

Ricerca di Sistema elettrico



Definizione di materiali e tecnologie per lo sviluppo di ceramici avanzati da additive manufacturing per la produzione energetica (LA 4.1)

F. Mazzanti, F. Bezzi, P. Fabbri, S. Grilli, E. Leoni, G. Magnani,
E. Salernitano, M. Scafè, A. Strafella

DEFINIZIONE DI MATERIALI E TECNOLOGIE PER LO SVILUPPO DI CERAMICI AVANZATI DA ADDITIVE MANUFACTURING PER LA PRODUZIONE ENERGETICA (LA 4.1)

F. Mazzanti, F. Bezzi, P. Fabbri, S. Grilli, E. Leoni, G. Magnani, E. Salernitano, M. Scafè, A. Strafella (ENEA)

Giugno 2023

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dell'Ambiente e della Sicurezza Energetica - ENEA
Piano Triennale di Realizzazione 2022-2024

Obiettivo: *Decarbonizzazione*

Progetto: *1.4 Materiali di frontiera per usi energetici*

Linea di attività: *4.1*

Responsabile del Progetto: *Daniele Mirabile Gattia, ENEA*

Responsabile del Work Package: *Francesca Mazzanti (ENEA)*

Responsabile Linea di Attività: *ENEA*

Mese inizio previsto: gennaio 2022

Mese inizio effettivo: gennaio 2022

Mese fine previsto: giugno 2023

Mese fine effettivo: giugno 2023

Indice

1	RISULTATI ATTESI	3
2	RISULTATI OTTENUTI.....	4
3	PRODOTTI ATTESI.....	6
4	PRODOTTI SVILUPPATI	7
5	ANALISI DEGLI SCOSTAMENTI SU ATTIVITÀ E RISULTATI	9
6	SINTESI DELLE ATTIVITÀ SVOLTE	10
7	DETTAGLIO DELLE ATTIVITÀ SVOLTE.....	11
8	CONTRIBUTO DELLE EVENTUALI CONSULENZE ALLE ATTIVITÀ SOPRA DESCRITTE.....	35
9	PUBBLICAZIONI SCIENTIFICHE.....	36
10	EVENTI DI DISSEMINAZIONE	37

1 Risultati attesi

I principali risultati attesi della LA 4.1, così come da capitolato vigente previsto per il WP4 “Additive manufacturing di materiali ceramici avanzati per incrementare l’efficienza di sistemi di produzione di energia”, sono i seguenti:

- 1.1 Individuazione di materiali/materie prime e dei requisiti per la formulazione di slurry ceramici fotosensibili stampabili.*
- 1.2 Definizione dei parametri del processo produttivo convenzionale del materiale ceramico di riferimento.*
- 1.3 Realizzazione di provini per le caratterizzazioni del materiale ceramico di riferimento realizzato mediante metodo di formatura convenzionale.*
- 1.4 Caratterizzazione e quindi definizione delle caratteristiche chimico-fisiche e meccaniche del ceramico avanzato di riferimento realizzato mediante metodo di formatura convenzionale.*

2 Risultati ottenuti

I principali risultati ottenuti della LA 4.1 sono riportati di seguito.

2.1 Definizione di materiali e metodi per lo sviluppo di ceramici avanzati da additive manufacturing per la produzione energetica

Nel corso dei primi 18 mesi di progetto sono stati identificati i diversi materiali, quali polveri ceramiche, resine e additivi, necessari allo sviluppo delle attività dell'intero progetto. In particolare, sono state acquistate le polveri del materiale ceramico scelto per l'attività di ricerca (nitruro di silicio), sia per il processo di fabbricazione tradizionale che per la formatura mediante tecnica di additive manufacturing (AM). È stato ottimizzato il metodo di preparazione della miscela di polveri ceramiche finalizzata alla messa a punto del materiale mediante tecnica di fabbricazione convenzionale, da utilizzarsi come riferimento per il prosieguo del progetto. Sono state inoltre individuate le materie prime necessarie per lo sviluppo di slurry ceramici fotosensibili, da utilizzare come feedstock per la realizzazione di componenti ceramici mediante AM. Il presente risultato è stato raggiunto completamente.

2.2 Ottimizzazione del metodo convenzionale di pressatura e di sinterizzazione per il materiale ceramico individuato

L'attività di ricerca della LA 4.1 ha consentito di definire i parametri del processo di fabbricazione convenzionale di componenti in materiale ceramico avanzato. In questa fase si è sperimentalmente operato su dischi di dimensioni ridotte, partendo da campioni in verde di diametro 11,8 mm. Si è determinata la pressione ottimale di formatura con pressa uniassiale della polvere selezionata di nitruro di silicio e si è definito il ciclo termico di sinterizzazione pressureless, ottimizzato per il raggiungimento di un'adeguata densità in sinterizzato. Il presente risultato è stato raggiunto completamente.

2.3 Produzione di provini per le caratterizzazioni chimico-fisiche e termomeccaniche del materiale ceramico individuato, ottenuti mediante metodo di formatura convenzionale

Per la realizzazione dei provini necessari alla caratterizzazione del materiale nitruro di silicio, sono stati preparati campioni cilindrici di dimensioni superiori a quelli impiegati per la messa a punto del processo convenzionale. Sono quindi stati realizzati dischi con un diametro in verde di 40 mm, mediante il metodo di fabbricazione convenzionale precedentemente ottimizzato: miscelazione polveri, pressatura uniassiale e sinterizzazione pressureless in flusso di azoto. I dischi ottenuti sono quindi stati lavorati meccanicamente con l'obiettivo di ottenere provini di forma parallelepipedica 2x2,5x25 mm, necessari per la caratterizzazione meccanica secondo la normativa vigente. Il presente risultato è stato raggiunto completamente.

2.4 Identificazione delle caratteristiche chimico-fisiche e termo-meccaniche del ceramico selezionato, realizzato mediante metodo di formatura convenzionale

Sono state determinate le principali caratteristiche chimico-fisiche e termo-meccaniche del ceramico selezionato, ottenuto mediante metodo di fabbricazione convenzionale, successivamente utili al confronto con il materiale che si otterrà mediante AM. È stata effettuata la caratterizzazione morfologico-

composizionale ed è stata verificata la composizione cristallografica prima e dopo sinterizzazione. Sono inoltre stati ricavati i valori di densità in sinterizzato, resistenza a flessione (Modulus of Rupture, MOR) e modulo elastico (o modulo di Young, E) a temperatura ambiente e ad alta temperatura ($T \geq 1000$ °C), durezza e tenacità. Il presente risultato è stato raggiunto completamente.

3 Prodotti attesi

I principali prodotti attesi della LA 4.1 come da capitolato sono i seguenti:

3.1 Rapporto tecnico-scientifico relativo alla definizione di materiali e tecnologie per lo sviluppo di ceramici avanzati da additive manufacturing per la produzione energetica.

Il conseguimento degli obiettivi relativi alla LA 4.1 può essere verificato tramite i risultati sperimentali e i metodi descritti nel rapporto tecnico-scientifico contenente:

- la descrizione delle attività svolte riguardanti la scelta del materiale ceramico e la tecnologia di AM che si utilizzerà nel progetto;
- i risultati sperimentali relativi alla caratterizzazione del materiale realizzato con tecnica convenzionale, che si utilizzerà nella LA 4.2 come riferimento;
- la descrizione della messa a punto e ottimizzazione sperimentale del metodo di fabbricazione convenzionale (pressatura e sinterizzazione).

3.2 Provini sinterizzati per la caratterizzazione del materiale ceramico di riferimento ottenuto con metodi convenzionali. Numero provini ≥ 10 .

L'attività prevede la realizzazione di almeno 10 provini per le caratterizzazioni previste sul materiale ceramico di riferimento, ottenuto con metodi convenzionali, a verifica del metodo di fabbricazione messo a punto.

3.3 Risultati sperimentali relativi alle proprietà dei provini sinterizzati di materiale ceramico di riferimento ottenuto con metodi convenzionali

I risultati sperimentali di maggior interesse per il materiale da metodo convenzionale e i relativi valori attesi sono di seguito riportati:

- Densità relativa in sinterizzato maggiore del 95% rispetto alla teorica;
- MOR a temperatura ambiente ≥ 600 MPa;
- MOR ad alta temperatura ($T \geq 1000$ °C) ≥ 550 MPa;
- Modulo di Young a temperatura ambiente ≥ 200 GPa.

3.4 Documentazione relativa all'attività di diffusione.

L'attività di diffusione dei risultati della LA 4.1 può essere verificata tramite l'accesso alla relativa documentazione prodotta.

4 Prodotti sviluppati

Di seguito sono riportati i principali prodotti ottenuti dalla LA 4.1 corrispondenti ai prodotti attesi da capitolato e in alcuni casi con risultati superiori a quanto previsto.

4.1 *Rapporto tecnico-scientifico relativo alla definizione di materiali e tecnologie per lo sviluppo di ceramici avanzati da additive manufacturing per la produzione energetica*

Nel corso della LA 4.1 è stato redatto il rapporto tecnico scientifico inerente alla ricerca bibliografica e alle prove sperimentali propedeutiche alla definizione dei materiali da utilizzare per le attività 4.1-2-3, nonché le tecnologie di AM più adatte per la produzione di componenti in ceramico avanzato. In particolare, sono stati individuati i parametri fondamentali della tecnologia Digital Light Processing (DLP) e la strumentazione ottimale per la preparativa delle feedstock ceramiche, con valutazione dell'upgrade della strumentazione.

Parallelamente è stata svolta l'attività sperimentale propedeutica all'ottimizzazione del metodo di preparazione del materiale con metodo convenzionale, pressatura e sinterizzazione, indagando approfonditamente diverse composizioni della miscela di polvere ceramica e additivi e condizioni del trattamento termico di sinterizzazione. È stato perciò possibile ottimizzare il metodo di produzione convenzionale del materiale, preparando campioni di dimensioni ridotte per poi scalare a dimensioni più rappresentative del materiale, utili ad una completa campagna di testing.

Sono stati quindi realizzati i provini necessari alla determinazione delle proprietà di riferimento e finalizzate allo sviluppo del materiale da stampare mediante AM, come previsto da progetto. Nello specifico sono state determinate caratteristiche morfologiche, densità, composizione elementare e cristallografica, e caratteristiche meccaniche, sia a temperatura ambiente che ad alta temperatura. Le condizioni di processo convenzionale ottimizzato e le caratteristiche complete del materiale prodotto sono riportate al paragrafo 7. Al paragrafo 4.3, infine, sono riportati gli indicatori scelti propriamente come elementi di verifica per le caratteristiche del materiale sviluppato.

4.2 *Provini sinterizzati per la caratterizzazione chimico-fisica e termo-meccanica del materiale ceramico di riferimento ottenuto con metodi convenzionali.*

Nell'ambito della LA 4.1, per la caratterizzazione chimico-fisica sono stati utilizzati un totale di 7 campioni cilindrici sinterizzati prodotti da metodo convenzionale ottimizzato. Per la caratterizzazione meccanica è stata effettuata la lavorazione meccanica di 6 campioni cilindri ottenendo complessivamente 30 provini (2x2,5x25 mm) di dimensioni conformi alla normativa UNI di riferimento. Complessivamente si è quindi raggiunto e superato l'indicatore di verifica relativo al numero di provini previsto (Tabella 1).

Tabella 1. Confronto fra il numero di provini sinterizzati con il materiale messo a punto e quelli previsti da progetto

Indicatore di verifica	Provini attesi	Provini sviluppati
N° provini	≥ 10	30

4.3 *Risultati sperimentali relativi alle proprietà dei provini sinterizzati di materiale ceramico di riferimento ottenuto con metodi convenzionali*

Nel corso dei 18 mesi previsti per la LA 4.1, è stata condotta la campagna di caratterizzazione, che ha previsto la determinazione dei seguenti parametri (Tabella 2):

- **densità relativa** in sinterizzato: in fase di programmazione delle attività, come indicatore di verifica, si è posto un valore maggiore del 95% rispetto alla densità teorica. Tale obiettivo è stato raggiunto e superato, ottenendo un valore di densità relativa pari a circa il 98%;
- **MOR a temperatura ambiente:** indicatore di verifica ≥ 600 MPa. Tale obiettivo è stato raggiunto, e superato, avendo come valore medio circa 950 MPa;
- **MOR ad alta temperatura** ($T \geq 1000$ °C): indicatore di verifica ≥ 550 MPa. Tale obiettivo è stato raggiunto e superato, avendo a $T=1000$ °C come valore medio circa 600 MPa;
- **modulo di Young a temperatura ambiente:** indicatore di verifica > 200 GPa. Tale obiettivo è stato raggiunto e superato, avendo come valore medio circa 250 GPa.

