



**UNIVERSITA' POLITECNICA DELLE MARCHE**

**FACOLTA' DI INGEGNERIA**

---

*Corso di laurea triennale in ingegneria meccanica*

**Studio microstrutturale della lega Ti6Al4V prodotta per  
Additive manufacturing e delle sue applicazioni**

**Microstructural analysis of the Ti6Al4V alloy produced  
by additive manufacturing and its applications**

**Relatore**

Prof.ssa E. Santecchia

**Correlatore**

Prof.ssa M. Laura Gatto

**Tesi di laurea**

Papavero Filippo

---

**Anno accademico 2023/2024**



# INDICE

<b>1. Introduzione</b> .....	5
<b>2. Additive manufacturing</b> .....	7
<b>2.1 Additive Manufacturing: Definizione ed evoluzione storica</b> ..	7
<b>2.2 Processo di additive manufacturing</b> .....	8
<b>2.3 Vantaggi e svantaggi dell'additive manufacturing</b> .....	10
<b>2.4 Tipologie di additive manufacturing</b> .....	11
<b>2.5 Powder Bed Fusion (PBF)</b> .....	17
<b>2.5.1 Introduzione PBF</b> .....	17
<b>2.5.2 Metodi del Powder Bed Fusion</b> .....	17
<b>2.5.3 Principali vantaggi del Powder Bed Fusion</b> .....	18
<b>3. Titanio e leghe di titanio</b> .....	20
<b>3.1 Il titanio</b> .....	20
<b>3.2 Proprietà e caratteristiche del titanio</b> .....	20
<b>3.3 Leghe di Titanio</b> .....	22
<b>3.3.1 Ti-6Al-4V</b> .....	25
<b>4. Geometrie</b> .....	28
<b>4.1 Le strutture reticolari</b> .....	28
<b>5. Caso studio</b> .....	35
<b>5.1 Materiali e metodi</b> .....	35
<b>5.1.1 Il Microscopio Elettronico a Scansione (SEM)</b> .....	35
<b>5.1.2 Preparazione dei campioni al SEM</b> .....	41
<b>5.1.2 Microanalisi con sonda EDS</b> .....	41
<b>5.2 Risultati e discussione</b> .....	45
<b>5.2.1 Osservazione dello scaffold con il Microscopio Elettronico a Scansione (SEM)</b> .....	45

<b>5.2.2 Microanalisi tramite sonda EDS .....</b>	<b>54</b>
<b>6. Conclusioni.....</b>	<b>66</b>
<b>7. Riferimenti bibliografici .....</b>	<b>68</b>

# 1. Introduzione

La manifattura additiva, o Additive Manufacturing (AM), è una tecnologia innovativa in fase di sviluppo con un grande potenziale applicativo in settori come l'aerospaziale, l'automobilistico, il navale e il biomedico. A differenza dei processi tradizionali come ad esempio stampaggio e tornitura, che prevedono l'uso di stampi o la rimozione di materiale, l'AM costruisce l'oggetto depositando uno strato di materiale sopra l'altro, utilizzando luce laser focalizzata per fondere un letto di metallo polverizzato. Questa tecnica permette di produrre componenti con geometrie complesse anche con cavità interne e parti mobili, mantenendo una risoluzione molto elevata dell'ordine delle decine di micrometri ( $\mu\text{m}$ ). Molteplici sono i materiali sui quali si utilizza questa tecnica innovativa, in particolare il titanio e le sue leghe, come la Ti-6Al-4V, sono particolarmente apprezzati per le loro elevate proprietà meccaniche, l'ottimo rapporto resistenza/massa, e la resistenza a fatica. Al campione in esame sono stati apportati dei trattamenti post-processo per migliorare la finitura superficiale che servono a ottimizzare l'aspetto, la rugosità e le proprietà funzionali di un componente dopo la sua lavorazione. Questi trattamenti possono migliorare la resistenza a usura, fatica, corrosione e, in alcuni casi, l'estetica. In particolare, i provini presi in esame sono stati sottoposti ad un trattamento di pallinatura. La pallinatura colpisce la superficie con microsferiche ad alta velocità, creando tensioni residue di compressione, che migliorano la resistenza a fatica e induriscono la superficie, altri trattamenti post processo sono ad esempio: lucidatura meccanica, sabbiatura, elettrolucidatura, trattamenti termici ecc.. Questi trattamenti vengono scelti in base alle esigenze funzionali del componente

e al materiale impiegato. Lo studio seguente si concentra sull'analisi al SEM e conseguente microanalisi della lega Ti-6Al-4V, prodotta mediante il processo di fusione su letto di polvere (Powder Bed Fusion – PBF). Le prove sono state eseguite presso i laboratori dell'Università Politecnica delle Marche, utilizzando macchinari avanzati sotto la supervisione del Dipartimento Ingegneria Industriale e Science Matematiche (DIISM) e del Dipartimento di Scienze e Ingegneria della Materia, dell'Ambiente ed Urbanistica (SIMAU).

## **2. Additive manufacturing**

### **2.1 Additive Manufacturing: Definizione ed evoluzione storica**

L'AM rappresenta un processo produttivo innovativo che consente la creazione di oggetti tridimensionali attraverso l'aggiunta successiva di materiale strato dopo strato. Contrariamente ai metodi tradizionali di produzione sottrattiva, come la fresatura o la tornitura, in cui il materiale viene rimosso da un blocco iniziale per ottenere la forma desiderata, la manifattura additiva si basa sull'aggregazione di materiale. Secondo la definizione dello standard ISO/ASTM 52900:2021, "la produzione additiva è un processo di unione dei materiali finalizzato alla creazione di oggetti tridimensionali, solitamente strato su strato, in contrasto con le metodologie di produzione sottrattiva". L'origine dell'AM può essere ricondotta negli anni '80, con l'introduzione della stereolitografia (SLA) da parte di Chuck Hull. La SLA è stata la prima tecnologia di stampa 3D e utilizza un laser per solidificare strati di resina fotosensibile, permettendo la creazione di modelli tridimensionali. Successivamente, sono state sviluppate diverse altre tecnologie di stampa 3D, inclusa la fusione selettiva laser (SLM), che utilizza un laser per fondere e solidificare polveri metalliche, e la deposizione di materiale fuso (FDM/FFF), che prevede l'estrusione di uno strato di materiale plastico fuso per costruire l'oggetto strato dopo strato. Dal 2000 in poi, l'AM ha conosciuto una rapida evoluzione e diffusione, trovando applicazione nella produzione di prototipi e parti finite in numerosi settori industriali, tra cui l'aerospaziale, l'automotive e il biomedico. L'adozione di materiali

avanzati, come polimeri termoplastici e leghe metalliche, ha ulteriormente ampliato le possibilità della manifattura additiva, rendendola una tecnologia chiave per l'innovazione e la produzione efficiente.[1]

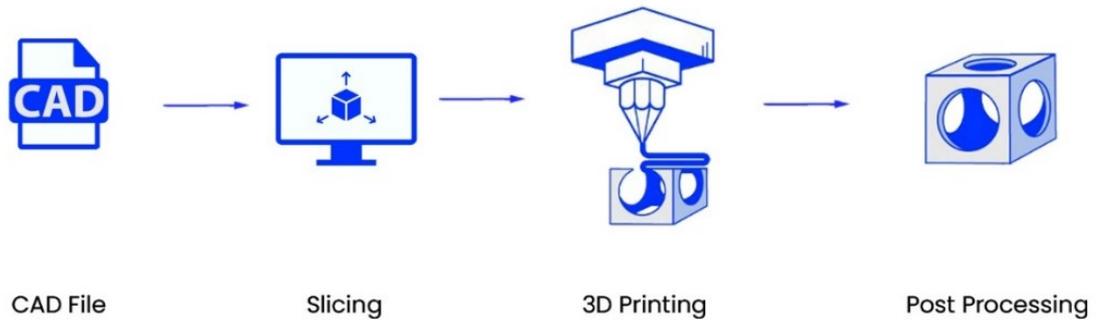
## **2.2 Processo di additive manufacturing**

Il processo di manifattura additiva mostrato in *figura 2.1*, inizia con la creazione di un modello digitale tridimensionale dell'oggetto da produrre. Questo modello viene progettato utilizzando software di progettazione assistita dal computer (CAD), che consente di definire in dettaglio la geometria e le specifiche dell'oggetto. I modelli CAD sono poi convertiti in un formato compatibile con le macchine di stampa 3D, con l'STL (Standard Tessellation Language) che è il formato più comune. Introdotto negli anni '90, l'STL facilita la comunicazione dei dati tridimensionali tra il software di progettazione e le macchine di stampa 3D. Una volta ottenuto il modello digitale in formato STL, il file deve essere preparato per la stampa mediante un software di slicing. Questo software suddivide il modello tridimensionale in strati sottili, con uno spessore che può variare da pochi micrometri a qualche millimetro, a seconda delle specifiche del progetto e delle capacità della stampante 3D. Durante questo processo, il software di slicing aggiunge eventuali supporti necessari per prevenire il collasso delle strutture durante la produzione. Questi supporti possono essere creati tramite la tecnologia di stampa stessa o preparati in precedenza. La fase di slicing è cruciale poiché le impostazioni configurate, come il riempimento interno, i supporti e la risoluzione degli strati, influenzano significativamente la qualità e la precisione del prodotto finale.[2]

Durante il processo di stampa 3D, il materiale di costruzione viene depositato o fuso seguendo le specifiche del modello digitale. A seconda della tecnologia di stampa adottata, il materiale può essere un polimero plastico, un metallo o una resina fotosensibile. La macchina di stampa costruisce l'oggetto strato dopo strato, con ciascun strato successivo che si fonde con quello sottostante o si solidifica. Questo processo continua fino a quando l'oggetto è completamente costruito.

Dopo la stampa, l'oggetto potrebbe richiedere ulteriori operazioni di post-elaborazione per raggiungere le specifiche finali desiderate. Tra queste operazioni vi sono la rimozione delle strutture di supporto e la levigatura delle superfici per ottenere una finitura liscia. Inoltre, possono essere applicati trattamenti superficiali, chimici o termici per migliorare le proprietà meccaniche del materiale. Alcuni oggetti potrebbero anche necessitare di lavorazioni di finitura aggiuntive tramite macchine utensili, a seconda delle esigenze di progettazione e delle specifiche tecniche richieste.

In conclusione, il processo di manifattura additiva, che parte dalla progettazione digitale e prosegue attraverso la preparazione, la stampa e la post-elaborazione, richiede un'accurata pianificazione e gestione. Ogni fase del processo gioca un ruolo cruciale nel determinare la qualità e la funzionalità del prodotto finale. Con l'evoluzione continua delle tecnologie e dei materiali, l'AM sta espandendo le sue applicazioni e sta influenzando profondamente il panorama della produzione industriale, offrendo nuove opportunità per personalizzazione, sostenibilità e innovazione [2][3].



