermo macchina.

Nella prossima annualità lo studio microstrutturale considererà analisi su campioni realizzati con diverse direzioni di stampa anche dopo trattamenti termici. Le analisi verranno condotte sia sui campioni appena stampati che sui campioni sottoposti a prove meccaniche, anche al fine di individuare i meccanismi di rottura.

Simulazione del comportamento meccanico

Sono stati disegnati i modelli 3D dei campioni (Figura 21), che verranno realizzati nella seconda annualità e che saranno sottoposti a prove meccaniche.

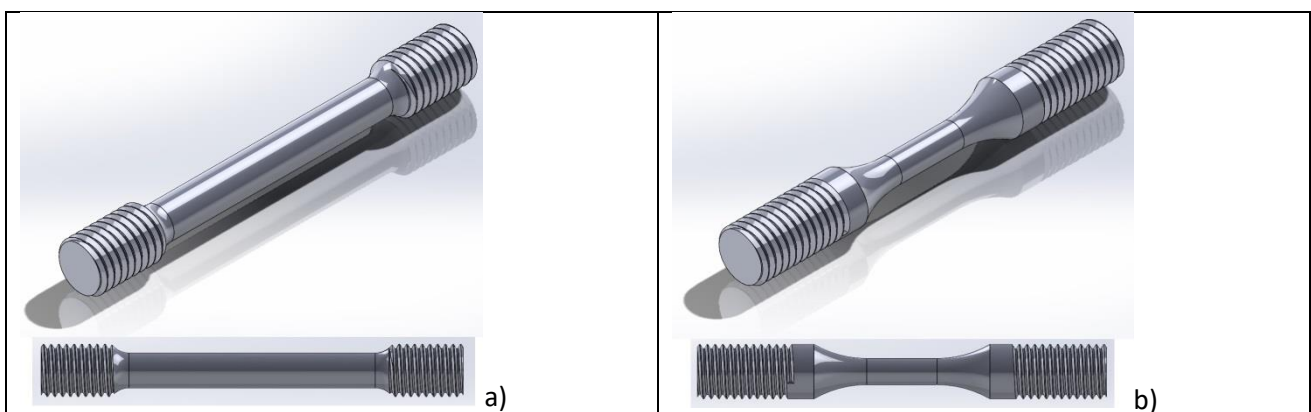


Figura 21: Immagine dei provini per prove di trazione (norma ASTM E8) e per prove di fatica (norma ASTM E606)

Attraverso il software specifico acquisito, Simulation (su piattaforma Solidworks), è possibile effettuare simulazioni di tipo statico del comportamento meccanico dei modelli 3D realizzati, provini in lega di titanio. L'obiettivo che si cercherà di raggiungere durante il progetto sarà quello di identificare, attraverso le prove meccaniche, il legame costitutivo di un campione in lega metallica realizzato mediante tecnologie additive (in particolare a letto di polvere) consentendo di generare un nuovo materiale nella libreria, utile per le simulazioni sui componenti. In questa prima fase, a causa dell'elevato costo della preparazione dei campioni, si disporrà di un set di dati limitato, ma la procedura potrà successivamente essere ripetuta su un numero di provini tale da dare una validità statistica ai dati raccolti. Una volta definito compiutamente il comportamento meccanico di un campione reale attraverso tutte le prove meccaniche proposte, sarà possibile definire, all'interno di un database del software, i parametri dei nuovi materiali. Sarà possibile tenere conto sia dell'anisotropia propria di questo tipo di materiale, sia dell'eventuale presenza di difetti che si possono generare durante il processo di produzione mediante tecnologie additive, sia degli effetti di

post-trattamenti, quali ad esempio la pressatura isostatica a caldo (HIP, “hot isostatic press”), la lucidatura o trattamenti di tipo termico.

Sono state quindi condotte alcune simulazioni preliminari di tipo statico.

La prima simulazione numerica riguarda un provino per prove di trazione in lega Ti6Al4V, in regime elastico. In Figura 22 è possibile osservare la distribuzione delle tensioni assiali a seguito della sollecitazione (forza applicata pari a 25000 N). In questo test il provino è stato vincolato ad incastro in una delle due estremità e sottoposto a forze note all'altra estremità, come nel caso di una prova a controllo di forza.

Analoghi risultati si ottengono se si simula un test a controllo di spostamento, vincolando entrambe le estremità ed imponendo spostamenti noti ad una delle due.