Attività aggiuntive

Sono state inoltre determinate le seguenti grandezze, inizialmente non previste da capitolato, ma utili per un approfondimento delle proprietà del materiale:

- **modulo di Young ad alta temperatura** ($T \geq 1000$ °C): circa 200 GPa a 1000 °C e 1100 °C;
- **tenacità alla frattura a temperatura ambiente** (K_{IC}): circa 5 MPa m^{1/2};
- **durezza Vickers a temperatura ambiente:** circa 15,5 GPa, con carico di 1 kg;
- **densità reale del materiale**, misurata mediante picnometro ad elio: 3,25 g/cm³;
- **modulo di Young a T ambiente**, misurato mediante Impulse Excitation Method: circa 300 GPa.

In tabella 2 sono riassunti i valori attesi e determinati relativi alle principali proprietà del materiale messo a punto con metodo di fabbricazione convenzionale.

Tabella 2. Confronto fra le proprietà del materiale messo a punto e quelle previste da progetto

Indicatore di verifica	Valori attesi	Valori determinati
Densità relativa [%]	≥ 95	98,2 \pm 0,2
MOR a T ambiente [MPa]	≥ 600	950 \pm 50
MOR a T ≥ 1000 °C [MPa]	≥ 550	620 \pm 20 (T = 1000 °C)
Modulo di Young a T ambiente [GPa]	≥ 200	256 \pm 6
Modulo di Young a T ambiente [GPa] (<i>Impulse Excitation Method</i>)	Attività aggiuntiva	300 \pm 1
Modulo di Young a T ≥ 1000 °C [GPa]	Attività aggiuntiva	200 \pm 20 (T = 1000 °C)
Tenacità [MPa m ^{1/2}]	Attività aggiuntiva	5,2 \pm 0,4
Durezza [GPa]	Attività aggiuntiva	15,5 \pm 0,4
Densità reale [g/cm ³]	Attività aggiuntiva	3,25 \pm 0,01

4.4 Documentazione relativa all'attività di diffusione

In questa prima fase, l'attività di networking, svolta anche a livello internazionale, ha rappresentato la principale attività di diffusione. Nel paragrafo 10.1 è riportata la descrizione dell'attività svolta.

5 Analisi degli scostamenti su attività e risultati

La presente LA 4.1 non ha richiesto scostamenti tecnici/economici rispetto a quanto preventivato e non sono state riscontrate criticità in riferimento al piano dei rischi presentato. La realizzazione di un maggior numero di provini rispetto a quanto previsto (Tabella 1) e l'ampliamento del set delle grandezze misurate per la caratterizzazione del materiale ottimizzato da metodo convenzionale (Tabella 2) ha impattato con uno scostamento trascurabile rispetto a quanto preventivato, a fronte di un vantaggio in termini di completamento di determinazione delle caratteristiche del materiale.

6 Sintesi delle attività svolte

Lo sviluppo della feedstock ceramica per la stampa DLP di componenti per il settore energetico ha previsto un'analisi bibliografica preliminare sulle sospensioni ceramiche fotosensibili e sulle soluzioni tecnologiche per componenti ceramici operanti in condizioni simili. Questo ha consentito di individuare il ceramico ottimale per l'applicazione: il nitruro di silicio. Oltre alle polveri del ceramico scelto, sono state individuate le diverse componenti necessarie alla formulazione della feedstock.

È stato messo a punto il processo di fabbricazione convenzionale per individuare i parametri operativi ottimizzati e realizzare i campioni per la determinazione delle principali proprietà del materiale.

È stato effettuato lo studio dei parametri richiesti per la stampa DLP e l'analisi di impianti di miscelazione per la preparativa di slurry ceramici e l'ottimizzazione della feedstock. Si è reso necessario un upgrade della strumentazione con l'acquisizione di un mulino planetario Pulverisette 6 (Fritsch).

7 Dettaglio delle attività svolte

7.1 Scelta del materiale ceramico e delle materie prime

Lo sviluppo di una feedstock ceramica per la realizzazione da AM, di un componente ceramico operante in ambito energetico, ha previsto in primo luogo la scelta del ceramico avanzato, la cui polvere costituisce l'elemento essenziale della formulazione della feedstock.

È stata effettuata un'analisi dei dati bibliografici di soluzioni tecnologiche che avessero componenti ceramici operanti ad alte temperature per il settore energetico.

I ceramici avanzati maggiormente utilizzati sono SiC, Si₃N₄, Al₂O₃, ZrO₂ Al₂TiO₅, AlN e compositi a matrice ceramica^[1]. Hanno proprietà chimico-fisiche e meccaniche diverse e complementari fra loro, che li rendono singolarmente idonei a diverse applicazioni. Si è, quindi, focalizzato lo studio sulle microturbine a gas (MTG) con componenti ceramici da formatura convenzionale^[2-4]. Varie ricerche scientifiche riguardano l'applicazione dei ceramici per scambiatori di calore funzionanti a temperature maggiori di 600 °C. Il SiC e i compositi SiC/SiC sono promettenti negli scambiatori ceramici^[1]. Il SiC è idoneo per scambiatori compatti per centrali elettriche^[5-7] e vi sono esempi di realizzazione di scambiatori compatti con microcanali in Al₂O₃ a 800 °C^[8]. È stata realizzata una camera di combustione di una MTG in SiC e la girante di turbina in Si₃N₄^[9]. Le giranti delle MTG sono di interesse scientifico per i ceramici avanzati come, per esempio, le giranti di turbina in Al₂O₃^[10] o la sostituzione di una girante metallica con un'analogia in Si₃N₄^[2, 3], introducendo il concetto di dimostratore di girante di microturbina in Si₃N₄, realizzato da Kyocera.

-
- [1] A. Sommers, Q. Wang, X. Han, C. T'Joen, Y. Park, A. Jacobi, *Ceramics and Ceramic Matrix Composites for Heat Exchangers in Advanced Thermal Systems-A Review*, *Applied Thermal Engineering* 30 (11-12) (2010) 1277-1291 (DOI: 10.1016/j.applthermaleng.2010.02.018)
- [2] C.F. McDonald, C. Rodgers, *Small recuperated ceramic microturbine demonstrator concept*, *Applied Thermal Engineering* 28 (2008) 60-74 (DOI: 10.1016/j.applthermaleng.2007.01.020)
- [3] M.Vick, T. Young, M. Kelly, S. Tuttle, K. Hinnant, *A simple recuperated ceramic microturbine: design concept, cycle analysis, and recuperator component prototype tests*, *Proceedings of ASME Turbo Expo 2016* (DOI: 10.1115/GT2016-57780)
- [4] S.Kang, J. P. Johnston, T. Arima, M. Matsunaga, H. Tsuru, H. Tsuru, *Micro-scale radial flow compressor impeller made of silicon nitride - manufacturing and performance*, *Proceedings of ASME Turbo Expo 2003* (DOI: 10.1115/GT2003-38933)
- [5] C.A. Lewinsohn, M.A. Wilson, J.R. Fellows, H.S. Anderson, *Fabrication and joining of ceramic compact heat exchangers for process integration*, *International Journal of Applied Ceramic Technology* 9 [4] (2012) 700-711 (DOI: 10.1111/j.1744-7402.2012.02788.x)
- [6] J. Schulte-Fischedick, V. Dreisigacker, R. Tamme, *An innovative ceramic high temperature plate-fin heat exchanger for EFCC processes*, *Applied Thermal Engineering*, 27 (2007) 1285-1294 (DOI: 10.1016/j.applthermaleng.2006.11.007)
- [7] R.J. Kee, B.B. Almand, J.M. Blasi, B.L. Rosen, M. Hartmann, N.P. Sullivan, H. Zhu, A.R. Manerbin, S. Menzer, W.G. Coors, J.L. Martin, *The design, fabrication, and evaluation of a ceramic counter-flow microchannel heat exchanger*, *Applied Thermal Engineering*, 31 (11-12) (2011) 2004-2012, (DOI: 10.1016/j.applthermaleng.2011.03.009)
- [8] H.H.S. Villanueva, P.E.B. de Mello, *Heat transfer and pressure drop correlations for finned plate ceramic heat exchangers*, *Energy*, 88 (2015) 118-125 (DOI: 10.1016/j.energy.2015.04.017)
- [9] B. Tredway, J. Shi, J. Holowczak, V. Vedula, C.E. Bird, S. Scott Ochs, L. Bertuccioli, D.J. Bombara, K.E. Green, *Design of Ceramic Components for an Advanced Micro-Turbine Engine*, *Proceedings of ASME Turbo Expo 2004: Power for Land, Sea, and Air* (DOI: 10.1115/GT2004-54205)
- [10] M. Huang, D.Q. Zhang, Z.H. Liu, J. Yang, F. Duan, C.K. Chua, S.C. Lim, M.S. Yip, *Comparison study of fabrication of ceramic rotor using various manufacturing methods*, *Ceramics International* 40 (8) (2014) 12493-12502 (DOI: 10.1016/j.ceramint.2014.04.104)

Il ceramico più promettente per la realizzazione di giranti è il nitrato di silicio (Si_3N_4) poiché presenta una combinazione di eccellenti proprietà, come elevata tenacità e resistenza alle alte temperature, eccellente resistenza agli shock termici e buona resistenza chimica. Inoltre, ha elevata resistenza specifica e resistenza all'abrasione. Rispetto ai metalli presenta maggior fragilità e minor elasticità. Tali caratteristiche devono essere tenute in considerazione nel design del componente.

Da un'analisi delle polveri di Si_3N_4 reperibili in commercio e dalla bibliografia, si sono individuate due tipologie di polveri per la fabbricazione convenzionale (Tab. 3): M11 (H.C. Starck) e SN-F1 (Denka).

È stata inoltre individuata la polvere di Si_3N_4 idonea al processo di stampa DLP, denominata B7 (Hoganas), caratterizzata da bassa superficie specifica (Tab. 3), che verrà utilizzata nella LA 4.2.

Tabella 3. Caratteristiche delle polveri di Si_3N_4

Polvere	Produttore	Fase cristallina	Diametri percentili (μm)			Superficie specifica (m^2/g)
			$\varnothing 90$	$\varnothing 50$	$\varnothing 10$	
M11	H.C. Starck	Alfa	1,1	0,6	0,3	13,5
SN-F1	Denka	Beta	-	2,4	-	2,7
B7	Hoganas	alfa	2,0 – 4,0	0,9 – 1,3	0,2 – 0,4	4,0

Gli studi analizzati riguardano le giranti ceramiche realizzate con il metodo convenzionale. La realizzazione di giranti di MTG ceramiche con tecnologia additiva DLP, così come l'attività della messa a punto di feedstock ceramiche fotosensibili in Si_3N_4 , conferisce l'accezione innovativa del progetto. Le feedstock ceramiche per la stampa 3D presenti in commercio sono attualmente strettamente connesse alla stampante 3D per la quale sono state messe a punto, quali ad esempio Lithoz, Admatec, 3D Ceram, etc. L'interesse per nuovi slurry ceramici per la stampa 3D risulta evidente anche dalla letteratura. Alcuni lavori di ricerca sviluppano slurry con polveri di Si_3N_4 [11-13] utilizzando monomeri a base acrilica con diversi gruppi funzionali e da fotoiniziatori standard che reagiscono nel campo UV.

7.2 Messa a punto del processo di fabbricazione convenzionale

La validazione dei metodi di AM per la realizzazione di ceramici prevede il confronto con le caratteristiche dei materiali da fabbricazione convenzionale, che è stato messo a punto per il ceramico scelto, il Si_3N_4 .

