

CARACTERIZACIÓN MEDIANTE TÉCNICAS DE RADIOGRAFÍA Y TOMOGRAFÍA DE RAYOS X DE MICROFOAMS METÁLICOS PRODUCIDOS POR FABRICACIÓN ADITIVA LÁSER

D. Cuadra-Rodríguez,¹ E. Solorzano¹, M. Ampudia²

¹Novadep NDT Systems, Calle Castaño 10, 47193 La Cistérniga (Valladolid, España), daniel.cuadra@novadep.com

²AENIUM Engineering S.L, Calle Pedro de Rivera 19, 47151 Boecillo (Valladolid, España), m.ampudia@aenium.es

Resumen: Este trabajo se centra en el estudio mediante técnicas de imagen RX de un nuevo material poroso fabricado mediante tecnología PBF, los microfoams. En concreto, en este trabajo se ha recurrido a las técnicas de radiografía y tomografía para su análisis y caracterización de una manera no destructiva. En primer lugar, se ha producido un amplio set de muestras con diferentes parámetros con el objetivo de generar estructuras porosas (microfoams) mediante fabricación aditiva. Después se han empleado técnicas basadas en Rayos X para evaluar y caracterizar la estructura microfoam con el objetivo de optimizar los parámetros de fabricación en busca de componentes de acero más ligeros. Se han tomado como referencia parámetros como la densidad, el tamaño de poro y la densidad de poros. Por último, se ha testado la detectabilidad de la técnica de tomografía en el análisis de estructuras microfoam cuando se encuentra inmersa dentro de un sólido.

Palabras clave: fabricación aditiva láser, acero, microfoam, radiografía, tomografía.

1. INTRODUCCIÓN.

La fabricación aditiva (AM) en metales mediante láser o PBF (por sus siglas en inglés, *Power Bed Fusion*) es una técnica que está generando mucho interés en los últimos años, sobre todo por su inminente incorporación a la industria de producción de componentes metálicos. Gracias a su precisión y versatilidad, la fabricación aditiva permite producir piezas con geometrías complejas al mismo tiempo que se reduce la cantidad de material empleado. Esto unido a la automatización del proceso y a la reducción del tiempo de ciclo con respecto al mercado tradicional, hacen que muchas industrias como aeroespacial, aeronáutica, automoción o médica hayan incorporado la fabricación aditiva en sus procesos.

Dentro de la producción de piezas metálicas, uno de los componentes más usados es el acero debido a sus excelentes propiedades mecánicas, buena conductividad térmica y resistencia a la corrosión, que lo hacen idóneo en muchas aplicaciones [1]. De forma similar, el acero ha sido uno de los metales más empleados también durante el auge de la fabricación aditiva [2].

La fabricación aditiva presenta una serie de ventajas competitivas que le hacen posicionarse en el mercado industrial presente y futuro, sin embargo, existen ciertos inconvenientes durante el proceso de fabricación. Por ejemplo, es necesario optimizar el ciclo de producción ya que es típicamente unitario o en lotes de unidades reducidas. Además, de forma intrínseca al proceso de fusión suelen aparecer defectos generalmente no deseados en forma de poro. Algunos trabajos tratan de evitar la defectología optimizando los parámetros de fabricación [3], y otros en cambio estudian cómo

controlar la porosidad emergente para crear nuevos materiales basados en estructuras metálicas porosas [4], [5].

Este tipo de estructuras porosas se denominan microfoam, y están formadas por poros distribuidos entre decenas o centenas de micras permiten el diseño de materiales más ligeros, con unas propiedades mecánicas razonablemente buenas y con mayor control de la difusión térmica. Sin embargo, su producción también entraña una serie de dificultades como la optimización de parámetros para controlar la generación de poros y, un análisis fidedigno que permita correlacionar las propiedades físicas y la estructura microfoam. Ambos retos pueden ser solventados mediante técnicas radiográficas que permitan el estudio y caracterización detallada de la estructura porosa. De forma somera podemos indicar que la porosidad inducida al material (amén de otros parámetros tales como esfericidad del poro, interconexión, morfología y tamaño poro) se puede controlar mediante la configuración del láser y el control preciso de las estrategias de fundido y enfriamiento en la base de fundido (o *melt-pool* en inglés). Dichos parámetros son simulados en base a la distribución de partículas 45-15 micras y una esfericidad del 99,8 % proveniente de procesos de atomizado por plasma.

