
Studio del comportamento del Rame e sue leghe nel processo SLM presso la Fondazione E.Amaldi

Confindustria Umbria, Terni
13/01/2020



Fondazione E.Amaldi

La Fondazione E.Amaldi è stata costituita dal
Consorzio di Ricerca Hypatia (51%) e della Agenzia
Spaziale Italiana (49%).
La sede operativa è in Via del Politecnico snc c/o
Agenzia Spaziale Italiana.



Attività Tecnologiche

Film sottili,
Advanced Manufacturing



Business Application

Il Dipartimento di Advanced Manufacturing della Fondazione E.Amaldi



Sisma MySint 100



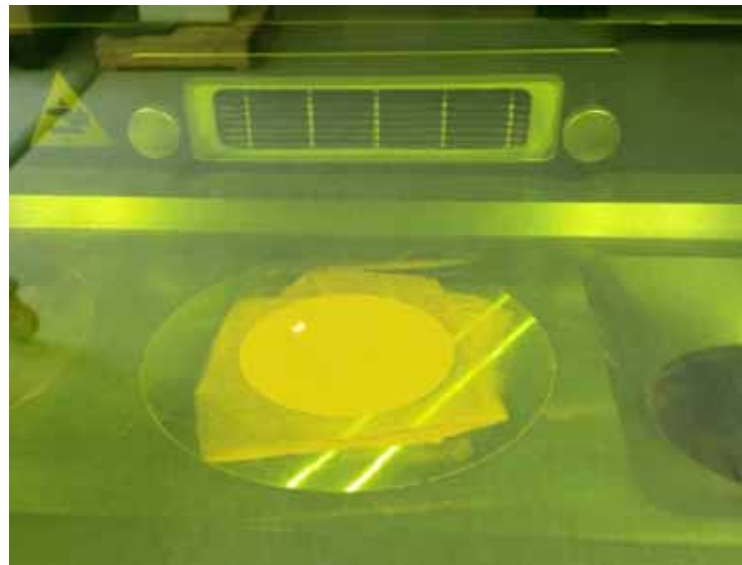
Prima Additive Print Sharp 250



Il Rame nei processi Powder Bed Fusion

Requisiti base per la processabilità di polveri metalliche per i processi PBF:

1. Alto assorbimento della fonte di calore utilizzata: laser o fascio elettronico
2. Conducibilità termica relativamente bassa
3. Assenza nella lega di elementi volatili con basso punto di ebollizione.



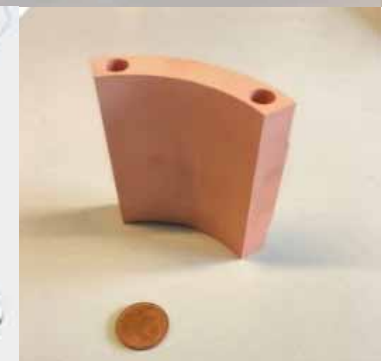
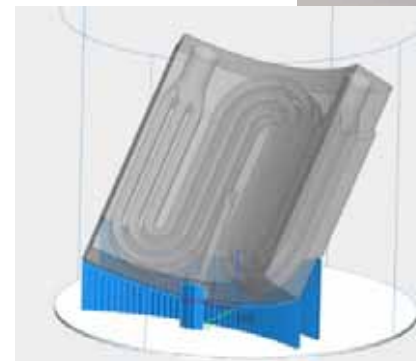
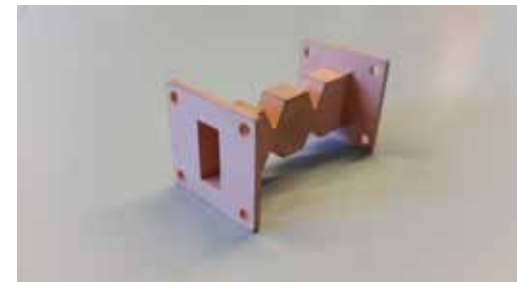
Perché il Rame?

Caratteristiche fisiche del rame elettrolitico Cu-ETP

- Densità = 8.9 g/cm^3 .
- Conducibilità Elettrica = $5.8 \cdot 10^7 \text{ S/m}$. Corrispondente ad una resistività di $17.24 \text{ n}\Omega/\text{m}$ equivalente al 100% IACS (International Annealed Copper Standard) .
- Conducibilità Termica $\approx 400 \text{ W/(mK)}$.
- Resistenza a trazione = $200\text{-}250 \text{ N/mm}^2$.

IACS di leghe metalliche:

Al puro	60% IACS
Al 5052	35% IACS
Acciaio al carbonio	8.5% IACS
AISI 304	2.3% IACS



SLM con Rame

Sistema SLM

SISMA MySint100

Massimo volume di produzione = 100x80 mm

Massima potenza laser = 200 W

Laser in fibra

Spot laser = 30 μm

Lunghezza d'onda = $1070 \pm 10 \text{ nm}$

Produttività = 5 cm^3/h

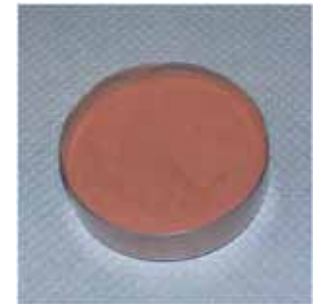
Gas utilizzato: Azoto



SLM con Rame

Polveri studiate

- Polvere1: Rame **min 99.9%** di forma sferica prodotta tramite atomizzazione in Azoto. Il 95% in peso ha un diametro inferiore ai 32 μm con la seguente distribuzione granulometrica: D10-8 μm , D50-18 μm , D90-35 μm . Tenore di ossigeno inferiore al 0.05%. Densità apparente 4.8 g/cm^3 .
- Polvere2: Rame **min 99.8%** di forma sferica prodotta tramite atomizzazione in Argon. Il 95% in peso ha un diametro inferiore ai 32 μm con la seguente distribuzione granulometrica: D10-12 μm , D50-18.9 μm , D90-29 μm . Tenore di ossigeno inferiore al 0.05%. Densità apparente 4.8 g/cm^3 .
- Polvere3: Rame **min 99.8%** di forma sferica. Il 95% in peso ha un diametro inferiore ai 32 μm con la seguente distribuzione granulometrica: D10-9 μm , D50-14 μm , D90-26 μm . Tenore di ossigeno inferiore al 0.05%. Densità apparente 4.9 g/cm^3 .



Analisi riflettanza delle polveri

Sfera di Ulbricht

LED 940nm a 15mW con angolo di apertura $\pm 10^\circ$, rivelatore fotodiodo PIN con spettro di assorbimento massimo a 940nm e larghezza $\pm 150\text{nm}$.

Esempi di materiali comunemente utilizzati in SLM e la percentuale di segnale riflesso corrispondente:

AlSi10Mg	29.9%
316L	32.8%
CoCr	32.8%

Polveri di Rame analizzate e relativa percentuale di segnale riflesso:

Polvere1	84.9%
Polvere2	85.2%
Polvere3	66.6%



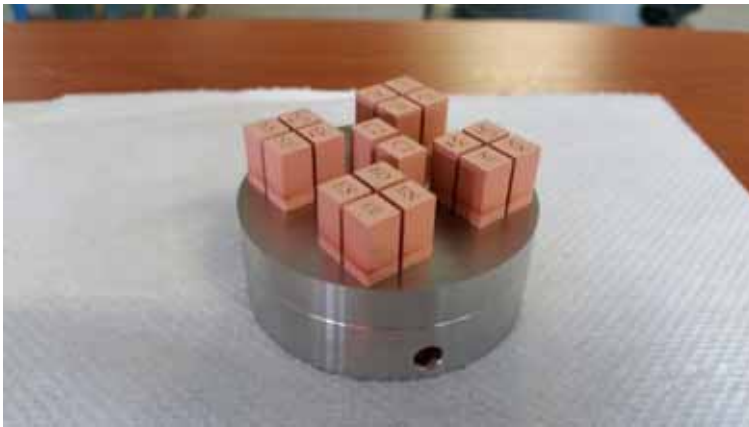
Ottimizzazione della Densità

Schema di lavoro

Volume provino = 7 x 7 x 10 mm³.

