



Ricerca di Sistema elettrico

Le Tecnologie Additive: caratterizzazione e qualifica di componenti e dimostratori (LA3.9)

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

TITOLO MATERIALI DI FRONTIERA PER USI ENERGETICI (LA3.9)

A. Coglitore, U. De Angelis, F. De Pascalis, T. Marciànò, D. Marseglia, M. Nacucchi, F. Palano, A. Tati, G. Barbieri, D. Mirabile Gattia (ENEA – SSPT-PROMAS)

Dicembre 2021

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero della Transizione Ecologica - ENEA

Piano Triennale di Realizzazione 2019-2021 - III annualità 2021

Obiettivo: *Sistema Elettrico*

Progetto: Materiali di frontiera per usi energetici

Linea di attività: *LA3.9 Le Tecnologie Additive: caratterizzazione e qualifica di componenti e dimostratori*

Responsabile del Progetto: Daniele Mirabile Gattia, ENEA

Note e ringraziamenti.

Si ringraziano Alessandra Palombi e Carmine Scordella per le attività svolte durante la tesi di laurea.

Indice

SOMMARIO.....	3
1 INTRODUZIONE.....	4
1.1	4
2 DESCRIZIONE DELLE ATTIVITÀ SVOLTE E RISULTATI	5
2.1 DIMOSTRATORE CERAMICO IN TIALITE	5
2.2 SCAMBIATORE DI CALORE IN POLIMERO STAMPATO IN 3D	10
2.3 SCAMBIATORE IN ACCIAIO INOX 316 STAMPATO IN 3D	14
2.4 METODOLOGIE SPERIMENTALI PER LA VALUTAZIONE DELLA QUALITÀ DEI COMPONENTI. TEST MECCANICI E TERMICI.....	25
2.5 INDAGINI MICROSTRUTTURALI CAMPIONI PREPARATI MEDIANTE TECNOLOGIA ADAM	33
2.6 NUOVO SET-UP SPERIMENTALE PER CONTROLLI NON DISTRUTTIVI MEDIANTE TERMOGRAFIA ATTIVA.....	35
3 CONCLUSIONI.....	40
4 RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI.....	42
5 ALLEGATI.....	43

Sommario

L'esperienza accumulata nelle LA 7-8 e l'insieme delle misure e delle analisi effettuate l'anno precedente su campioni opportunamente progettati e realizzati in lega metallica (Ti6Al4V) ha consentito l'implementazione di "protocolli" che permettono la qualifica dei componenti realizzati mediante tecnologie additive. Le tecniche di caratterizzazione utilizzate includono indagini NDT (nano-tomografia, ultrasuoni, termografia), e prove termomeccaniche. Il fine è quello di consentire un confronto stringente con i componenti realizzati con le tecnologie convenzionali. In particolare, nella presente linea di attività, sono proseguite le prove termomeccaniche su provini in lega Ti6Al4V eseguite però a una temperatura di 400 °C, per vedere come si comporta il materiale a simili temperature di esercizio, in previsione di un possibile utilizzo nei generatori di energia. Tali misure integrano quelle già condotte a temperatura ambiente e i risultati si sono mostrati coerenti con i precedenti e in accordo con quanto ci si aspettava. La misura delle prestazioni termomeccaniche è stata completata con prove di fatica oligociclica. Tali prove non hanno evidenziato una sostanziale differenza della vita media fra i campioni *hippati* e *non hippati*, sebbene questi ultimi hanno manifestato una maggiore tendenza di rotture improvvise al momento dell'innesco di una cricca. Come previsto da progetto, sono state condotte indagini ultrasonore e tomografiche con i raggi X su un dimostratore – uno scambiatore di calore – realizzato sia in materiale polimerico che in acciaio, mediante processi di stampa 3D. Le indagini hanno permesso di individuare alcuni difetti e anomalie presenti all'interno dei componenti e hanno anche evidenziato la complementarità delle due tecniche, in un caso specifico di particolare interesse. Inoltre, sono state condotte anche una serie di indagini finalizzate alla qualifica di prodotti realizzati con tecnologie differenti rispetto alla tecnologia a letto di polvere (ADAM/BMD e FDM) e con materiali ceramici di tialite (alluminio titanato, AlTi2O5), frutto delle attività sperimentali di sviluppo del materiale per il dimostratore ceramico previsto da progetto nel WP4. Infine, è stato condotto uno studio per la sperimentazione di un metodo termografico relativamente nuovo che con opportune sorgenti termiche (lampade flash) permette di rilevare la presenza di difetti superficiali e sub-superficiali in parti metalliche realizzate per AM. Ciò ha richiesto la realizzazione di un sistema prototipale, non esistendo sul mercato soluzioni già pronte chiavi in mano che facciano uso di tali sistemi di eccitazione termografica.

1 Introduzione

1.1

Nella presente linea di attività, l'esperienza e i dati accumulati nei due anni precedenti di progetto sono stati finalizzati alla caratterizzazione e alla qualifica di componenti, realizzati mediante tecnologie additive. La tomografia X ad alta risoluzione (nano-CT) è stata applicata alla qualifica di prodotti realizzati con tecnologie differenti rispetto alla tecnologia a letto di polvere e con materiali anche diversi da quelli metallici (materiali ceramici). Tali materiali e tecniche sono quelle utilizzate per realizzare i dimostratori previsti nel WP4. La tomografia X industriale e le indagini ultrasonore - in quanto tecniche capaci di esaminare pezzi di dimensioni relativamente grandi - sono state invece utilizzate per individuare difetti e anomalie presenti all'interno di componenti realizzati in materiale polimerico e metallico (scambiatore di calore) realizzati nel WP4. Lo scambiatore in acciaio è stato esaminato con entrambe le tecniche al fine di evidenziare la loro complementarità, oltre che limiti e vantaggi di una tecnica rispetto all'altra. Sull'analisi dei materiali, sono proseguite le prove termomeccaniche dei provini in lega Ti6Al4V eseguite però a una temperatura di 400 °C, per vedere come si comporta il materiale a simili temperature di esercizio, in previsione di un possibile utilizzo nei generatori di energia. La misura delle prestazioni termomeccaniche è stata completata con prove di fatica oligociclica, già previste da progetto. Infine, è stato condotto uno studio per la sperimentazione di un metodo termografico relativamente nuovo che, con opportune sorgenti termiche (lampade flash) permette di rilevare la presenza di difetti superficiali e sub-superficiali in parti metalliche realizzate per AM. L'insieme dei risultati di tutte queste attività possono dar corpo a "protocolli" che una volta implementati permettono la qualifica dei componenti realizzati mediante tecnologie additive, per un confronto stringente con analoghi prodotti realizzati con le tecnologie convenzionali.

2 Descrizione delle attività svolte e risultati

2.1 DIMOSTRATORE CERAMICO IN TIALITE

I campioni ceramici di tialite (alluminio titanato, $AlTi_2O_5$) caratterizzati e qualificati mediante analisi tomografica sono il risultato delle attività sperimentali di sviluppo del materiale ceramico avanzato per la realizzazione del dimostratore ceramico, previsto nel WP4. In particolare, sono state considerate due differenti polveri commerciali, entrambe precursori della tialite, denominate Thermograde e Zircomet. Tali polveri sono state impiegate per la formulazione delle paste ceramiche stampabili con la tecnica LDM (Liquid Deposition Modeling). Le paste ceramiche sono state quindi stampate 3D in verde nel corso della LA 3.2, per la tialite Thermograde [Report RdS/PTR2021/277] e della LA 3.3 per la tialite Zircomet [Report RdS/PTR2021/225]. La sinterizzazione dei materiali ceramici ottenuti per stampa 3D è stata invece messa a punto all'interno della LA 4.5 [Report RdS/PTR(2020)/284] e della LA 4.6 [Report RdS/PTR2021/232]. Nelle stesse LA sono state inoltre processate le polveri commerciali, Thermograde e Zircomet, con metodo di formatura convenzionale da pressatura in stampo. I materiali da pressatura sono stati sinterizzati nelle stesse condizioni dei materiali formati da stampa 3D con le paste sviluppate da ENEA. Le condizioni di sinterizzazione hanno previsto un trattamento termico in aria fino a $1500^{\circ}C$ per 2 ore.

Tutti i provini sono stati misurati e pesati al fine di determinare la densità geometrica media percentuale, calcolata assumendo una densità teorica assoluta di $3,7 \text{ g/cm}^3$, come indicato nel già citato report RdS/PTR2021/232. I risultati ottenuti sono riassunti in tabella 1.

Tabella 1. Densità percentuali delle polveri processate con metodo convenzionale di pressatura isostatica e mediante stampa 3D LDM

Materiale	Processo	Densità %	Campione tomografo
Thermograde	Pressatura isostatica	$75,6 \pm 0,1$	→ 12T/T
	Stampa 3D	$67,6 \pm 0,7$	→ 18A/T
Zircomet	Pressatura isostatica	$90,8 \pm 0,2$	→ T16
	Stampa 3D	$87,9 \pm 0,7$	→ A16

2.1.2 Tomografia computerizzata a raggi X

Le analisi tomografiche (CT) sono state eseguite attenendosi in modo generale alle raccomandazioni della norma ISO 15708 (un sintetico esame della normativa tecnica internazionale applicabile è contenuta nel primo rapporto tecnico annuale, relativo alla linea di attività 3.7). L'indagine è stata condotta su quattro campioni ceramici prodotti utilizzando due diverse polveri commerciali a base di tialite (Thermograde e Zircomet). Come si può notare dalla figura 1, i quattro campioni hanno la medesima dimensione e forma; barrette con base rettangolare di $4 \times 3 \text{ mm}^2$ e altezza pari a circa 44.5 mm. Due di essi sono stati prodotti attraverso un processo di stampa 3D del tipo LDM (Liquid Deposition Modeling) mentre gli altri due attraverso un convenzionale processo di pressatura (tabella 1). Lo scopo dell'analisi tomografica è quello di analizzare e caratterizzare la microstruttura del materiale, e in particolare di valutare l'eventuale presenza di difetti e porosità.

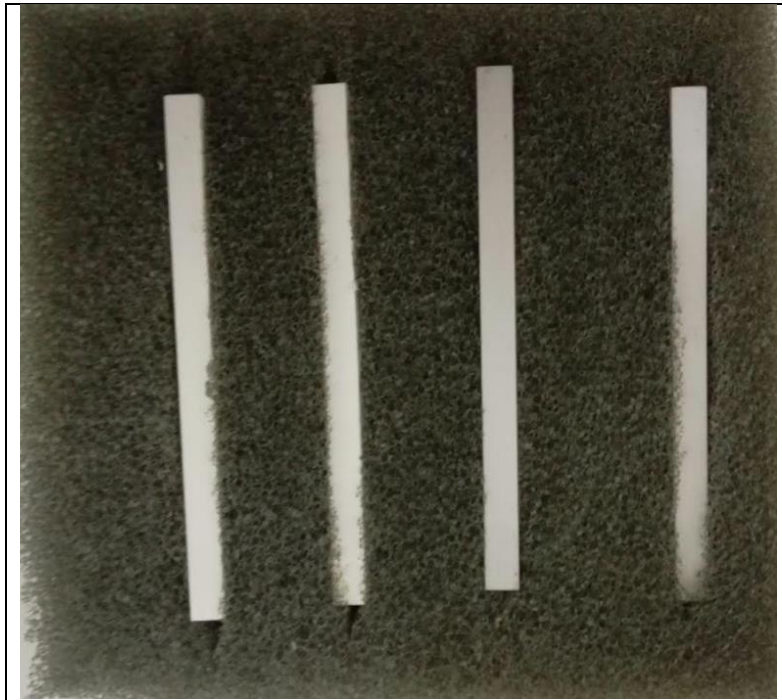
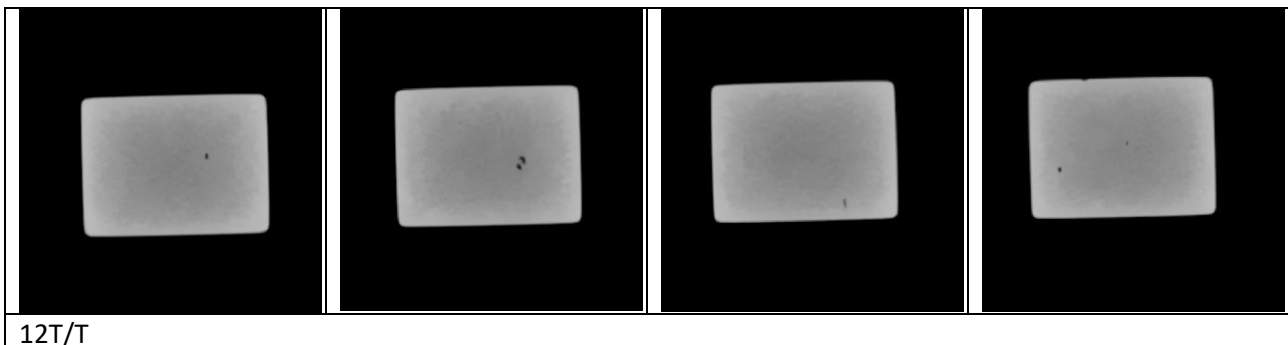


Figura 1: immagine dei campioni ceramici analizzati mediante Tomografia computerizzata a raggi X

Una breve descrizione dei principi della tecnica di tomografia X si trova nei due rapporti annuali precedenti e non viene ripetuta qui. Prima di iniziare la scansione a raggi X, i parametri di acquisizione del sistema CT sono stati opportunamente impostati, in modo da ottenere immagini radiografiche 2D con un buon rapporto segnale/rumore (SNR) e, di conseguenza, una adeguata qualità nella ricostruzione tomografica. Essendo il nostro campione caratterizzato da un discreto livello di assorbimento, è stato utilizzato il target di tungsteno con una tensione di accelerazione di 100KV e una corrente del tubo di 100 μ A. La risoluzione della tomografia dipende dal rapporto tra la dimensione del pixel del rivelatore (50 μ m) e l'ingrandimento impostato. L'ingrandimento è calcolato come il rapporto tra la distanza del rivelatore dal fuoco del target (FDD) e la distanza fuoco-oggetto (FOD). Entrambe le distanze FDD e FOD possono essere impostate spostando il rivelatore o il supporto porta-campione lungo la direzione dell'asse ottico del tubo a raggi X. Nel nostro caso l'ingrandimento selezionato è stato di circa 2.27 volte, ottenendo una risoluzione nominale di 22 μ m. Inoltre per migliorare il valore SNR, associato ad ogni proiezione, ogni radiografia registrata è stata la media di cinque acquisizioni. Per ogni scansione sono state registrate 1800 radiografie, con un passo angolare di 0.20°; il tempo totale di acquisizione è stato di circa 2h e 15 min. La ricostruzione delle sezioni tomografiche è stata effettuata attraverso il software proprietario GE Datos|x.



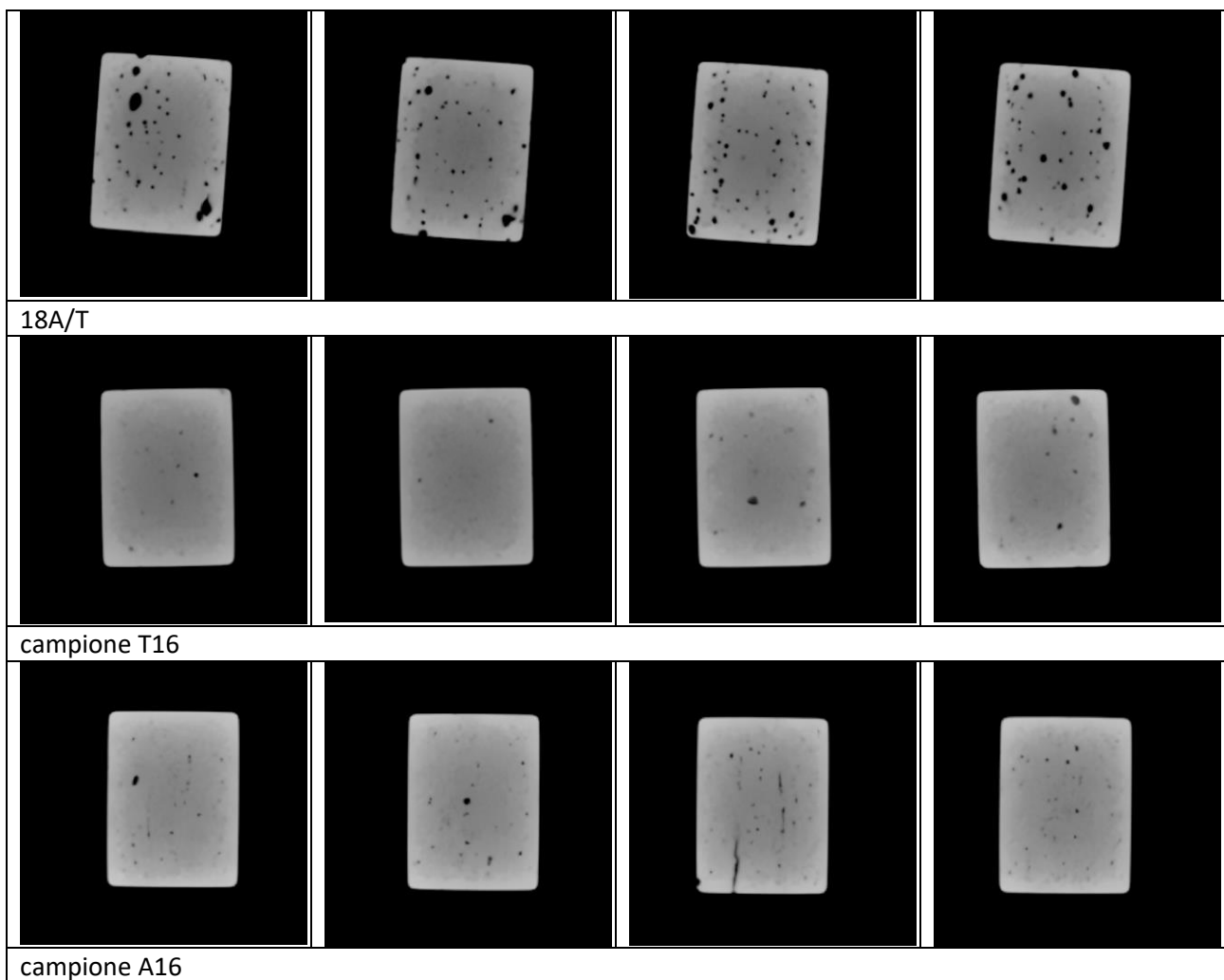


Figura 2: sezioni tomografiche xy

Tale software implementa un algoritmo di Filtered Back Projections in grado di generare il set di slice (sezioni) tomografiche a partire dall'insieme di radiografie acquisite (figura 2). Una volta ottenuto il *dataset* tomografico, la procedura prevede, prima dell'applicazione di eventuali filtri per ridurre il rumore, la correzione degli effetti del cosiddetto *beam hardening*. Tale fenomeno dà luogo a immagini in cui la periferia dell'oggetto appare più luminosa rispetto alle zone centrali ed è tanto più vistoso quanto più il materiale, nel nostro caso una miscela ceramica, è caratterizzato da un alto grado di assorbimento dei raggi X. La correzione del beam hardening è stata effettuata mediante una compensazione software, utilizzando un modulo di elaborazione presente nell'applicativo Datos|x.