En esos términos, la radiografía y tomografía son técnicas de imagen que permiten caracterizar cualquier material sin necesidad de dañarlo, ya que son técnicas no destructivas. Ambas técnicas trabajan a partir de la absorbancia de Rayos X que presentan los materiales, por tanto, se trata de técnicas efectivas para discriminar y analizar estructuras porosas (que no presentan absorción en comparación con la matriz metálica).

La radiografía es una técnica muy empleada en análisis morfológicos, de la densidad del material y de detectabilidad. Sin embargo, en la mayoría de los casos, y teniendo en cuenta la complejidad de las geometrías producidas mediante fabricación aditiva, la radiografía no es una técnica tan robusta como para identificar de forma evidente porosidades o defectos, aunque puede emplearse como una técnica de screening para descartar piezas con defectos groseros o utilizarse si la geometría es suficientemente sencilla.

Por otro lado, la tomografía o microtomografía (μ CT) se presenta como una alternativa con mayor detectabilidad para la inspección de piezas producidas por fabricación aditiva. De hecho, μ CT y AM son un “cóctel de éxito” que se viene empleando desde principios de siglo para el desarrollo y análisis de materiales. Muchos trabajos han empleado esta técnica para detectar y medir la porosidad interna con el objetivo de validarla frente a otros métodos menos consistentes. Además, las ventajas que ofrece la μ CT frente a otras técnicas es la posibilidad de adquirir una amplia gama de mediciones (porosidad, tamaño de partícula y poro, anisotropía, tortuosidad, rugosidad...) de una manera no destructiva, muy útil en la trazabilidad de las piezas para el análisis de propiedades físicas (mecánicas, térmicas, etc) [6], [7].

Este trabajo es fruto del proyecto “e-CAR Aditive FOAMS” entre un consorcio de empresas formado por Aenium Engineering, Lingotes Especiales, Novadep NDT Systems y coordinado por la AEI FACYL. En él se pretende emplear las técnicas de radiografía y tomografía para evaluar y analizar piezas metálicas producidas mediante fabricación aditiva, concretamente mediante PBF. El principal objetivo de emplear técnicas basadas en Rayos X es la caracterización de estructuras porosas o microfoams generados intencionalmente en piezas de Acero. Los procesos de fabricación y análisis se han realizado de forma paralela con el objetivo de optimizar las estructuras porosas, con la intención de alcanzar los límites de fabricación en términos de reducción de la densidad y obteniendo un gran control sobre el tamaño de poro.

2. MATERIALES.

En el estudio se ha utilizado acero S 1.2709 en grado pulvimetalúrgico del proveedor EOS GMBH con una distribución de partículas desde 15 micras con un D90 establecido en 43 micras. Igualmente, la esfericidad ha sido definida como superior a 99,5% mediante el proceso de atomización por plasma.

3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.

3.1 Fabricación aditiva láser (PBF).

La fabricación aditiva láser se ha llevado a cabo mediante un equipo EOS M290 T 1kW . La plataforma ha sido precalentada a 200°C para asegurar una correcta eliminación de la humedad existente y un precalentamiento adecuado para la franja presinterizada de la unión. Se ha activado únicamente un láser de YRL de 1090 nm de longitud de onda y monitorizado mediante sistema multiespectral instalado en el equipo para la correcta medición de las ratios de enfriamiento en tiempo real.

El sistema se ha inertizado mediante He para asegurar un detallado control térmico mediante su sistema grid nozzle y una adecuada inertización del proceso.

