La Metallurgia Italiana
International Journal of the Italian Association for Metallurgy

Finitura green di componenti in rame ottenuti tramite tecnologia additive

A. Acquesta, M. Smet, B. Van Hooreweder, T. Monetta

In questo lavoro è stata studiata, innanzitutto la fattibilità di un trattamento di elettrolucidatura utilizzando una soluzione green, a base di etalina, di componenti in rame prodotti mediante tecnologia additiva tramite Selective Laser Melting (SLM). Successivamente è stata studiata l'influenza di alcuni dei numerosi parametri del processo elettrochimico di elettrolucidatura, come la temperatura e la durata del trattamento. I campioni as-built e quelli elettrolucidati sono stati sottoposti ad una caratterizzazione morfologica, a misure di rugosità, analisi chimiche e ad una caratterizzazione elettrochimica. Il trattamento di elettrolucidatura green eseguito sui campioni ha confermato che, questo può essere considerato un valido processo di finitura superficiale anche per i componenti in rame, ottenuti mediante additive manufacturing, alternativo a quello classico in cui vengono utilizzati acidi nocivi per l'ambiente.

PAROLE CHIAVE: TRATTAMENTI SUPERFICIALI, ADDITIVE MANUFACTURING, RUGOSITÀ

INTRODUZIONE

L'Additive manufacturing (AM) o stampa 3D è un processo capace di produrre manufatti tramite una progressiva aggiunta di strati di materiale. Rispetto alle tecniche tradizionali, questa tecnica permette di realizzare pezzi dalla geometria complessa con una riduzione degli scarti prodotti, lavorando direttamente sulle materie prime riducendone gli sprechi ed eliminando lavorazioni post-produzione di asportazione del materiale [1]. Tuttavia, la qualità superficiale dei manufatti è compromessa a seguito dei fenomeni che si verificano durante il processo di produzione. Sono, quindi, necessari trattamenti superficiali post-produzione per ridurre la rugosità superficiale. Quelli più utilizzati sono i trattamenti superficiali di natura meccanica, come la pallinatura [2], e quelli di natura chimica [3]. Candela et al. [4], hanno studiato l'effetto di diversi trattamenti superficiali, singoli o combinati, ovvero un'abrasione meccanica, un'abrasione chimico-meccanica, una mordenzatura e un'elettrolucidatura, su componenti in rame puro ottenuto mediante tecnologie laser PBF. L'abrasione meccanica ha previsto procedure lunghe, 10 giorni, e l'utilizzo di diversi materiali abrasivi per ottenere una riduzione della rugosità del 90 %. L'abrasione chimico-meccanica è stata eseguita in una soluzione contenente

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

Michel Smet, Brecth Van Hooreweder
Dipartimento di Ingegneria Meccanica, KU Leuven, Belgio

acidi inorganici e alogenuri per 5 giorni, rinnovando la soluzione ogni due ore. La mordenzatura è stata effettuata utilizzando una soluzione a base di acido sulfammidico, perossido di idrogeno, n-butanolo e citrato ammonico. Mentre l'elettrolita usato per l'elettrolucidatura era una miscela di acido fosforico e butanolo. Gli autori hanno riscontrato la presenza di pitting nel caso del trattamento chimico, ed una significativa riduzione di massa dopo i trattamenti chimici ed elettrochimici.

Abdel-Fattah e Loftis [5] hanno studiato l'efficacia di un trattamento di elettrolucidatura in una soluzione costituita da una tipologia dei c.d. Deep Eutectic Solvents (DES), a base di cloruro di colina ed etilenglicole, per componenti ottenuti mediante tecnologie convenzionali in alluminio e rame, confrontando i risultati con quelli ottenuti effettuando il trattamento nella classica soluzione di acido fosforico. L'utilizzo dell'acido fosforico ha portato alla formazione di pitting per lo sviluppo di ossigeno gassoso. In questo lavoro, è stata studiata la fattibilità di un trattamento di elettrolucidatura, utilizzando una soluzione a basso impatto ambientale a base di Etalina, su componenti in rame ottenuti mediante tecnologia additiva Selectrive Laser Melting (SLM).

