Caratterizzazione di un rivestimento multistrato (Ni-P+DLC) applicato su componenti in lega PBF-LB AlSi10Mg costituiti da geometrie complesse e strutture reticolari

G. Di Egidio, C. Martini, A. Morri, L. Tonelli, L. Ceschini, M. Tocci, M. Gelfi, A. Pola, A. Martucci, M. Lombardi

Le strutture reticolari in lega AlSi10Mg prodotte mediante tecnologia Powder Bed Fusion – Laser Beam (PBF-LB) presentano un'elevata resistenza specifica e un ottimale rapporto superficie/volume. Tuttavia, nella condizione as-built esse sono caratterizzate da un'alta rugosità che ne può peggiorare le prestazioni. Per risolvere questa problematica, è stato depositato un rivestimento multistrato costituito da (i) un interstrato in Ni-9%P per via chimica autocatalitica, utile a compensare i difetti superficiali e ottimizzare la topografia superficiale, e (ii) un rivestimento a base di carbonio amorfo idrogenato (DLC a-C:H) via PA-CVD (Plasma Assisted-Chemical Vapor Deposition). Le caratteristiche del sistema rivestito sono state valutate mediante: (i) profilometria ottica, (ii) osservazioni al FEG-SEM/EDS, (iii) prove di durezza su micro/nanoscala e (iv) scratch test. Sulla base dei risultati ottenuti, sono state quindi individuate le principali problematiche legate alla deposizione del rivestimento multistrato Ni-P+DLC su componenti critici in lega PBF-LB AlSi10Mg, in modo da ottimizzare l'intero ciclo post-stampa e garantire un'adeguata funzionalità del rivestimento multistrato.

PAROLE CHIAVE: PBF-LB, ALSI10MG, STRUTTURE RETICOLARI, GEOMETRIA CRITICA, INDENTAZIONE STRUMENTATA, PROVE DI ADESIONE, ANALISI TOPOGRAFICA

INTRODUZIONE

Il grande interesse della comunità industriale e scientifica rivolto alla tecnologia Powder Bed Fusion - Laser Beam (PBF-LB) è legato al suo peculiare metodo di progettazione e produzione, che consente di abbassare l'emissione di CO_2 attraverso la riduzione del peso dei componenti, delle fasi ad alto dispendio energetico, e dei materiali di scarto [1]. In questo contesto, le leghe Al-Si prodotte mediante tecnologia PBF-LB stanno avendo un successo significativo, specialmente nella produzione di componenti per veicoli elettrici [2]. Questo è dato dalla possibilità di ottenere un significativo alleggerimento strutturale e una maggiore efficienza energetica dei componenti prodotti, grazie ad un ottimale rapporto superficie/volume raggiungibile mediante un'efficace ottimizzazione topologica. La lega Al-Si ad oggi maggiormente impiegata in ambito PBF-LB è la lega AlSi10Mg grazie all'ottima resistenza specifica e alla notevole conducibilità termica, oltre all'elevata riciclabilità e al basso costo, che la rendono ideale per la produzione di parti leggere di forma complessa,

G. Di Egidio, C. Martini, A. Morri, L. Tonelli, L. Ceschini
Università di Bologna

M. Tocci, M. Gelfi, A. Pola
Università degli Studi di Brescia

A. Martucci, M. Lombardi
Politecnico di Torino

quali scambiatori di calore ad alta efficienza [3]. Tuttavia, la scarsa finitura superficiale dei componenti as-built e i fenomeni di usura legati alla bassa durezza relativa della lega PBF-LB AlSi10Mg possono portare a una rapida riduzione delle prestazioni dei componenti. Una soluzione a questa problematica può essere l'applicazione di trattamenti di modifica superficiale e/o rivestimenti, in modo da estendere significativamente la vita utile e sfruttare appieno tutti i vantaggi dei componenti additive. Attualmente queste soluzioni non sono state ancora studiate in modo sistematico in letteratura su componenti realizzati mediante PBF-LB, ponendo l'attenzione invece sul ruolo della microstruttura e dei trattamenti termici [4,5], o su trattamenti di conversione come l'anodizzazione [6-8].

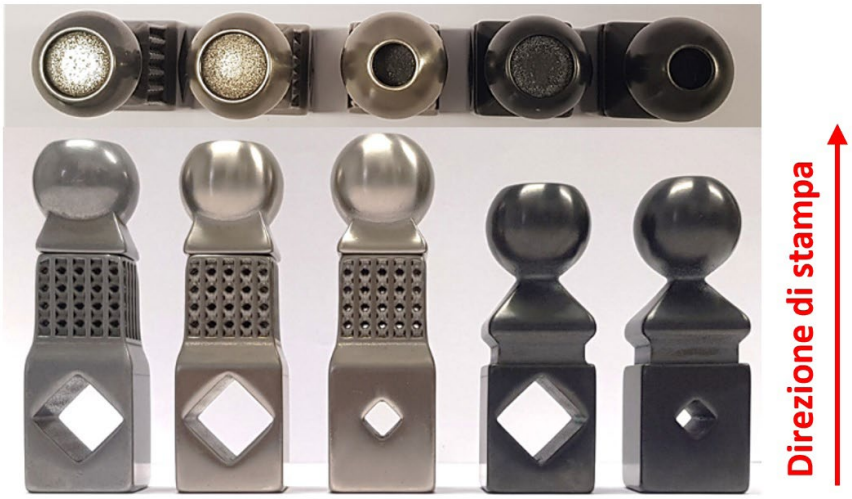
Il rivestimento multistrato Ni-P+(a-C:H) DLC (costituito da un interstrato in lega Ni-P depositato per via chimica autocatalitica da fase liquida, seguito da un rivestimento in carbonio amorfo idrogenato simil-diamante depositato da fase vapore) si inserisce molto bene in questo contesto. Questa soluzione garantisce la piena compatibilità delle condizioni di deposizione (tempo e temperatura) del rivestimento multistrato con la microstruttura metastabile della lega PBF-LB AlSi10Mg [9], l'integrazione con eventuali cicli di trattamento termico per l'ottimizzazione delle proprietà meccaniche del substrato [9], e una buona adesione e continuità indipendentemente dall'orientamento di stampa [10]. In applicazioni quali gli scambiatori di calore, il rivestimento Ni-P presenta il vantaggio di poter rivestire uniformemente anche i canali interni nelle strutture reticolari prodotte mediante PBF-LB [11] grazie all'elevato potere penetrante della deposizione chimica autocatalitica [12]. Al tempo stesso, la deposizione di un topcoat quale (a-C:H) DLC può garantire un miglioramento delle proprietà tribologiche grazie alle sue peculiari caratteristiche [13]. Come dimostrato in un precedente lavoro [9], questa soluzione può essere applicata con successo sulla lega PBF-LB AlSi10Mg, garantendo una buona adesione su superfici lavorate e migliorando la resistenza a fatica del materiale. Il rivestimento Ni-P+DLC può permettere di superare le limitazioni microstrutturali e topografiche indotte dal processo PBF-LB, quali l'alta rugosità superficiale e l'elevata densità di difetti presenti in superficie, che influenzano negativamente il comportamento tribologico dei componenti PBF-LB AlSi10Mg [6]. Al tempo stesso, la riduzione ottenibile del coefficiente di attrito e del tasso di usura nei componenti rivestiti porterebbe ad un minore consumo di energia e, quindi, minori emissioni di CO_2 in servizio, nonché ad una maggiore durata dei componenti rivestiti e quindi ad un minore consumo di risorse.