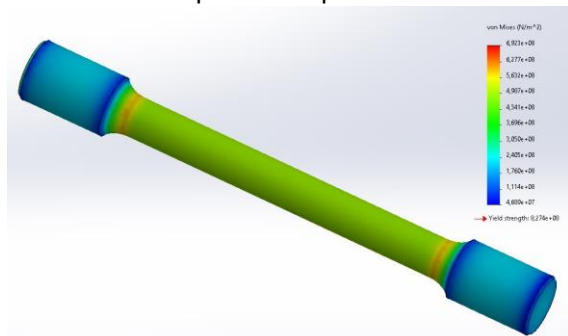


Figura 22: simulazione del comportamento meccanico di un campione per trazione non difettato ottenuta mediante il software Solidworks (risolutore FFE Plus).

Queste simulazioni assumono maggiore rilievo se si considera invece un provino all'interno del quale sono presenti dei difetti, come in Figura 23. Nella seconda simulazione numerica nello stesso provino della prima simulazione sono stati inseriti dei difetti con diverse geometrie, analoghe a quelle riscontrate nelle osservazioni al SEM: cavità sferiche di circa 100 micron di diametro e difetti di forma irregolare che presentano cuspidi. Questo ultimo tipo di difetto è quello che può causare maggiori problemi dal punto di vista del comportamento meccanico, perché la concentrazione degli sforzi su una cuspide raggiunge valori molto elevati. Analoghe considerazioni possono essere fatte per difetti presenti sulla superficie di un componente.

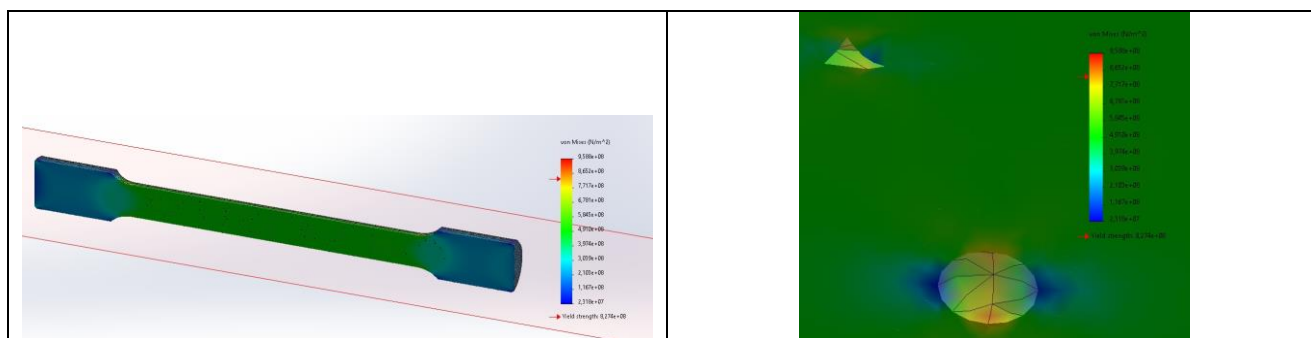


Figura 23: simulazione del comportamento meccanico di un campione per trazione difettato ottenuta mediante il software Solidworks (risolutore FFE Plus).

Una volta inseriti i dati relativi al comportamento meccanico reale dei componenti realizzati mediante EBM, sarà possibile effettuare test virtuali ed analizzare il comportamento meccanico di un componente realizzato con la stessa tecnologia sottoponendolo a qualsiasi set di carichi esterni. Sarà inoltre possibile valutare il comportamento globale di un componente contenente all'interno una qualsiasi distribuzione di difetti. Tutte queste simulazioni saranno utili per definire quali parti di un componente presentano delle criticità e conseguentemente poter applicare le opportune modifiche per il progetto del componente stesso.

3 Conclusioni

La mancanza di robustezza, stabilità e ripetibilità dei processi di AM comporta che la presenza di difetti sia ancora troppo alta rispetto ai sistemi di produzione convenzionali. Ciò costituisce un ostacolo importante a una più ampia e rapida diffusione delle tecnologie di fabbricazione additiva per metalli, nonostante i continui miglioramenti tecnologici dei sistemi. Diventa quindi fondamentale l'utilizzo di tecniche di controllo, in particolare non distruttive, adeguate a rilevare i difetti tipici in materiali e componenti realizzati con i processi di produzione additiva. Altrettanto importante è la caratterizzazione termomeccanica e microstrutturale dei materiali e dei componenti, al fine di confrontare l'affidabilità di queste tecnologie rispetto a quelle tradizionali.