MATERIALI E METODI

I campioni di rame, prodotti tramite tecnologia additiva SLM presso l'Università di Leuven, sono stati mascherati lasciando esposta unl'area di 1 cm^2, come riportato nel riquadro rosso della Figura 1.

Fig.1 - Area esposta del campione as-built / Exposed area of the as-built sample.

Il trattamento di elettrolucidatura, è stato effettuato in una soluzione elettrolitica green [6], ovvero Etalina, una miscela di glicole etilenico e cloruro di colina in rapporto 2:1. È stata utilizzata una cella elettrochimica a due elettrodi, collegando i campioni in rame all'anodo e una lamina in rame, ottenuta mediante tecnologia convenzionale, al catodo di un potenziostato (Interface 1010, Gamry). La cella è stata adagiata su una piastra riscaldante agitatrice. È noto che i parametri che possono influire sull'efficacia del trattamento di elettrolucidatura sono numerosi. In questo studio è stata studiata l'influenza della temperatura .

Sono state effettuate analisi morfologiche e di rugosità, mediante un microscopio confocale a scansione laser (Lext 5100, Evident Olympus) sui campioni as-built e sui campioni dopo l'elettrolucidatura. In particolare, i parametri di rugosità considerati sono: S_a: media aritmetica della deviazione dalla media; S_{sk}: simmetria della curva di distribuzione delle profondità; S_{ku}: planarità della curva di distribuzione delle profondità; S_{dq}: pendenza media quadratica della superficie; Sdr: superficie sviluppata.

RISULTATI E DISCUSSIONE

Per effettuare i trattamenti di elettrolucidatura è stato necessario individuare innanzitutto il c.d. intervallo di elet-

trolucidatura, in cui si registra una densità di corrente costante, nelle diverse condizioni di test, ovvero variando la temperatura. A tal fine sono state registrate le curve tensione-densità di corrente a 25°C e 70°C, riportate in Figura 2.

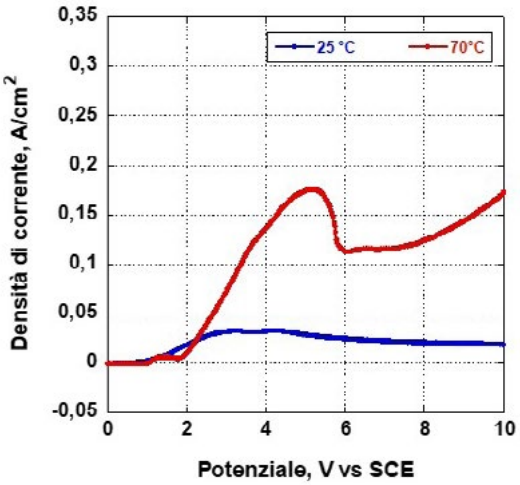

Fig.2 - Curve tensione-densità di corrente registrate in una soluzione a base di Etalina a 25°C (curva blu) e a 70 °C (curva rossa). / Tension-Current density curve recorded in the Ethaline solution at 25°C (blue curve) and at 70 °C (red curve).

Dalle curve è emerso che a temperatura ambiente le correnti registrate sono estremamente basse, ma soprattutto non è facilmente individuabile un intervallo di potenziali di elettrolucidatura. All'aumentare della temperatura, invece, è facilmente riscontrabile il range di elettrolucidatura, compreso fra 6 e 7.5 V. Pertanto, per effettuare il trattamento di elettrolucidatura è stato scelto un valore di potenziale pari a 6V, in condizioni di staticità della soluzione e per una durata di 15 min.

Analisi morfologica

I campioni as-built, come riportato in Figura X, presentano una superficie rugosa, come ampiamente riportato in letteratura, a causa dell'interazione del fascio laser, nelle tecniche DMLS o SLM, con il letto di polvere, che induce la formazione di agglomerati di particelle parzialmente fusi debolmente adese sulla superficie del manufatto in costruzione e altri difetti, quali il balling, il rippling effect, lo stair-step effect [7].

Fig.3 - Immagini ottenute al microscopio confocale del campione non trattato / Optical images of the as-built sample.

Dopo il trattamento di elettrolucidatura, la superficie dei campioni ha mostrato uno smussamento delle asperità, tanto più pronunciato all'aumentare della temperatura.

