

Elettrolucidatura in soluzione ecofriendly di campioni in Ti6Al4V ottenuti mediante Electron beam melting

a cura di: A. Acquesta e T. Monetta

Il processo di additive manufacturing sta suscitando sempre più interesse per la possibilità che offre di produrre componenti con una forma complessa, molto vicina alla geometria finale. Dall'altro, però, comporta una rugosità finale molto elevata, tale da compromettere le prestazioni meccaniche e la resistenza alla corrosione. Pertanto, sono necessari trattamenti di post-elaborazione. L'elettrolucidatura potrebbe essere il trattamento ideale per ridurre la rugosità di questi componenti. È noto che vari parametri, come il tipo di soluzione elettrolitica, la tensione o corrente applicata, il tempo di trattamento, l'agitazione, ecc. potrebbero influenzare l'efficacia del trattamento di elettrolucidatura. Le soluzioni elettrolitiche più comunemente utilizzate sono pericolose da maneggiare e difficili e costose da smaltire. Lo scopo di questo lavoro è stato quello di studiare un possibile trattamento di elettrolucidatura su campioni di Ti6Al4V realizzati mediante Electron Beam Melting (EBM) utilizzando una soluzione elettrolitica "eco-friendly".

PAROLE CHIAVE: ELETTROLUCIDATURA, TECNOLOGIE ADDITIVE, Ti6Al4V, SOLUZIONI ELETTROLITICHE ECOFRIENDLY

INTRODUZIONE

È ormai noto che le tecnologie additive, pur rappresentando una possibile alternativa a quelle tradizionali nella produzione di manufatti, soprattutto quelli dalla geometria complessa o porosa, presentano ancora alcuni limiti, quali la qualità della finitura superficiale finale. Questa è caratterizzata da una morfologia molto rugosa, frutto di una serie di fenomeni che possono verificarsi durante il processo di produzione, quali l'effetto "balling", l'effetto Marangoni, l'effetto "stair-step" oppure l'adesione di particelle non fuse o parzialmente fuse. Pertanto, si rendono necessarie successive lavorazioni dopo il processo di realizzazione. In letteratura, diversi lavori propongono post-trattamenti di tipo meccanico oppure di tipo chimico. Se i primi potrebbero indurre sulla superficie degli stress residui o delle deformazioni, i secondi vengono generalmente effettuati mediante l'utilizzo di reagenti chimici molto pericolosi, difficili da gestire e smaltire. Il trattamento di elettrolucidatura, invece, potrebbe essere una valida alternativa per superare entrambe le problematiche poste dai trattamenti meccanici

Annalisa Acquesta, Tullio Monetta

Dipartimento di Ingegneria Chimica, dei Materiali e della Produzione Industriale, Università degli Studi di Napoli Federico II, Napoli

e chimici, quando le soluzioni elettrolitiche utilizzate sono a basso impatto ambientale. Quindi, l'obiettivo del presente lavoro è stato quello di studiare il processo di elettrolucidatura utilizzando una soluzione "environmentally friendly" di componenti in lega di Titanio Ti6Al4V ottenuti mediante tecnologia additiva di tipo Electron Beam Melting (EBM).

MATERIALI E METODI

I campioni esaminati nel presente lavoro sono stati realizzati a partire da una polvere, di dimensioni comprese fra 40 e 100 μm , in lega di titanio Ti6Al4V (Grado 5). I campioni sono stati realizzati secondo una geometria parallelepipedica ed accresciuti in direzione (asse z) perpendicolare a quella di deposizione, come riportato in figura 1. Il processo EBM è stato eseguito utilizzando una stampante Arcam Q20, i cui parametri di processo utilizzati sono riportati in tabella 1.

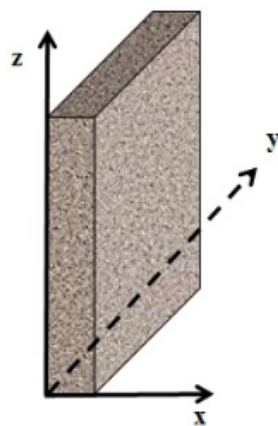


Fig.1 Rappresentazione della geometria e della direzione di accrescimento dei campioni Ti6Al4V ottenuti mediante tecnologia additiva EBM (z=direzione di accrescimento).