Questo rapporto contiene una descrizione della normativa tecnica internazionale e dei risultati sperimentali più significativi presenti in letteratura sui controlli non-distruttivi (CND) e micro-invasivi, sui test termomeccanici e sulle analisi microstrutturali applicabili alle tecnologie di manifattura additiva. In generale si può affermare che le norme specificamente pensate per provini realizzati mediante AM sono tuttora poche. Tuttavia, nel caso dei CND e delle analisi microstrutturali, le norme correntemente usate per le indagini su campioni realizzati con tecnologie "tradizionali" sono applicabili senza particolari modifiche. In regime di prima applicazione ciò è vero anche per i test meccanici, sebbene in questo caso ulteriori approfondimenti si rendano necessari.

Sono presentate inoltre le apparecchiature sperimentali esistenti in ENEA con le quali saranno eseguite le indagini su provini di materiali e componenti, ed è delineato il programma sperimentale incluso forma e dimensioni dei provini, ovvero eventuali limitazioni alle dimensioni degli stessi come nel caso della tomografia computerizzata a raggi X. Laddove è stato o sarà necessario un adeguamento della strumentazione, esso è stato indicato, come nel caso di una sorgente eccitatrice laser per l'analisi termografica con l'approccio innovativo denominato appunto "laser scanning thermography" o nel caso dell'aggiornamento dell'elettronica di gestione della macchina elettroidraulica di prova universale installata presso il Centro di Faenza.

I risultati sperimentali preliminari sin qui ottenuti riguardano le analisi microstrutturali su provini in Ti6Al4V realizzati mediante fusione selettiva di un letto di polveri con fascio elettronico (EBM). Queste analisi preliminari confermano come la struttura fine generata dalla stampa su letto di polvere possa essere collegata alle caratteristiche meccaniche effettivamente riscontrabili. In base ai risultati presenti in letteratura, questa conclusione è generalizzabile anche alla tecnica SLM. Tuttavia, i campioni preparati mediante SLM presentano in genere una bassa duttilità che può essere migliorata mediante trattamenti termici; i materiali stampati mediante EBM presentano invece valori di allungamento superiori a 10 (la normativa ISO 5832-3 prevede valori > 10 per il settore biomedicale). La microstruttura generata mediante tecniche SLM e EBM mostra una minore resistenza a fatica e minore duttilità rispetto al caso di prodotti lavorati e ricotti. C'è quindi un forte interesse nel cercare di trovare opportuni parametri di stampa e trattamenti termici che permettano di ottenere microstrutture idonee per l'esercizio dei componenti, realizzati mediante tecnologie additive, in determinate condizioni applicative. Le caratterizzazioni previste nel secondo e nel terzo anno di progetto potranno fornire un importante feedback per il miglioramento delle tecnologie di stampa impiegate.

