



UNIVERSITA' POLITECNICA DELLE MARCHE

FACOLTA' DI INGEGNERIA

Corso di Laurea Triennale in Ingegneria Meccanica

**Analisi metallografica di campioni in acciaio inossidabile 17-4 PH
fabbricati tramite additive manufacturing**

**Metallographic analysis of 17-4 PH stainless steel samples
fabricated through additive manufacturing**

Relatrice:

Prof. ssa Eleonora Santecchia

Tesi di laurea di:

Rocco D'Abramo

A.A 2020/2021

Sommario:

Introduzione all'analisi di acciai realizzati con processi di additive manufacturing

1- Tecnologie di additive manufacturing.

1.1- Vantaggi dell'additive manufacturing

1.2- Confronto con tecnologie tradizionali

1.3- Processo di additive manufacturing: workflow

2- Additive manufacturing di metalli con tecnologie "a legante"

2.1- Binder Jetting

2.2- Bound Metal Deposition (BMD)

3- Procedure Sperimentali

3.1- Microscopia ottica

3.2- Durezza

3.3- Microdurezza

4- Risultati sperimentali

4.1- Micrografie ottenute e analisi vuoti

4.2- Micrografie dopo attacco chimico

4.3- Risultati durezza

4.4- Risultati microdurezza

5- Conclusioni

Bibliografia

Introduzione

L'analisi o caratterizzazione di un acciaio consiste nello studiare le proprietà che esso possiede; nel particolare è possibile andare a studiare le micrografie e per poter effettuare un'analisi dei vuoti per conoscere la porosità del materiale, che negli acciai ottenuti mediante processi di additive manufacturing risulta essere sempre elevata.

Il materiale, prima di essere analizzato con gli strumenti di microscopia ottica, va preparato, per consentire di analizzarlo.

Il materiale va tagliato per avere dimensioni comode dei campioni, inglobato con un polimero che consente di poter maneggiare il campione con comodità, lucidato in quanto la superficie deve essere la più lucida e pulita possibile per essere studiato con il microscopio. Dopo aver analizzato i vuoti, per poter osservare la microstruttura che il materiale possiede dobbiamo sottoporre il materiale ad un attacco chimico con una soluzione acida, la cui scelta della soluzione da usare è strettamente legata al tipo di materiale.

Una volta trovata la soluzione adatta al nostro campione e attaccato il materiale, al microscopio possiamo osservare la sua microstruttura, tra cui grani, bordi di grano, geminati ecc.

Un'altra proprietà che ci interessa conoscere per la caratterizzazione del campione è la durezza del materiale, essa la possiamo misurare con una macchina che si chiama durometro, che ci consente di fare le prove di durezza su varie zone del campione anche per poter conoscere se essa varia da zona a zona del campione analizzato.

L'altro parametro che occorre per caratterizzare il materiale è la microdurezza, che si misura eseguendo delle prove con una macchina che si chiama microdurometro. La differenza tra durezza e microdurezza è che le prime si eseguono a livello macroscopico, le seconde a livello microscopico.

Nei primi due capitoli andremo ad analizzare nel dettaglio i processi di additive manufacturing e li confronteremo con i processi di siderurgia classici.

Nel terzo capitolo si andrà nel dettaglio del lavoro svolto durante l'attività di tirocinio, parlando dei macchinari utilizzati, dell'attacco chimico che ci ha permesso di analizzare la microstruttura, ed infine della microscopia ottica.

Nel quarto capitolo si andranno ad analizzare i risultati dell'analisi dei vuoti, micrografie ottenute, analisi delle immagini dopo attacco chimico, risultati durezze e microdurezze, con le conclusioni del caso.

1- Tecnologie di Additive Manufacturing

La produzione additiva o manifattura additiva o processo additivo o produzione a strati (in inglese: Additive Manufacturing, o AM) è un processo industriale impiegato per fabbricare oggetti partendo da modelli 3D computerizzati, aggiungendo uno strato sopra l'altro, in opposizione alle metodologie tradizionali di produzione sottrattiva (fresatrici o torni), che partono da un blocco di materiale dal quale vengono rimossi meccanicamente i trucioli. Nel caso dell'additive manufacturing si parte da polveri, filamenti o altri materiali che vengono depositati esclusivamente dove è necessario e nel quantitativo necessario, garantendo così un elevato risparmio di materia prima e di tempo di produzione.

Il primo utilizzo di tecniche additive risale al 1986, nel corso del tempo, queste tecniche hanno avuto un forte sviluppo per quanto riguarda i materiali utilizzati, la precisione e la qualità delle parti realizzate. I modelli sono quindi stati realizzati con caratteristiche sempre migliori.

I modelli inizialmente permettevano di apprezzare esclusivamente la forma e l'aspetto, ma con tecnologie sempre più innovative questi processi di additive manufacturing non sono più limitati alla prototipazione, ma sostituiscono completamente i processi produttivi tradizionali.

Dal primo brevetto della stereolitografia, la manifattura additiva ha avuto un forte sviluppo in termini di tecnologia e applicazioni possibili. Si è passati quindi da un utilizzo limitato alla costruzione di prototipi alla realizzazione di parti finite e semilavorati. Sono state realizzate macchine per la stampa 3D che utilizzano tecniche differenti, che permettono di poter realizzare componenti in metalli, plastiche, e materiali ceramici e compositi.

La manifattura additiva trova numerose applicazioni nei processi industriali in particolare: nel settore automotive, per la produzione di componenti a basso peso, parti di ricambio e accessori; nel settore aerospaziale, per la produzione di accessori con peso ridotto grazie a operazioni di ottimizzazione topologica e generative design;

Nel settore medico-farmaceutico, per la produzione di impianti e protesi custom, modelli di corpi umani per la formazione medica, stampaggio di tessuti organici per la fase di test nello sviluppo di nuovi prodotti medicinali ed altro;

Nello sport, per attrezzatura sportiva, sistemi di protezione, prototipi e nel settore edilizio, con processi di stampa in calcestruzzo per la realizzazione di strutture abitative. (www.eos.info, s.d.)

1.1 Vantaggi dell'Additive Manufacturing (AM)

La stampa 3D introduce un nuovo concetto: depositare il materiale solo dove serve e senza problematiche associate alla complessità dei componenti. Queste tecnologie permettono di realizzare componenti di geometria anche molto complessa senza aumentare i costi di produzione cosa che accade con i processi tradizionali.

Per i progettisti questo determina un approccio completamente nuovo alla progettazione e alla produzione di parti realizzate mediante stampa 3D. La possibilità di realizzare forme complesse con costi contenuti garantisce una forte libertà nella progettazione.

La manifattura additiva è una tecnologia ecosostenibile, in quanto il materiale non utilizzato nel processo di stampa può essere riciclato. Il redesign delle parti permette di ottenere componenti più leggeri, con conseguente riduzione del materiale utilizzato nei processi di produzione. Inoltre, per la produzione di componenti per i settori dei trasporti, una riduzione del peso permette un minore consumo di carburante, con una conseguente riduzione delle emissioni inquinanti per l'ambiente.

1.2 Confronto con le tecnologie tradizionali

L'additive manufacturing consente di realizzare parti e prodotti finiti in maniera automatizzata con elevata customizzazione. I tempi di stampa sono ad oggi ancora abbastanza lunghi, quindi la tecnologia non è adatta ad elevati volumi di produzione. Il costo dei prodotti può essere considerato intermedio tra la produzione di massa e una produzione artigianale tradizionale.

Il costo di produzione non è in funzione della complessità del pezzo e questo permette una grande libertà di progettazione. Il grafico della Figura 1.1 mostra un andamento tipico del costo di un piccolo lotto di produzione per parti a complessità crescente. Parti con bassa complessità geometrica sono più economiche con metodi di lavorazione tradizionale; in alcuni, a seguito di una riprogettazione, si potrebbe ricreare una nuova forma ottimizzata con migliori funzionalità e costi di produzione per AM inferiori rispetto al caso precedente. Con i metodi tradizionali, un aumento della complessità del prodotto porta ad un notevole aumento dei costi di produzione (è richiesto un ciclo produttivo più lungo con operazioni a maggiore complessità); quindi, al di sopra di un certo livello di

complessità dei prodotti da realizzare, l'AM diventa la soluzione più conveniente. Infine alcune geometrie non possono essere realizzate con processi tradizionali, come reticoli interni (lattice), e l'AM diventa l'unica soluzione possibile.

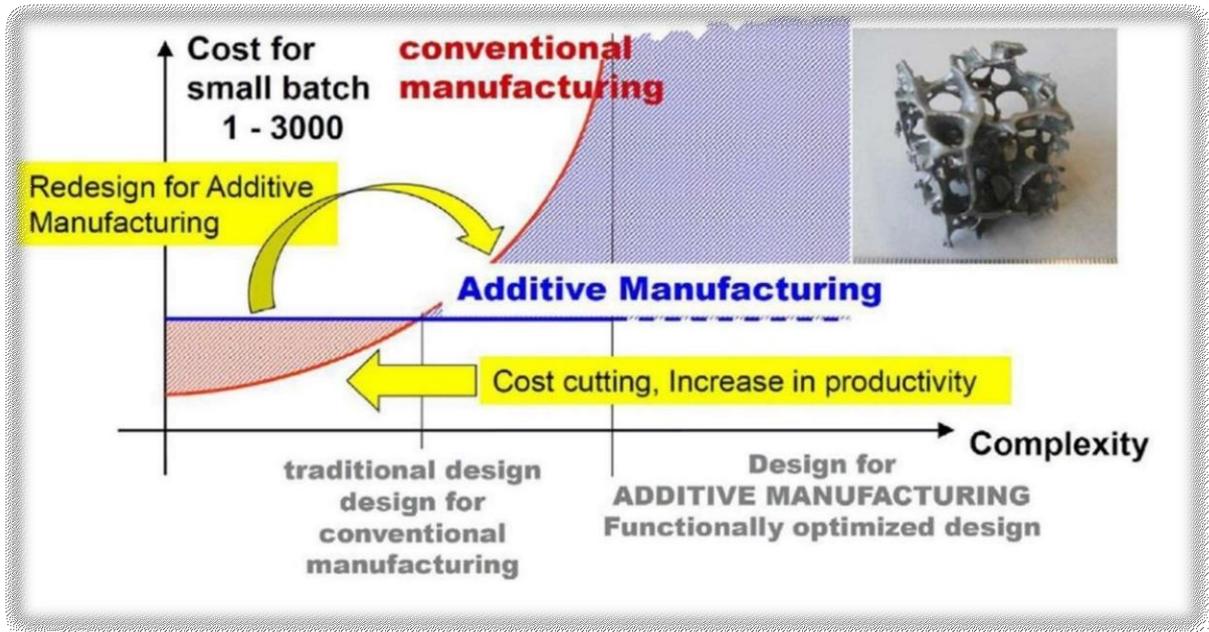


Figura 1.1 Grafico costo – complessità e confronto tra tecnologie additive e tecnologie tradizionali.

Confrontando l'AM con i sistemi a controllo numerico (CNC) possiamo evidenziare analogie in merito ai computer e modelli virtuali, la differenza sostanziale sta nell'approccio di tipo sottrattivo di materiale nei sistemi CNC, mentre l'AM ha un approccio di tipo additivo.

Altre importanti differenze si osservano in termini di Materiali:

La stampa 3D è nata per i materiali polimerici e cere, successivamente sono stati introdotti materiali compositi, ceramici e metallici. A riguardo di questi ultimi non sono ancora molte le leghe stampabili per AM per via delle particolari condizioni di processo e solidificazione. Il processo di AM può causare vuoti e anisotropia nel materiale.

Le CNC sono nate per la lavorazione di metalli e materiali duri ottenendo ottimi livelli di precisione. Le macchine CNC hanno tipicamente una velocità di lavorazione maggiore anche

se alcuni componenti proprio per complessità geometrica possono essere realizzati solamente con processi di AM.

Come già detto, maggiore è la complessità di una parte, maggiore è la convenienza dei processi di AM.

La programmazione delle macchine CNC include la selezione degli utensili, delle velocità, delle posizioni degli angoli di avvicinamento. Errori nella programmazione possono causare seri danni alla macchina e agli attrezzi utilizzati. La programmazione delle macchine di AM è meno complessa e non ci sono ripercussioni gravi in caso di programmazione errata. (Gibson et al., 2015).

1.1 Processo di additive manufacturing: workflow

Attualmente, esistono numerosi processi di stampa 3D che sfruttano diversi principi tecnologici (powder bed fusion, direct energy deposition, ecc.).

Tutti i processi hanno in comune le seguenti fasi:

1. Realizzazione del modello CAD:

Tutti i processi di AM partono da un modello CAD che descrive completamente la geometria del pezzo che si vuole realizzare. Per la creazione del modello può essere utilizzato un software di modellazione (es. NX, CATIA, Solid Edge etc.) o una strumentazione per il reverse engineering (laser, scanner etc).

2. Creazione di un modello STL:

Dal modello CAD si elabora il modello STL che serve a definire l'orientamento del pezzo, la direzione di crescita e i supporti necessari. I file STL servono per rappresentare il modello CAD esclusivamente per la sua geometria, essi rimuovono tutti i dati relativi alla modellazione e approssimano le superfici con una serie di triangoli (mesh).

3. Slicing del modello:

L'oggetto viene idealmente suddiviso in strati sovrapposti che poi verranno stampati in sequenza dalla macchina.

Vengono definiti i seguenti parametri:

- Lo spessore degli strati, fattore che determina la precisione della stampa
- I parametri di processo
- I tempi e i costi della produzione

4. Setup della macchina:

La macchina deve essere preparata per il processo di stampa, questa fase può comprendere operazioni come il caricamento del materiale e la sostituzione di estrusori e piatti di stampa usurati.

5. Processo di stampa:

Il processo di stampa è tipicamente svolto in maniera totalmente automatizzata e può essere effettuato senza necessità di supervisione. I tempi vanno da qualche minuto a diverse ore.

6. Ulteriori operazioni:

Alla fine del processo, il pezzo viene estratto dalla macchina, vengono rimossi eventuali supporti ed effettuati ulteriori processi volti a migliorare le proprietà meccaniche ed estetiche della parte ottenuta tra questi potrebbero essere necessari processi di primerizzazione e verniciatura o lavorazioni di alcune superfici alle macchine utensili per ottenere, tolleranze minori o per creare fori filettati. Queste sono macchine adatte a lavorare senza supervisione, ma è fondamentale la manutenzione in quanto delicate (Hernandez, 2012).

2- Additive manufacturing di metalli con tecnologie “a legante”

Sono processi di additive manufacturing, esse hanno la particolarità di utilizzare polveri metalliche tenute insieme appunto da un legante.

Esistono diverse tecnologie, e tutte hanno in comune l'uso di questo legante, che finita la stampa, va eliminato con una macchina e un processo apposito, che si chiama debinding.

Terminato quest'ultimo processo avremo un pezzo estremamente delicato, che andrà messo in un forno per un processo di sinterizzazione che gli conferirà le giuste proprietà meccaniche.

Questa tecnologia di additive manufacturing è composta da tre fasi:

La stampa, l'eliminazione del legante (debinding), la sinterizzazione.

2.1- Getto di legante (Binder jetting)

Questa tecnologia di additive manufacturing che si chiama Binder Jetting, consiste nel depositare uno strato di polvere metallica “fine” che viene steso sulla piastra di costruzione con un rullo. Una testina di stampa a getto d'inchiostro deposita il legante sulla polvere, legando insieme lo strato. Dopo che ogni strato è stato creato, la piastra di costruzione si sposta verso il basso e lo strato successivo di polvere viene steso sopra il precedente, gli strati hanno spessori nell'ordine dei 50-100 micron. Questo processo si ripete finché non viene creato un letto pieno di parti all'interno di un volume di polvere. Le parti allo stato di stampa sono indicate come parti "verdi" perché necessitano la post-elaborazione (incluso il debinding e la sinterizzazione) prima che diventino resistenti e utili.

Il processo di stampa Binder Jetting può sembrare relativamente semplice, ma non è così, in quanto è un processo delicato e ci sono una serie di fattori che possono rovinare la qualità, soprattutto le velocità di stampa elevate. È necessaria una tecnologia sofisticata per garantire che queste variabili chiave siano ben gestite:

- 1) Distribuzione coerente della polvere
- 2) Alta densità dell'imballaggio della polvere powder
- 3) Deposizione precisa del legante
- 4) Saturazione uniforme del legante
- 5) Asciugatura sufficiente del legante

Spargere e compattare con precisione polveri metalliche fini non è banale; sono necessari molti processi precisi per eseguire questa operazione in modo rapido e ripetibile. Garantire un buono strato di polvere non è sufficiente; le testine di stampa a getto d'inchiostro utilizzate nel getto del raccogliore devono erogare con precisione migliaia di minuscole goccioline (10-80 picolitri) di legante al secondo. A velocità della testina di stampa fino a 1 m/s e velocità delle gocce ancora più elevate, le gocce devono colpire con precisione la polvere senza schizzi. I getti d'inchiostro sono noti per l'intasamento, specialmente con i leganti ad alta viscosità utilizzati in Binder Jetting, di conseguenza, sono necessari numerosi interventi dei getti. Quando le gocce di legante sono state depositate con successo, la loro completa saturazione attraverso lo strato dipende dalla distribuzione coerente e dalla densità di imballaggio della polvere. Il legante deve essere il più possibile asciutto prima che lo strato successivo possa essere arrotolato sopra con successo. Tutti questi elementi devono essere strettamente controllati per ottenere parti "verdi" di alta qualità.

Il Binder Jetting utilizza due materiali di input principali:

Polveri metalliche e leganti polimerici liquidi.

La tecnologia di stampa 3D a Binder Jetting utilizza le stesse polveri metalliche fini utilizzate dall'industria dello stampaggio a iniezione di metalli, queste polveri hanno le particelle con dimensioni che variano dai 5-45 micron. Le polveri nella fascia più piccola di questa gamma rendono difficile lo scorrimento e la diffusione del materiale nel processo di stampa, ma sono necessarie per ottenere densità più elevate.

I leganti polimerici liquidi utilizzati in Binder Jetting possono essere pensati come una colla con un componente a base di acqua o solvente e un componente a base di polimero.

La post-elaborazione delle parti stampate a getto di legante ha tre obiettivi:

Estrarre le parti "verdi" deboli dal letto di polvere e depolverarle senza danneggiarle, rimuovere tutto il legante (delegante) dalla parte verde e sinterizzare parte per ridurla a una densità e una precisione geometrica accettabili.

Le parti Binder Jet post-elaborazione possono essere più importanti del processo di stampa stesso.

Al termine della fase di stampa abbiamo la fase di de-binding che rimuove la maggior parte del legante, e avviene la fase di sinterizzazione, questa compatta il pezzo e ne riduce le porosità aumentandone la resistenza meccanica (Andrew Klein, s.d.).

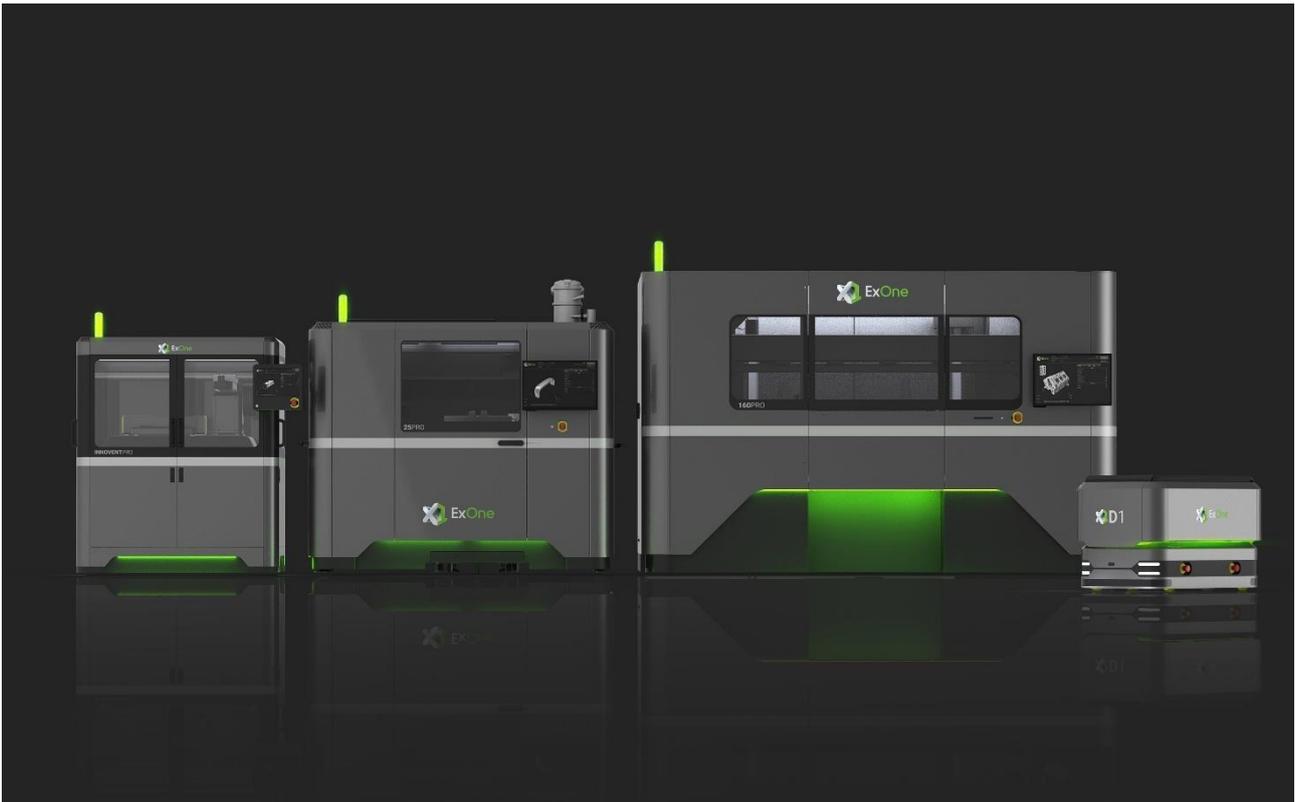


Figura 2.1 dispositivi della Exone con tecnologia Binder Jetting

2.2- Bound Metal Deposition (BMD)

Bound Metal Deposition™ (BMD) è un processo di produzione additiva in metallo (AM) sviluppato dall'azienda Desktop Metal, basato sull'estrusione in cui i componenti metallici sono costruiti mediante estrusione di un supporto termoplastico riempito di polvere. Le aste di metallo legate, (molto meno pericolose delle polveri usate in altri processi) sono composte da polvere di metallo tenuta insieme da cera e legante polimerico, vengono riscaldate ed estruse sulla piastra di costruzione, modellando una parte strato per strato. Al termine del processo di stampa, il legante viene rimosso tramite il processo di debind e quindi sinterizzato, causando l'addensamento delle particelle metalliche.