Il Si_3N_4 viene usualmente formato mediante pressatura e in seguito sinterizzato in pressione [14, 15]. Numerosi studi riportano la possibilità di sinterizzare il materiale in forni pressureless [16, 17]. Si è scelta

[11] E. Schwarzer-Fischer, E. Zschippang, W. Kunz, C. Koplin, Y.M. Löw, U. Scheithauer, A. Michaelis, *CerAMufacturing of silicon nitride by using lithography-based ceramic vat photopolymerization (CerAM VPP)*, *Journal of the European Ceramic Society*, 43 (2022) 321–331 (DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2022.10.011)

[12] M. Wang, C. Xie, R. He, G. Ding, K. Zhang, G. Wang, D. Fang, *Polymer-derived silicon nitride ceramics by digital light processing based additive manufacturing*, *Journal of the American Ceramic Society*, 102 (9) (2019) 5117-5126 (DOI:10.1111/jace.16389)

[13] Y. Liu, L. Zhan, L. Wen, L. Cheng, Y. He, B. Xu, Q. Wu, S. Liu, *Effects of particle size and color on photocuring performance of Si_3N_4 ceramic slurry by stereolithography*, *Journal of the European Ceramic Society*, 41 (2020) (DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2020.11.032)

[14] I. Tanaka, G. Pezzotti, T. Okamoto, Y. Miyamoto, M. Koizumi, *Hot Isostatic Press Sintering and Properties of Silicon Nitride without Additives*, *Journal of the American Ceramic Society*, 72 (1989), 1656-1660 (DOI: 10.1111/j.1151-2916.1989.tb06298.x)

[15] M. Mitomo, S. Uenosono, *Microstructural development during gas-pressure sintering of α -silicon nitride*, *Journal of the American Ceramic Society*, 75 (1) (1992) 103-107 (DOI: 10.1111/j.1151-2916.1992.tb05449.x)

quindi quest'ultima soluzione poiché sicuramente più sostenibile e vantaggiosa in un'ottica di scalabilità industriale.

La messa a punto del processo pressureless prevede la sinterizzazione in fase liquida ^[18] che è promossa dall'aggiunta di additivi ^[19]. Tra gli additivi studiati, è stata scelta una miscela di Y_2O_3 (Grade C – H.C. Starck) e Al_2O_3 (SM8 - Baikowski) ^[20, 21]. La polvere di Si_3N_4 è stata additivata mediante macinazione/miscelazione ad umido, prima in Turbula (Fig. 1) per 6 ore, poi in giragiare per 12 ore (Fig. 2). La miscela di polveri è stata quindi recuperata con evaporazione in Rotavapor (RII Buchi) (Fig. 3) e in stufa a 90 °C per 12 ore.

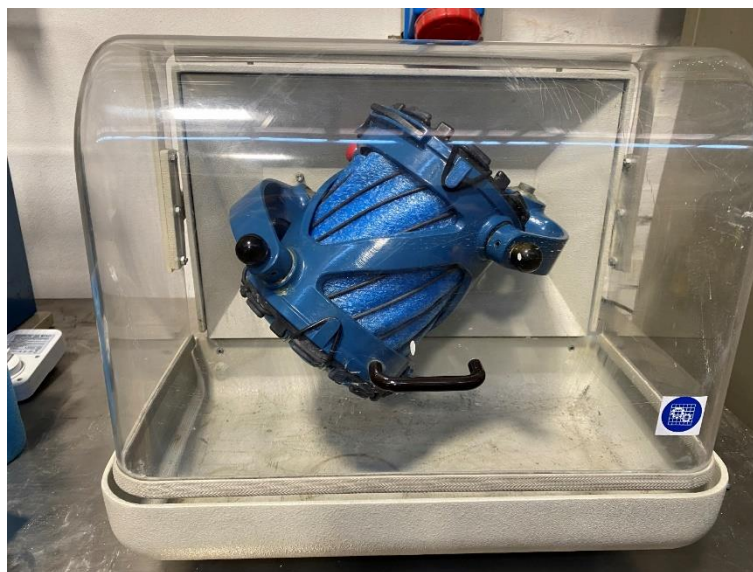


Figura 1. Miscelatore Turbula

-
- [16] G. Ling, H. Yang, *Pressureless sintering of silicon nitride with magnesia and yttria*, *Materials Chemistry and Physics*, 90 (1) (2005) 31-34 (DOI: 10.1016/j.matchemphys.2004.08.041)
- [17] J.C. Almeida, A.T. Fonseca, R.N. Correia, J.L. Baptista, *Pressureless sintering of silicon nitride with additives of the Y_2O_3 - Al_2O_3 - SiO_2 system*, *Materials Science and Engineering: A*, 109 (1989), 395-400 (DOI: 10.1016/0921-5093(89)90620-5)
- [18] Z. Krstic, V.D. Krstic, *Silicon nitride: the engineering material of the future*, *Journal of Materials Science* 47 (2012) 535–552 (DOI: 10.1007/s10853-011-5942-5)
- [19] M.N. Rahaman, *Sintering of Ceramics*, CRC Press, Boca Raton, FL (2007) (DOI: 10.1201/b15869)
- [20] A. Leon-Geronimo, Q. Miranda-Hernandez, I. Figueroa-Vargas, J. Lemus-Ruiz, *Effect of the additive content on the sintering of pre-sintered Si_3N_4 composite*, *MRS Advances* 5 (59-60) (2020) 3103-3111 (DOI:10.1557/adv.2020.427)
- [21] S. Hampshire, M.J. Pomeroy, *Grain boundary glasses in silicon nitride: A review of chemistry, properties and crystallization*, *Journal of the European Ceramic Society*, 32 (2012) 1925-1932 (DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2011.12.023)

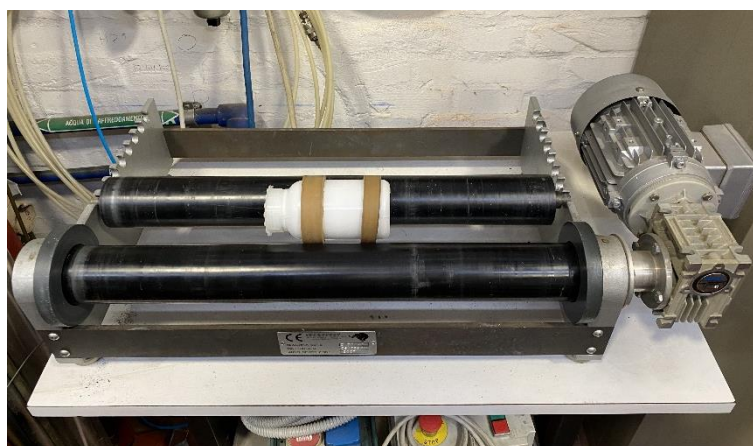


Figura 2. Girare per miscelazione



Figura 3. Rotavapor

Sono state testate diverse miscele (Tab. 4).

Tabella 4. Composizione delle miscele

Miscela	Si ₃ N ₄ (SN-F1 Denka) (wt%)	Si ₃ N ₄ (M11 Starck) (wt%)	Al ₂ O ₃ (SM8 Baikowski) (wt%)	Y ₂ O ₃ (Grade C Starck) (wt%)
BETA 1	92	-	3	5
ALFA 2	-	92	3	5
ALFA 3	-	96	1,5	2,5
ALFA 4	-	87	5	8

Le prove sul materiale BETA 1 ne hanno evidenziato l'impossibilità di densificare (Tab. 5) alle condizioni di processo normalmente impiegate per polveri caratterizzate da predominanza di fase β di Si_3N_4 [22], perciò lo studio della polvere SN-F1 è stato abbandonato.

Le composizioni ALFA sono state preparate da polvere M11 con diverso contenuto di additivi di sinterizzazione, mantenendo costante il rapporto $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$. La formatura è stata effettuata mediante pressa uniaassiale a 100 MPa, valore definito sulla base del know-how pregresso, all'interno di uno stampo di acciaio con diametro 11,8 mm (Fig. 4).



Figura 4. Stampo per pressatura uniaassiale

Per ogni miscela sono stati prodotti campioni di diametro circa 11,8 mm e altezza circa 5,0 mm (Fig. 5).



Figura 5. Campioni "verdi" dopo pressatura

La sinterizzazione è stata effettuata in forno ad alta temperatura in atmosfera controllata (Astro - Thermal Technology LLC - Model 1000-4560-FP20) (Fig. 6).

Il ciclo termico del Si_3N_4 è stato condotto in flusso di azoto a pressione atmosferica [23]. La densità teorica di riferimento è stata calcolata con il metodo delle fasi. La densità dei campioni è stata misurata mediante il metodo geometrico. È stata determinata anche la perdita di peso causata da fenomeni di sublimazione e decomposizione della fase liquida.

[22] N. Kondo, M. Hotta, T. Ohji, *Low-Cost Silicon Nitride from β -Silicon Nitride Powder and by Low-Temperature Sintering*, *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 12 [2] (2015) 377–382 (DOI:10.1111/ijac.12157)

[23] C. Greskovich, S. Prochazka, *Stability of Si_3N_4 and Liquid Phase During Sintering*, *Journal of the American Ceramic Society*, 64 (1981), C96–C97 (DOI: 10.1111/j.1151-2916.1981.tb09885.x)

L'ottimizzazione della sinterizzazione ne ha richiesto la messa a punto per ogni composizione testata (Tab. 4).



Figura 6. Forno Astro

In Tab. 5 sono riassunte le prove di sinterizzazione effettuate per la messa a punto del processo. In Fig. 7 sono riportati esempi dei campioni prodotti; la diversità di colore è imputabile alla diversità di composizione e temperatura di sinterizzazione.

Tabella 5. Caratteristiche dei campioni sinterizzati in diverse condizioni.

Miscela	Tmax (°C)	Stasi (h)	Densità (g/cm ³)	Densità relativa (%)	Perdita peso (%)	Ritiro medio (%)
BETA 1	1700	1	1,97	60,3	-30,1	12,9
ALFA 2 (8 wt% FL*)	1800	1	3,07	94,3	-19,4	19,6
	1750	1	3,08	94,5	-9,2	20,0
	1700	1	2,91	89,4	-5,6	17,8
	1750	0,5	3,00	91,9	-13,3	20,9
	1725	1	2,95	90,5	-10,3	20,1
	1775	0,5	3,04	93,3	-15,4	20,2
	1800	0	2,98	91,3	-6,4	18,0
ALFA 3 (4 wt% FL*)	1750	1	2,38	73,9	-7,3	13,4
	1775	1	2,40	74,7	-20,2	17,8
	1725	1	2,38	73,9	-6,1	12,7
ALFA 4 (13 wt% FL*)	1750	1	3,25	98,3	-9,1	21,1
	1725	1	3,26	98,5	-8,9	21,6
SIN-MC**	1700	1	3,26	98,5	-4,5	20,6
	1775	1	***	***	***	***

* FL: Fase liquida

** Materiale di riferimento con il metodo convenzionale

*** Campione non densificato

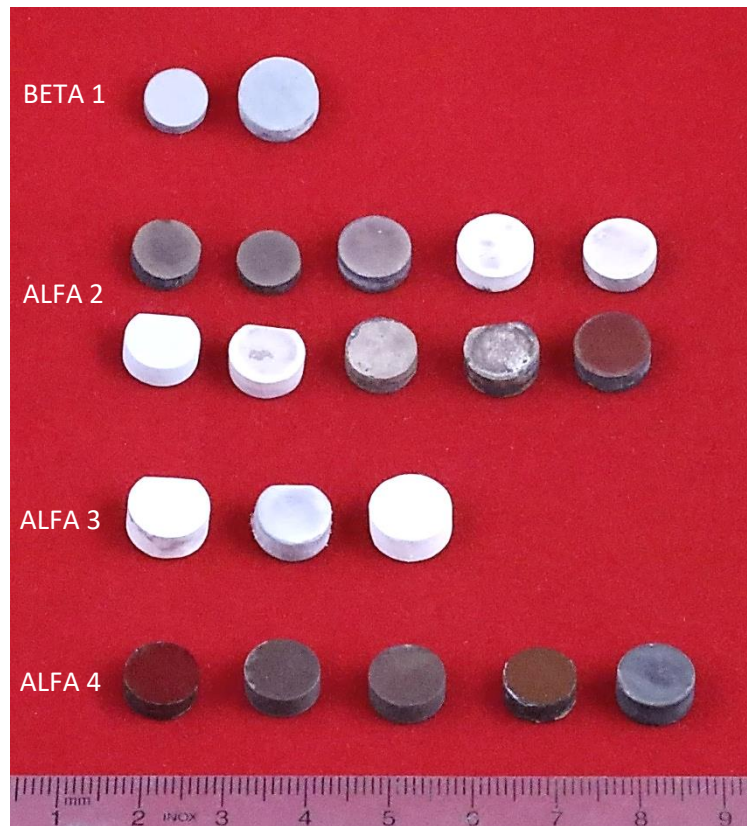


Figura 7. Esempio di campioni sinterizzati per la messa a punto del ciclo termico di sinterizzazione

Confrontando i valori di densità e perdita di peso, si evince come le migliori condizioni siano raggiunte dalla miscela ALFA 4 a seguito della sinterizzazione a 1700 °C per 1 ora (Tab. 5), con il seguente ciclo termico (Fig. 8):

- 22 °C/min fino a 1700 °C;
- 1 h di stasi a 1700 °C;
- 22 °C/min fino a 25 °C.