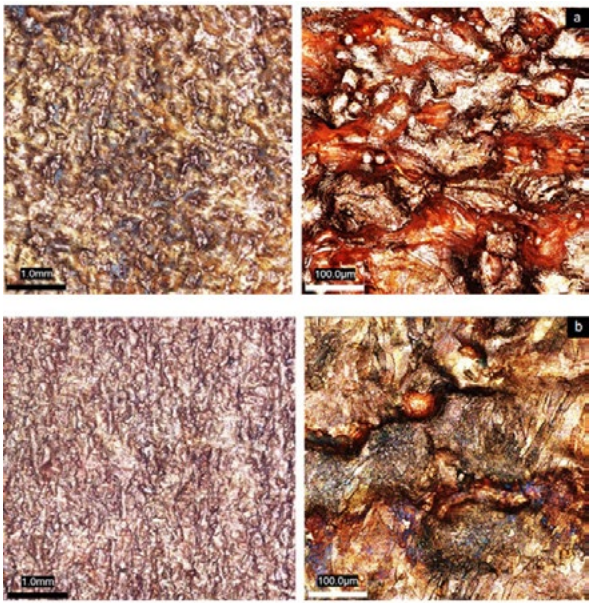

Fig.4 - Immagini ottenute al microscopio confocale dei campioni elettrolucidati in Etalina ad una temperatura di (a) 25°C o (b) 70°C / Confocal images of the electropolished samples in Ethaline at (a) 25°C or (b) 70°C.

Misure di rugosità

Di seguito sono mostrati i risultati riguardo le misure di rugosità superficiale. Sono stati, inoltre, riportati i coefficienti di efficacia di riduzione "RE", calcolati come la riduzione percentuale dei parametri correlati, in questo caso S_a e S_{dr}.

Tab.1 - Parametri di rugosità del campione as-built e dei campioni elettrolucidati. / Roughness parameters of as-built and electropolished samples.

	Sa (µm)	Ssk (µm)	Sku (µm)	Sdq (µm)	Sdr (%)	RE/Sa (%)	RE/Sdr (%)
as-built	18,2 ± 1,4	0,0 ± 1,9	2,7 ± 0,3	4,4 ± 0,2	141,4 ± 11,4	-	-
25°C	17,6 ± 0,3	-0,2 ± 0,4	2,6 ± 0,2	3,2 ± 0,1	108,0 ± 7,8	3,3	23,4
70°C	9,7 ± 1,4	-0,3 ± 0,6	3,2 ± 1,1	1,8 ± 0,2	52,0 ± 6,2	46,7	63,1

Il campione as-built (non trattato) presenta un parametro di rugosità Sa di circa 18 µm, uin Ssk pari a 0, indicando un'equa distribuzioni di picchi e valli, un valore di Sku minore di 3, indicando una superficie caratterizzata da picchi poco appuntiti; un Sdq di circa 4 µm, indicando una superficie non planare ed un valore di Sdr di circa 140, suggerendo una elevata estensione dell'area reale conferita dalla presenza di picchi e valli. Il trattamento di elettrolucidatura green a temperatura di 25 °C ha portato una impercettibile riduzione della rugosità, come evidenziato in particolar modo dai parametri Sa ed Sdq. Mentre, Il trattamento di elettrolucidatura green a 70 °C, ha comportato una notevole riduzione della rugosità, come dimostrato dai parametri: Sa, pari a circa 10 µm; Sdq, che ha raggiunto un valore dimezzato rispetto al campione as-built e pari a circa 2 µm ed Sdr con un valore di circa 52 %.

CONCLUSIONI

L'obiettivo di questo lavoro è stato quello di studiare l'efficacia del trattamento di elettrolucidatura in una soluzio-

ne green, a base di Etalina, di campioni in rame ottenuti mediante Selective Laser Melting, al fine di ridurne l'elevata rugosità. Tra i numerosi parametri che possono influire sull'efficacia del trattamento elettrochimico di elettrolucidatura, è stato scelto l'effetto della temperatura. Dalle analisi morfologiche è emerso che i campioni as-built presentano una superficie molto scabrosa, caratterizzata da agglomerati di particelle parzialmente o non fuse adese al substrato, da profonde valli, e ondulazione della parte fusa particolarmente accentuata. Infatti, le misure di rugosità hanno mostrato che il parametro Sa, indice della rugosità media, era di circa 18 μm e che il parametro Sdr, che riguarda il sovrasviluppo della superficie reale rispetto a quella geometrica conferito appunto dalla rugosità, era del 141,4%.