Partendo dai risultati riportati in [9,10], ottenuti su campioni di geometria semplice e lavorati alle macchine utensili, questo studio si pone l'obbiettivo di analizzare l'integrazione del rivestimento multistrato Ni-P+DLC con la realizzazione di geometrie complesse ottenibili con tecnologia additiva. A tal fine, sono stati realizzati diversi prototipi/dimostratori di forma complessa e con strutture reticolari tramite tecnologia PBF-LB, in modo da prendere in esame le principali criticità geometriche per la deposizione del rivestimento multistrato Ni-P+(a-C:H) DLC. Dopo il processo di stampa, i campioni sono stati dapprima sottoposti a burattatura per migliorare la qualità superficiale prima della deposizione dell'interstrato Ni-P. Sebbene la buona adesione dell'interstrato Ni-P su superfici lavorate e piane della lega PBF-LB ALSi10Mg sia stata dimostrata in lavori precedenti [9,10], l'identificazione di un processo di finitura superficiale alternativo compatibile con la complessità geometrica dei componenti additive potrebbe ampliarne i campi di applicazione. Successivamente alla deposizione del rivestimento Ni-P, è stato depositato un topcoat (a-C:H) DLC tramite tecnologie di deposizione in fase di vapore (PA-CVD). Lo studio ha analizzato la qualità del rivestimento in termini di omogeneità dello spessore e di adesione, sia per il singolo strato di Ni-P che per il multistrato Ni-P+(a-C:H) DLC, mediante l'osservazione di sezione trasversali dei componenti e test macro-, micro- e nanomeccanici (Mercedes test, scratch test e nanoindentazione). Inoltre, la rugosità superficiale prima e dopo la deposizione di ogni strato (Ni-P e DLC) è stata valutata tramite profilometria ottica.

MATERIALI E METODI

I provini dimostratori in lega PBF-LB AlSi10Mg sono stati prodotti mediante un sistema di stampa industriale EOSINT M270 Dual Mode, prevedendo diverse tipologie di geometrie che includono aspetti potenzialmente critici

nella fase di rivestimento (foro cilindrico in testa, foro romboidale nel corpo, strutture reticolari, come mostrato in Fig. 1). Le geometrie sono state distinte in: (i) "critica", dove i sopracitati aspetti di criticità sono estremizzati e (ii) "non critica", in cui sono più smorzati. La stampa è avvenuta in atmosfera controllata (Ar ad alta purezza con livello di O2 inferiore allo 0,1 vol.%), utilizzando una piattaforma riscaldata (100 °C) in modo da ridurre gli effetti delle tensioni residue. Per la produzione dei provini è stata adottata una strategia di scansione a strisce parallele con rotazione di 67° tra layer successivi, oltre ai seguenti parametri di stampa: (i) potenza laser: 195 W, (ii) velocità di scansione: 800 mms^{-1}, (iii) spessore del layer: 30 µm, (iv) spaziatura tra strisce adiacenti: 170 µm. La scelta dei parametri di stampa è stata rivolta a massimizzare la qualità superficiale del pezzo e ottenere un'elevata tolleranza dimensionale. Allo stesso modo, la scelta di orientare dei provini perpendicolarmente alla piattaforma di stampa e l'ottimizzazione delle strutture di supporto è stata effettuata al fine di facilitare il distacco dei componenti dalla piattaforma e ridurre le sollecitazioni residue. Successivamente alla stampa, i provini sono stati sottoposti ad un trattamento di distensione (1,5 ore a 270 °C, rampa di riscaldamento a 5 °C/min e raffreddamento in aria) in modo da prevenire il rischio di distorsione nel distacco dalla piattaforma mediante elettroerosione.



Rivestimento	As-built	Ni-P	Ni-P	Ni-P+DLC	Ni-P+DLC
Condizione	Burattato	Geometria non critica	Geometria critica	Geometria non critica	Geometria critica
Designazione	B	Ni-P-GNC	Ni-P-GC	DLC-GNC	DLC-GC

Fig.1 - Dimostratori in PBF-LB AlSi10Mg - PBF-LB AlSi10Mg prototypes. / From left to right, barrel finished, Ni-P non-critical geometry, Ni-P critical geometry, Ni-P+DLC non-critical geometry, Ni-P+DLC critical geometry.