Il sistema è costituito da tre unità:

- La stampante 3D
- Il de-binder
- Il forno per la sinterizzazione

Il processo BMD è teoricamente applicabile a tutti i materiali sinterizzabili che possono essere uniti con una matrice di materiale termoplastico. Desktop Metal si occupa dello sviluppo e l'ottimizzazione dei materiali da utilizzare per il processo di stampa.

Come per il Binder Jetting, alla fine del processo di stampa si ottiene un oggetto che necessita di ulteriori lavorazioni per acquisire buone caratteristiche meccaniche. La seconda fase di produzione è quella di debinding, che consiste nell'eliminare il legante (binder) nel pezzo stampato. Per questo processo Desktop metal fornisce un'apposita macchina, che sfrutta un solvente il quale penetrando all'interno delle porosità scioglie il legante polimerico.

Il solvente viene successivamente rimosso dalla macchina in modo automatico e viene effettuato un ciclo di riscaldamento fino a 200-600 °C per asciugare la parte e eliminare il polimero residuo, il tempo per questa fase varia a seconda della geometria e della grandezza della parte. A fine processo si ottiene una struttura porosa completamente metallica (a meno di tracce residue di binder). Una completa rimozione del binder è importante per garantire delle buone proprietà meccaniche ed evitare l'insorgenza di cricche.

La terza macchina sempre fornita da Desktop Metal utilizzata nel processo è un forno che permette la sinterizzazione dell'oggetto, questo ha una camera riscaldata e un gas inerte in pressione. Grazie a dei fenomeni metallurgici, la parte aumenta in densità fino al 96,99% e le porosità si riducono con un aumento delle proprietà meccaniche del pezzo. Il ciclo di sinterizzazione ha una durata di circa 40 ore; i tempi sono automaticamente modificati dal sistema in base alle parti introdotte. Nel caso di oggetti di grandi dimensioni e geometrie complesse la sinterizzazione può durare anche 49 ore. Con il processo di sinterizzazione si

ottiene un componente near-net shape dalla quale vanno rimossi i supporti ed effettuate eventuali post lavorazioni (metal, s.d.).



Figura 2.2 Dispositivi per BMD di Desktop Metal

Questo processo di produzione additiva è proprio quello utilizzato per creare delle parti da dove sono stati prelevati i campioni da caratterizzare.

3- Procedure Sperimentali

Durante il lavoro svolto in laboratorio per analizzare l'acciaio inox 17-4 PH ho potuto usufruire di diverse macchine che mi hanno permesso di caratterizzare il materiale.

La prima macchina utilizzata è stata una troncatrice, una semplice macchina utensile che ha permesso di estrarre i campioni da un profilato a sezione quadrata cavo. La macchina è composta da un disco messo in rotazione ad alte velocità da un motore elettrico trifase, da una morsa che permette di tenere il pezzo fermo in posizione e da un sistema di raffreddamento ad acqua per evitare l'innalzamento della temperatura del materiale a

causa dell'attrito tra disco e materiale, rischiando di andare a modificare le caratteristiche meccaniche del materiale. I campioni ricavati per il mio studio sono quattro, tagliati lungo gli assi xy di stampa e gli assi xz di stampa prima e dopo un trattamento termico, per cercare di capire se il materiale avesse proprietà differenti. Questi campioni, non erano comodi da maneggiare in quanto piccoli, quindi si è deciso di inglobarli sfruttando una macchina denominata pressa inglobatrice a caldo.



Figura 3 Inglobatrice Boinmount

In questa macchina, rappresentata in Figura 3, si posiziona il campione in questione che viene ricoperto con una polvere di materiale polimerico, la macchina sfruttando pressione e calore sinterizza il polimero attorno al pezzo che una volta raffreddato acquisisce una forma cilindrica, dove su una delle due facce del cilindro è esposto il materiale da analizzare.

Effettuata l'inglobatura dei campioni bisogna procedere alla lucidatura utilizzando una lappatrice (Figura 4).



Figura 4 Lappatrice doppio piatto

La lappatrice ha un piatto rotativo dotato di carte abrasive di diverse granulometrie, è anche provvista di un getto di acqua che ha sia il compito di raffreddare i provini che stiamo lucidando, sia tenere puliti i fogli di carta abrasiva che altrimenti si riempirebbero della polvere del materiale con cui abbiamo inglobato l'acciaio.

Le carte utilizzate hanno grana 320-600-1200-2500-4000 utilizzate dalla più ruvida alla meno ruvida, avendo l'accortezza di ruotare il campione di 90° quando si passa da una carta all'altra.

L'ultimo step della preparazione dei campioni è la lucidatura al panno, dove si impiega una macchina chiamata lucidatrice, questa è composta da un piatto girevole sopra il quale si incolla un panno sintetico. Questa macchina non ha il sistema di lubrificazione con acqua in quanto non è necessario, ma in più ha un potenziometro che ci permette di variare il numero di giri del piatto per diversi materiali.

Sul panno viene aggiunta una pasta diamantata di varie granulometrie a seconda delle necessità, nel mio caso ho utilizzato una pasta da 0.25 micron.

La pasta diamantata va bagnata con un lubrificante apposito che permette di fluidificarla, finita la lucidatura al panno che è un'operazione abbastanza lunga si avevano dei campioni sufficientemente puliti per poter essere analizzati con il microscopio ottico.

3.1- Microscopia ottica

Il microscopio (dal greco: μικρόν mikrón "piccolo" e σκοπεῖν skoréin "guardare") è uno strumento scientifico che consente di ingrandire o produrre immagini di oggetti piccoli che sarebbero impossibili da studiare a occhio nudo. Permette di osservarne i dettagli mediante una osservazione diretta ad occhio nudo, oppure indiretta tramite la fotografia e/o sistemi elettronici.

Il microscopio è costituito da una parte meccanica, strutturale e una parte tradizionalmente chiamata ottica, funzionale.

La parte meccanica deve essere robusta e sufficientemente pesante per consentire la necessaria stabilità al sistema. Lo stativo rappresenta il corpo principale del microscopio ed ha la funzione di fare da supporto ai meccanismi di movimento e di messa a fuoco ed alla parte ottica.

La parte meccanica del microscopio alloggia anche il sistema di illuminazione, in caso di sistemi con illuminazione incorporata. Il campione da osservare si pone sul tavolino portaoggetti, dotato di un carrello traslatore per mezzo del quale l'oggetto può essere spostato agevolmente con movimenti meccanici micrometrici.

La parte funzionale, in genere chiamata ottica per gli strumenti basati sull'utilizzo della luce, è formata da tre o quattro sistemi di lenti e dalla sorgente, che, nei sistemi composti a radiazione trasmessa, partendo dalla base del microscopio, sono:

la sorgente, il collettore della sorgente o condensatore di campo, col diaframma di campo, il condensatore con il diaframma di apertura, l'obiettivo e l'oculare.

L'eventuale parte di microscopio, nella quale vanno inseriti gli obiettivi multipli, che possono essere scelti in base all'ingrandimento voluto, si chiama revolver.

La risoluzione laterale di un microscopio è quella minima distanza tra due punti, che permette ancora di distinguerli; se la distanza tra due punti è inferiore di quella minima, essi si confondono in uno solo. Nel caso che lo strumento si basi sull'utilizzo di radiazione con una propria lunghezza d'onda associata, come i tradizionali microscopi ottici, risoluzione e lunghezza d'onda utilizzata sono parametri tra loro strettamente correlati. Microscopi che si basino su diverse tecnologie, come ad esempio l'AFM, ovviamente rispondono a considerazioni, differenti. In prima approssimazione, e non tenendo conto di aberrazioni ottiche, possiamo considerare che la relazione che lega la risoluzione laterale (d , ovvero la distanza tra due punti tra loro risolti), alla lunghezza d'onda della radiazione utilizzata, e l'apertura numerica (AN) di un sistema ottico (tutto il sistema) sia: $d = 0,6098\lambda/AN$, equazione nota come principio di Abbe.

Si definisce ingrandimento il rapporto tra le dimensioni dell'immagine ottenuta e quelle dell'oggetto originale

Il microscopio ottico utilizza come sorgente la luce, intesa in senso generale come radiazione elettromagnetica dal vicino infrarosso all'ultravioletto, anche se i microscopi più diffusi utilizzano proprio la radiazione visibile, ha risoluzione tipicamente minore rispetto al microscopio elettronico, ma è generalmente economico e fornisce immagini a colori anche di organismi viventi.

Con il microscopio ottico in metallurgia dopo lucidatura (senza attacco chimico) si possono evidenziare:

Inclusioni, Particelle intermetalliche grossolane, Cavità, porosità, soffiature, cricche, in casi particolari (strutture bifasiche), una delle fasi presenti (ad esempio particelle grossolane di Si nelle leghe ipereutettiche tipo Al-Si).

Dopo attacco chimico si possono osservare: bordi di grano geminati (deformazione plastica) Linee di flusso (macrostruttura), precipitati grossolani (fini non visibili).

(Marco Durante, 1995).

3.2- Durezza

In metallurgia la durezza rappresenta la resistenza alla penetrazione che un certo materiale possiede, si determina con le prove di durezza, che consistono nel penetrare il materiale con un penetratore di diverse forme a seconda del tipo di prova che effettuiamo; al penetratore si applica un certo carico noto che può variare da un minimo di 1 N (Newton) ad un massimo di 30 KN, la durezza si determina misurando le dimensioni dell'impronta.

Le prove più utilizzate sono le prove Brinell, prove Vickers, prove Rockwell, sono molto usate in quanto molto economiche, non portano a rottura il pezzo, non necessitano di preparazioni complicate dei materiali in analisi a meno della pulizia dei campioni per evitare che ossidi o sporcizia contaminino i risultati.

La prova Brinell consiste nel premere con un certo carico F (carico di prova, espresso in N) un penetratore di acciaio temprato o di metallo duro, a forma di sfera con diametro D , contro la superficie del pezzo in prova e nel misurare il diametro d dell'impronta lasciata (una calotta sferica) sulla superficie dopo la rimozione della forza F .

La prova di durezza Vickers consiste nel premere con un certo carico F (carico di prova, espresso in N) un penetratore di diamante, a forma di piramide retta a base quadrata con un angolo tra le facce opposte al vertice, di 136° contro la superficie del pezzo in prova e nel misurare la diagonale media d dell'impronta lasciata sulla superficie dopo la rimozione della forza F .

La prova di durezza Rockwell infine consiste nel premere in due tempi diversi e con carichi diversi (carico iniziale F_0 , carico totale $F=F_0+F_1$, dove F_1 è il carico addizionale e il carico di prova è espresso in N) un penetratore di forma opportuna, di acciaio

temprato o diamante, contro la superficie del pezzo in prova e nel misurare l'accrescimento permanente e dell'impronta dopo la rimozione del carico addizionale F1. Queste ultime definite dalla norma UNI EN 6508-1, sono completamente diverse da quelle Brinell e Vickers, infatti in questo caso si sottopone il materiale ad un carico in due tempi mediante un penetratore sferico o conico (<https://www.chimica-online.it/>, s.d.).

3.3- Microdurezza

Si parla di microdurezza quando la durezza è stata rilevata con carichi di prova molto bassi ($F \leq 0,981\text{N}$, $1 \text{ hgF} = 100 \text{ gF}$) questo metodo viene usato per pezzi di limitata superficie e spessore sottile, pezzi di materiali fragili e per la valutazione della durezza di singole fasi costituenti il materiale.

Il valore della microdurezza aumenta con il diminuire del carico applicato, secondo una legge da individuare caso per caso a causa del comportamento elasto-plastico del materiale. La macchina di prova è il microdurometro, con microscopio ottico che serve per ricercare la zona da saggiare e per misurare l'impronta, e infine dispositivo per l'applicazione del carico.

Il campione da analizzare deve essere liscio, piano e privo di materiali estranei, esenta da alterazioni dovute a riscaldamenti e incrudimenti. La prova può essere effettuata su superfici cilindriche; i punti devono avere correzioni date dalla normativa (<https://www.solvingunion.com/>, s.d.).

4- Risultati sperimentali

In questo capitolo si vanno a valutare i risultati sperimentali ottenuti in laboratorio, su campioni di acciaio inox 17-4 PH ottenuti con la tecnologia di additive manufacturing chiamata Bound Metal Deposition, con la deposizione del materiale a 45° rispetto il perimetro del profilato stampato.

I campioni in analisi sono quattro, due campioni sugli assi di stampa XY di cui uno trattato termicamente e uno no.

Gli altri due campioni sono stati estrapolati dagli assi XZ di stampa ovvero lo sviluppo in altezza della parte in stampa, di cui uno dei due trattato termicamente.