4 Riferimenti bibliografici

1. Centro Studi Confindustria, Scenari Industriali n.5, Giugno 2014, cap. 4, pag. 11.
2. Atzeni, E., Iuliano, L., Marchiandi, G., Minetola, P., Salmi, A., Bassoli, E., Denti, L., Gatto, A. "Additive manufacturing as a cost-effective way to produce metal parts" in "High Value Manufacturing: Advanced Research in Virtual and Rapid Prototyping" - Proceedings of the 6th International Conference on Advanced Research and Rapid Prototyping in Virtual and Rapid Prototyping (VRAP 2013), 1-5 October 2013, Leiria – Portugal, Taylor & Francis (2014) pp. 3-8.
3. Kobryn, P.A., Ontko, N.R., Perkins, L.P., Tiley, J.S. "Additive Manufacturing of Aerospace Alloys for Aircraft Structures", Air Force Research Lab Wright-Patterson AFB OH Materials and Manufacturing Directorate, 2006.
4. Beyer, C. "Strategic Implications of Current Trends in Additive Manufacturing", Journal of Manufacturing Science and Engineering, 136 (2014), 064701-1.
5. Watson, J.K., Taminger, K.M.B. "A decision-support model for selecting additive manufacturing versus subtracting manufacturing based on energy consumption", Journal of Cleaner Production, 176 (2018), 1316-1322.
6. Allen, J. "An Investigation into the Comparative Costs of Additive Manufacture vs. Machine from Solid for Aero Engine Parts", in Cost Effective Manufacture via Net-Shape Processing (pp. 17-1 to 17-10), Meeting Proceedings RTO-MP-AVT-139, (2006), paper 17.
7. Douglas, S.T., Stanley, W.G. "Costs and Cost Effectiveness of Additive Manufacturing. A Literature Review and Discussion", NIST Special Publication 1176 – Department of Commerce of United States of America, 2014.
8. Baumer, M., Tuck, C., Hague, R., Ashcroft, I., Wildman, R. "A comparative study of metallic additive manufacturing power consumption", in 21st Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium—An Additive Manufacturing Conference, Austin/TX/USA, 9th–11th August, (2010) Austin, TX.
9. Morrow, W.R., Qi, H., Kim, I., Mazumder, J., Skerlos, S.J. "Environmental Aspects of Laser-Based and Conventional Tool and Die Manufacturing", Journal of Cleaner Production 15 (2007), 932–943.
10. Yoon, H.S., Lee, J.Y., Kim, H.S., Kim, M.S., Kim, E.S., Shin, Y.J., Chu, W.S., Ahn, S.H. "A Comparison of Energy Consumption in Bulk Forming, Subtractive, and Additive Processes: Review and Case Study", International Journal of Precision Engineering and Manufacturing-Green Technology, 1 (2014), 261-279.
11. Huang, R., Riddle, M., Graziano, D., Warren J., Das, S., Nimbalkar, S., Cresko, J., Masanet, E. "Energy and emissions saving potential of additive manufacturing: the case of lightweight aircraft components", Journal of Cleaner Production, 135 (2016), 1559-1570.
12. Zhang, X., Tiwari, R., Shooshtari, A.H., Ohadi, M.M. "An additively manufactured metallic manifold-microchannel heat exchanger for high temperatures application", Applied Thermal Engineering, 143 (2018), 899-908.
13. Romei, F., Grubisic, A.N., Gibbon, D. "Manufacturing of a high-temperature resistojet heat exchanger by selective laser melting", Acta Astronautica, 138 (2017), 356-368.
14. Kirsch, K.L., Thole, K.A. "Isolating the effects of surface roughness versus wall shape in numerically optimized, additively manufactured micro cooling channels", Experimental Thermal and Fluid Science, 98 (2018), 227-238.
15. M. Grasso, B. M. Colosimo, "Process defects and in situ monitoring methods in metal powder bed fusion: a review", Measurement Science and Technology, 28 (2017) 044005.
16. I. D. Harris, "Development and Implementation of Metals Additive Manufacturing" DOT paper (2011) Edison Welding Institute, Columbus, OH.
17. "Measurement Science Roadmap for Metal-Based Additive Manufacturing" Workshop summary report (2013) National Institute of Standards and Technology.