La composizione chimica e le dimensioni delle polveri impiegate sono riportate in Tabella 1.

Tab. 1 - Intervallo dimensionale e composizione chimica (% in peso) delle polveri AlSi10Mg, fornite dal produttore / Size range and chemical compositions (wt%) of as-supplied AlSi10Mg powder

Intervallo dimensionale (µm)	**Composizione chimica (% in peso)**								
20 - 63 µm	Al	Si	Mg	Fe	Cu	Mn	Ni	Ti	Zn
	Bal.	9 - 11	0,2 – 0,45	< 0,55	< 0,05	< 0,45	< 0,05	< 0,15	< 0,05

Il rivestimento Ni-P a medio fosforo (9% in peso - ISO4527-03) è stato depositato dopo processo di burattatura in ambiente industriale. Similmente, il topcoat DLC (carbonio amorfo idrogenato, a-C:H - ISO20523-17) è stato depositato mediante tecnologia PA-CVD (Deposizione Chimica da fase Vapore assistita da Plasma) mediante processo industriale (temperatura di deposizione compresa fra 150 e 180°C).

La finitura superficiale dei campioni è stata valutata mediante profilometria ottica (NANOVEA JR25), utilizzando una griglia 3x3 di linee di scansione (lunghezza di campionamento: 5 mm, step di scansione: 5 μm, cut-off (λc): 0.8 mm) su una superficie piana dei provini, in accordo alla BS EN ISO 4288:1998 (Tabella 2). Il leggero incremento di rugosità riscontrata nei campioni rivestiti è dovuto alla tipica morfologia superficiale a cavolfiore del rivestimento Ni-P, completamente replicata dal topcoat DLC.

Tab. 2 - Rugosità superficiale, μm / Surface roughness, μm

	As-built	Burattato	Ni-P	Ni-P+DLC
Rq	12,8 ± 2,2	0,29 ± 0,07	0,44 ± 0,08	0,41 ± 0,07
Ra	10,0 ± 1,7	0,20 ± 0,06	0,31 ± 0,04	0,30 ± 0,05
RZ-D	99,1 ± 20,7	3,89 ± 1,58	6,40 ± 3,48	4,84 ± 2,00
Rt	59,4 ± 9,2	1,79 ± 0,38	2,82 ± 0,83	2,58 ± 0,65

La spettroscopia di emissione ottica (GD-OES) è stata utilizzata per verificare la composizione chimica del multistrato Ni-P+DLC secondo ISO 14707:2015. La valutazione dello spessore del rivestimento depositato è stata svolta su sezioni metallografiche parallele alla direzione di stampa dei provini, inglobate in resina epossidica e in resina conduttiva per le sezioni più critiche. Le superfici sono state levigate con carta abrasiva fino a 2500 grit e infine lucidate con panni e sospensioni diamantate da 9 a 1 μm, secondo la normativa ASTM E3. Un microscopio elettronico a scansione con sorgente ad emissione di campo (FEG-SEM) e spettroscopia a raggi X a dispersione di energia (EDS, Brucker Quantax 200/30 mm^2) è stato utilizzato per valutare la morfologia delle superfici e lo spessore dei rivestimenti tramite osservazioni della sezione trasversale. L'analisi EDS è stata utilizzata per un'analisi semiquantitativa localizzata della composizione. L'adesione del singolo strato di Ni-P è stata valutata mediante Mercedes test (osservazione delle modalità di delaminazione al microscopio ottico dopo indentazione HRC, seguito dalla classificazione in classi di adesione da 0 (HF1) a 3 (HF4)), secondo ISO 26443-23. L'adesione del topcoat DLC è stata valutata mediante scratch test (Revetest Xpress, CSM Instruments), secondo normativa ASTM G171, utilizzando un penetratore Rockwell (raggio della punta sferica: 200 μm, con carico normale crescente da 1 a 100 N, velocità di carico: 100 N min^{-1}, velocità lineare: 10 mm min^{-1}, lunghezza di prova 10 mm) e operando sulle facce piane esterne del corpo dei provini. I valori di carico critico (Lc), mediati su 5 ripetizioni, sono stati determinati secondo la normativa ISO 20502-15. I valori di durezza (H) e di modulo elastico (E) dell'interlayer Ni-P e del topcoat DLC sono stati analizzati mediante test di nanoindentazione (NANOVEA PB1000) con penetratore Berkovich (angolo linea centrale-faccia, α = 65,27°, modulo di Young, Eo = 1141 GPa, coefficiente di Poisson, νo = 0,07). I test di nanoindentazione sono stati effettuati con 100 mN min^{-1} di velocità di carico e 5 s di tempo di mantenimento al carico di picco. Il carico massimo è stato posto pari a 20 mN per il DLC e 300 mN per il Ni-P in accordo ai differenti spessori nominali, 4 μm e 20 μm, rispettivamente, e alla morfologia superficiale (morfologia a calotte dovuta all'interstrato Ni-P). Per ciascuna condizione è stata effettuata tramite una matrice 4x4 di indentazioni equidistanti in step di 50 μm.

RISULTATI

I rivestimenti depositati sono costituiti da: (i) lega Ni-P (in media 9% in peso di P, quindi appartenenti alla categoria "medio fosforo" più diffusa per via del buon compromes-

so fra resistenza a corrosione e proprietà meccaniche/tribologiche [14]), con spessore medio pari a circa 20 μm; (ii) rivestimento DLC costituito da un bond layer a base di Cr e un top layer a base di C amorfo idrogenato (spessore complessivo paria a circa 4 μm nelle zone ottimali). Gli spessori del solo rivestimento Ni-P e del rivestimento multistrato Ni-P+DLC sono stati valutati nelle zone più critiche dei dimostratori (Figura 1), ovvero il foro cilindrico presente sulla testa (Figure 2- 4), la struttura reticolare (Figura 3) e il foro passante romboidale presente all'interno del corpo (Figura 4), in modo da valutare lo spessore di deposizione dei singoli strati.