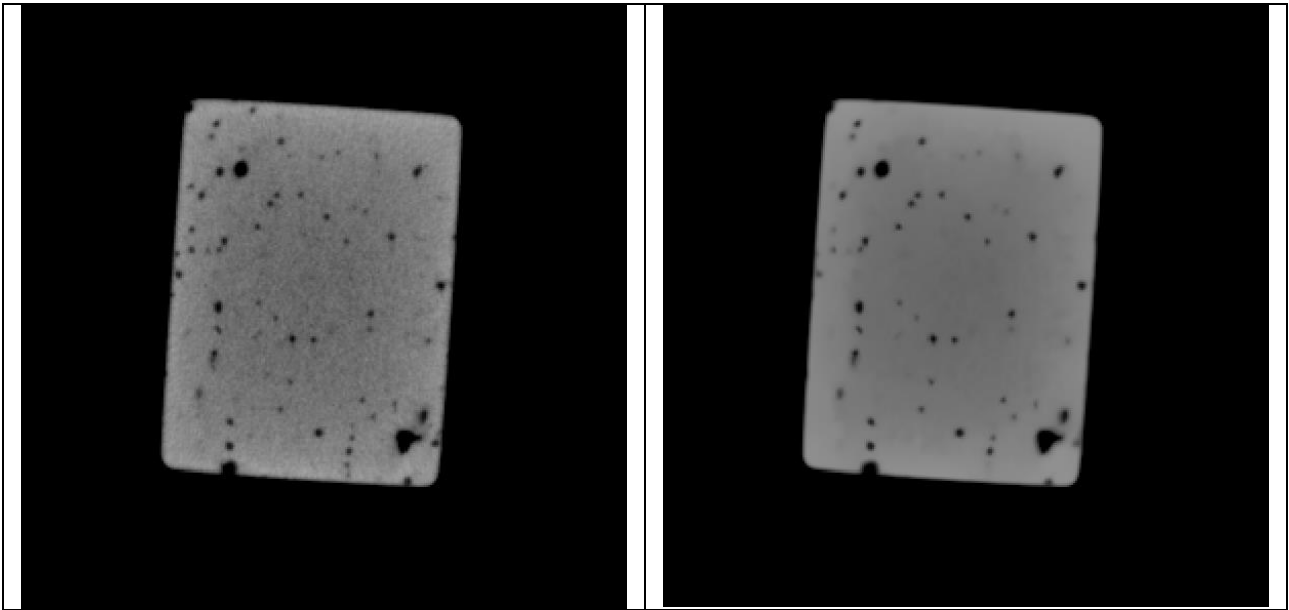


Figura 3: campione 18A/T; sezione tomografica xy (a sinistra); sezione tomografica filtrata con filtro passa basso (a destra)

Eseguita questa correzione, si passa all'applicazione un filtro passa basso (non-local-means) per la riduzione del livello di rumore presente nelle sezioni virtuali (*slice*) [1]. In figura 3 è mostrato un confronto tra le immagini relative a una stessa sezione trasversale dell'oggetto prima e dopo l'applicazione del filtro. Le immagini sono quindi pronte per essere segmentate e sottoposte ad analisi quantitativa. Infatti, l'operazione di segmentazione delle immagini è propedeutica a qualunque analisi quantitativa delle stesse. Le immagini sono state quindi segmentate (binarizzate) con l'intento di separare i pori dal resto del materiale. A tal fine è stato utilizzato un algoritmo di *thresholding*. L'algoritmo si basa su un'analisi dell'istogramma delle intensità dell'intero dataset. Poiché l'istogramma mostra un andamento bimodale (fig. 4), il valore viene fatto coincidere all'incirca con l'ascissa del minimo relativo tra i due picchi della distribuzione. La binarizzazione procede assegnando valore 1 (materiale) a tutti i voxels il cui valore di intensità è superiore alla soglia e 0 (pori) a quelli con tale valore minore della soglia impostata. Orientativamente il valore della soglia è stato calcolato tramite il metodo di Otsu [2].

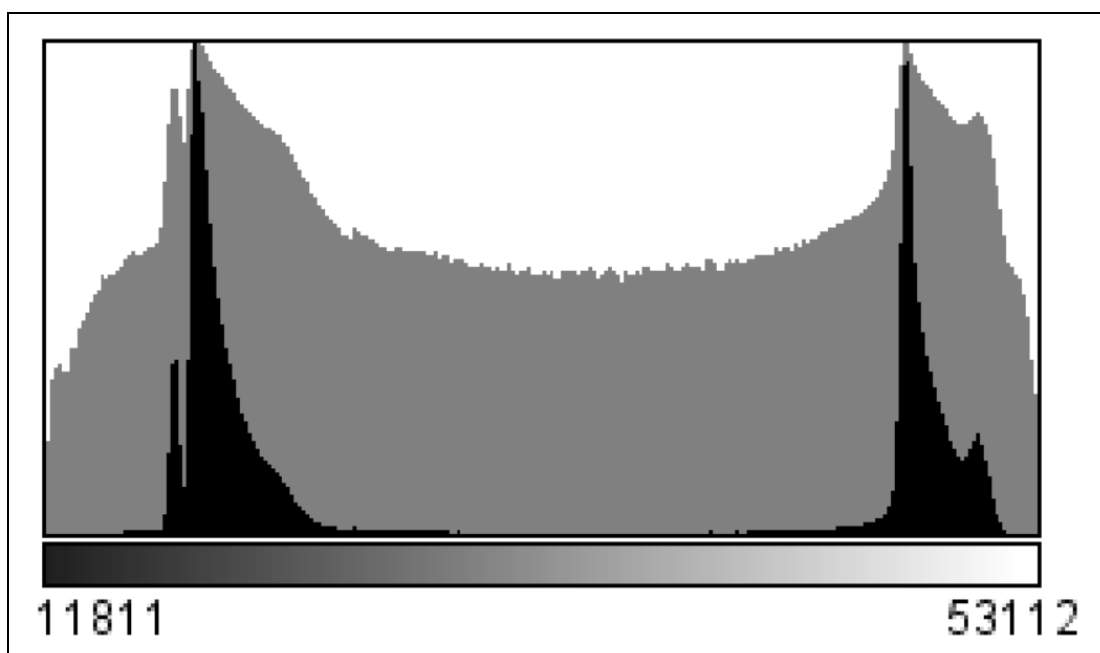


Figura 4: istogramma dei valori di intensità, in scala lineare (nero), in scala logaritmica (grigio)

All'operazione di segmentazione è seguita quella di identificazione e classificazione dei pori rilevati; per ognuno di essi è stato calcolato il volume ed il diametro equivalente. Successivamente, è stato applicato un filtro per l'eliminazione dei pori con volume inferiore a 10 voxels ($1.065 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^3$, ovvero con diametro equivalente minore di $58 \mu\text{m}$, assimilando i pori a piccole sfere). Tali pori vengono trascurati sia perché possono costituire dei cosiddetti "falsi difetti" generati da rumore in fase di acquisizione e sia perché ritenuti poco significativi ai fini della nostra analisi. Il diametro equivalente è calcolato come:

$$EqD = (6V / \pi)^{1/3}$$

Esso corrisponde al diametro di una particella perfettamente sferica con un volume pari a quello del poro. I pori rilevati hanno un diametro equivalente medio intorno ai $90 \mu\text{m}$ (Tabella 2).

Tabella 2: Risultati analisi porosità campioni ceramici

campione	N° pori	Porosità %	Diametro equivalente (μm)	Volume (mm^3)
12T/T	28	0.0034	mean: 97.12 min: 58.81 max: 198.74	mean: $63.85 \cdot 10^{-5}$ min: $10.65 \cdot 10^{-5}$ max: $41.10 \cdot 10^{-4}$
18A/T	8496	1.08	mean: 88.12 min: 58.81 max: 898.18	mean: $66.71 \cdot 10^{-5}$ min: $10.65 \cdot 10^{-5}$ max: 0.379
T16	670	0.081	mean: 93.77 min: 58.81 max: 259.67	mean: $62.93 \cdot 10^{-5}$ min: $10.65 \cdot 10^{-5}$ max: $91.68 \cdot 10^{-4}$
A16	761	0.045	mean: 74.97 min: 58.81 max: 284.47	mean: $31.08 \cdot 10^{-5}$ min: $10.65 \cdot 10^{-5}$ max: $120.53 \cdot 10^{-4}$

La porosità complessiva corrisponde alla somma dei volumi di ogni singolo poro rapportata al volume totale dell'intero campione. I valori di porosità misurati per i quattro campioni sono riportati nella tabella 2. A titolo di esempio, nella figura 5 è mostrata la ricostruzione 3D di uno dei quattro campioni (18T/T) mediante *volume rendering* con effetto di trasparenza, in maniera da poter osservare la disposizione dei pori all'interno di esso. In generale, riferendosi al confronto tra i due processi di formatura, dalle immagini in sezione di Figura 2, il materiale da stampa 3D sembra avere una porosità superiore per entrambe le polveri commerciali rispetto al metodo di pressatura convenzionale, meno accentuato nel caso della polvere Zircomet. Ciò è coerente con i dati della densità indicati in tabella 1. Sempre dalle stesse sezioni, si osserva inoltre una distribuzione casuale delle porosità, anche nel caso dei materiali da stampa 3D coerentemente con le osservazioni SEM già condotte; la presenza di pori distribuiti casualmente suggerisce che la loro formazione possa essere stata indotta durante la stampa da una erogazione di un filamento di pasta contenente bolle d'aria, piuttosto che da difetti indotti da una scarsa coesione tra un layer e l'altro.

Unico aspetto un po' controverso è il confronto tra i risultati del campione 12T/T (densità percentuale 75%) e T16 (densità percentuale 91%) della tabella 2. Probabilmente le micro-porosità tipiche della tialite, che a fronte di una bassa resistenza meccanica rispetto ad altri ceramici avanzati, le conferisce una elevata resistenza agli shock termici, non sono state rilevate, perché verosimilmente di taglia minore o uguale a quella di un voxel ($22 \mu\text{m}$ di spigolo).

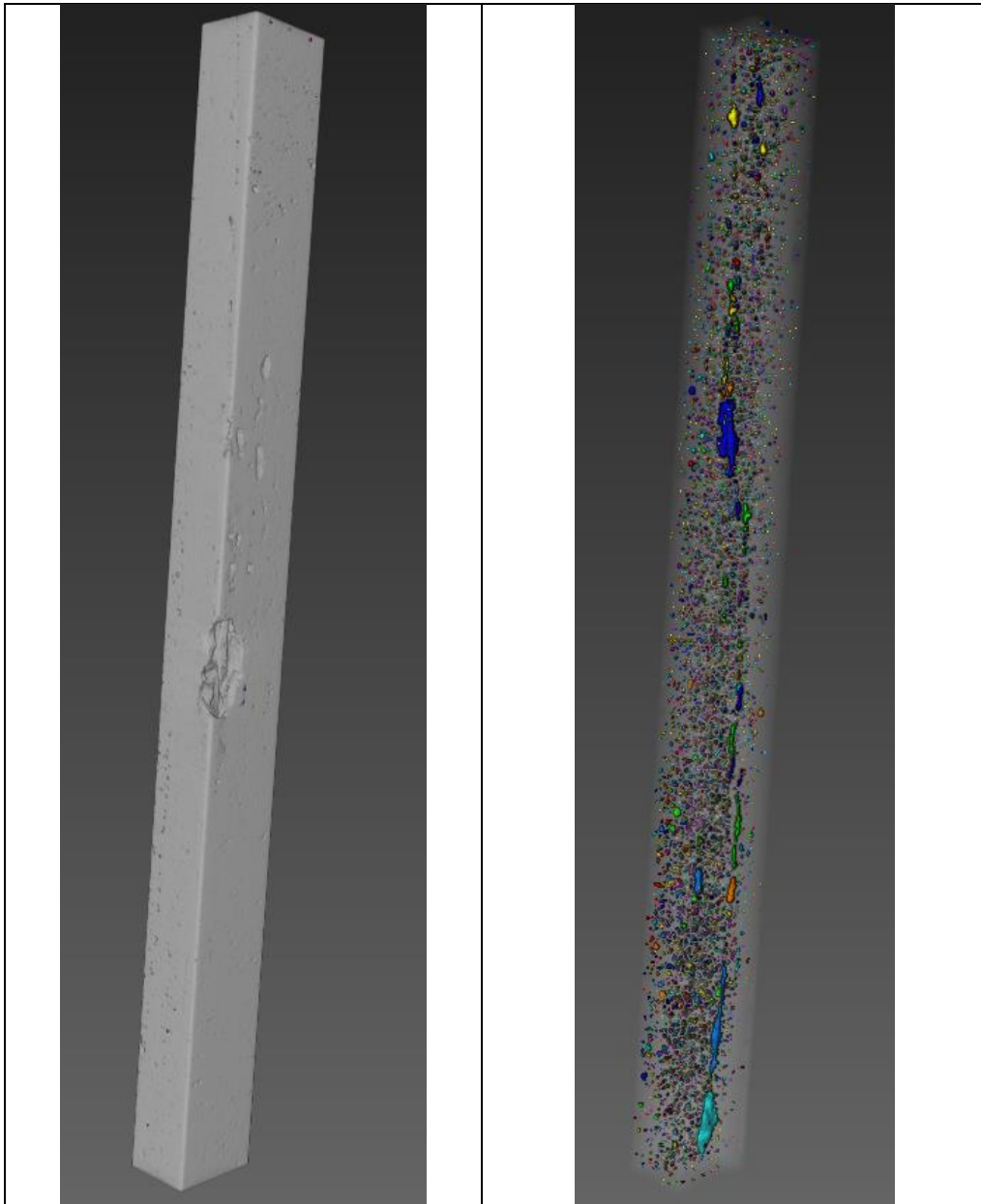


Figura 5: volume rendering del campione 18A/T (a sinistra), nell'immagine a destra è possibile osservare la disposizione dei pori all'interno del campione

2.2 SCAMBIATORE DI CALORE IN POLIMERO STAMPATO IN 3D

2.2.1 Tomografia computerizzata a raggi X

L'analisi alla base della qualifica dei veri e propri dimostratori può essere fatta con macchine che sacrificano l'alta risoluzione - raggiungibile solo su campioni di piccole dimensioni - con una maggiore capacità di accogliere nella propria camera campioni di dimensioni più grandi, ovvero componenti in scala reale. Allo scopo, l'ENEA dispone, oltre del già citato tomografo ad alta risoluzione Nanotom, anche di un tomografo industriale della Gilardoni installato presso il proprio centro ricerche Casaccia, mostrato in figura 6. La caratteristica peculiare di tale tomografo è che esso è comprensivo di due macchine radiogene una a mini-fuoco e l'altra a micro-fuoco e dispone di ben 6 assi di movimentazione. Nelle attività del secondo anno di progetto sono stati realizzati scambiatori di calore in materiale polimerico, allo scopo di ottimizzarne la geometria interna, in vista della realizzazione degli scambiatori in lega metallica per i test finali, costruiti nel terzo anno. Tra i primi scambiatori di calore

realizzati, uno presentava i canali, caldo e freddo, in comunicazione. Si è reso quindi necessario utilizzare una tecnica che permettesse di verificare la posizione dei difetti e la natura, e valutare eventuali modifiche al progetto iniziale, senza dover distruggere, e quindi alterare, il componente.



Figura 6. Cabina tomografica della macchina Gilardoni installata presso il C.R. Casaccia

La tabella 3 riassume le condizioni sperimentali per l'analisi tomografica dello scambiatore in polimero stampato, mentre la figura 7 mostra lo scambiatore all'interno del tomografo prima della misura.

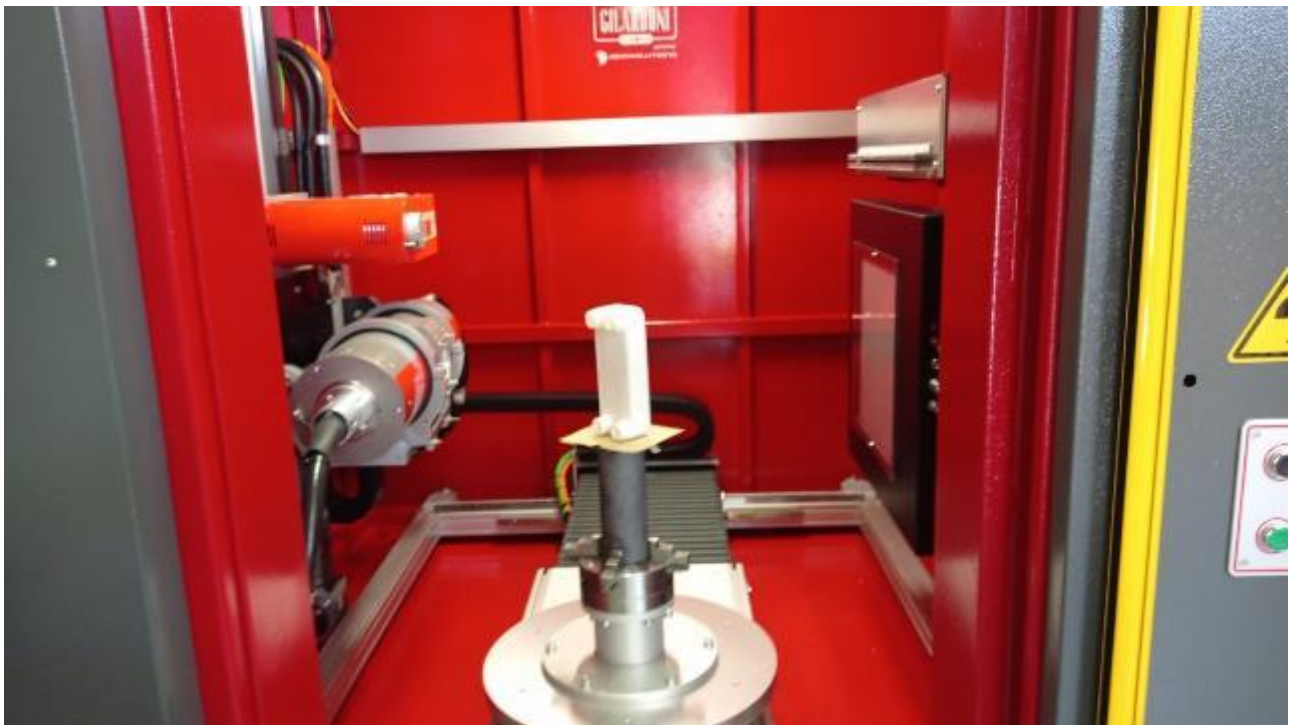


Figura 7. Posizionamento del campione

In figura 8 è possibile osservare la ricostruzione tomografica dello scambiatore di calore in materiale polimerico, eseguita mediante il software di ricostruzione delle immagini. La ricostruzione è stata ottenuta elaborando mediante il software VGSTUDIO MAX ver 3.5 le 1440 proiezioni radiografiche e impostando i parametri di acquisizione descritti in tabella 3. Un alto numero di proiezioni è proprio della tecnica tomografica, perché nella proiezione si perde il contenuto informativo relativo alle variazioni del coefficiente

d'assorbimento lungo il cammino delle radiazioni; pertanto, per ricostruire l'immagine della sezione saranno necessarie più proiezioni secondo differenti direzioni, ottenibili facilmente ruotando l'oggetto in esame rispetto al sistema sorgente - rivelatore. In teoria, per ricostruire esattamente la sezione sarebbe necessario un infinito numero di proiezioni, tuttavia si ottengono già risultati di qualità soddisfacente con un numero di proiezioni dell'ordine di alcune centinaia [3].

Tabella 3. Condizioni sperimentali per l'acquisizione dello scambiatore in polimero

Sorgente	MicroFuoco	Marca	Hamamatsu
KV	150	mA	500 micro ampere
Macchia Focale	piccola	Pixel	0,1 mm
Proiezioni	1440	FOD	723,9 mm

In questo caso, essendo il materiale con il quale è stato realizzato l'oggetto un polimero, l'assorbimento dei raggi X generati dalla sorgente è limitato, ma tale da permettere una nitida ricostruzione della struttura interna dello scambiatore. Inoltre il componente può essere completamente attraversato dai raggi X, consentendo di limitare gli artefatti nella ricostruzione delle immagini (Figura 9).