Distanza reciproca in x e y tra i provini = 1 mm.

Provini ruotati di 45 gradi rispetto alla direzione della racla per minimizzarne l'interazione.



Sono stati utilizzati supporti per facilitare la rimozione dei provini dalla piattaforma di lavoro.

Nel calcolo della densità è stato sottratto il volume delle incisioni calcolato attraverso software CAD.

Ottimizzazione della Densità

Polvere 1

P=175 W; Layer=10 um

Parametri ottimali:

P=175W

V=600mm/s

HD=0.04mm

Strategia

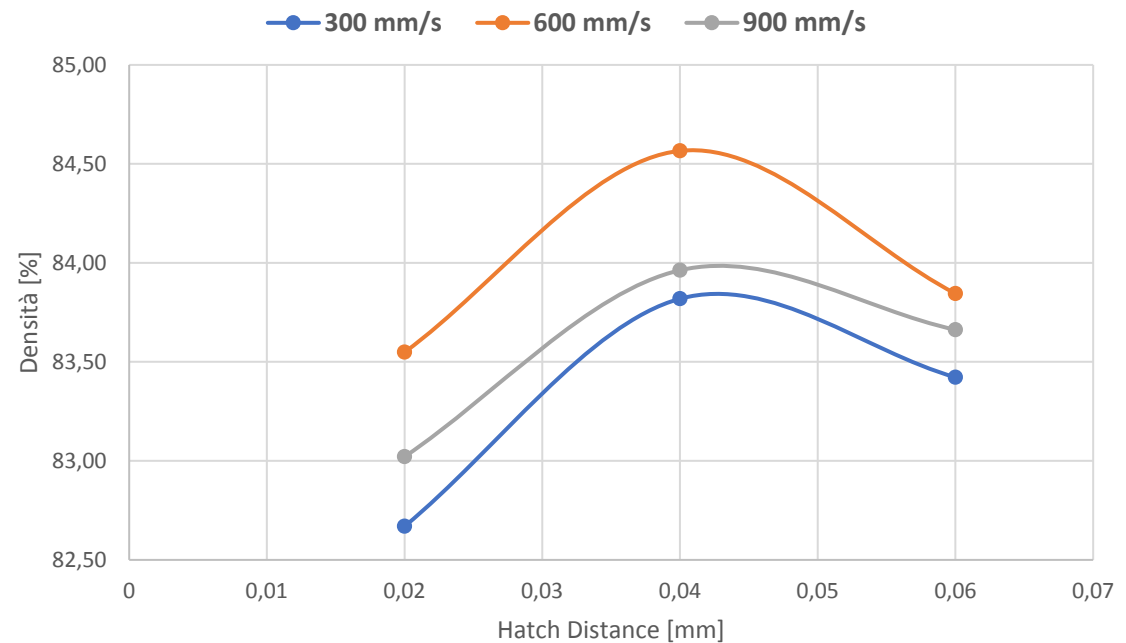


Densità massima:

84.6%



FATTORI	LIVELLI		
<i>Velocità (mm/s)</i>	300	600	900
<i>Hatch Distance (mm)</i>	0.02	0.04	0.06



Ottimizzazione della Densità

Polvere 1

Parametri ottimali:

P=175W

V=600mm/s

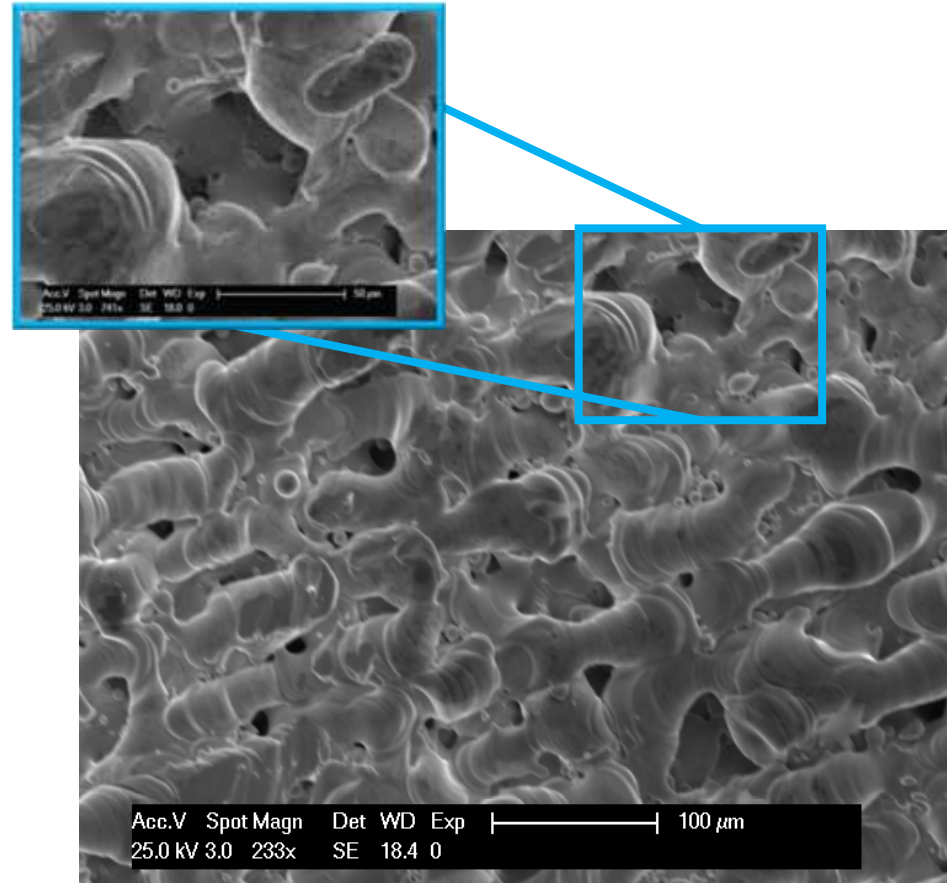
HD=0.04mm

Strategia



Densità massima:

84.5%



Ottimizzazione della Densità

Polvere 2

P=175 W; Layer=10 um

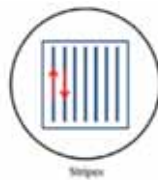
Parametri ottimali:

P=175W

V=600mm/s

HD=0.04mm

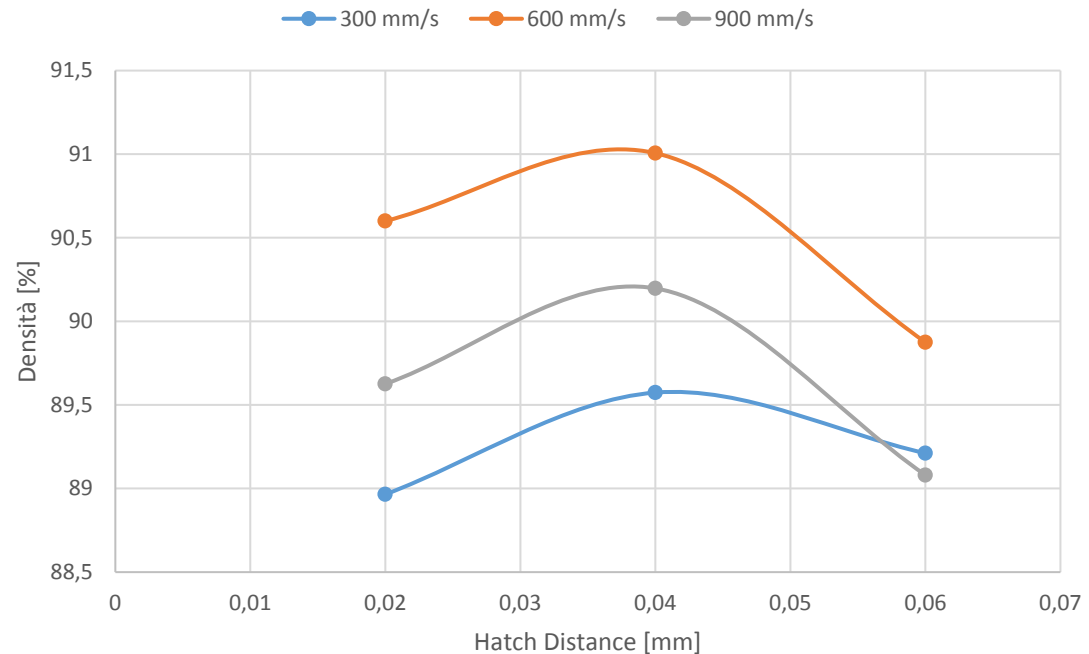
Strategia



Densità massima:

91.00%

FATTORI	LIVELLI		
Velocità (mm/s)	300	600	900
Hatch Distance (mm)	0.02	0.04	0.06



Ottimizzazione della Densità

Polvere 2

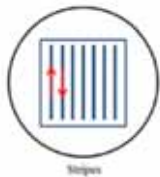
Miglior parametri:

P=175W

V=600mm/s

HD=0.04mm

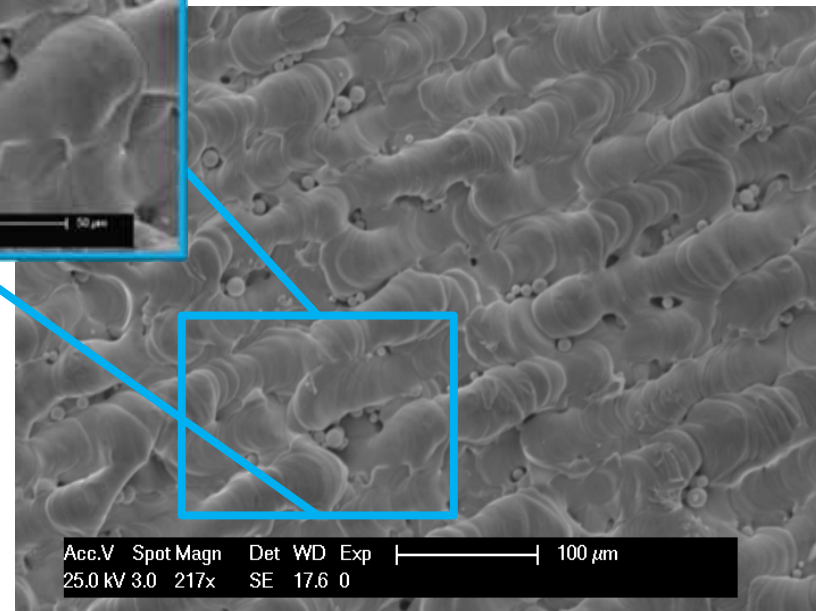
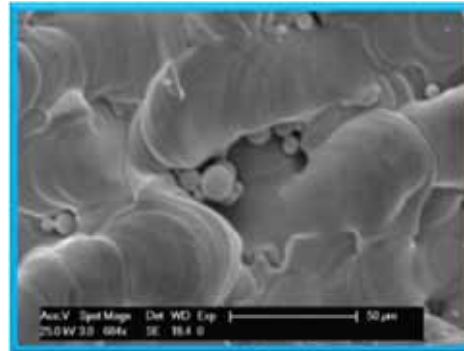
Strategia



Densità massima:

91.00%

Fuso più omogeneo ma poca interazione tra le passate successive.



Ottimizzazione della Densità

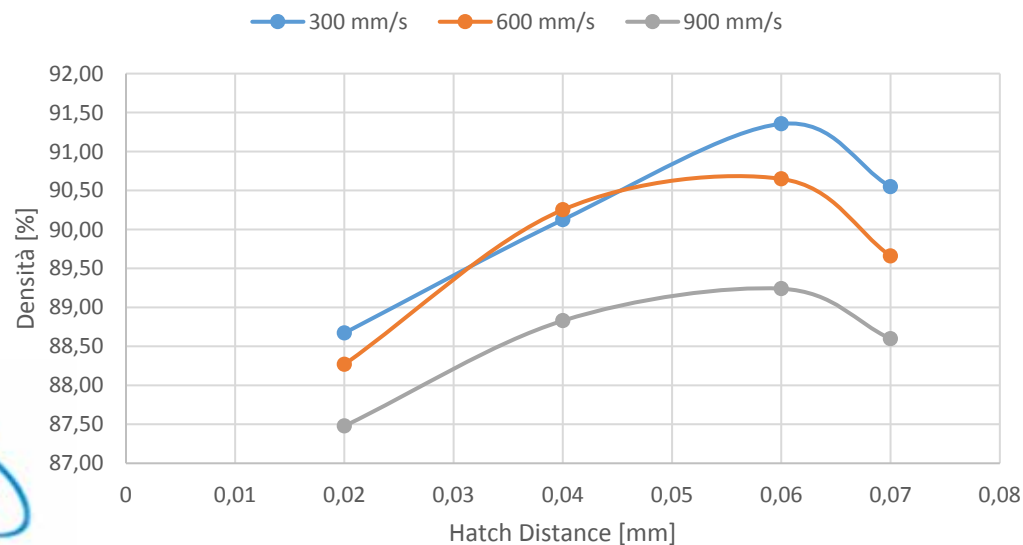
Polvere 3

P=175 W; Layer=10 um

Strategia



FATTORI	LIVELLI			
Velocità (mm/s)	300	600	900	
Hatch Distance (mm)	0.02	0.04	0.06	0.07



DOE

Velocità	Hatch Distance	Densità
300	0.02	88.09
300	0.02	89.26
300	0.04	90.50
300	0.04	89.75
300	0.06	91.58
300	0.06	91.13
300	0.07	89.65
300	0.07	91.45
600	0.02	86.91
600	0.02	89.64
600	0.04	89.08
600	0.04	91.43
600	0.06	91.14
600	0.06	90.16
600	0.07	89.44
600	0.07	89.88
900	0.02	88.26
900	0.02	86.69
900	0.04	89.88
900	0.04	87.78
900	0.06	89.13
900	0.06	89.35
900	0.07	87.84
900	0.07	89.35
[mm/s]	[mm]	[%]

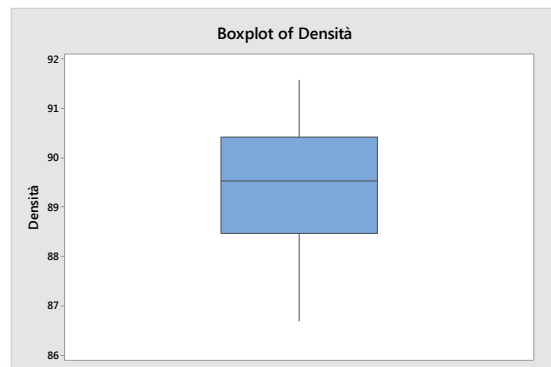


Ottimizzazione della Densità

Polvere 3

P=175 W; Layer=10 um

Strategia

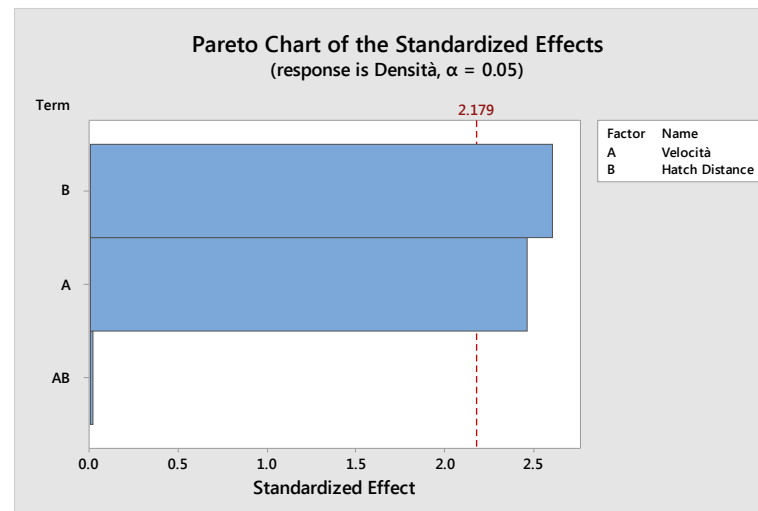


Factor Information

Factor	Levels	Values
Velocità	3	300, 600, 900
Hatch Distance	4	0.02, 0.04, 0.06, 0.07