18. J.M. Waller, B.H. Parker, K.L. Hodges, E.R. Burke, J.L. Walker "Nondestructive Evaluation of Additive Manufacturing. State-of-the-Discipline Report" NASA/TM-2014-218560 (2014).
19. www.astm.org → Products and services → Standards and publications
20. S. Moylan, C.U. Brown, and J. Slotwinski, "Recommended Protocol for Round-Robin Studies in Additive Manufacturing," *Journal of Testing and Evaluation*, Vol. 44, No. 2, 2016, pp. 1009–1018
21. H. Taheri, M. R. B. M. Shoaib, L. W. Koester, T. A. Bigelow, P. C. Collins and L. J. Bond, "Powder-based additive manufacturing: A review of types of defects, generation mechanisms, detection, property evaluation and metrology", *Int. J. Additive and Subtractive Materials Manufacturing* 1, 172–209, 2017.
22. D. Chaveau, "review of NDT and process monitoring techniques usable to produce high quality parts by welding or additive manufacturing", *Welding in the World*, 62 (2018), pp. 1097-1118.
23. A. Lopez, R. Bacelar, I. Pires, T. Santos, L. Quintino, "Mapping Of Non-Destructive Techniques For Inspection Of Wire And Arc Additive Manufacturing", in *Proceedings of the 7th International Conference on Mechanics and Materials in Design*, 11-15 June 2017 Albufeira/Portugal, JF Silva Gomes and Shaker A. Meguid Editors, INEGI/FEUP, 2017.
24. N. Montinaro, D. Cerniglia, G. Pitarresi, "A numerical and experimental study through laser thermography for defect detection on metal additive manufactured parts", *Frattura ed Integrità Strutturale* 12(43), 2018, pp. 231-240.
25. N. Montinaro, D. Cerniglia, G. Pitarresi, "Defect detection in additively manufactured titanium prosthesis by flying laser scanning thermography", *Procedia Structural Integrity*, 12, 2018, pp. 165-172.
26. A. Cantatore and P. Müller, "Introduction to computed tomography", DTU Mechanical Engineering (2011), Kongens Lyngby, Denmark.
27. www.iso.org → Standards → Technical Committees → ISO TC/135
28. J.A. Slotwinski, E.J. Garboczi, and K.M. Hebenstreit "Porosity Measurements and Analysis for Metal Additive Manufacturing Process Control", *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, Vol. 119 (2014) pp. 494 – 528.
29. <https://www.nist.gov/pml/x-ray-mass-attenuation-coefficients>
30. S.L. Draper, A.L. Bradley, J. Telesman, R.E. Martin, I.E. Ioci, A. Garg, A.J. Ring, "Materials Characterization of Electron Beam Melted Ti-6Al-4V", NASA/TM—2016-219136.
31. J. J. Lewandowski, M. Seifi, "Metal Additive Manufacturing: A Review of Mechanical Properties", *Annual Review of Materials Research*, 46 (2016), 151–86.
32. <https://www.iso.org/technical-committees.html>
33. ASTM E407, Standard Practice for Microetching Metals and Alloys (West Conshohocken, PA: ASTM International, 2007).
34. Aliprandi P., Giudic F., Guglielmino E., Sili A, Tensile and Creep Properties Improvement of Ti-6Al-4V Alloy Specimens Produced by Electron Beam Powder Bed Fusion Additive Manufacturing, *Metals*. 9 (2019) 1207
35. Facchini L., Magalini E., Pierfrancesco R., Molinari A., Microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V produced by electron beam melting of pre-alloyed powders. *Rapid Prototyping Journal*. 15 (2009) 171-178
36. P. Edwards, M. Ramulu, Fatigue performance evaluation of selective laser melted Ti-6Al-4V, *Materials Science and Engineering: A* 598 (2014) 327–337.
37. G. Kasperovich, J. Hausmann, Improvement of fatigue resistance and ductility of TiAl6V4 processed by selective laser melting, *J. Mater. Process. Technol.* 220 (2015) 202–214
38. S. Leuders, M. Thöne, A. Riemer, T. Niendorf, T. Tröster, H. Richard, H. Maier, On the mechanical behaviour of titanium alloy TiAl6V4 manufactured by selective laser melting: fatigue resistance and crack growth performance, *Int. J. Fatig.* 48 (2013) 300–307
39. Rafi, H.K., Karthik, N.V., Gong, H. et al. Microstructures and Mechanical Properties of Ti6Al4V Parts Fabricated by Selective Laser Melting and Electron Beam Melting. *J. of Mater Eng and Perform* 22, 3872–3883 (2013).
40. R.J. Moat, A.J. Pinkerton, L. Li, P.J. Withers, and M. Preuss: *Acta Mater.*, 2009, vol. 57, pp. 1220–29
41. L.E. Murr, S.M. Gaytan, F. Medina, E. Martinez, J.L. Martinez, D.H. Hernandez, B.I. Machado, D.A. Ramirez, R.B. Wicker, *Mater. Sci. Eng. A* 527 (2010) 1861
42. G. Mur, D. Rodriguez, J.A. Planell, J. , Microstructural evolution in laser-deposited multilayer Ti-6Al-4V builds: Part II. Thermal modelling, *Alloys Compd.*, 234 (1996) 287
43. L. Facchini, Microstructure and mechanical properties of biomedical alloys produced by Rapid Manufacturing techniques, *Tesi di Dottorato - XXII Ciclo - Università di Trento*, 2010

44. C. Leyens, M. Peters, Titanium and Titanium Alloys, Wiley - VCH Verlag GmbH & Co. KGaA (2003)
45. L. Facchini, E. Magalini, P. Robotti, A. Molinari, S. Höges, K. Wissenbach, Ductility of a Ti-6Al-4V alloy produced by selective laser melting of prealloyed powders", Rapid Prototyping Journal, 16 (2010) 450-459
46. 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
47. M. Gäumann, C. Bezenc, on, P. Canalis, and W. Kurz: Acta Mater., 2001, vol. 49, pp. 1051–62
48. P.A. Kobryn and S.L. Semiatin: J. Mater. Process. Technol., 2003, vol. 135, pp. 330–39.