Le analisi morfologiche del fondo dei fori sulla testa dei dimostratori mostrano l'influenza della geometria (rapporto diametro-profondità del foro (R)) sull'efficacia di deposizione del multistrato Ni-P+DLC (Figura 2). Per la condizione "non critica" DLC-GNC (Figura 2(a)), caratterizzata da un R pari a 5, il rivestimento Ni-P+DLC sembra essere distribuito in maniera omogenea sia nella zona centrale (Figura 2(b)), caratterizzata da una superficie sulla quale le irregolarità derivanti dal processo PBF-LB sono state smussate grazie al processo di burattatura, sia nella zona periferica (Figura 2(c)), la quale presenta una superficie più ondulata data la difficoltà degli elementi utilizzati in burattatura nel raggiungere aree in prossimità delle pareti verticali. Il rivestimento è stato in grado di seguire molto bene la morfologia superficiale del fondo del foro, riuscendo a depositarsi anche all'interno dei lack-of-fusion (LoF) superficiali (Figura 2(b)). Al contrario, la condizione "critica" DLC-GC (Figura 2(d)), caratterizzata da un R pari a 0,9, mostra i limiti del rivestimento Ni-P+DLC. In particolare, il fondo del foro ha evidenziato il distacco (Figura 2(e,f)) del rivestimento dal substrato lungo un'ampia zona anulare (aree chiare), la quale presenta una superficie estremamente corrugata a causa della maggiore difficoltà di accesso da parte degli elementi burattanti in prossimità del fondo delle pareti verticali.

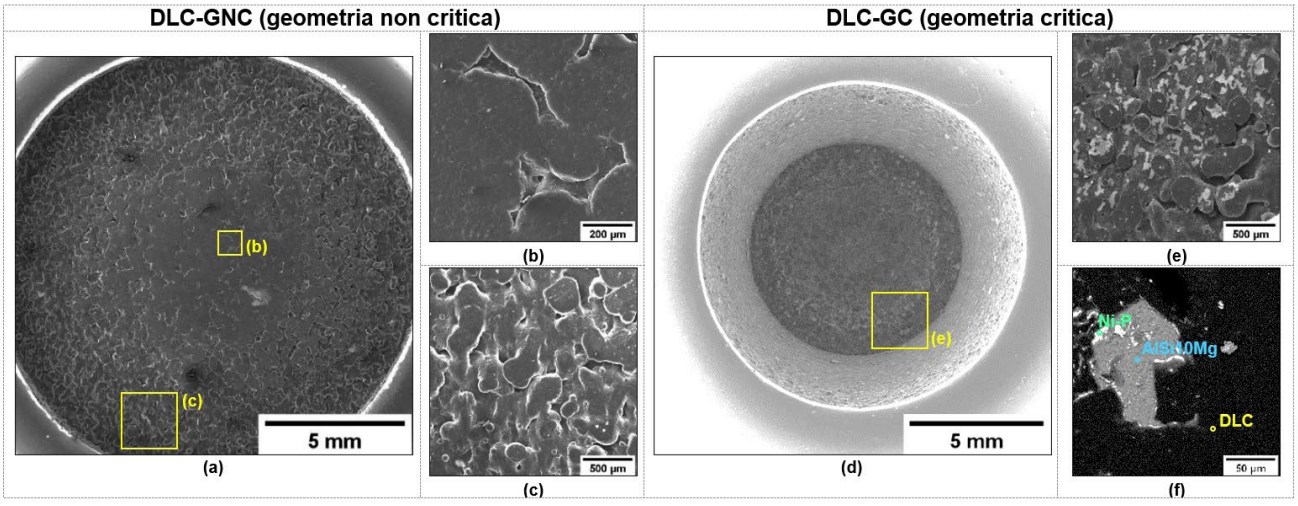


Fig. 2 - Morfologia del rivestimento Ni-P+DLC all'interno del foro di testa (immagini FEG-SEM: DLC-GNC (a,b,c); DLC-GC (d,e,f) / Morphology of the Ni-P + DLC coating on the bottom of the head hole (FEG-SEM images): DLC-GNC (a,b,c); DLC-GC (d,e,f)