4.1- Micrografie dei provini

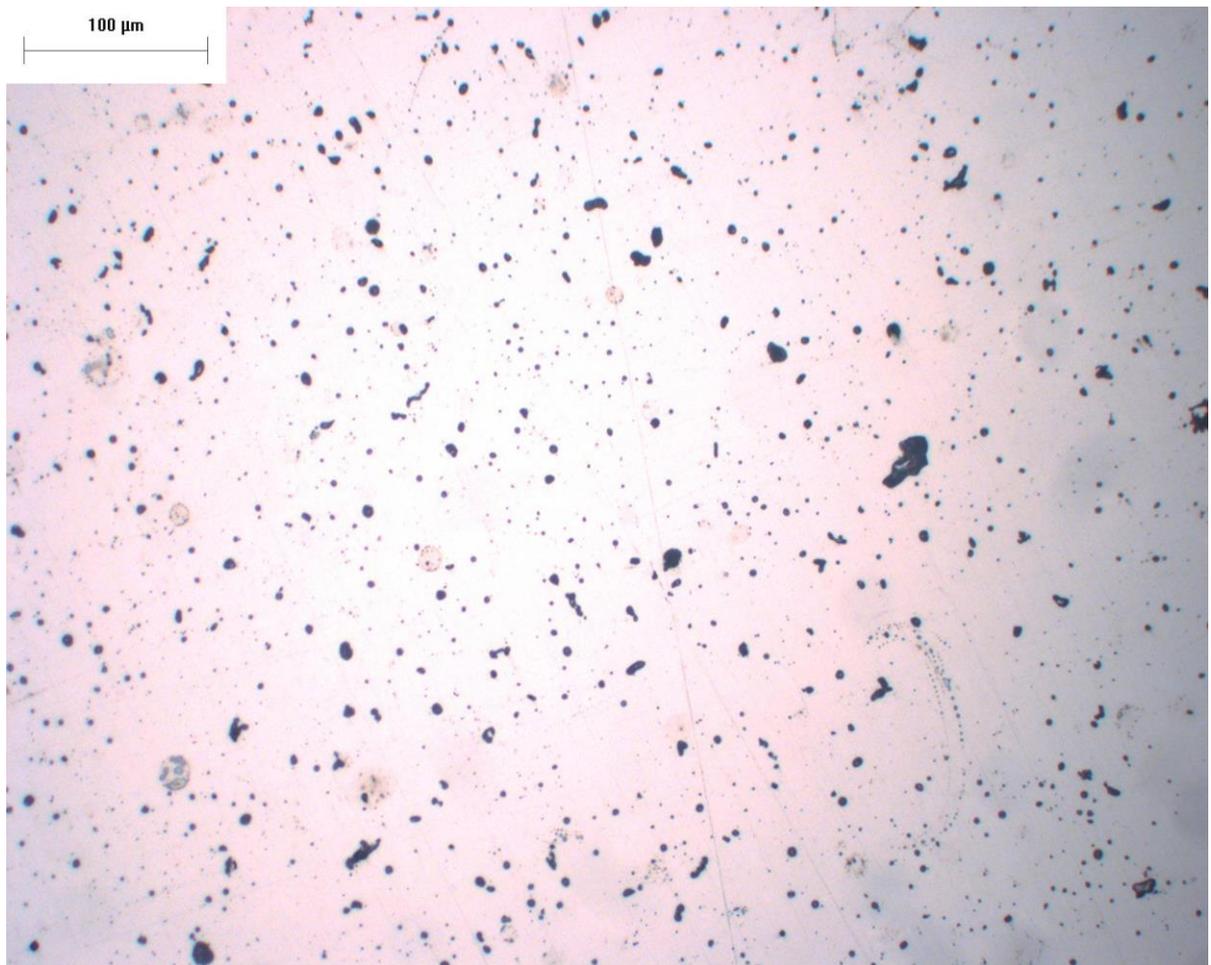


Figura 4.1 acciaio 17-4 PH TQ DM 45° XY micrografia 20X0.8

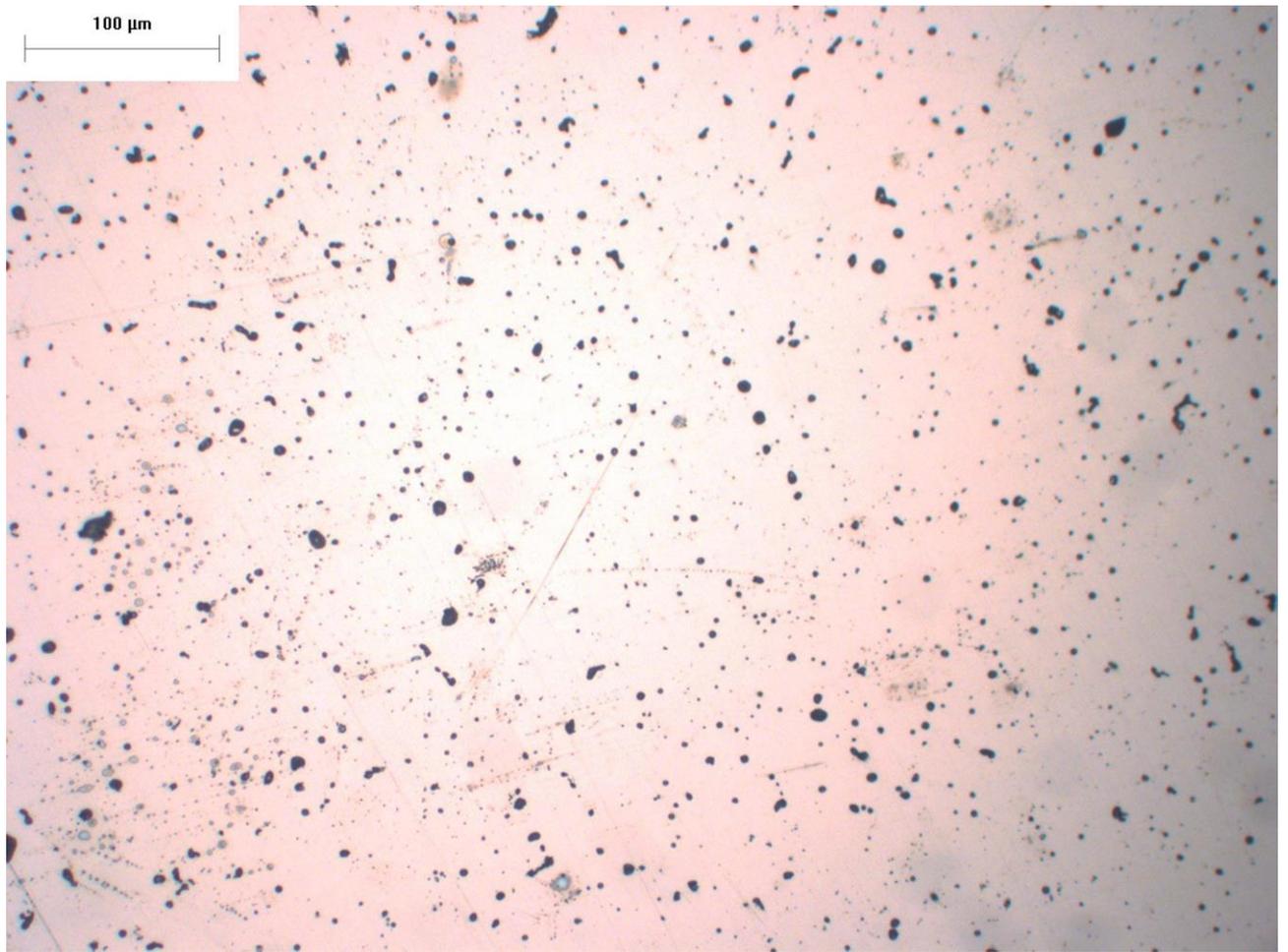


Figura 4.2 Acciaio 17-4 PH TQ DM 45° XY micrografia 20X0.8

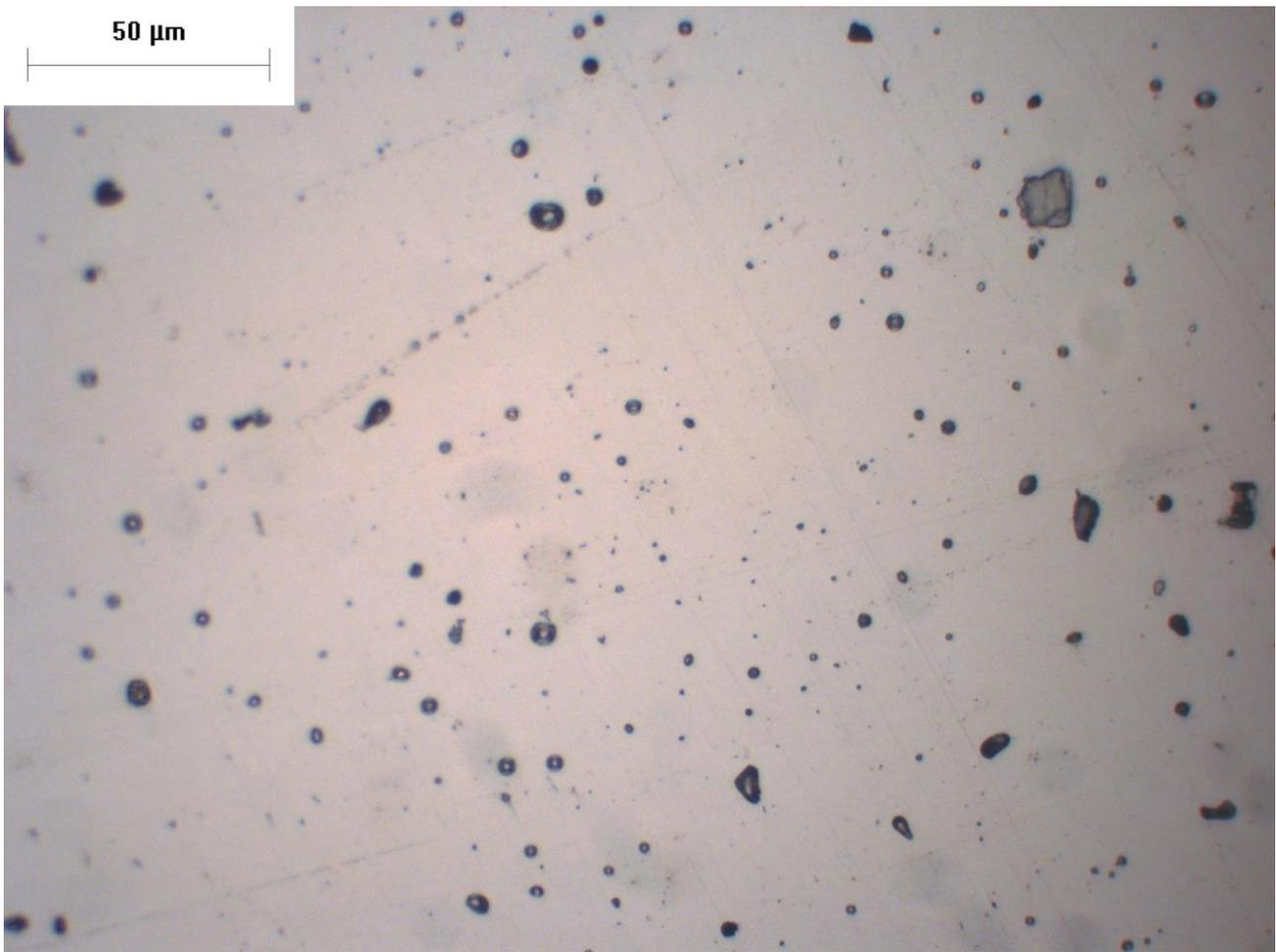


Figura 4.3 Acciaio 17-4 PH TQ DM 45° XY micrografia 50x0.8

Nelle figure 4.1, 4.2, 4.3, si può osservare l'acciaio 17-4 PH ottenuto mediante il processo BMD prima del trattamento termico, e la cosa che risalta maggiormente è la grande quantità di vuoti che andiamo ad analizzare.

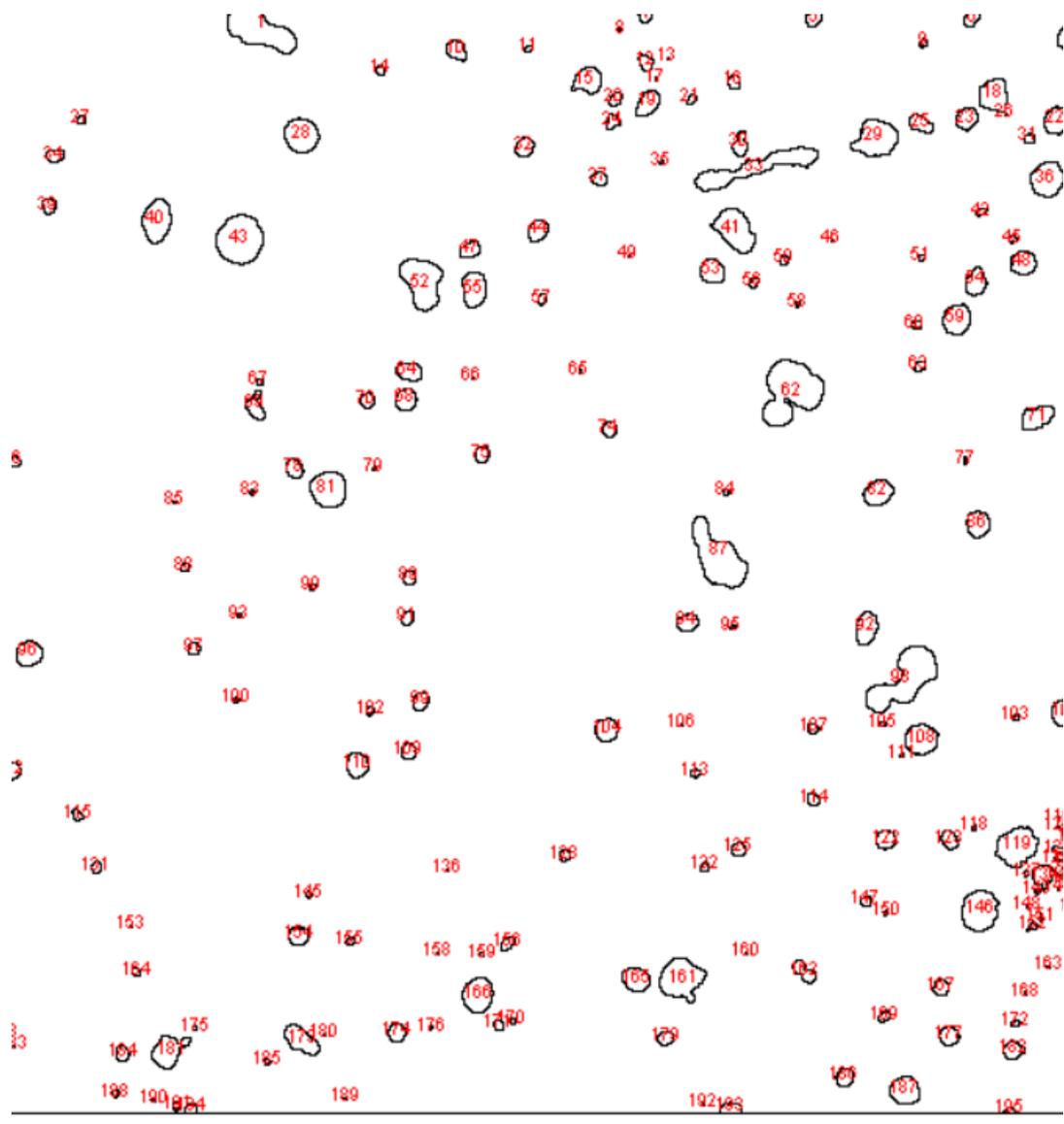


Figura 4.4 Analisi vuoti tramite imagej della figura 4.1

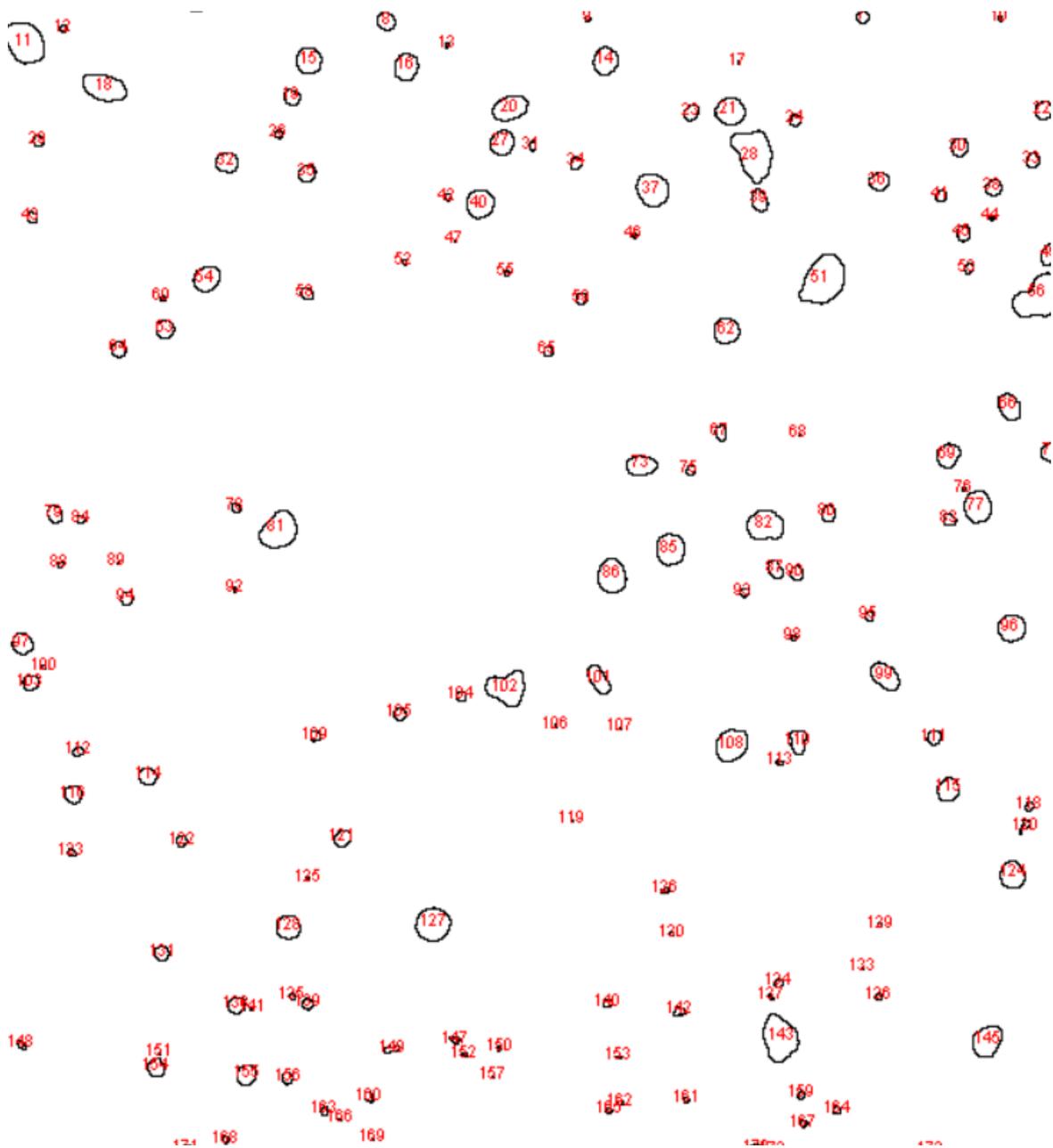


Figura 4.5 Analisi vuoti tramite imagej della figura 4.2

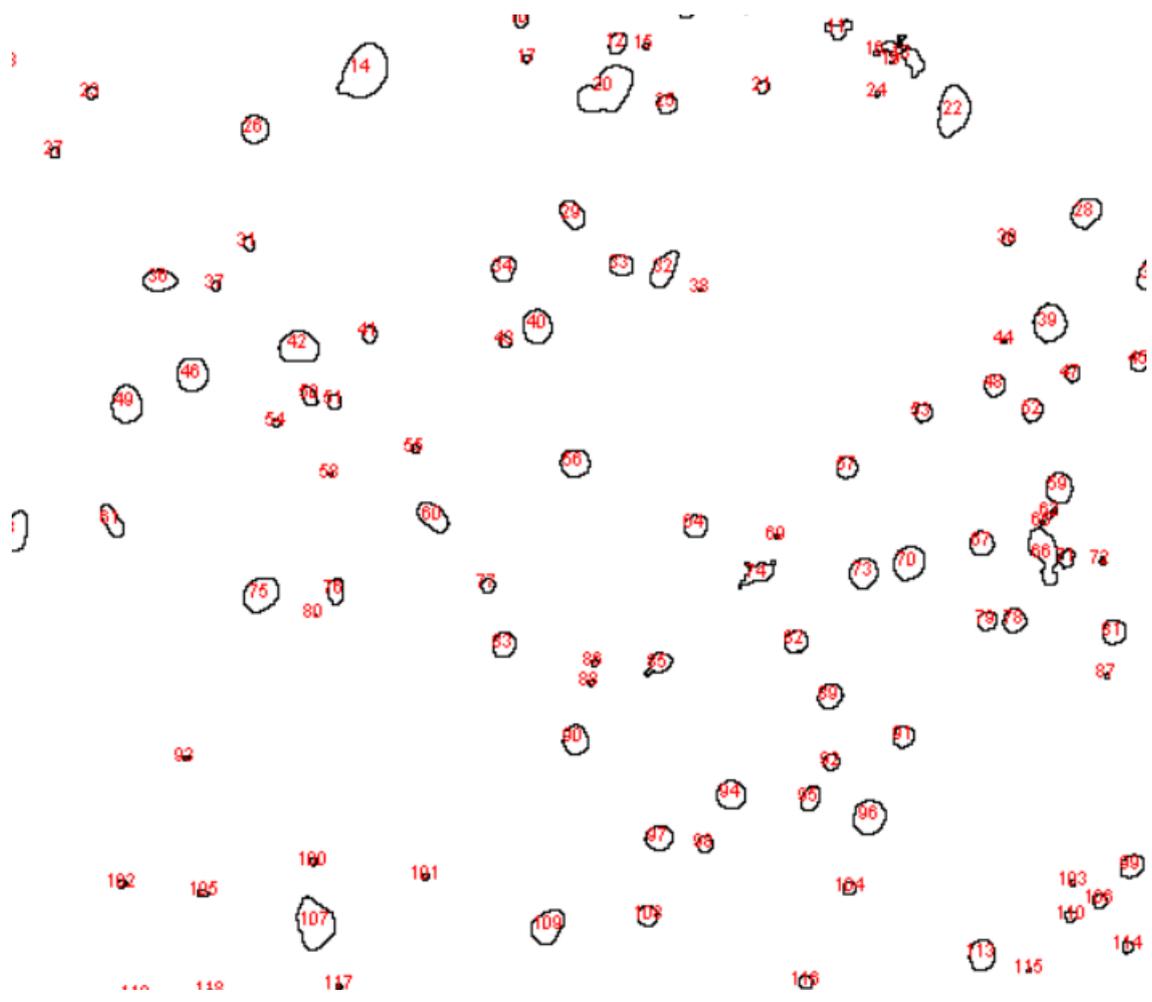


Figura 4.6 Analisi vuoti tramite imagej della figura 4.2 (zona diversa dalla precedente)

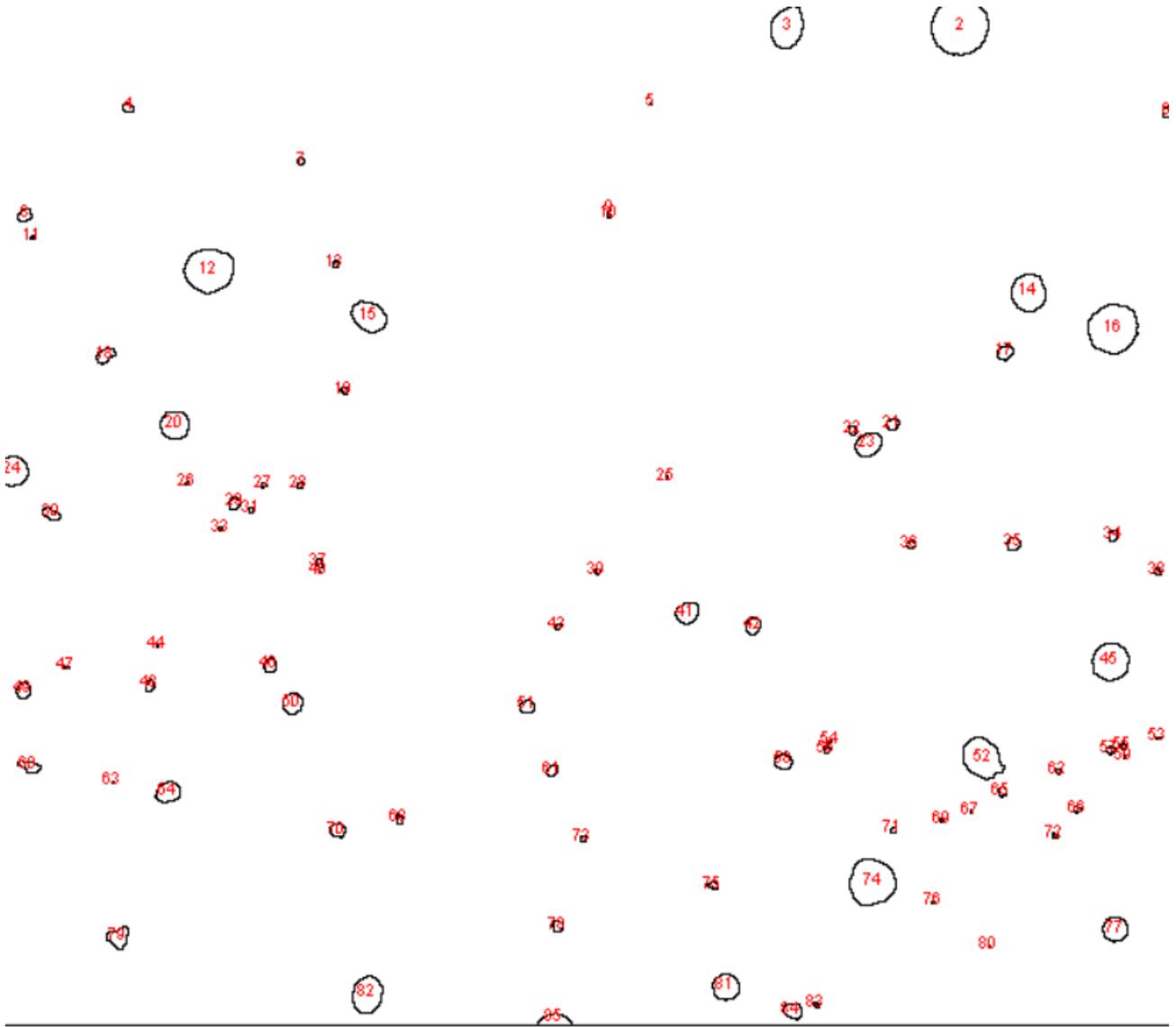


Figura 4.7 Analisi vuoti tramite imagej della figura 4.3

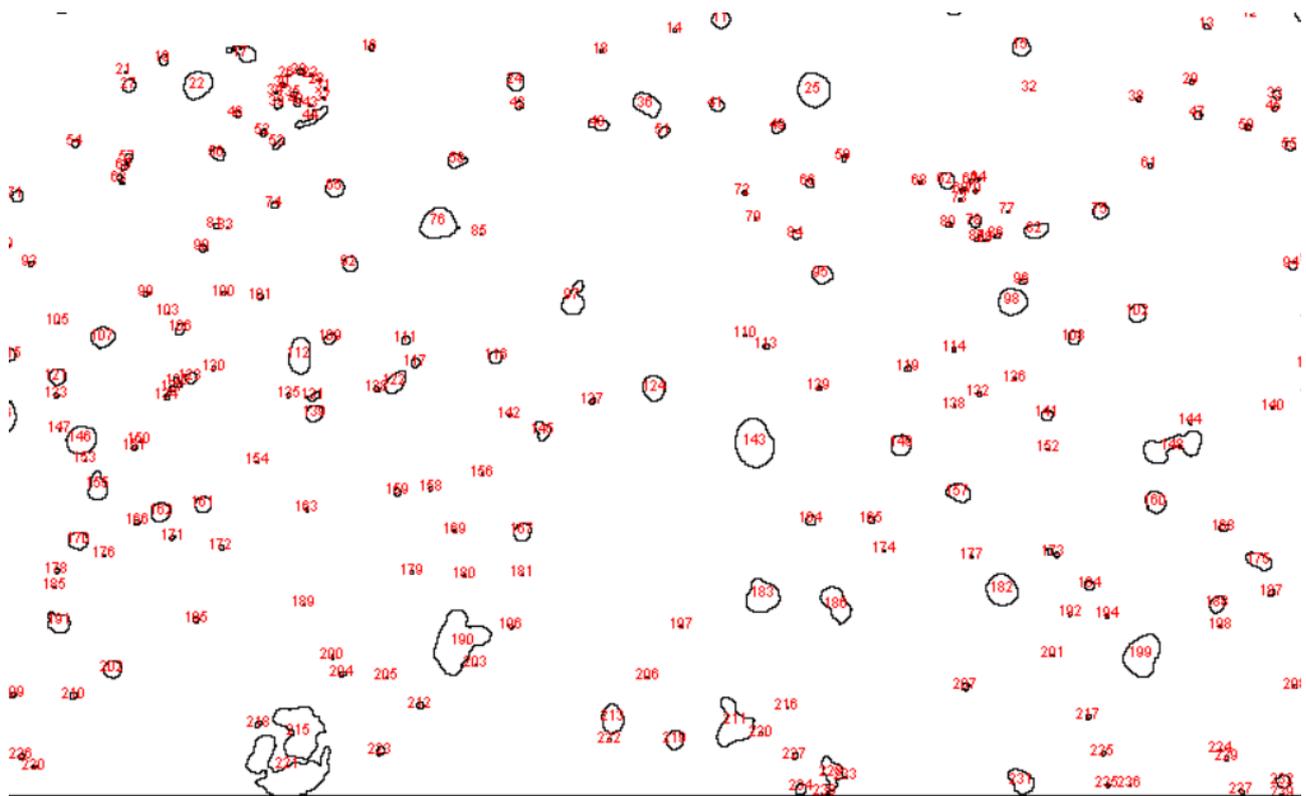


Figura 4.8 Analisi vuoti tramite imagej della figura 4.1 (zona diversa dalla precedente)