Tab.1 - Parametri del processo EBM

Parametri	ARCAM Q20
Tensione	60KV
Ambiente	Vuoto
Spessore strato	90 μm
Velocità di scansione	1500 mm/s
Hatch distance	100 μm

Il trattamento di elettrolucidatura è stato effettuato in un bagno di etilenglicole, utilizzando un generatore di tensione TDK-Lambda G600, un sistema di raffreddamento per mantenere la temperatura di esercizio ed una piastra di agitazione meccanica. Una schematizzazione del set-up di cella adoperato è riportato in figura 2.

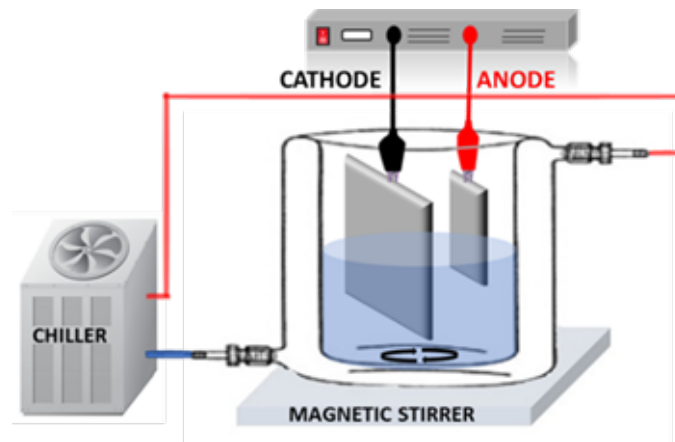


Fig.2 Schematizzazione del set-up di cella utilizzato per effettuare il trattamento di elettrolucidatura.

La curva densità di corrente-tensione e la curva densità di corrente nel tempo sono state registrate utilizzando il software Labview. L'analisi morfologica e le misure di rugosità sono state effettuate mediante il microscopio confocale laser Olympus SL5000 (Olympus, Milano). E' noto che i parametri di rugosità sono numerosi, ma, come discusso in un precedente lavoro [1], ne sono sufficienti solo alcuni per avere una stima della morfologia della superficie. Pertanto, i parametri di rugosità presi in considerazione sono solo quelli riportati in Tabella 3. Le misure sono state ripetute su tre campioni differenti, al fine di garantire la riproducibilità dei risultati. Di seguito si riporta la nomenclatura utilizzata per l'individuazione dei campioni.

Tab.2 - Nomenclatura utilizzata per l'individuazione dei campioni.

Campione	Treatmento di Elettrolucidatura	Nomenclatura
EBM Ti6Al4V	-	Ti6Al4V as-built
EBM Ti6Al4V	25V, 60 min	Ti6Al4V_EL

RISULTATI E DISCUSSIONI

Generalmente l'andamento della curva densità di corrente-tensione, registrato durante un trattamento di elettrolucidatura nelle soluzioni più utilizzate a base di acido perclorico, ha un andamento come quello riportato in figura 3a, in cui è possibile notare il range di potenziali in cui poter effettuare il trattamento di elettrolucidatura, caratterizzato da un valore costante di densità di corrente. Generalmente, le condizioni ottimali per un trattamento di elettrolucidatura sono individuate dal punto D. Nel caso in esame, e come riportato anche in letteratura, l'utilizzo di soluzioni organiche comporta una variazione dell'andamento della curva corrente-tensione. In particolare, il range in cui si dovrebbe registrare un valore di corrente costante non è sempre ben definito e quindi si sceglie quel valore di potenziale subito prima di registrare valori di corrente che aumentano in maniera repentina.