5 Abbreviazioni ed acronimi

Se nel rapporto si fa uso di molte abbreviazioni e acronimi si suggerisce di inserire un elenco alla fine del documento, i termini devono comunque essere definiti anche all'interno del testo la prima volta che vengono utilizzati.

AM	Additive Manufacturing, tecnologie o processi di fabbricazione additiva
ASTM	American Society for Testing and Materials
CND	Controlli Non-distruttivi
CT	Computed Tomography, tomografia computerizzata (di solito a raggi X)
DMLS	Direct Metal Laser Sintering
EBM	Electron Beam Melting
FCG	Fatigue Crack Growth
FT	Fracture Toughness, tenacità alla frattura
HCF	High Cycle Fatigue, fatica ad alto numero di cicli
HIP	Hot Isostatic Pressing, pressatura isostatica a caldo
ISO	International Organization for Standardization
LCF	Low Cycle Fatigue, fatica a basso numero di cicli
NASA	National Aeronautics and Space Administration
NDT	Non-destructive Testing, come CND
NIST	National Institute of Standards and Technology, U.S. Department of Commerce
OEM	Original Equipment Manufacturer, produttori di apparecchiature originali
PBF	Power Bed Fusion, sistemi a letto di polvere
SLM	Selective Laser Melting
RF	Radio frequenza
TC	Technical Committee, Commissione o Comitato Tecnico di un organismo di normazione
UT	Ultrasonic Testing, Test (non-distruttivi) a ultrasuoni
WAAM	Welding Arc Additive Manufacturing

6 Appendice 1

Elenco dei lavori della commissione ISO/TC 261 al fine dell'attività di standardizzazione delle tecnologie di Additive Manufacturing

ISO/ASTM DIS 52950

Additive manufacturing — General principles — Overview of data processing

ISO/ASTM DIS 52942

Additive manufacturing — Qualification principles — Qualifying machine operators of laser metal powder bed fusion machines and equipment used in aerospace applications

ISO/ASTM DIS 52941

Additive manufacturing — System performance and reliability — Standard test method for acceptance of powder-bed fusion machines for metallic materials for aerospace application

ISO/ASTM WD 52936-1

Additive manufacturing — Qualification principles — Laser-based powder bed fusion of polymers — Part 1: General principles, preparation of test specimens

ISO/ASTM WD 52933

Additive manufacturing — Environment, health and safety — Consideration for the reduction of hazardous substances emitted during the operation of the non-industrial ME type 3D printer in workplaces, and corresponding test method

ISO/ASTM WD 52932

Additive manufacturing — Environmental health and safety — Standard test method for determination of particle emission rates from desktop 3D printers using material extrusion

ISO/ASTM CD 52931

Additive manufacturing — Environmental health and safety — Standard guideline for use of metallic materials

ISO/ASTM WD 52926-5

Additive manufacturing — Qualification principles — Part 5: Qualification of machine operators for metallic parts production for DED-Arc

ISO/ASTM WD 52926-4

Additive manufacturing — Qualification principles — Part 4: Qualification of machine operators for metallic parts production for DED-LB

ISO/ASTM WD 52926-3

Additive manufacturing — Qualification principles — Part 3: Qualification of machine operators for metallic parts production for PBF-EB

ISO/ASTM WD 52926-2

Additive manufacturing — Qualification principles — Part 2: Qualification of machine operators for metallic parts production for PBF-LB

ISO/ASTM WD 52926-1

Additive manufacturing — Qualification principles — Part 1: Qualification of machine operators for metallic parts production

ISO/ASTM DIS 52925

Additive manufacturing processes — Laser sintering of polymer parts/laser-based powder bed fusion of polymer parts — Qualification of materials

ISO/ASTM DIS 52924

Additive manufacturing — Qualification principles — Classification of part properties for additive manufacturing of polymer parts

ISO/ASTM DIS 52921

Additive manufacturing — General principles — Standard practice for part positioning, coordinates and orientation

ISO/ASTM 52921:2013

Standard terminology for additive manufacturing — Coordinate systems and test methodologies

ISO/ASTM WD 52920-2

Additive manufacturing — Qualification principles — Part 2: Requirements for industrial additive manufacturing sites

ISO/ASTM WD 52919-2

Additive manufacturing — Test method of sand mold for metalcasting — Part 2: Physical properties

ISO/ASTM WD 52919-1

Additive manufacturing — Test method of sand mold for metalcasting — Part 1: Mechanical properties