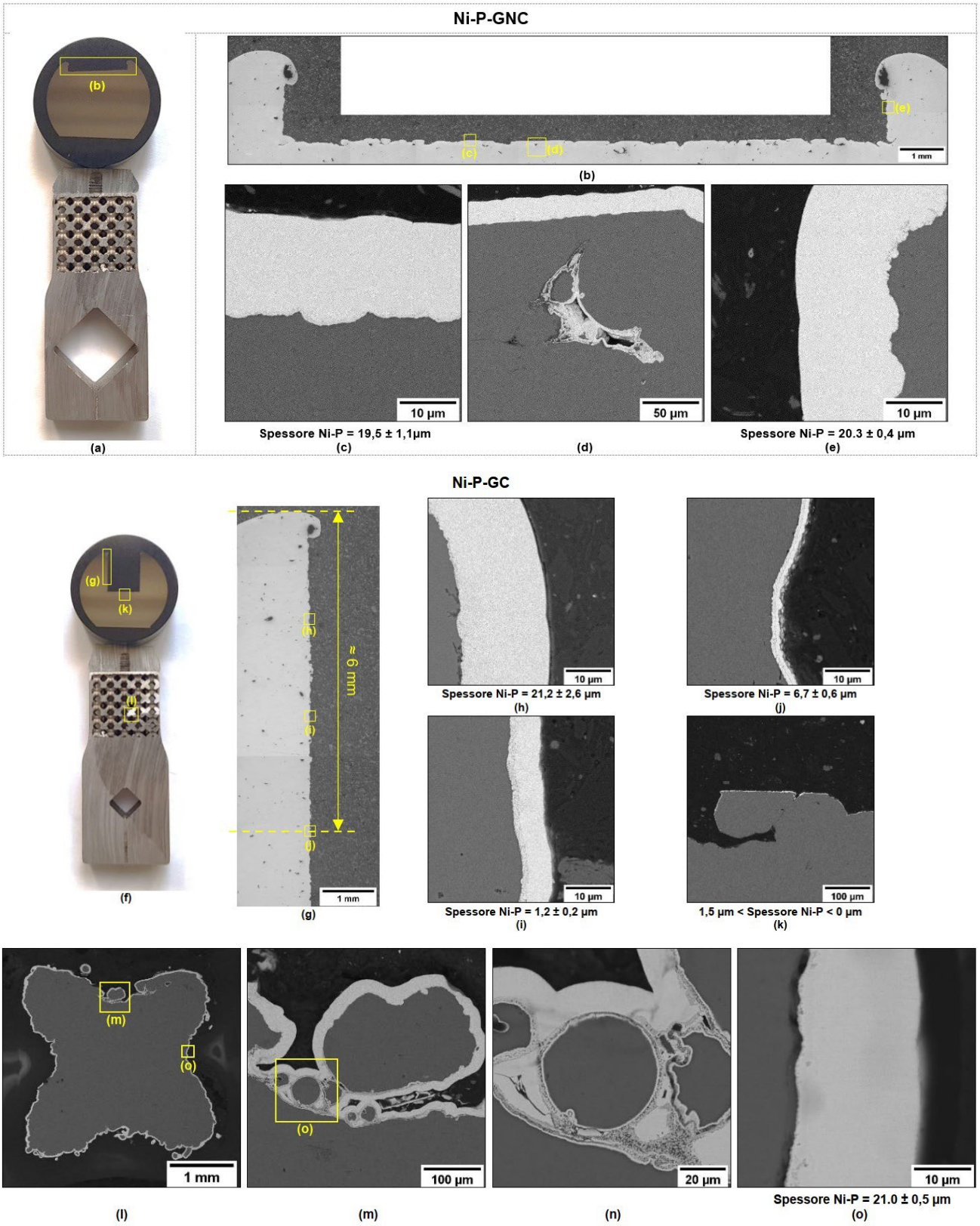


Fig. 3 - Analisi dello spessore del rivestimento Ni-P all'interno del foro di testa (immagini FEG-SEM retrodiffusi) per i provini Ni-P-GNC (a,b,c,d,e) e Ni-P-GC (f,g,h,i,j,k), e per la struttura lattice del provino Ni-P-GC (l,m,n,o) / Ni-P coating thickness analysis inside the head hole (backscattered FEG-SEM images) for the Ni-P-GNC (a,b,c,-d,e) and Ni-P-GC (f,g,h,i,j,k) samples, and for the lattice structure of the Ni-P-GC sample (l,m,n,o)