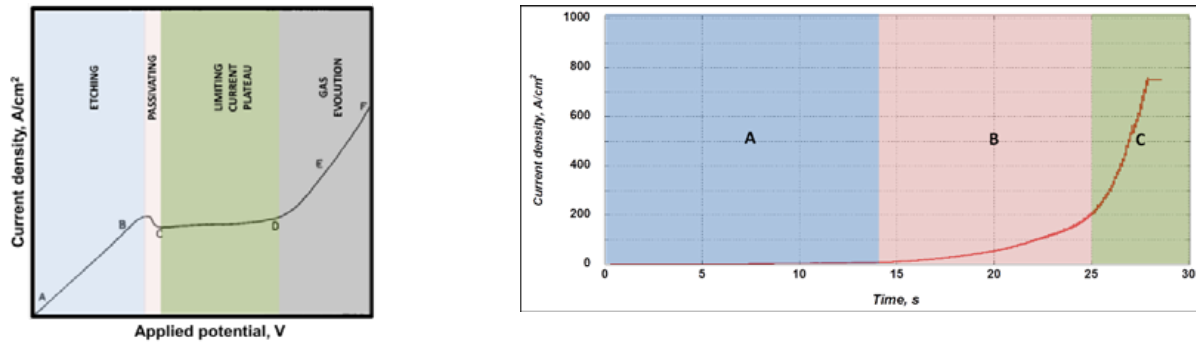


Fig.3 Curve densità di corrente-tensione ottenute utilizzando differenti soluzioni elettrolitiche:
a) soluzioni acquose e b) la soluzione organica di test.

Nel caso in esame, è stato possibile individuare tre zone come mostrato in Figura 3b. La prima zona, indicata con la lettera A, è caratterizzata da un ampio range di potenziali, compresi tra 0 e 14 V, in cui le correnti registrate all'aumentare della tensione sono decisamente molto basse. La corrente inizia ad aumentare nella seconda zona, indicata con la lettera B, per valori di tensione compresi fra 14 V e 25 V. Nella zona indicata con la lettera C, le correnti invece aumentano repentinamente. Come riportato in letteratura, la zona B potrebbe essere quella in cui effettuare il trattamento di elettrolucidatura. In effetti, nel presente lavoro, per effettuare il trattamento di elettrolucidatura è stato assunto un valore di potenziale pari a 25V. Com'è noto,

il trattamento di elettrolucidatura può essere influenzato da numerosi parametri, ad esempio, la tensione o la corrente applicata, la durata del trattamento, la temperatura, la velocità di agitazione. In questo caso, il tempo di trattamento, la temperatura e la velocità di agitazione sono stati scelti dopo numerose prove preliminari.

In figura 4 è riportata la curva densità di corrente-tempo registrata durante il processo di elettrolucidatura, che presenta l'andamento tipico riportato in letteratura [2]. Dopo una iniziale riduzione, dovuta alla formazione di uno strato di ossido, la densità di corrente tende a raggiungere un valore costante di circa 60 mA/cm².

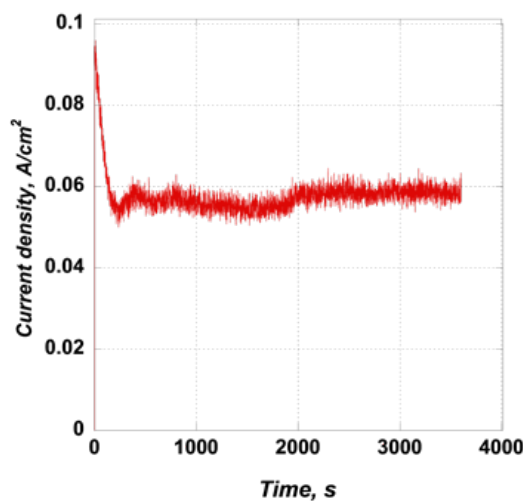


Fig.4a Curva densità di corrente-tempo registrata durante il processo di elettrolucidatura effettuato sul campione Ti6Al4V_EL.

ANALISI MORFOLOGICA

I campioni prodotti mediante le tecnologie additive mostrano una morfologia estremamente rugosa, per i fenomeni pocanzi citati, tanto da rendere molto difficile l'acquisizione dell'immagine della superficie, come riportato in letteratura [3]. L'analisi morfologica effettuata sul campione "asbuilt" ha confermato la complessità di tali superfici, come riportato in figura 4b.

