

Studio di fattibilità della fabbricazione di nuclei ferromagnetici attraverso tecniche di Manifattura Additiva

G. Stornelli, M.R. Ridolfi, P. Folgarait, J. De Nisi, D. Corapi, C. Repitsch, A. Di Schino

La produzione convenzionale di nuclei ferro-magnetici prevede la realizzazione di lamierini di acciaio con contenuto di Silicio non superiore al 3.0%. Dal punto di vista metallurgico, le tecnologie additive consentono di superare tale limite tecnologico, imposto dalla bassa lavorabilità delle leghe con maggior contenuto di Si. Gli acciai ad alto silicio (contenuto di Si \geq 4.5%) risultano intrinsecamente fragili al punto da rendere difficile la fabbricazione di componenti magnetici attraverso i convenzionali processi di laminazione. I processi di fabbricazione per Manifattura Additiva (es. PBF-LM, DED, L-WAAM) forniscono ampie opportunità di riprogettazione dei componenti magnetici, di concezione completamente diversa dalla convenzionale, permettendo di agire sulla composizione chimica del materiale metallico e dielettrico, sulla geometria del componente e sulla possibilità di sovrapporre strati contigui di diverse leghe metalliche.

Nel presente lavoro sono forniti: una descrizione critica dello stato dell'arte degli sviluppi presenti in letteratura e i risultati di una prima sperimentazione di stampa 3D, con tecnologia laser a letto di polvere (DMLS), di campioni in acciaio magnetico in polvere con 3.0% e 6.5% di Si, rispettivamente.

PAROLE CHIAVE: ACCIAI MAGNETICI – MANIFATTURA ADDITIVA – NUCLEI FERROMAGNETICI

INTRODUZIONE

Gli acciai al silicio costituiscono una delle classi più importanti tra i materiali per applicazioni magnetiche (1). Tra queste, le leghe con tenore di Si compreso tra il 2.0% e il 7.0% in peso (2) garantiscono ottime proprietà elettromagnetiche (3), tali da permetterne l'impiego in motori elettrici, generatori e nuclei di trasformatori (4).

È stato ampiamente dimostrato che una lega con il 6.5% in peso di silicio offre ottime proprietà magnetiche dolci (soft magnetic materials) (5, 6) quali: alta saturazione magnetica, bassa anisotropia magnetocristallina, ridotta magnetostriazione ed elevata resistività elettrica (4,7). Tuttavia, a livello commerciale, sono più diffuse leghe con tenore di Si non superiore al 3.5-4.0 % (8). Infatti, le leghe ad alto Si (contenuto di Si \geq 4.5%) risultano intrinsecamente fragili al punto da rendere difficile la fabbricazione di componenti magnetici attraverso i convenzionali processi di laminazione (6,9). Il progressivo infragilimento della lega FeSi, all'aumentare del contenuto di Si, è associato alla tendenza a formare fasi ordinate durante il raffreddamento (6, 10, 11). La lega FeSi

Giulia Stornelli

Università degli studi di Roma Tor Vergata, Italia

Maria Rita Ridolfi, Paolo Folgarait,
Jacopo De Nisi, Domenico Corapi

Seamthesis Srl, Italia

Christian Repitsch

M4P GmbH, Austria

Andrea Di Schino

Università degli studi di Perugia, Italia

ad alto tenore di silicio presenta una struttura cristallina di tipo cubico a corpo centrato (ccc) (4); questa, in fase di solidificazione, subisce un riarrangiamento degli atomi di Si nella matrice di Fe formando due tipi di strutture ordinate, B2 e DO₃ (12, 13, 14). È noto che il movimento delle dislocazioni in una struttura ordinata crea bordi di anti-fase (15, 16) con conseguente incremento dell'energia della lega e rafforzamento della stessa (15). Allo stesso modo, la presenza di strutture ordinate riduce la duttilità della lega e ne limita la lavorabilità meccanica alle basse temperature (4).

In letteratura, molteplici sono i contributi sperimentali incentrati sullo sviluppo di tecniche per la produzione di componenti in acciaio FeSi ad alto Si, intrinsecamente fragili ma con composizione chimica ottimale per applicazioni magnetiche (17, 18, 19); le procedure proposte per produrre lamiere sottili di lega FeSi ad alto contenuto di Si includono processi di tempra rapida (20, 21) per evitare l'infragilimento della lega, oppure, procedimenti di deposizione chimica sotto forma di vapore (CVD) (5, 6, 22), dove il Si è aggiunto per diffusione ad una lamiera con basso tenore di Si. Altre tecniche comprendono poi processi di laminazione diretta di polveri (17), strip casting (18), deposizione fisica di vapore (PVD)(19), formatura spray (23, 24, 25). Inoltre, diversi articoli riportano la produzione di nuclei magnetici dolci sinterizzati (es. 3, 26, 27) o prodotti tramite Metal Injection Molding (28, 29).

Da alcuni anni la Manifattura Additiva si sta imponendo come una tecnologia matura per la stampa di materiali metallici a

livello industriale (30, 31). Tra questi, particolare rilievo assumono le leghe base Fe (32, 33). In questo ambito, in particolare, recentemente è stato dimostrato come la Manifattura Additiva possa rappresentare una seria e concreta alternativa tecnologica per la produzione di acciai magnetici ad alto contenuto di Si (1). Le elevate velocità di raffreddamento, coinvolte nel processo di fusione, per scansione laser permetterebbero di evitare la transizione di fase disordinata-ordinata tipica della lega FeSi e pertanto permettere di realizzare componenti magnetici indipendentemente dalle proprietà meccaniche della lega stessa.

A tal proposito, l'obiettivo di tale ricerca è quello di sfruttare le tecnologie di stampa 3D per realizzare nuclei ferromagnetici in acciaio ad alto ed altissimo tenore di silicio, con lo scopo di ottenere componenti magnetici altamente prestanti e fornire contemporaneamente una soluzione industriale alternativa, competitiva e morfologicamente ottimizzata al caso d'impiego, rispetto ai nuclei ferromagnetici commercialmente disponibili e realizzati con tecniche convenzionali.

Questo lavoro riporta i risultati preliminari relativi allo studio di fattibilità della produzione di acciai magnetici FeSi attraverso tecnologia Direct Melting Laser Sintering (DMLS). In esso sono state prese in esame due varianti della lega FeSi relative ad altrettanti tenori di silicio (Si=3.0%; Si=6.5%). Per entrambe, è stato analizzato il comportamento metallurgico al variare dei parametri tecnologici di processo.

STATO DELL'ARTE DI LEGHE FERRO-SILICIO DA MANIFATTURA ADDITIVA

Tra le tecnologie di Manifattura Additiva (MA), quella attualmente più diffusa per impieghi industriali è conosciuta con il termine "fusione a letto di polvere (PBF)". Tale tecnologia utilizza prevalentemente il laser come sorgente di energia per fabbricare, strato dopo strato (34), componenti tridimensionali a partire da modelli CAD (35, 36). Attraverso tale processo si possono realizzare componenti di forma anche molto complessa (34), evitando il ricorso a lavorazioni meccaniche, quali (per il caso di specie) il processo di laminazione. Per questa ragione possono risultare potenzialmente adatte alla produzione di manufatti in acciai con alto contenuto di silicio.

La ricerca internazionale relativa alla produzione di materiali magnetici tramite tecniche di MA è ancora relativamente limitata (37). Tuttavia, la possibilità di realizzare componenti complessi con minori limiti tecnologici associati a composizione chimica e/o geometria d'impiego, ha rappresentato una potente spinta per innovare in modo radicale e sostanziale i processi produttivi dei nuclei ferromagnetici. Si pensi qui soltanto alle variegata, molteplici e sfidanti richieste che stanno arrivando dal settore della trazione elettrica e dei trasporti in genere a propulsione elettrica (38, 39).