ISO/ASTM CD TR 52918

Additive manufacturing — Data formats — File format support, ecosystem and evolutions

ISO/ASTM WD 52917

Additive manufacturing — Round Robin Testing — Guidance for conducting Round Robin studies

ISO/ASTM WD 52916

Additive manufacturing — Data formats — Standard specification for optimized medical image data

ISO/ASTM 52915:2016

Specification for additive manufacturing file format (AMF) Version 1.2

ISO/ASTM 52915:2013

Standard specification for additive manufacturing file format (AMF) Version 1.1

ISO/ASTM 52915

Specification for additive manufacturing file format (AMF) Version 1.2

ISO/ASTM CD TR 52912

Additive manufacturing - Design - Functionally graded additive manufacturing

ISO/ASTM 52911-2:2019

Additive manufacturing — Design — Part 2: Laser-based powder bed fusion of polymers

ISO/ASTM 52911-1:2019

Additive manufacturing — Design — Part 1: Laser-based powder bed fusion of metals

ISO/ASTM 52910:2018

Additive manufacturing — Design — Requirements, guidelines and recommendations

ISO/ASTM AWI 52909

Additive manufacturing — Finished part properties — Orientation and location dependence of mechanical properties for metal powder bed fusion

ISO/ASTM AWI 52908

Additive manufacturing — Post-processing methods — Standard specification for quality assurance and post processing of powder bed fusion metallic parts

ISO/ASTM 52907:2019

Additive manufacturing — Feedstock materials — Methods to characterize metal powders

ISO/ASTM CD TR 52906

Additive manufacturing — Non-destructive testing and evaluation — Standard guideline for intentionally seeding flaws in parts

ISO/ASTM DTR 52905

Additive manufacturing — General principles — Non-destructive testing of additive manufactured products

ISO/ASTM 52904:2019

Additive manufacturing — Process characteristics and performance — Practice for metal powder bed fusion process to meet critical applications

ISO/ASTM DIS 52903-2

Additive manufacturing — Standard specification for material extrusion based additive manufacturing of plastic materials — Part 2: Process — Equipment

ISO/ASTM CD 52903-3

Additive manufacturing — Standard specification for material extrusion based additive manufacturing of plastic materials — Part 3: Final parts

ISO/ASTM 52903-1

Additive manufacturing — Material extrusion-based additive manufacturing of plastic materials — Part 1: Feedstock materials

ISO/ASTM AWI 52902

Additive manufacturing — Test artifacts — Geometric capability assessment of additive manufacturing systems

ISO/ASTM 52902:2019

Additive manufacturing — Test artifacts — Geometric capability assessment of additive manufacturing systems

ISO/ASTM 52901:2017

Additive manufacturing — General principles — Requirements for purchased AM parts

ISO/ASTM DIS 52900

Additive manufacturing — General principles — Fundamentals and vocabulary

7 APPENDICE 2

Come riportato sul sito dell'ASTM, gli standard servono a promuovere la conoscenza dell'industria, aiutare a stimolare la ricerca e incoraggiare l'implementazione della tecnologia. Gli standard definiscono la terminologia, la misura delle performance di differenti processi di produzione, assicurare la qualità del prodotto finito e specificare procedure per la calibrazione di macchine per AM
Lista degli standard ASTM relativi alle tecnologie additive.

Design

Designation	Title
ISO / ASTM52915 - 16	Standard Specification for Additive Manufacturing File Format (AMF) Version 1.2
ISO / ASTM52910 - 18	Additive manufacturing — Design — Requirements, guidelines and recommendations
ISO / ASTM52911 - 1 - 19	Additive manufacturing — Design — Part 1: Laser-based powder bed fusion of metals
ISO / ASTM52911 - 2 - 19	Additive manufacturing — Design — Part 2: Laser-based powder bed fusion of polymers