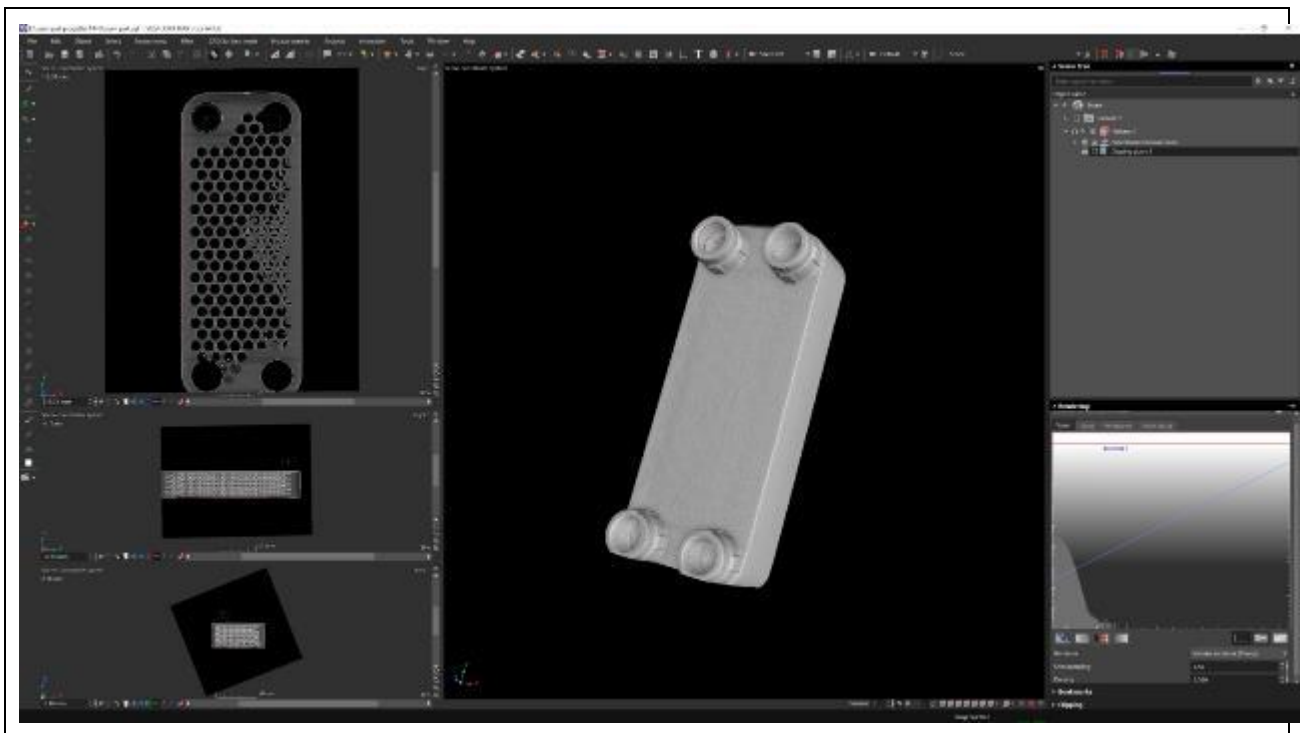


Figura 8 Ricostruzione tomografica dello scambiatore di calore in materiale polimerico

Nella figura 10 sono visibili i difetti presenti all'interno dello scambiatore, dovuti probabilmente a un non corretto processo di polimerizzazione durante e dopo la stampa e alla dimensione limitata dei setti di separazione. Inoltre in alcuni punti sembra essere presente resina residua all'interno dei canali. Questi risultati hanno permesso di ottimizzare sia i parametri di stampa che quelli dei processi post-stampa e di ottenere una completa polimerizzazione delle parti interne e una liberazione completa dei canali.

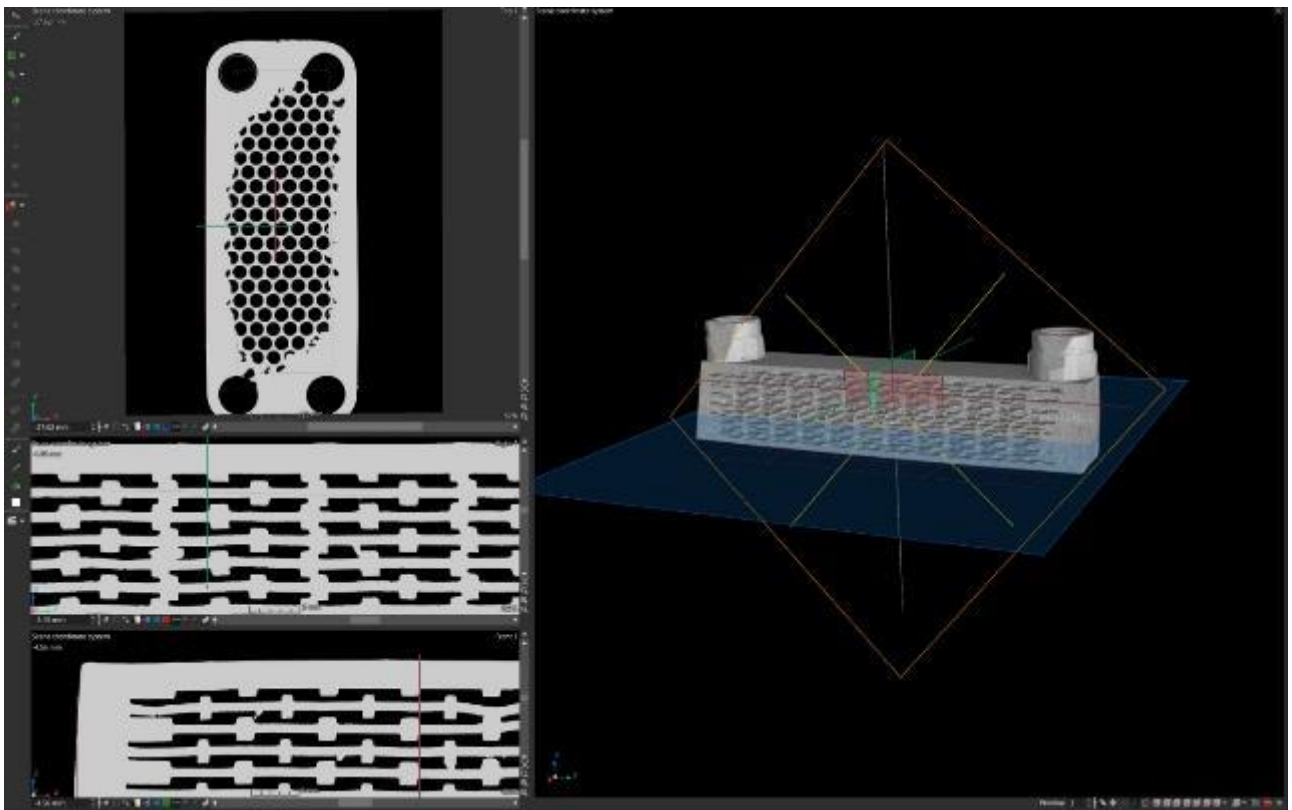
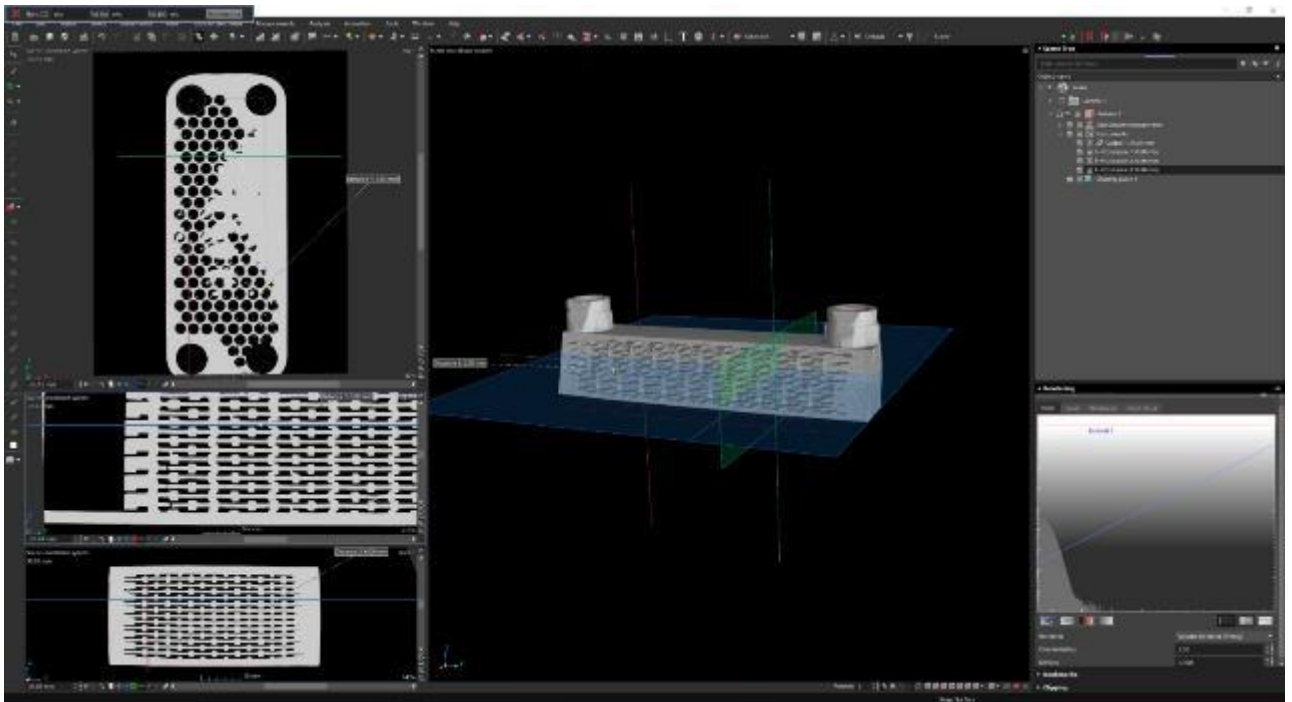


Figura 9 Ricostruzione dell'interno dei canali e dei setti di separazione



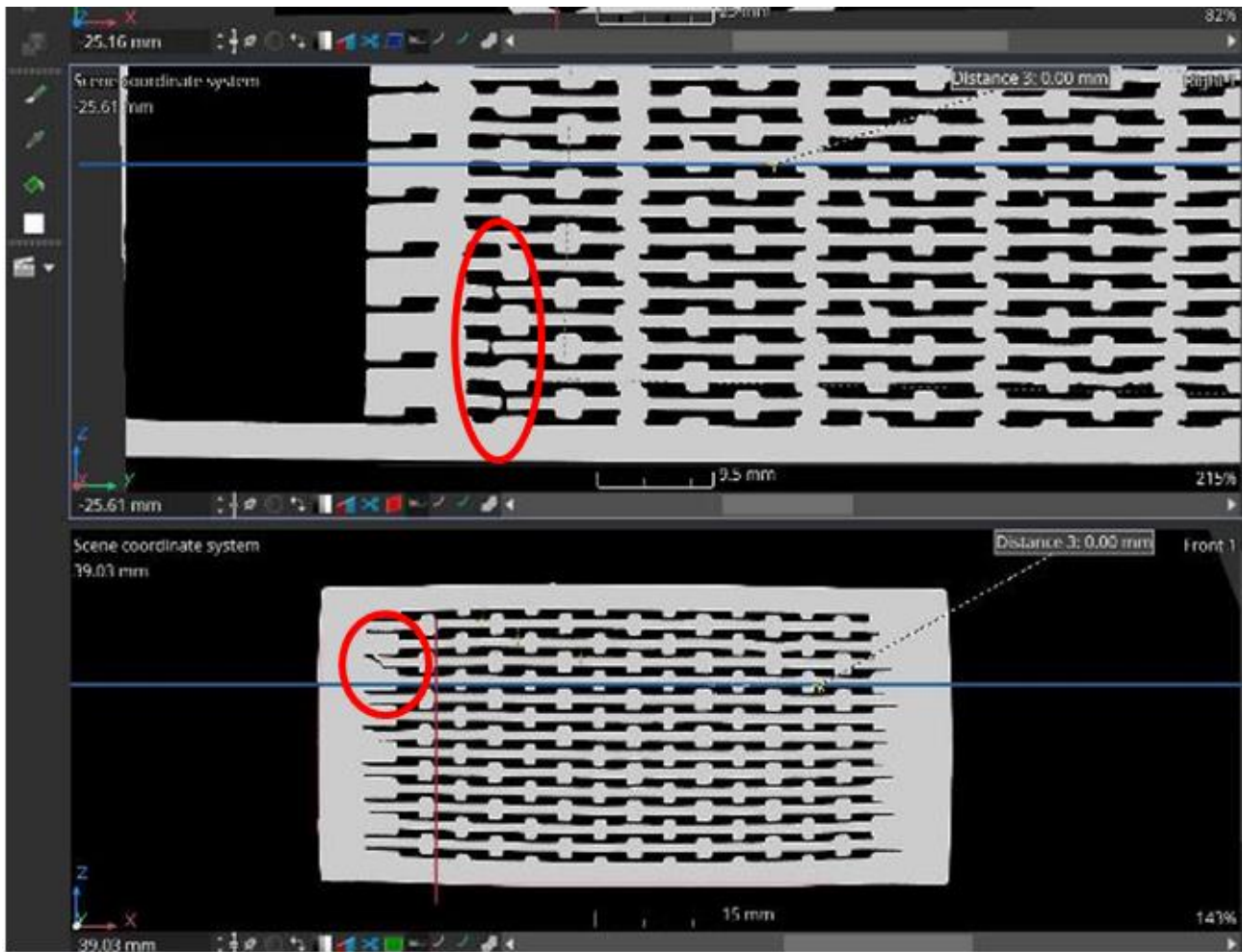


Figura 10. In alto: ricostruzione dell'interno con evidenziazione dei difetti; in basso: difetti evidenziati dentro i cerchi rossi.

2.3 SCAMBIATORE IN ACCIAIO INOX 316 STAMPATO IN 3D

2.3.1 Tomografia computerizzata a raggi X

Prima di analizzare lo scambiatore di calore, sono state effettuate alcune indagini di prova su un campione in lega metallica realizzato con stampante 3D a letto di polvere (figura 11). Il campione ha la forma di un parallelepipedo con le dimensioni riportate in Tabella 4. Nella stessa tabella sono indicate anche la densità attesa, come dichiarato dal costruttore, quella calcolata con il metodo di Archimede, per pesate successive in aria e in acqua, e quella ottenuta mediante le indagini ultrasonore.



Figura 11 Foto del campione usato per le prove preliminari. Il segno nero è il riferimento e lo zero macchina

Tabella 4. Dimensioni e densità di massa del campione per le prove preliminari

Spessore	3,8 mm	Lunghezza	39,7 mm
Larghezza	39,9 mm	Volume	6019,314 mm³
Peso	46,85 g		
Densità Nominale	8000 Kg/m³ /100%	Stampa nominale (attesa)	99,63%
Densità Metodo Archimede	7922 kg/m³ / 99,1 % bulk		
Stampa effettiva	7783 Kg/m³ / 97,3 % bulk	Mancanza di materiale o porosità o difetti	2,6 %

Le condizioni sperimentali per l'acquisizione sono invece indicate in tabella 5.

Tabella 5. Condizioni sperimentali per l'acquisizione del piastra rettangolare in acciaio Inox 316

Equipment	Gilardoni XE-L HE	Technics:	Radiografia Digitale
Tubo RX	Minifuoco	Rilevatore	Flat Panel da 16'' e 16 bit
KV	200	mA	3,5
Media Immagini	Alta	Distanza Campione-Rilevatore	499,4 mm
Macchia Focale	0,15 mm	Pixel mm	0,1 mm
Proiezioni	540	FOD	537 mm

La ricostruzione è stata ottenuta elaborando per mezzo del software VGSTUDIO MAX ver 3.5 le 540 proiezioni radiografiche e impostando i parametri di acquisizione descritti in tabella 5. E' stata delimitata la zona di ricostruzione (ROI) e la zona di spessore di interesse. Si sono impostati i filtri di attenuazione radiografica. Una volta ricostruito il volume si definisce la superficie che circonda il campione e si definisce il sistema di coordinate. Ultima operazione è l'importazione del file STL e la ricerca delle porosità e l'analisi delle deformazioni tra il volume ricostruito e il file STL di stampa o teorico. I risultati dell'analisi sono riassunti nelle figure 12 – 15.