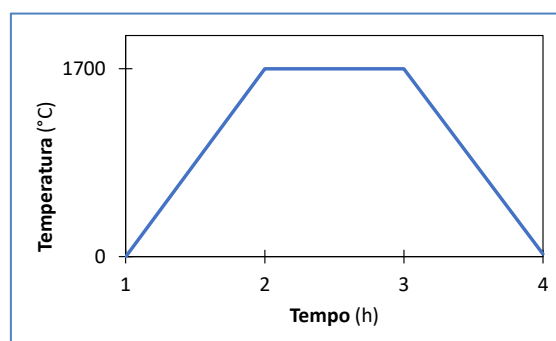


Figura 8. Ciclo termico ottimizzato per la fabbricazione convenzionale del Si_3N_4

7.3 Realizzazione di provini con metodo di fabbricazione convenzionale

Sono stati realizzati i campioni del materiale di riferimento SIN-MC (Tab. 5) seguendo il processo convenzionale messo a punto (Fig. 9). Sono stati realizzati 6 dischi di diametro 32 mm e altezza 3,5 mm (Tab. 6), lavorati meccanicamente per ottenere 30 provini di dimensioni 2 x 2,5 x 25 mm per la caratterizzazione meccanica (Fig. 10).

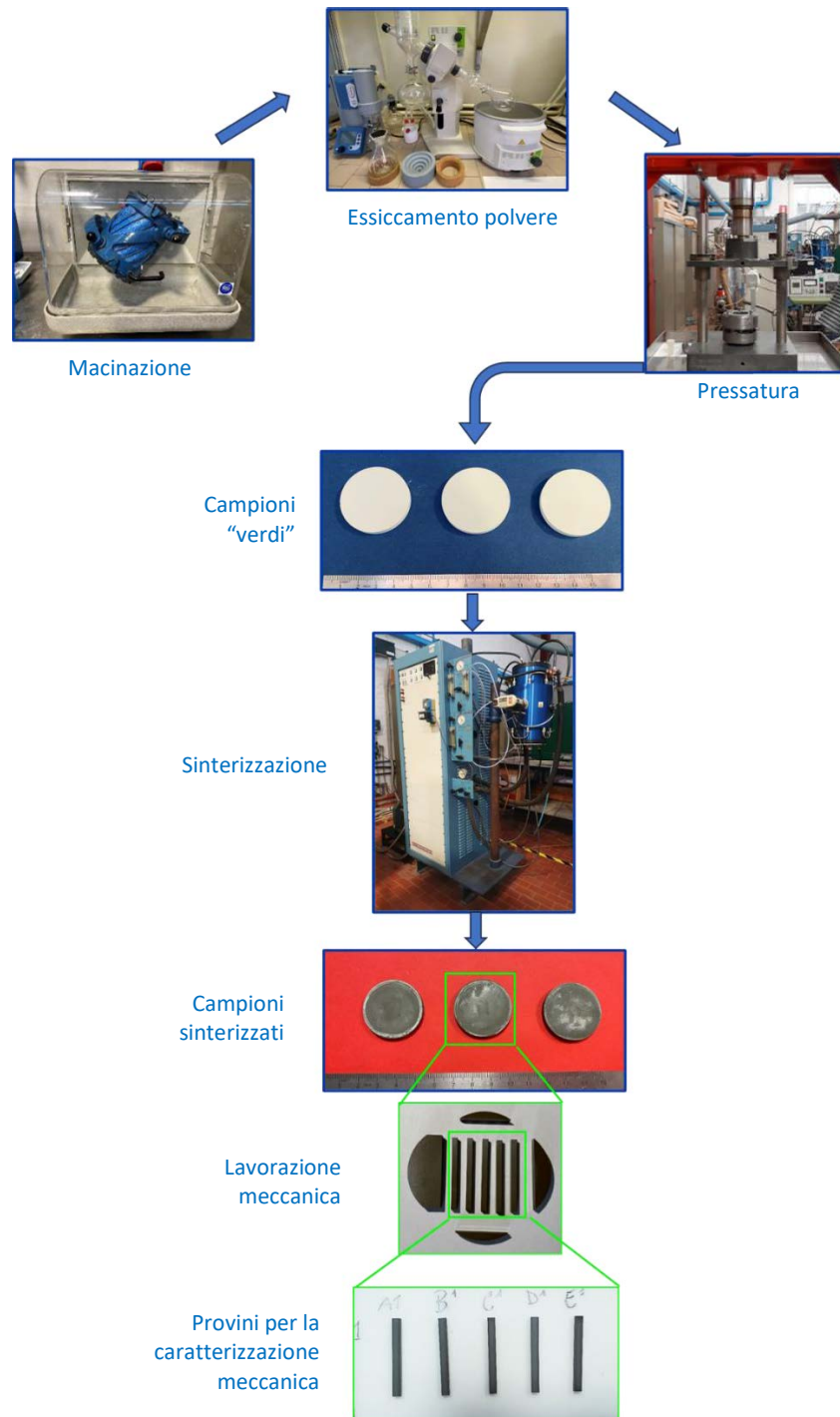
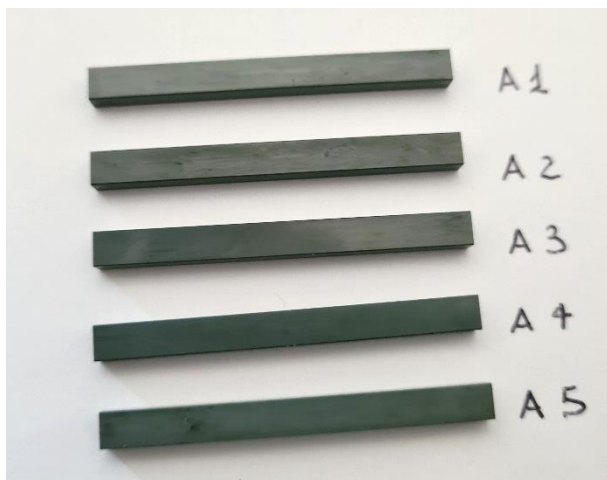
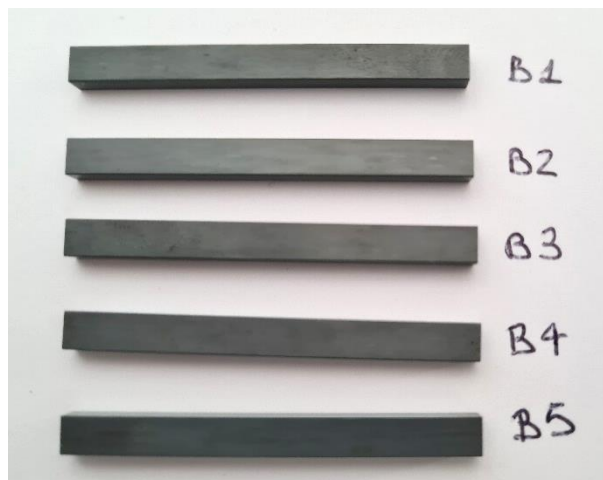


Figura 9. Processo convenzionale di fabbricazione provini



Provini ottenuti dal disco A



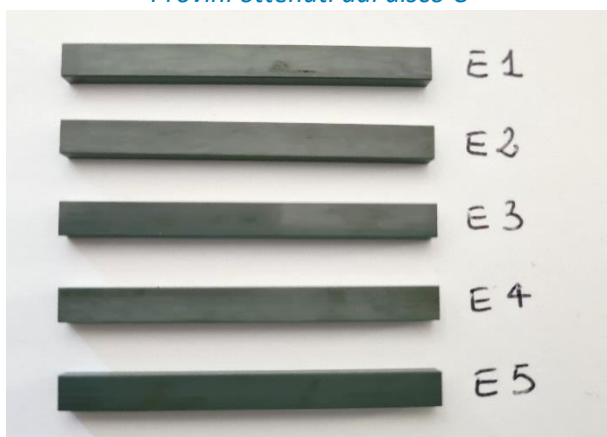
Provini ottenuti dal disco B



Provini ottenuti dal disco C



Provini ottenuti dal disco D



Provini ottenuti dal disco E

Figura 10. Provini 2 x 2,5 x 25 mm in SIN-MC (Tab. 5)

7.4 Caratterizzazione

Nel presente paragrafo vengono riportati i risultati di dettaglio della caratterizzazione del materiale di riferimento SIN-MC (Tab. 5), ottenuto mediante processo di fabbricazione convenzionale ottimizzato.

7.4.1 Densità

La densità geometrica del SIN-MC e quella reale sono state determinate utilizzando i campioni cilindrici di diametro 32 mm e altezza 3,5 mm.

Il SIN-MC ha una densità geometrica di $3,25 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3$, pari al $98,2 \pm 0,2 \%$ della densità teorica ($3,31 \text{ g/cm}^3$) (Tab. 6).

TABELLA 6. Caratteristiche del materiale di riferimento

Campione	Densità geometrica (g/cm^3)	Densità relativa (%)	Perdita peso (%)	Densità reale (g/cm^3)	Ritiro medio (%)
A	3,25	98,1	-4,1	3,25	20,9
B	3,25	98,1	-4,6	3,26	20,7
C	3,26	98,5	n.d.	3,25	n.d.
D	3,26	98,5	n.d.	3,26	n.d.
E	3,26	98,5	n.d.	3,26	n.d.
F	3,25	98,1	-7,4	3,25	21,9

Mediante picnometro ad elio (AccuPyc 1330, Micromeritics) (Fig. 11) è stato determinato il valore della densità reale, pari a $3,25 \pm 0,01$, che ha confermato la densità geometrica, suggerendo la presenza di porosità aperta trascurabile (Tab. 6).



Figura 11. Picnometro a Elio

7.4.2 Caratterizzazione SEM-EDS

La caratterizzazione morfologica-composizionale del campione di riferimento SIN-MC è stata effettuata utilizzando il microscopio elettronico a scansione ZEISS EVO 10⁽ⁱ⁾ (Fig. 12).

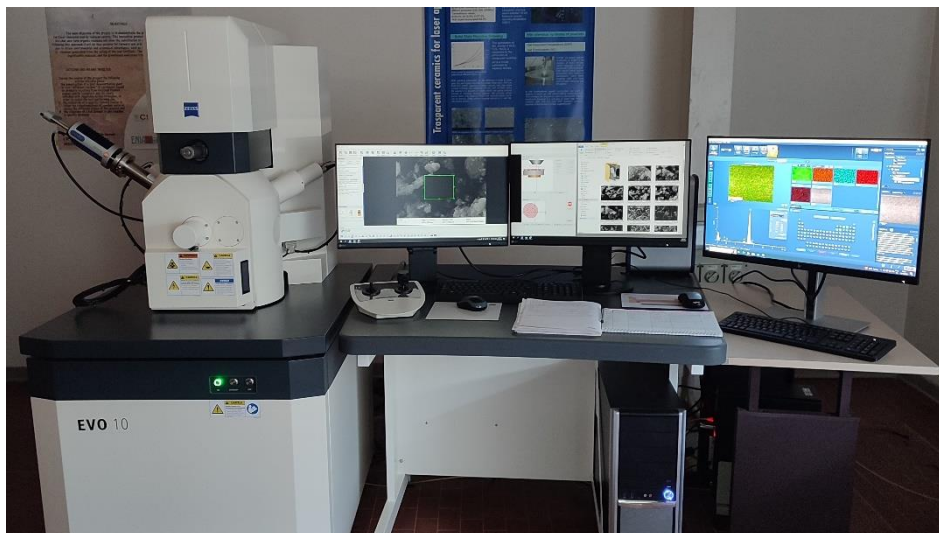


Figura 12. Microscopio a Scansione Elettronica ZEISS EVO 10

Il campione è stato osservato tal quale in vuoto parziale, impiegando il rivelatore degli elettroni retrodiffusi (BSE). Due tipiche micrografie, una di insieme e una di dettaglio sono riportate in Fig. 13. Il campione è caratterizzato da elevata densità e omogeneità, la superficie appare molto compatta e la morfologia appare uniforme.