Micrografie di riferimento	Area della parte di micrografia in analisi in μm^2	Somma delle aree dei vuoti in μm^2	Differenza tra parte piena e vuota del campione	Percentuale dei vuoti
Figura 4.4	32082.660 μm^2	1076.922 μm^2	31633.9114 μm^2	3.4%
Figura 4.5	41913.84 μm^2	1256.373 μm^2	40657.4702 μm^2	3%
Figura 4.6	33030.57 μm^2	1396.663 μm^2	31005.7356 μm^2	4.2%
Figura 4.7	6717.052 μm^2	115.773 μm^2	6601.2792 μm^2	1.7%
Figura 4.8	41968.271 μm^2	1447.092 μm^2	41968.271 μm^2	3.5%

Tabella 4.1

Come si può constatare dalla tabella 4.1 la distribuzione di vuoti per il primo provino del materiale in analisi ovvero l'acciaio inox 17-4 PH TQ DM 45° XY è abbastanza elevata, ma questa cosa era prevedibile in quanto è la problematica maggiore nei metalli ottenuti tramite processi di additive manufacturing.

Ora analizzeremo il secondo provino di acciaio inox 17-4 PH TQ DM 45° XZ ovvero la sezione dello sviluppo in altezza della parte stampata.

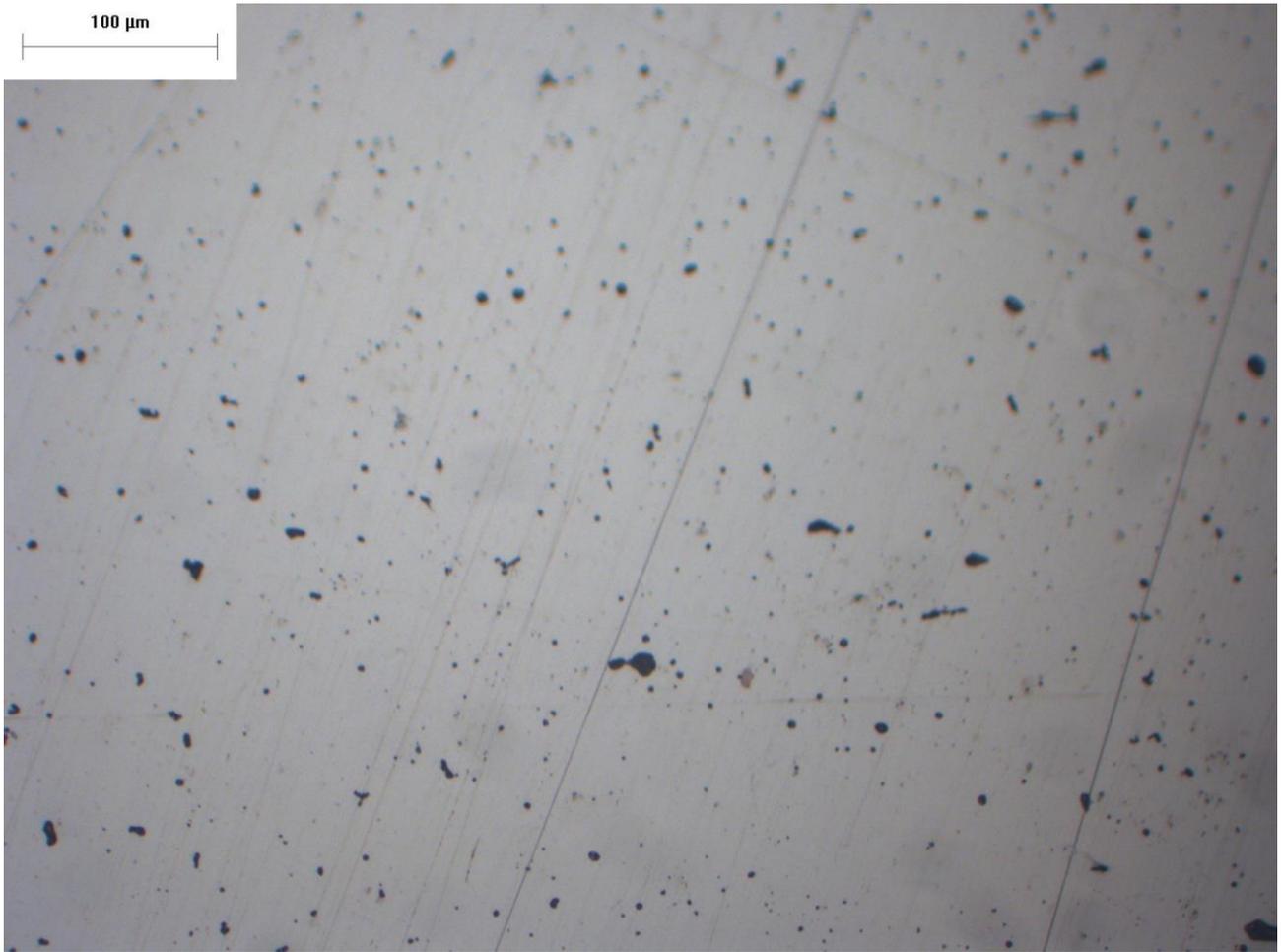


Figura 4.9 acciaio 17-4 PH TQ DM 45° XZ 20x08

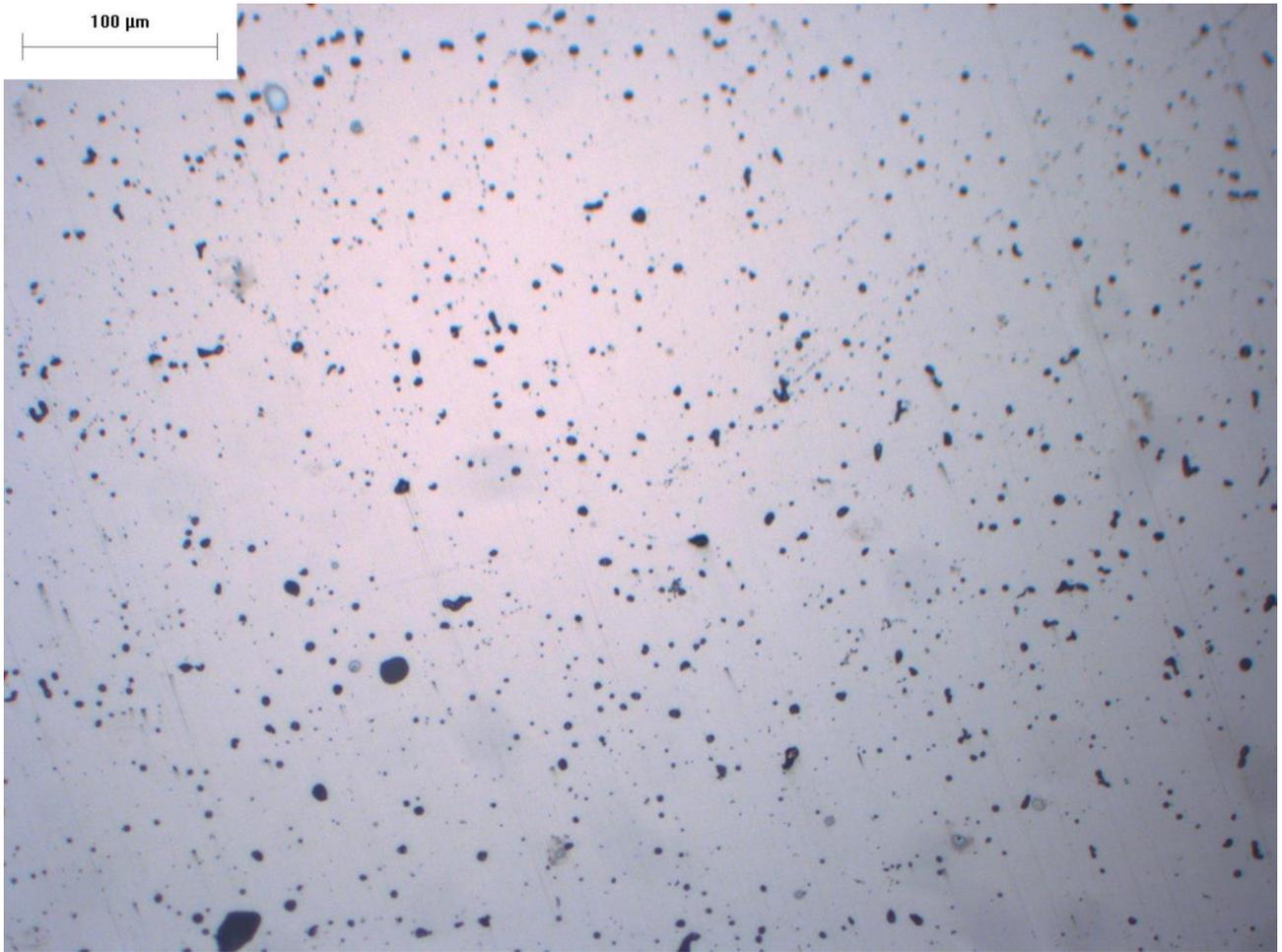


Figura 4.10 17-4 PH TQ DM 45° XZ 20x08

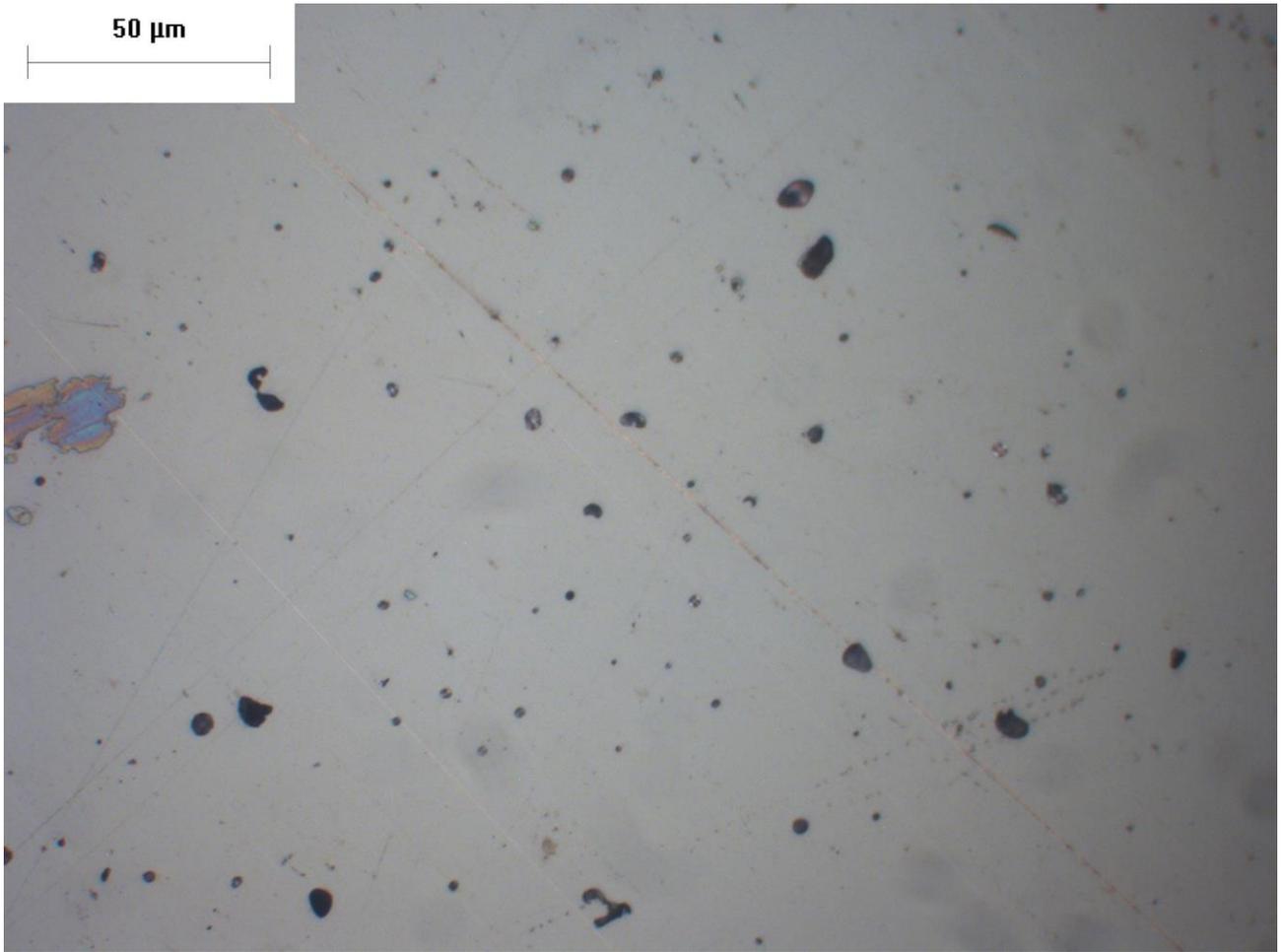


Figura 4.11 17-4 PH TQ DM 45° XZ 50x08

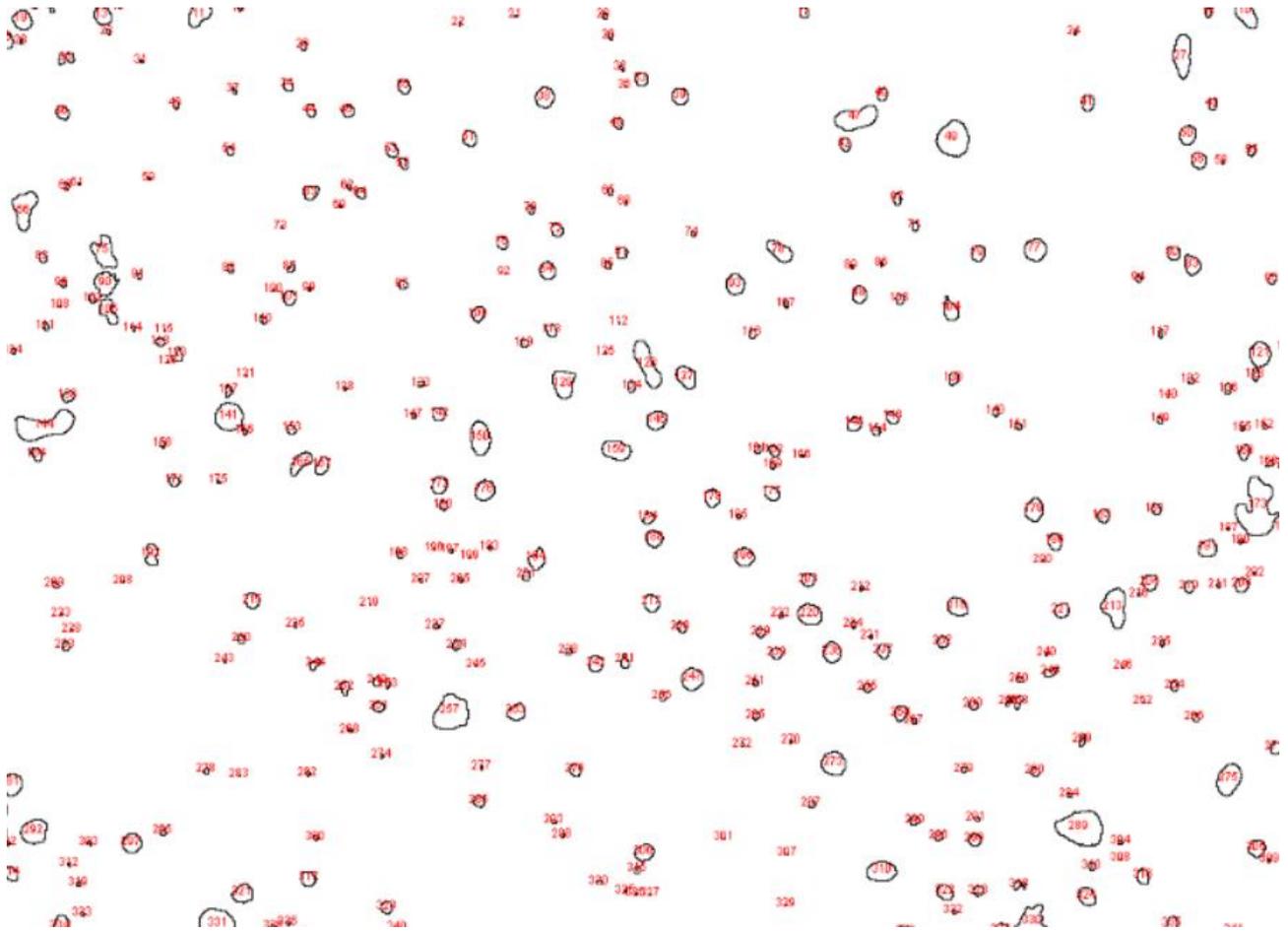


Figura 4.12 Analisi vuoti tramite imagej della figura 4.9

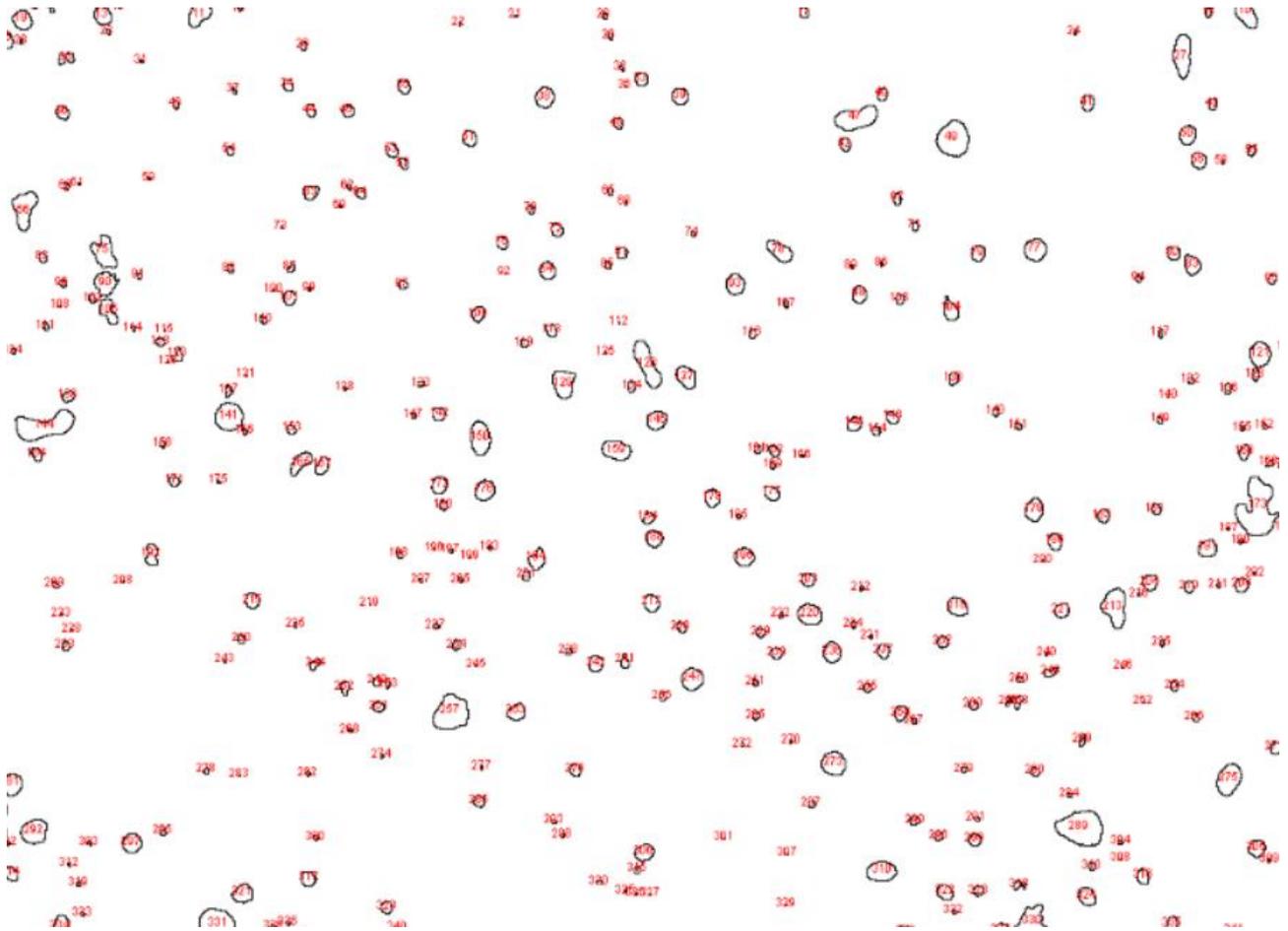


Figura 4.13 Analisi vuoti tramite imagej della figura 4.9 (zona differente dalla precedente)