Las mediciones de la velocidad de enfriamiento se han obtenido por resultado directo de medición con sistema de monitorización en tiempo real en tramos de 350 micras de trazada láser y sistema multiespectral de medición de temperatura. Dentro del equipo EOS M290-T se ha utilizado una atmósfera de He con una concentración de O₂ inferior a 0,03% en cámara de proceso.

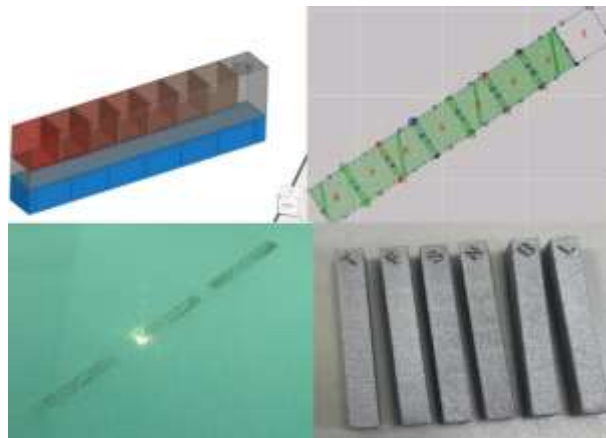


Figura 1. Procedimiento de fabricación láser PBF.

Se han fabricado 64 muestras, obteniéndose los mejores resultados de estudio en los siguientes parámetros conjugados de proceso (Tabla 1).

Tabla 1. Parámetros de fabricación (potencia del láser, densidad de energía y velocidad de enfriamiento).

Muestra	P (w)	E (J/mm ³)	v (K/s)
B1	286	59.6	93.2
B2	160	28.6	194.4
B3	160	22.7	222.2
B4	160	18.5	250.0
B5	160	15.4	277.8
B6	160	13.0	305.6
B7	160	11.1	333.3
B8	160	9.6	361.1
L1	286	59.6	93.2
L2	190	47.5	117.0
L3	180	37.5	123.5
L4	170	30.4	130.7
L5	160	25.0	138.9
L6	150	20.8	148.2
L7	140	17.5	158.7
L8	130	14.8	170.9

Se han fabricado tres tipologías de muestras. Dos muestras (B y L) con forma prismática compuestas por 8 cubos (uno sólido y otros siete con diferentes parámetros de fabricación) para análisis de densidad y de estructura microfoam (Figura 2a y b). Y por último otro cilindro (C) para evaluar la detectabilidad de la estructura microfoam inmersa dentro del cilindro sólido (Figura 2c).

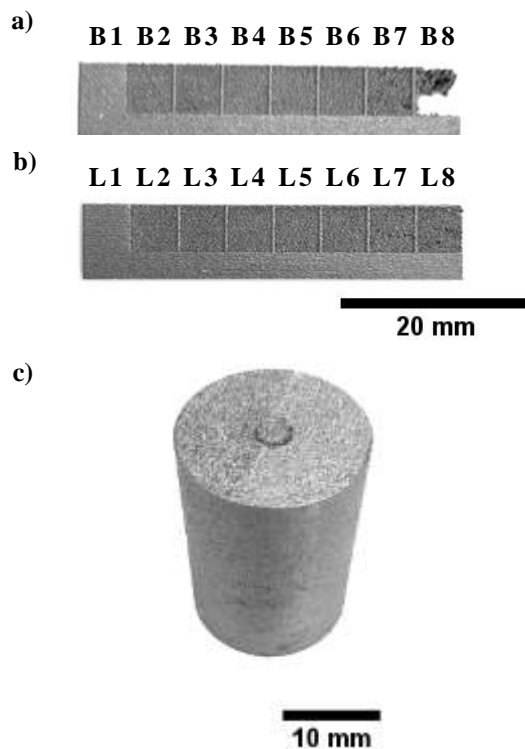


Figura 2. Muestras producidas mediante PBF.