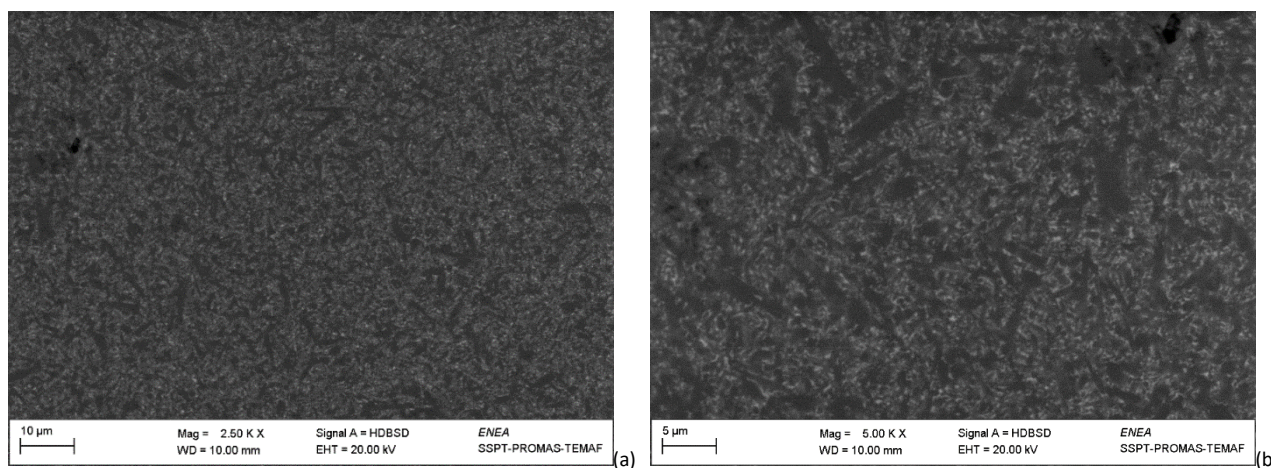


Figura 13. Micrografie di insieme (a) e di dettaglio (b) della superficie

Sullo stesso campione è stata condotta la microanalisi acquisendo tre diversi spettri (Fig. 14):

- composizione media (area Spectrum 2)
- composizione puntuale di una piccola zona “scura” (Spectrum 3)

(i) *Microscopio elettronico a scansione ZEISS EVO 10 (SEM – Scanning Electron Microscopy), installato presso il laboratorio ENEA di Faenza, dotato di sistema di microanalisi mediante spettroscopia a dispersione di energia OXFORD (modello Aztect Lite Xplorer 30) (EDS - Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)*

- composizione puntuale di una piccola zona “chiara” (Spectrum 4)

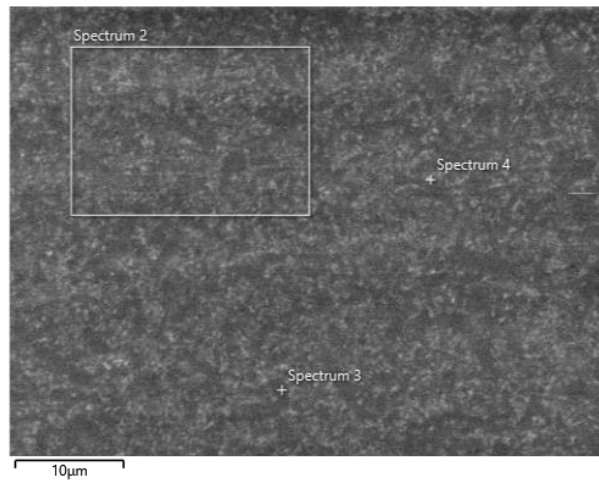


Figura 14. Dettaglio delle tre zone sottoposte ad analisi EDS

La Fig. 15 mostra i tre spettri ottenuti e le relative composizioni:

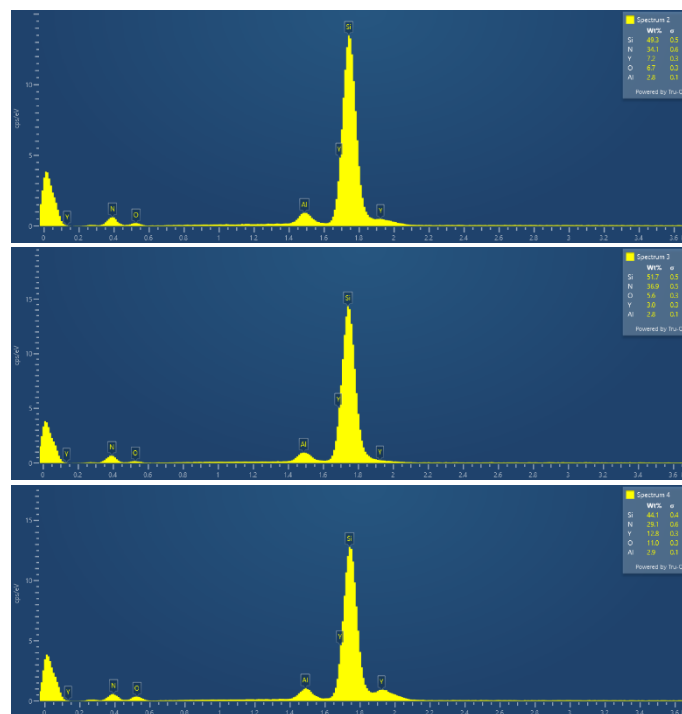


Figura 15. Spettri e composizioni da analisi EDS

I risultati confermano il maggior contenuto di Y e O nelle zone “chiare” (spettro 4) rispetto a quelle “scure” (spettro 3). Lo spettro 2, essendo la composizione media, risulta intermedio tra i due. È stata infine acquisita una mappa degli elementi presenti sulla superficie (Fig. 16), che conferma l’omogeneità e l’uniformità della superficie del campione osservato.

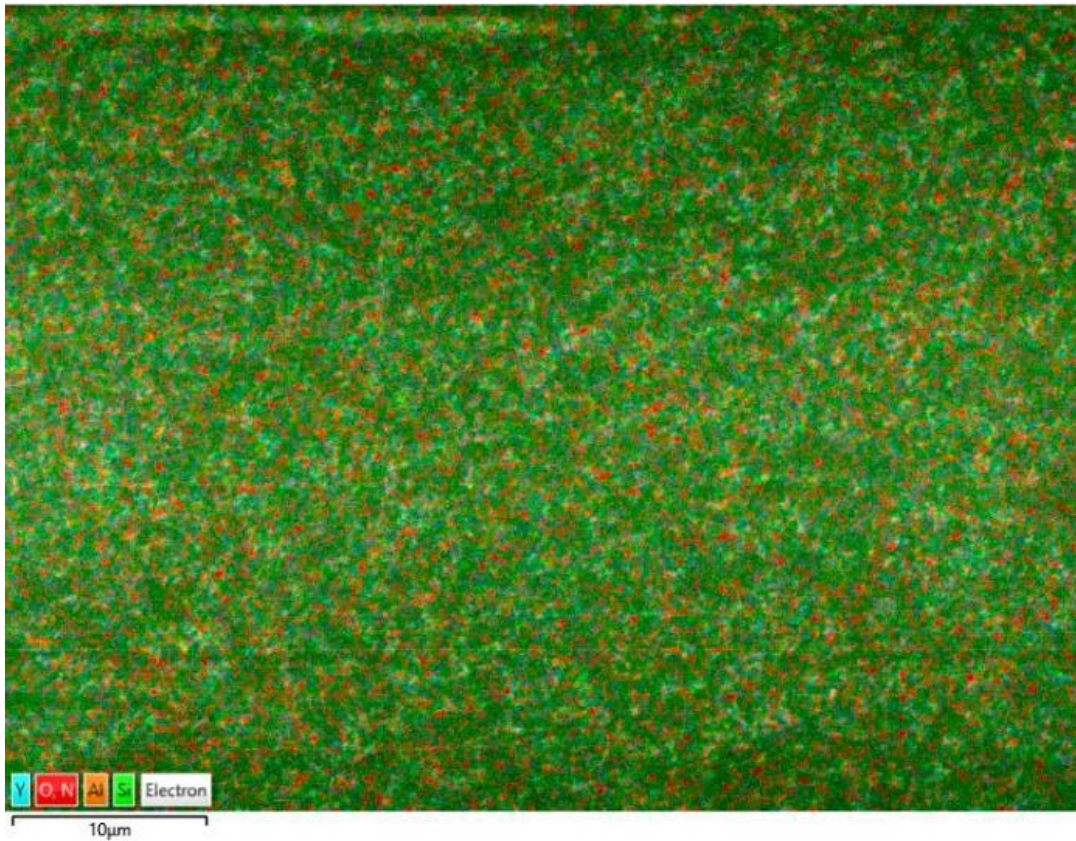


Figura 16. Mappa EDS

7.4.3 Caratterizzazione XRD

I diffrattogrammi sono stati acquisiti con lo strumento Philips ⁽ⁱⁱ⁾ (Fig. 17).



Figura 17. Diffrattometro a raggi X

(ii) Strumento Philips PW1710 geometria Bragg–Brentano (CuK α 40 kV-30 mA, step size 0.02°; scan step time 2 s; intervallo 2 Theta 10°-80°) installato presso i Laboratori ENEA di Faenza. L'analisi delle fasi è stata effettuata avvalendosi del software X'Pert High Score software Version 2.2.1 (PANalytical B.V., Almelo, The Netherlands).

Nelle figure 18 e 19 sono riportati rispettivamente i diffrattogrammi della polvere M11 tal quale e il riferimento SIN-MC. La fase principale della polvere M11 è il Si_3N_4 alfa (ICCD: 74-554) ed è presente la fase beta come secondaria (ICCD: 33-160). Il campione SIN-MC vede come fase principale il Si_3N_4 beta e fasi secondarie costituite da composti misti con gli additivi di sinterizzazione.