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Model	11	28.900	2.6273	2.20	0.096
Linear	5	27.895	5.5789	4.66	0.013
Velocità	2	11.402	5.7012	4.76	0.030
Hatch Distance	3	16.492	5.4974	4.59	0.023
2-Way Interactions	6	1.006	0.1676	0.14	0.988
Velocità*Hatch Distance	6	1.006	0.1676	0.14	0.988
Error	12	14.361	1.1968		
Total	23	43.261			



L'interazione di
secondo livello
viene ritenuta
trascurabile

Ottimizzazione della Densità

Polvere 3

P=175 W; Layer=10 um

Strategia

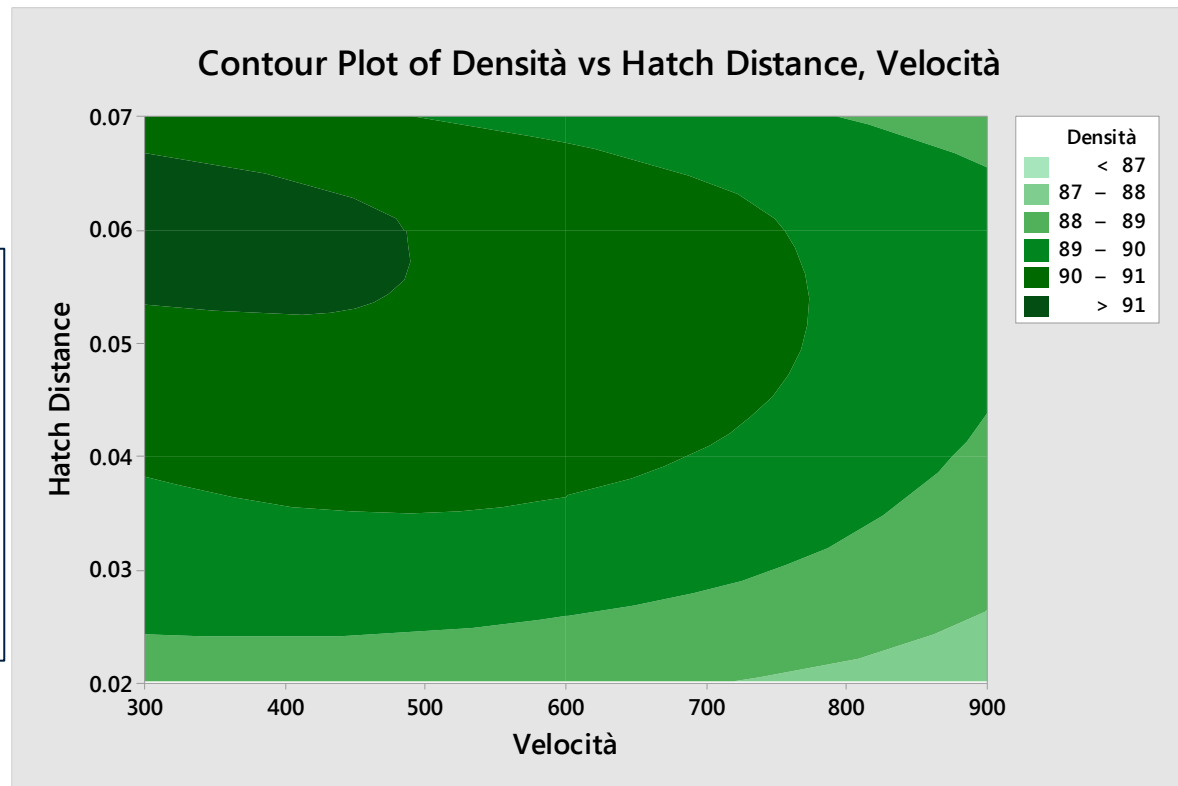


Solution

Solution	Velocità	Hatch Distance	Densità Fit	Composite Desirability
1	300	0.06	91.3559	0.954362

Multiple Response Prediction

Variable	Setting			
Velocità	300			
Hatch Distance	0.06			
Response	Fit	SE Fit	95% CI	95% PI
Densità	91.356	0.774	(89.670, 93.041)	(88.437, 94.275)



Ottimizzazione della Densità

Polvere 3

Miglior parametri:

P=175W

V=300mm/s

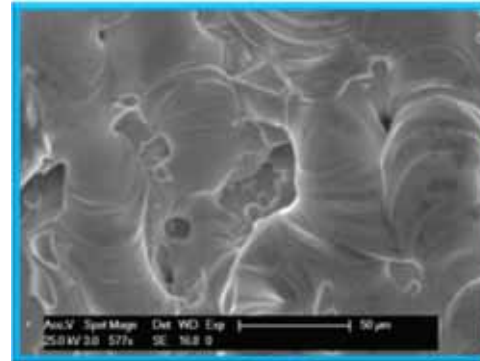
HD=0.06mm

Strategia

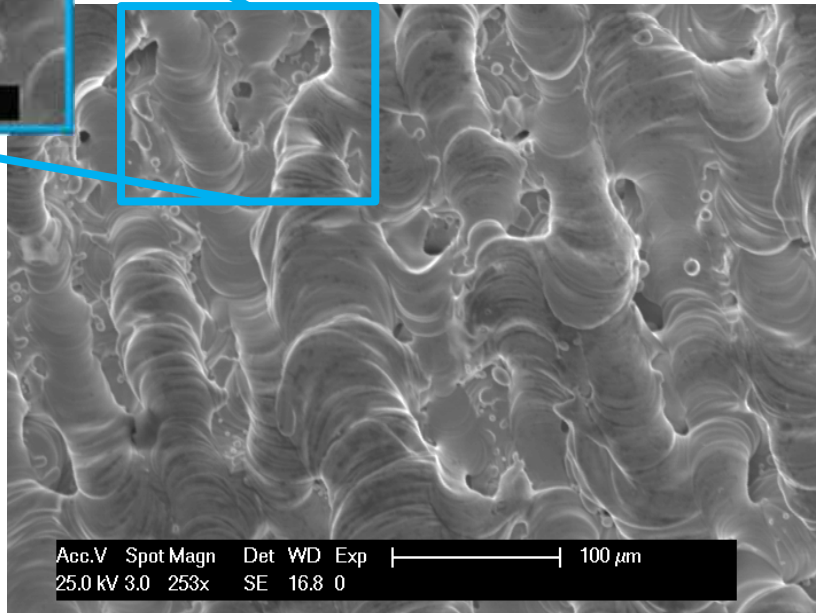


Densità massima:

91.35%



Fusione più marcata ma
superficie non omogenea



Rugosità

Parametri ottimali

Rugosimetro Mitutojo SJ201P

Provino 7 x 7x 10 mm³

Polvere1

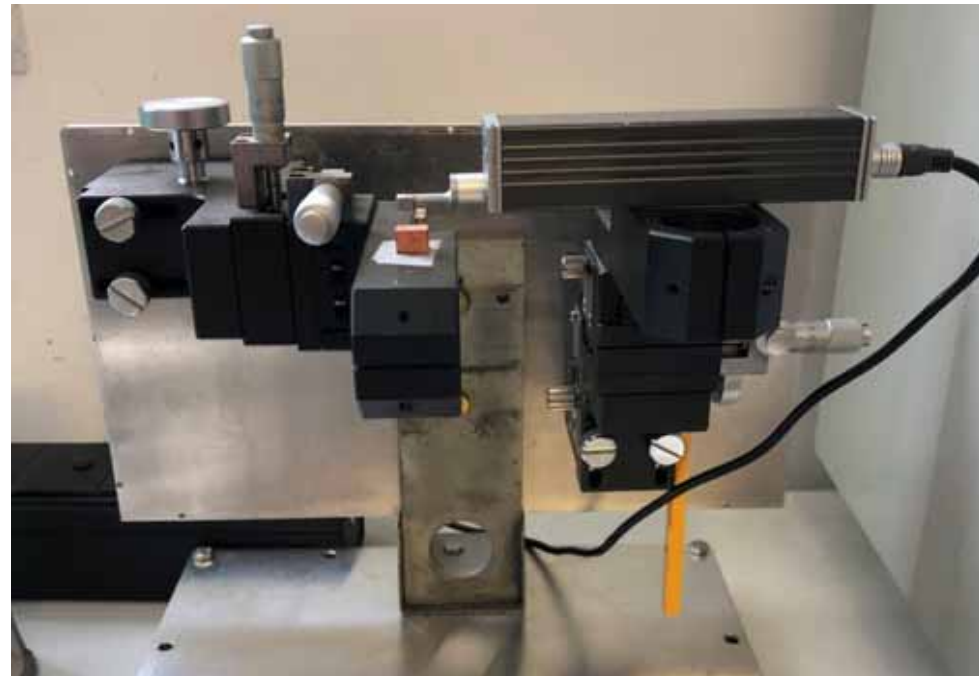
Ra = 7.93 μm

Polvere2

Ra = 6.108 μm

Polvere3

Ra = 12.11 μm



Conducibilità elettrica e termica

Parametri ottimali

Wiedemann-Franz

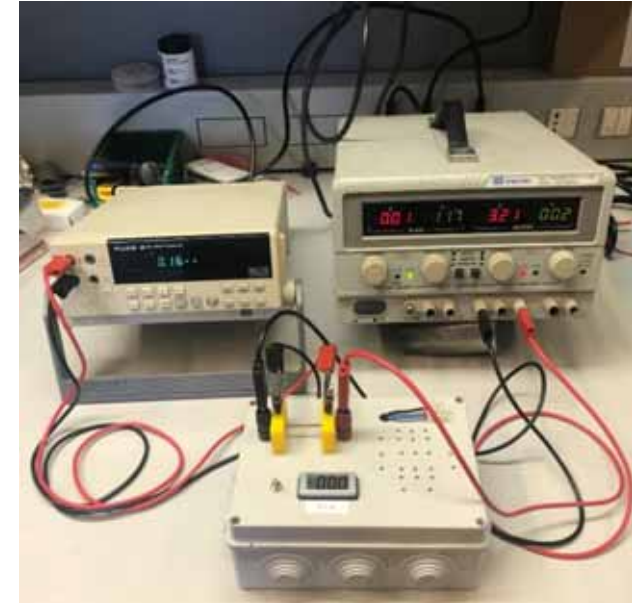
$$\frac{K}{\sigma} = L T$$

Dove L è la costante di Lorentz

$$L = 2.44 \times 10^{-8} \text{ W}\Omega\text{K}^{-2}$$



Dimensioni provino
 $\phi = 2\text{mm}$, $h = 60\text{ mm}$



Polvere1

IACS= 44.5 %

$(\sigma = 2.58 \times 10^7 \text{ [S/m]})$

$K = 184.52 \text{ [W/(m K)]}$



Polvere2

IACS= 37.5 %

$(\sigma = 2.17 \times 10^7 \text{ [S/m]})$

$K = 157.9 \text{ [W/(m K)]}$

Polvere3

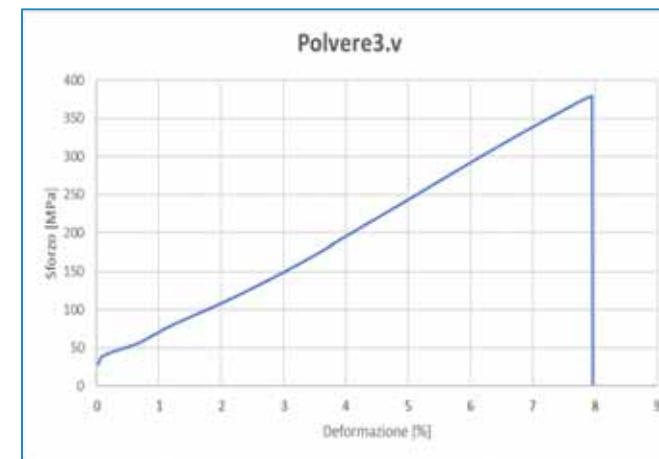
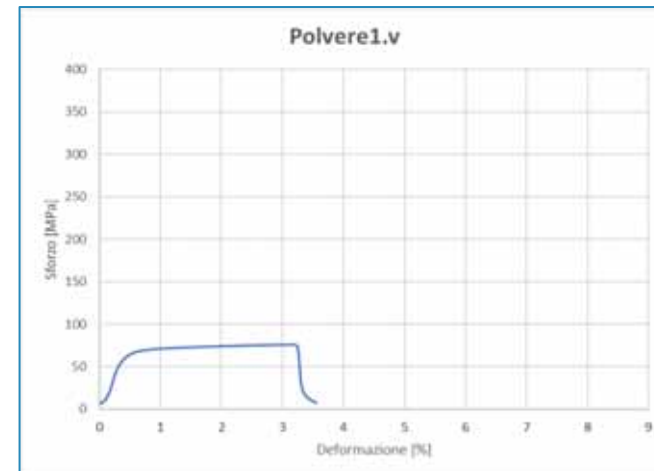
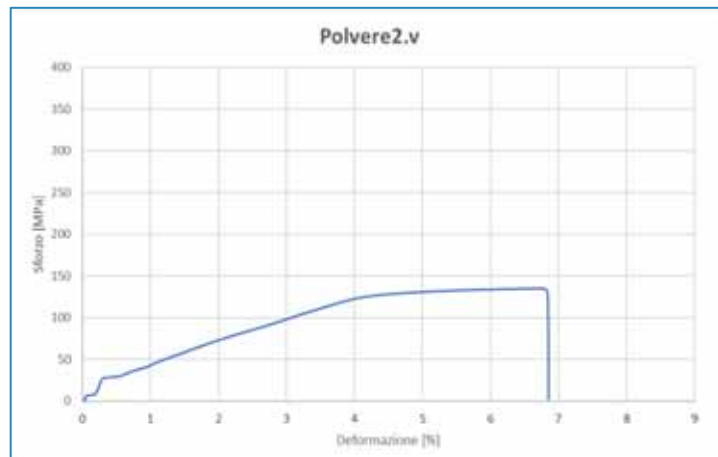
IACS= 68.35 %

$(\sigma = 3.96 \times 10^7 \text{ [S/m]})$

$K = 287.32 \text{ [W/(m K)]}$

Resistenza meccanica a trazione

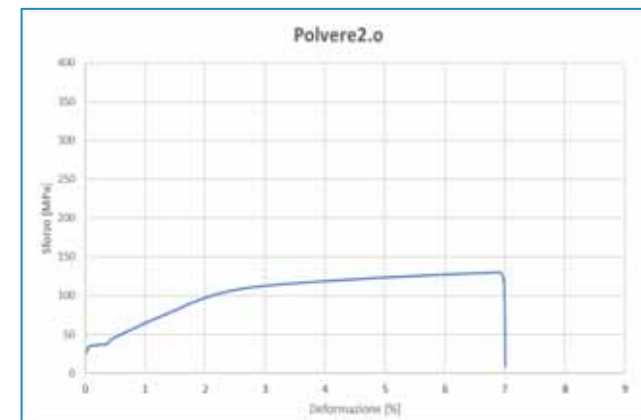
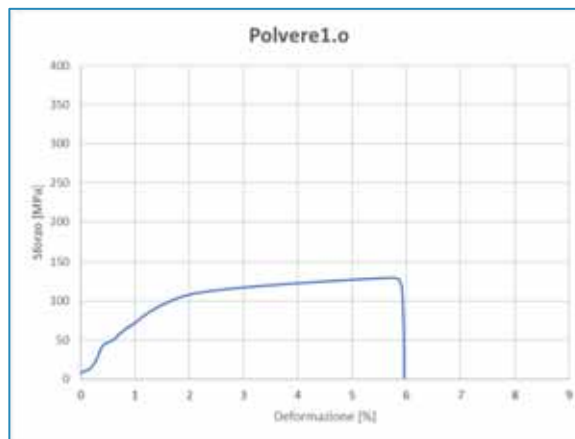
Confronto comportamento meccanico tra provini con
asse maggiore verticale rispetto alla piastra di lavoro.