3.2 Caracterización mediante radiografía.

La inspección de microfoams mediante radiografía se ha llevado a cabo en un equipo de Rayos X diseñado por Novadep NDT Systems, que consta de una fuente HAMAMATSU L14351-02 (180 kV, 90 W, 20 μm de tamaño de foco) y un detector VAREX XRD 4343CT-F22-C-060 (430x430 cm², 150 μm de tamaño de pixel y 16bits). La inspección está controlada por un software desarrollado en Novadep que permite modificar los parámetros de la fuente, ajustar las posiciones de la fuente, objeto y detector mediante ejes con libertad de movimiento y adquirir imágenes.

Los parámetros de adquisición de imágenes han sido optimizados con el objetivo de obtener radiografías de alta calidad y se muestran en la Tabla 2. Se ha utilizado un alto filtraje con el objetivo de obtener un haz de alta energía que no cambie significativamente su espectro al atravesar los 5 mm de acero.

Tabla 2. Parámetros de adquisición de radiografías (voltaje, intensidad, filtraje y tiempo de exposición).

V (kV)	I (μA)	Filtro	Texp (ms)
150	300	2 mm Cu	750

3.3 Caracterización mediante microtomografía (μCT).

La inspección de microfoams mediante tomografía se ha realizado con una fuente de Rayos X de hasta 240 kV para garantizar la penetración del haz y obtener mayor detectabilidad. Los parámetros de adquisición de las tomografías se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3. Parámetros de adquisición de tomografías (voltaje, intensidad, filtraje y resolución).

V (kV)	I (μA)	Filtro	Resolución (μm)
180-240	80-300	2 mm Cu	5-7

Posteriormente, las proyecciones de las tomografías se han reconstruido mediante un software para obtener los cortes tomográficos y proceder al análisis de las estructuras microfoams.

3.4 Análisis de radiografías.

El análisis de las radiografías ha permitido evaluar la morfología, discriminar defectos groseros, pero sobre todo obtener medidas de la densidad relativa de la muestra.

La densidad en una imagen de radiografía se puede calcular de acuerdo a la Ley de Beer-Lambert, que utiliza las intensidades transmitida y absorbida por el material de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\frac{I}{I_0} = e^{-\mu t} \tag{1}$$

Donde I es la intensidad transmitida, I₀ la intensidad incidente, μ es el coeficiente de absorción y t es el espesor de la muestra. Considerando que el coeficiente de absorción y el espesor es constante en una misma muestra es posible calcular la densidad relativa de una muestra. Esto es cierto siempre que la radiación utilizada sea monocromática. En el caso de radiación policromática es preciso tener un haz fuertemente filtrado para que evitar que efectos tales como el endurecimiento de haz, la perspectiva cónica y otros efectos, puedan falsear los datos obtenidos. La densidad relativa de un material poroso es su densidad con respecto a la densidad del material sólido. Por lo tanto, tomando medidas promedio de la intensidad del fondo (zona azul), de la base sólida (zona amarilla) y de cada espuma o cubo (zona roja) es posible determinar su densidad relativa (Figura 3). Las medidas se han realizado en las muestras B y L con la ayuda del software ImageJ.



Figura 3. Ejemplo de análisis de la densidad relativa en una muestra de radiografía.

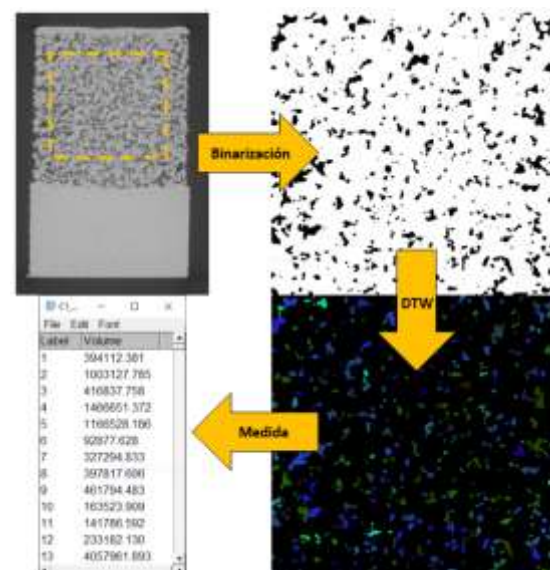


Figura 4. Metodología de análisis de la medida del tamaño de poro a partir de tomografía.