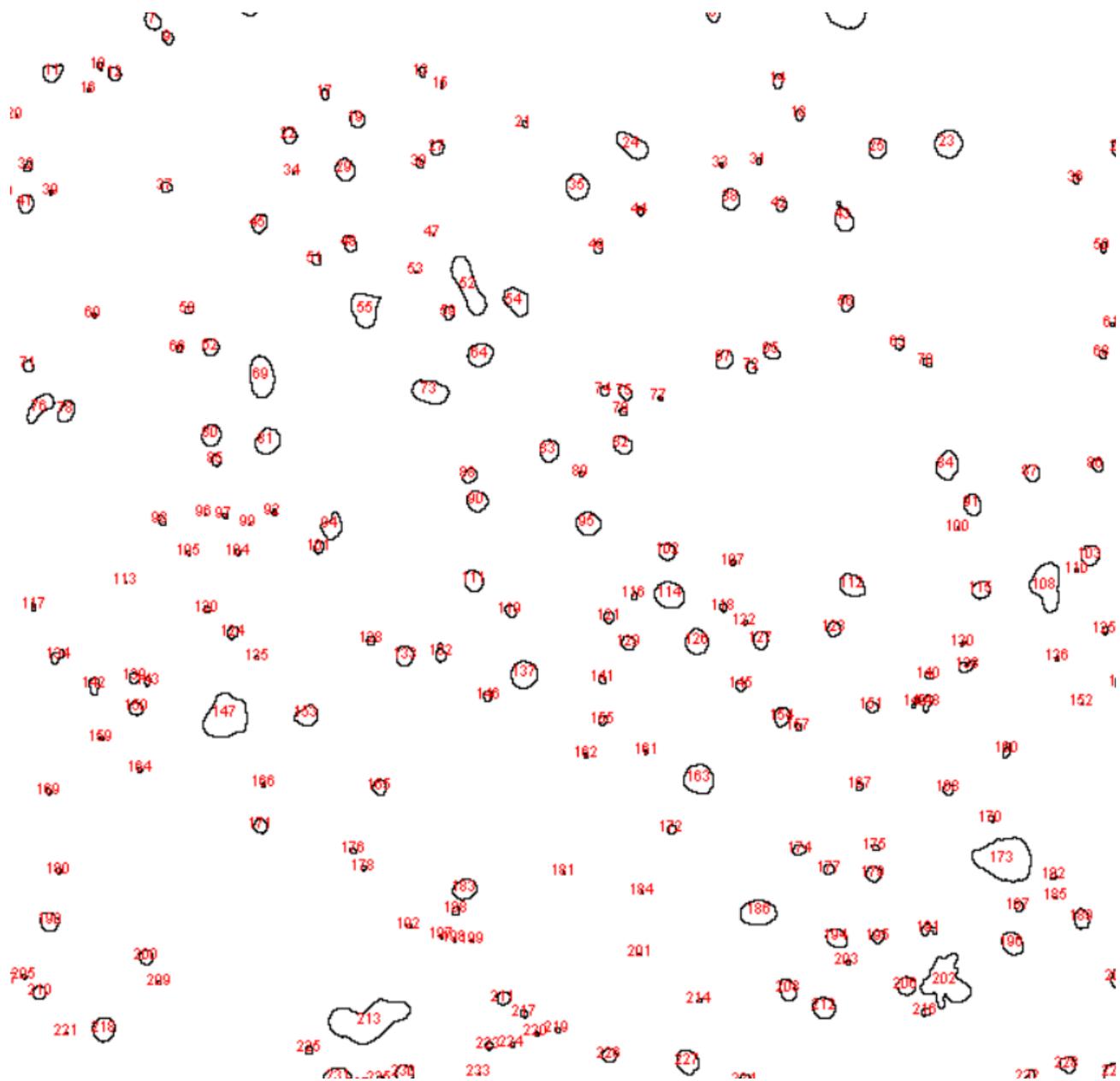


Figura 4.14 Analisi vuoti tramite imagej della figura 4.10

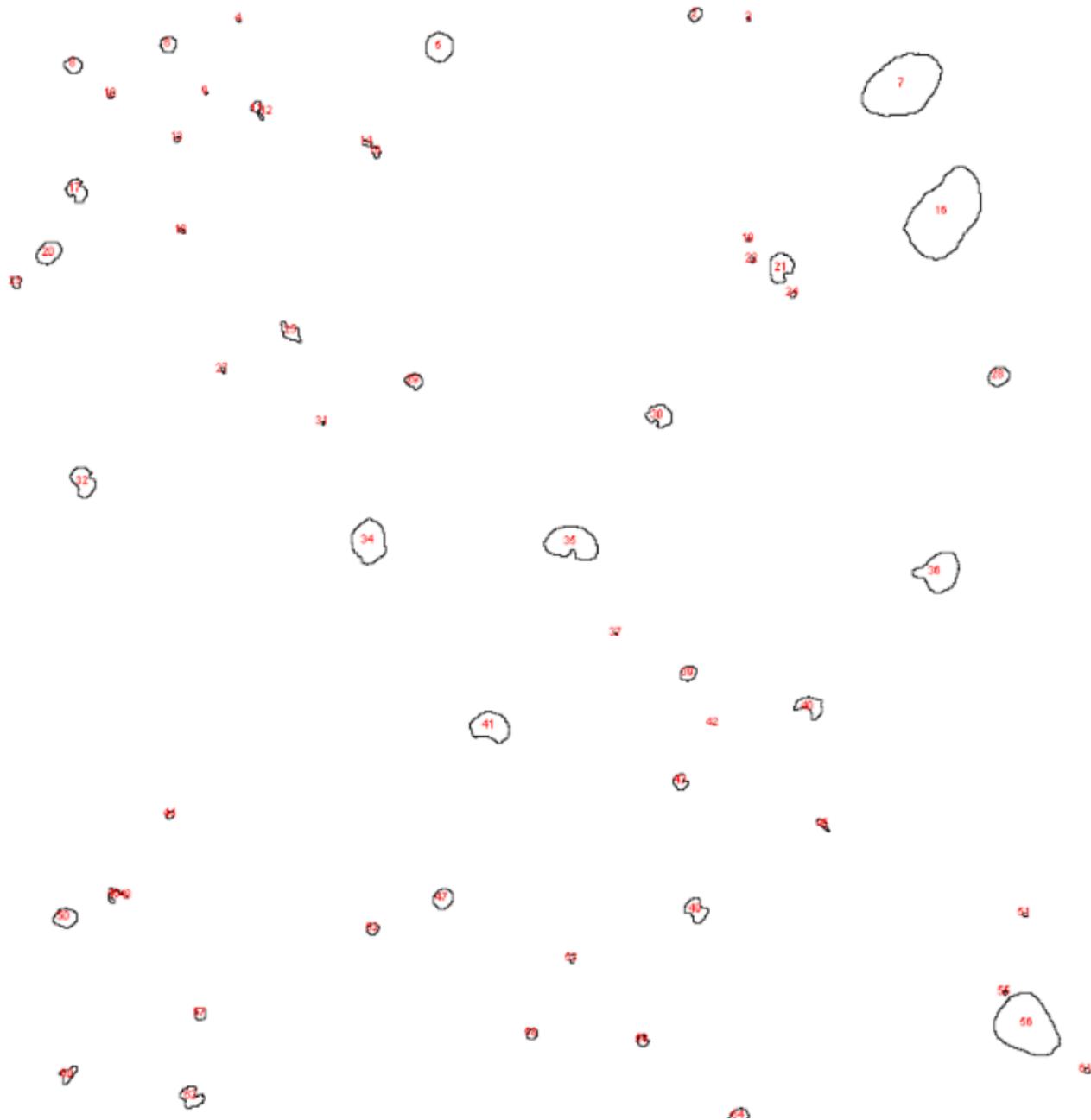


Figura 4.15 Analisi vuoti tramite imagej della figura 4.11

<i>Micrografie di riferimento</i>	<i>Area della parte di micrografia in analisi in μm^2</i>	<i>Somma delle aree dei vuoti in μm^2</i>	<i>Differenza tra parte piena e vuota del campione</i>	<i>Percentuale dei vuoti</i>
<i>Figura 4.12</i>	<i>39400.33μm^2</i>	<i>652.053μm^2</i>	<i>38748.2746μm^2</i>	<i>1.7%</i>
<i>Figura 4.13</i>	<i>77121.97μm^2</i>	<i>2586.702μm^2</i>	<i>74535.2684μm^2</i>	<i>3%</i>
<i>Figura 4.14</i>	<i>51692.08μm^2</i>	<i>1722.001μm^2</i>	<i>49970.0746μm^2</i>	<i>3.3%</i>
<i>Figura 4.15</i>	<i>62113.22μm^2</i>	<i>999.47μm^2</i>	<i>61113.7513μm^2</i>	<i>1.6%</i>

Tabella 4.2

Nella tabella 4.2 sono riportati i valori dell'analisi dei vuoti del secondo provino di acciaio inox 17-4 PH TQ DM 45° XZ.

Nelle micrografie successive osserveremo un provino del medesimo materiale sugli assi XY e XZ di stampa ma dopo averlo sottoposto a un trattamento termico chiamato H1150.

Uno dei tanti trattamenti termici che questo acciaio può subire, consiste nel portare il materiale ad una temperatura di 621 °C per una permanenza di quattro ore, infine va fatto raffreddare a temperatura ambiente.