Materials and Processes

Designation	Title
F2924 - 14	Standard Specification for Additive Manufacturing Titanium-6 Aluminum-4 Vanadium with Powder Bed Fusion
F3001 - 14	Standard Specification for Additive Manufacturing Titanium-6 Aluminum-4 Vanadium ELI (Extra Low Interstitial) with Powder Bed Fusion
F3049 - 14	Standard Guide for Characterizing Properties of Metal Powders Used for Additive Manufacturing Processes
F3055 - 14a	Standard Specification for Additive Manufacturing Nickel Alloy (UNS N07718) with Powder Bed Fusion
F3056 - 14e1	Standard Specification for Additive Manufacturing Nickel Alloy (UNS N06625) with Powder Bed Fusion
F3091 / F3091M - 14	Standard Specification for Powder Bed Fusion of Plastic Materials
F3184 - 16	Standard Specification for Additive Manufacturing Stainless Steel Alloy (UNS S31603) with Powder Bed Fusion
F3187 - 16	Standard Guide for Directed Energy Deposition of Metals
F3213 - 17	Standard for Additive Manufacturing – Finished Part Properties – Standard Specification for Cobalt-28 Chromium-6 Molybdenum via Powder Bed Fusion
F3301 - 18a	Standard for Additive Manufacturing – Post Processing Methods – Standard Specification for Thermal Post-Processing Metal Parts Made Via Powder Bed Fusion
F3302 - 18	Standard for Additive Manufacturing – Finished Part Properties – Standard Specification for Titanium Alloys via Powder Bed Fusion
F3318 - 18	Standard for Additive Manufacturing – Finished Part Properties – Specification for AlSi10Mg with Powder Bed Fusion – Laser Beam
ISO / ASTM52901 - 16	Standard Guide for Additive Manufacturing – General Principles – Requirements for Purchased AM Parts
ISO / ASTM52904 - 19	Additive Manufacturing – Process Characteristics and Performance: Practice for Metal Powder Bed Fusion Process to Meet Critical Applications

Terminology

Designation	Title
ISO / ASTM52900 - 15	Standard Terminology for Additive Manufacturing – General Principles – Terminology

Test Methods

Designation	Title
F2971 - 13	Standard Practice for Reporting Data for Test Specimens Prepared by Additive Manufacturing
F3122 - 14	Standard Guide for Evaluating Mechanical Properties of Metal Materials Made via Additive Manufacturing Processes
ISO / ASTM52902 - 19	Additive manufacturing — Test artifacts — Geometric capability assessment of additive manufacturing systems
ISO / ASTM52907 - 19	Additive manufacturing — Feedstock materials — Methods to characterize metallic powders
ISO / ASTM52921 - 13(2019)	Standard Terminology for Additive Manufacturing—Coordinate Systems and Test Methodologies

8 APPENDICE 3

Norma numero : UNI EN ISO 5832-2:2018

Titolo : Impianti chirurgici - Materiali metallici - Parte 2: Titanio non legato

ICS : [11.040.40]

Stato : IN VIGORE

Nota: per la dimensione dei grani rimanda alle norme ISO 643 o ASTM E 112

Norma numero : UNI EN ISO 5832-3:2017

Titolo : Impianti chirurgici - Materiali metallici - Parte 3: Lega in titanio 6-alluminio 4-vanadio

ICS : [77.120.50] [11.040.40]

Stato : IN VIGORE

Norma numero : ISO 20160:2006

Titolo : Implants for surgery -- Metallic materials -- Classification of microstructures for alpha+beta titanium alloy bars

ICS : [11.040.40]

Stato : IN VIGORE

Norma numero : UNI EN 3114-001:2008

Titolo : Serie Aerospaziale - Metodi di prova - Microstruttura di prodotti da lavorazione plastica in leghe di titanio (- + β) Parte 001: Requisiti generali

ICS : [49.025.10]

Stato : IN VIGORE

Recepisce : EN 3114-001:2006

Norma numero : UNI EN 3114-002:2008

Titolo : Serie Aerospaziale - Metodi di prova - Microstruttura di prodotti da lavorazione plastica di leghe di titanio (alfa + β) - Parte 002: Microstruttura di barre, estrusi, barre da forgiare e stampati

ICS : [49.025.30]

Stato : IN VIGORE

Recepisce : EN 3114-002:2007

Norma numero : UNI EN 3114-003:2008

Titolo : Serie Aerospaziale - Metodi di prova - Microstruttura di prodotti da lavorazione plastica di leghe di titanio (- + β) - Parte 003: Microstruttura dei piatti

ICS : [49.025.30]

Stato : IN VIGORE

Recepisce : EN 3114-003:2006

Norma numero : UNI EN 3114-004:2008

Titolo : Serie Aerospaziale - Metodi di prova - Microstruttura di prodotti da lavorazione plastica di leghe di titanio (- + β) - Parte 004: Microstruttura di lamiere per formatura superplastica

ICS : [49.025.30]

Stato : IN VIGORE

Recepisce : EN 3114-004:2006