I contributi attualmente presenti in letteratura fanno rife-

rimento alla fabbricazione sperimentale di nuclei tramite MA, di leghe ferro-silicio con contenuto di Si compreso tra 6.7% e 6.9%, tenore di carbonio prossimo allo 0.01% (1, 2, 4, 37, 40) e presenza di elementi alliganti quali Mn e P (1, 2). Le ricerche cui si fa riferimento sono tutte incentrate sulla messa a punto dei parametri di fusione (ad esempio, potenza del laser e velocità di scansione) al fine di ridurre al minimo le porosità (e quindi densità confrontabile a quella di componenti prodotti attraverso processo tradizionale) e ottenere materiali/componenti prestanti in termini di proprietà magnetiche.

Goll et al. (37) hanno effettuato esperimenti su una lega con 6.7% di silicio, con velocità costante del laser di 0.5 ms⁻¹, potenza laser variabile nell'intervallo 100-400 W, temperatura della piattaforma variabile tra 200°C e 600°C e trattamento termico di ricottura a 1150 °C per un'ora. Le condizioni ottimali sono state ottenute per temperatura della piattaforma di 400°C e potenza laser di 300 W; è stato inoltre verificato un importante effetto benefico sulle proprietà magnetiche, legato all'aumento delle dimensioni del grano dopo trattamento termico, ottenendo permeabilità magnetica massima pari a 31000 Hm⁻¹. Garibaldi et al. (1), invece, sperimentando acciaio con 6.9% di silicio, hanno applicato potenza del laser costante di 70 W e cinque diversi valori di velocità: 0,125, 0,167, 0,25, 0,5 e 1 ms⁻¹, mantenendo la temperatura della piattaforma a costante 200°C. Al crescere dell'energia specifica lineare (rapporto tra potenza e velocità del laser) essi hanno osservato andamento decrescen-

te della porosità e crescente dell'incidenza delle cricche. Una strategia perseguibile per la costruzione di componenti ferromagnetici da MA consiste nella fabbricazione di nuclei a corpo unico della parte in lega metallica, in modo tale da utilizzare direttamente l'aria come materiale dielettrico. Dall'analisi condotta mediante modello ad elementi finiti su anelli in ferro aventi sezioni con numero crescente di traferri, le perdite per correnti parassite risultano scendere da 36 W/kg a 6,6 W/kg (ad 1 T e 50 Hz), mentre da misura sperimentale la diminuzione si arresta a 15,5 W/kg (37).

Un'altra possibile strategia è basata sulla fusione diretta di strati alternati di materiali diversi per ridurre le perdite provocate dalle correnti parassite (37). La struttura emula concettualmente quella dei nuclei ferromagnetici convenzionali, in cui i laminati sono isolati l'uno dall'altro da rivestimenti superficiali non conduttivi. In questo caso sono alternati strati di ferro e di FeAl₁₆, ottenendo una notevole riduzione delle perdite per correnti parassite.

Plotkowski et al. (41) hanno investigato l'influenza sulle proprietà elettromagnetiche della geometria di componenti prodotti in acciaio con 3.0% di silicio da MA. A questo scopo sono investigate varie geometrie delle sezioni, delle quali le più efficienti risultano quelle con coefficiente di riempimento del 50%. A seguito di trattamento termico la permeabilità magnetica effettiva risulta essere quadruplicata rispetto a quella dei campioni prodotti tal quale.

MATERIALI E METODI

L'utilizzo di un modello di simulazione del processo L-PBF (42, 43, 44), in grado di descrivere in modo assai accurato l'interazione a scala microscopica tra la polvere metallica, la sorgente laser e il gas di protezione in camera di stampa, ha permesso di desumere le caratteristiche del processo di fusione dai risultati riportati in letteratura (1, 37) relativi ad acciai con 6.7% e 6.9% di silicio. In particolare, la Fig. 1 mostra quanto derivato dalle simulazioni effettuate in termini di frazione di energia del laser assorbita dal metallo (assorbanza), porosità (calcolata e misurata sperimen-

talmente) e limiti dei regimi di fusione per "conduzione" e "keyhole", in funzione della potenza specifica incidente. Quest'analisi individua l'intervallo di energia specifica lineare 150-380 Jm⁻¹, in cui le porosità dovute sia alla mancanza di fusione che a keyhole dovrebbero risultare di entità accettabile. Da (1) si ricava inoltre l'indicazione sul limite di energia specifica di 280 Jm⁻¹, al di sopra del quale l'incidenza delle cricche (dovute agli stress termici indotti dal processo di fusione (1)) diviene inammissibile.

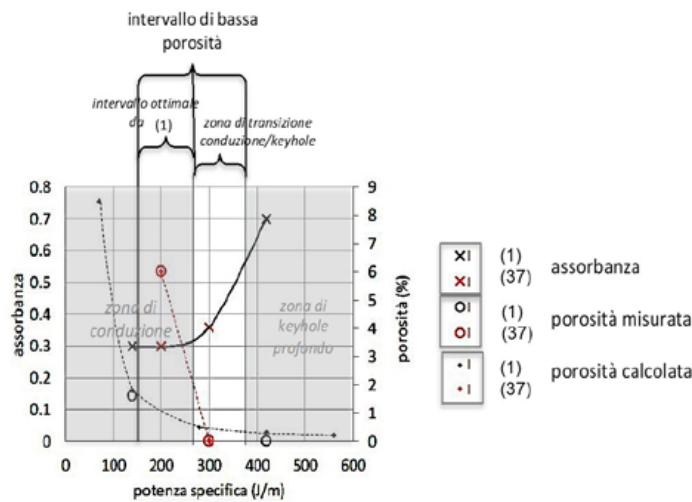


Fig.1 Derivazione mediante modello numerico (42) di: curva dell'assorbanza, limiti dei regimi di fusione per conduzione e keyhole, porosità, a partire dai dati riportati in (1) e (37) relativi ad acciai con silicio al 6.7% e 6.9% / Absorptivity, melting modes limits (conduction and keyhole) and porosity, derived through numerical modelling (42) of the processes described in (1) and (37) referring to steels with 6.7% and 6.9% Si.

Partendo dai risultati precedenti è stata impostata la sperimentazione col sistema tecnico a letto di polvere di una stampante EOS M290 per l'ottimizzazione dei parametri tecnologici di processo. La macchina impiegata è equipaggiata con un laser a fibra di Yb di diametro nominale 100 μm e curva Gaussiana di distribuzione della potenza. Le polveri utilizzate sono state prodotte attraverso gas-atomization e presentano la seguente composizione chimica: Si=3.0% e 6.5%, C=0.01%, O₂=0.0001%. La distribuzione

della dimensione delle particelle (Particle size distributions, PSD) (Fig.2) misurata con il metodo di diffrazione laser (MAsterizer 3000, Malvern-Panalytical), mostra una dimensione media di circa 31 μm e 25 μm , rispettivamente per l'acciaio FeSi3 e FeSi6.5. Alcuni importanti parametri della PSD sono riportati in Tab.1 Le polveri presentano una morfologia generalmente sferica con qualche satellite (Fig.3) e con valori di ellitticità prossimi a 1 per entrambe le leghe.