Prove effettuate con
MTS Alliance RT/50
Universal testing machine

Resistenza meccanica a trazione

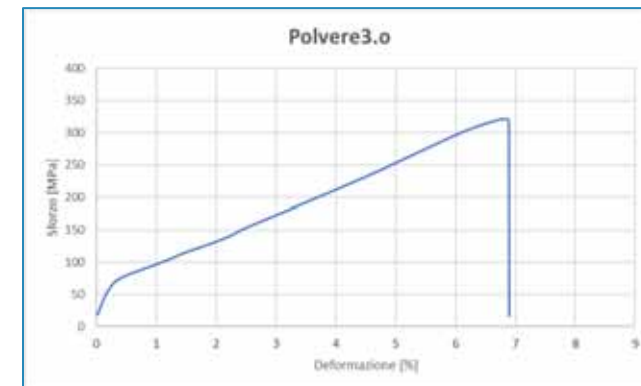
Confronto comportamento meccanico tra provini con asse maggiore **orizzontale** rispetto alla piastra di lavoro.



I provini con **polvere1** presentano comportamento elasto-plastico. I provini con **polvere 2** mostrano un carattere intermedio.



I provini con la **polvere3** presentano un comportamento fragile



Resistenza meccanica a trazione

Sforzo di rottura Cu bulk
200/250 MPa



Velocità di prova 1 mm/s. Lunghezza iniziale 33 mm.

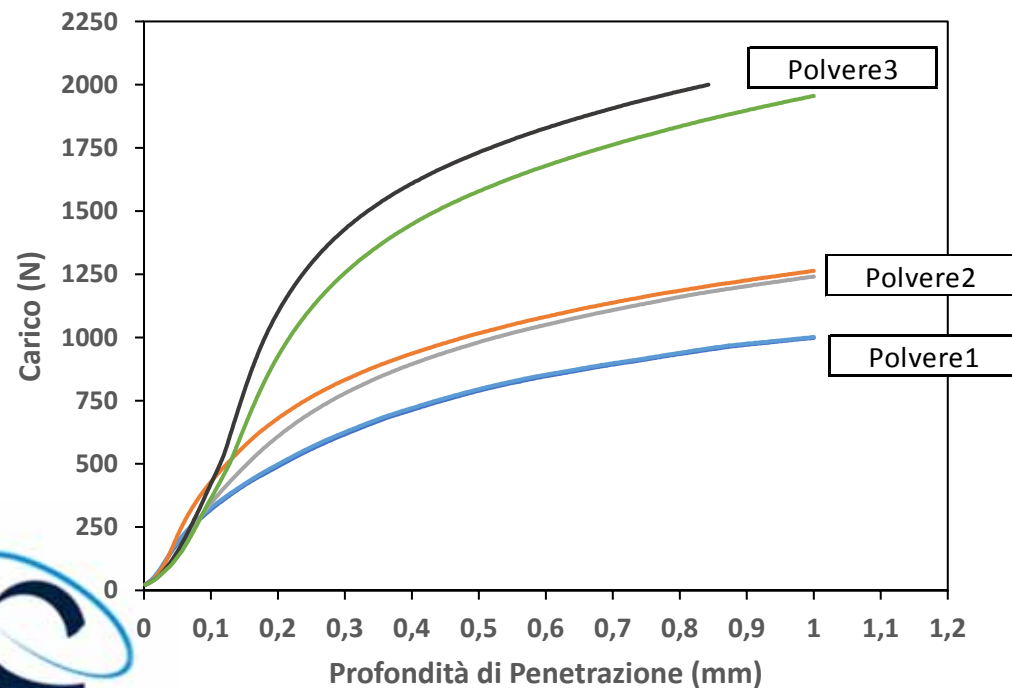
Nome campione	Sforzo medio a rottura MPa	Deformazione media a rottura %	Strizione media %	Tenacità a trazione media MJ/m ³
Polvere1.V	74.72	3.28	3.04	2.01
Polvere1.O	129.37	5.45	1.36	5.64
Polvere2.V	138.84	5.01	4.48	6.09
Polvere2.O	128.52	6.09	2.33	4.81
Polvere3.V	400.57	7.93	3.42	12.87
Polvere3.O	316.04	7.99	4.53	11.45

Indentazione strumentata

Parametri ottimali

	Diametro (mm)	Area (mm ²)	Precarico (N)	Velocità (mm/min)	Profondità (mm)
Diametro (mm)	1	0.79	20	1	1

Dimensioni provino:
7 x 7 x 10 mm³



MTS Insight 5 Material Testing System



Anche questa prova mostra
significative differenze tra le proprietà
meccaniche dei provini.

Trattamento termico di ricottura

Trattamento termico di ricottura: $T=600^{\circ}\text{C}$, $t=1\text{ h}$, $P=10^{-1}\text{ mbar}$.



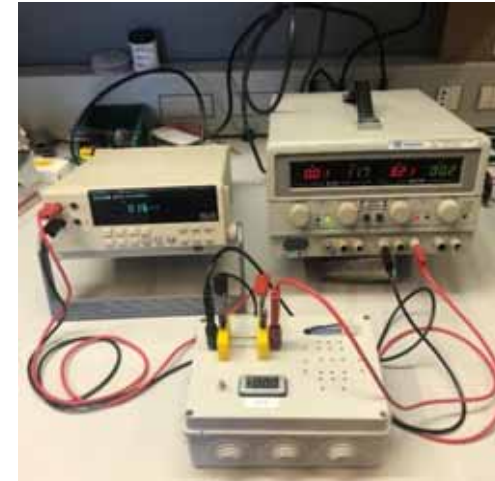
Trattamento termico di ricottura

Trattamento termico di ricottura: $T=600^{\circ}\text{C}$, $t=1\text{ h}$, $P=10^{-1}\text{ mbar}$.