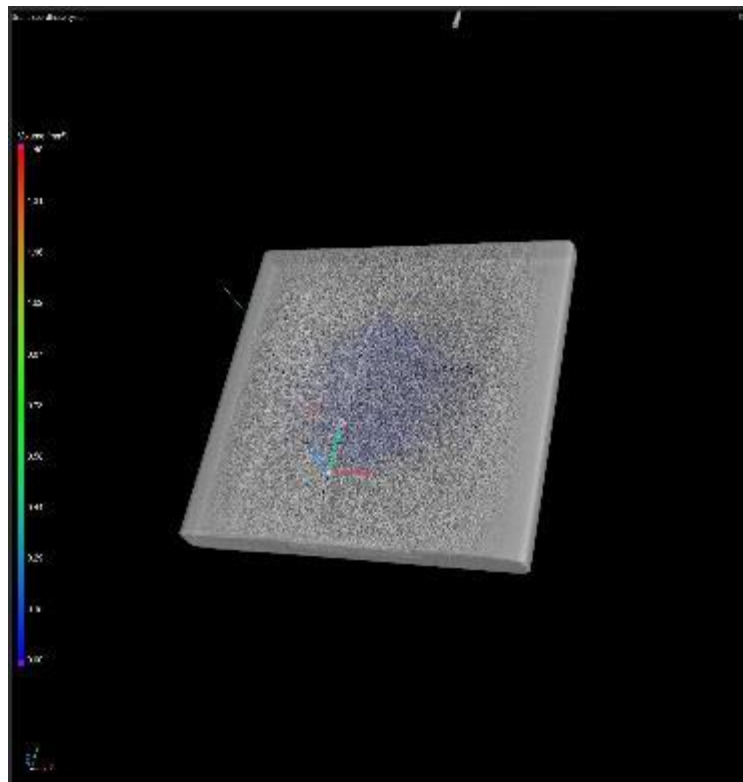


Figura 12. Ricostruzione tomografica del campione per le analisi preliminari

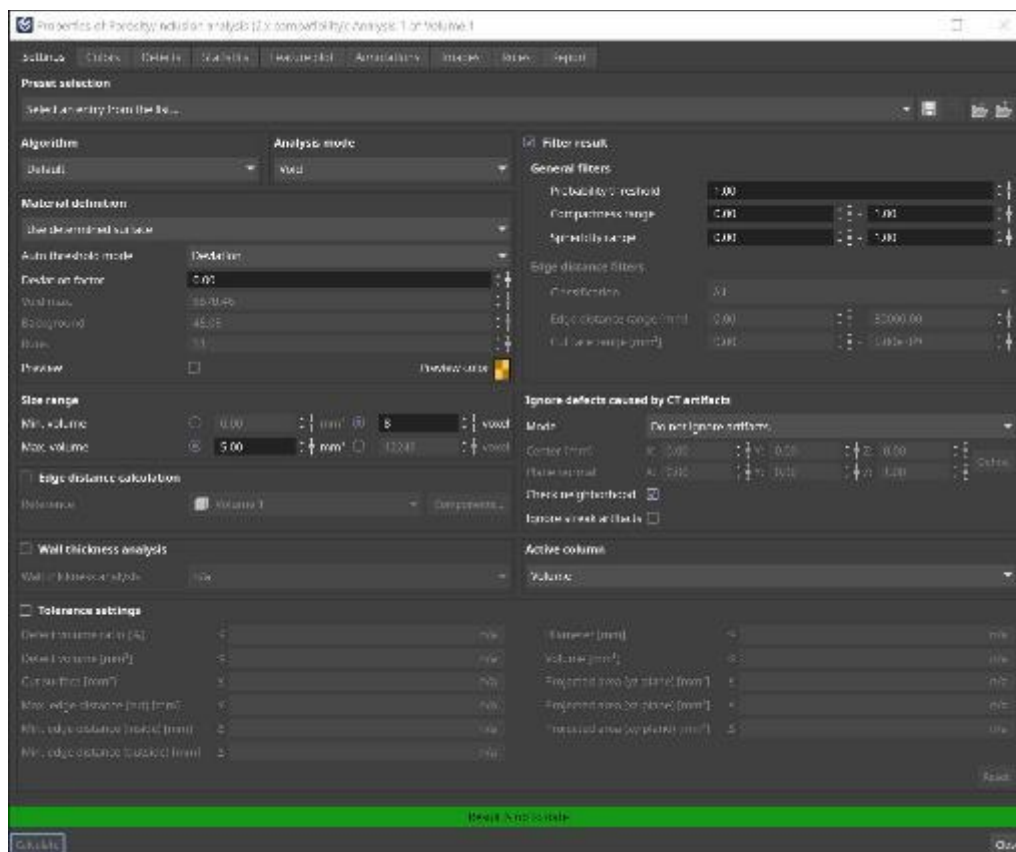


Figura 13. Parametri di ricerca delle porosità

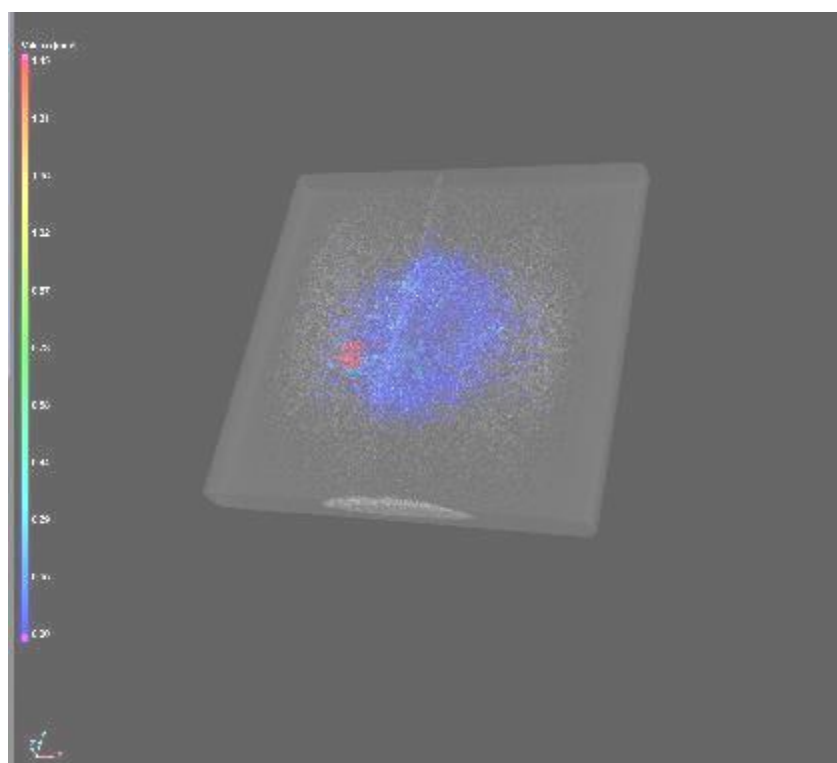


Figura 14. Visualizzazione delle porosità

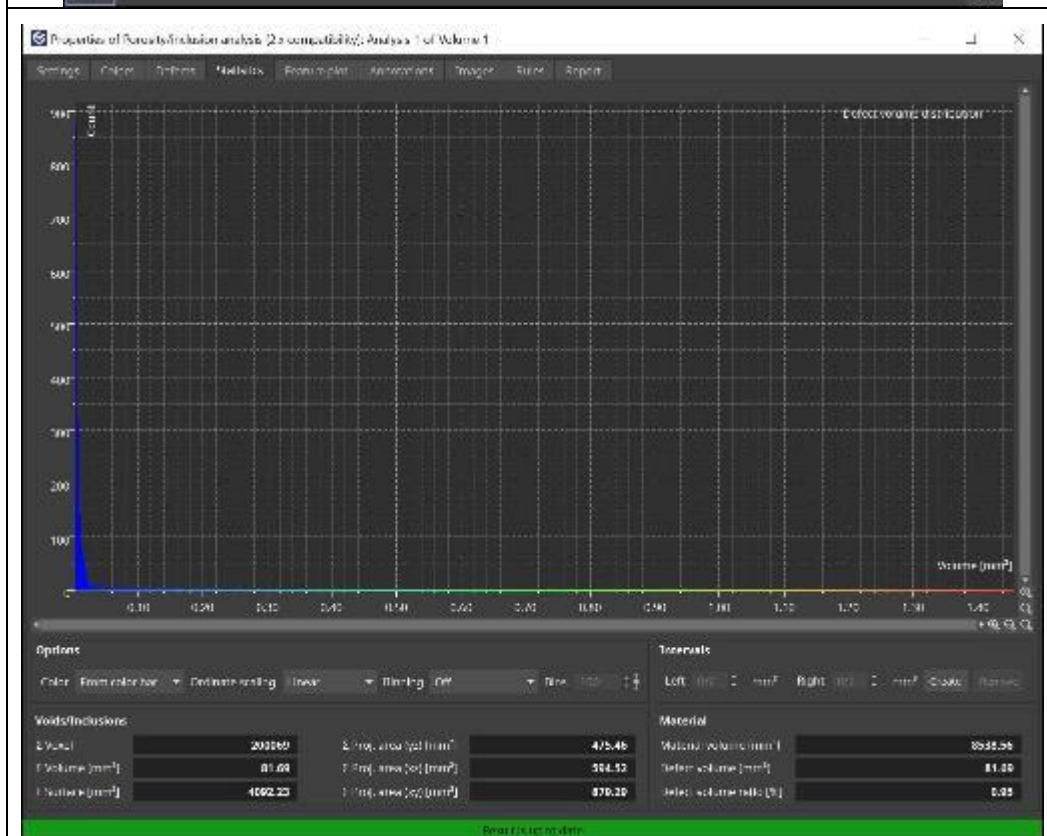
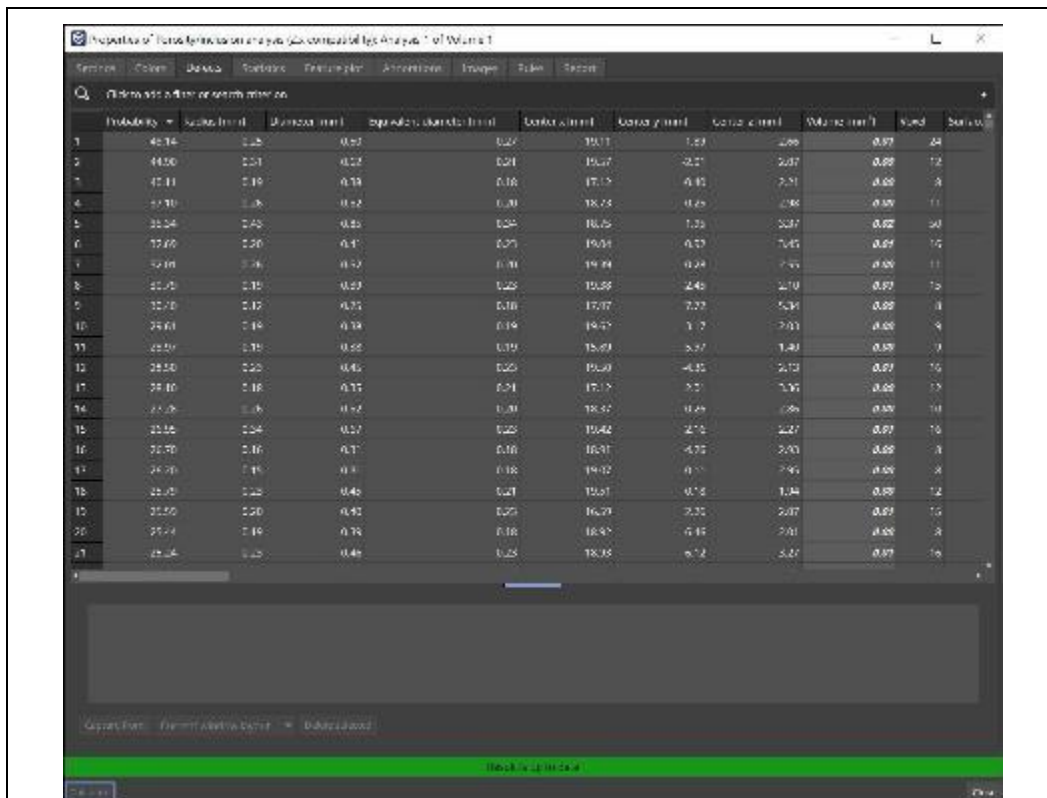


Figura 15. In alto: elenco delle porosità in base alla probabilità; in basso: istogramma della grandezza delle porosità espresse in volume. Le porosità totali sono il 0,95% del volume totale.

La tecnica tomografica è stata utilizzata per indagini sui componenti reali realizzati nell’ambito del WP4 [4, 5]. Nel caso particolare dello scambiatore di metallo è stato necessario valutare l’eventuale presenza di polvere residua nei canali, dovuta al metodo di produzione con tecnologia a letto di polvere. La macchina usata offre la combinazione penetrazione dei raggi X/risoluzione adatta al tipo di analisi richiesta. Le dimensioni esterne dello scambiatore analizzato, di forma rettangolare, sono le seguenti: lunghezza 208 mm, larghezza 85 mm, spessore 20 mm. Le condizioni sperimentali per l’acquisizione sono indicate in tabella 6. La figura 16 mostra lo scambiatore dentro la camera del tomografo.

Tabella 6. Condizioni sperimentali per l’acquisizione dello scambiatore in acciaio Inox 316

Sorgente	Micro-Fuoco	Marca	Gilardoni
KV	200	mA	3,5
Macchia Focale	0,15 mm	Pixel	0,1 mm
Proiezioni	1000	FOD	405,8 mm

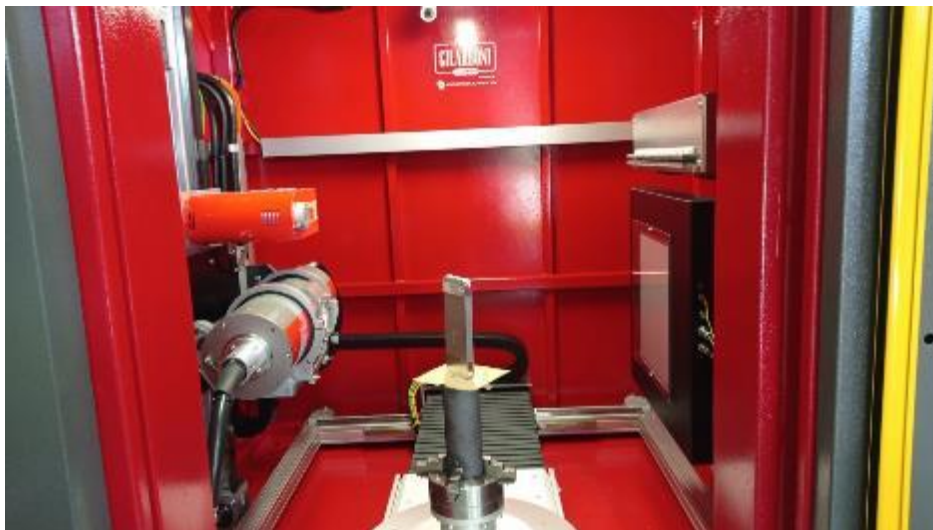


Figura 16. Posizionamento dello scambiatore in acciaio dentro la camera del tomografo

In Figura 17 è mostrata sia l’immagine del modello stl dello scambiatore di calore, sia quella della ricostruzione tomografica, ottenuta mediante l’utilizzo del software di ricostruzione di immagini. In quest’ultimo caso, le condizioni operative non hanno permesso una ricostruzione completa del componente, ma una “visione” limitata della struttura interna, per via delle grandi dimensioni del componente stesso.

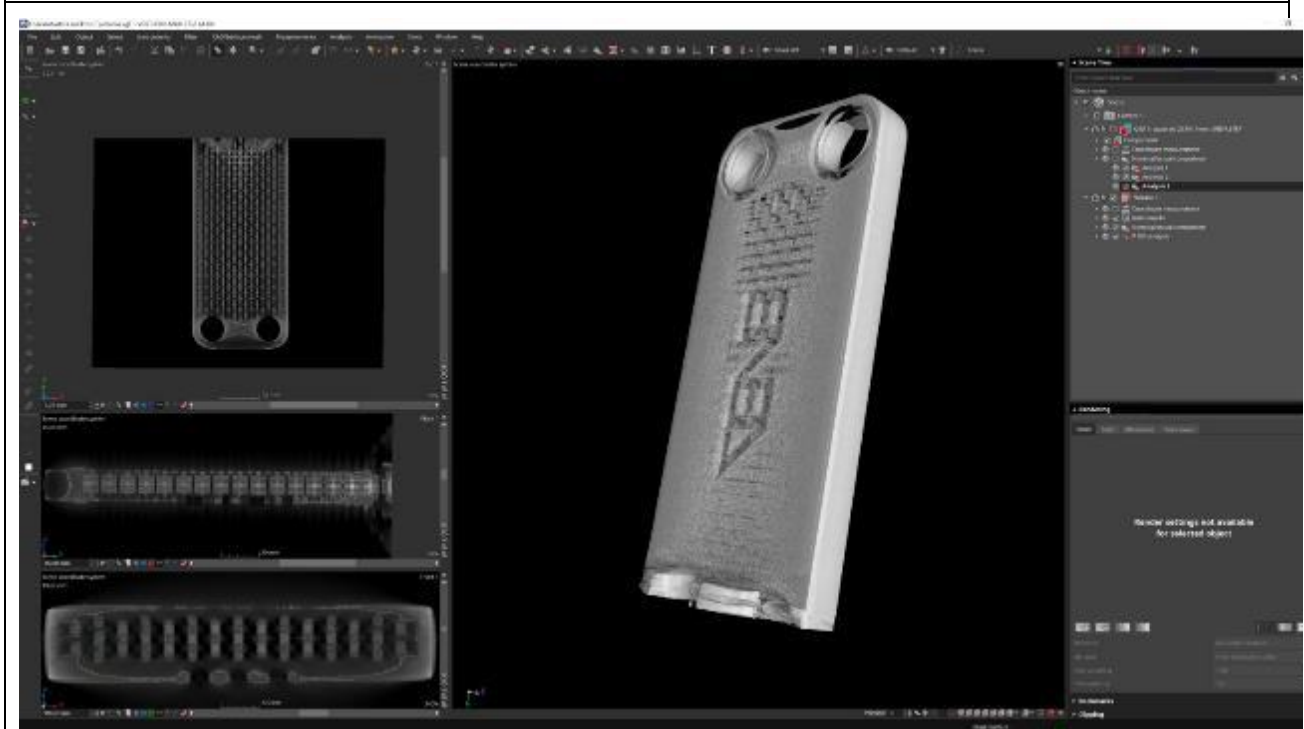
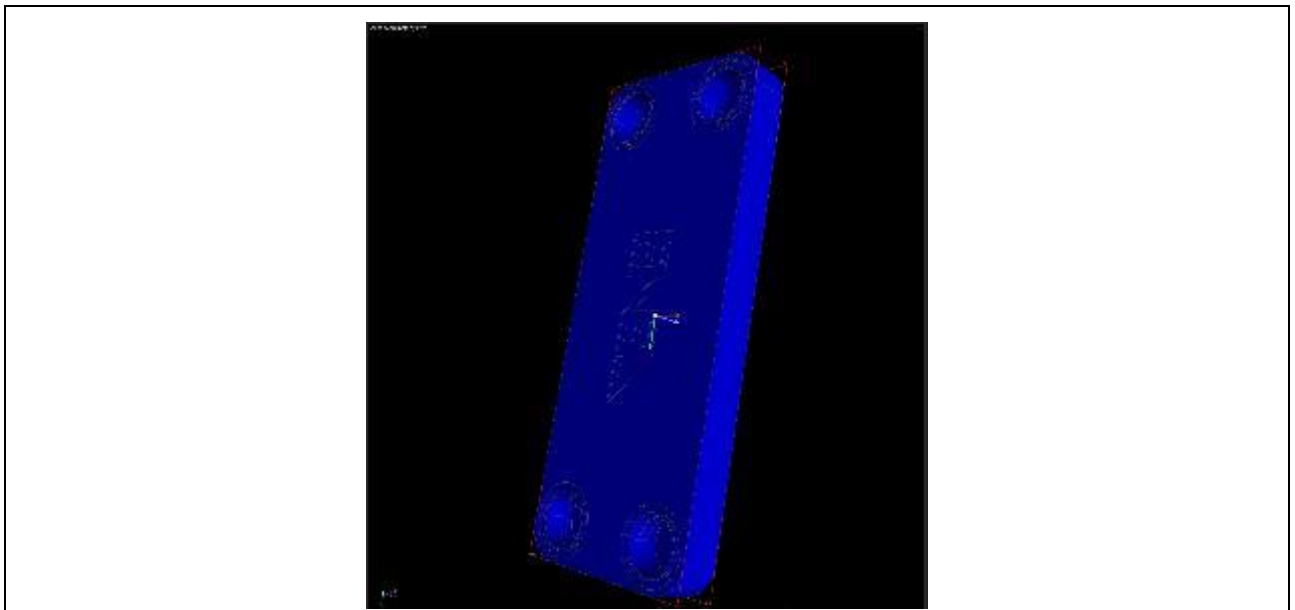


Figura 17. In alto modello STL dello scambiatore; in basso: ricostruzione tomografica dello stesso pezzo.

2.3.1 Analisi a ultrasuoni

La composizione del sistema automatico per le indagini ultrasonore, su componenti realizzati mediante additive manufacturing, è stato già descritto nel rapporto sulle attività condotte nella linea 3.8, il quale richiama anche i principi della tecnica e le sue diverse modalità operative. Nella tabella 7 sono elencati i dati relativi alla strumentazione e i parametri utilizzati per la scansione con sonda ultrasonora. In Figura 18 è visibile una schermata del software di controllo del segnale ultrasonoro.

Tabella 7. Strumentazione e parametri utilizzati per la scansione con sonda ultrasonora

Equipment	JSR DPR 500	Technics:	Pulse-Echo
Probe	Aerotech	Frequency	15 MHz
Diameter	6 mm	Lunghezza focale	20 mm
Coupling	immersion	Step X,Y	0,1 - 0,1
System Automatic	4 degree of	XYZ	Rotating Table

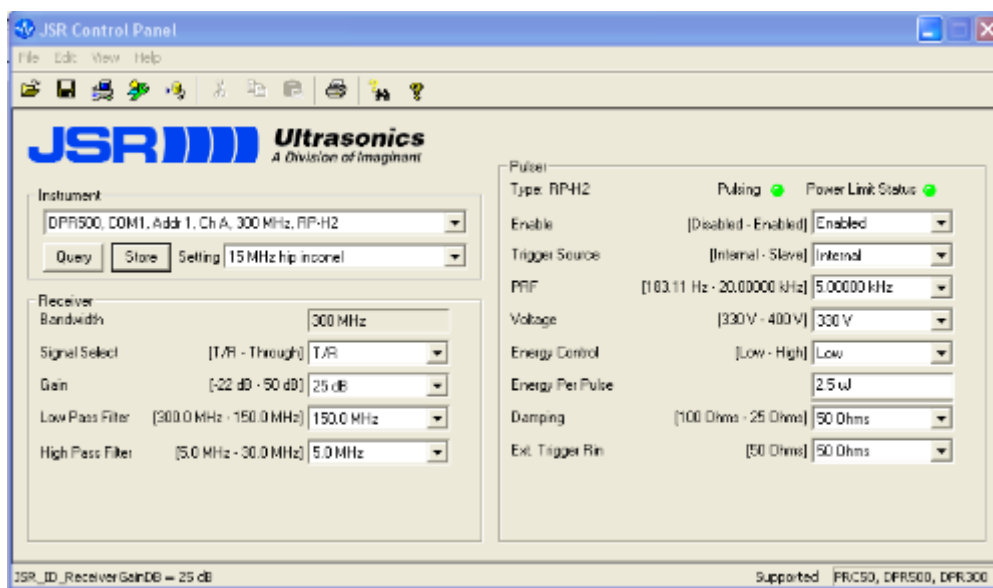


Figura 18: schermata del software di controllo del segnale ultrasonoro

La figura 19 mostra due foto riprese durante l'indagine della piastrina usata per le indagini preliminari e dello scambiatore in acciaio. I principali risultati della scansione ultrasonora effettuata sono riassunti con l'aiuto delle figure 20 - 23.