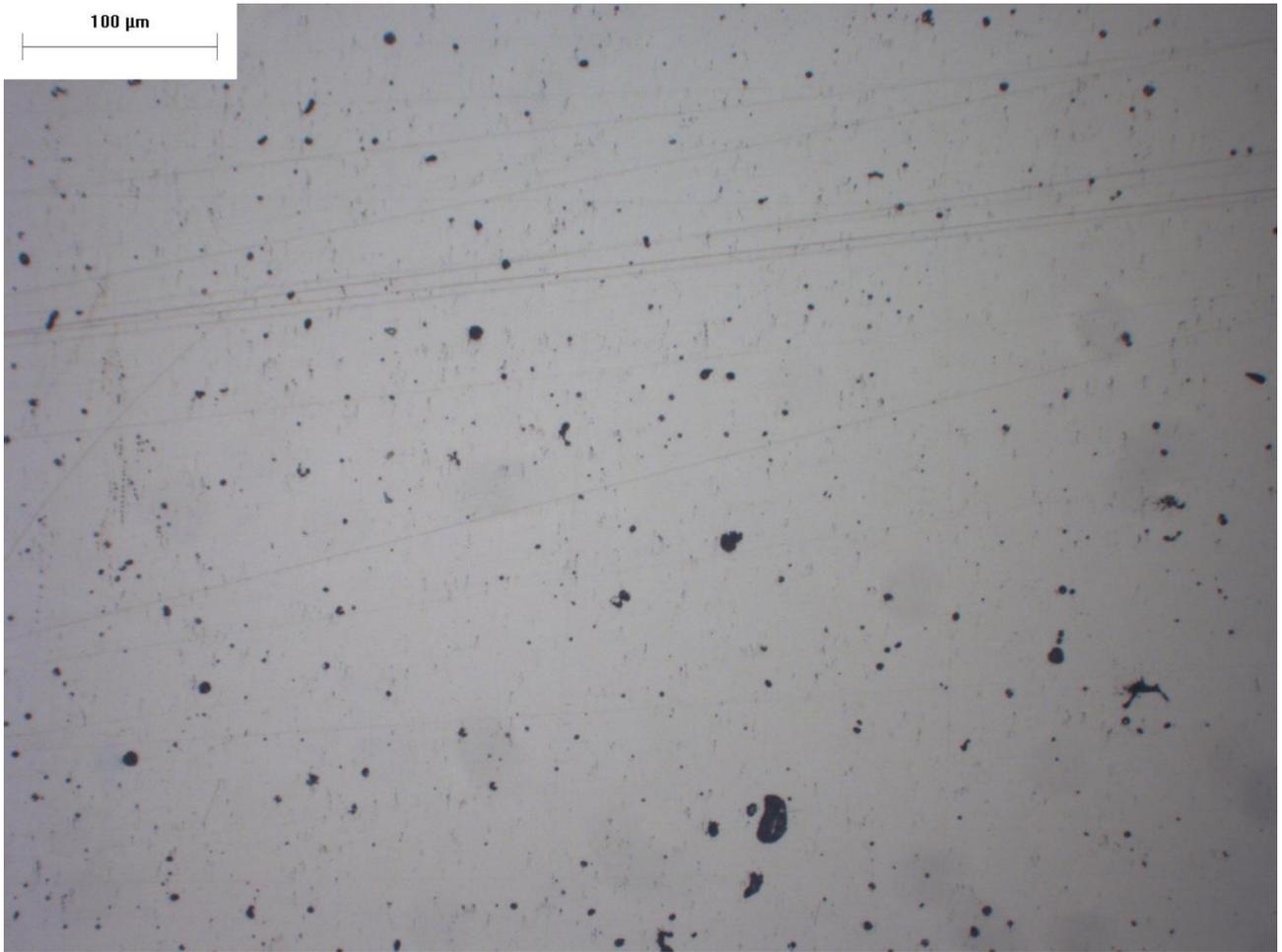


Figura 4.16 17-4 PH TT DM 45° XY 20x08

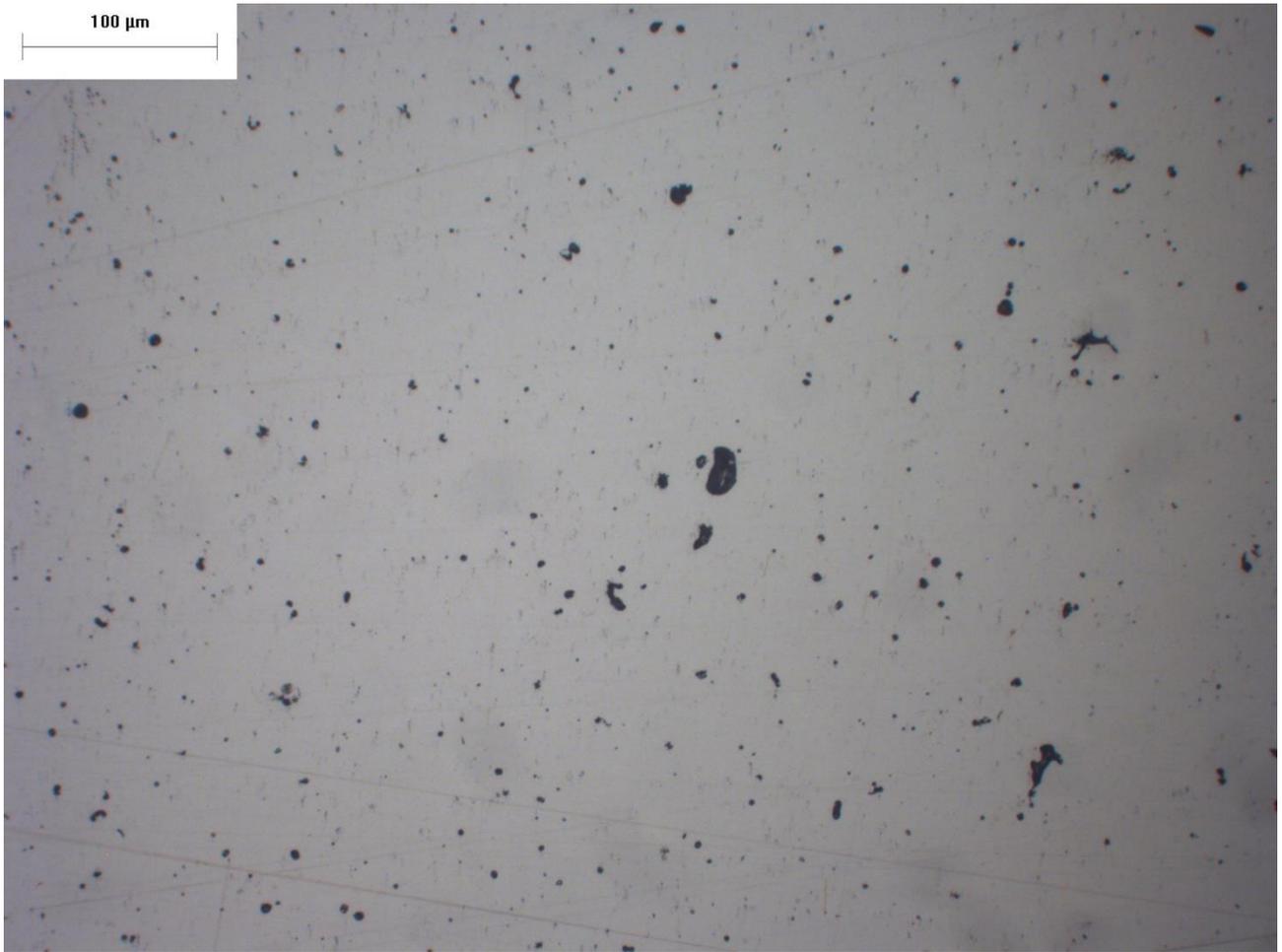


Figura 4.17 17-4 PH TT DM 45° XY 20x08

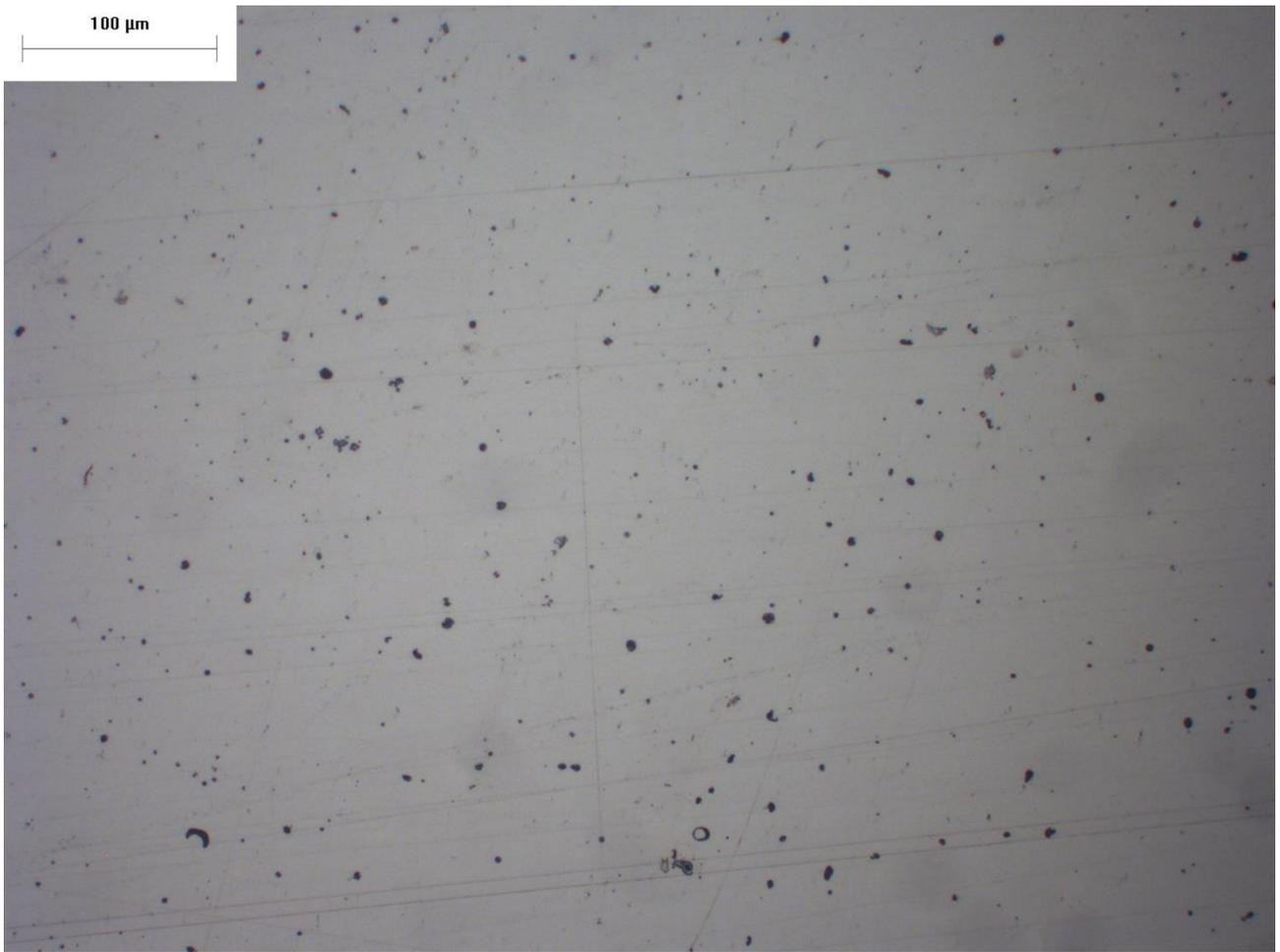


Figura 4.17 17-4 PH TT DM 45° XY 20x08

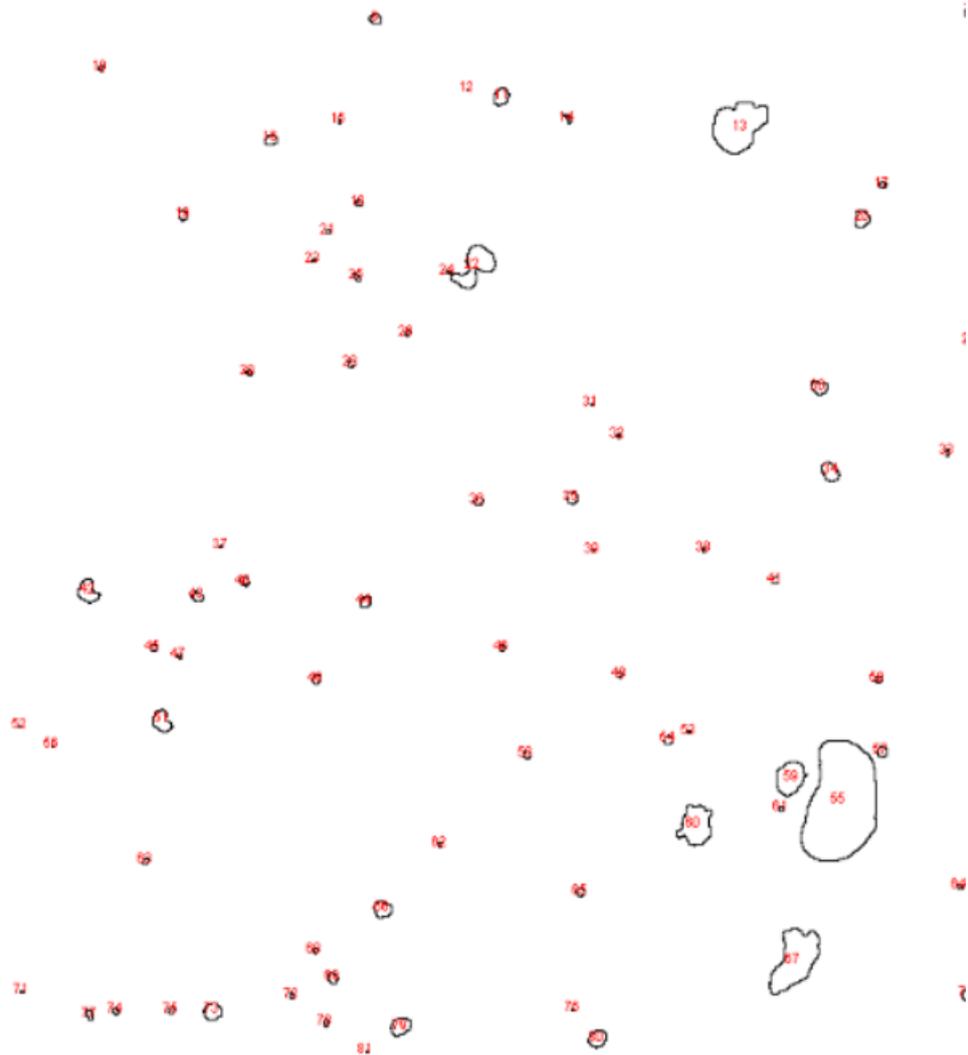


Figura 4.18 Analisi vuoti tramite imagej della figura 4.16

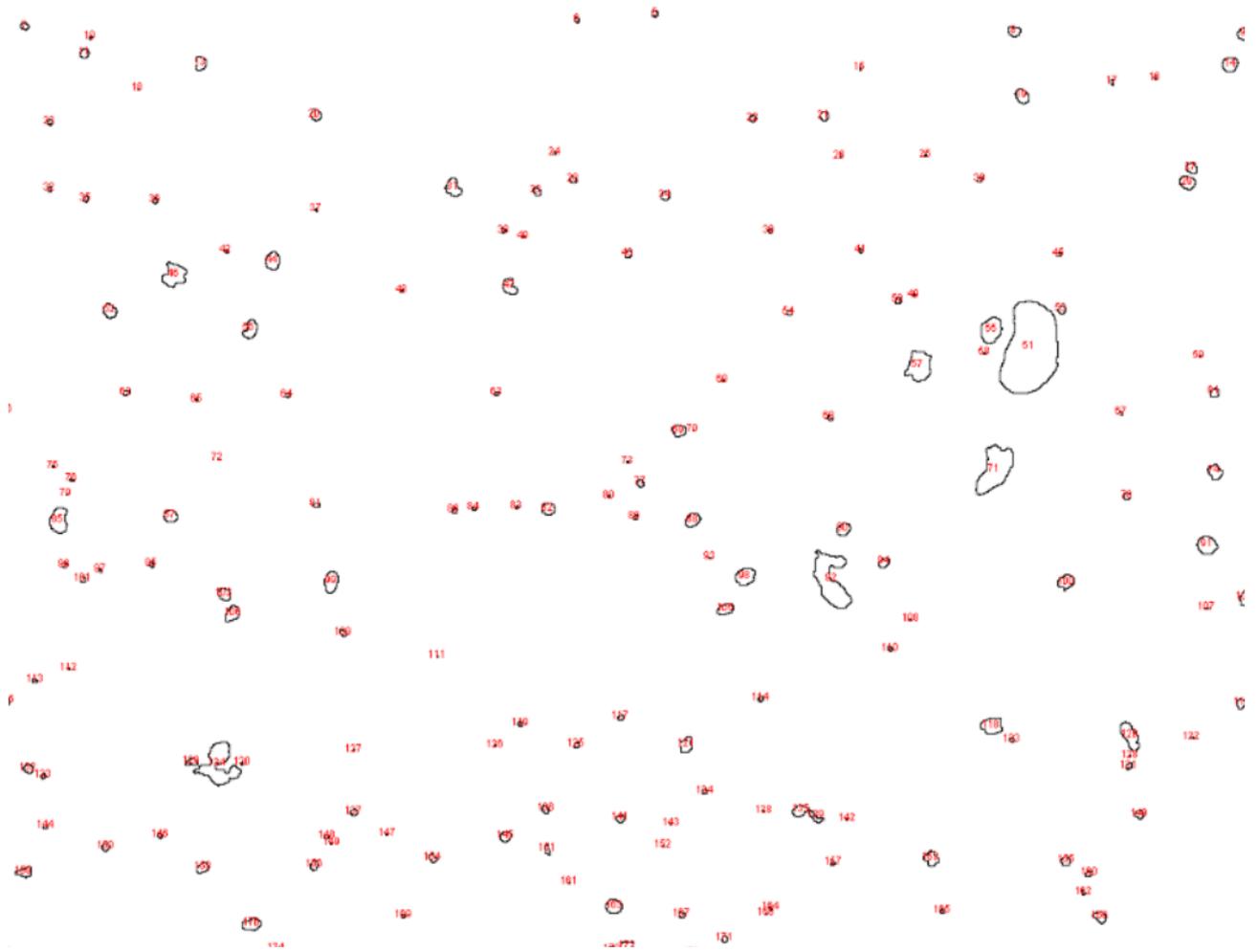


Figura 4.19 Analisi vuoti tramite imagej della figura 4.17

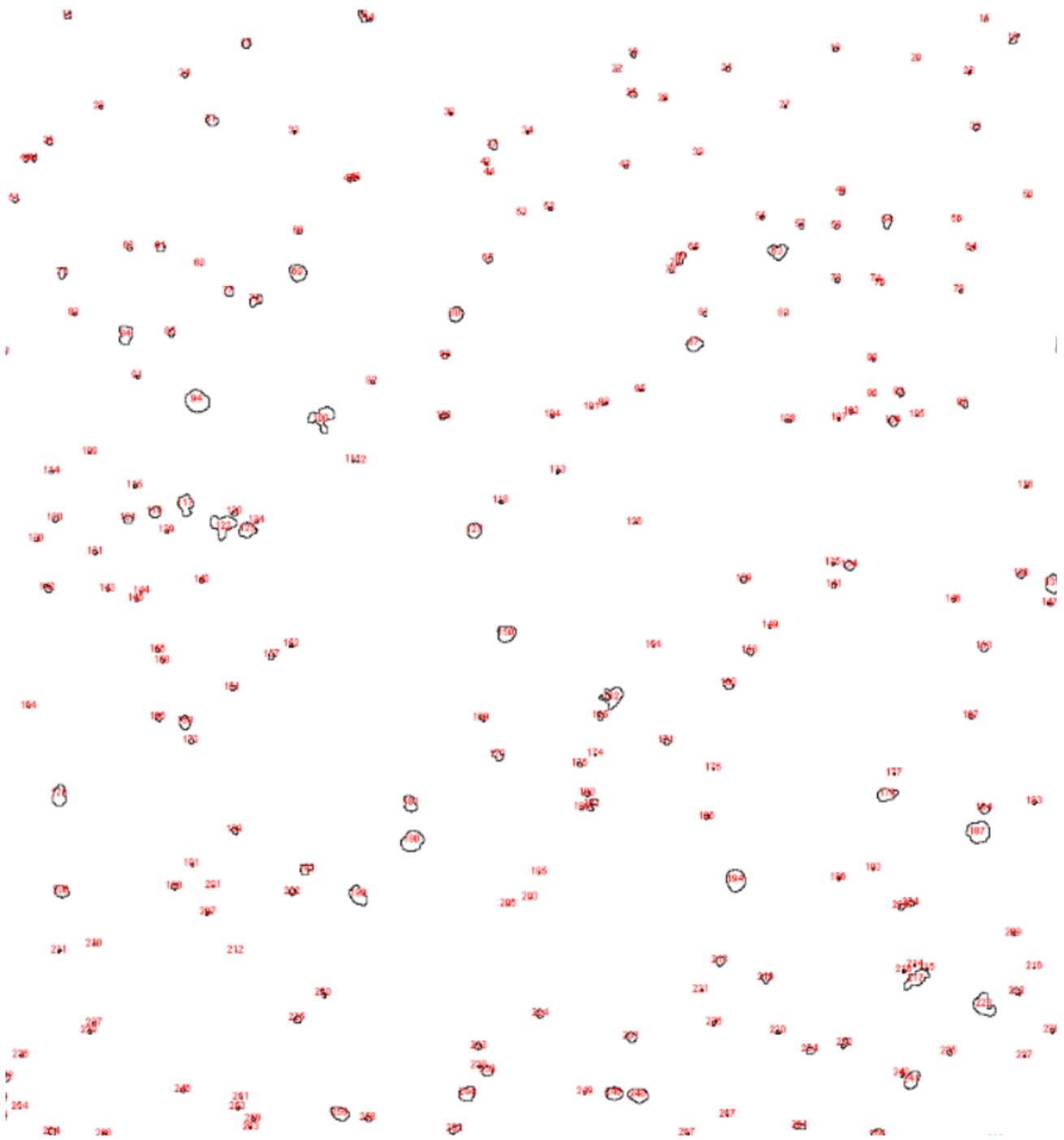


Figura 4.20 Analisi vuoti tramite imagej della figura 4.18

<i>Micrografie di riferimento</i>	<i>Area della parte di micrografia in analisi in μm^2</i>	<i>Somma delle aree dei vuoti in μm^2</i>	<i>Differenza tra parte piena e vuota del campione</i>	<i>Percentuale dei vuoti</i>
<i>Figura 4.16</i>	<i>53839.95μm^2</i>	<i>805.85μm^2</i>	<i>53034.1048μm^2</i>	<i>1.5%</i>
<i>Figura 4.17</i>	<i>92853.03μm^2</i>	<i>1319.936μm^2</i>	<i>91533.0982μm^2</i>	<i>1.4%</i>
<i>Figura 4.18</i>	<i>119952.6μm^2</i>	<i>1132.361μm^2</i>	<i>118820.2876μm^2</i>	<i>0.95%</i>

Tabella 4.3

Nella tabella 4.3 sono riportati i risultati sperimentali dell'analisi dei vuoti del campione di acciaio inox 17-4 PH DM 45° XY dopo avergli fatto subire il trattamento termico H1150

Nelle successive immagini vedremo il medesimo materiale trattato termicamente ma sugli assi XZ di stampa.