Prova Conducibilità elettrica/termica

Dimensioni provino

$\phi = 2\text{ mm}$, $h = 60\text{ mm}$



Polvere1

IACS = 52.94 %

$(\sigma = 3.07 \times 10^7 \text{ [S/m]})$

+ 8.44%

$K = 223.25 \text{ [W/(m K)]}$

+ 20.98%

Polvere2

IACS = 30.14 %

$(\sigma = 1.74 \times 10^7 \text{ [S/m]})$

-7.36%

$K = 127.09 \text{ [W/(m K)]}$

-19.61%

Polvere3

IACS = 88.55 %

$(\sigma = 5.13 \times 10^7 \text{ [S/m]})$

+20.2%

$K = 373.46 \text{ [W/(m K)]}$

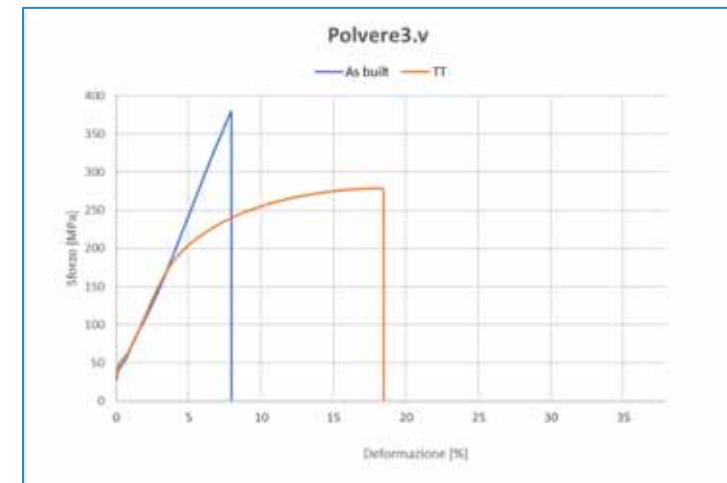
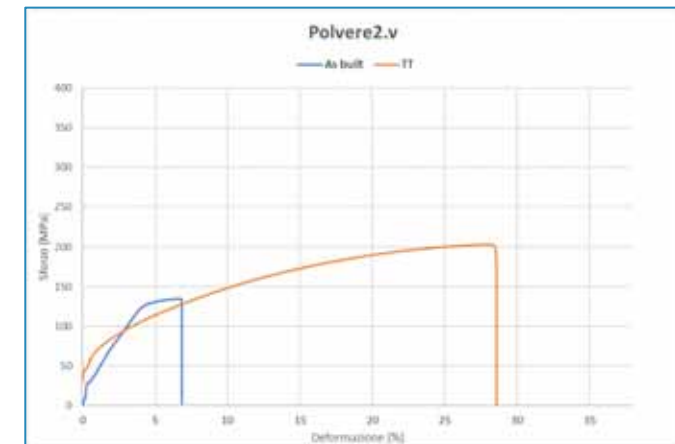
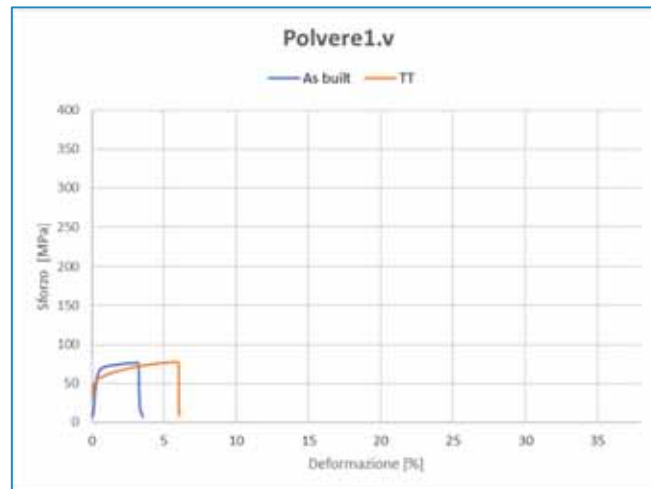
+29.98%



Trattamento termico di ricottura

Trattamento termico di ricottura: $T=600^{\circ}\text{C}$, $t=1\text{ h}$, $P=10^{-1}\text{ mbar}$.

Confronto comportamento meccanico tra provini con asse maggiore **verticale** rispetto alla piastra di lavoro.

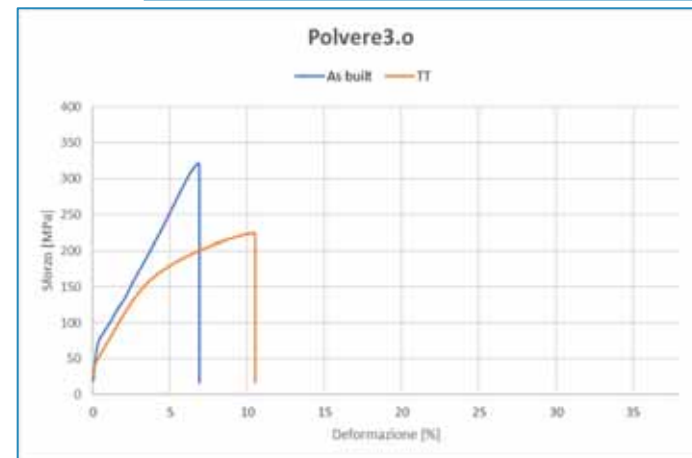
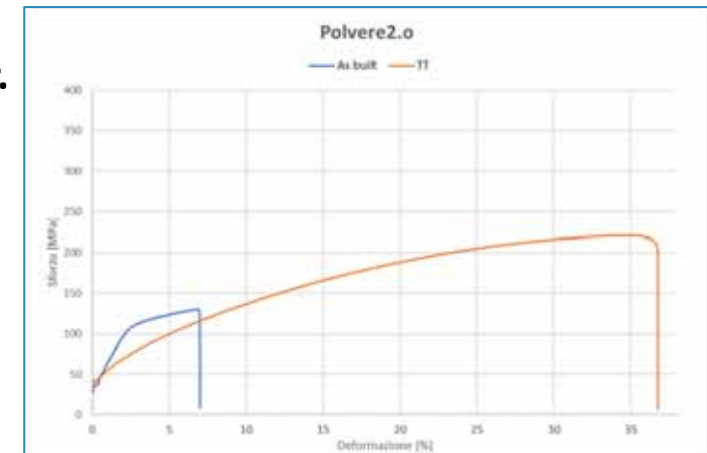
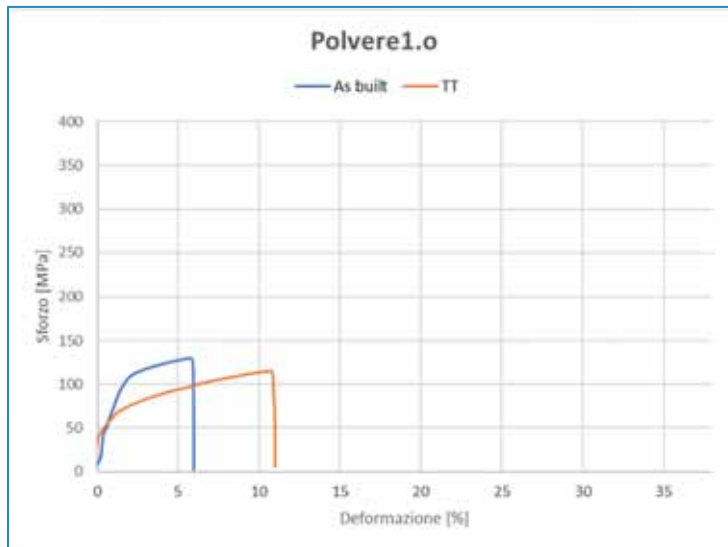


In tutti e tre i casi è stato ottenuto un aumento della deformazione a rottura.

Trattamento termico di ricottura

Trattamento termico di ricottura: $T=600^{\circ}\text{C}$, $t=1\text{ h}$, $P=10^{-1}\text{ mbar}$.

Confronto comportamento meccanico tra provini con asse maggiore orizzontale rispetto alla piastra di lavoro.



Trattamento termico di ricottura

Trattamento termico di ricottura: $T=600^{\circ}\text{C}$, $t=1\text{ h}$, $P=10^{-1}\text{ mbar}$.

Prova di trazione

Velocità di prova 1 mm/s. Lunghezza iniziale 33 mm.