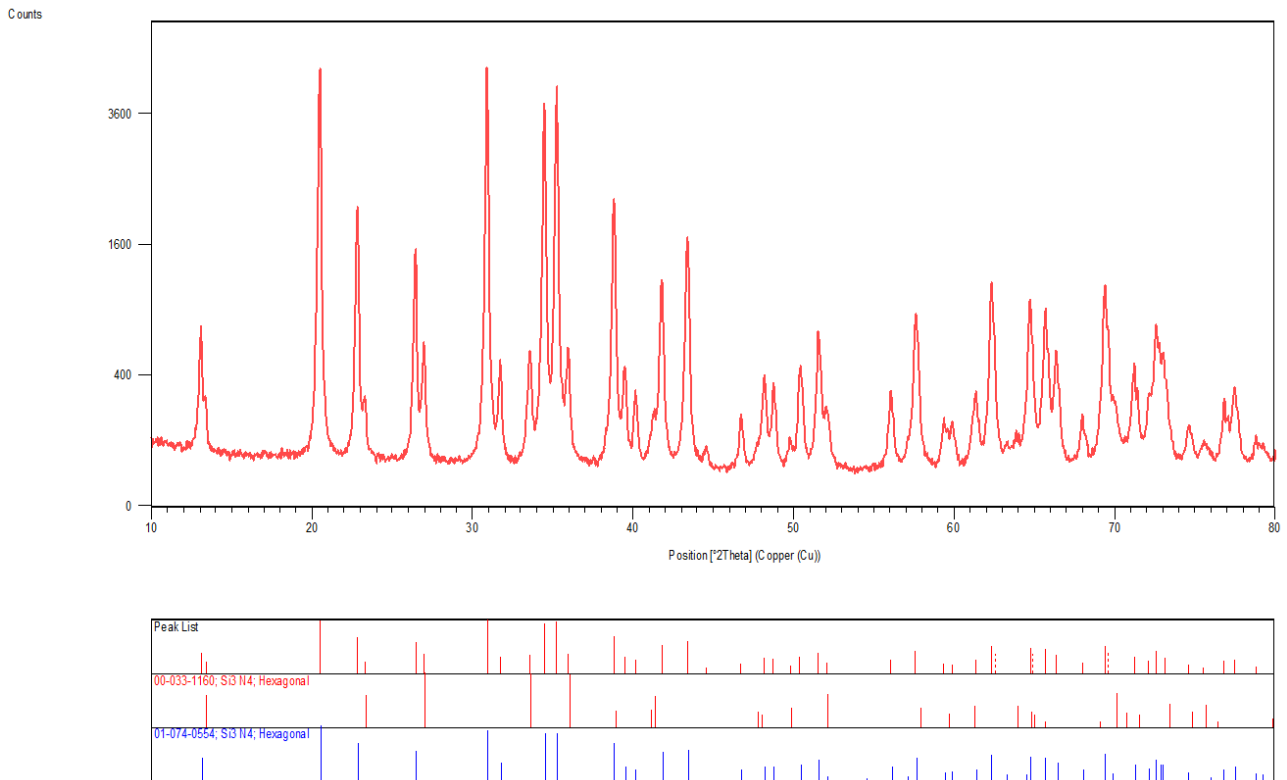


Figura 18. Diffrattogramma della polvere M11

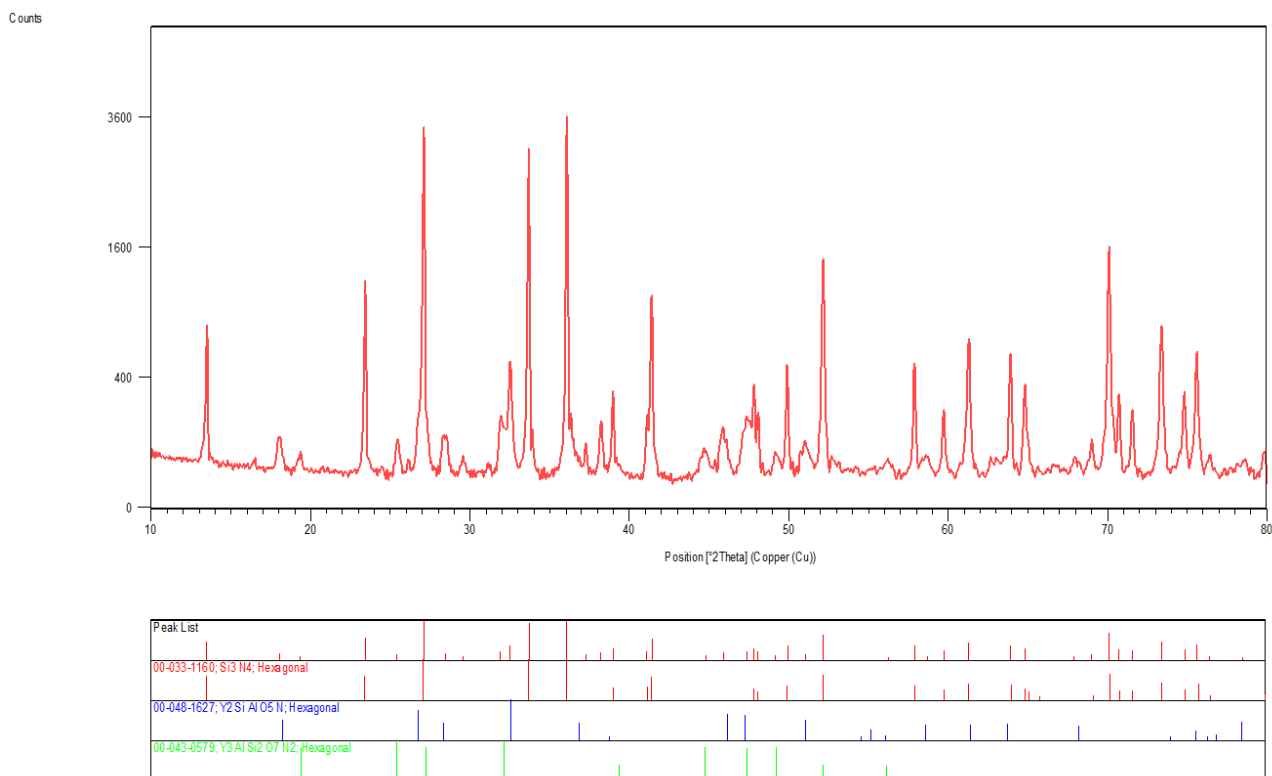


Figura 19. Diffratogramma del sinterizzato SIN-MC

Sono state quantificate le fasi α e β di Si_3N_4 , impiegando i diffratogrammi della polvere M11 e il materiale SIN-MC, seguendo lo studio di Devlin e Amin ^[26] (Figg. 20 e 21). I risultati ottenuti sono riportati nella tabella 7.

Tabella 7. Fasi cristalline della polvere M11 tal quale e del materiale sinterizzato SIN-MC (Tab. 5)

Fase cristallina	Polvere Stark M11	SIN-MC
β - Si_3N_4 (wt%)	8,5	98,5
α - Si_3N_4 (wt%)	91,5	1,5

La polvere M11 conferma la predominanza della fase α , che viene convertita a β ad elevata temperatura, come confermato dal diffratogramma del SIN-MC.

[26] J.D. Devlin, K.E. Amin A Method for Quantitative Phase Analysis of Silicon Nitride by X-Ray Diffraction. Powder Diffraction, 5 (3), (1990) 121–124 (DOI: 10.1017/S0885715600015530)

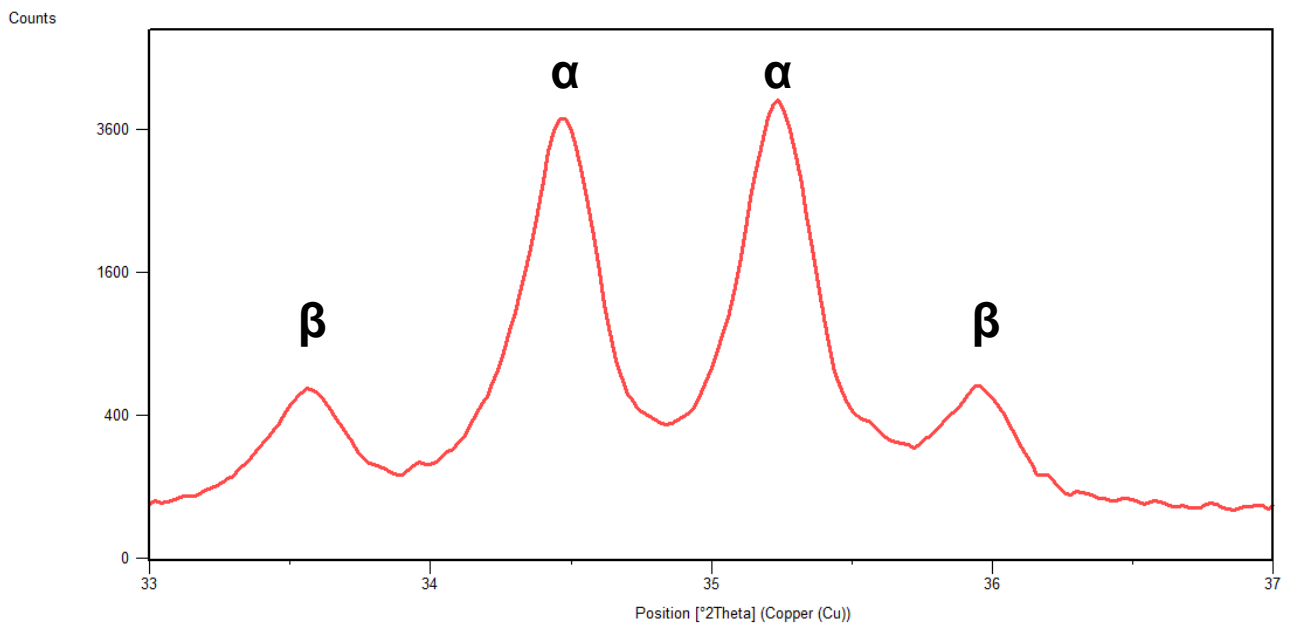


Figura 20. Polvere M11 tal quale

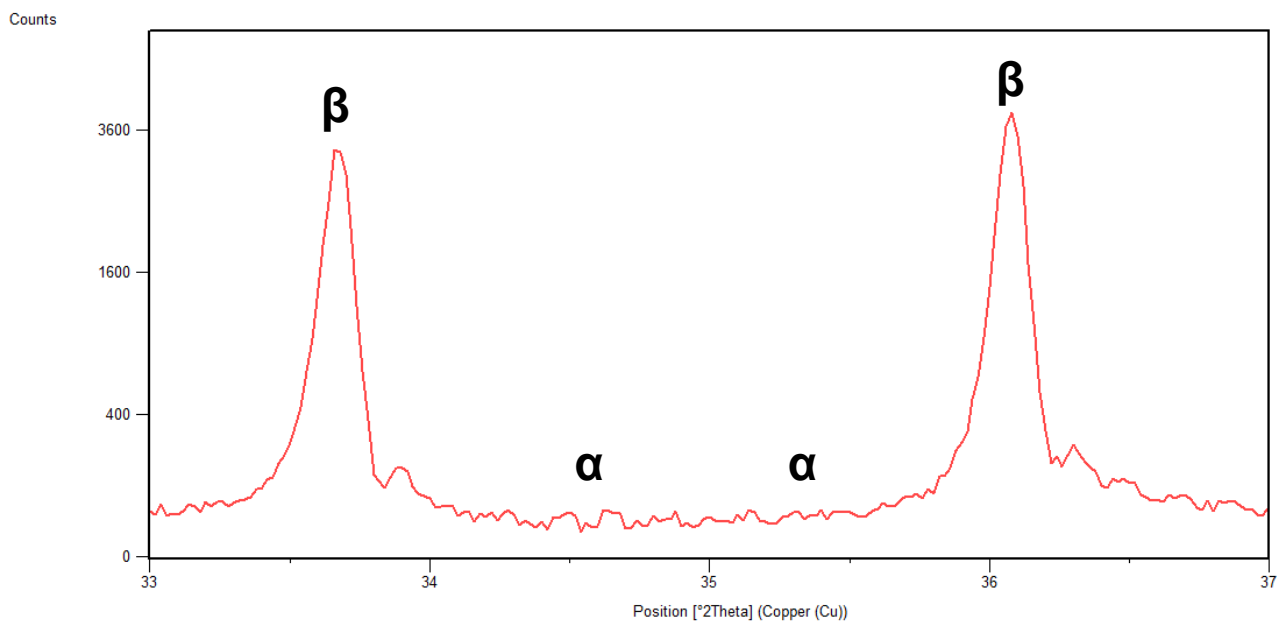


Figura 21. Campione sinterizzato SIN-MC

7.4.4 Caratterizzazione meccanica

Resistenza a flessione e modulo di Young

La caratterizzazione termomeccanica del materiale di riferimento SIN-MC (Tab. 5) è stata effettuata eseguendo delle prove di flessione a 4 punti, a temperatura ambiente e ad alta temperatura, in accordo con gli standard normativi UNI ^[27-30]. Tutte le prove sono state eseguite in controllo di spostamento, con la configurazione di prova schematizzata in Fig. 22, utilizzando un sistema di prova in carburo di silicio (Fig. 23) ⁽ⁱⁱⁱ⁾.

- Support span $L = 20$ mm
- Inner span = 10 mm
- Dimensioni nominali dei campioni: $2 \times 2,5 \times 25$ mm

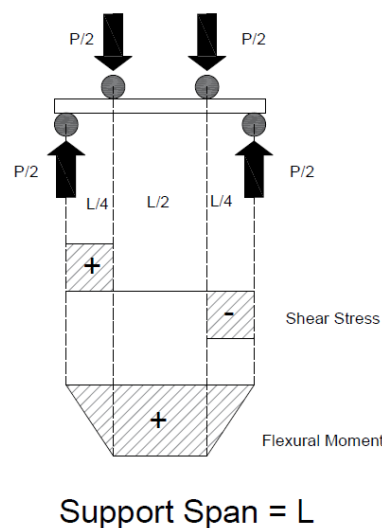


Figura 22. Flessione a 4 punti: configurazione di prova

Come attività aggiuntiva, è stato misurato il modulo di elasticità E a temperatura ambiente sui 6 campioni discoidali mediante Impulse Excitation Method - Method D ^[31] con lo strumento Grindo-Sonic (MkV, J.W. Lemmens) (Fig. 24).