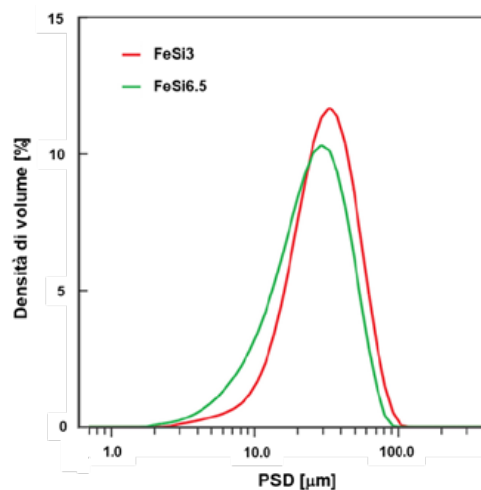


Fig.2 Distribuzione granulometrica (PSD) delle polveri FeSi3 e FeSi6.5 ricevute, processate con tecnologia L-PBF / Particle size distribution (PSD) of the as-received powders FeSi3 and FeSi6.5, processed by L-PBF technology

Tab.1 - Distribuzione granulometrica (PSD) misurata con il metodo di diffrazione laser. D10, D50 e D90 indicano la dimensione delle particelle rispettivamente al 10 vol%, 50 vol %, 90 vol%. / Particle size distribution (PSD) measured by laser diffraction method. D10, D50 and D90 mean the particle size at 10 vol%, 50 vol% and 90 vol%,

	D ₁₀ [μm]	D ₅₀ [μm]	D ₉₀ [μm]
FeSi3	14.4	30.8	56.4
FeSi6.5	9.7	25.3	49.0

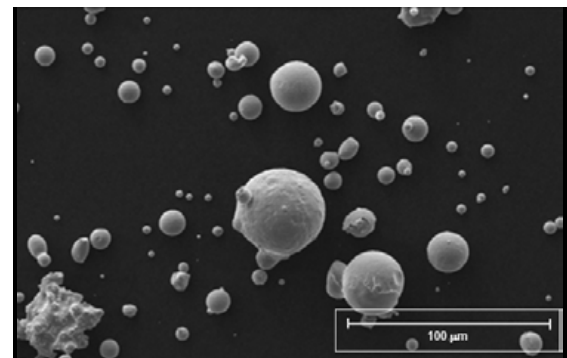
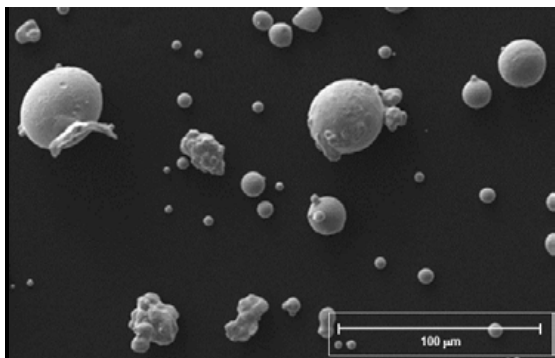


Fig.3 Morfologia delle polveri della lega FeSi3 (a) e FeSi6.5 (b), immagini SEM. / Powder steel morphology of FeSi3 (a) and FeSi6.5 (b), SEM

Per quanto riguarda la scelta dei parametri tecnologici, lo spessore dello strato di polvere e la distanza tra le tracce sono stati assunti in base ai valori desunti dalla letteratura, rispettivamente pari a 30 μm e 60 μm. La piattaforma di stampa è stata mantenuta alla temperatura massima permessa dall'apparato usato, pari a circa 200 °C. Il gas di pro-

cesso utilizzato è Argon con contenuto di ossigeno inferiore allo 0.4%.

Per entrambe le leghe sono stati fusi 20 cubi di lato 11 mm ognuno, con potenza nominale e velocità del laser variabili, in modo da ricoprire l'intervallo di energia specifica 150-400 Jm⁻¹, secondo quanto riportato nella Tab.2.

Tab.2 - Valori dei parametri di processo dei 20 campioni. / Process parameters values of the 20 samples

No.	[Jm ⁻¹]	[ms ⁻¹]	[W]	No.	[Jm ⁻¹]	[ms ⁻¹]	[W]	No.	[Jm ⁻¹]	[ms ⁻¹]	[W]	No.	[Jm ⁻¹]	[ms ⁻¹]	[W]
S1	150	0.5	75	S2	150	1	150	S3	200	0.835	167	S4	200	0.5	100
S5	225	0.75	168.8	S6	250	0.668	167	S7	250	1	250	S8	275	0.5	137.5
S9	275	0.607	167	S10	275	0.942	259	S11	300	0.557	167	S12	300	0.863	259
S13	300	1	300	S14	310	0.7	217	S15	325	0.514	167	S16	325	0.797	259
S17	325	1	325	S18	350	0.5	175	S19	350	0.74	259	S20	400	0.6	240

Ognuno dei campioni fusi per le due leghe prese in esame è stato pesato attraverso bilancia di Archimede (AB54 Mettler Toledo) in modo da misurare la densità relativa dei campioni e stimarne la percentuale di porosità. Dai campioni sono state ricavate delle sezioni metallogra-

fiche tramite taglio parallelo ad uno dei lati verticali, facenti riferimento alla direzione di crescita dei cubi durante la fabbricazione. Tali sezioni sono state lucidate a specchio ed osservate al microscopio ottico (Eclipse LV150NL). Successivamente, i campioni sono stati attaccati chimica-

mente con reattivo Nital 2% e osservati a loro volta al microscopio ottico. L'analisi dei campioni lucidi è stata eseguita a supporto della misura diretta di densità, in modo da valutare la presenza e, soprattutto, la natura delle porosità stesse. L'analisi dei campioni dopo attacco chimico ha per-

meso di analizzare la morfologia delle tracce di fusione e la microstruttura di solidificazione.

OSSERVAZIONE DEI CAMPIONI

Dalle misure di densità relativa sono state ricavate le porosità percentuali di ogni campione. Per i campioni con Si=3.0% i valori di porosità riscontrati rientrano in un valore medio di 1.34%, il campione S1-Si=3.0% ha mostrato elevata porosità pari a 6.4% a differenza del campione S7-Si=3.0% con porosità minima, pari a 0.3%. Per quanto riguarda invece i campioni con Si=6.5%, la porosità mediamente riscontrata è stata 0.75% con un massimo di 3.22% per il campione S1-Si=6.5% e un minimo di 0.005% per il campione S2-Si=6.5%. Le porosità dei campioni con

Si=6.5% sono state messe a confronto con quelle ricavate da (1) e (37) in Fig.4. Allo scopo di rendere uniformi i dati, sull'asse orizzontale è riportata l'energia specifica per unità di volume, uguale a quella lineare divisa per il prodotto dello spessore dello strato per la distanza tra le tracce. Dal confronto eseguito ne emerge un disaccordo tra i dati riscontrati in letteratura (1) e (37) e quelli misurati in questo lavoro per la lega con Si=6.5%. In particolare, il decremento della densità con l'aumento di energia specifica del laser appare come una anomalia.

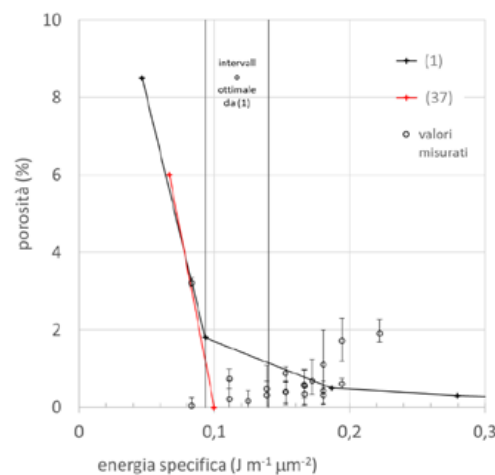


Fig.4 Confronto tra porosità misurate su campioni con Si=6.5% e derivate da (1) e (37). / Comparison among porosities obtained from measurements on Si=6.5% samples and values found in (1) and (37).

Per meglio indagare le cause di quanto sopra riportato, sono state analizzate sezioni metallografiche di campioni lucidi relativi ad alcune condizioni di processo rilevanti, rispettivamente per la lega con Si=3.0% e Si=6.5% (Fig.5 e Fig.6).