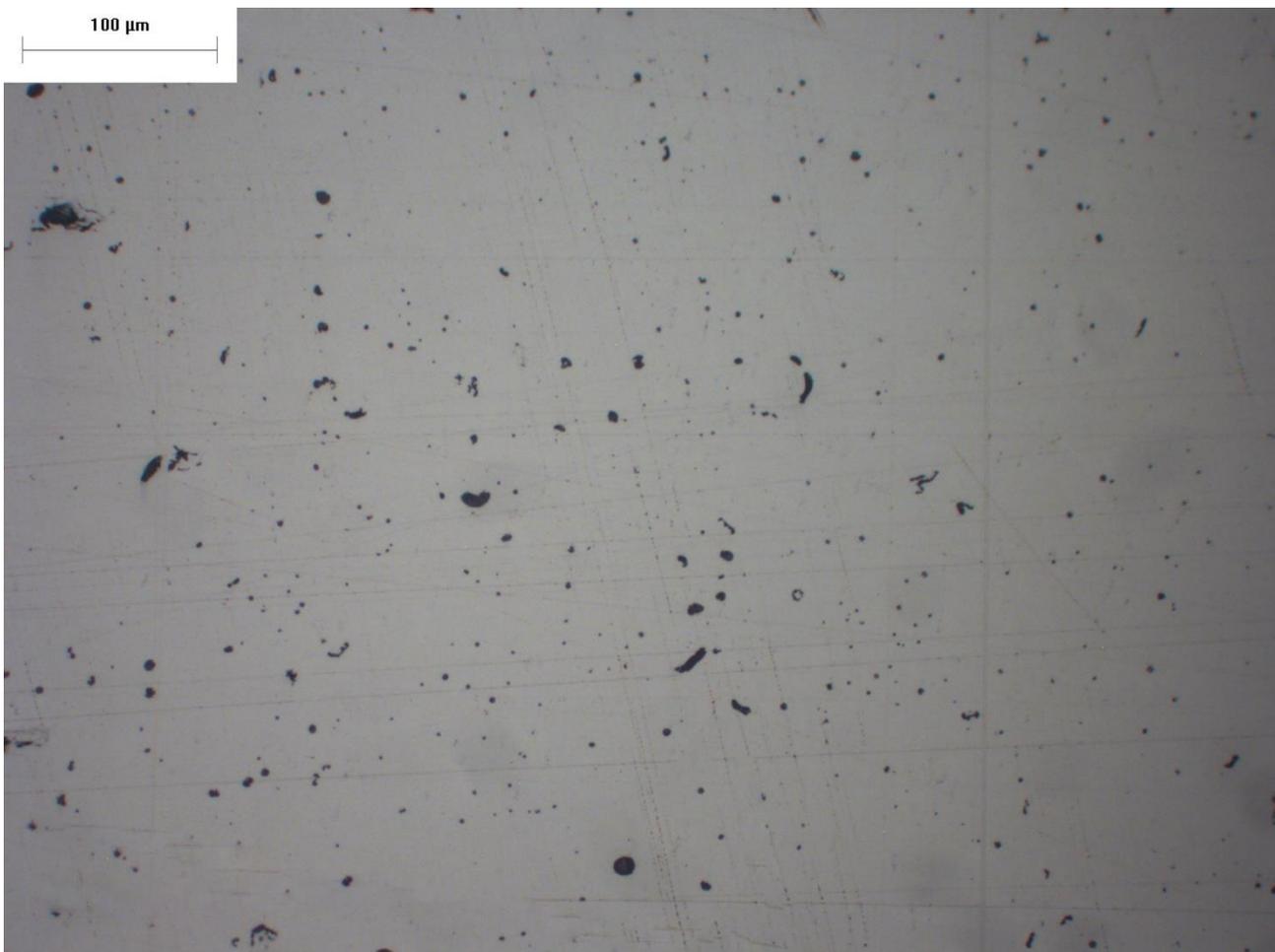


Figura 4.21 17-4 PH TT DM 45° XZ 20x08

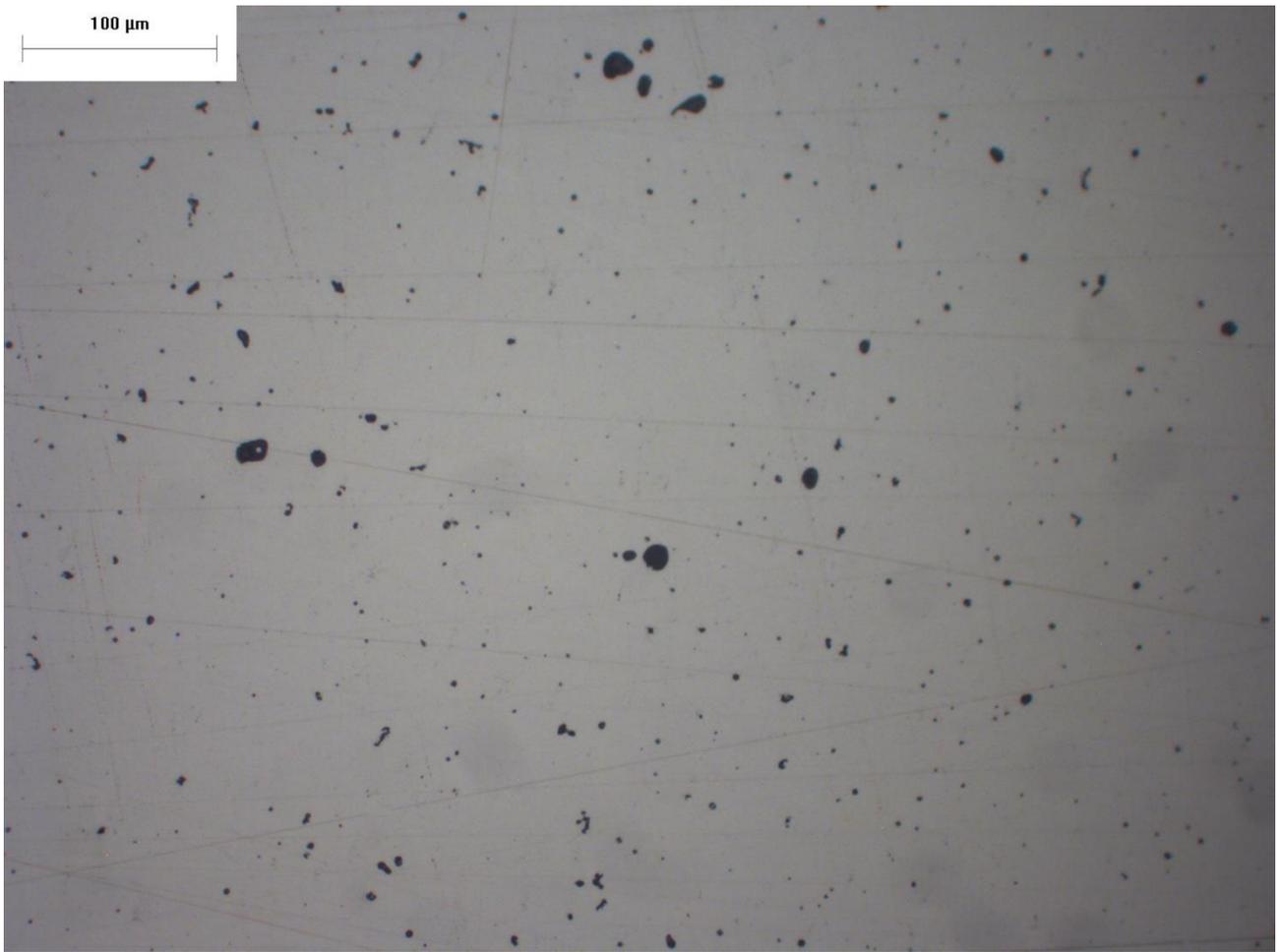


Figura 4.22 17-4 PH TT DM 45° XZ 20x08

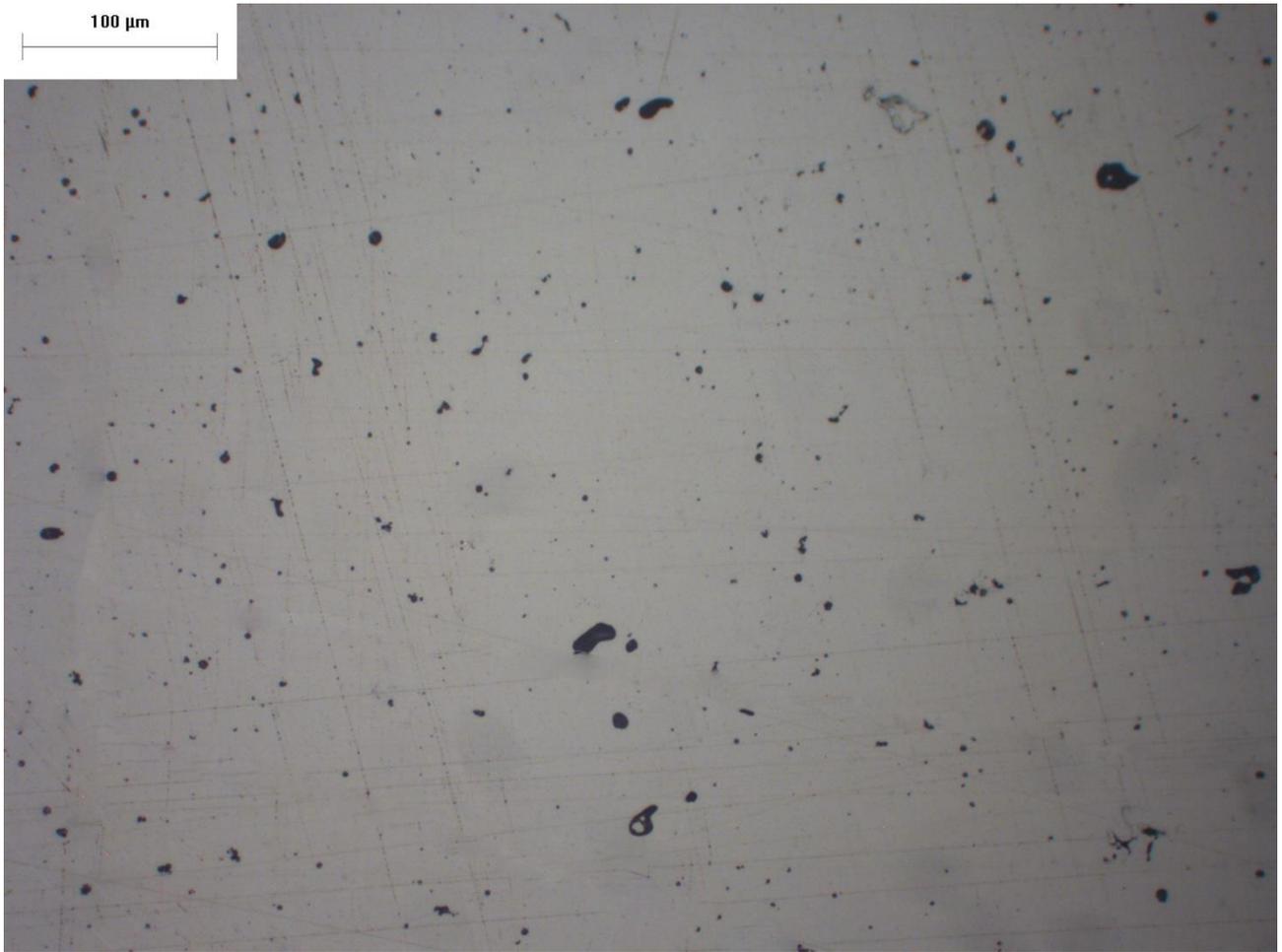


Figura 4.23 17-4 PH TT DM 45° XZ 20x08

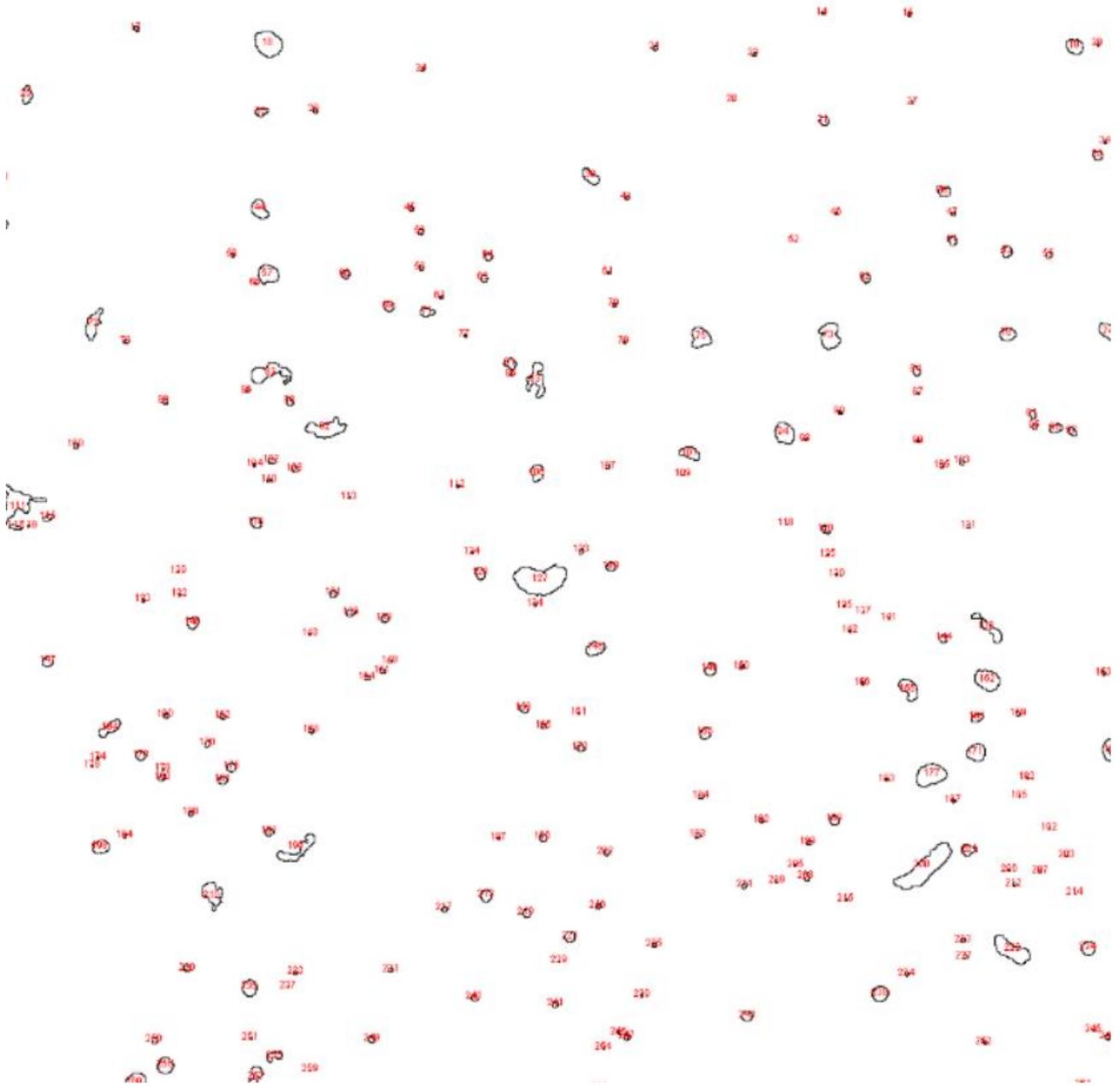


Figura 4.24 Analisi vuoti tramite imagej della figura 4.21

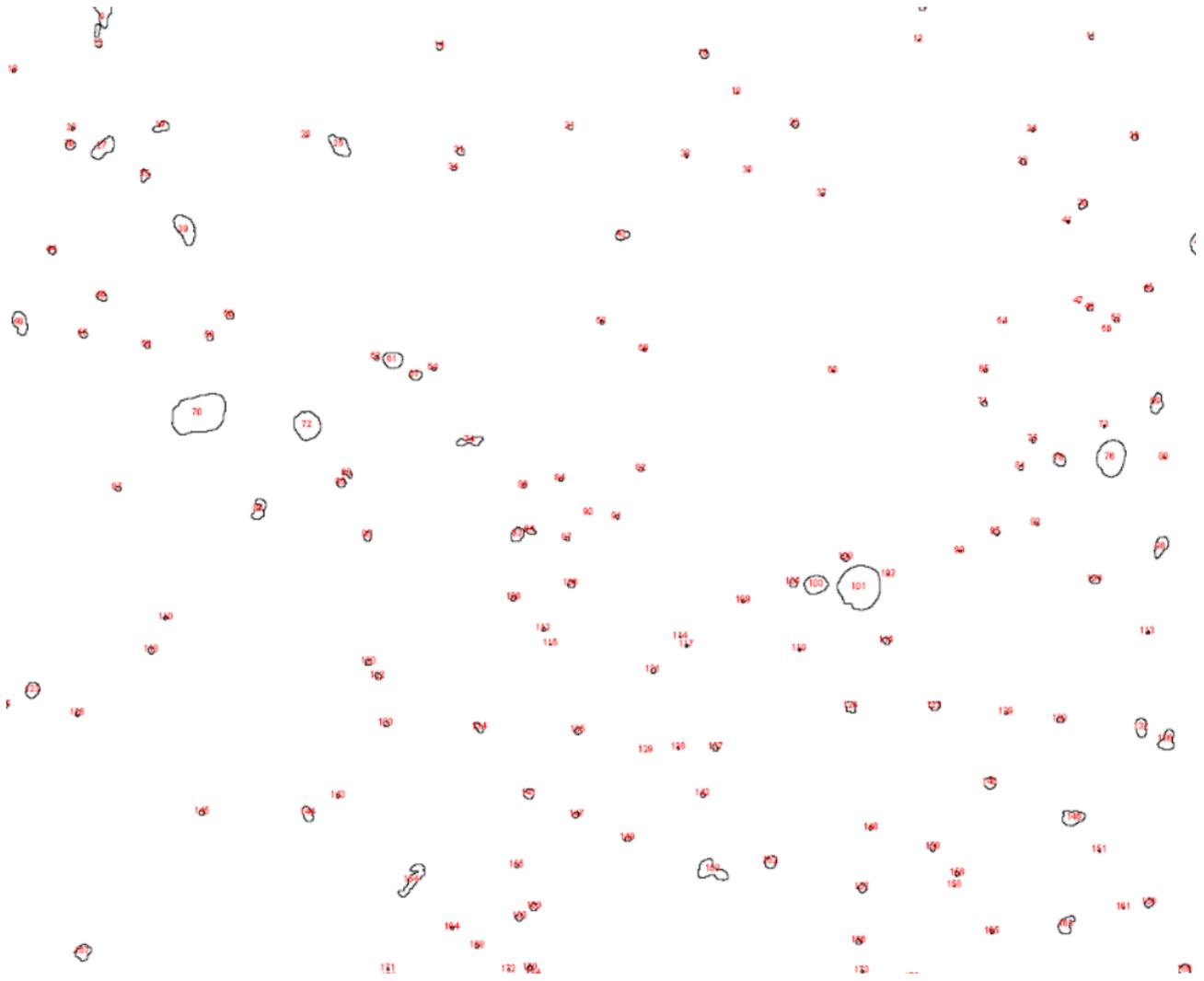


Figura 4.25 Analisi vuoti tramite imagej della figura 4.22

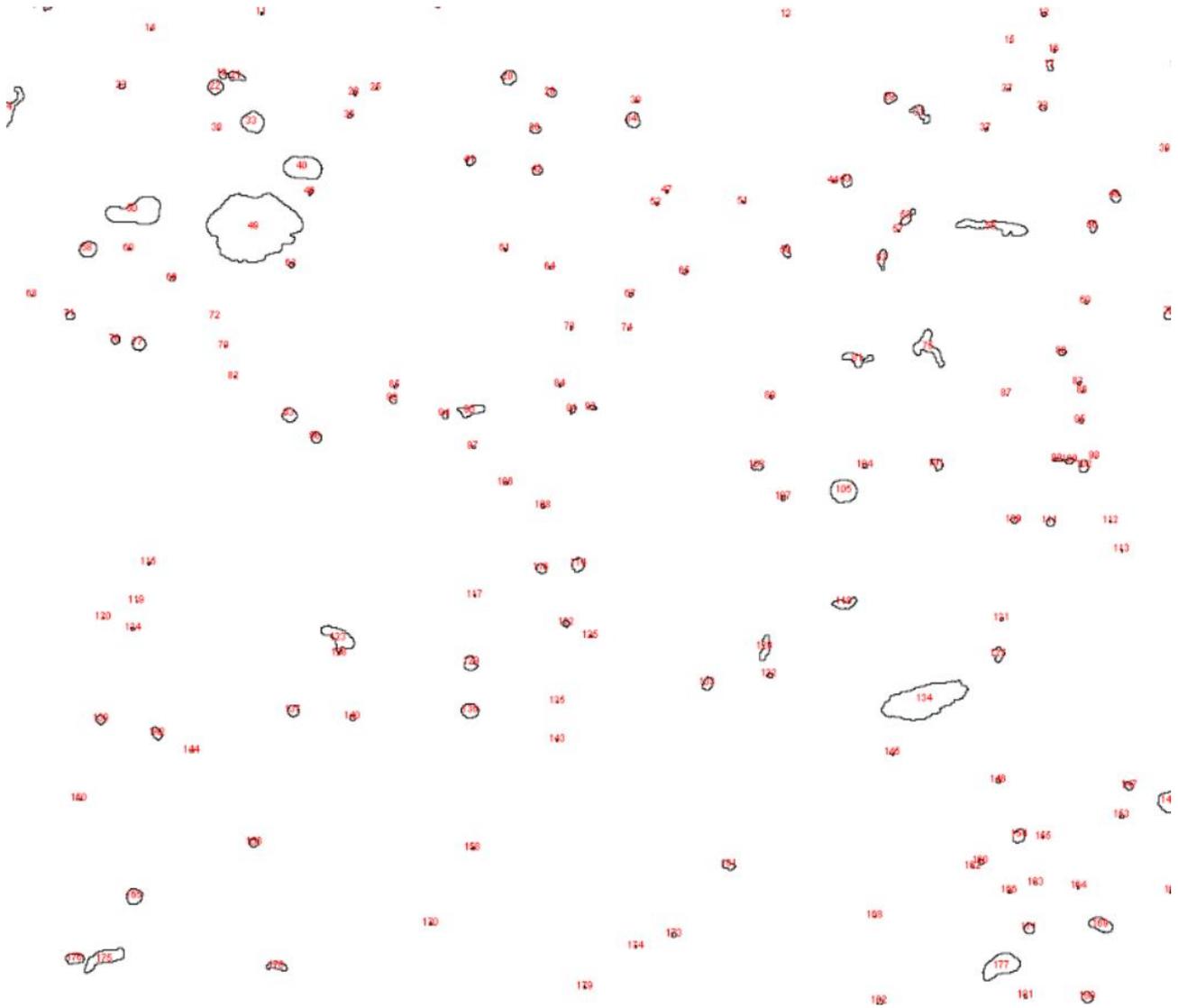


Figura 4.26 Analisi vuoti tramite imagej della figura 4.23

<i>Micrografie di riferimento</i>	<i>Area della parte di micrografia in analisi in μm^2</i>	<i>Somma delle aree dei vuoti in μm^2</i>	<i>Differenza tra parte piena e vuota del campione</i>	<i>Percentuale dei vuoti</i>
<i>Figura 4.24</i>	<i>136430.3μm^2</i>	<i>1908.435μm^2</i>	<i>134521.8μm^2</i>	<i>1.4%</i>
<i>Figura 4.25</i>	<i>134030μm^2</i>	<i>1494.367μm^2</i>	<i>132535.6μm^2</i>	<i>1.1%</i>
<i>Figura 4.26</i>	<i>114835.4μm^2</i>	<i>1807.47μm^2</i>	<i>113027μm^2</i>	<i>1.5%</i>

Tabella 4.3

Come si può evincere dai valori riportati in tabella 4.2 e 4.3 la percentuale dei vuoti dopo il trattamento termico a cui è stato sottoposto il materiale è diminuita e la loro distribuzione risulta più omogenea.