[27] UNI EN 843-1 - Advanced technical ceramics - Mechanical properties of monolithic ceramics at room temperature - Part 1: Determination of flexural strength.

[28] UNI EN 843-2 - Advanced technical ceramics - Mechanical properties of monolithic ceramics at room temperature - Part 2: Determination of Young's modulus, shear modulus and Poisson's ratio.

[29] UNI EN 820-1 - Advanced technical ceramics - Methods of testing monolithic ceramics - Thermomechanical properties - Determination of flexural strength at elevated temperatures.

[30] UNI EN 820-5 - Advanced technical ceramics - Thermomechanical properties of monolithic ceramics - Part 5: Determination of elastic moduli at elevated temperatures.

(iii) Equipaggiamento per prove di flessioni a 4 punti: cella di carico MTS da 5 kN; sistema di misura dello spostamento; elettronica di controllo RT3 della Trio Sistemi e Misure; forno Instron in aria fino a 1500°C; attrezzatura in SiC flessione a 4 punti fino a 1500°C; aste di carico in Al_2O_3 .

[31] EN 843-2:2006 "Advanced technical ceramics - Mechanical properties of monolithic ceramics at room temperature - Part 2: Determination of Young's modulus, shear modulus and Poisson's ratio

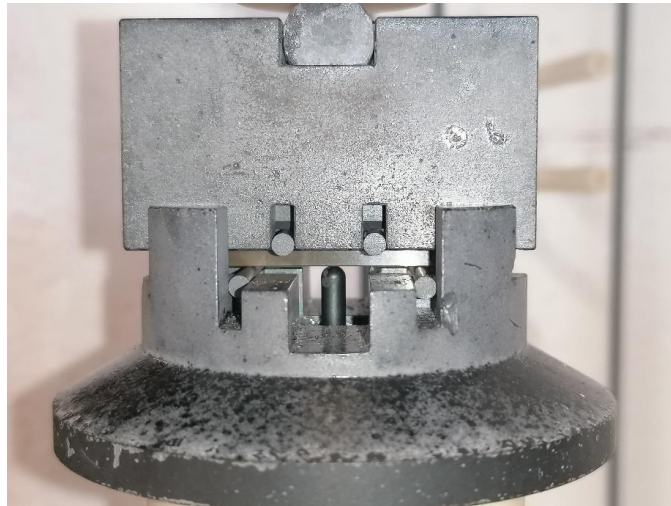


Figura 23. Sistema di prova per la flessione a 4 punti



Figura 24. Grindo-Sonic

Il valore medio di E risulta essere 300 ± 1 GPa (Tab. 8)

Tabella 8. Modulo di Young da Impulse Excitation Method

Campioni	E (GPa)
A	299
B	300
C	299
D	298
E	300
F	301

I risultati delle prove di flessione denotano che la resistenza meccanica si riduce all'aumentare della temperatura: - 35% a 1000 °C, - 47% a 1050 °C e - 48% a 1100 °C (Tab. 9). Anche il modulo di elasticità decresce all'aumentare della temperatura di una percentuale compresa tra il 22 % (a 1000 °C) ed il 24% (a 1050 °C). Fino a 1050°C la resistenza meccanica residua resta superiore ai 500 MPa.

Tabella 9. Risultati della caratterizzazione termomeccanica a flessione

ID Campione	T di prova [°C]	MOR [MPa]	E [GPa]
A4	24	878	262
B4		948	257
C4		977	258
D4		989	256
E4		911	258
F4		987	244
Media		950	256
Dev. st.	50	6	
A5	1000	595	187
C5		628	222
E2		635	185
Media		620	200
Dev. st.	20	20	
F1	1050	468	201
D3		543	190
Media		500	196
Dev. st.	50	8	
D5	1100	559	199
E5		434	197
F5		474	186
Media		490	194
Dev. st.		60	7

In Fig. 25 si riportano le curve sperimentali stress – strain.

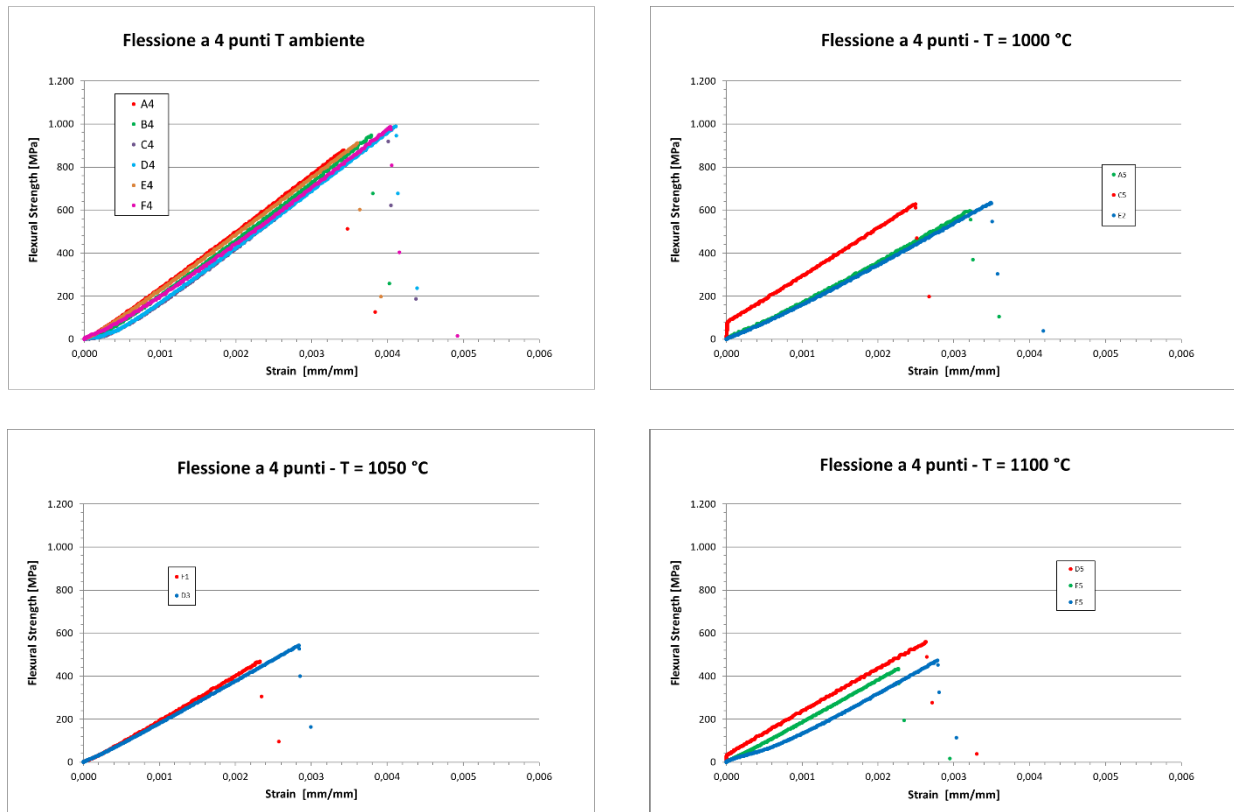


Figura 25. Curve sperimentali stress – strain a diverse temperature

Durezza e tenacità

La durezza del materiale SIN-MC (Tab. 5) è stata determinata con Microdurometro Vickers (HX-1000 Remet, Fig. 26), con indentatore diamantato piramidale a base quadrata e applicando un carico di 9,8 N per 10 secondi. Sono state effettuate 5 ripetute per campione, su 2 dischi (Fig. 27). I valori ottenuti (Tab. 10) sono congruenti e pari a $15,5 \pm 0,4$ GPa e a $15,2 \pm 0,3$ GPa. La tenacità a frattura, K_{IC} , è stata ricavata applicando la metodologia Palmqvist-Niihara ^[32], ed ottenendo valori medi di K_{IC} pari a $5,2 \pm 0,4$ MPa m^{1/2} e $5,3 \pm 0,3$ MPa m^{1/2}.

Tabella 10. Durezza e tenacità

Indentazione	Durezza (GPa)	Tenacità (MPa m ^{1/2})	Durezza (GPa)	Tenacità (MPa m ^{1/2})
	Campione B		Campione F	
1	15,4	5,4	15,0	5,0
2	15,4	4,7	15,8	5,7
3	15,5	5,3	15,2	4,9
4	16,1	5,5	14,9	5,4
5	15,0	5,0	15,0	5,3



Figura 26. Microdurometro HX-1000 Remet

[32] K. Niihara A fracture mechanism analysis of indentation-induced Palmqvist crack in ceramics, *J. Mater. Sci. Lett.*, 2 (5) (1983), 221-223 (DOI:<https://doi.org/10.1007/BF00725625>)

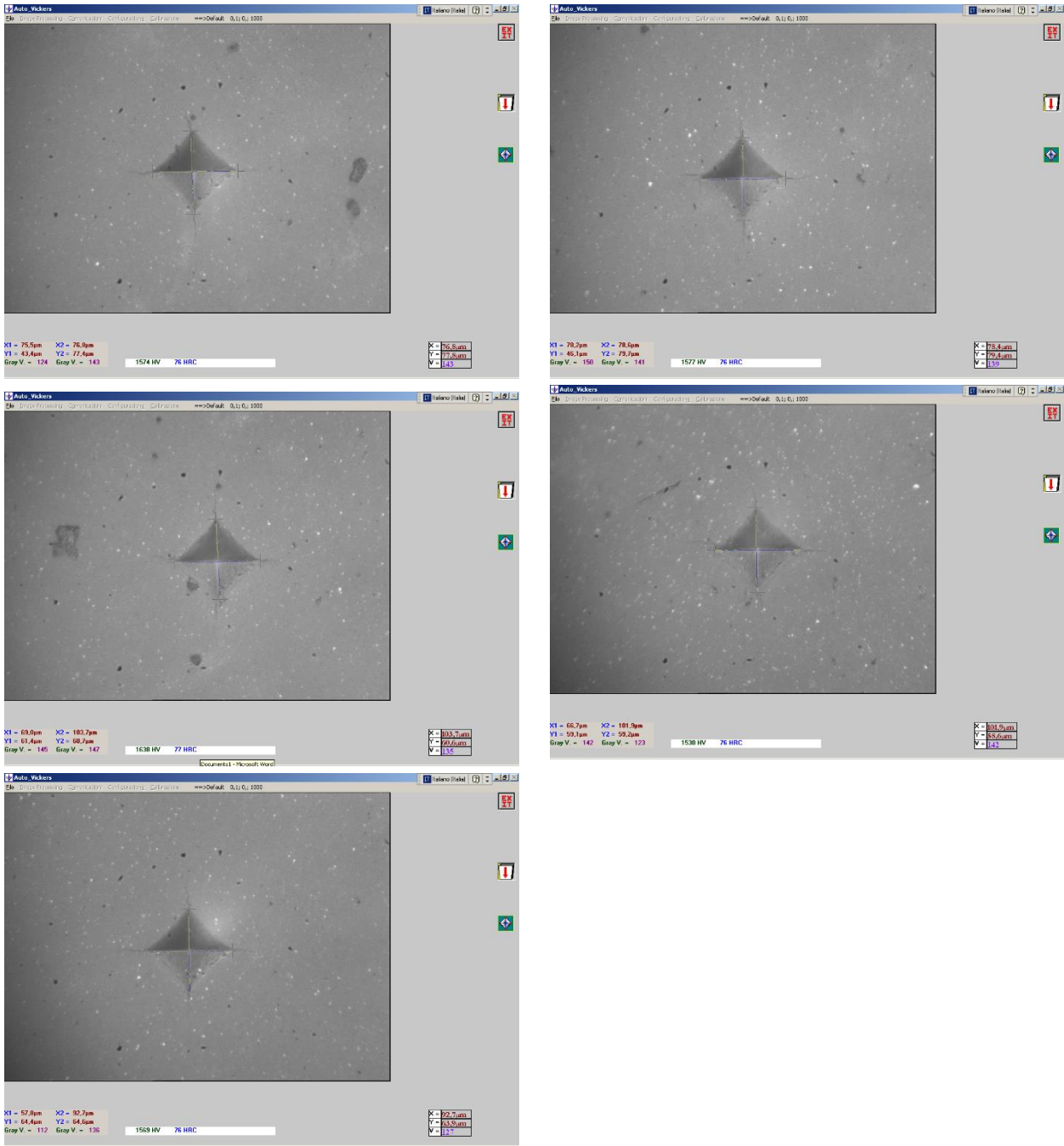


Figura 27. Micro indentazioni sul materiale di riferimento SIN-MC

7.5 Parametri di stampa DLP e della preparativa delle feedstock ceramiche

La DLP si basa sulla tecnologia della Vat polymerization, che realizza oggetti tridimensionali partendo da resine liquide fotosensibili che solidificano in seguito all'esposizione alla luce di un proiettore. Presso i laboratori ENEA di Faenza è disponibile la stampante 3DPrinter-HD 2.0+ della Robotfactory con configurazione bottom-up (Fig. 28).