Da una prima osservazione emerge che i campioni con Si=3.0% sono esenti da cricche (Fig.5), mentre in quelli con Si=6.5% (Fig.6) l'incidenza di questo difetto appare crescente all'aumentare dell'energia specifica e nessun campione ne è risultato completamente privo. La presenza di tale difettosità giustifica l'andamento dei valori di densità relativa in funzione dell'energia specifica del laser riportati in Fig.4. L'effetto di decremento della densità relativa,

all'aumentare dell'energia specifica del laser, è da riferirsi alla formazione di cricche che, nel caso in questione, mitiga la reale influenza dell'energia specifica sulla percentuale di porosità dei campioni.

Per quanto riguarda l'analisi micrografica delle porosità, una variazione della stessa è evidente al variare della velocità di scansione. Confrontando le Fig.5(a) e Fig.5(b) per Si=3.0% e le Fig.6(a) e Fig.6(b) per Si=6.5%, a parità di energia specifica del laser (150 J m^{-1}), la percentuale di porosità è ridotta drasticamente all'aumentare della velocità di scansione. La dipendenza tra densità relativa e velocità di scansione del laser è stata sistematicamente discus-

sa da alcuni autori (36, 45, 46) per varie tipologie di acciai. Ciò che emerge dalla letteratura, in accordo con quanto evidenziato in questo lavoro, è un incremento di densità relativa associato ad una maggiore potenza del laser e dunque, a parità di energia specifica, ad una maggiore velocità di scansione.

Un'ulteriore considerazione derivante dall'osservazione delle Fig.5(a) e Fig.6(a) è che le sezioni dei campioni realizzati con minore energia specifica lineare (150 Jm^{-1}) mostrano porosità di forma irregolare, che può essere ricondotta agli spazi vuoti lasciati tra le particelle di polvere non completamente fuse (Fig.7). All'aumentare dell'energia specifica lineare si nota una variazione della morfologia della porosità; le Fig.5(d) e Fig.6(d) facenti riferimento ad un'e-

nergia specifica lineare di 350 Jm^{-1} mostrano la presenza di porosità di forma sferica. Porosità di forma sferica possono essere associate all'intrappolamento di fase aeriforme all'interno del liquido che, raffreddandosi rapidamente, crea una cavità nel solido mantenendone la forma sferica (47). Questo tipo di fenomeno avviene quando nel pozzo liquido si formano cavità da keyhole, riempite di plasma, ovvero di atomi ionizzati provenienti sia dal gas di processo che dal vapore formato dalla lega. A tal proposito, in Fig.8 sono riportati, a titolo di esempio, due tipologie di tracce di fusione per la lega con $\text{Si}=6,5\%$. La diversa morfologia delle tracce denota il passaggio da modalità di conduzione (Fig.8(a), campione S2-Si=6,5%, 1 ms^{-1} , 75 W) a modalità di keyhole (Fig.8(b), campione S18-Si=6,5%, $0,5 \text{ ms}^{-1}$, 175 W).

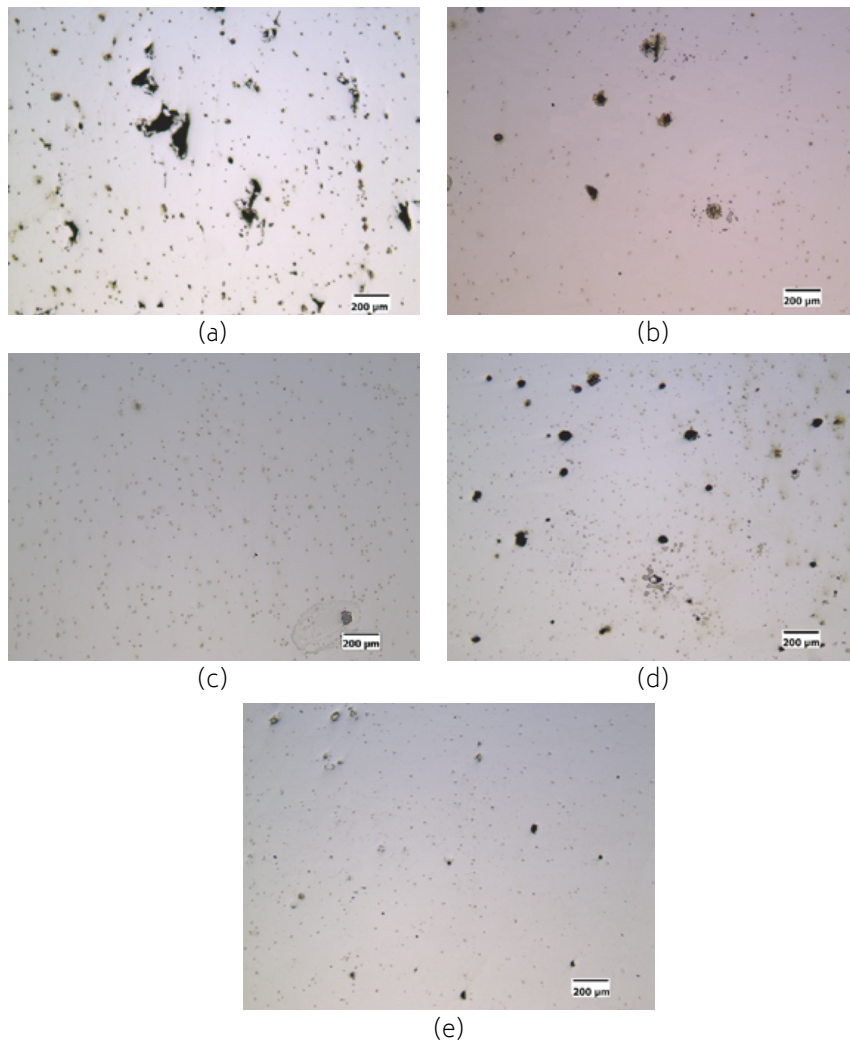


Fig.5 Porosità osservate nelle sezioni lucidate dei campioni con $\text{Si}=3,0\%$: (a) S1 (150 Jm^{-1} , $0,5 \text{ ms}^{-1}$, 75 W), (b) S2 (150 Jm^{-1} , 1 ms^{-1} , 150 W), (c) S7 (250 Jm^{-1} , 1 ms^{-1} , 250 W), (d) S18 (350 Jm^{-1} , $0,5 \text{ ms}^{-1}$, 175 W), (e) S19 (350 Jm^{-1} , $0,74 \text{ ms}^{-1}$, 259 W). / Porosities observed on sample polished sections on $\text{Si}=3,0\%$ samples: (a) S1 (150 Jm^{-1} , $0,5 \text{ ms}^{-1}$, 75 W), (b) S2 (150 Jm^{-1} , 1 ms^{-1} , 150 W), (c) S7 (250 Jm^{-1} , 1 ms^{-1} , 250 W), (d) S18 (350 Jm^{-1} , $0,5 \text{ ms}^{-1}$, 175 W), (e) S19 (350 Jm^{-1} , $0,74 \text{ ms}^{-1}$, 259 W).