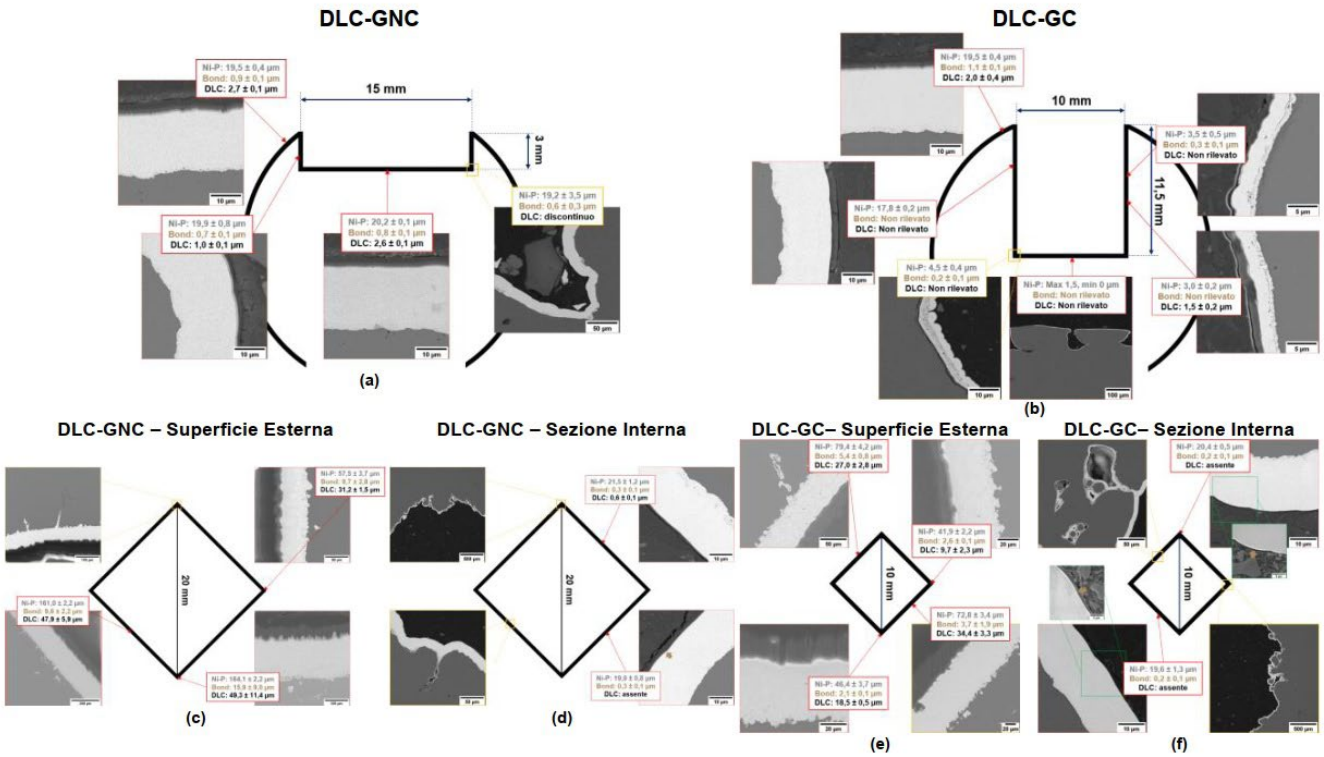


Fig. 4 -Analisi dello spessore del rivestimento multistrato Ni-P+DLC (immagini FEG-SEM in elettroni retrodiffusi): DLC-GNC foro di testa (a) e cavità nel corpo centrale (c,d); DLC-GC foro di testa (b) e cavità nel corpo centrale (e,f). Lo spessore riportato per le superficie esterne è solo indicativo della presenza del rivestimento: l'evidente sovrastima risente degli effetti di curvatura dovuti alla geometria del componente. / Analysis of multilayer Ni-P+DLC coating thickness (backscattered FEG-SEM images): DLC-GNC of head hole (a) and body hole (c,d); DLC-GC of head hole (b) and body hole (e,f). The thickness reported for the external surface is only indicative of the presence of the coating, as it is overestimated due to the geometry of the component.

Per comprendere le cause della scarsa adesione del topcoat, è stata valutata dapprima la profondità di penetrazione dell'interlayer Ni-P all'interno del foro di testa (Figura 3), per poi analizzare nel dettaglio anche l'efficacia della deposizione del topcoat DLC (Figura 4). La condizione Ni-P-GNC è caratterizzata da una deposizione uniforme del rivestimento Ni-P su tutta la superficie del foro, sia sulle pareti verticali che sul fondo (Figura 3(b-e)), di spessore pari a circa 20 μm, riuscendo a penetrare all'interno di LoF collegate alla superficie (Figura 3(d)). Per la condizione critica Ni-P-GC (Figura 3(f)), invece, lo spessore si riduce all'aumentare della profondità (Figura 3(g)). In particolare, fino a 2 mm di profondità (R = 5) lo spessore del rivestimento Ni-P rimane pari a circa 20 μm (Figura 3(h)), come osservato per la condizione Ni-P-GNC. Proseguendo all'interno del foro, ad una profondità di 4 mm (R = 2,5), il Ni-P raggiunge uno spessore pari a circa 7 μm (Figura 3(i)), mentre proseguendo fino a 6 mm di profondità (R = 1,7) lo spessore scende ad un valore di circa 1,5 μm (Figura 3(j)). Scendendo ulteriormente all'interno del foro, e quindi al ridursi del rapporto R, il rivestimento appare discontinuo, come riscontrato sul fondo del foro (R = 0,9) (Figura 3(k)). Un'altra zona tra le quelle critiche analizzate è la struttura reticolare nel corpo dei campioni rivestiti dal solo Ni-P (Figura 3(f)). In questo caso, nella condizione più restrittiva (posizione centrale del reticolo (Figura 3(l)), lo spessore del rivestimento è apparso uniforme e pari a circa 20 μm (Figura 3(o)). È interessante notare come il rivestimento Ni-P riesca a seguire in maniera estremamente dettagliata sia la morfologia del reticolo che le polveri e gli spatter adesi alla superficie (Figura 3(m)). Tuttavia, queste zone risultano estremamente difficili sia da raggiungere per i media della burattatura, causando una minore adesione del rivestimento di Ni-P e la formazione di uno strato poroso che si interpone tra il Ni-P e il substrato AlSi10Mg (Figura 3(n)) in cui si accumulano i contaminanti non asportati completamente prima della deposizione del Ni-P.

Passando all'analisi delle zone critiche dei dimostratori rivestiti mediante Ni-P+DLC (Figura 4), si osserva che la penetrazione del topcoat DLC appare maggiormente influenzata dal valore di R rispetto al Ni-P, fenomeno riconducibile alla differente tecnologia di deposizione (PA-CVD vs. deposizione autocatalitica). Per il provino DLC-GNC (Figura 4(a)) è osservabile sulla superficie esterna della testa e sul fondo del foro uno spessore complessivo pari a circa 4 μm. Tuttavia, sulla parete laterale del foro, lo spessore riscontrato scende a circa 2 μm, mentre nel vertice inferiore del foro, il topcoat appare estremamente discontinuo se non assente, presumibilmente a causa di effetti di shadowing, tipici dei processi da fase vapore [14]. Passando alla geometria DLC-GC (Figura 4(b)), questo effetto viene amplificato sia a causa del minore valore di R, come già osservato per i campioni rivestiti Ni-P (Figura 3), sia per un'amplificazione dell'effetto legato all'angolo di deposizione; infatti, solo in alcuni punti è stato possibile rilevare il rivestimento DLC. Ciò è probabilmente dovuto al fatto che l'inefficienza del processo di burattatura nel livellare le superfici in questi recessi ha causato i problemi di adesione del Ni-P precedentemente descritti, compromettendo l'integrità dell'intero multistrato.

Il foro romboidale passante nel corpo dei dimostratori (con un rapporto area/profondità al centro A/P=16 mm^2/mm per la geometria non critica e 4 mm^2/mm per quella critica) mostra alcune differenze in termini di spessore del rivestimento tra le due geometrie esaminate. Per la condizione DLC-GNC, il multistrato Ni-P+DLC è perfettamente osservabile (Figura 4(c)). Tuttavia, a causa della curvatura della superficie nel punto in cui il foro emerge, gli spessori sono sovrastimati. Sulla sezione interna, posta ad una distanza dalla superficie esterna pari a 12,5 mm, è possibile constatare l'elevato potere penetrante della nichelatura chimica; infatti, anche a questa profondità, lo spessore di Ni-P si mantiene sui 20 μm. Di contro, il processo di deposizione direzionale PA-CVD non riesce a raggiungere queste profondità in maniera adeguata; di conseguenza sono osservabili solo tracce discontinue del rivestimento DLC. La geometria critica amplifica ulteriormente questo effetto (Figura 4(e,f)): mentre lo spessore del Ni-P è sempre comparabile a quello osservato nella condizione DLC-GNC, nel DLC-GC il topcoat è presente solo in tracce sull'interlayer Ni-P. Soffermandosi sui fori romboidali, è molto interessante osservare come il Ni-P riesca a replicare superfici estremamente articolate, sia nella geometria critica che in quella non critica. Inoltre, in tutte le condizioni analizzate (DLC-GC e DLC-GNC), il Ni-P ha mostrato la capacità di rivestire anche LoF profondi ma collegati alla superficie, colmandoli parzialmente. Questo risultato è di estremo interesse considerando gli effetti negativi dei LoF sulle caratteristiche meccaniche, legati all'intensificazione degli sforzi indotta dai difetti superficiali acuti.