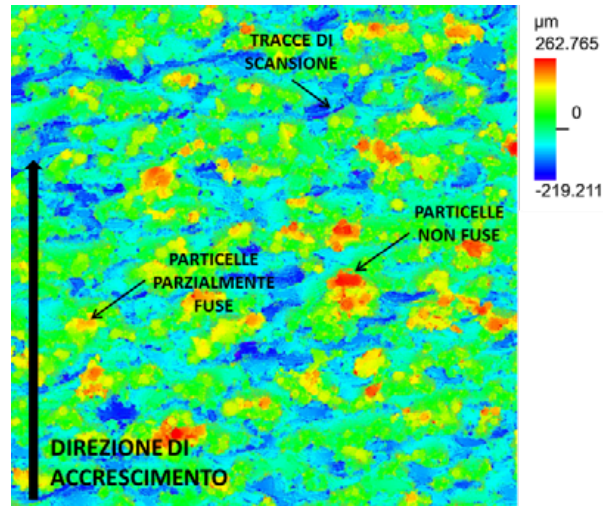


Fig.4b Immagine 2D della superficie del campione Ti6Al4V as-built.

E' possibile vedere come dalla figura 4b sia individuabile la direzione di accrescimento, evidenziata dalla presenza delle tracce lasciate dal passaggio del fascio di elettroni (tracce di scansione). Inoltre, sono facilmente individuabili particelle non fuse e parzialmente fuse adese alla superficie fusa del materiale. Dalla figura 5b, è invece, possibile notare come il trattamento di elettrolucidatura abbia consentito lo smussamento delle asperità caratterizzanti la superficie iniziale, come confermato dalle misure di rugosità riportate di seguito.

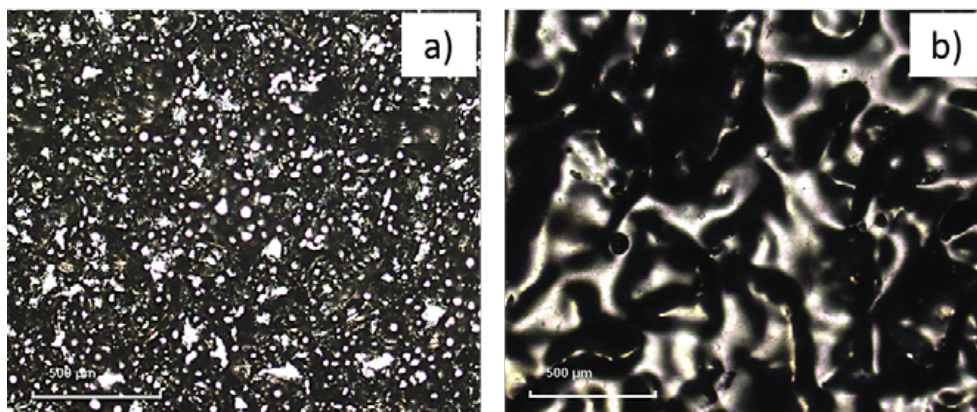


Fig.5 Immagini 2D della superficie del campione Ti6Al4V a) prima e b) dopo il trattamento di elettrolucidatura.

MISURE DI RUGOSITÀ

I parametri di rugosità ricavati dalle misure di rugosità sono state effettuate sul campione "as-built" e sui campioni sottoposti al trattamento di elettrolucidatura e riportate in Tabella 3.

Tab.3 - Valori dei parametri di rugosità presi in considerazione per il campione Ti6Al4V as built e per il campione elettrolucidato, Ti6Al4V_EL

Roughness parameters	Ti6Al4V as-built	Ti6Al4V_EL
S_a (μm)	53.57	10.10
S_q (μm)	65.43	13.19
S_z (μm)	426.49	130.00
S_{ku}	2.62	3.64
S_{sk}	0.43	-0.098
S_{dr} (%)	124.86	18.50
S_{dq}	2.82	0.88

Dai valori dei parametri di rugosità, è evidente che il campione Ti6Al4V as-built presenta un elevato valore di S_a , pari a 53.57 μm , un valore inferiore a 3 per il parametro di Kurtosis, S_{ku} , ed un valore positivo del parametro di Skewness, S_{sk} , indice di una maggior presenza di picchi rispetto alle valli. Un parametro interessante è S_{dr} , indice della percentuale di area sviluppata dalla morfologia, che in questo caso corrisponde al 124.86%. Ovvero, essendo l'area di scansione di 15 mm^2 , l'area reale è di circa 33 mm^2 . Il parametro ibrido S_{dq} rappresenta il valore medio dei gradienti locali presenti sulla superficie; maggiore è il suo valore, tanto più la superficie è scabra. Nel caso del campione Ti6Al4V as-built assume un valore di 2.82.