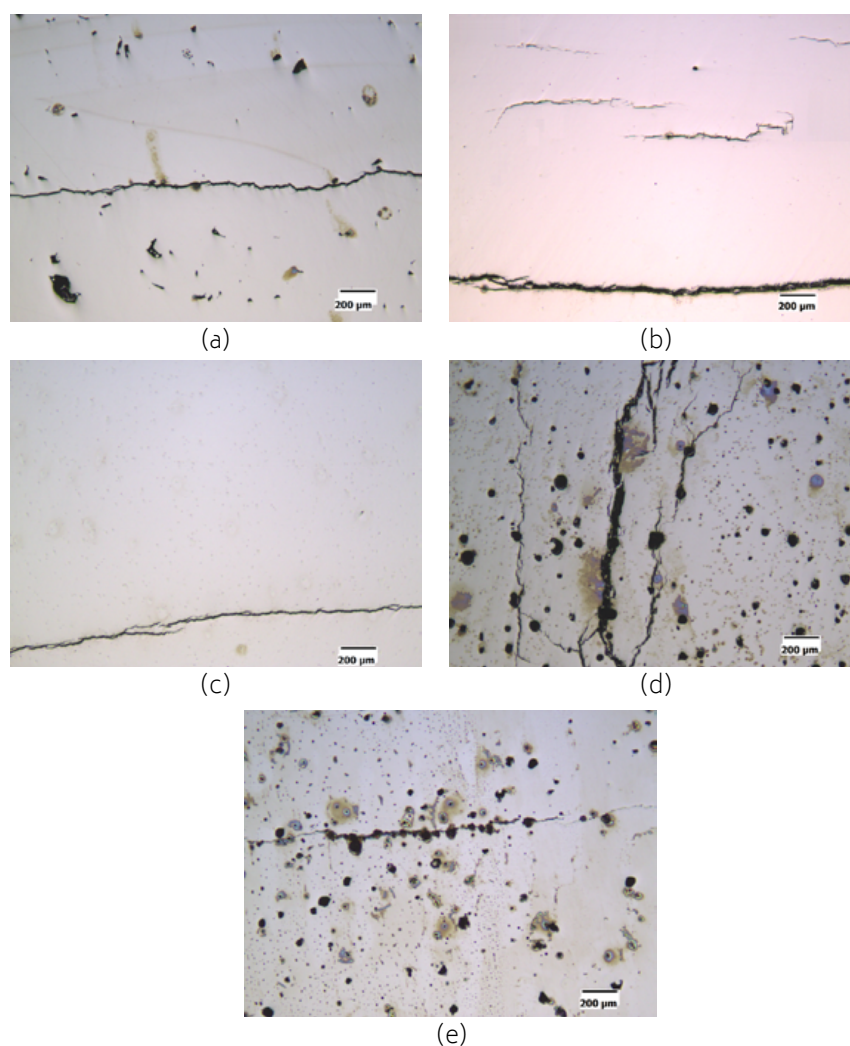


Fig.6 Porosità osservate nelle sezioni lucidate dei campioni con Si=6.5%: (a) S1 (150 Jm^{-1} , 0.5 ms^{-1} , 75 W), (b) S2 (150 Jm^{-1} , 1 ms^{-1} , 150 W), (c) S3 (200 Jm^{-1} , 0.835 ms^{-1} , 167 W), (d) S18 (350 Jm^{-1} , 0.5 ms^{-1} , 175 W), (e) S20 (400 Jm^{-1} , 0.6 ms^{-1} , 240 W).
/ Porosities observed on sample polished sections on Si=6.5% samples: (a) S1 (150 Jm^{-1} , 0.5 ms^{-1} , 75 W), (b) S2 (150 Jm^{-1} , 1 ms^{-1} , 150 W), (c) S3 (200 Jm^{-1} , 0.835 ms^{-1} , 167 W), (d) S18 (350 Jm^{-1} , 0.5 ms^{-1} , 175 W), (e) S20 (400 Jm^{-1} , 0.6 ms^{-1} , 240 W).

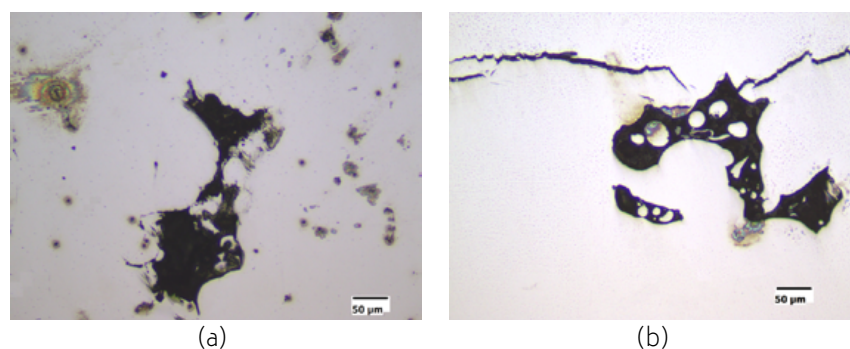


Fig.7 Porosità di forma irregolare riconducibili agli spazi vuoti lasciati tra le particelle di polvere non completamente fuse per gli acciai FeSi3 (a) e FeSi6.5 (b). / irregularly shaped porosity due to the empty spaces left between the powder particles not completely melted by the FeSi3 (a) and FeSi6.5 (b) steels.

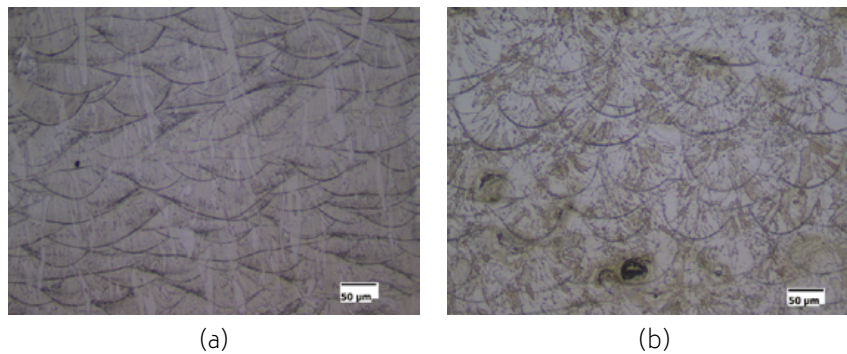


Fig.8 Esempi di osservazione delle tracce: (a) S2-Si=6.5% (150 Jm^{-1} , 1 ms^{-1} , 150 W); (b) S18-Si=6.5% (350 Jm^{-1} , 0.5 ms^{-1} , 175 W). / Examples of traces observations: (a) S2-Si=6.5% (150 Jm^{-1} , 1 ms^{-1} , 150 W); (b) S18-Si=6.5% (350 Jm^{-1} , 0.5 ms^{-1} , 175 W).

In Fig.9 sono riportate le micrografie dei campioni dopo attacco Nital, facenti riferimento alla lega con Si=3.0% e ai parametri di processo di cui alla Fig.5. La microstruttura di solidificazione evidenziata in Fig.9(c) e Fig.9(e), relative ai campioni S7 (250 Jm^{-1} , 1 ms^{-1} , 250 W) e S19 (350 Jm^{-1} , 0.74 ms^{-1} , 259 W) della lega con Si=3.0%, risulta essere di tipo colonnare. Tale microstruttura è attesa in leghe FeSi prodotte attraverso MA in quanto, nel passaggio da uno strato al successivo, la nucleazione dei nuovi grani avviene per crescita epitassiale a partire dai grani già solidificati nello strato sottostante (1). Ciò permette la crescita continua dei grani colonnari, diretti parallelamente alla direzione di crescita del componente, senza interruzioni tra gli strati. La stessa direzionalità di crescita è difficilmente distinguibile in Fig.9(a), relativamente al campione S1 (0.5 ms^{-1} , 75 W), la cui porosità misurata è 6.4%. La maggiore porosità del campione S1 è ascrivibile ad una maggiore frazione di polvere non perfettamente fusa (Fig.7). Tale osservazione risulta coerente con la microstruttura osservata in Fig.9(a) (non colonnare). Seguendo lo stesso ragionamento, nei campioni S7 (Fig.9(c)) e S19 (Fig.9(e)) in cui la polvere risulta quasi totalmente fusa, la solidificazione sarebbe proceduta molto ordinatamente in regime colonnare, non incontrando interruzioni dovute ad assenza di fusione. Nella sezione mostrata in Fig.9(d), relativa al campione S18 (0.5 ms^{-1} , 175 W), le strutture colonnari sono di nuovo più difficili da distinguere ed i bordi dei grani in genere più intricati. La causa potrebbe essere, in questo caso, la formazione del keyhole che, provocando la nucleazione di nuovi grani, inibisce la prosecuzione della crescita di grani colonnari preesistenti. Infine, in Fig.10 sono riportate le microgra-

fie dei campioni con Si=6.5% dopo attacco Nital, facenti riferimento ai parametri di processo di cui alle micrografie in Fig.6. In particolar modo, nelle Fig.10(a), Fig.10(b) e Fig.10(c) le evidenti tracce di fusione non permettono una semplice distinzione della microstruttura. Tuttavia, in Fig.10(d) e Fig.10(e) la microstruttura è ben visibile ma ben lontana dalla struttura colonnare attesa. Dunque, per i campioni S18 e S20 con Si=6.5%, valgono le stesse considerazioni fatte per il campione S18 con Si=3.0% in Fig.9(d), l'alterazione delle condizioni termiche e fluidodinamiche al fronte di solidificazione, provocate dalla presenza del keyhole, blocca la crescita colonnare promuovendo la formazione di grani equiascici.