Nome campione	Sforzo medio a rottura MPa	Deformazione media a rottura %	Strizione media %	Tenacità a trazione media MJ/m ³
Polvere1.V	79.77	5.85	4.39	2.25
Polvere1.O	118.88	11.41	6.05	6.89
Polvere2.V	199.29	28.62	22.87	32.48
Polvere2.O	221.52	36.93	31.59	45.57
Polvere3.V	283.08	17.35	14.88	33.99
Polvere3.O	206.44	8.79	7.06	13.57



Trattamento termico di ricottura

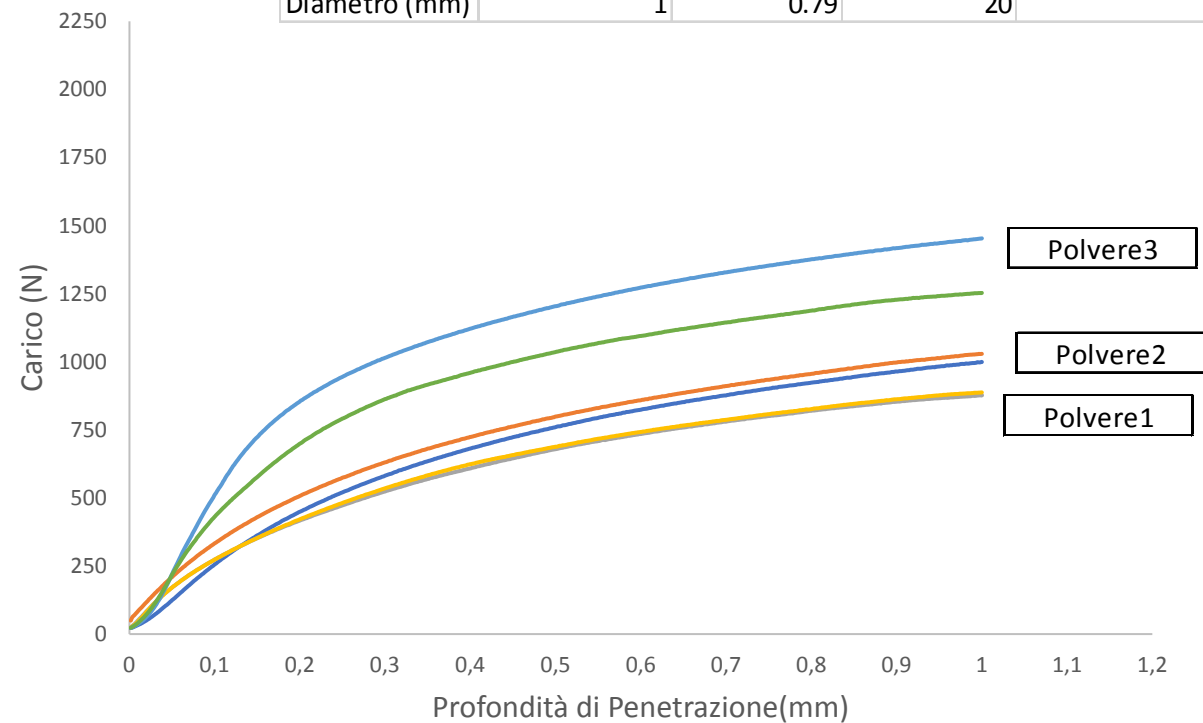
Trattamento termico di ricottura: $T=600^{\circ}\text{C}$, $t=1\text{ h}$, $P=10^{-1}\text{ mbar}$.

Prova Indentazione strumentata

Dimensioni provino

7 x7 x10 mm³

	Diametro (mm)	Area (mm ²)	Precarico (N)	Velocità (mm/min)	Profondità (mm)
Diametro (mm)	1	0.79	20	1	1



Considerazioni

I migliori valori di IACS trovati permettono l'utilizzo della tecnologia SLM con polvere di rame in applicazioni in cui è richiesto un alto valore di conducibilità elettrica, soprattutto se tale valore viene confrontato con le conducibilità elettriche di altri materiali comunemente utilizzati con tecniche PBF.

I risultati esposti non rappresentano un punto di arrivo considerando principalmente la densità e le caratteristiche meccaniche riscontrate nei provini.

Si sono delineate due strategie:

- Cambiare l'hardware, in particolare la fonte di calore
- Modificare la composizione della polvere metallica per tentare di migliorare le caratteristiche meccaniche senza penalizzare la conducibilità elettrica/termica



Polvere di Rame Puro con GO

Analisi riflettanza delle polveri tramite sfera di Ulbricht

Riduzione della riflettanza con l'aggiunta di Ossido di Grafene (GO) disperso nella polvere di Rame.

Percentuale in peso di GO: 0.1%

Polveri di Rame analizzate e relativa percentuale di segnale riflesso:

Polvere1 84.9%

Polvere1+GO 57.3%



ATTIVITA' IN CORSO!



Polvere di Rame Puro con 0.1 % GO

Ottimizzazione della Densità

Miglior parametri:

P=175W

V=1000mm/s

HD=0.06mm

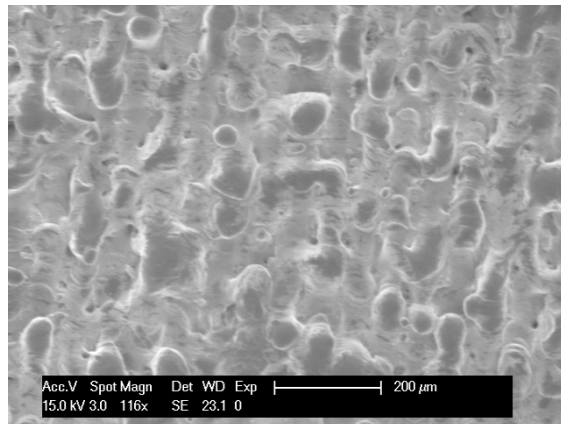
Densità massima:

91.09 %

(Precedente valore)

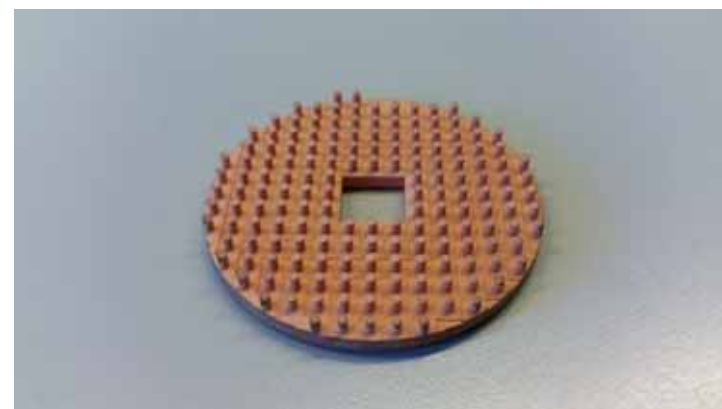
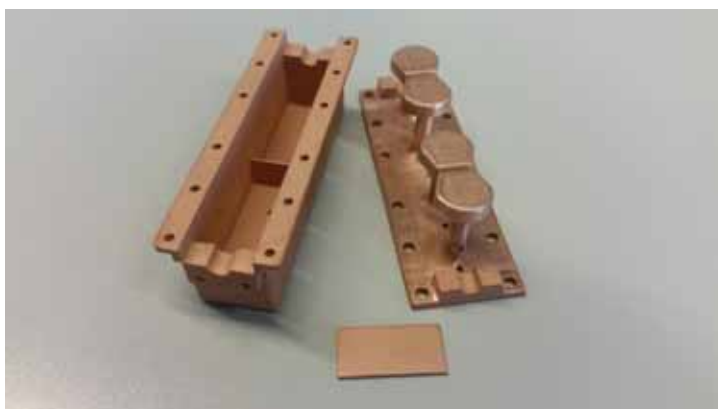
84.5%

Mean 89.893
StDev 1.065
Variance 1.133



Potenza	Velocità	HD	Densità
175	200	0.10	88.26
75	600	0.10	75.25
75	1000	0.02	76.27
175	1000	0.10	89.07
175	600	0.02	88.59
75	600	0.06	74.99
175	1000	0.06	91.09
125	200	0.06	86.97
125	1000	0.06	89.84
175	200	0.02	88.56
175	600	0.06	87.73
125	600	0.10	87.39
175	1000	0.02	89.52
75	200	0.06	80.25
125	200	0.02	84.44
175	200	0.06	86.50
125	600	0.02	89.70
125	1000	0.10	87.01
75	200	0.10	79.01
175	600	0.10	89.06
125	200	0.10	86.31
75	200	0.02	83.34
125	1000	0.02	88.93
75	1000	0.06	76.06
75	600	0.02	79.83
75	1000	0.10	72.51
125	600	0.06	89.21





Grazie per l'attenzione!





Contatti:

+39 06 85 67 602

mariano.zarcone@fondazioneamaldi.it

diego.corona@ketlab.it

www.fondazioneamaldi.it