*figura 2.1, processo di manifattura additiva*

## **2.3 Vantaggi e svantaggi dell'additive manufacturing**

Uno dei principali vantaggi dell'AM è la sua versatilità nella creazione di geometrie complesse. A differenza dei metodi tradizionali, che richiedono attrezzature specifiche per ciascuna forma, l'AM permette di realizzare design complessi senza la necessità di stampi dedicati. Questa tecnologia riduce la complessità del processo produttivo, eliminando la necessità di sistemi di bloccaggio e cambi di attrezzature tra diverse lavorazioni. Inoltre, l'AM consente di mantenere i costi e i tempi di produzione relativamente stabili, indipendentemente dalla complessità del pezzo, e ottimizza l'uso dei materiali, riducendo gli scarti e permettendo la creazione di parti integrate senza la necessità di assemblaggio. La personalizzazione rappresenta punto di forza molto importante dell'AM. Nonostante questi vantaggi, l'AM presenta anche alcune limitazioni. Le dimensioni degli oggetti sono vincolate dalla grandezza della macchina di stampa e dalla capacità di sfruttare il volume di lavoro. Inoltre, la velocità di produzione è generalmente inferiore rispetto ai metodi tradizionali, come lo stampaggio, che può produrre grandi volumi di pezzi in tempi più brevi. La gamma di materiali disponibili per l'AM è ancora

limitata e spesso costosa, e le strutture di supporto necessarie per alcune geometrie possono causare rugosità superficiale, richiedendo trattamenti post-produzione per migliorare la qualità del pezzo finito.

## 2.4 Tipologie di additive manufacturing

Le richieste sempre più complesse di un mercato in continua evoluzione hanno spinto a sviluppare nuove tecniche di produzione consentendo non solo l'espansione ma anche una notevole differenziazione dei processi di manifattura additiva. Una prima distinzione può essere fatta a seconda del materiale utilizzato, che possono essere: polimeri, metalli o ceramici; oppure in base al loro stato: solido, liquido o in polvere. Nonostante il processo di lavorazione, costituito dall'apportare uno strato dopo l'altro, accomuni praticamente tutte le tecniche, le modalità con cui queste vengono messe in pratica consente una classificazione più sostanziale. In accordo con quanto appena scritto si fa riferimento alla norma ISO/ASTM 52921-13, e si riportano di seguito le varie tecniche [4]:

- Material Extrusion: comunemente nota come Fused Deposition Modelling (FDM). Questa tecnologia funziona tramite l'estrusione di un sottile filamento di materiale su una piattaforma di costruzione, la quale si abbassa di una frazione di millimetro ad ogni strato. In questo modo, il filamento fuso viene depositato sopra lo strato precedente, legandosi ad esso. Come mostrato nella *figura 2.2*, i sistemi di estrusione sono spesso dotati di due ugelli: uno per il materiale principale che compone l'oggetto da realizzare e uno per il materiale

di supporto, utilizzato per creare superfici di appoggio per le parti sporgenti del pezzo.

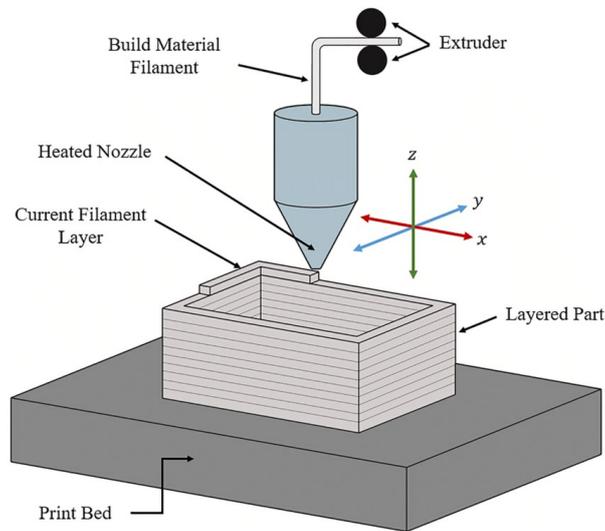


figura 2.2, Material Extrusion

- Material Jetting: questa tecnologia impiega una testina di stampa per depositare, strato per strato, minuscole gocce di materiale fotopolimerico, che vengono successivamente solidificate mediante l'esposizione a raggi UV (figura 2.3). Anche in questa tecnica è possibile utilizzare diversi materiali per realizzare strutture di supporto durante il processo di costruzione.

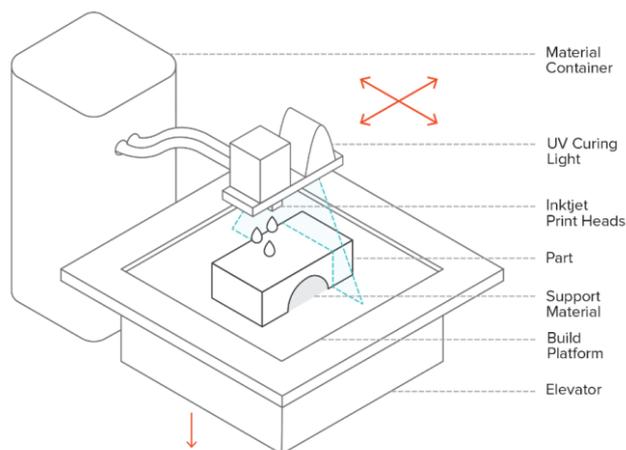
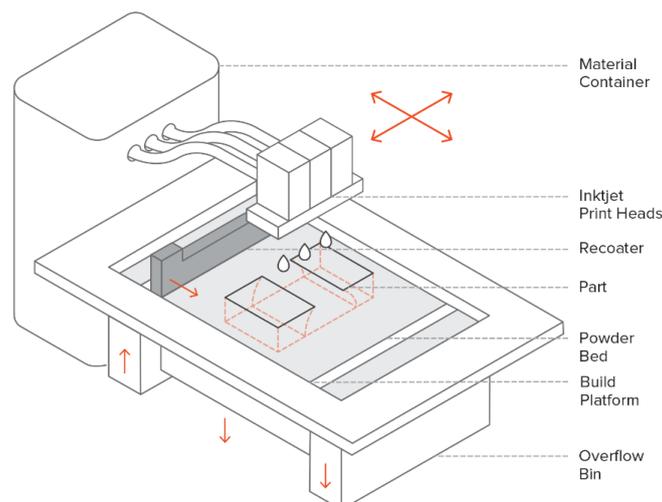


figura 2.3, Material Jetting

- **Binder Jetting:** questo processo prevede la stesura di polvere sulla piattaforma di costruzione mediante un rullo. Successivamente, un legante liquido viene depositato sulle aree specifiche dello strato utilizzando una testina a getto d'inchiostro (*figura 2.4*). Nei punti in cui il legante viene applicato, la polvere si solidifica. La piattaforma si abbassa e un nuovo strato di polvere viene distribuito sopra il precedente, ripetendo il ciclo fino alla completa realizzazione del pezzo. Al termine del processo, la polvere non legata, che quindi non si è solidificata, viene rimossa, rivelando l'oggetto tridimensionale finale, noto anche come "corpo verde".



*figura 2.4, Binder Jetting*

- **Sheet Lamination:** questa tecnologia permette di ottenere oggetti 3D sovrapponendo fogli di metallo che vengono uniti tra loro in due modi principali:
- Con l'uso di un adesivo termoindurente (LOM).
  - Tramite saldatura ad ultrasuoni (UAM).

Nel primo metodo, i fogli di materiale vengono pretagliati nella forma desiderata e sovrapposti; un compattatore riscaldato attiva l'adesivo termoidurente, unendo i fogli e formando l'oggetto tridimensionale. Nel secondo metodo, i fogli vengono uniti mediante saldatura ad ultrasuoni, ma è necessaria una lavorazione CNC aggiuntiva per rimuovere il metallo in eccesso non legato.

➤ Vat Photopolymerisation: questa tecnologia comprende diverse varianti basate sullo stesso principio: un fotopolimero liquido contenuto in una vasca viene solidificato selettivamente attraverso un fascio di luce UV. Il processo avviene strato per strato, abbassando progressivamente la piattaforma di costruzione fino alla realizzazione del componente finale. Esistono diverse tipologie di questa tecnologia:

- SLA (Stereolitografia): utilizza un fascio concentrato di luce UV per polimerizzare il fotopolimero (*figura 2.5*).
- DLP (Digital Light Processing): impiega proiettori UV con microspecchi che controllano la luce proiettata per indurire il materiale.
- CLIP (Continuous Liquid Interface Production): in questo caso, una parte del fondo della vasca è trasparente alla luce UV, fungendo da "finestra". La luce ultravioletta attraversa questa finestra e solidifica il fotopolimero. Lo strato polimerizzato viene poi sollevato per consentire al liquido di rifluire sul fondo, permettendo la ripetizione del processo.

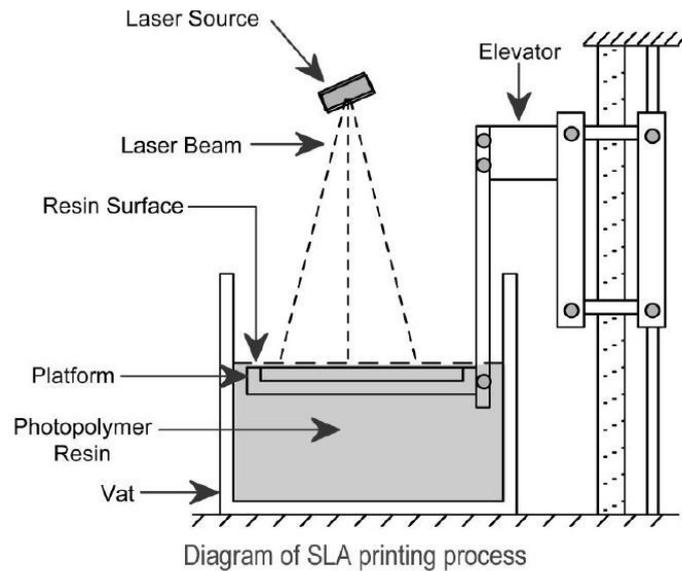
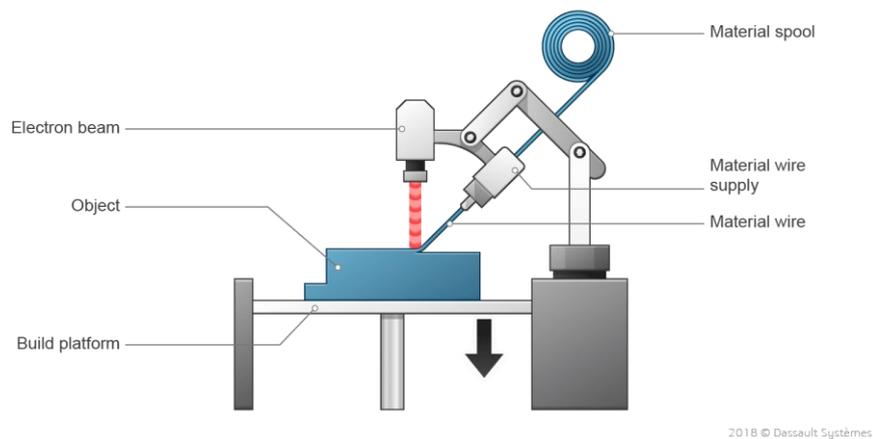


figura 2.5, Vat Photopolymerisation, SLA

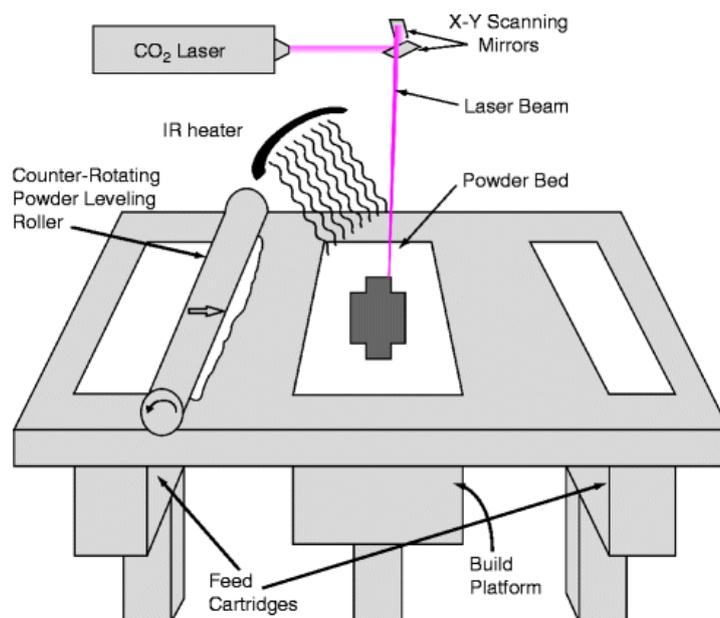
- Direct Energy Deposition: questo processo è comunemente impiegato per riparare o aggiungere materiale a componenti esistenti (figura.2.6). Un ugello deposita il materiale, spesso in forma di polvere, sulla superficie, mentre un raggio laser o un fascio di elettroni fonde il materiale nel momento stesso in cui viene depositato. Questa tecnologia richiede lavorazioni successive per migliorare la finitura superficiale del pezzo realizzato.