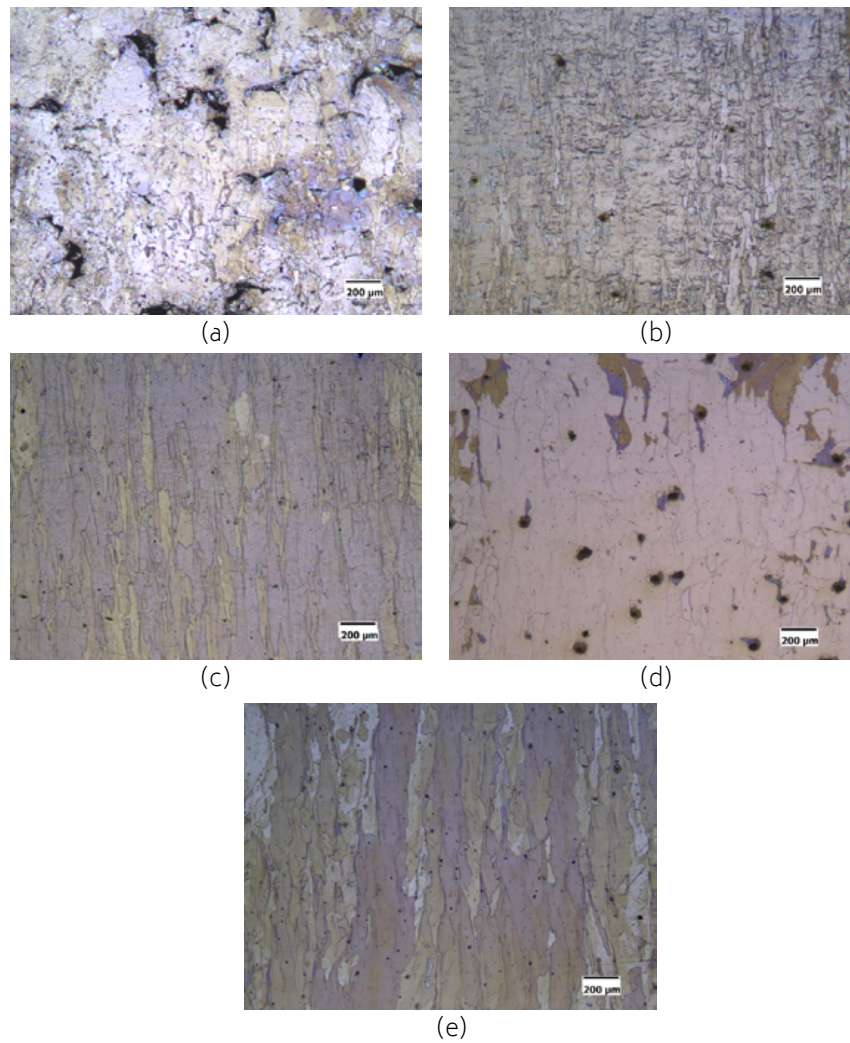


Fig.9 Microstrutture osservate nelle sezioni dei campioni con Si=3.0% dopo attacco Nital: (a) S1 (150 Jm^{-1} , 0.5 ms^{-1} , 75 W), (b) S2 (150 Jm^{-1} , 1 ms^{-1} , 150 W), (c) S7 (250 Jm^{-1} , 1 ms^{-1} , 250 W), (d) S18 (350 Jm^{-1} , 0.5 ms^{-1} , 175 W), (e) S19 (350 Jm^{-1} , 0.74 ms^{-1} , 259 W). / Microstructures observed on sample sections with Si=3.0% after Nital etching: (a) S1 (150 Jm^{-1} , 0.5 ms^{-1} , 75 W), (b) S2 (150 Jm^{-1} , 1 ms^{-1} , 150 W), (c) S7 (250 Jm^{-1} , 1 ms^{-1} , 250 W), (d) S18 (350 Jm^{-1} , 0.5 ms^{-1} , 175 W), (e) S19 (350 Jm^{-1} , 0.74 ms^{-1} , 259 W).

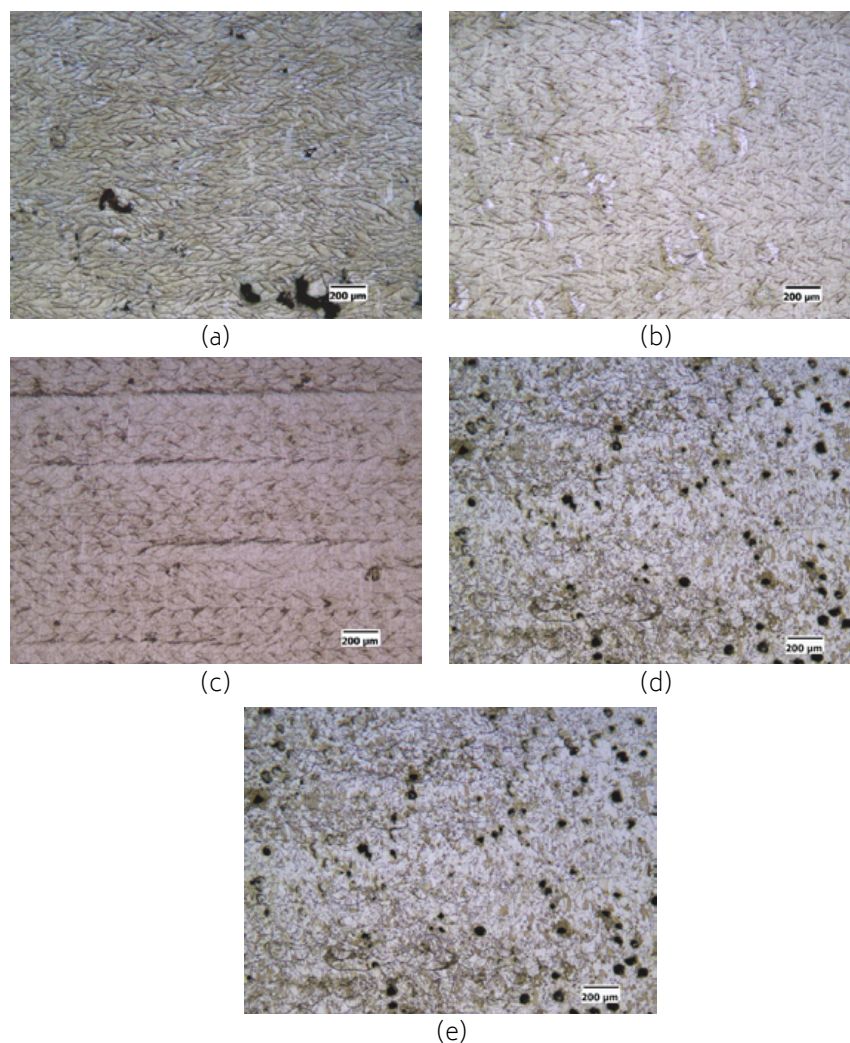


Fig.10 Microstrutture osservate nelle sezioni dei campioni con Si=6.5% dopo attacco Nital: (a) S1 (150 Jm^{-1} , 0.5 ms^{-1} , 75 W), (b) S2 (150 Jm^{-1} , 1 ms^{-1} , 150 W), (c) S3 (200 Jm^{-1} , 0.835 ms^{-1} , 167 W), (d) S18 (350 Jm^{-1} , 0.5 ms^{-1} , 175 W), (e) S20 (400 Jm^{-1} , 0.6 ms^{-1} , 240 W). / Microstructures observed on sample sections with Si=6.5% after Nital etching: (a) S1 (150 Jm^{-1} , 0.5 ms^{-1} , 75 W), (b) S2 (150 Jm^{-1} , 1 ms^{-1} , 150 W), (c) S3 (200 Jm^{-1} , 0.835 ms^{-1} , 167 W), (d) S18 (350 Jm^{-1} , 0.5 ms^{-1} , 175 W), (e) S20 (400 Jm^{-1} , 0.6 ms^{-1} , 240 W).