Il rivestimento in Ni-P inoltre ha mostrato una buona adesione al substrato (Classe di adesione 1 (HF2), con limitate cricche radiali ma assenza di delaminazione). Anche i risultati delle prove di scratch realizzate sul DLC hanno mostrato una buona adesione di quest'ultimo su Ni-P (Tabella 3). In particolare, il DLC non ha mostrato fenomeni di delaminazione, bensì solo la formazione di cricche conformi. I dati relativi a durezza (H) e modulo elastico (E) ottenuti mediante prove di indentazione strumentata hanno permesso di ricavare risultati confrontabili a quelli riportati in letteratura per il Ni-P non trattato termicamente [15,16] e per il topcoat (a-C:H) DLC [17,18].

Tab. 3 - Risultati della caratterizzazione micro- e nanomeccanica / Micro and nanomechanical characterization data

Scratch test	
LC1 [N]	22,6 ± 2,7
LC2 [N]	33,9 ± 1,6
LC3 [N]	39,6 ± 2,2

Nanoindentazione		
Ni-P	H [GPa]	7,4 ± 0,7
	E [GPa]	137,3 ± 6,8
DLC	H [GPa]	27,0 ± 5,6
	E [GPa]	151,9 ± 62,5

CONCLUSIONI

I risultati di questo studio hanno permesso di evidenziare le principali criticità nella deposizione di un rivestimento multistrato Ni-P+(a-C:H) DLC su prototipi/dimostratori in lega AlSi10Mg caratterizzati da geometrie complesse e strutture reticolari ottenute con tecnologia additiva. In particolare:

• il rivestimento Ni-P è risultato efficace nel rivestire le geometrie più critiche, quali fori profondi, cavità passanti e strutture reticolari, grazie all'elevato potere penetrante intrinseco della deposizione autocatalitca: tuttavia, fattori estrinseci come la difficoltà nel realizzare un'appropriata preparazione del substrato in zone geometricamente critiche (es. nei fori cilindrici ciechi con un rapporto diametro-profondità minore di 5, solo parzialmente accessibili durante la burattatura) hanno impedito il raggiungimento dello spessore nominale (20 μm) nelle zone più profonde. Tuttavia, il Ni-P è risultato efficace nel compensare i difetti superficiali, spesso presenti nei componenti additive.

• Il topcoat (a-C:H) DLC ha mostrato invece maggiori criticità. Lo spessore del rivestimento è apparso non omogeneo anche all'interno delle cavità meno critiche (rapporto diametro foro-profondità (R) pari a 5), anche a causa di un'orientazione delle pareti verticali spesso non ottimale rispetto all'angolo di deposizione. Di contro, nelle cavità critiche (foro sulla testa caratterizzato da R < 5 e cavità romboidale con un rapporto area cavità-profondità (A/P) inferiore a 16 mm2/mm), lo spessore del topcoat appare disomogeneo o pressoché assente, per via dei noti effetti di shadowing. Tuttavia, questo lavoro ha permesso di quantificare i fattori geometrici critici R ed A/P.

• Infine, la caratterizzazione meccanica del rivestimento multistrato (Mercedes test, scratch test e nanoindentazione) ha mostrato risultati promettenti, indicativi della qualità del rivestimento nelle zone non critiche: il topcoat DLC ha mostrato un netto incremento della durezza rispetto all'interlayer Ni-P (+ 265 %). Questo, unito alle ottime proprietà tribologiche del DLC e alla capacità del Ni-P di coprire i difetti superficiali e di supportare il topcoat, permetterà di migliorare sensibilmente la vita utile dei componenti additive, aumentandone la resistenza ad usura e aprendo interessanti scenari in termini di aumento della resistenza a fatica.

RINGRAZIAMENTI

Gli autori desiderano ringraziare il Dott. Francesco Lavalle e l'Ing. Paolo Lavalle di STS Srl – Cellatica (BS) per la definizione dei fattori geometrici e la deposizione dei rivestimenti esaminati. Questo lavoro è stato svolto nell'ambito del progetto Proof of Concept "ALuminium alloy COmponents produced by additive Manufacturing: improvement of performance by multilayer coatings (ALCOM)" finanziato nel contesto dei bandi a cascata dello Spoke 11 MOST (https://www.centronazionalemost.it/, finanziato dall'Unione europea – NextGenerationEU: Centro Nazionale Mobilità Sostenibile, CN00000023, Decreto MUR n. 1033 - 17/06/2022, SPOKE 11 Materiali Innovativi & Alleggerimento).

BIBLIOGRAFIA

[1] W. GAO, Y. ZHANG, D. RAMANUJAN, K. RAMANI, Y. CHEN, C.B. WILLIAMS, C.C.L. WANG, Y.C. SHIN, S. ZHANG, P.D. ZAVATTIERI, The status, challenges, and future of additive manufacturing in engineering,Comput. Aided Des. 69, 65-89 (2015).