*figura 2.6, Direct Energy Deposition*

- Powder Bed Fusion: questa tecnologia prevede la distribuzione di un sottile strato di materiale in polvere sulla piattaforma di costruzione, che viene poi fuso e solidificato tramite l'uso di un fascio di energia (*figura2.7*).

In base al tipo di fascio utilizzato, esistono diverse varianti che vedremo più nello specifico nel prossimo capitolo



*figura 2.7, Powder Bed Fusion*

## **2.5 Powder Bed Fusion (PBF)**

### **2.5.1 Introduzione PBF**

In questo paragrafo verrà posta particolare attenzione alla tecnica di powder bed fusion, poiché è la tecnologia impiegata per la produzione dei campioni oggetto di analisi in questo lavoro.

La tecnologia di stampa 3D fusione a letto di polvere (PBF) genera prodotti di precisione. Questa tecnica di stampa 3D consente di fabbricare una vasta gamma di prodotti geometricamente complessi utilizzando una fonte di calore, principalmente fasci laser o di elettroni, per fondere le particelle di polvere strato per strato, formando un pezzo solido.

### **2.5.2 Metodi del Powder Bed Fusion**

I diversi metodi di fusione a letto di polvere includono in particolare:

- Sinterizzazione laser selettiva (SLS). Il processo utilizza il laser per sinterizzare, o coalizzare, il materiale in polvere strato per strato per creare una struttura solida. Il prodotto finale, reso in polvere sciolta, viene poi pulito con spazzole e aria pressurizzata.
- Fusione laser selettiva (SLM), detta anche sinterizzazione laser diretta di metalli (DMLS). Lo stesso principio tecnico viene utilizzato per produrre pezzi di fusione laser selettiva (SLM) e di sinterizzazione laser diretta di metalli (DMLS). Tuttavia, si tratta esclusivamente di parti in metallo. La SLM ottiene una fusione totale della polvere, in modo che i metalli monocomponenti, come l'alluminio, possano creare pezzi di

ricambio e prototipi leggeri e resistenti. Il DMLS sinterizza le polveri ed è limitato alle leghe, comprese quelle a base di titanio. Questi metodi richiedono un supporto aggiuntivo per compensare l'elevata tensione residua e limitare la distorsione.

- Electron Beam Melting (EBM) La tecnologia di stampa 3D EBM raggiunge la fusione con l'uso di un fascio di elettroni ad alta energia e produce meno stress residuo con conseguente minore distorsione. Utilizza meno energia e può creare strati più velocemente rispetto alla SLS.
- Multi Jet Fusion (MJF) di HP La tecnica di stampa 3D Multi-Jet Fusion (MJF) si differenzia dai metodi sopra citati perché utilizza una matrice a getto d'inchiostro per applicare agenti di fusione e di dettaglio, che vengono poi fusi riscaldando gli elementi in uno strato solido. Non è previsto l'uso del laser. Gli agenti di dettaglio vengono gettati intorno ai contorni per migliorare la risoluzione dei pezzi, aprendo così la possibilità di produrre oggetti realistici.[5]

### **2.5.3 Principali vantaggi del Powder Bed Fusion**

I processi di fusione laser a letto di polvere, tra cui DMLS, offrono numerosi vantaggi:

- Complessità geometrica: consente la progettazione di parti geometricamente complesse, impossibili da ottenere con i metodi convenzionali di fabbricazione dei metalli come la fresatura.

- Riduzione del peso e del numero di componenti: grazie alle tecniche di ottimizzazione topologica, LPBF può ridurre il peso finale delle parti e il numero di componenti da assemblare.
- Resistenza meccanica: le parti prodotte utilizzando tale tecnica hanno una resistenza meccanica paragonabile a quelle prodotte utilizzando le tradizionali tecniche di produzione sottrattiva.

## **3. Titanio e leghe di titanio**

### **3.1 Il titanio**

Il titanio, scoperto da William Gregor nel 1791 in Cornovaglia, è un elemento metallico diffuso nella crosta terrestre, con una concentrazione di circa un decimo rispetto a quella del ferro [7]. La sua elevata reattività a temperatura elevata, soprattutto con ossigeno, azoto, carbonio e idrogeno, costituisce una sfida nella metallurgia, complicando l'ottenimento del titanio. Nonostante queste difficoltà, il titanio è noto per la sua straordinaria resistenza alla corrosione, sia in presenza di liquidi aggressivi che di composti organici e inorganici [7].

### **3.2 Proprietà e caratteristiche del titanio**

Il titanio è il nono elemento più utilizzato a livello industriale e il quarto tra i metalli più abbondanti nella crosta terrestre, dopo ferro, alluminio e magnesio [9]. Con un peso atomico di 47.867, è caratterizzato da leggerezza, robustezza e una combinazione unica di proprietà come alta resistenza, tenacità, rigidità, bassa densità (circa il 60% della densità del ferro) e ottima resistenza alla corrosione [9][10]. La sua densità è di  $4,5 \text{ g/cm}^3$ , e può essere ulteriormente aumentata tramite leghe o processi di deformazione. Non magnetico, il titanio possiede un alto punto di fusione ( $1725 \text{ °C}$ ) superiore a quello dell'acciaio e dell'alluminio, rendendolo ideale per applicazioni ad alte temperature. Sebbene la sua conduttività elettrica sia bassa, pari al

3,1% di quella del rame, offre una buona conduttività termica e un basso coefficiente di dilatazione termica rispetto agli acciai e all'alluminio [10]

Per una visione più completa, ecco le proprietà del titanio raggruppate in una tabella (*tabella 3.1*):

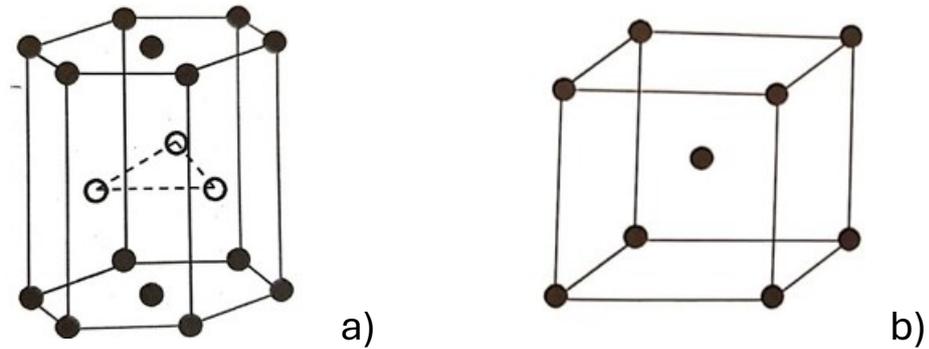
Principali caratteristiche del titanio	
Peso specifico	4.5 g/cm <sup>3</sup>
Densità	4500 Kg/m <sup>3</sup>
Temperatura di fusione	1725 °C
Conduttività termica	17 W/m°C
Coefficiente di espansione lineare (20-100 °C)	8.9x10-6 /°C
Conduttività elettrica	3% IACS (rame 100%)

*tabella 3.1*, tabella proprietà del titanio

**N.B.** tali proprietà valgono nel caso del titanio puro, per quanto riguarda le leghe di titanio approfondiremo meglio argomento nel prossimo paragrafo

Il Titanio puro è Polimorfo, in quanto presenta due forme cristalline:

- Il titanio  $\alpha$  a reticolo esagonale compatto (EC) e stabile fino a circa 880 °C, (*figura 3.1 (a)*).
- Il titanio  $\beta$  a reticolo cubico a corpo centrato (ccc), stabile fra gli 880 °C e la temperatura di fusione  $T_f$ , (*figura 3.1 (b)*) [11].



*figura 3.1:* a) Struttura Esagonale Compatta EC o HCP hexagonal close packed, b) Struttura Cubica a Corpo Centrato CCC o BCC Body centered cubic [11]

### 3.3 Leghe di Titanio

Le leghe di titanio sono composti che contengono una miscela di titanio e altri elementi chimici. Sebbene il titanio "commercialmente puro" abbia proprietà meccaniche accettabili, tali leghe hanno un'altissima resistenza alla trazione e un'altissima tenacità, anche a temperature estreme, inoltre sono estremamente leggere e hanno una straordinaria resistenza alla corrosione. Tuttavia le leghe di titanio sono interessate da un elevato costo, sia delle materie prime che della lavorazione, per questo motivo il loro utilizzo è limitato ad elementi specifici il cui scopo è garantire elevate proprietà meccaniche e prestazioni ottimali, diminuendo al massimo le complicazioni nell'ambito del loro utilizzo. Per la maggior parte delle applicazioni il titanio è legato con piccole quantità di alluminio e vanadio, in genere rispettivamente il 6% e il 4% in peso [12]. (questo aspetto sarà messo in analisi nel capitolo dedicato al caso studio del Ti6Al4V). Le leghe di titanio si suddividono in:

- titanio commercialmente puro: è il raggruppamento che contiene la maggior percentuale di titanio. Tipiche sono l'elevata resistenza a corrosione e caratteristiche meccaniche di valore medio basso.
- Leghe  $\alpha$ : presentano buona saldabilità e mantenimento delle caratteristiche meccaniche anche a temperature elevate di esercizio, grazie al contenuto generalmente alto di alluminio. L'impiego nei componenti particolarmente sollecitati è impedito dal fatto che non possono essere sottoposte a nessun trattamento termico.
- Leghe  $\beta$ : garantiscono le migliori proprietà meccaniche. Hanno saldabilità molto limitata o nulla, vengono impiegate nelle costruzioni di bulloni, molle e parti fortemente sollecitate.
- Leghe  $\alpha + \beta$ : nel gruppo figurano le leghe più utilizzate, con elevate caratteristiche meccaniche e largamente usate nella produzione di parti per aerei.

Le leghe di titanio sono piuttosto numerose e vengono classificate in gradi (*tabella 3.2*).