CONCLUSIONI

L'approfondita analisi di letteratura, unita ad una prima attività sperimentale assistita da modellistica numerica di processo L-PBF, condotta dagli autori su acciai contenenti 3.0% e 6.5% di silicio, permettono di asserire che:

- l'intervallo di stampa ottimale per entrambe le leghe analizzate è molto ristretto a causa di fenomeni di formazione di porosità dovute, a basse energie specifiche, ad incompleta fusione della polvere, e alla formazione di keyhole, ad alte energie;
- la lega con Si=6.5% risulta essere molto critica anche per il fenomeno di formazione delle cricche, che è tanto più critico quanto più elevata è l'energia specifica del laser;
- la microstruttura di solidificazione è costituita da grani colonnari molto fini e paralleli alla direzione di crescita, per condizioni di processo che portano alla fusione pressoché completa della polvere (densità relativa massima). Negli altri casi si evidenzia la presenza di grani meno direzionati. Ciò è ascrivibile alla presenza di polvere non completamente fusa e alla

generazione di keyhole che forniscono punti di nucleazione per nuovi grani e interrompono la crescita di grani colonnari preesistenti.

Le evidenze raccolte permettono di asserire che i moderni processi di Manifattura Additiva (con particolare riferimento alla tecnologia "a letto di polvere") risultano estremamente promettenti per la fabbricazione di nuclei ferromagnetici in acciai caratterizzati da tenori di silicio considerevolmente più elevati rispetto a quelli tipici di prodotti in leghe FeSi ottenuti da processo tradizionale.

FUNDING

Le attività di R&D nell'ambito delle quali la presente memoria è stata realizzata, sono state finanziate dalla Regione Umbria, POR FESR 2014/2020 – Avviso a sostegno dei progetti di ricerca e sviluppo 2018, codice CUP I11B19000430007 (Progetto MAGNETO3D). Si ringrazia anche il sostegno dell'Università di Perugia attraverso il programma Ricerca di Base 2017, progetto RICBA17FC1.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Garibaldi, M., Ashcroft, I., Simonelli, M., Hague, R. Metallurgy of high-silicon steel parts produced using Selective Laser Melting. *Acta Materialia*. 2016; 110: 207-216.
- [2] Garibaldi, M., Ashcroft, I., Hillier, N., Harmon, S.A.C., Hague, R. Relationship between laser energy input, microstructures and magnetic properties of selective laser melted Fe-6.9%wt Si soft magnets. *Materials Characterization*, 2018; 143: 144-151.
- [3] H. Shokrollahi, K. Janghorban. Review. Soft magnetic composite materials (SMCs). *Journal of Materials Processing Technology*, 2007; 189: 1-12.
- [4] Lemke, J. N., Simonelli, M., Garibaldi, M., Ashcroft, I., Hague, R., Vedani, M., Wildman, R., Tuck, C. Calorimetric study and microstructure analysis of the order-disorder phase transformation in silicon steel built by SLM. *Journal of Alloys and Compounds*. 2017; 722: 293-301.
- [5] Y. Takada, M. Abe, S. Masuda, J. Inagaki. Commercial scale production of Fe-6.5 wt. %Si sheet and its magnetic properties. *Journal of Applied Physics*. 1988; 64,: 5367.
- [6] H. Haiji, K. Okada, T. Hiratani, M. Abe, M. Ninomiya. Magnetic properties and workability of 6.5% Si steel sheet. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 1996; 160: 109-114.
- [7] H. Ninomiya, Y. Tanaka, A. Hiura, and Y. Takada. Magnetostriction and applications of 6.5% Si steel sheet. *Journal of Applied Physics*. 1991; 69: 5358.
- [8] Tomas F. Babuska, Mark A. Wilson, Kyle L. Johnson, Shaun R. Whetten, John F. Curry, Jeffrey M. Rodelas, Cooper Atkinson, Ping Lu, Michael Chandross, Brandon A. Krick, Joseph R. Michael, Nicolas Argibay, Donald F. Susan, Andrew B. Kustas. Achieving high strength and ductility in traditionally brittle soft magnetic intermetallics via additive manufacturing. *Acta Materialia*. 2019; 180: 149-157.
- [9] Tanya Ros-Yanez, Daniel Ruiz, José Barros, Yvan Houbaert, Rafael Colás. Study of deformation and aging behaviour of iron-silicon alloys. *Materials Science and Engineering*. 2007; A 447:27-34.
- [10] B. Viala, J. Degauque, M. Fagot, M. Baricco, E. Ferrara, F. Fiorillo. Study of the brittle behaviour of annealed Fe-6.5 wt%Si ribbons produced by planar flow casting. *Materials Science and Engineering*. 1996; A212: 62-68.
- [11] D. Ruiz, T. Ros Yanez, G.J. Cuello, R.E. Vandenberghe, Y. Houbaert. Order in Fe-Si alloys: A neutron diffraction study. *Physica B*. 2006; 385-386: 578-580.
- [12] Y. Ustinovshikov, I. Sapegina. Morphology of ordering Fe-Si alloys. *Journals of Materials Science*. 2004; 39: 1007 - 1016.
- [13] R.D. Cava, W.J. Botta, C.S. Kiminami, M. Olzon-Dionysio, S.D. Souza, A.M. Jorge Jr., C. Bolfarini. Ordered phases and texture in spray-formed Fe-5 wt%Si. *Journal of Alloys and Compounds*. 2011; 509S: S260-S264.
- [14] Pyungwoo Jang, Bonghan Lee, Gwangbo Choi. Effects of annealing on the magnetic properties of Fe-6.5%Si alloy powder cores. *Journal of Applied Physics*. 2008; 103: 07-743.
- [15] J.S. Shin, J.S. Bae, H.J. Kim, H.M. Lee, T.D. Lee, E.J. Lavernia, Z.H. Lee. Ordering-disordering phenomena and micro-hardness characteristics of B2 phase in Fe-(5-6.5%)Si alloys. *Materials Science and Engineering*. 2005; A 407: 282-290.