Nel caso del campione sottoposto al trattamento di elettrolucidatura, il parametro S_a è notevolmente ridotto, restituendo un valore di 10.10 μm , circa il 20% del valore di S_a iniziale. Il parametro S_{ku} assume un valore di poco maggiore di 3, indice di una superficie con picchi meno appuntiti. Mentre il parametro di Skewness, S_{sk} , in questo caso è negativo, indice di una maggior dominanza di valli. L'area sviluppata in questo caso corrisponde al 18.5%. Il parametro S_{dq} , nel campione elettrolucidato, ha un valore inferiore ad 1, suggerendo la presenza di "declivi più dolci" sulla superficie.

CONCLUSIONE

La superficie dei componenti ottenuti mediante tecnologie additive è molto complessa per i diversi fenomeni che insorgono durante il processo di fabbricazione. Questi comportano un'elevata rugosità, 20-60 μm , che inevitabilmente influenza le proprietà chimico-fisiche dei componenti. Pertanto, è necessario effettuare dei trattamenti post-processo al fine di ridurre notevolmente tale rugosità. È possibile applicare diversi metodi, meccanici o chimici, che però presentano dei limiti in termini di deformazioni generati sulla superficie o reagenti chimici pericolosi usualmente utilizzati, rispettivamente. Nel presente lavoro è stato studiato un trattamento di elettrolucidatura su campioni in lega di titanio Ti6Al4V ottenuti mediante tecnologia additiva EBM utilizzando una soluzione elettrolitica, a basso impatto ambientale, utilizzata

per la prima volta per questa tipologia di componenti. Inizialmente è stata registrata la curva densità di corrente – tensione, al fine di individuare il range di potenziale in cui poter effettuare il trattamento. Determinato il valore di potenziale, dopo diverse prove preliminari sono stati scelti gli altri parametri, quali la temperatura, il tempo e la velocità di agitazione del bagno.

Il set-up di parametri fissati in questo lavoro ha consentito la riduzione della rugosità del 80% circa, impiegando una durata ragionevole di trattamento pari a 60 min.

Dunque, la soluzione elettrolitica adottata per il trattamento di elettrolucidatura sembra essere un buon candidato per ottenere una significativa riduzione della rugosità dei componenti ottenuti mediante tecnologie additive. In ogni caso, in base alla rugosità finale richiesta è possibile ottimizzare il trattamento di elettrolucidatura.

RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI

- [1] T. Monetta, A. Acquesta, F. Bellucci, Evaluation of roughness and electrochemical behavior of titanium in biological environment, *Metallurgia Italiana*, 106 (2014) 13-21.
- [2] D. Kim, K. Son, D. Sung, Y. Kim, W. Chung, Effect of added ethanol in ethylene glycol–NaCl electrolyte on titanium electropolishing, *Corros. Sci.*, 98 (2015) 494-499.
- [3] M.T. Acquesta A, As-Built EBM and DMLS Ti-6Al-4V Parts: Topography–Corrosion Resistance Relationship in a Simulated Body Fluid., *Metals*, 10 (2020).

Electropolishing in ecofriendly solution of Ti6Al4V parts produced by Electron Beam Melting

The additive manufacturing process is gaining increasing interest due to the possibility of producing components with a complex shape, very close to the final geometry. On the other hand, however, it involves a very high final roughness, such as to compromise the mechanical performance and resistance to corrosion. Therefore, post-processing treatments are required. Electropolishing could be the ideal treatment to reduce the roughness of these components. It is known that various parameters, such as the type of electrolyte solution, the voltage or current applied, the treatment time, agitation, etc. They could affect the effectiveness of the electropolishing treatment. The most used electrolyte solutions are dangerous to handle and difficult and expensive to dispose of. The aim of this work was to study a possible electropolishing treatment on Ti6Al4V samples made by Electron Beam Melting (EBM) using an "eco-friendly" electrolytic solution.