3.5 Análisis de tomografías.

El proceso de análisis de la estructura porosa en tomografía consta de varias etapas (Figura 4). Primero es necesario binarizar el stack de imágenes para separar ambas fases (sólida y gas). Después se aplica un proceso de generación de poros mediante el algoritmo Distance Transform Watershed (DTW) en el software de ImageJ. Esta etapa permite identificar cada poro otorgándole un volumen determinado. Después se aplica un proceso de análisis donde se mide el volumen de cada poro y se calcula el tamaño de poro equivalente a ese volumen.

4. RESULTADOS.

4.1 Análisis de la densidad relativa.

En un análisis cualitativo se observa que la densidad de los cubos de las muestras B y L están relacionados con el nivel de gris, otorgando las menores densidades con tonos claros como B6, B7 y L8, ya que en el cubo B8 no se formó ningún tipo de estructura con los parámetros seleccionados (Figura 5). Por otro lado, los cubos completamente sólidos (B1 y L1), así como la base del prisma, se muestran en tono negro debido a su mayor absorbancia.



Figura 5. Radiografías de las muestras B (izquierda) y L (derecha).

La densidad de las muestras B y L se ha correlacionado con la densidad de energía del láser con el objetivo de establecer una relación directa entre los parámetros de fabricación y las estructuras microfoam obtenidas (Figura 6).

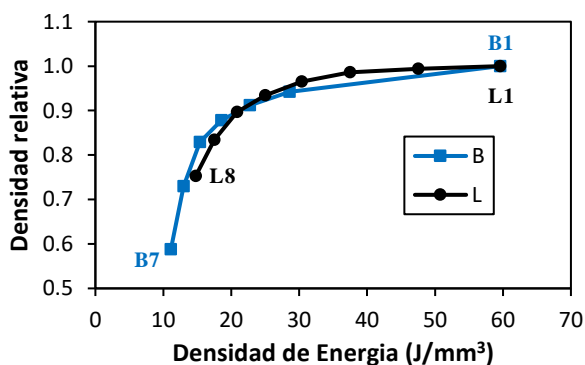


Figura 6. Densidad relativa de cada cubo de las muestras B y L en función de la densidad de energía de fabricación.

La densidad relativa ha disminuido con el descenso de la densidad de energía del láser de forma similar para ambas muestras. Las pequeñas diferencias pueden deberse a la velocidad de enfriamiento, que se ha variado para cada cubo, siendo mayor en el caso de la muestra B (Tabla 1).

Gracias a la optimización de los parámetros de fabricación se ha logrado reducir la densidad relativa por debajo de 0.6, o lo que es lo mismo, obtener una porosidad por encima del 40% en el cubo B7. Adicionalmente, se ha comprobado que reducir la densidad de energía hasta 9.62 J/mm³ no permite la formación de estructura microfoam (B8), por lo tanto, parece que se ha alcanzado el límite de fabricación para

este material. De hecho, la tendencia de ambas curvas es la formación de una asíntota para un determinado valor de densidad de energía por debajo del cual no se podría reducir más la densidad. En ese punto se puede definir el límite de fabricación para este material.

4.2 Caracterización de la estructura microfoam.

El tamaño de poro de las muestras de la Figura 2a y b se ha analizado para los cubos más interesantes (B3-B7 y L4-L8). Como cabría esperar, la densidad relativa y el tamaño de poro están íntimamente relacionados, ya que un aumento del tamaño de poro permite alcanzar menores densidades, existiendo además una correlación prácticamente lineal (Figura 7). El tamaño de poro promedio obtenido ha variado en un rango entre 60-160 μm, siendo a partir de 100 μm cuando se obtiene una estructura porosa interconectada.