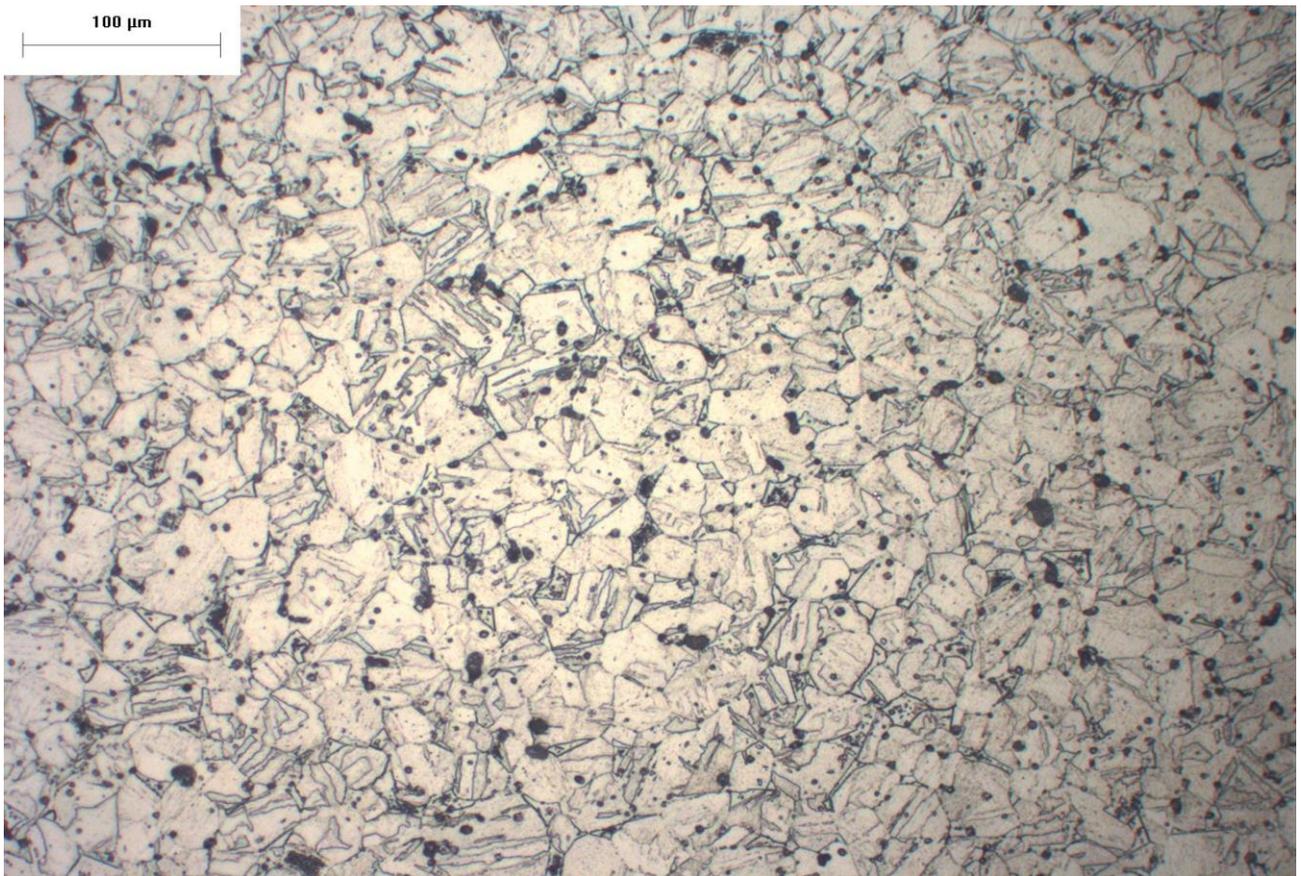


Figura 4.27 Micrografia acciaio 17-4 PH TQ DM 45° XY dopo attacco chimico

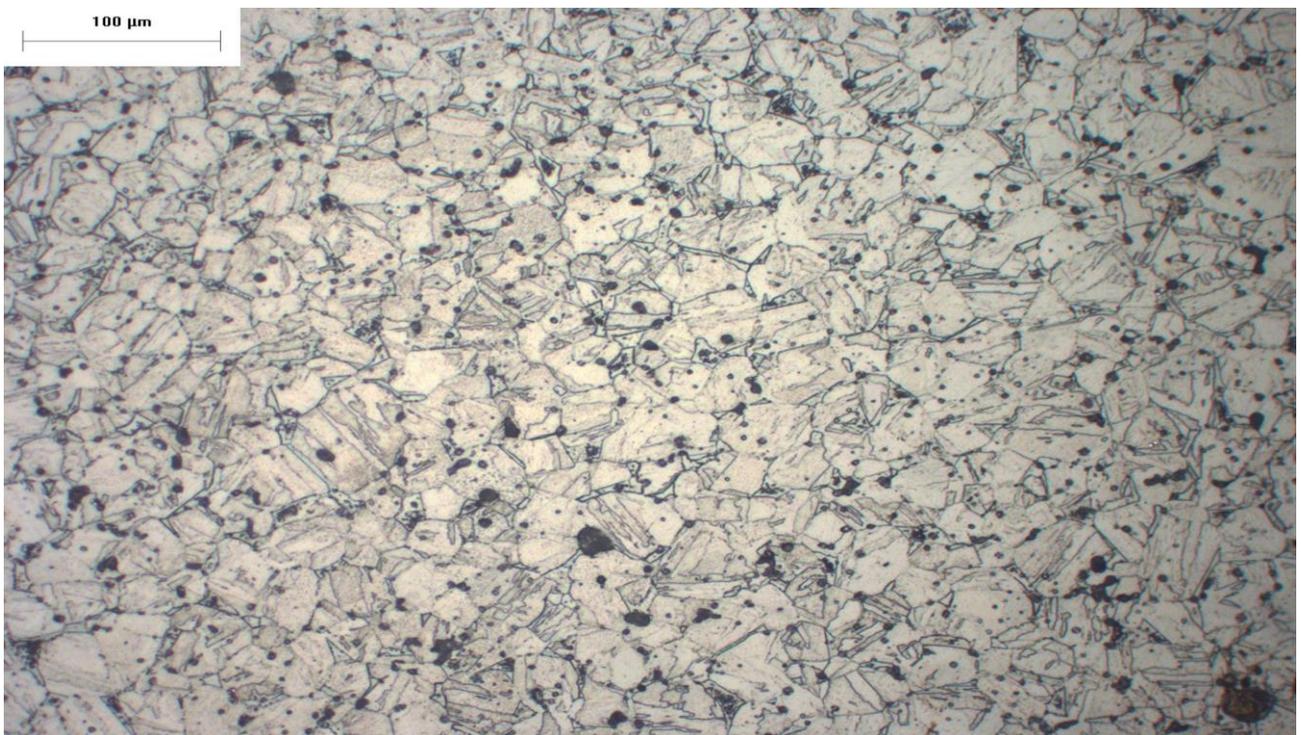


Figura 4.28 Micrografia acciaio 17-4 PH TQ DM 45° XY dopo attacco chimico

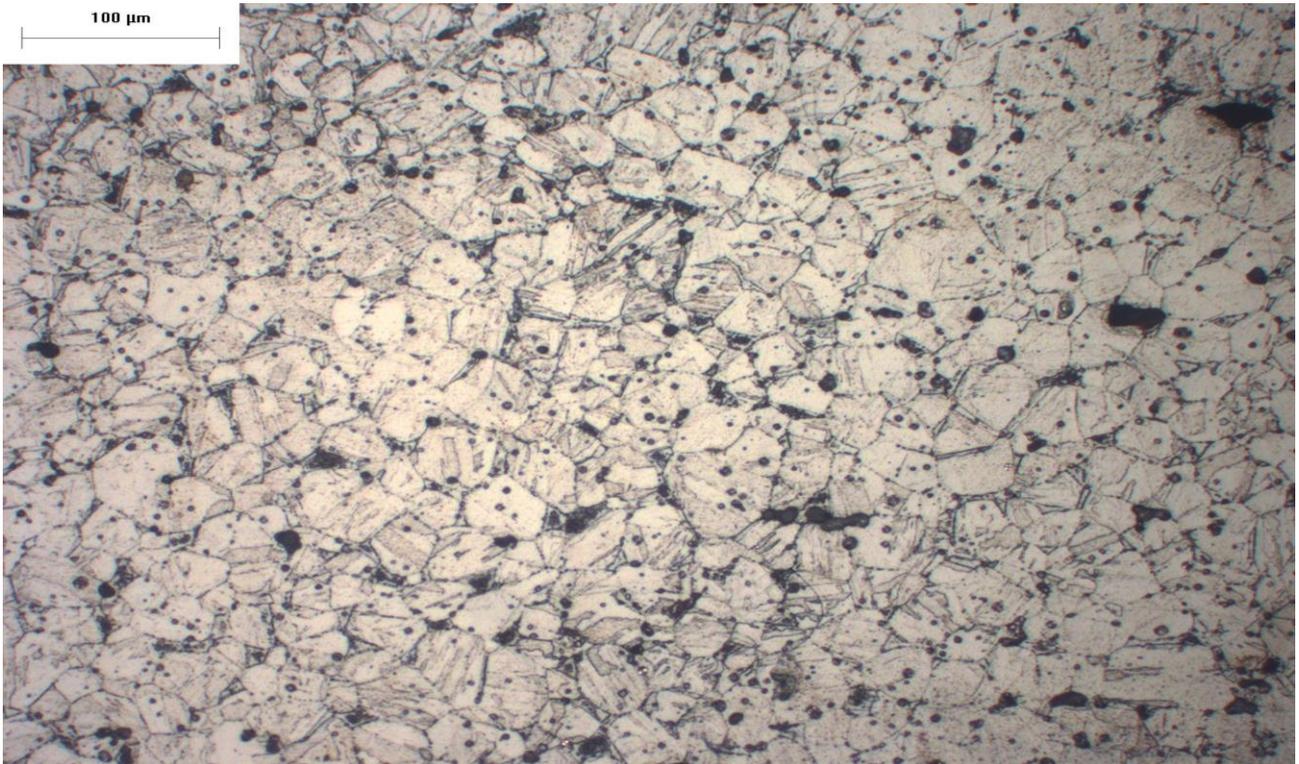


Figura 4.29 Micrografia acciaio 17-4 PH TQ DM 45° XZ dopo attacco chimico

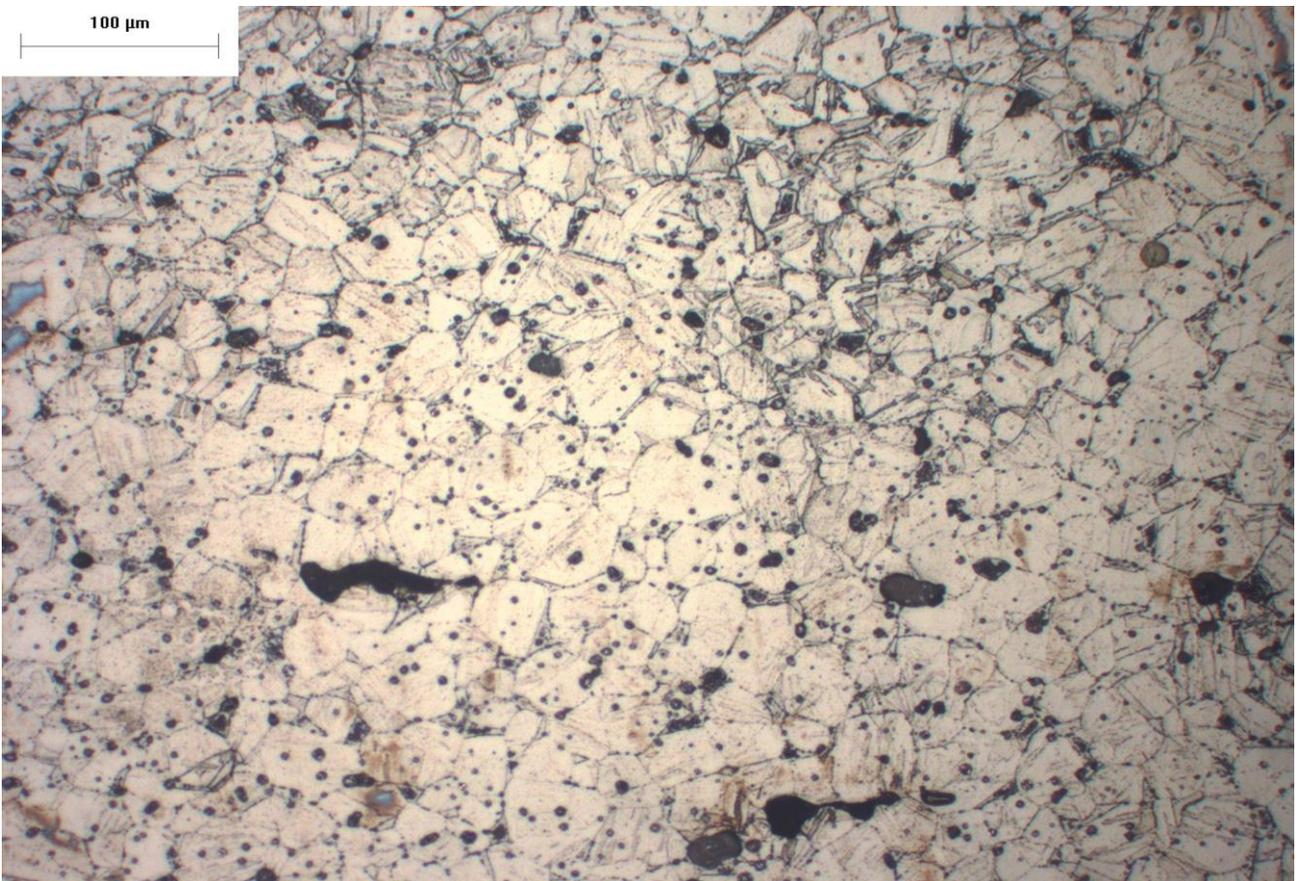


Figura 4.30 Micrografia acciaio 17-4 PH TQ DM 45° XY dopo attacco chimico

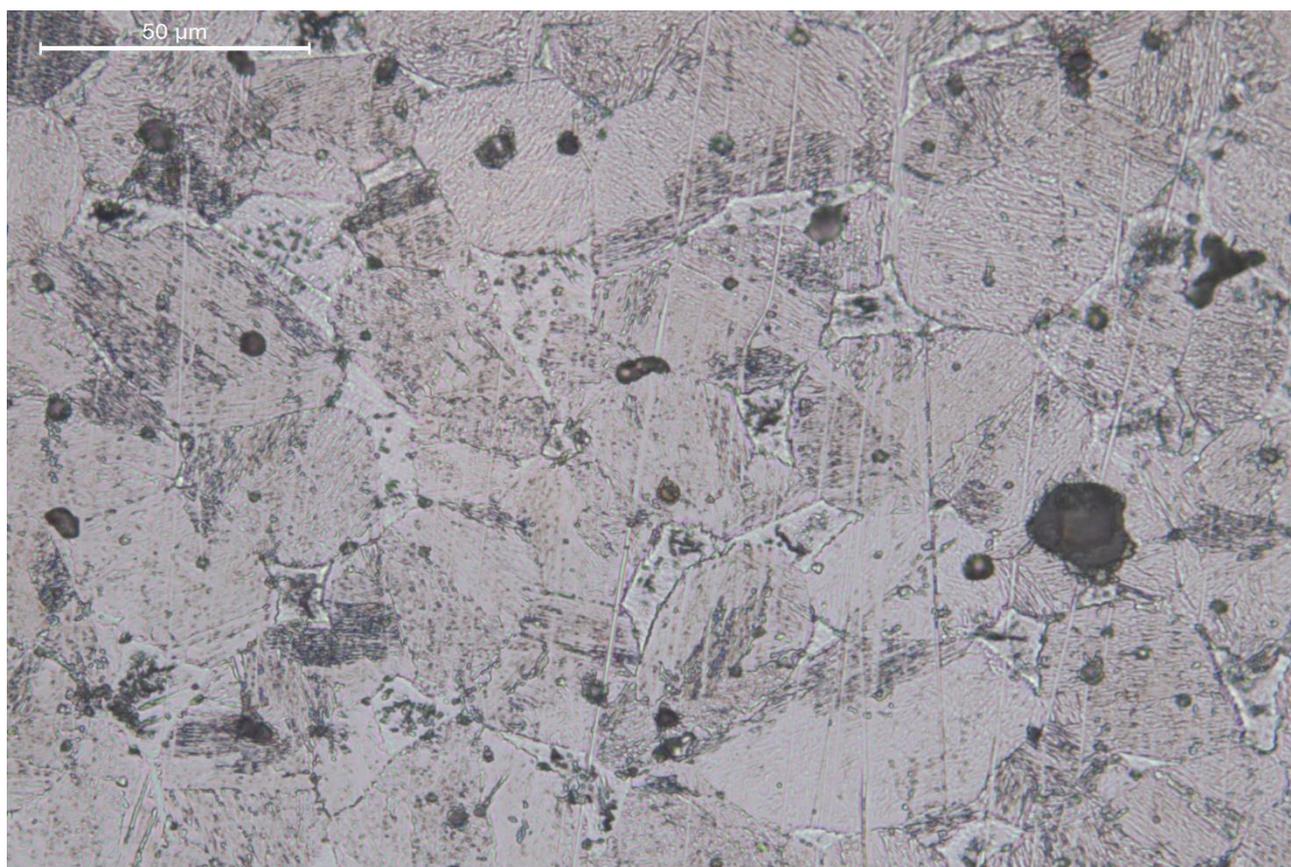


Figura 4.31 Micrografia acciaio 17-4 PH TT DM 45° XY dopo attacco chimico

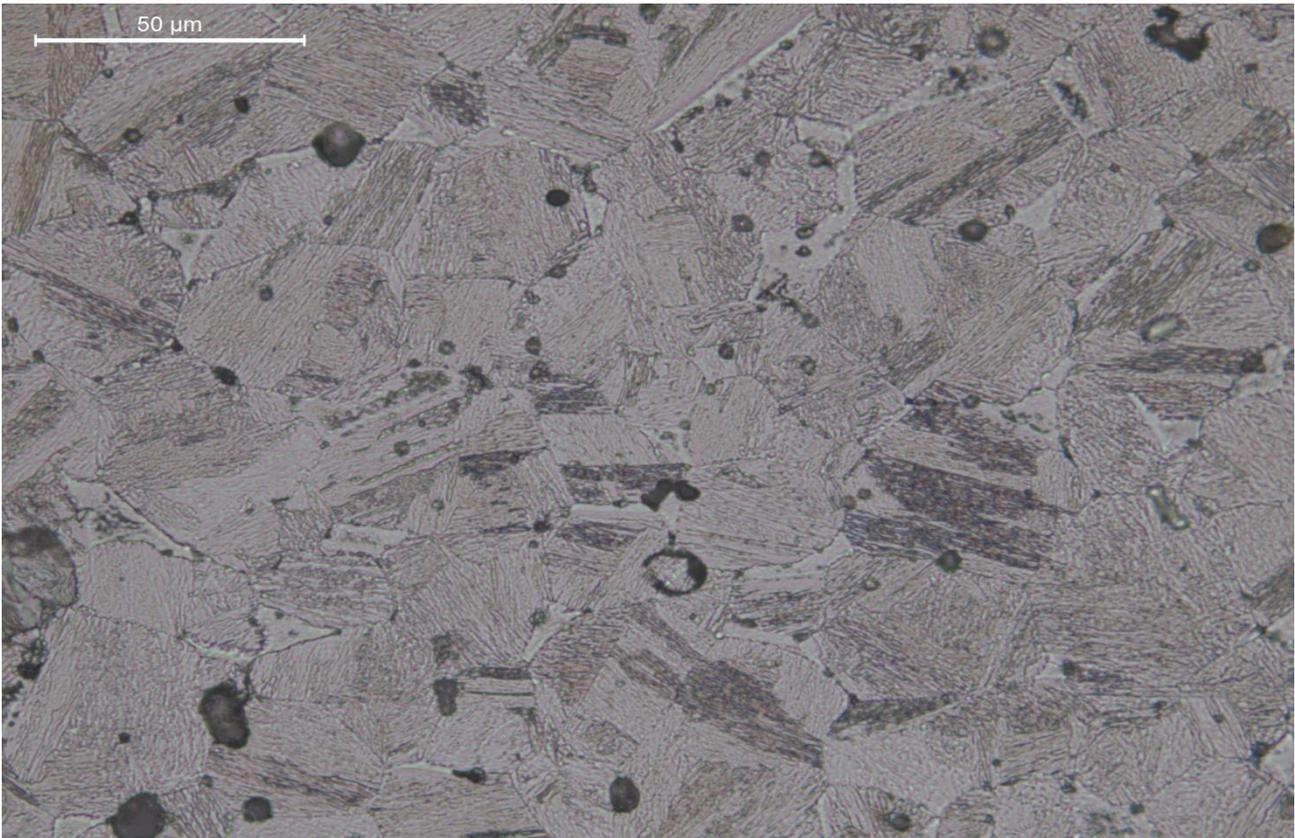


Figura 4.32 Micrografia acciaio 17-4 PH TT DM 45° XZ dopo attacco chimico

Come si può notare dalla figura 4.27-4.28-4.29-4.30.4.31-4.32, gli attacchi chimici permettono di mettere in risalto dettagli della microstruttura del materiale poiché attaccano selettivamente le discontinuità.

Ora è possibile distinguere bordi di grano, seconde fasi, strutture allotropiche (martensite, ferrite, austenite, geminati, linee di flusso dovute al raffreddamento in fase di formatura del materiale.

In generale gli attacchi chimici sono costituiti da un solvente che può essere alcool metilico o etilico, acqua distillata, e da uno o più acidi.

Nello specifico caso dell'acciaio inox 17-4 PH prodotto con BMD è risultato necessario un attacco con una soluzione acetica, un attacco molto aggressivo ma che è risultato l'unico funzionale.

4.3- Risultati durezza

Nella tabella 4.4 in seguito si riportano i valori della durezza dei campioni analizzati senza trattamento termico.

Provino	Durezza (HRC)	(HRC)	(HRC)	(HRC)	(HRC)
17-4 PH 45° XY non trattato termicamente	33.5	28	30.5	27.5	31
17-4 PH 45° XZ non trattato termicamente	32	29.5	30.5	30.5	32

Tabella 4.3.1 durezza provini prima trattamento termico

Provino	Durezza (HRC)	(HRC)	(HRC)	(HRC)	(HRC)
17-4 PH 45° XY trattato termicamente	26	26	27	26	27
17-4 PH 45° XZ trattato termicamente	25	24.5	26	27	28

Tabella 4.3.2 durezza provini trattati termicamente

Andando a confrontare i valori riportati nelle tabelle 4.3.3 e 4.3.2 si può constatare che la durezza del materiale dopo che ha subito il trattamento termico H1150 è diminuita.

Questa diminuzione era prevedibile in quanto questo trattamento termico non ha il fine di indurire il materiale.

4.4 Risultati microdurezze

Acciaio 17-4 PH TQ DM 45° XY (300gf)	Acciaio 17-4 PH TQ DM 45° XY (300gf)	Acciaio 17-4 PH TT DM 45°XY (300gf)	Acciaio 17-4 PH TT DM 45°XZ (300gf)
HV	HV	HV	HV
287	284	294	281
275	291	291	284
297	304	291	284
291	294	297	278
275	301	284	281
291	291	294	284
294	301	297	254
294	287	281	287
294	297	294	287
291	297	284	275
281	294	287	284

Tabella 4.4.1 Microdurezze acciaio inox 17-4 PH

In tabella 4.4.1 sono riportati i valori delle microdurezze effettuate sui campioni, questi valori sono stati misurati attraverso il microdurometro. Le prove condotte sono state molte su tutti e quattro i campioni in analisi, quelle riportate in tabella sono solamente alcune, sia prima che dopo il trattamento termico H1150. La particolarità è che i valori sono molto simili sia su tutte le zone del campione sia dopo il trattamento termico.

Conclusioni finali

Durante la caratterizzazione dell'acciaio inox 17-4 PH DM 45° si è cercato di analizzare le proprietà di questo materiale. Per questo motivo sono state analizzate diverse micrografie per poter effettuare un'analisi della porosità, da cui fin da subito spiccavano le grandi quantità di vuoti, caratteristica di acciai ottenuti mediante processi additive manufacturing.

Si è notata una diminuzione delle porosità dopo aver fatto subire al materiale un trattamento termico, il cosiddetto H1150 che consiste nel tenere il materiale a 651 C° per quattro ore e poi lasciarlo raffreddare a temperatura ambiente. La percentuale dei vuoti che si aggirava attorno al 3% e variava molto da zona a zona dopo il trattamento è scesa all'1% e risultava molto più omogenea.

Trovare un attacco chimico adatto per questo acciaio è stato arduo, ma dopo diversi tentativi con una soluzione a base di acido acetico si è riusciti ad attaccare la superficie del materiale. Così facendo è stato possibile apprezzare tutta la microstruttura del materiale come mostrano le immagini 4.29-4.30 potendo riconoscere grani, bordi di grano, geminati.

Le durezze che sono state misurate sperimentalmente con un durometro con penetratore Rockwell e carico di 150 N, hanno valori che si attestano tra un minimo di 27,5 HRC ad un massimo di 33,5 HRC come osservabile in tabella 4.3, per poi diminuire con valori compresi tra 24,5 HRC e 27HRC dopo il trattamento termico, come si vede in tabella 4.3.2.

Le microdurezze, misurate con il microdurometro con penetratore Vickers con carico applicato di 300 gf e tempo di permanenza di 10 secondi, sono risultate quasi identiche in ogni parte del provino per tutti e quattro i campioni di acciaio inox 17-4 PH ottenuto con BMD; sono inoltre risultate identiche anche dopo il trattamento termico.

Bibliografia

1. *www.eos.info.* (s.d.).
2. (Gibson et al., 2015).
3. Hernandez, K.V. (2012). A Review of Additive Manufacturing. *ISRN Mechanical Engineering* 11
5. metal, d. (s.d.). Tratto da <https://www.desktopmetal.com/>.
6. Marco Durante, G. R. (1995). *Microscopia*. Napoli.
7. <https://www.chimica-online.it/>. (s.d.).
8. <https://www.solvingunion.com/>. (s.d.).
9. Andrew Klein, M. R. (s.d.). <https://www.digitalalloys.com/>.