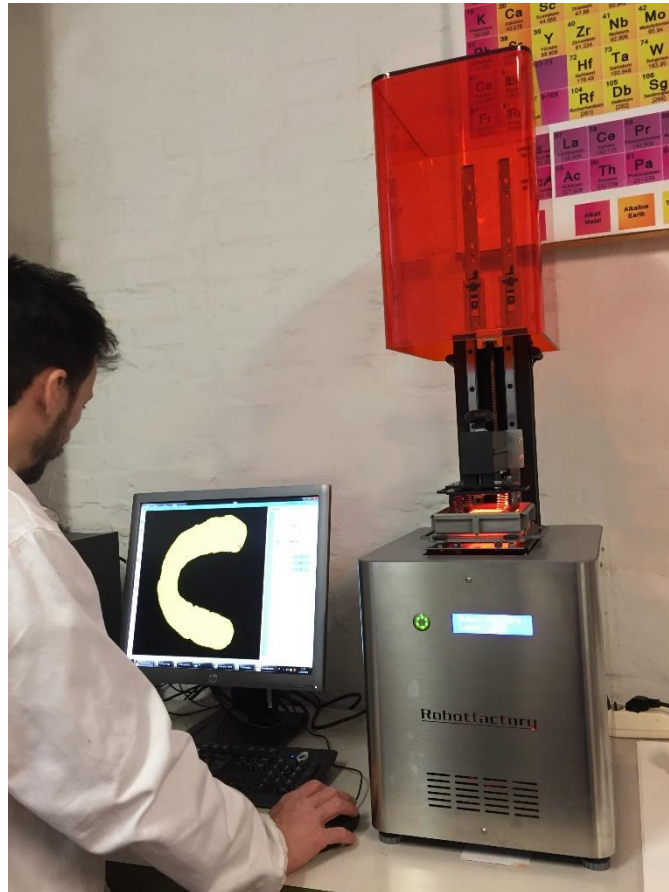


Figura 28. Stampante 3DPrinter-HD 2.0+ della Robotfactory

Sono stati individuati i principali parametri che caratterizzano la stampa DLP:

- lo **spessore del layer**, variabile da 20 a 250 μm . Più sottile è lo strato, migliore è la risoluzione, ma maggiore il tempo di stampa. Negli slurry ceramici, la presenza di polveri diminuisce la reattività, riducendo lo spessore massimo stampabile a circa 25 - 50 μm ;
- il **tempo di esposizione** (massimo 20 secondi) dello strato alla radiazione del proiettore, viene ottimizzato come compromesso tra qualità e velocità di stampa.

Nella LA 4.2 sarà ottimizzata la formulazione della feedstock per la stampa 3D di Si_3N_4 , mettendo a punto i contenuti di polvere ceramica, monomeri a diverse funzionalità, fotoiniziatori e disperdenti. Si ricercherà la formulazione con la massima omogeneità, fotoreattività e idoneo comportamento reologico, promettenti alla stampa 3D del componente previsto dal progetto.

Si è pertanto reso necessario l'acquisto del mulino planetario (Fig. 29), ad elevata efficienza di macinazione e miscelazione.



Figura 29. Mulino planetario Pulverisette 6 (Fritsch)

8 Contributo delle eventuali consulenze alle attività sopra descritte

All'interno della LA 4.1 non è stato necessario utilizzare consulenze.

9 Pubblicazioni scientifiche

I risultati sperimentali ottenuti nell'ambito della LA 4.1 non sono stati oggetto di pubblicazioni scientifiche fino alla data di redazione del presente report.

10 Eventi di disseminazione

In questa prima fase del progetto, la principale attività di diffusione portata avanti è stata l'attività di networking, svolta anche a livello internazionale, relativamente alla tematica dell'additive manufacturing ceramico.

10.1 AM CERAMICS 2022 Conference

La conferenza AM CERAMICS 2022 si è tenuta a Dresda (Germania) il 12 e 13 ottobre 2022 e per ENEA hanno partecipato le ricercatrici ENEA del laboratorio SSPT-PROMAS-TEMAF di Faenza Francesca Mazzanti e Alessandra Strafella (Fig. 30).

Il topic della conferenza è stato quello dell'Additive Manufacturing Ceramico, dando particolare risalto allo stato dell'arte di questa tecnologia e agli sviluppi della catena produttiva in materiale ceramico, sia dal punto di vista della ricerca sia da quello industriale, come si evince dal programma presentato (Figg. 31 e 32). La conferenza si è aperta con il benvenuto e l'introduzione del Prof. Alexander Michaelis dell'istituto Fraunhofer IKTS a cui è seguito un intervento del Dr. Uwe Scheithauer del Fraunhofer IKTS e del Dr. Johannes Homa dell'azienda Lithoz Gmb, che si occupa della produzione di stampanti 3D per ceramici e che, congiuntamente al Fraunhofer IKTS, ha organizzato la conferenza.

Durante le sessioni della conferenza sono stati trattati diversi temi, come riassunto di seguito:

- Approfondimenti di mercato e strategie di innovazione
- Storie di successo industriale
- Approfondimenti/applicazioni nel settore medicale e dentale
- Nuove tecnologie
- Risultati della ricerca sui materiali

Le tematiche della conferenza sono state spunto per attività di networking fra i partecipanti ed in particolare, con la ditta Lithoz Gmb, con la quale ENEA ha proseguito i contatti anche nei mesi successivi alla conferenza, al fine di valutare upgrade della strumentazione e della procedura di fabbricazione di componenti ceramici mediante tecniche di AM. Il resoconto ufficiale della conferenza è disponibile al link http://www.am-ceramics.dkg.de/info/retrospect_2022/en.

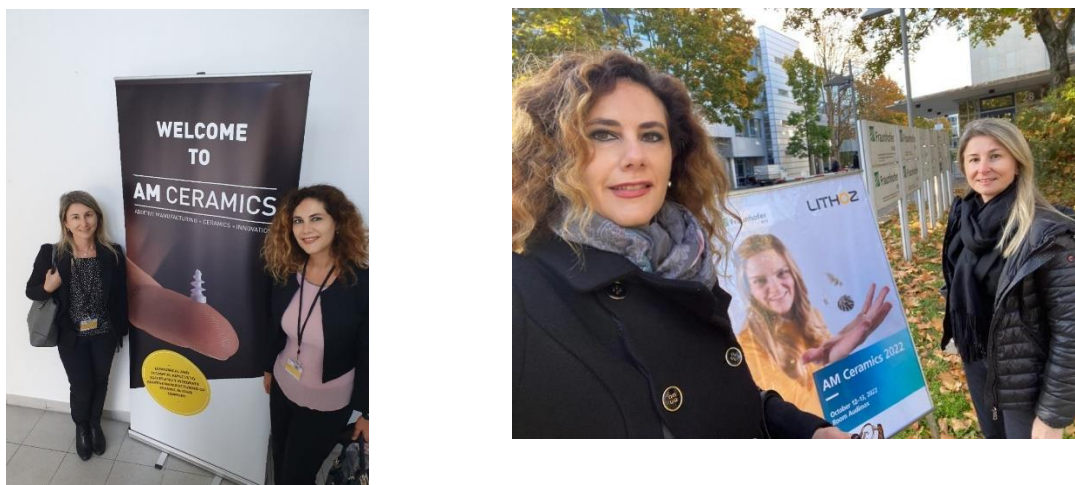


Figura 30. Ricercatrici ENEA durante la conferenza AM CERAMICS 2022

PRELIMINARY PROGRAMME

12.10.2022 | WEDNESDAY

09:00 **Get together**

09:15 **Greetings:**

Prof. Dr. Alexander Michaelis, *Fraunhofer IKTS*

09:30 **Opening:** Dr. Johannes Homa, *Lithoz*

Dr. Uwe Scheithauer, *Fraunhofer IKTS*

10:00 **Guided tour of the Fraunhofer IKTS Labs**

12:30 LUNCH

13:30 **Session 1: Market Insights and Innovation Strategies**

■ **Dipl.-Ing. Andreas Berkau, *IdeeKontor***
TBA

■ **Dipl.-Ing. Edmar Allitsch, *EOS Holding AG***
Scaling up industrial AM applications – opportunities
and challenges

■ **Dr. Alexander Platzer, *RHI Magnesita***
The niche inside the niche: additive manufacturing for
refractory ceramics

■ **Dr. Stephan Seitz, *CADdent***
Why Lithoz and first experience

15:30 COFFEE BREAK

16:00 **Session 2: Industrial Success Stories**

■ **Dr. Malte Hartmann, *Bosch Advanced Ceramics***
Industrial applications enabled by additive manufacturing

■ **Dr. Mirna Bechelany, *Safran Ceramics***
Additive manufacturing of
ceramic components

■ **Peter Jain, *3rd Axis***
TBA

18:45 DINNER AT CAROLASCHLÖSSCHEN

AM CERAMICS

at **Fraunhofer IKTS**
12. – 13.10.2022
Dresden

powered by **ceramtec**
conference

PROGRAMME IS SUBJECT TO CHANGE

Figura 31. Programma primo giorno AM CERAMICS 2022

13.10.2022 | THURSDAY

- 09:00 **Start of Day 2 – Get together**
- 09:15 **Session 3: Medical and Dental Insights**
- **Adrián Martínez Cendrero**, *Universidad Politécnica de Madrid; Projekt INKplant*
Multimaterial additive manufacturing for articular tissue engineering: INKplant EU project
 - **Priv.-Doz. Dr. Sebastian Schwindling**, *Heidelberg University Hospital*
Additive manufacture of ceramic materials in reconstructive dentistry
 - **Dr. Frank Tavassol**, *Medizinische Hochschule Hannover/KLS Martin*
3D printed constructs for bone reconstruction
 - **Prof. Dr. Franz Weber**, *University of Zurich*
Lightweight microarchitectures for ceramic bone substitutes
- 11:15 COFFEE BREAK
- 11:45 **Session 4: Exciting New Technologies**
- **Murat Demitras**, *FGK – Competence Center for AM*
Latest developments in multimaterial printing of ceramic/ceramic composites via VAT-Photopolymerisation
 - **Prof. Dr. Serkan Nohut**, *Lithoz / Piri Reis University*
Lithography-based additive manufacturing of multi-material ceramic components
 - **Dr. Thomas Mühler**, *Qep3D*
New standards of slurry-based 3D printing of ceramics
 - **Dr.-Ing. Uwe Scheithauer**, *Fraunhofer IKTS*
Hybrid manufacturing of multi-functional und multi-material ceramic components
- 13:45 LUNCH
- 14:45 **Session 5: Material Research Findings**
- **Ass. Prof. Dr. Andraž Kocjan**, *Institut Jozef Stefan*
Towards rapid sintering of 3D printed ceramics with controlled microstructure
 - **Dr.-Ing. Jochen Schilm**, *Fraunhofer IKTS*
Near-net-shape manufacturing of glass components for a wide range of applications
 - **Tanja Lube**, *MUL*
An innovative strength test for AM-ceramics
- 16:15 **Farewell**

PROGRAMME IS SUBJECT TO CHANGE

Figura 32. Programma secondo giorno AM CERAMICS 2022

Le attività di networking sono state portate avanti anche durante la visita dei laboratori dell'istituto IKTS del Fraunhofer (*Fraunhofer Institute for Ceramic Technologies and Systems*) (Fig. 33), in cui è stato possibile confrontarsi sulle principali soluzioni di produzione additiva per ceramiche ad alte prestazioni.



Figura 33. Visita ai laboratori dell'istituto IKTS del Fraunhofer