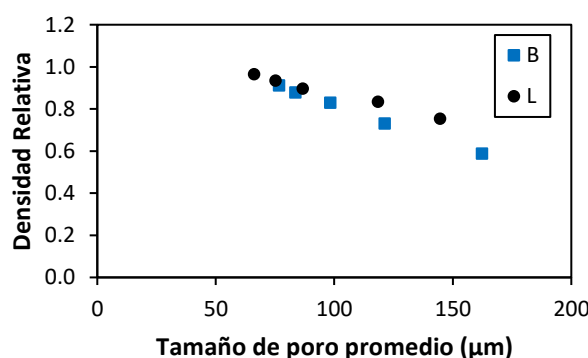


Figura 7. Densidad relativa en función del tamaño de poro.

Normalmente el aumento de la porosidad suele estar ligado a un incremento en el número de poros o también a una interconexión entre los mismos. Observando un corte tomográfico de la muestra con mayor porosidad (B7) (Figura 8 derecha), parece que el aumento del tamaño de poro se debe a la interconexión entre los mismos, formando una estructura de celda abierta. Esta hipótesis se puede corroborar comparando una estimación de la densidad de poros entre las muestras B3 y B7 (Figura 8 y Tabla 4).

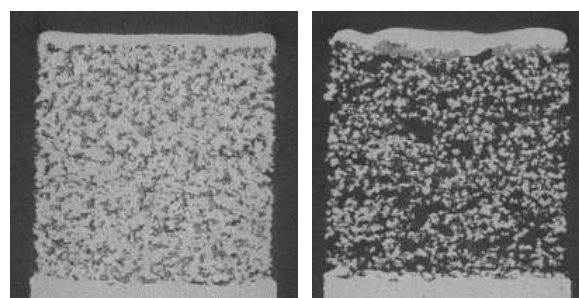


Figura 8. Corte tomográfico de las muestras B3 (izquierda) y B7 (derecha).

Tabla 4. Comparativa de estructura microfoam entre B3 y B7).

Muestra	Tamaño de poro (μm)	N (poros/mm³)	Densidad relativa
B3	76.7 ± 32	283.5	0.894
B7	162.4 ± 80	98.4	0.595

El número de poros por mm³ se reduce y son de mayor tamaño, por lo tanto, el descenso de la densidad de

energía del láser provoca que las partículas tengan menos puntos de unión, menor empaquetamiento y a su vez mayor porosidad entre ellas.

4.3 Detectabilidad de estructura microfoam.

Como complemento al análisis y optimización de estructuras microfoams, es un reto interesante alcanzar suficiente detectabilidad para analizar estructuras microfoam cuando se encuentran inmersas en una pieza sólida. De esta manera, se pretende validar el proceso de análisis mediante tomografía sin que la estructura microfoam esté expuesta o sin necesidad dañar la pieza para acceder a ella.

Para ello se ha analizado y reconstruido la estructura microfoam del cilindro de la Figura 2c (Figura 9). Gracias a la técnica de tomografía se observa perfectamente una estructura compleja con forma arbórea dentro de un cilindro sólido de 20 mm de diámetro. Por lo tanto, la técnica de tomografía parece válida incluso para analizar estructuras de microfoams de una forma no destructiva.

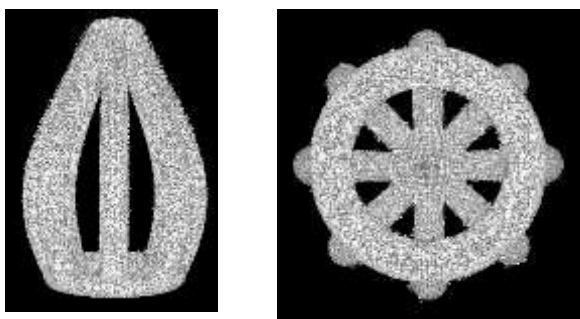


Figura 9. Reconstrucción en 3D de la estructura microfoam inmersa en el cilindro sólido. a) Vista XZ, b) vista XY.