- [16] F. González, Y. Houbaert. A review of ordering phenomena in iron-silicon alloys. *Revista de metallurgia*. 2013; 49(3): 178-199.
- [17] Ran Li, Qiang Shen, Lianmeng Zhang, Tao Zhang. Magnetic properties of high silicon iron sheet fabricated by direct powder rolling. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2004; 281: 135-139.
- [18] Hai-Tao Liu, Zhen-Yu Liu, Yi-Qing Qiu, Yu Sun, Guo-Dong Wang. Microstructure, texture and magnetic properties of strip casting Fe-6.2 wt% Si steel sheet. *Journal of Materials Processing Technology*. 2012; 212: 1941-1945.
- [19] X.D. He, X. Li, Y. Sun. Microstructure and magnetic properties of high silicon electrical steel produced by electron beam physical vapor deposition. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2008; 320: 217-221.
- [20] Ken-ichi Arai, Noboru Tsuya. Ribbon-Form Silicon-Iron Alloy Containing Around 6.5 Percent Silicon. *IEEE transaction on magnetism*. 1980; vol.mag-16: 1.
- [21] F. Faudot, J. F. Rialland, J. Bigot. Study of Order-Disorder Effect on Magnetic Properties of Rapidly Quenched Fe-6.5 wt% Si Alloys. *Physica Scripta*. 1989; 39: 263-267.
- [22] Guangke Tian, Xiaofang Bi. Fabrication and magnetic properties of Fe-6.5% Si alloys by magnetron sputtering method. *Journal of Alloys and Compounds*. 2004; 502: 1-4.
- [23] Claudio Cassio Lima, Mário Cezar Alves da Silva, Maria Dorotéia Costa Sobral, Rodrigo Estevam Coelho, Claudemiro Bolfarini. Effects of order-disorder reactions on rapidly quenched Fe-6.5% Si alloy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2014; 586: S314-S316.
- [24] N.E. Fenineche, M. Cherigui, H. Aourag, C. Coddet. Structure and magnetic properties study of iron-based thermally sprayed alloys. *Materials Letters*. 2004; 58: 1797-1801.
- [25] R.D. Cava, W.J. Botta, C.S. Kiminami, M. Olzon-Dionysio, S.D. Souza, A.M. Jorge Jr., C. Bolfarini. Ordered phases and texture in spray-formed Fe-5wt% Si. *Journal of Alloys and Compounds*. 2011; 509S: S260-S264.
- [26] Z.Y Wu, Z. Jiang, X.A. Fan, L.J. Zhou, W.L. Wang, K. Xu. Facile synthesis of Fe-6.5wt% Si/SiO₂ soft magnetic Composites as an efficient soft magnetic composite material at medium and high frequencies.
- [27] J. Alloys Compd. 2018; 742: 90-98. J.A. Bas, J.A. Calero, M.J. Dougan. Sintered soft magnetic materials. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2003; 254-255: 391-398.
- [28] H. Miura & H. Kang. Application of metal injection moulding to softmagnetic materials. *Powder metallurgy*. 2013; 56(1): 38-45.
- [29] A. Páez-Pavón, A. Jiménez-Morales, T.G. Santos, L. Quintinoc, J.M. Torralba. Influence of thermal debinding on the final properties of Fe-Si softmagnetic alloys for metal injection molding (MIM). *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2016; 416: 342-347.
- [30] Sharma, D.K.; Filipponi, M.; Di Schino, A.; Rossi, F.; Castaldi, J. Corrosion behavior of high temperature fuel cells: Issues for materials selection. *Metallurgija*. 2019; 58: 347-351.
- [31] Napoli, G.; Di Schino, A.; Paura, M.; Vela, T. Colouring titanium alloys by anodic oxidation. *Metallurgija*. 2018; 57: 111-113.
- [32] Di Schino, A. Manufacturing and application of stainless steels. *Metals*. 2020; 10: 327-329.
- [33] Zitelli, C.; Folgarait, P.; Di Schino, A. Laser powder bed fusion of stainless-steel grades: A review. *Metals*. 2019; 9: 731.
- [34] Jyrki Savolainen, Mikael Collan. How Additive Manufacturing Technology Changes Business Models? – Review of Literature. *Additive Manufacturing*. 2020; 32: 101070.
- [35] C.V. Mikler, V. Chaudhary, T. Borkar, V. Soni, D. Jaeger, X. Chen, R. Contieri, R.V. Ramanujan, R. Banerjee. Laser Additive Manufacturing of Magnetic Materials. *The Minerals, Metals & Materials Society*. 2017; 69: 3.
- [36] Austin T. Sutton, Caitlin S. Kriewall, Ming C. Leu, Joseph W. Newkirk, Ben Brown. Characterization of laser spatter and condensate generated during the selective laser melting of 304L stainless steel powder. *Additive Manufacturing*. 2020; 31: 100904.
- [37] Goll, D., Schuller, D., Martinek, G., Kunert, T., Schurr, J., Sinz, C., Schubert, T., Bernthaler, T., Riegel, H., Schneider, G. Additive manufacturing of soft magnetic materials and components. *Additive Manufacturing*. 2019; 27: 428-439.
- [38] A. Mayr, M. Weigelt and J. von Lindenfels and J. Seefried and M. Ziegler and A. Mahr and N. Urban and A. Kühl and F. Hüttel and J. Franke. Electric Motor Production 4.0 – Application Potentials of Industry 4.0 technologies in the Manufacturing of Electric Motors. 2018 8th International Electric Drives Production Conference (EDPC). 2018; 1-13.
- [39] R. Wrobel and B. Mecrow. A Comprehensive Review of Additive Manufacturing in Construction of Electrical Machines. *IEEE Transactions on Energy Conversion*. 2020; 2: 1054-1064.
- [40] Garibaldi, M., Ashcroft, I., Lemke, J.N., Simonelli, M., Hague, R. Effect of annealing on the microstructure and magnetic properties of soft magnetic Fe-Si produced via laser additive manufacturing. *Scripta Materialia*. 2018; 142: 207-216.
- [41] A. Plotkowski, J. Pries, F. List, P. Nandwana, B. Stump, K. Carver, R.R. Dehoff. Influence of scan pattern and geometry on the microstructure and softmagnetic performance of additively manufactured Fe-Si. *Additive Manufacturing*. 2019; 29: 100781.
- [42] M.R. Ridolfi, P. Folgarait, A. Di Schino. Laser Operating Windows Prediction in Selective Laser-Melting Processing of Metallic Powders: Development and Validation of a Computational Fluid Dynamics-Based Model. *Materials*. 2020; 13: 1424.
- [43] M.R. Ridolfi, P. Folgarait, A. Di Schino. Modelling Selective Laser Melting of Metallic Powders. *Metallurgist*. 2020; 64: 588-600.
- [44] M.R. Ridolfi, P. Folgarait, V. Battaglia, T. Vela, D. Corapi, A. Di Schino. Development and calibration of a CFD-based model of the

- bed fusion SLM additive manufacturing process aimed at optimising laser parameters. *Procedia Structural Integrity*. 2019; 24: 370 – 380.
- [45] I. Yadroitsev, I. Smurov. Selective laser melting technology: from the single laser melted track stability to 3D parts of complex shape. *Physics Procedia*. 2010; 5: 551–560.
- [46] Hengfeng Gu, Haijun Gong, Deepankar Pal, Khalid Rafi, Thomas Starr, Brent Stucker. Influences of Energy Density on Porosity and Microstructure of Selective Laser Melted 17-4PH Stainless Steel. 2013 Solid Freeform Fabrication Symposium. 2013; 474.
- [47] Narendra B. Dahotre, Sandip P. Harimkar. *Laser Fabrication and Machining of Materials*. 2008.

Feasibility assessment of magnetic cores through additive manufacturing techniques

Soft magnetic cores, realized by conventional production routes, are made of thin steel sheets with Si content not higher than 3.0%. From a metallurgical point of view, the additive technologies allow overcoming this technological limit, imposed by the low workability of the alloy with a greater Si content. High silicon steel (Si content $\geq 4.5\%$) are intrinsically brittle so as to make difficult the manufacturing of magnetic component through the conventional rolling process. Additive Manufacturing processes, such as L-PBF, DED and L-WAAM, provide opportunities for the redesign of magnetic components, of a completely different concept from conventional, allowing to act on the chemical composition of the metallic material and dielectric material, on the component geometry and on the possibility to overlap continuous layers of different metal alloys. In the present work the following is provided: a critical review of the state of the art literature and the first results of an extended simulation-added experimental work performed on samples fabricated by powder bed laser technology (DMLS), made of steel with 3.0% and 6.5% Si, respectively.

KEYWORDS: AMAGNETIC STEELS - ADDITIVE MANUFACTURING – SOFT MAGNETIC CORES