Nome Comune	Composizione (%)	$\beta$ -Transus (°C)
<b>Leghe <math>\alpha</math> e titanio commercialmente puro</b>		
Grado 1	CP-Ti (0,2 Fe – 0,18 O)	890
Grado 2	CP-Ti (0,3 Fe – 0,25 O)	915
Grado 3	CP-Ti (0,3 Fe – 0,35 O)	920
Grado 4	CP-Ti (0,5 Fe – 0,40 O)	950
Grado 7	Ti-0,2Pd	915
Grado 12	Ti-0,3Mo-0,76Ni	880
Ti-5-2,5 / Grado 6	Ti-5Al-2,5Sn	1040
Ti-3-2,5 / Grado 9	Ti-3Al-2.5V	935
<b>Leghe quasi <math>\alpha</math></b>		
Ti-8-1-1	Ti-8Al-1V-1Mo	1040
IMI 685	Ti-6Al-5Zr-0,5Mo-0,25Si	1020
Ti-6-2-4-2	Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0,1Si	995
IMI 834	Ti-5,8Al-4Sn-3,5Zr-0,5Mo-0,7Nb-0,35Si-0,06C	1045
<b>Leghe <math>\alpha + \beta</math></b>		
Ti-6-4 (0.20 max O) / Grado 5	Ti-6Al-4V	995
Ti-6-4 ELI (0.13 max O) / Grado 23	Ti-6Al-4V	975
Ti-662	Ti-6Al-6V-2Sn	945
IMI 550	Ti-4Al-2Sn-4Mo-0,5Si	975
Ti-6-2-4-6	Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo	935
<b>Leghe quasi <math>\beta</math></b>		
$\beta$ -CEZ	Ti-5Al-2Sn-2Cr-4Mo-4Zr-1Fe	890
Ti-5553	Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr	855 - 870
TMMA	Ti-11,5Mo-6Zr-4,5Sn	-
Ti-10-2-3	Ti-10V-2Fe-3Al	790 - 805
-	Ti-35Nb-5Ta-7Zr	-
<b>Leghe <math>\beta</math></b>		
-	Ti-29Nb-13Ta-4,6Zr	-
-	Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn	750 - 770
Beta 21S	Ti-15Mo-3Al-3Nb-0,2Si	795 - 805
Beta C	Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr	715- 740
-	Ti-12Mo-6Zr-2Fe	-
B120 VCA	Ti-13V-11Cr-3Al	650
Alloy C <sup>(1)</sup>	Ti-35V-15Cr	-

(1) E' l'unica tra le leghe riportate appartenente al sottogruppo delle leghe  $\beta$ -stabili, con un valore di Molibdeno Equivalente pari a 47,5

*tabella 3.2*, tabella classificazione leghe di titanio [13]

Nella manifattura tradizionale, come anche nella stampa 3D, le leghe maggiormente utilizzate sono:

- Ti6Al4V (grado 5)
- Ti6Al4V ELI (grado 23).

In particolare, tra tutte le leghe di titanio, il grado 5 è la più usata e trova applicazione in: componenti di motori, parti strutturali di auto e aerei, elementi di fissaggio aerospaziali, e anche attrezzature sportive di alto livello [9].

### 3.3.1 Ti-6Al-4V

Tra le numerose leghe di titanio viste nel paragrafo precedente, faremo un approfondimento in particolare sul Ti6Al4V, in quanto tale lega compone i campioni analizzati in questo lavoro.

La lega Ti-6Al-4V, è sicuramente la lega di titanio più diffusa al mondo, basti pensare che la sua produzione copre da sola il 50% delle leghe di titanio create, di fatto tra tutte quelle prodotte è la più versatile. Data la sua elevata diffusione, la si può trovare non solo sotto forma di forgiato, ma anche in forma di prodotti piani, barre a sezione quadrata o circolare, ed anche in forma di fili (per trafilatura). Il Titanio Ti6Al4V (Grado 5), è una lega di titanio alfa-beta con elevata resistenza specifica ed eccellente resistenza alla corrosione e con ottime proprietà meccaniche, resistenza a frattura, resistenza a fatica e alla corrosione, con basso peso specifico e piena biocompatibilità [14]. Il grado 23 (Ti6Al4V ELI) si differenzia dal grado 5 (Ti6Al4V) per il ridotto contenuto di ossigeno, fino ad un massimo di 0,13%: questo conferisce maggiore duttilità e resistenza alla frattura, sacrificandone in parte la resistenza a carico statico. Il materiale trova uso in componenti in cui la resistenza a frattura è un fattore critico, nonché in parti e strutture esposte a significativi cicli termici.

La *tabella 3.2* riporta un confronto diretto tra il titanio puro, la lega in esame Ti-6Al4V e i loro diretti concorrenti.

	Density [g/cm <sup>3</sup> ]	Melting point [°C]	Thermal expansion coefficient [°C <sup>-1</sup> ]	Thermal conductivity [W/(m*K)]	Yield strength [MPa]	Tensile strength [MPa]	Young's modulus [GPa]
Titanium	4.45	1668	8.4*10 <sup>-6</sup>	17	140	235	120
Ti-6Al-4V	4.42	1650	9.2*10 <sup>-6</sup>	7.2	950	1050	110
Iron	7.8	1530	12*10 <sup>-6</sup>	63	131	689	196
Stainless steel 18-8 (AISI 304)	7.9	1400 1420	17.8*10 <sup>-6</sup>	16.2	205 760	515 1035	200
Aluminum	2.7	660	23*10 <sup>-6</sup>	205	55	110	70
Aluminum Alloy (7075 - T6)	2.8	476 638	23*10 <sup>-6</sup>	121	503	572	72
Magnesium	1.73	650	25*10 <sup>-6</sup>	159	70	176	45
Nickel	8.9	1456	15*10 <sup>-6</sup>	92	148	462	206
Inconel 718	8.19	1260 1336	13*10 <sup>-6</sup>	11.4	1036	1240	216
Copper	8.94	1083	17*10 <sup>-6</sup>	403	69	221	130

tabella 3.2, tabella confronto tra titanio puro e leghe di titanio [16]

Normalmente il Ti6Al4V è trattato termicamente per variare le quantità e la microstruttura di fasi alpha e beta nella lega. La microstruttura varierà in modo significativo a seconda del trattamento termico e del metodo di lavorazione. Tre comuni processi di trattamento termico (figura 3.2) sono la ricottura in laminatoio, la ricottura duplex e il trattamento in soluzione e l'invecchiamento [14].

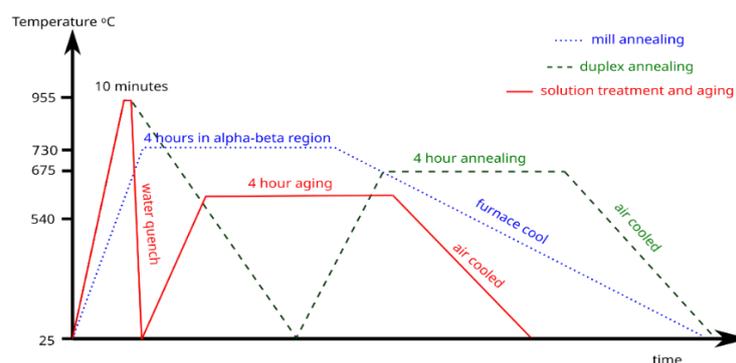


figura 3.2, grafico trattamenti termici [14]

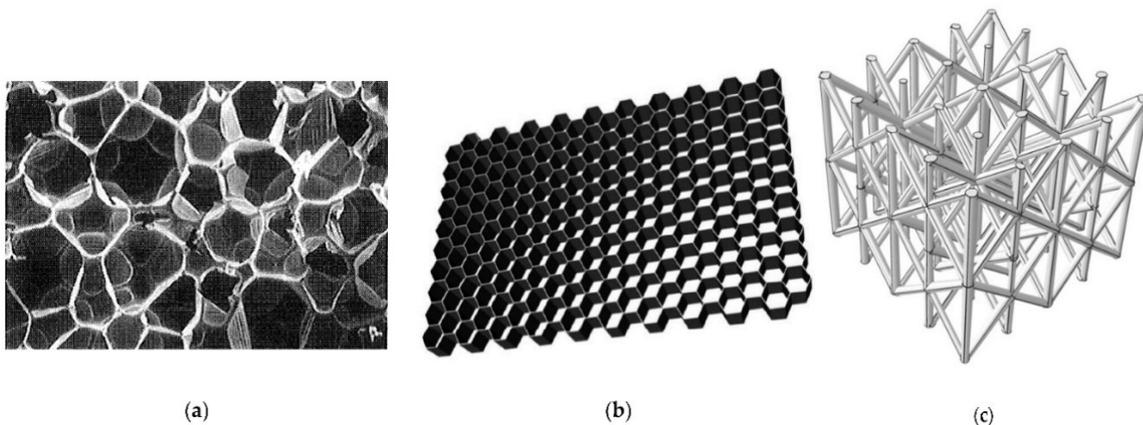
Inoltre, oltre ad essere trattati termicamente i componenti in Ti6Al4V possono essere lavorati meccanicamente, saldati, pallinati, lucidati e

rivestiti. Il Titanio Ti6Al4V è ideale per i settori aerospace e motorsport, e trova ampia applicazione in ambito biomedicale per la produzione di protesi [15].

## 4. Geometrie

### 4.1 Le strutture reticolari

Le strutture reticolari sono prodotte attraverso AM, più nello specifico con la tecnica powder bed fusion. Le strutture reticolari sono utilizzate in svariati settori come: aerospaziale, ingegneria biologica, ingegneria meccanica, ecc., grazie alle eccellenti proprietà, tra cui leggerezza, elevata resistenza specifica e rigidità, dissipazione del calore e così via. Prima che apparisse la struttura reticolare però, il nome di struttura cellulare era più molto diffuso. Il concetto di "struttura cellulare" includeva schiume (schiume a celle aperte e chiuse), nidi d'ape ecc... , tuttavia, la struttura reticolare è diversa da schiume e nidi d'ape e la differenza risiede principalmente nella topologia, nella scala della cella unitaria e nelle proprietà. Le strutture cellulari si possono classificare in tre categorie ovvero, schiume (a celle aperte e chiuse) (*figura 4.1 (a)*), nidi d'ape (*figura 4.1 (b)*) e strutture reticolari (*figura 4.1 (c)*) [17].

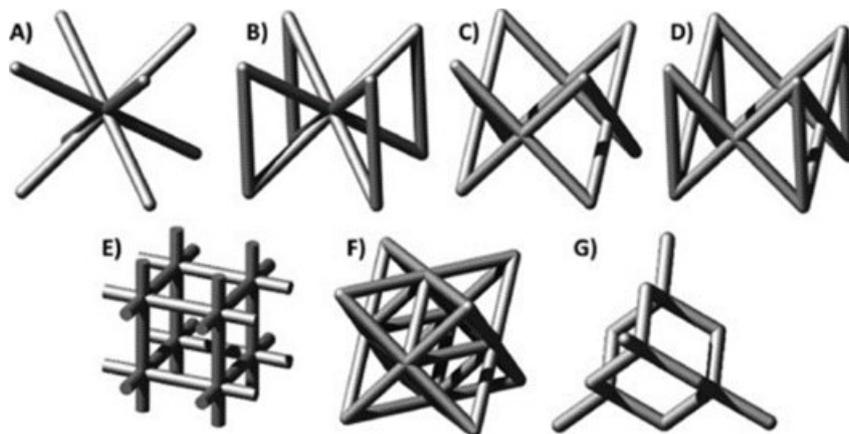


*figura 4.1*, strutture cellulari [17]

I campioni presi in analisi in questo lavoro sono stati generati attraverso AI, utilizzando tra le varie strutture cellulari, quella composta da strutture reticolari.