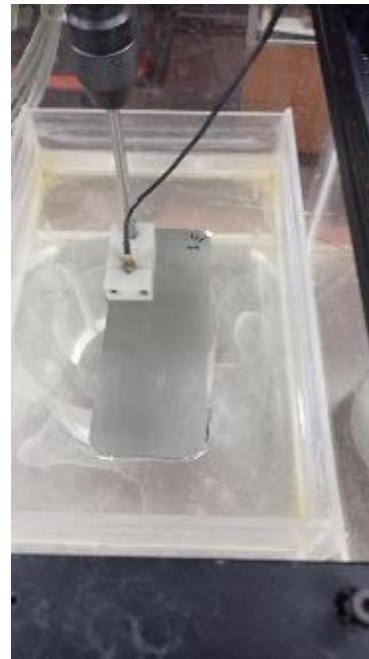
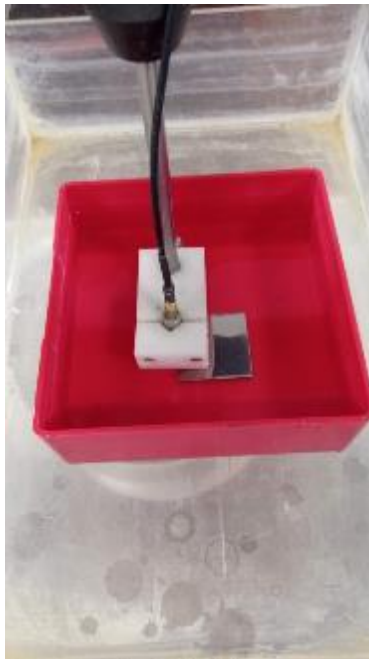


Figura 19. Immagine dell'indagine ultrasonora effettuata sulla piastrina (sx) e sullo scambiatore (dx) realizzati in lega metallica.

Le scansioni hanno permesso di rilevare piccoli difetti presenti all'interno della piastrina (figure 20 – 22).

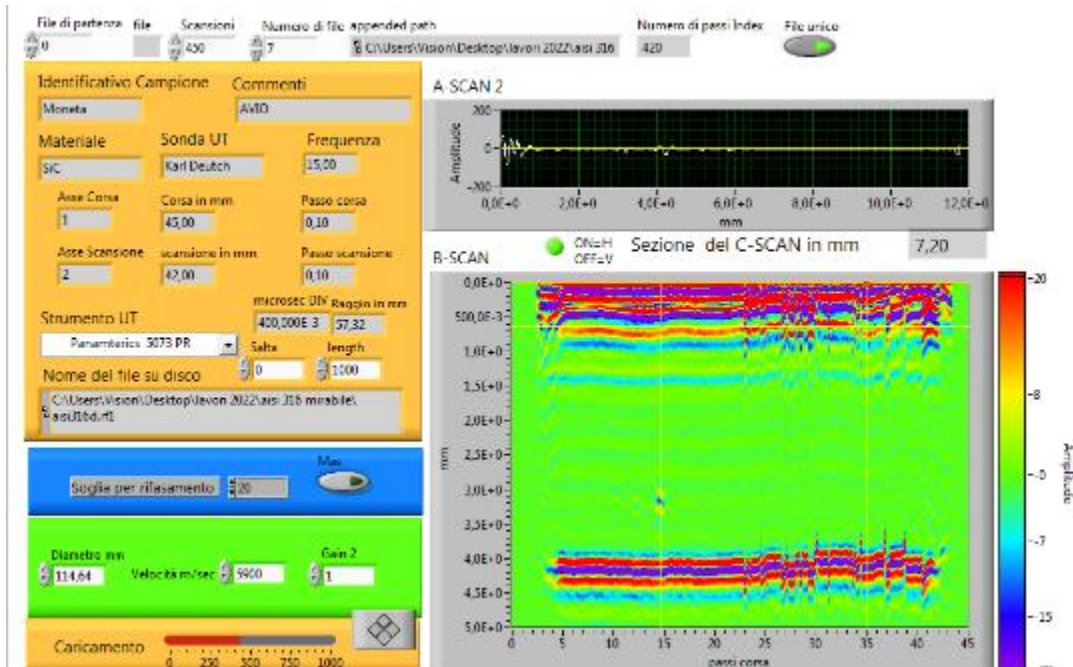


Figura 20. Parametri di misura e di elaborazione. La mappa di sezione o B-scan è focalizzata su un difetto interno a circa 3 mm dalla superficie di ispezione

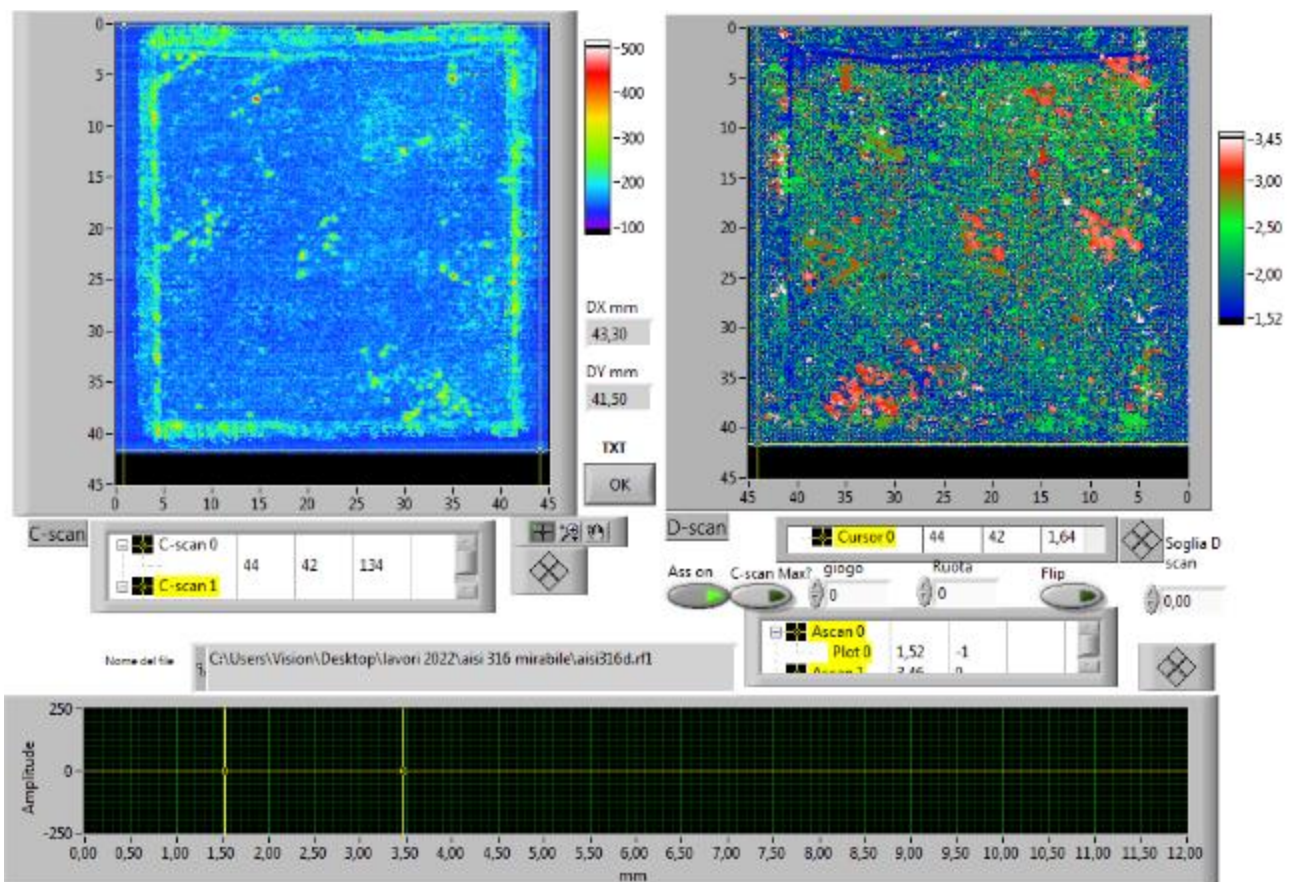


Figura 21. Mappa C-scan dell'interno del volume totale con i difetti.

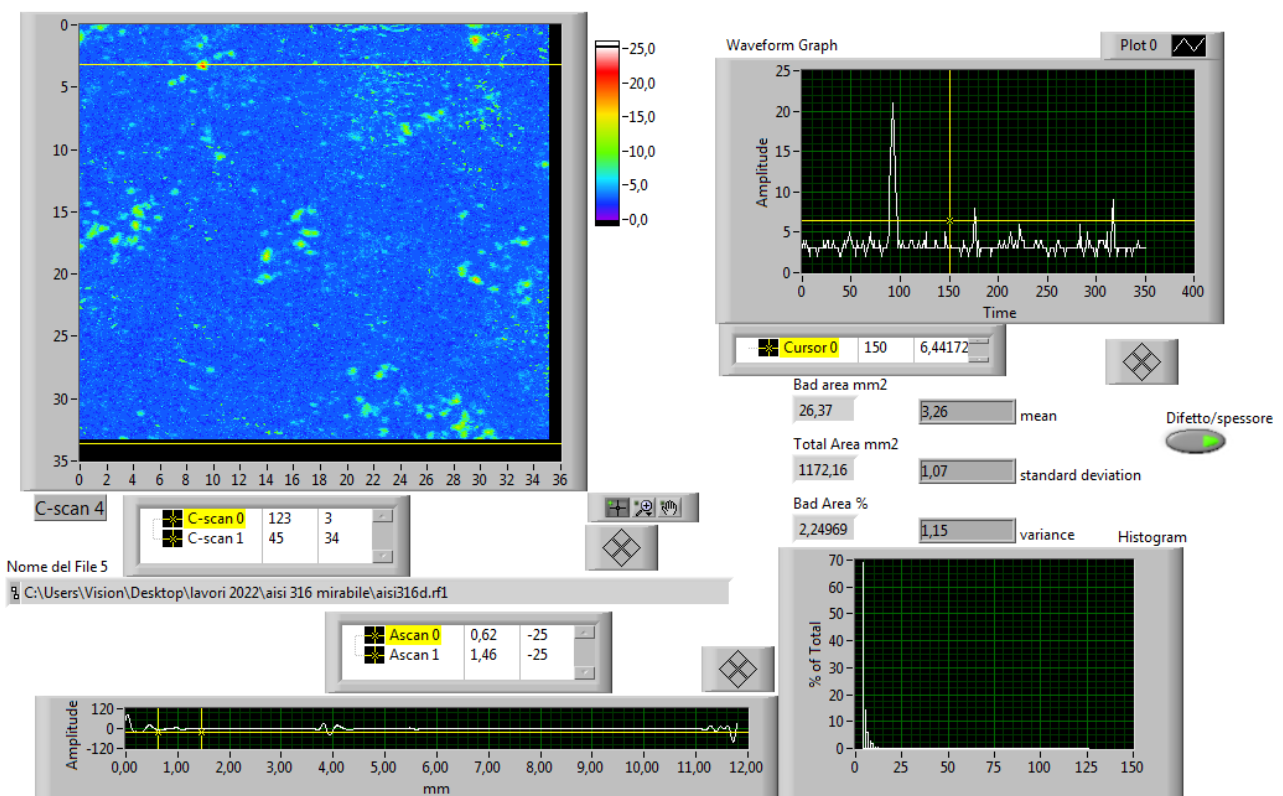


Figura 22. Conteggio difetti e porosità pari al 2,25 % del volume controllato.

Le indagini condotte sullo scambiatore, con la scelta di opportuni parametri (Figura 23) hanno permesso di evidenziarne in parte la struttura interna, seppur con un rumore elevato.

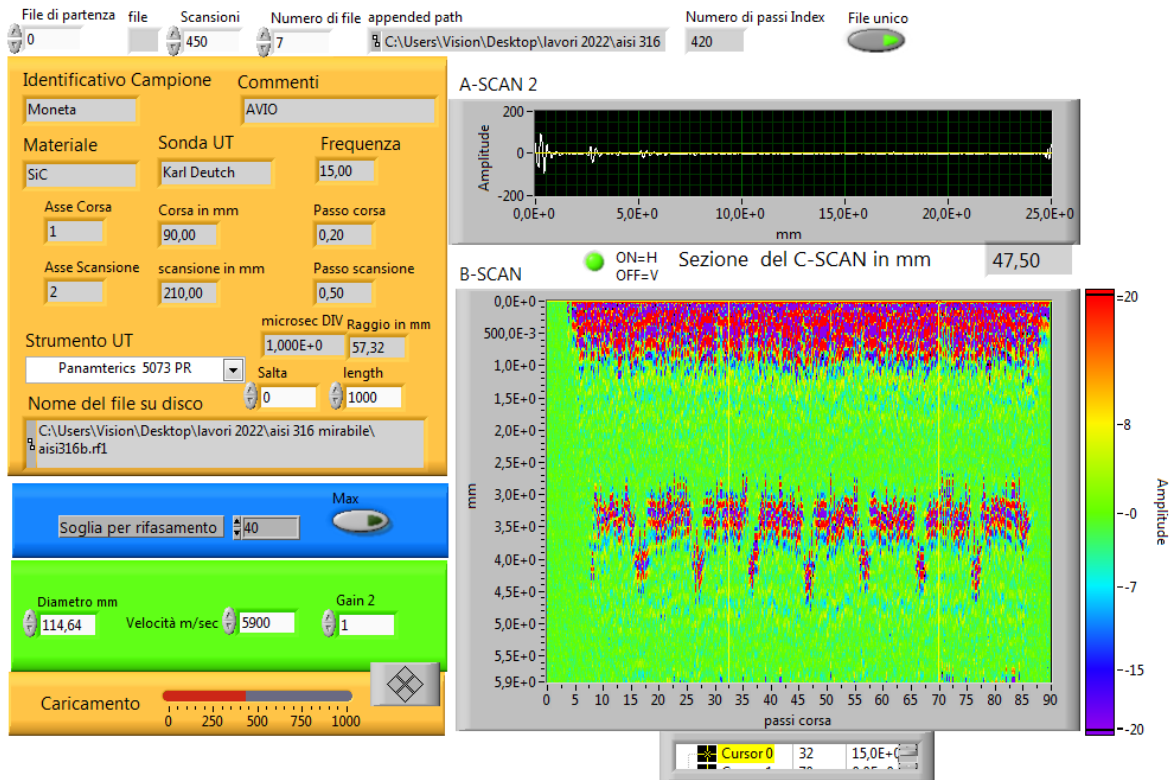


Figura 23. Parametri di misura e ricostruzione relativi alla scansione dello scambiatore

In Figura 24 è visibile il risultato dell'indagine ultrasonora della superficie dello scambiatore (lato posteriore). I segnali rilevati possono essere degli artefatti e devono essere opportunamente interpretati. In questo caso infatti le striature in giallo corrispondono ai segnali generati dalla geometria interna, piuttosto che alla presenza di difetti quali porosità. Sono state individuate alcune anomalie, associabili probabilmente alla presenza di piccoli residui di polvere nei canali, visibili in Figura 26. Infine, in tabella 8 sono messi a confronto i risultati ottenuti mediante le diverse tecniche di scansione, tomografia e ultrasuoni, in termini di porosità percentuale, nel caso della piastrina e dello scambiatore.

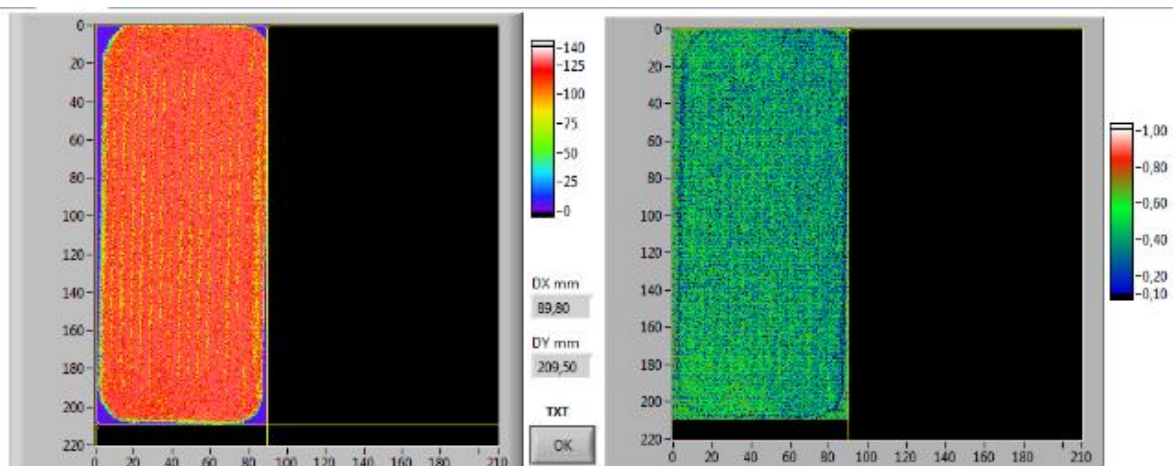


Figura 24. Eco di superficie lato posteriore

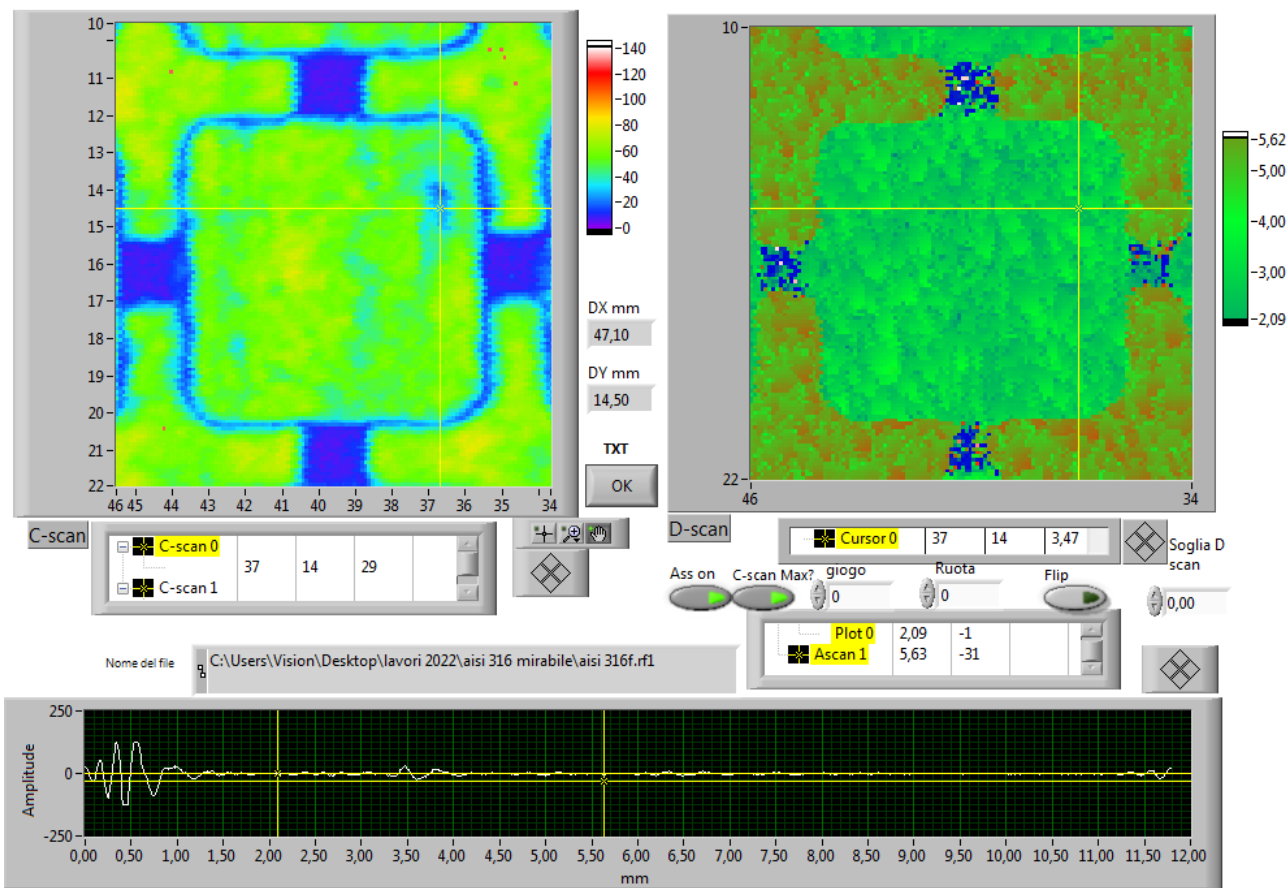


Figura 25. Un eco di superficie interna non omogenea dovuto alla presenza di residui di polvere

Tabella 8. Confronto risultati su mancanza di densità e porosità totale tra tomografia X e indagini UT

	Mancanza di densità	TAC (raggi X)	UT
Piastrina	2,6 %	0,95 %	2,25 %
	Mancanza di densità	UT 3 mm	UT 5 mm
Scambiatore		2,7 %	1,75 %

2.4 METODOLOGIE SPERIMENTALI PER LA VALUTAZIONE DELLA QUALITÀ DEI COMPONENTI. TEST MECCANICI E TERMICI

2.4.1 Prove di trazione a temperatura

I campioni metallici, in lega Ti6Al4V, per le prove meccaniche di trazione in temperatura sono stati già descritti nel rapporto tecnico relativo al secondo anno di progetto (LA3.8). In tabella 9 sono riportati, per ogni campione, temperatura di esecuzione della prova, tensione di scostamento dalla proporzionalità allo 0,2%, tensione massima, modulo elastico, allungamento a rottura percentuale e riduzione di sezione percentuale. Il valore del modulo elastico è stato ricavato mediante regressione lineare nel tratto rettilineo ad inclinazione positiva nel grafico Tensione-Deformazione. La tabella contiene tanto i dati a temperatura ambiente, già pubblicati nel precedente rapporto tecnico, che quelli alla temperatura di 400 °C, per facilitarne il confronto (NH: Non Hippato; H: Hippato).