Dalla sperimentazione è emerso che il trattamento di elettrolucidatura green effettuato ad una temperatura di 25°C per una durata di 15 minuti, non comporta una riduzione significativa della rugosità; infatti, i coefficienti di riduzione della rugosità sono risultati essere rispettivamente del 3,3% per la riduzione dell'Sa e 23,4% per la riduzione dell'Sdr. Per quanto riguarda le prove eseguite a 70°C, l'efficacia è risultata maggiore rispetto a quelle eseguite a 25°C, con riduzioni dei parametri di rugosità più elevate. Riguardo il parametro Sa, la riduzione è stata del 46,7%, mentre il parametro Sdr ha visto una riduzione del 63,1%.

BIBLIOGRAFIA

[1] F. Calignano, D. Manfredi, E. Ambrosio, S. Biamino, M. Lombardi, E. Atzeni, A. Salmi, P. Minetola, L. Iuliano, P. Fino, Overview on Additive Manufacturing Technologies, Proc. IEEE PP (2017) 1–20. https://doi.org/10.1109/JPROC.2016.2625098.

[2] N.E. Uzan, S. Ramati, R. Shneck, N. Frage, O. Yeheskel, On the effect of shot-peening on fatigue resistance of AlSi10Mg specimens fabricated by additive manufacturing using selective laser melting (AM-SLM), Addit. Manuf. 21 (2018) 458–464. https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.03.030.

[3] E. Łyczkowska, P. Szymczyk, B. Dybała, E. Chlebus, Chemical polishing of scaffolds made of Ti-6Al-7Nb alloy by additive manufacturing, Arch. Civ. Mech. Eng. 14 (2014) 586–594. https://doi.org/10.1016/j.acme.2014.03.001.

[4] V. Candela, M. Pozzi, E. Chyhyrynets, V. Garcia Diaz, S. Candela, R. Dima, G. Favero, C. Pira, A. Pepato, P. Sonato, Smoothening of the down-skin regions of copper components produced via Laser Powder Bed Fusion technology, Int. J. Adv. Manuf. Technol. 123 (2022) 3205–3221. https://doi.org/10.1007/s00170-022-10408-8.

[5] T.M. Abdel-Fattah, J.D. Loftis, Comparison of the Electrochemical Polishing of Copper and Aluminum in Acid and Acid-free Media, ECS Trans. 25 (2009) 327. https://doi.org/10.1149/1.3203970.

[6] A. Acquesta, T. Monetta, S. Franchitti, R. Borrelli, A. Viscusi, A.S. Perna, F. Penta, L. Esposito, L. Carrino, Green electrochemical polishing of EBM Ti6Al4V samples with preliminary fatigue results, Int. J. Adv. Manuf. Technol. 126 (2023) 4269–4282. https://doi.org/10.1007/s00170-023-11400-6.

[7] H. Ali, H. Ghadbeigi, K. Mumtaz, Effect of scanning strategies on residual stress and mechanical properties of Selective Laser Melted Ti6Al4V, Mater. Sci. Eng. A 712 (2018) 175–187. https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.103.

Surface finishing green treatment of SLM copper parts

In this work, the feasibility of an electropolishing treatment using a green, ethaline-based solution of copper components produced by additive technology via Selective Laser Melting (SLM) was investigated. Subsequently, the influence of some of the many parameters of the electrochemical electropolishing process, such as temperature and treatment duration, was investigated. The as-built and electropolished samples were subjected to morphological characterisation, roughness measurements, chemical analysis and electrochemical characterisation. The green electropolishing treatment performed on the samples confirmed that this can also be considered as a valid surface finishing process for copper components obtained by additive manufacturing, as an alternative to the classic process where environmentally harmful acids are used.

TORNA ALL'INDICE >