[2] D. SCHUMANN; C. ROCKINGER; M. MERKEL; D.K. HARRISON, A Study on Additive Manufacturing for Electromobility. World Electr. Veh. J. 13, 154 (2022).

[3] J.Y. HO, K.C. LEONG, T.N. WONG, Additively-manufactured metallic porous lattice heat exchangers for air-side heat transfer enhancement, Int. J. Heat Mass Transf.150, (2020).

[4] A.K. MISHRA, R.K. UPADHYAY, A. KUMAR, Surface Wear Anisotropy in AlSi10Mg Alloy Sample Fabricated by Selective Laser Melting: Effect of Hatch Style, Scan Rotation and Use of Fresh and Recycled Powder, ASME. J. Tribol. 143(2), 021701 (2021).

[5] R.S. NANJUNDAIAH, S.S. RAO, K. PRAVEENKUMAR, T.R. PRABHU, A.K. SHETTIGAR, M. PATEL G C, E. LINUL, Fretting wear behavior on LPBF processed AlSi10Mg alloy for different heat treatment conditions, J. Mater. Res. Technol. 30, 4330-4346 (2024).

[6] L. PEZZATO, M. DABALÀ, S. GROSS, K. BRUNELLI, Effect of microstructure and porosity of AlSi10Mg alloy produced by selective laser melting on the corrosion properties of plasma electrolytic oxidation coatings,Surf. Coat. Technol. 404, (2020).

[7] E. DALLARI, M. BONONI, A. POLA, M. TOCCI, P. VERONESI, R. GIOVANARDI Pulsed Current Effect on the Hard Anodizing of an AlSi10Mg Aluminum Alloy Obtained via Additive Manufacturing. Surfaces 6, 97-113 (2023).
[8] L. LORENZETTI, L. TONELLI, I. BOROMEI, L. CESCHINI, P. SHASHKOV, C. MARTINI. Anodizing by Electrochemical Oxidation (ECO) of the Laser Powder Bed Fusion-processed A357 aluminium alloy: microstructural characterization and dry sliding behaviour. Prog Addit Manuf 8, 629–648 (2023).
[9] G. DI EGIDIO, L. CESCHINI, C. MARTINI, A. MORRI, Influence of Ni-P + DLC multilayer coatings on the tensile properties of the AlSi10Mg alloy produced by Laser-based Powder Bed Fusion,Procedia Struct. Integr. 47, 337-347 (2023).
[10] G. DI EGIDIO, C. MARTINI, L. CESCHINI, A. MORRI, Influence of Electroless Nickel—DLC (Diamond-like Carbon) Multilayer Coating on the Mechanical Performance of the Heat-Treated AlSi10Mg Alloy Produced by Powder Bed Fusion-Laser Beam, Materials 16, 3313 (2023)
[11] H. FAYAZFAR, J. SHARIFI, M.K. KESHAVARZ, M. ANSARI An overview of surface roughness enhancement of additively manufactured metal parts: a path towards removing the post-print bottleneck for complex geometries. Int J Adv Manuf Technol 125, 1061–1113 (2023).
[12] D.W. BAUDRAND, Electroless nickel plating, in: ASM Handbook 5, ASM international, 2002. ASM Intern.
[13] C. DONNET, A. ERDEMIR (Eds.), Tribology of Diamond-like Carbon Films. Fundamentals and Applications. New York (US): Springer, (2009)
[14] B.G. MELLOR, (ed.) Surface Coatings for Protection against Wear, Cambridge, UK. Woodhead Publishing, (2006)
[15] A. SALICIO-PAZ, H. GRANDE, E. PELLICER, J. SORT, J. FORNELL, R. OFFOIACH, M. LEKKA, E. GARCÍA-LECINA. Monolayered versus multilayered electroless NiP coatings: Impact of the plating approach on the microstructure, mechanical and corrosion properties of the coatings. Surf. Coat. Technol. 368,138-146 (2019).
[16] A.M. PILLAI, A. RAJENDRA, A.K. SHARMA, Electrodeposited nickel–phosphorous (Ni–P) alloy coating: an in-depth study of its preparation, properties, and structural transitions. J. Coat. Technol. Res. 9, 785–797 (2012).
[17] M.H. STAIA, E.S. PUCHI-CABRERA, A. IOST, A. ZAIRI, S. BELAYER, A. VAN GORp, Tribological response of AA 2024-T3 aluminium alloy coated with a DLC duplex coating, Tribol Int 85, 74-87 (2015).
[18] BS EN ISO 14577-4:2016 Metallic materials. Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Test method for metallic and non-metallic coatings (2007)

Characterization of a multilayer coating (Ni-P+DLC) applied on PBF-LB AlSi10Mg components with complex geometries and lattice structures

AlSi10Mg alloy lattice structures produced by Powder Bed Fusion - Laser Beam (PBF-LB) technology show high specific strength and an optimal surface/volume ratio. However, in the as-built condition they are characterized by a high roughness that may worsen their performance. To address this issue, a multilayer coating consisting of (i) electroless Ni-9%P interlayer, to compensate surface defects and optimize the surface topography, and (ii) PA-CVD hydrogenated amorphous carbon (DLC a-C:H) topcoat. The features of the coated system were evaluated by: (i) optical profilometry, (ii) FEG-SEM/EDS observations, (iii) micro/nanoscale hardness tests, and (iv) scratch test. Based on the results, the main problems related to the deposition of the Ni-P + DLC multilayer coating on the PBF-LB AlSi10Mg critical components were identified, in order to optimize the whole post-printing cycle and guarantee adequate performance of the multilayer coating.

KEYWORDS: PBF-LB, ALSI10MG, LATTICE STRUCTURES, CRITICAL GEOMETRY, HYDROGENATED AMORPHOUS CARBON (A-C:H) DLC COATING, ELECTROLESS NI-P COATING, INSTRUMENTED INDENTATION, ADHESION TESTS, TOPOGRAPHIC ANALYSIS

TORNA ALL'INDICE >