Prima di definire le strutture reticolari è necessario classificare le celle elementari che sono appunto gli elementi che compongono la struttura reticolare (*figura 4.2*). Le celle più comuni sono [19]:

- A) Cubica a corpo centrato (BCC);
- B) Cubica a corpo centrato con strut lungo z (BCCZ);
- C) Cubica a facce centrate (FCC);
- D) Cubica a facce centrate con strut lungo z (FCCZ);
- E) Cubica;
- F) Octet-truss;
- G) Diamante.



*figura 4.2*, strutture reticolari [19]

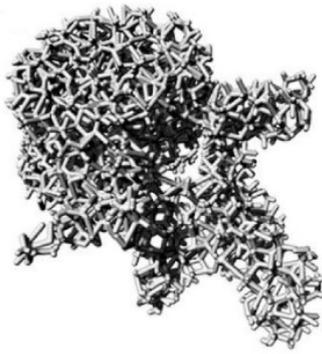
Le strutture reticolari sono definite come strutture tridimensionali composte da celle (*figura 4.2*) interconnesse tra loro, disposte consecutivamente e

ripetutamente, che possono anche essere intese come una struttura di materiale poroso composta da montanti e nodi interconnessi nello spazio tridimensionale.

In particolare, le strutture reticolari si possono classificare a seconda di come sono disposte le celle, abbiamo quindi [18]:

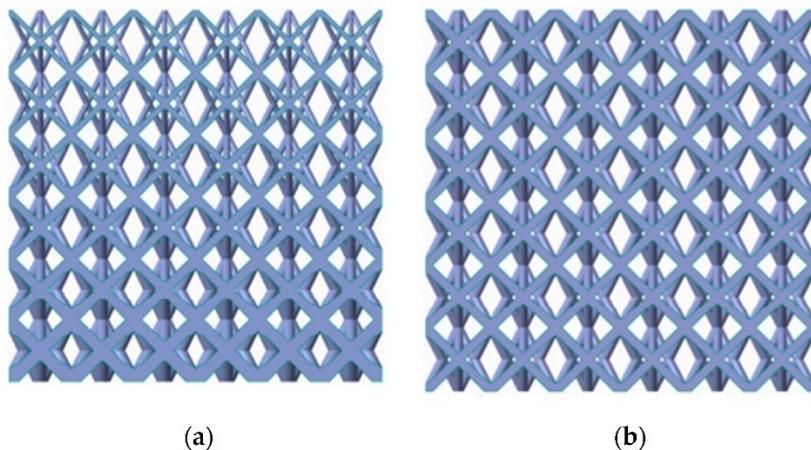
- Strutture reticolari casuali (o disordinate) (figura 4.3): strutture distribuite in maniera casuale con strutture e dimensioni diverse.
- Strutture reticolari pseudo-periodiche (o conformi) (figura 4.4 a): strutture reticolari in cui ogni cella unitaria ha la stessa topologia ma con dimensione e densità diverse lungo la struttura.
- Strutture reticolari periodiche (figura 4.4 b): strutture con disposizione periodica delle celle con una certa forma topologia e dimensione.

L'immagine (figura 4.3) rappresenta una struttura reticolare casuale, caratterizzata da una geometria disordinata con celle aperte. Questo tipo di struttura si distingue per la sua complessità geometrica e la distribuzione casuale delle connessioni tra i nodi, che la rendono simile a una spugna metallica o un materiale poroso.



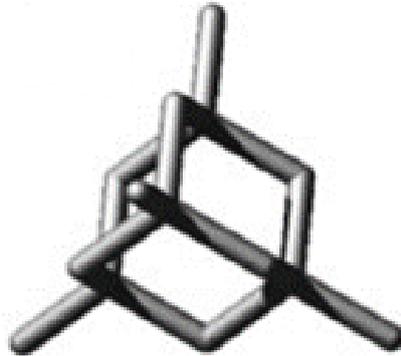
*figura 4.3*, struttura reticolare casuale [17]

Nell'immagine che segue si può chiaramente visionare la differenza tra una struttura reticolare pseudo-periodica (*figura 4.4 (a)*) e una Struttura reticolare periodica (*figura 4.4 (b)*), dove la ripetizione di una cella elementare è regolare e costante nello spazio. Ogni cella ha la stessa forma e dimensione, ripetendosi esattamente in maniera prevedibile. Questo tipo di struttura presenta simmetria e permette una distribuzione uniforme delle proprietà meccaniche e delle forze, rendendola adatta a molte applicazioni industriali, soprattutto per componenti che richiedono una distribuzione omogenea delle sollecitazioni [17].



*figura 4.4 (a)* strutture reticolari pseudo-periodiche, *figura 4.4 (b)* struttura reticolare periodica [17].

Struttura reticolare con cella a diamante (*figura 4.5*)



*figura 4.5*, cella a diamante [19].

N.B. Due tipologie di strutture reticolari omogene sono ad esempio la “struttura rombo-dodecaedrica” e la “struttura a diamante”, queste tipologie di strutture reticolari periodiche sono proprio le strutture dei campioni prodotti per powder bed fusion in Ti6Al4V che sono stati presi in esame, e di cui parleremo più dettagliatamente nel capitolo successivo.

Come già anticipato il reticolo graduato presenta all’interno del proprio volume:

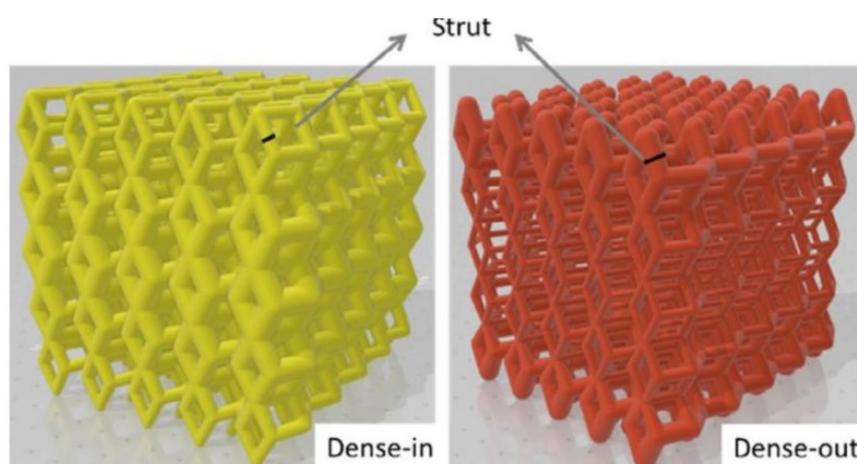
- Densità variabile;
- Materiali variabili;
- Topologia variabile;
- Dimensioni variabili.

Queste differenze determinano un cambiamento delle prestazioni meccaniche complessive della struttura. Questo tipo di strutture, rispetto a

quelle uniformi, mostrano migliori proprietà meccaniche, comportamento al danno e assorbimento di energia e inoltre consentono la personalizzazione di proprietà meccaniche in grado da soddisfare diverse esigenze in diverse parti della struttura. Quindi nel caso di strutture reticolari graduate è maggiore l'anisotropia strutturale, ovvero il diverso comportamento delle fibre in diverse direzioni; perciò, sarà maggiore la dipendenza delle sue prestazioni dalla direzione. Esistono diversi tipi di strutture graduate a seconda del gradiente di densità relativa:

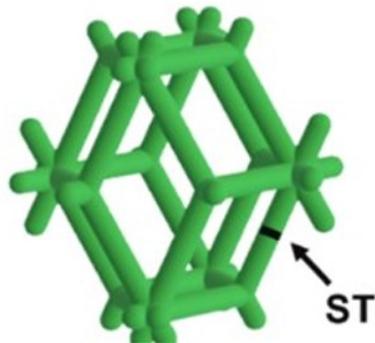
- Gradiente A: presenta una variazione lineare della densità da un lato e l'altro della struttura;
- Gradiente B: presenta una variazione simmetrica della densità con densità maggiore posta al centro, denominata come Dense In;
- Gradiente C: presenta una variazione simmetrica della densità con densità minore posta al centro, denominata come Dense out.

La differenza tra Dense-in e Dense-out, in particolare di una geometria rombo-dodecaedrica graduata si può vedere visibilmente nella *figura 4.6*



*figura 4.6*, rappresentazione differenza tra una struttura reticolare dense-in e dense-out [20].

La cella elementare di una struttura rombo-dodecaedrica è rappresentata nella *figura 4.7*



*figura 4.7*, cella rombo-dodecaedrica

## 5. Caso studio

All'interno di questo capitolo verranno presentate le procedure sperimentali eseguite in laboratorio. Si tratterà inizialmente la prima fase di preparazione di due campioni in Ti6Al4V prodotti per powder bed fusion, uno con struttura delle celle elementari a diamante e l'altro con struttura delle celle elementari rombo-dodecaedrica, verranno analizzate le morfologie attraverso l'utilizzo di un Microscopio Elettronico a Scansione (SEM) e verrà eseguita una microanalisi (EDS) sui campioni. Infine, verranno analizzati i dati raccolti a laboratorio e si trarranno le conclusioni.

### 5.1 Materiali e metodi

#### 5.1.1 Il Microscopio Elettronico a Scansione (SEM)

Prima di approfondire il microscopio elettronico a scansione SEM (*figura 5.1*), bisogna introdurre un concetto fondamentale:

##### Lunghezza d'onda

Si chiama così la distanza percorsa da una vibrazione, nel nostro caso specifico parleremo di elettroni, durante un periodo. Perciò, detta  $\lambda$  la lunghezza d'onda,  $\tau$  il periodo,  $\nu$  la frequenza e  $V$  la velocità di propagazione della radiazione, si ha la grandezza relativa alla lunghezza d'onda dettata dalla formula seguente [21].

$$\lambda = \xi\tau = V/v$$

La microscopia elettronica è una tecnica che sfrutta l'interazione tra un fascio di elettroni e gli atomi che compongono il campione in esame, e permette di generare immagini con ingrandimenti molto elevati superando il limite risolutivo della microscopia ottica potendo in alcuni casi raggiungere risoluzioni a livello atomico. In generale quando si osserva un oggetto non è possibile risolvere due punti la cui distanza sia inferiore alla lunghezza d'onda ( $\lambda$ ) della sonda utilizzata e quindi la microscopia ottica ha come limite fisico la  $\lambda$  della luce (nell'ordine delle centinaia di nm nel range del visibile). Dato che nel microscopio elettronico vengono utilizzati gli elettroni (che rispetto ai fotoni hanno una  $\lambda$  di circa tre ordini di grandezza inferiore) il limite risolutivo del microscopio a scansione è di gran lunga superiore, nell'ordine dei nanometri [22].



figura 5.1, Microscopio elettronico a scansione (SEM)

La colonna del SEM è composta da:

- Un cannone elettronico che genera un fascio di elettroni con il fine di interagire con il campione.
- Uno stage sul quale è posizionato il campione.
- Un sistema di vuoto, che deve garantire un livello di vuoto che sia il più alto possibile per evitare che il fascio, o gli stessi segnali generati, incontrino delle molecole di gas, generando ostacoli coi quali andrebbero ad interagire ottenendo di conseguenza un'immagine del campione più rumorosa ed un'analisi EDS meno accurata.
- Una colonna costituita da diverse lenti, elettrostatiche o elettromagnetiche, che permettono di gestire il fascio.
- Una serie di detector che raccolgono il segnale generato a seguito dell'interazione tra fascio e campione e permettono di ricostruire l'immagine al livello microscopico o ottenere le informazioni composizionali, ovvero la microanalisi (EDS) (*figura5.2*) [22].