Tabella 9: Risultati delle prove di trazione

Camp.	Temp. (°C)	Snerv. (Mpa)	UTS (Mpa)	E (GPa)	A(%)	Z (%)
NH1	23	876	1022	116	17	30
NH2	23	856	1025	118	18	33
NH3	23	870	1029	117	17	26
NH4	400	503	713	102	23	55
NH5	400	482	700	99	22	54
NH6	400	490	702	98	22	56
H1	400	462	676	92	23	58
H2	400	478	686	99	22	58
H3	400	480	698	99	22	57
H4	23	840	1000	117	15	27
H5	23	880	994	113	16	24
H6	23	849	997	114	16	24
21	23	895	1025	118	21	45
22	23	902	1020	117	20	44
24	400	500	690	96	23	57
25	400	515	704	101	23	58
26	400	516	705	100	25	58

È evidente come a 400 °C avvenga un cambiamento nel comportamento meccanico della lega: la tensione massima, il limite di snervamento allo 0,2 di allungamento ed il modulo di Young tendono a diminuire all'aumentare della temperatura. L'allungamento a rottura percentuale e la riduzione di sezione subiscono un aumento dei valori alla temperatura di 400°C. La figure 26 e 27 rappresentano i due grafici che riportano la tensione nel provino alla corsa del pistone (mediante cui si impone la trazione a velocità predefinita) riferiti rispettivamente ad una prova condotta a 23°C ed una a 400°C: per quest'ultima temperatura si può notare la strizione, un allungamento a rottura percentuale maggiore ed il raggiungimento di una tensione massima minore; questi effetti sono dovuti ad una maggiore plasticizzazione del materiale.

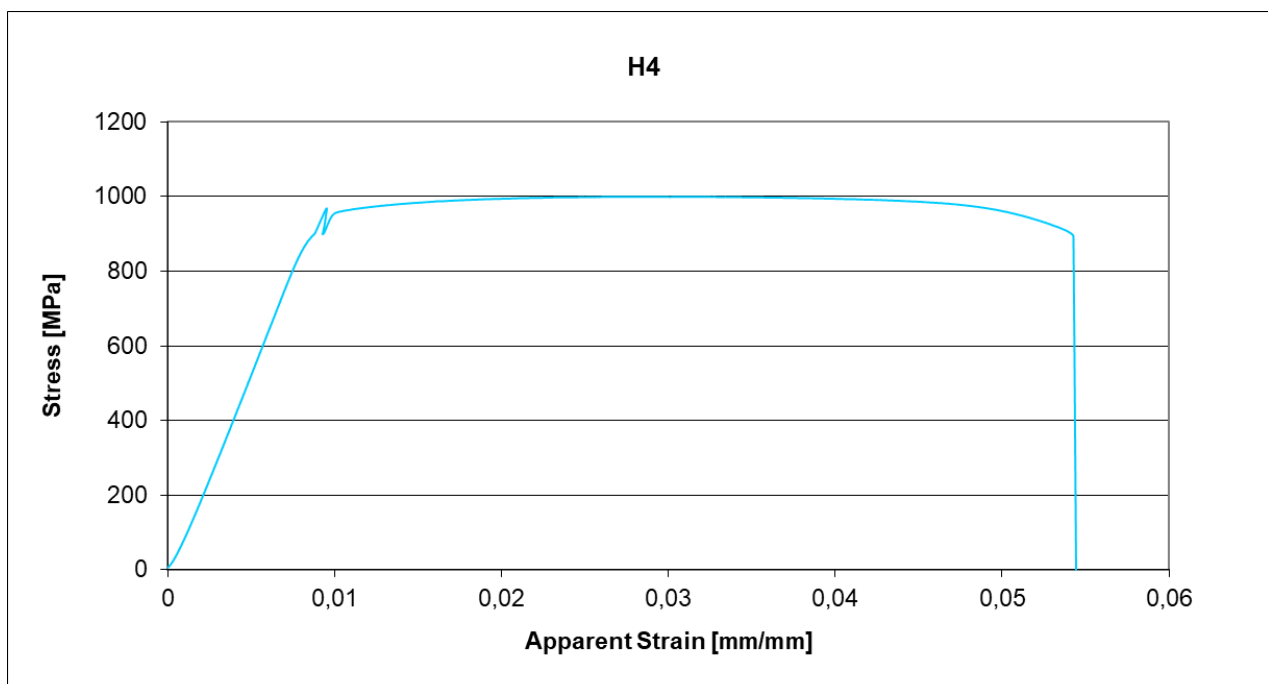


Figura 26. Tensione in funzione della corsa del pistone, prova a 23 °C

La figura 28 mostra la foto di un provino dopo prova di trazione a 400 °C.

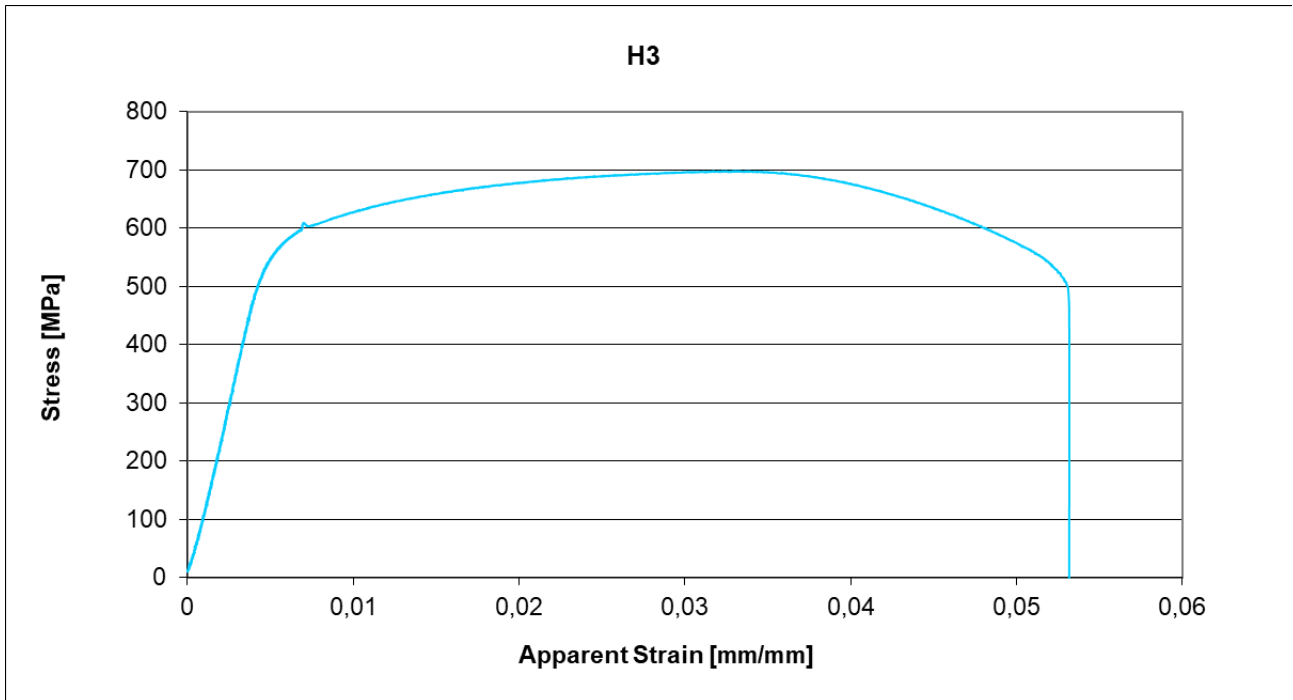


Figura 27. Tensione in funzione della corsa del pistone, prova a 400 °C

Il comportamento meccanico dei campioni realizzati mediante il processo EBM a temperatura ambiente e a 400°C sono prossimi ai quelli della lega Ti6Al4V dopo solubilizzazione e invecchiamento e superiori a quelli della stessa lega ricotta. [6]. In figura 28 è mostrato il provino H3 dopo la prova meccanica di trazione a 400°C mentre in figura 29 sono riportate le immagini delle zone di frattura dopo le prove di trazione a 400°C. Anche in questo caso è osservabile una frattura duttile di tipo “cono-coppa”. A causa della temperatura la strizione è maggiore rispetto alle prove effettuate a temperatura ambiente.



Figura 28. Provino H3 dopo prova meccanica di trazione a 400°C

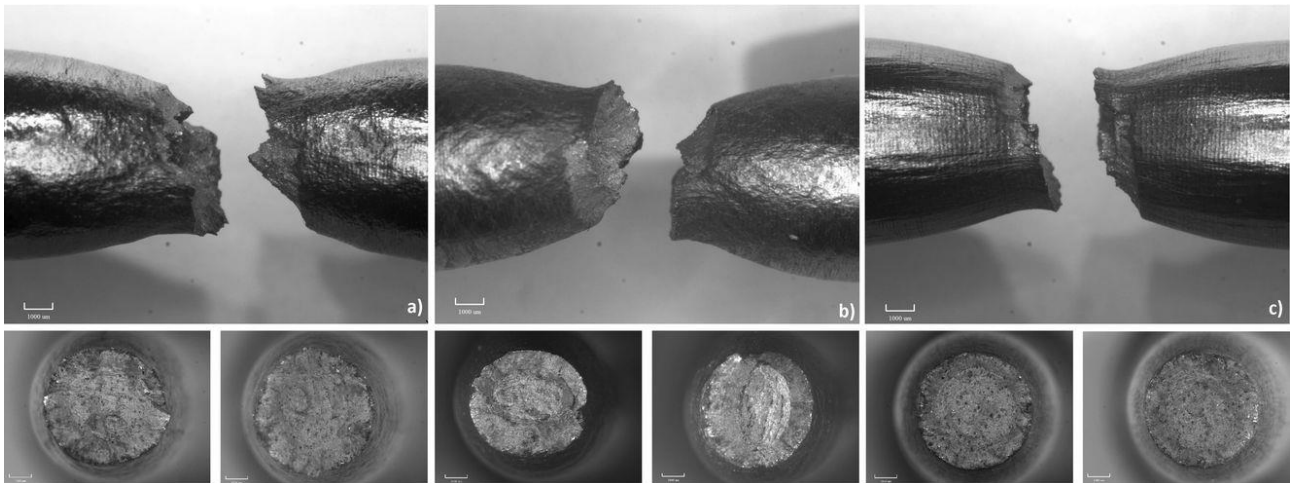


Figura 29: immagini al microscopio ottico, delle zone di frattura dopo le prove meccaniche a 400°C. Campioni con asse ortogonale alla direzione di crescita: NH_⊥, a); H_⊥, b). Campione con asse parallelo alla direzione di crescita NH_∥: c) (dimensione del marker 1 mm).

2.4.1 Prove meccaniche di fatica oligociclica

Dopo la caratterizzazione termomeccanica a trazione sono state effettuate prove di fatica oligociclica “Low Cycle Fatigue” a temperatura ambiente in accordo alla normativa di riferimento ASTM E606-04 [7], e a deformazioni, riportate in tabella 10, tali da ottenere rotture dei campioni entro 1000÷10000 cicli.

Tabella 10: deformazioni in prove di fatica oligociclica “low cycle fatigue” a temperatura ambiente

$\Delta\varepsilon$ [%]	1,8	1,6	1,4	1,3	1,2
-------------------------	-----	-----	-----	-----	-----

Si è utilizzata una macchina di prova materiali MTS con cella di carico a fondo scala di 100 kN [8] attrezzata con 2 afferraggi opportunamente raffreddati per prove ad alte temperature (Figura 30) di cui, quello inferiore, dotato di un sistema di centraggio per una corretta distribuzione del carico (coassiale all’asse del provino). Per la misura di deformazione è stato utilizzato un estensometro MTS modello 632.53F-14.

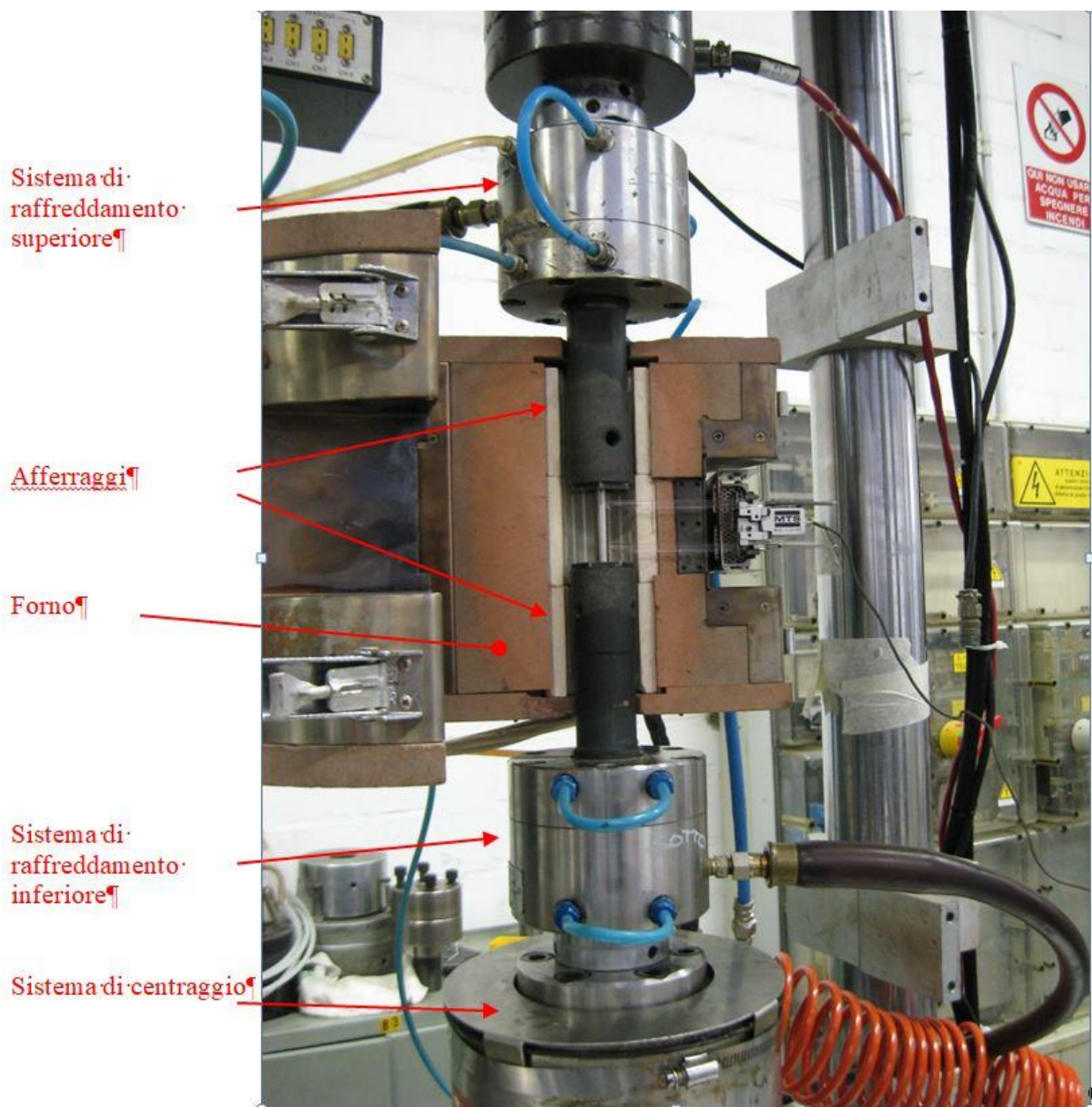


Figura 30 – Assemblaggio di prova LCF

Le condizioni di prova sono le state le seguenti:

- Prove in controllo di deformazione;
- Sollecitazione alternata simmetrica con $R=-1$;
- Velocità di applicazione della deformazione $\dot{\epsilon} = 0,01s^{-1} = 0.01 s^{-1}$.
- Livelli di deformazione totale applicata scelti in modo da ottenere durate all'interno del range 1000-10000 cicli a rottura.

Le dimensioni dei provini e le tolleranze geometriche sono riportate in figura 31.

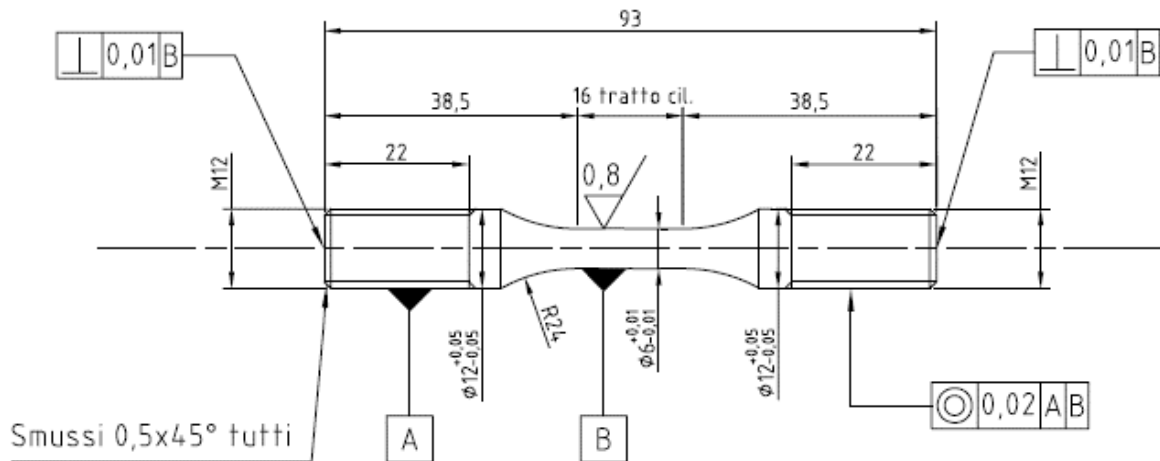


Figura 31. Dimensioni e tolleranze geometriche dei provini per prove di LCF



Figura 32 –Provini hippati per prove di LCF; quelli non hippati in foto appaiono identici

Ad ogni ciclo sono stati acquisiti il valore massimo ed il valore minimo di deformazione con il corrispondente carico applicato al provino, corsa del pistone e tempo trascorso da inizio prova. A intervalli regolari di 200 cicli sono stati acquisiti i dati con una frequenza di 10Hz per monitorare l'andamento dei cicli di isteresi dei provini.

Per ogni campione sono state condotte 3 misure diametrali per 3 sezioni diverse della parte calibrata del provino, ed è stata poi effettuata una media sui valori letti. Come valore di sezione media su cui calcolare la tensione di prova è stata poi considerata quella relativa al diametro medio più prossimo alla sezione di rottura. A montaggio del campione avvenuto, si è impostata la coassialità dell'assemblaggio di prova

utilizzando il sistema di centraggio a metallo di Wood. E' stato infine applicato il ciclo di sollecitazione in controllo di deformazione.

Le tabelle 11 e 12 riportano i dati ottenuti dalle prove di fatica oligociclica per ciascun campione: sigla identificativa del campione, diametro medio misurato prima della prova in corrispondenza della sezione di rottura, sezione media misurata prima della prova in corrispondenza della zona di rottura, strain rate, strain ratio, deformazione totale ed infine è riportato il ciclo a cui è avvenuta la rottura del campione (annullamento del carico in trazione).