5. CONCLUSIONES

En primer lugar, se ha logrado reducir la densidad relativa de las muestras hasta alcanzar porosidades de más del 40%. De hecho, el proceso de optimización ha sido explotado al máximo llegando incluso al límite de fabricación para este material. La aplicación del método LÁSER de densidad de energía variable se ha demostrado como una técnica de interés para la producción de microfoams metálicos con tamaños y distribución de poro controladas.

Segundo, se ha establecido una correlación entre los parámetros de fabricación y la densidad relativa de las muestras. Esto ha permitido la optimización de la estructura microfoam y de los parámetros fabricación.

Tercero, se ha determinado un parámetro de control clave el control de la velocidad de enfriamiento en la fabricación para asegurar la tipología y distribución del poro de forma precisa.

Cuarto, la fabricación embebida de microfoams presenta un prometedor futuro para aplicaciones de resistencia específica, control térmico y transferencia de calor con multitud de aplicaciones en diversos sectores pudiendo controlad la conductividad térmica, propiedades mecánicas T-S y absorción de impacto entre otras.

Por último, la tomografía ha sido validada como una técnica con detectabilidad suficiente como para analizar estructuras microfoams inmersas dentro de un sólido. Esto es realmente útil de cara al futuro, ya que las estructuras microfoams irían integradas en componentes metálicos con difícil acceso para su caracterización.

6. AGRADECIMIENTOS.

El proyecto “e-CAR Aditive FOAMS” (AEI-010500-2023-191) ha sido cofinanciado por el Ministerio de Industria, y Turismo a través de la convocatoria 2023 de apoyo a las Agrupaciones Empresariales Innovadoras, en el marco del Plan de Recuperación, Transformación y Resiliencia.

7. REFERENCIAS.

- [1] K. Kanishka and B. Acherjee, “Revolutionizing manufacturing: A comprehensive overview of additive manufacturing processes, materials, developments, and challenges,” *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 107. Elsevier Ltd, pp. 574–619, Dec. 01, 2023. doi: 10.1016/j.jmapro.2023.10.024.
- [2] P. Bajaj, A. Hariharan, A. Kini, P. Kürnsteiner, D. Raabe, and E. A. Jagle, “Steels in additive manufacturing: A review of their microstructure and properties,” *Material Science & Engineering A*, vol. 772, no. 138633, 2019, doi: 10.1016/j.msea.2019.138633.
- [3] M. Åsberg, G. Fredriksson, S. Hatami, W. Fredriksson, and P. Krakhmalev, “Influence of post treatment on microstructure, porosity and mechanical properties of additive manufactured H13 tool steel,” 2018, doi: 10.1016/j.msea.2018.08.046.
- [4] A. Sola and A. Nouri, “Microstructural porosity in additive manufacturing: The formation and detection of pores in metal parts fabricated by powder bed fusion,” *J Adv Manuf Process*, vol. 1, no. 3, Jul. 2019, doi: 10.1002/AMP2.10021.
- [5] G. K. Meenashisundaram *et al.*, “Binder Jetting Additive Manufacturing of High Porosity 316L Stainless Steel Metal Foams,” *materials*, vol. 13, no. 3744, 2020, doi: 10.3390/ma13173744.
- [6] A. Thompson, I. Maskery, and R. K. Leach, “X-ray computed tomography for additive manufacturing: A review,” *Measurement Science and Technology*, vol. 27, no. 7. Institute of Physics Publishing, Jun. 08, 2016. doi: 10.1088/0957-0233/27/7/072001.
- [7] A. Du Plessis, I. Yadroitsev, I. Yadroitsava, and S. G. Le Roux, “X-Ray Microcomputed Tomography in Additive Manufacturing: A Review of the Current Technology and Applications,” *3D Print Addit Manuf*, vol. 5, no. 3, pp. 227–247, Sep. 2018, doi: 10.1089/3dp.2018.0060.