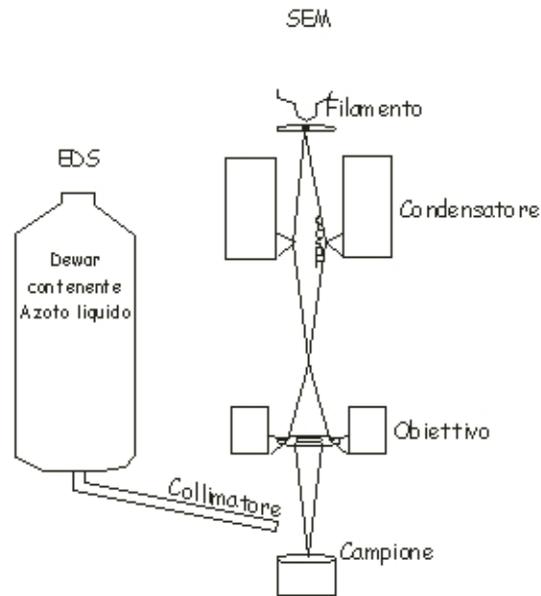


figura 5.2, schema rappresentativo microanalisi EDS e della colonna del SEM [23]

Gli elettroni sono prodotti in cima alla colonna, sono accelerati verso il basso e passano attraverso una combinazione di lenti e aperture che producono un raggio sottile di elettroni che colpisce la superficie del campione. Nei microscopi elettronici ci sono due lenti elettromagnetiche: il condensatore e l'obiettivo. Il condensatore controlla il numero di elettroni nel fascio (la corrente) per una data dimensione dell'apertura, e la lente obiettivo è responsabile della focalizzazione degli elettroni sul campione. Il campione è montato su uno stage contenuto nella camera e sia la colonna che la camera sono in condizioni di vuoto medio-alto (figura 5.3) [23].

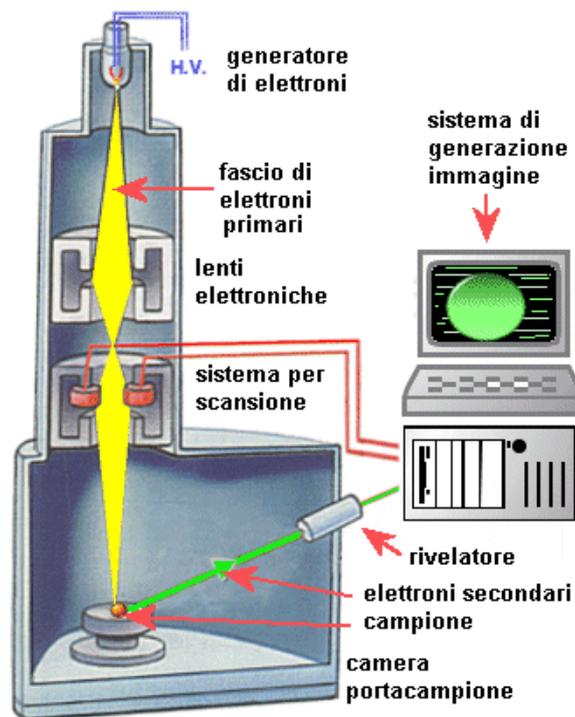


figura 5.3, schema rappresentativo colonna del SEM

In ogni punto della scansione, l'interazione tra fascio e campione (figura 5.4) produce dei segnali che vengono sfruttati dai detector presenti nel SEM per generare le immagini o effettuare analisi elementali.

I segnali maggiormente utilizzati sono i seguenti [22]:

- **Elettroni retrodiffusi (BSE)** che nascono a seguito di un'interazione elastica tra gli elettroni del fascio e nuclei degli atomi costituenti il campione, che si traducono in un cambiamento nella traiettoria degli elettroni. Vengono raccolti dal Backscatter Detector (BSD) e permettono di ottenere un'immagine compositiva, nella quale la scala di grigio è funzione della composizione del campione. Le zone più scure corrisponderanno ad elementi più leggeri (peso atomico più

basso), quelle più chiare ad elementi a peso atomico maggiore (che restituiscono più segnale).

- **Elettroni secondari (SE)** che vengono emessi dal materiale a seguito dell'impatto con gli elettroni del fascio. Trattandosi di un'interazione anelastica, nella quale parte dell'energia viene persa, gli elettroni secondari hanno energia sensibilmente più bassa rispetto ai retrodiffusi. Solo gli SE emessi in prossimità della superficie del campione (nel range di poche decine di nm) riescono ad emergere e raggiungere il detector. L'immagine ottenibile sfruttando il detector per elettroni secondari (SED) è un'immagine che non restituisce informazioni composizionali ma presenta maggiori dettagli superficiali ed in generale restituisce un'immagine più tridimensionale, con contrasto dettato dalla topografia superficiale.
- **Raggi-X** caratteristici, che presentano un'energia caratteristica di ciascun elemento metallico e non; permettono di identificare gli elementi che costituiscono il campione, sia da un punto di vista qualitativo che semi-quantitativo.

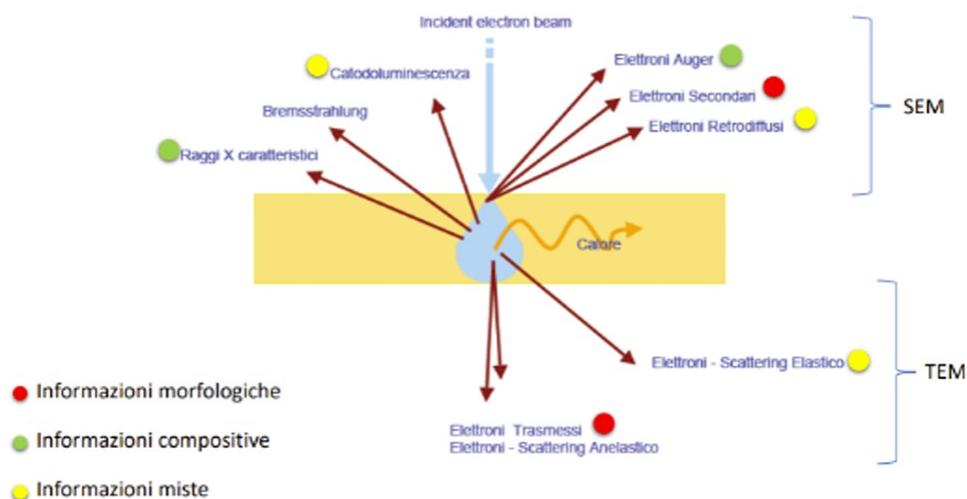


figura 5.4, interazione elettrone materia [24]

## 5.1.2 Preparazione dei campioni al SEM

Come anticipato in precedenza, i campioni che vanno analizzati al SEM devono essere collegati a dei supporti chiamati stub.

Il procedimento eseguito per preparare il campione all'analisi ha previsto le seguenti fasi:

- Il campione viene collegato ad uno stub, il collegamento è effettuato attraverso un adesivo conduttivo per garantire il contatto elettrico continuo tra stub e campione in modo che non si generi il fenomeno di “charging”;
- Di seguito il sistema campione-stub è stato posto all'interno della camera del SEM nell'apposito supporto.



figura 5.5 (a), stub; figura 5.5 (b), adesivo per stub [25]

## 5.1.2 Microanalisi con sonda EDS

La microanalisi mediante sonda EDS (spettrometria per dispersione di energia) (figura 5.6) permette analisi qualitative puntuali di componenti di ridottissime dimensioni (inclusioni) e l'analisi di rivestimenti.

La microanalisi fatta nel microscopio elettronico a scansione (SEM) viene realizzata misurando l'energia e la distribuzione delle intensità dei raggi X generati dal fascio elettronico sul campione utilizzando un rivelatore a dispersione di energia EDS. L'analisi che viene prodotta può essere sia dell'area che in quel momento viene ingrandita, oppure, fermando la scansione del fascio elettronico, di un punto di interesse sulla superficie del campione [26].



*figura 5.6, sonda EDS*

In riferimento alla figura riportata all'inizio del capitolo (figura 5.1) e alla figura 5.6 è possibile vedere il collocamento e le proporzioni della sonda EDS.

Con l'ausilio di opportuno software che nel nostro caso si chiama AZtec (figura 5.7) è possibile avere molteplici informazioni in tempo reale dell'analisi in corso.

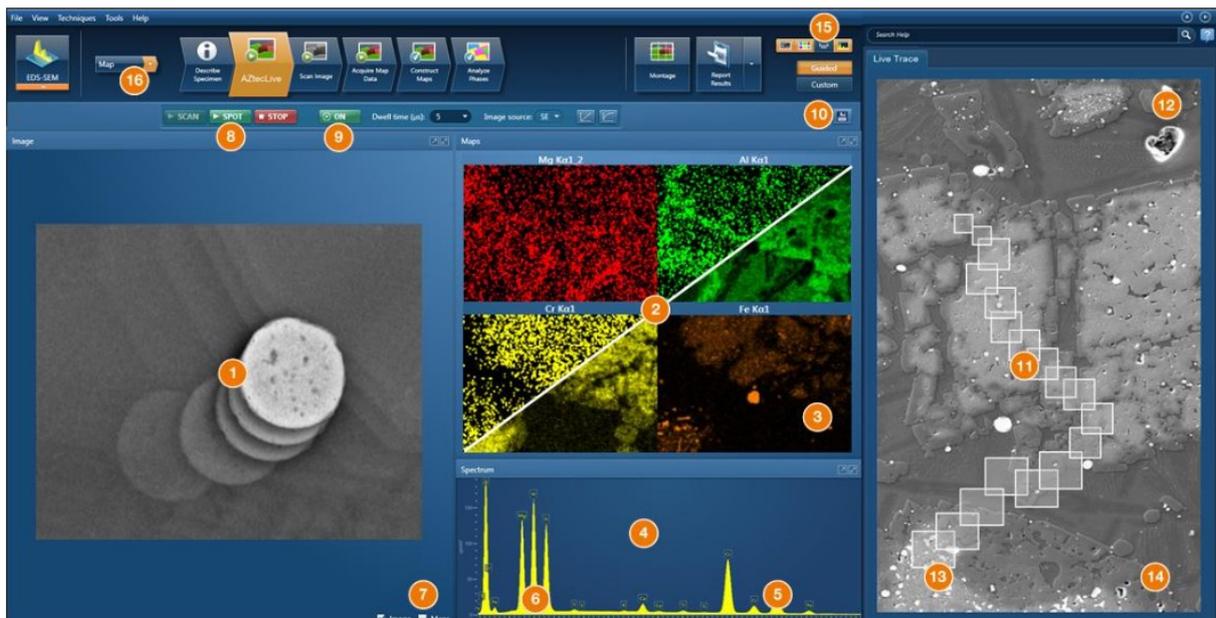


figura 5.7, interfaccia software Aztec [27]

Di seguito sono riportate le funzioni principali accessibili dalla schermata principale del software [27] (figura 5.7):

- 1 Immagine "Live"
- 2 Mappe Raggi X "Live"
- 3 Mappatura a raggi X
- 4 Spettro Tru-Q
- 5 Correzione dell'accumulo di impulsi
- 6 Spettro in tempo reale
- 7 Mappa sovrapposta all'immagine
- 8 Analisi Spot
- 9 Area ridotta
- 10 Salvataggio dati
- 11 Traccia live: spostamento dello stage

- 12 Traccia live: posizioni degli elementi
- 13 Riposizionamento dello stage
- 14 Import delle immagini
- 15 Interfaccia personalizzabile
- 16 Analisi più dettagliate

Il SEM-EDS, quindi, è uno strumento fondamentale nell'ambito della scienza dei materiali, per la caratterizzazione qualitativa e quantitativa delle leghe (es. Ti6Al4V) metalliche e per la determinazione della purezza dei metalli.