Tabella 11-Dati ricavati per ciascuna prova dei campioni Hippati

Provino	$\phi_{\text{min medio}}$	Sezione	Strain Rate	Strain Ratio	Def. tot	Nf
					$\Delta\epsilon_T$	
Sigla	[mm]	[mm ²]	[s ⁻¹]	[R]	[%]	[n°]
25	5,91	27,39	0,01	-1	1,2	12488
47	5,96	27,90	0,01	-1	1,2	10993
46	5,97	27,99	0,01	-1	1,2	13616
52	5,92	27,48	0,01	-1	1,3	6714
32	5,92	27,53	0,01	-1	1,3	8013
27	5,89	27,25	0,01	-1	1,4	4728
42	5,96	27,85	0,01	-1	1,4	6685
22	5,92	27,48	0,01	-1	1,4	4825
41	5,95	27,81	0,01	-1	1,6	2963
58	5,98	28,09	0,01	-1	1,6	2803
38	5,95	27,81	0,01	-1	1,6	3206
26	5,96	27,90	0,01	-1	1,8	1851
24	5,93	27,57	0,01	-1	1,8	1315
34	5,96	27,90	0,01	-1	1,8	1596
55	5,95	27,76	0,01	-1	2,0	1058

Tabella 12. Dati ricavati per ciascuna prova dei campioni non Hippati

Provino	$\phi_{\text{min medio}}$	Sezione	Strain Rate	Strain Ratio	Def. tot	Nf
					$\Delta\epsilon_T$	
Sigla	[mm]	[mm ²]	[s ⁻¹]	[R]	[%]	[n°]
15	5,97	27,99	0,01	-1	1,2	12125
26	5,95	27,76	0,01	-1	1,2	11601
54	5,97	27,99	0,01	-1	1,3	8632
12	5,97	27,95	0,01	-1	1,3	8328
56	5,94	27,71	0,01	-1	1,4	4051
37	5,96	27,90	0,01	-1	1,4	4126
35	5,97	27,99	0,01	-1	1,6	2773
51	5,97	27,99	0,01	-1	1,6	3070
32	5,98	28,09	0,01	-1	1,8	1610
17	5,97	27,99	0,01	-1	1,8	798
38	5,96	27,90	0,01	-1	1,8	1466

Per facilitare la comprensione dei risultati raggiunti, i valori riportati nelle tabelle 11 e 12 sono stati anche rappresentati nei grafici di figura 33 e 34 rispettivamente.

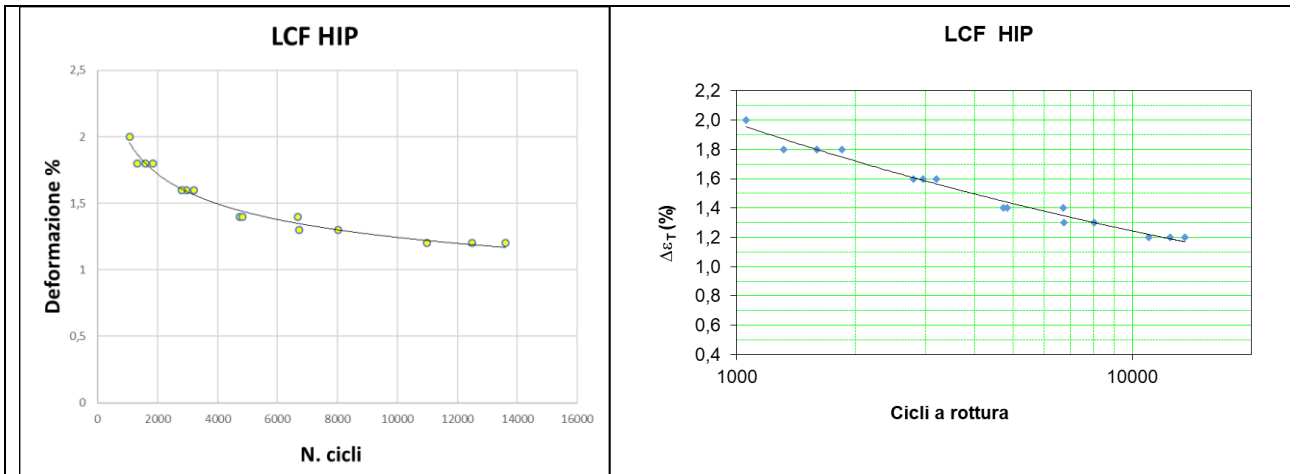


Figura 33. Deformazione totale in funzione al numero di cicli a rottura dei campioni HIP

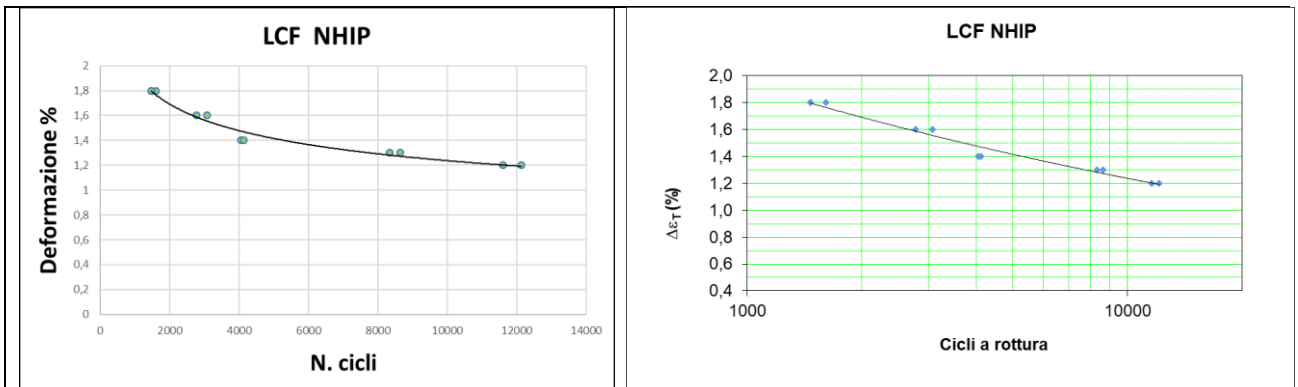


Figura 34. Deformazione totale in funzione al numero di cicli a rottura dei campioni NHIP

Infine viene riportato, come esempio, il ciclo di isteresi di una prova per entrambi i casi (Figura 35).

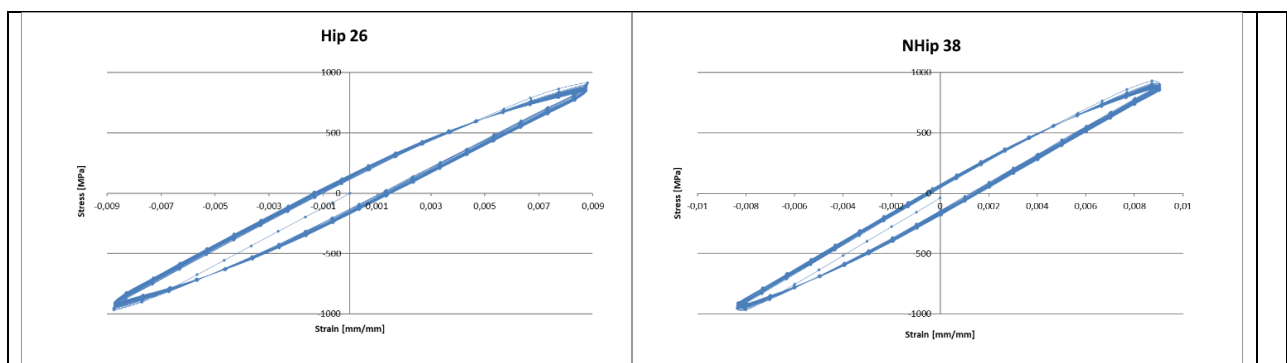


Figura 35. Ciclo di isteresi del campione 26 Hip e del campione 38 NHIP

Riassumendo, relativamente alle prove di fatica oligociclica, sul totale dei test effettuati, si può affermare che:

- a 20°C la lega metallica Ti6Al4V ottenuta con una stampante 3D per "Additive Manufacturing" ha una vita a fatica oligociclica di circa 1500 cicli in corrispondenza di deformazioni totali del 1,8% e di circa 12000 cicli in corrispondenza di deformazioni totali del 1,2%;

- confrontando i risultati ottenuti di rottura per fatica nelle diverse condizioni di prova della lega metallica Ti6Al4V ottenuta per “Additive Manufacturing”, non si evidenzia una sostanziale differenza della vita media fra i campioni Hippati e non Hippati;
- la lega metallica Ti6Al4V ottenuta per “Additive Manufacturing” che non ha subito trattamento di Hippatura “NHIP”, in regime di Low Cycle Fatigue, ha manifestato una maggiore tendenza di rotture improvvise al momento dell’innesco di una cricca, ipoteticamente riconducibili alla presenza di microporosità o inclusioni che vanno a compromettere drasticamente la resistenza a fatica del materiale.

2.5 INDAGINI MICROSTRUTTURALI CAMPIONI PREPARATI MEDIANTE TECNOLOGIA ADAM

La tecnologia ADAM, Atomic Diffusion Additive Manufacturing, e la tecnologia BMD, Bound Metal deposition consentono di stampare componenti in lega metallica a partire da filamenti di materiale composito, caricati fino al 60% in peso di particelle metalliche. Queste particelle sono in genere ottenute mediante gas atomizzazione e presentano una dimensione molto fine, anche inferiore a μm . I filamenti vengono sostanzialmente estrusi mediante stampanti di tipo FDM. Dopo la stampa al fine di rimuovere i polimeri e le cere presenti nei filamenti, e utilizzati come leganti delle particelle metalliche, i componenti vengono lavati in un opportuno solvente e asciugati. Successivamente questi subiscono un processo di “sintering” per avere la rimozione completa del polimero e la successiva fusione delle particelle.

Le due tecnologie sono state realizzate dalla Markforged e dalla Desktop Metal rispettivamente. Per avere un quadro più ampio sulle tecnologie additive che consentono di produrre componenti in materiale metallico sono stati caratterizzati, dal punto di vista microstrutturale, alcuni campioni prodotti mediante tecnologia ADAM. I materiali utilizzati sono il 17-4 PH e l’In 625. Le composizioni chimiche dichiarate dal costruttore della macchina sono riportate nella tabella 13.

Tabella 13: composizione delle leghe 17-4 PH e In 625

17-4 PH		In 625	
Elemento	% in peso	Elemento	% in peso
Cr	15-17.5	Cr	20-23
Ni	3-5	Mo	8-10
Cu	3-5	Fe	Max 5
Si	Max 1	Nb	3.15-4.15
Mn	Max 1	Co	Max 1
Nb	0.15-0.45	Mn	Max 0.5
C	Max 0.07	Si	Max 0.5
P	Max 0.04	Al	Max 0.4
S	Max 0.03	Ti	Max 0.4
Fe	bal	P	Max 0.015
		S	Max 0.015
		Ni	bal

I campioni stampati, lavati e dopo “sintering” sono stati sezionati per lo studio della microstruttura e della presenza di porosità e inclusioni. E’ possibile notare in figura 36 la presenza di una porosità distribuita all’interno dei due campioni. Mediante analisi di immagine è stata determinata la distribuzione e la dimensione media dei diametri delle porosità e delle inclusioni presenti. Nei due casi risulta una porosità media analoga, intorno a $1 \mu\text{m}$, ma il campione in In 625 presenta una distribuzione leggermente più ampia (fino a $9 \mu\text{m}$) e alcune porosità e inclusioni con dimensioni intorno a $3.5 \mu\text{m}$. Queste porosità, seppur di

dimensione inferiore rispetto a quelle riscontrate nei campioni prodotti mediante EBM, sono presenti in numero superiore.

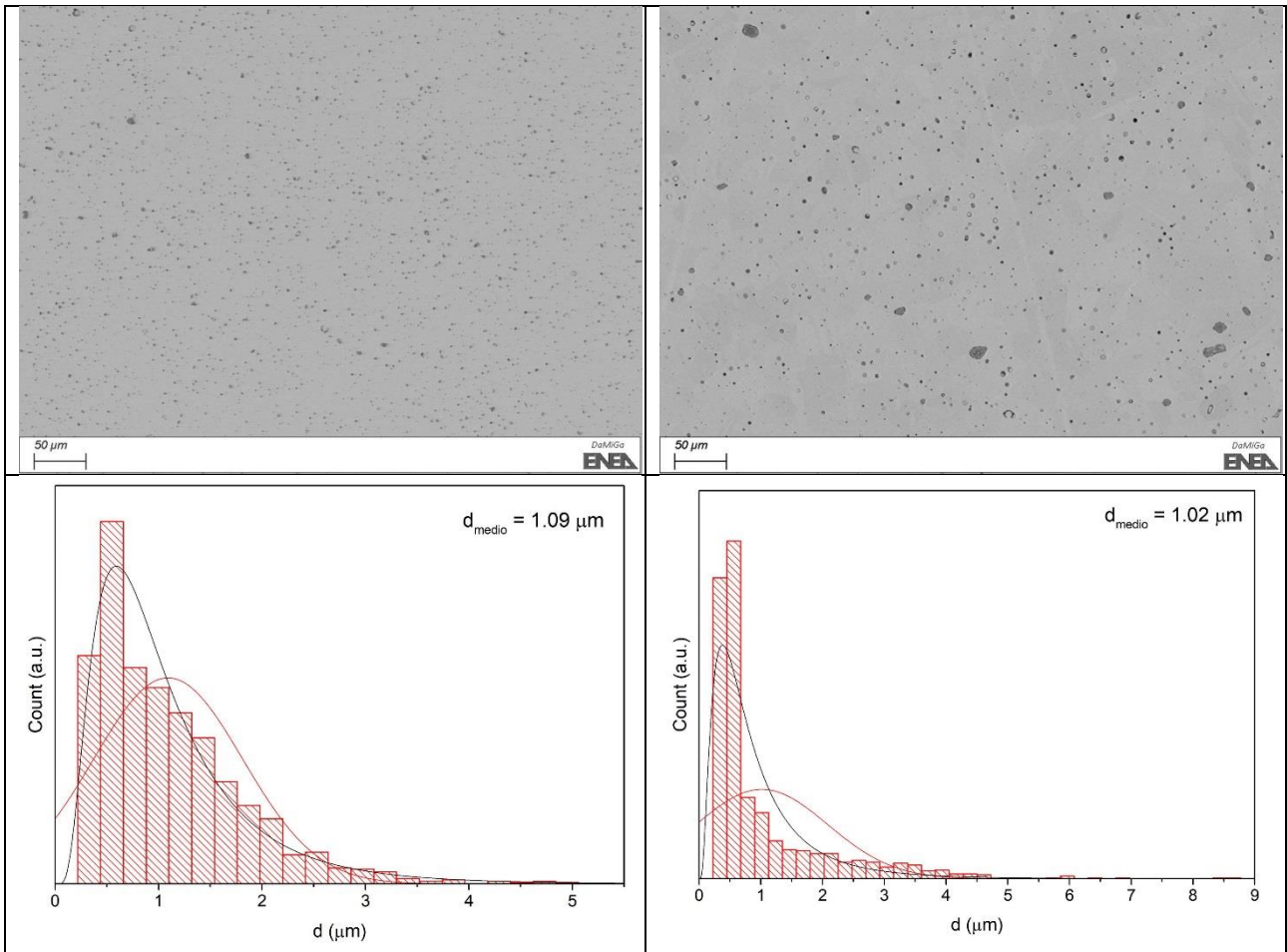


Figura 36: Immagini SEM dei campioni in lega 17-4 PH (sinistra) e In 625 (destra). In basso nella figura è riportata la distribuzione delle porosità e delle inclusioni.

All'interno dei campioni stampati mediante tecnologia ADAM sono stati inoltre riscontrati alcuni difetti dovuti probabilmente alla fase di stampa. Queste porosità sono infatti dovute a un non perfetto accoppiamento degli strati successivi di stampa e hanno dimensioni molto più ampie rispetto alle precedenti e forma non sferica. Sono inoltre distanziati in maniera regolare di circa 130 μm (figura 37).

Le inclusioni presenti sono risultate essere nella maggior parte dei casi ossidi ricchi in cromo.

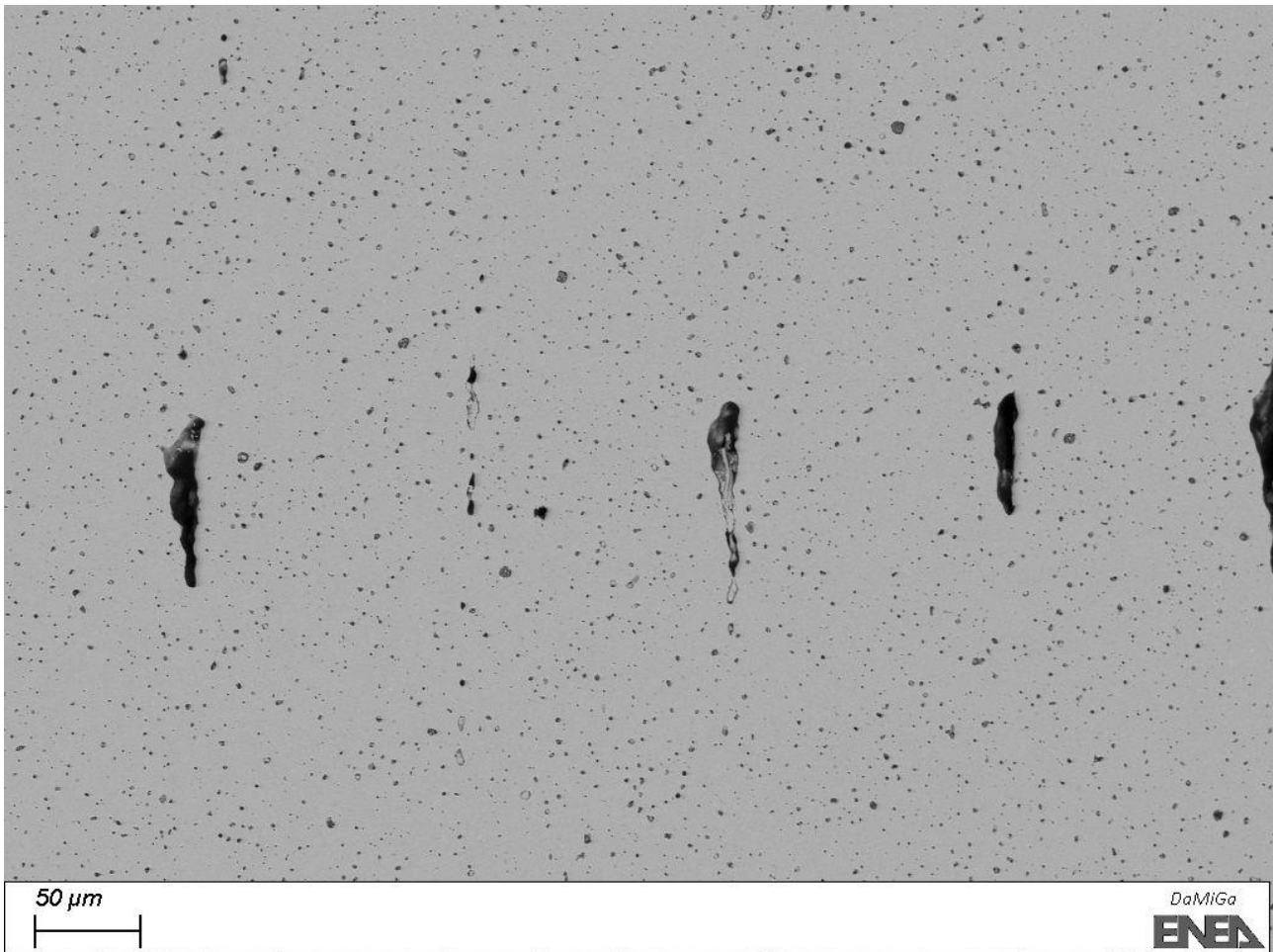


Figura 37: porosità macroscopiche presenti nel campione in 17-4 PH stampato mediante ADAM.

2.6 NUOVO SET-UP SPERIMENTALE PER CONTROLLI NON DISTRUTTIVI MEDIANTE TERMOGRAFIA ATTIVA

Uno degli obiettivi di ricerca dell'ENEA nel corrente progetto "Materiali di frontiera per usi energetici" era quello di qualificare mediante controllo termografico campioni metallici realizzati con tecnologie di additive manufacturing. Anche in questo caso, il fine dei controlli non distruttivi termografici era la ricerca e individuazione di difetti e/o anomalie superficiali e sub-superficiali su diversi tipi di provini in leghe metalliche di titanio (si legga a tale proposito quanto scritto nella relazione tecnica LA7 relativa al primo anno di attività). Per svolgere questo compito è stato necessario integrare la strumentazione esistente con un adatto sistema di eccitazione termica. Infatti, l'ENEA aveva già a disposizione una termocamera FLIR modello SC7200, presso il Centro Ricerche di Brindisi, ed è stato quindi necessario dotarsi di una sorgente termica opportuna. Allo scopo, si sono valutate diverse sorgenti di eccitazione termica, tra cui una laser e una flash. Limitazioni al bilancio disponibile hanno fatto optare per una sorgente flash, dotata di energia pari almeno a 5000 J. Sul mercato non esistono soluzioni già pronte chiavi in mano di tali sistemi di eccitazione termografica con lampada flash, in quanto i vari componenti devono essere configurati secondo le specifiche del cliente, in particolare per potersi interfacciare con la termocamera disponibile. Di conseguenza, la soluzione è stata quella di acquistare un kit di eccitazione termica mediante lampada flash, con i vari componenti necessari per realizzare il sistema prototipale completo e provvedere in ENEA al montaggio e al collegamento delle parti tra loro e con la strumentazione già presente.

Il sistema consiste di lampada flash, supporto e generatore flash ed è in grado di interfacciarsi con il sensore termografico a disposizione del laboratorio (Figura 38). Esso è adatto all'ispezione di componenti di diverse dimensioni. L'interfaccia di comunicazione con il sensore termografico è stata personalizzata e messa

a punto dal rivenditore per permettere lo scambio di segnali I/O fra i componenti del sistema termografico integrato. Pertanto, preliminarmente, ENEA ha comunicato alla ditta informazioni dettagliate relative alla propria strumentazione e la stessa ha provveduto ad effettuare le operazioni di configurazione e impostazione dei parametri atte all'integrazione del kit flash con il sistema termografico a disposizione. Il sistema di eccitazione termica è composto da:

- interfaccia di comunicazione con il sensore termografico Teledyne Flir
- torcia flash da 6000 J completa di parabola 18 cm
- generatore flash 6000 J
- supporto flash stativo, modello large (120-290 cm).

E' stato messo a punto un setup sperimentale mediante termografia attiva in riflessione utilizzando la sorgente flash, per rilevare difetti volumetrici in campioni metallici realizzati per additive manufacturing (Figura 39). Alcune prove preliminari sono state effettuate su un campione tal quale (dischetto), ma l'elevata rugosità non ha permesso di rilevare segnali significativi. E' stata quindi effettuata una prova anche su un campione lucidato e inglobato, ma neanche in questo caso sono stati rilevati difetti significativi, a causa dell'eccessiva riflessione del campione di prova. Alla luce di queste difficoltà, si è deciso di utilizzare un campione di quelli usati per calibrare la tecnica termografica, avente difetti artificiali (di forma cilindrica), in AISI 316L realizzato per Laser Powder Bed Fusion (L-PBF). I dati sono stati elaborati con il software IRTA 2, sviluppato da DES. IRTA 2 è un software per l'acquisizione e l'analisi dei dati termografici di controlli non distruttivi, il monitoraggio di processo e l'analisi degli stress. IRTA 2 consente di estrarre profili, punti e aree da sequenze acquisite, da singoli termogrammi e da immagini precedentemente elaborate. I parametri di base possono essere impostati anche dopo aver registrato la sequenza, offrendo la massima flessibilità. Il modulo di analisi NDT permette una diagnosi rapida e semi automatica delle aree di interesse. Dal menu NDT è possibile accedere alle funzionalità automatiche per l'esecuzione e/o l'analisi di sequenze termografiche.

Una volta designata la regione di interesse su cui effettuare la misura, la funzionalità Defect Measure permette di identificare e quantificare le indicazioni rilevate, una volta inserito il rapporto mm/px. La Derivative Analysis consente di analizzare un transitorio termico (riscaldamento, raffreddamento) per identificare possibili variazioni del segnale nel tempo attraverso l'analisi della derivata prima e seconda del segnale ricostruito. La figura 40 mostra il campione di calibrazione usato per le prove montato sul supporto e pronto per essere analizzato, mentre in figura 41 ne è mostrato il disegno CAD con le dimensioni dei difetti artificiali.

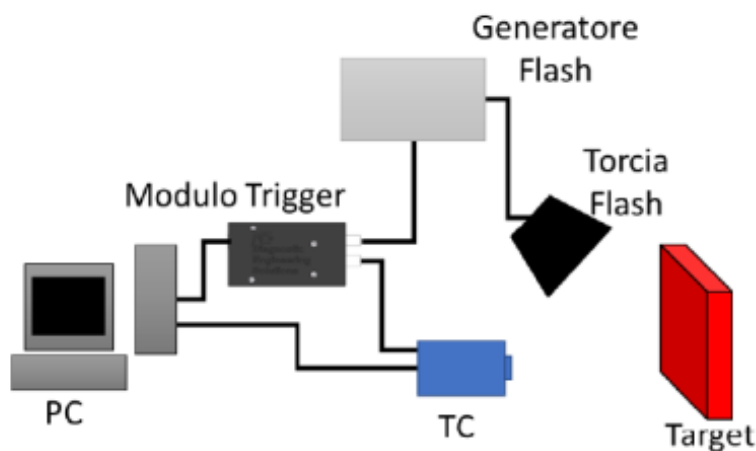


Figura 38. Schema funzionale del set-up sperimentale del sistema termografico-

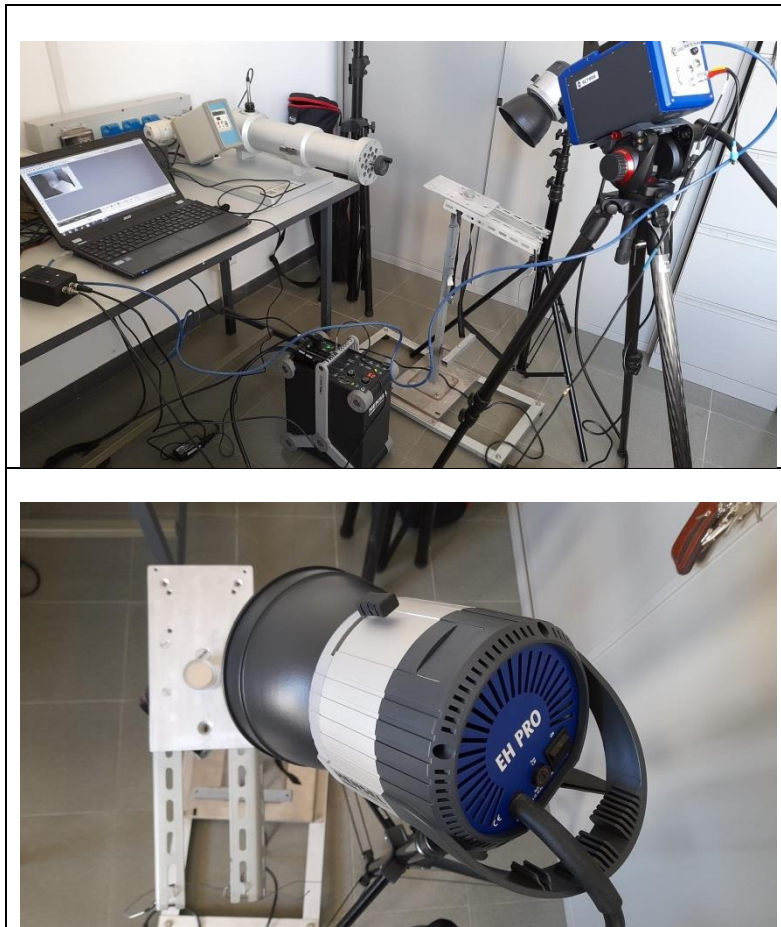


Figura 39. In alto, set-up sperimentale del sistema termografico; in basso Particolare della lampada



Figura 40. Campione per le prove montato sul supporto

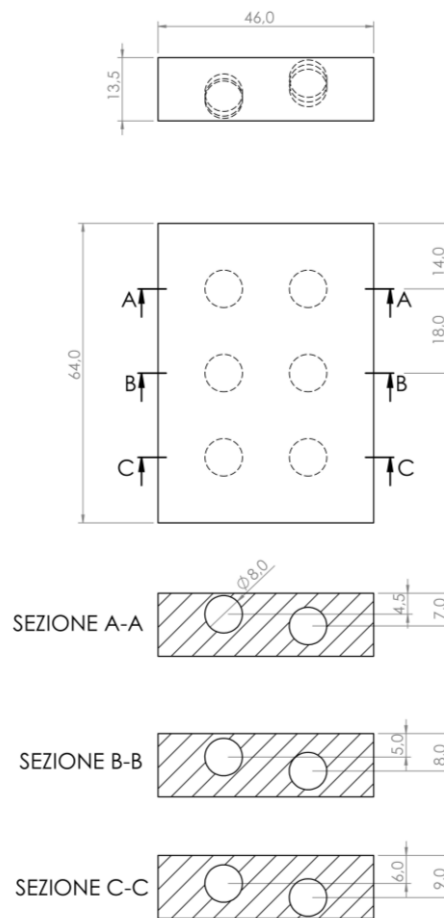


Figura 41. Disegno del campione usato per le prove del sistema prototipale. Le quote sono in mm.

Mediante l'analisi della derivata, scegliendo opportunamente i parametri di elaborazione, è stato possibile individuare 3 dei 6 difetti presenti nel campione, ossia quelli posti a minor profondità rispetto alla superficie riscaldata mediante la lampada flash.

Tali difetti sono visibili sia nel termogramma che rappresenta la pendenza della derivata in ogni pixel nell'intervallo di tempo considerato (Figura 42), che nell'andamento dei profili termici lungo segmenti orizzontali passanti per tali difetti (Figura 43).

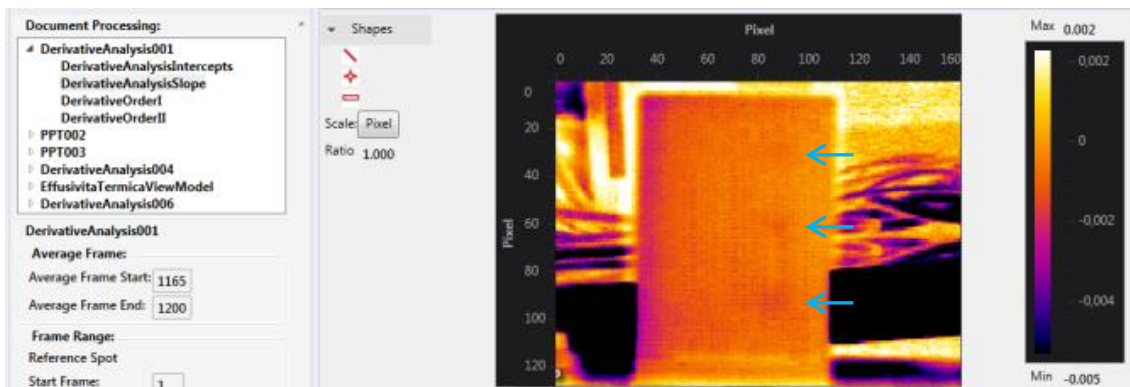


Figura 42. Analisi della derivata – individuazione di n. 3 difetti (indicati dalle frecce).

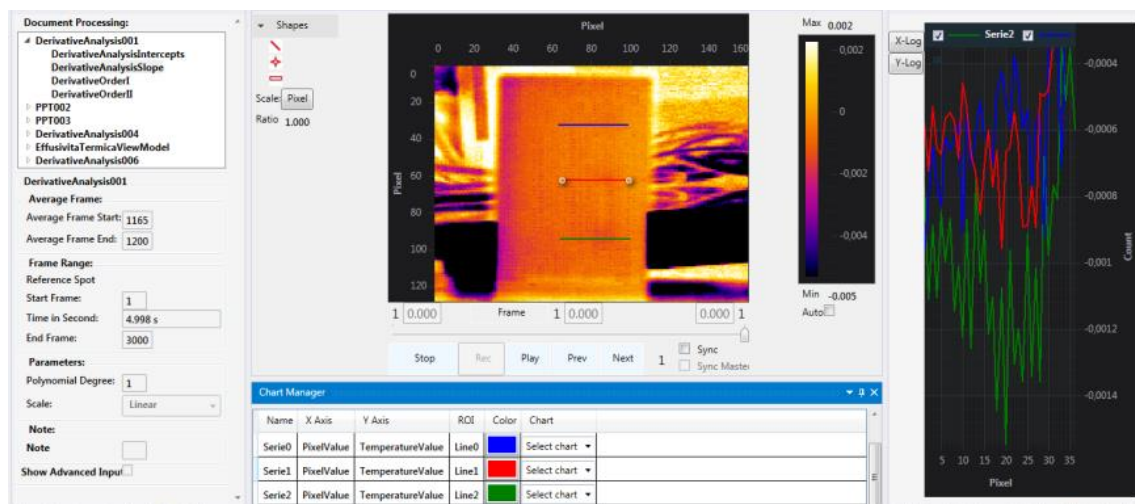


Figura 43. Analisi della derivata – Profili termici dei 3 difetti individuati.

L'arrivo in ritardo, per vari motivi, della nuova sorgente termica non ha consentito di completare tutte le prove in programma prima della fine del progetto. Le stesse sono continuate anche dopo la sua conclusione e nel momento in cui si redige questo rapporto sono ancora in corso.

3 Conclusioni

Le indagini ultrasonore e le tecniche tomografiche hanno permesso di individuare alcuni difetti e anomalie presenti all'interno dei componenti realizzati nel WP4. Sono stati analizzati sia alcuni pezzi di prova, quale la piastrina in acciaio inox, con l'intento di ottimizzare i parametri di scansione, che i componenti realizzati in materiale polimerico e metallico (scambiatore di calore). Le indagini tomografiche hanno permesso, in maniera rapida, di individuare alcuni difetti nello scambiatore di calore in materiale polimerico e quindi valutare adeguate modifiche dei parametri di stampa e di processo post-stampa al fine dell'ottimizzazione del componente finale. Nel caso dei componenti in metallo è stato possibile, mediante le indagini ultrasonore, individuare alcuni difetti di piccole dimensioni e di evidenziare la presenza, nel caso dello scambiatore stampato con processo laser a letto di polvere, di piccole quantità di polvere residua. Le indagini ultrasonore, a causa della presenza di segnali spurii, porta a una sovrastima della dimensione dei difetti, quali le porosità, e di conseguenza a una sottostima della densità totale del componente. Questa deviazione può essere limitata mediante un'opportuna calibrazione dello strumento e una scelta adeguata dei parametri di indagine, con l'effettuazione di misure preliminari su materiali simili di riferimento. In tal senso, il confronto con le indagini per tomografia X, come fatto nel caso dello scambiatore in metallo, risulta molto utile.

Le prove termomeccaniche su provini stampati in lega Ti6Al4V eseguite a una temperatura di 400 °C, hanno permesso di vedere come si comporta il materiale a simili temperature di esercizio, in previsione di un possibile utilizzo nei generatori di energia. La misura delle prestazioni termomeccaniche è stata completata con prove di fatica oligociclica. Tali prove non hanno evidenziato una sostanziale differenza della vita media fra i campioni *hippati* e non *hippati*, sebbene questi ultimi hanno manifestato una maggiore tendenza di rotture improvvise al momento dell'innescio di una cricca.

In aggiunta alle analisi di materiali e componenti metallici, sono state condotte anche una serie di indagini finalizzate alla qualifica di prodotti realizzati con tecnologie differenti rispetto alla tecnologia a letto di polvere (ADAM/BMD e FDM) e con materiali ceramici di tialite (alluminio titanato, AlTi2O5), frutto delle attività sperimentali di sviluppo del materiale per il dimostratore ceramico previsto da progetto nel WP4. Sono stati confrontati provini prodotti attraverso un processo di stampa 3D del tipo LDM (Liquid Deposition Modeling) con analoghi ottenuti attraverso un processo di pressatura convenzionale. I risultati sono stati pienamente in linea con quanto ci si aspettava, ma era necessario comunque eseguire la verifica.

Infine, è stato sperimentato un metodo termografico relativamente nuovo che, con opportune sorgenti termiche (lampade flash), permette di rilevare la presenza di difetti superficiali e sub-superficiali in parti metalliche realizzate per AM. Ciò ha richiesto la realizzazione di un sistema prototipale, non esistendo sul mercato soluzioni già pronte chiavi in mano che facciano uso di tali sistemi di eccitazione termografica.

In conclusione, gli esempi di studi e analisi su prodotti eseguiti in questa linea di attività permettono di dare indicazioni su come possano essere integrate le norme tecniche già esistenti (Tabella 14), ovvero su come possano essere integrati metodi e strumenti di indagine che nell'insieme andrebbero a definire delle procedure operative se non dei veri e propri protocolli di qualifica.

Tabella 14: norme per qualifica di materiali e prodotti

Qualifica materiali e prodotti		
Materiali (provini)		
Tipo di indagine	Norme Tecniche	Scopo
Micro-invasiva Microstrutturale e microanalitica (XRD, SEM-EDS, Optical Microscopy)	ISO 15632 e 22309 ISO 16700 ISO 24173	Analisi della microstruttura, identificazione delle fasi, ricerca di porosità o difetti non rilevabili con le indagini non-distruttive
Non distruttiva Micro-tomografia X	ISO 15708	Ricerca e identificazione di difetti interni (porosità, mancanza di fusione) e loro distribuzione, da mettere in relazione con le proprietà meccaniche
Prove meccaniche statiche in condizioni normali o in temperatura; prove dinamiche (di fatica); tenacità a frattura, resistenza a impatto	ASTM E8, E21 ISO 6892 ISO 15579 ISO 12108, ISO 1143 ISO 127373, 12135 ASTM E23	Valutazione prestazioni meccaniche del materiale e degli effetti del trattamento termico post-stampa
Prodotti/Componenti/Dimostratori		
Tipo di indagine	Norme tecniche	Scopo
Non distruttiva Tomografia X	ISO 15708	Ricerca e identificazione di difetti geometrici, difetti interni (porosità, mancanza di fusione) da mettere in relazione con le proprietà meccaniche e funzionali. Limitazione sulla dimensione dei pezzi
Non distruttiva Difettosità macroscopica Analisi ultrasonora	UNI EN ISO 16810 UNI EN ISO 16827 UNI EN 4050 UNI EN ISO 18563	Ricerca e identificazione di difetti interni (discontinuità, porosità, mancanza di fusione) in relazione con le proprietà meccaniche Auspicabile calibrazione mediante tomografia X
Non distruttiva Difetti sub-superficiali Analisi termografica con sorgenti non convenzionali	UNI EN 16714 UNI EN 17119	Ricerca e identificazione di difetti vicini alla superficie

4 Riferimenti bibliografici

- [1] A. Buades, B. Coll and J. -. Morel, "A non-local algorithm for image denoising," *2005 IEEE Computer Society Conference on Computer Vision and Pattern Recognition (CVPR'05)*, 2005, pp. 60-65 vol. 2, doi: 10.1109/CVPR.2005.38.
- [2] N. Otsu, "A Threshold Selection Method from Gray-Level Histograms," in *IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics*, vol. 9, no. 1, pp. 62-66, Jan. 1979, doi: 10.1109/TSMC.1979.4310076.
- [3] A. Cantatore and P. Muller "Introduction to computed tomography"...
- [4] D. Mirabile Gattia, G. Corallo, L. Pilloni "Realizzazione di scambiatori di calore mediante AM: testing degli scambiatori di prova e ottimizzazione del progetto" Report RdS/PTR(2020)/284.
- [5] D. Mirabile Gattia, G. Corallo, L. Pilloni, Realizzazione mediante AM e testing di scambiatori di calore in lega metallica, RdS/PTR(2021)/233
- [6] <http://www.matweb.com/>
- [7] Normativa ASTM E 606-04: Standard Practice for Strain-Controlled Fatigue Testing.
- [8] Normativa UNI 10002 parti 1-5: Materiali Metallici – Prova di trazione.

5 Allegati