## **5.2 Risultati e discussione**

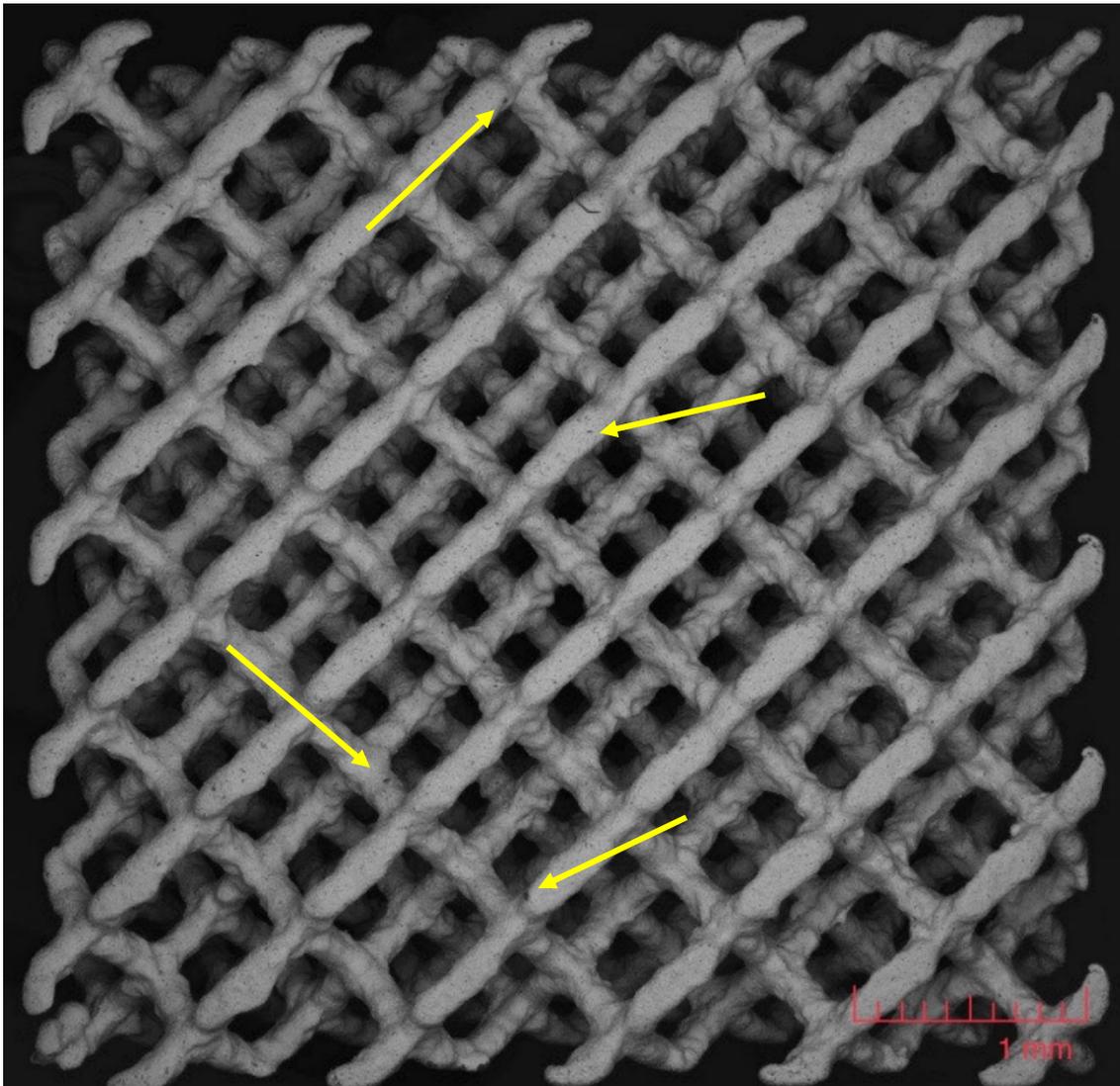
In questo capitolo vengono mostrati e discussi i risultati ottenuti a seguito di analisi con le attrezzature elencate precedentemente.

### **5.2.1 Osservazione dello scaffold con il Microscopio Elettronico a Scansione (SEM)**

Una volta posizionati gli scaffold negli appositi supporti all'interno del SEM, è stata eseguita l'analisi sui due campioni di Ti6Al4V.

Il primo campione preso in analisi è stato lo scaffold con struttura reticolare a diamante (*figura 5.8*), è stata fatta una prima scansione con elettroni retrodiffusi BSE che ha fornito una prima informazione sulla composizione e sulla distribuzione degli elementi, in virtù del diverso contrasto che presentano gli elementi aventi peso atomico molto diverso tra loro. Le informazioni fornite dalla prima immagine sono abbastanza approssimative dato che lo scaffold è stato scansionato con un basso ingrandimento.

Nonostante il basso ingrandimento si può già fare una descrizione grossolana dello scaffold visionato nella *figura 5.8*.

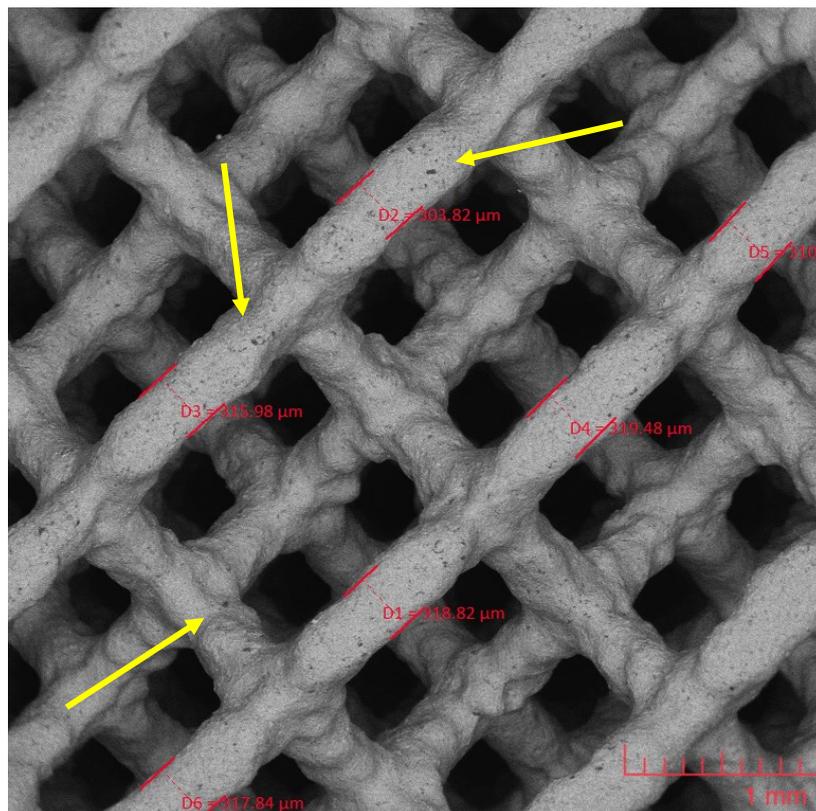


*figura 5.8*, immagine al SEM con elettroni retrodiffusi BSE

Da una prima scansione si può chiaramente vedere che lo scaffold in analisi presenta una struttura reticolare a diamante. Visionando inoltre un po' più nel dettaglio si possono estrapolare delle informazioni sulla composizione; infatti, se si fa attenzione alle frecce si vedono già da una prima scansione delle macchioline nere. Questo contrasto di colori è dato dalla diversa composizione chimica dei metalli. Vediamo inoltre che gli struts hanno spessori più o meno omogenei; ma queste informazioni si possono approfondire solamente andando ad ingrandire ulteriormente l'immagine.

Effettuando osservazioni ad un ingrandimento maggiore utilizzando sempre la scansione con gli elettroni retrodiffusi BSE (*figura 5.9*), si può confermare quanto detto in merito alla scansione precedente (*figura 5.8*).

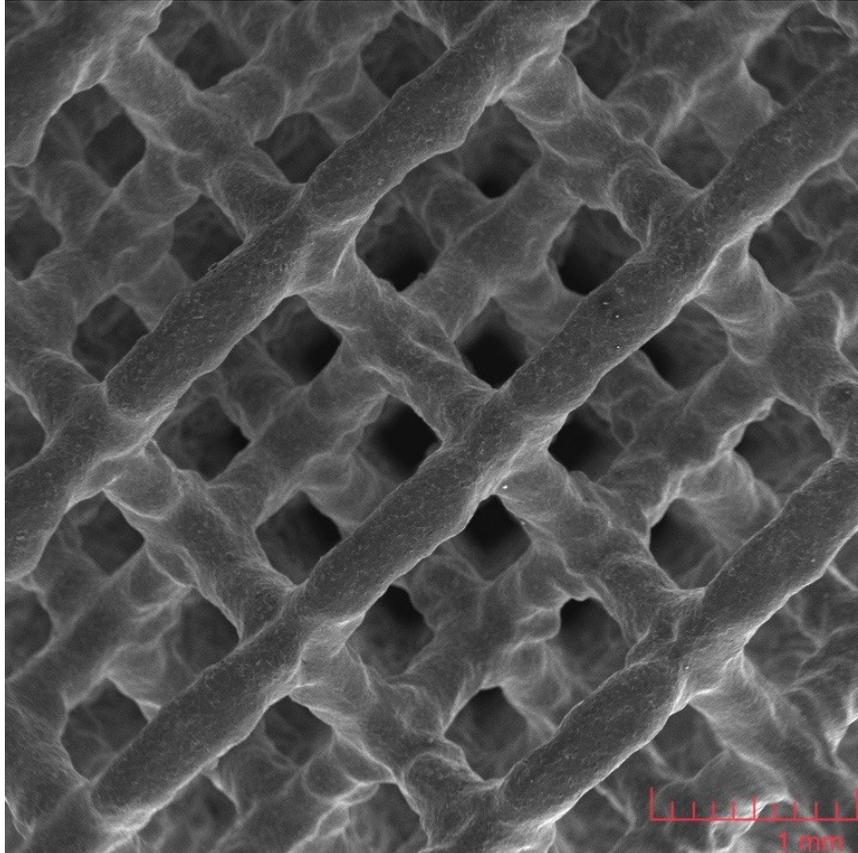
Infatti, è molto più evidente la differenza della composizione chimica, all'interno della struttura reticolare, in quanto le macchioline nere indicate dalle frecce sono molto evidenti con un ingrandimento maggiore. Inoltre, facendo delle misurazioni degli struts si può vedere che sono di grandezze molto simili tra loro, in quanto gli spessori si aggirano tutti tra i 300  $\mu\text{m}$  e i 320  $\mu\text{m}$ . Questa omogeneità nelle misurazioni effettuate conferisce intrinsecamente alla struttura una certa stabilità strutturale ed indica una crescita del componente stabile ed omogenea.



*Figura 5.9*, immagine al SEM con elettroni retrodiffusi BSE

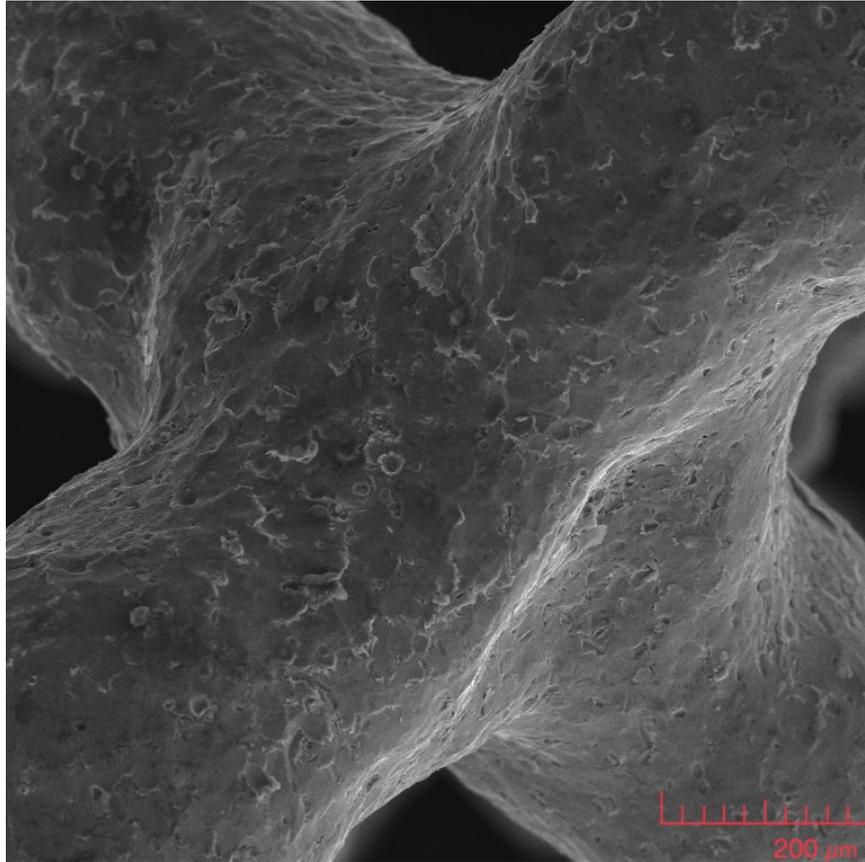
Facendo una scansione con gli elettroni secondari SE si possono estrapolare le informazioni relative alla morfologia dello scaffold.

Dalla *figura 5.10* risulta che la superficie presenta una buona rugosità il che potrebbe essere dovuto al fatto che il campione è stato sottoposto ad un trattamento di pallinatura.



*figura 5.10*, immagine al SEM con elettroni secondari SE

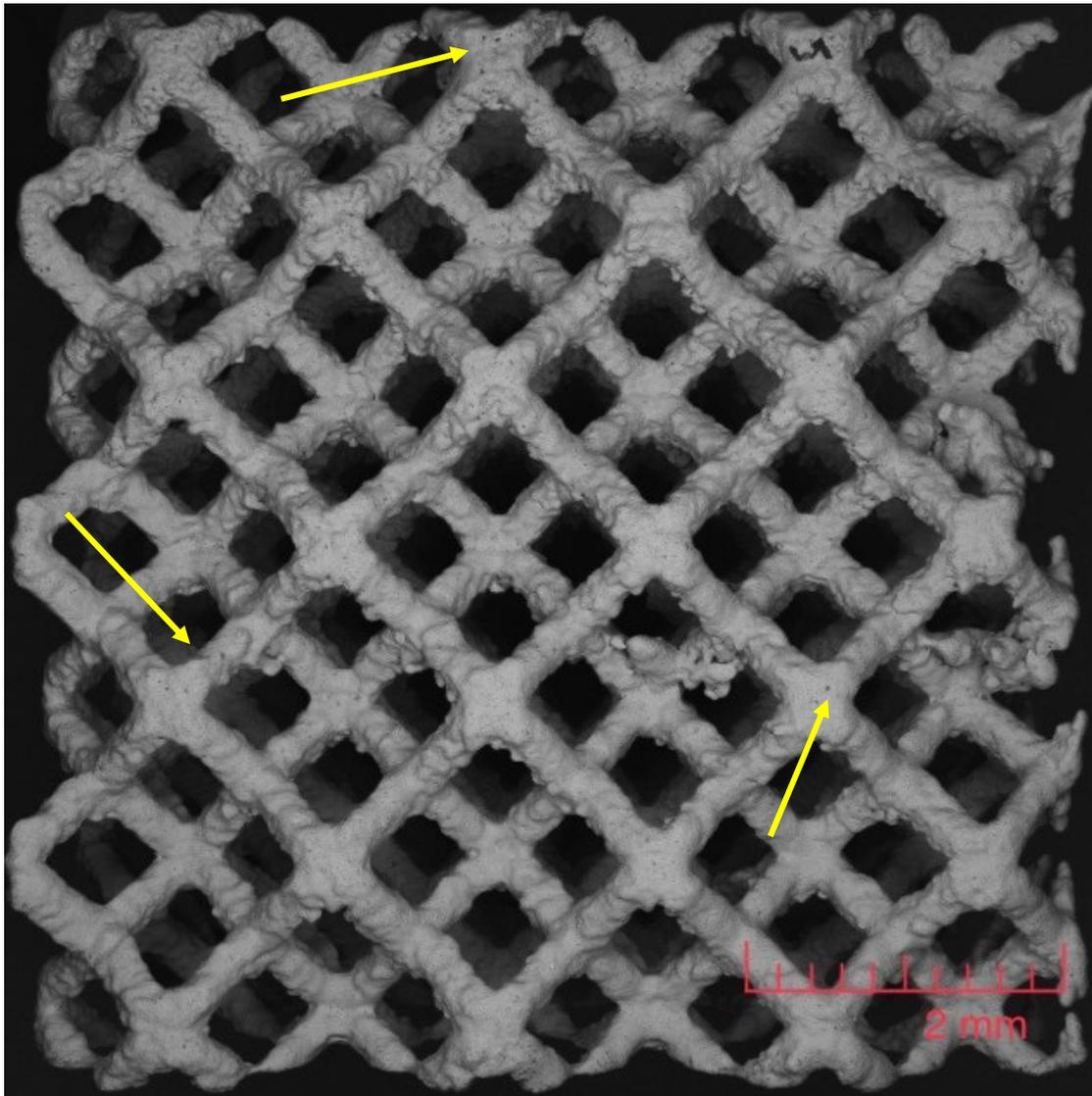
Ingrandendo ulteriormente possiamo dire con certezza che il campione è stato sottoposto ad un trattamento di pallinatura, infatti l'immagine (*figura 5.11*) mostra che gli struts sono caratterizzati da una superficie rugosa con crateri che conferma il trattamento meccanico di pallinatura.



*figura 5.11*, immagine al SEM con elettroni secondari SE

Il secondo preso in analisi è stato lo scaffold con struttura reticolare rombododecaedrica (*figura 5.8*), anche in questo caso è stata fatta una prima scansione con elettroni retrodiffusi BSE che ne ha fornito le informazioni preliminari sulla composizione e sulla distribuzione degli elementi.

Anche qui, nonostante il basso ingrandimento si può già fare una prima descrizione dello scaffold visionato nella *figura 5.12*.

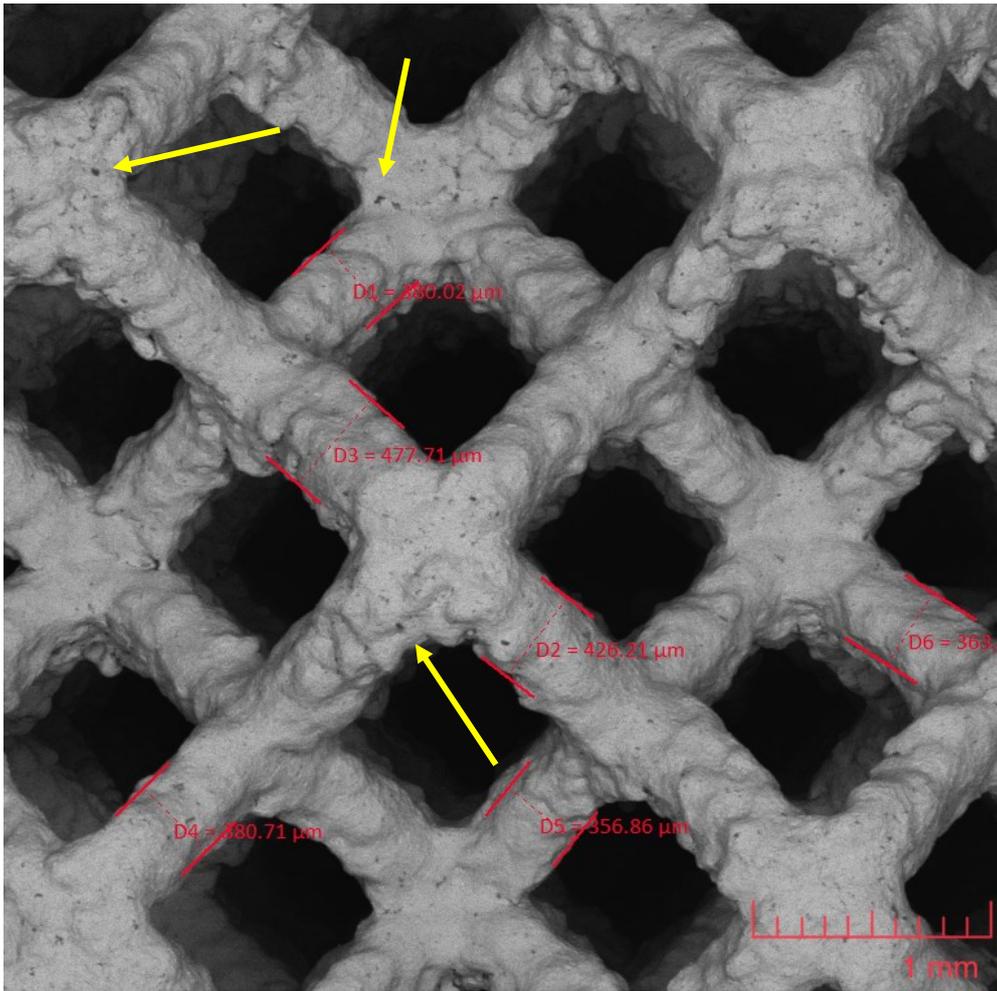


*figura 5.12*, immagine al SEM con elettroni retrodiffusi BSE

Da una prima visione si può apprezzare la struttura reticolare è rombo-dodecaedrica; inoltre salta subito all'occhio la superficie, che si presenta come rugosa e irregolare con evidenti protuberanze dovute all'accumulo di materiale. In alcuni punti caratteristici della struttura stessa si possono ottenere delle prime informazioni sulla composizione; infatti, se si fa attenzione alle frecce risulta evidente la differenza di composizione chimica legata al diverso contrasto/tono di grigio in alcuni punti. Si può osservare

inoltre che, a differenza del campione precedentemente analizzato, gli struts nel caso in esame hanno spessori non omogenei tra loro. Infatti, accumuli di materiale metallico si notano nei nodi, ovvero nei punti di incrocio tra diversi struts e sono quindi legati alla geometria della struttura realizzata. Inoltre, si riscontra anche la presenza di alcuni accumuli anomali nelle singole struts; questi sono da imputare alla strategia di fabbricazione e ai parametri di processi utilizzati durante la stampa 3D.

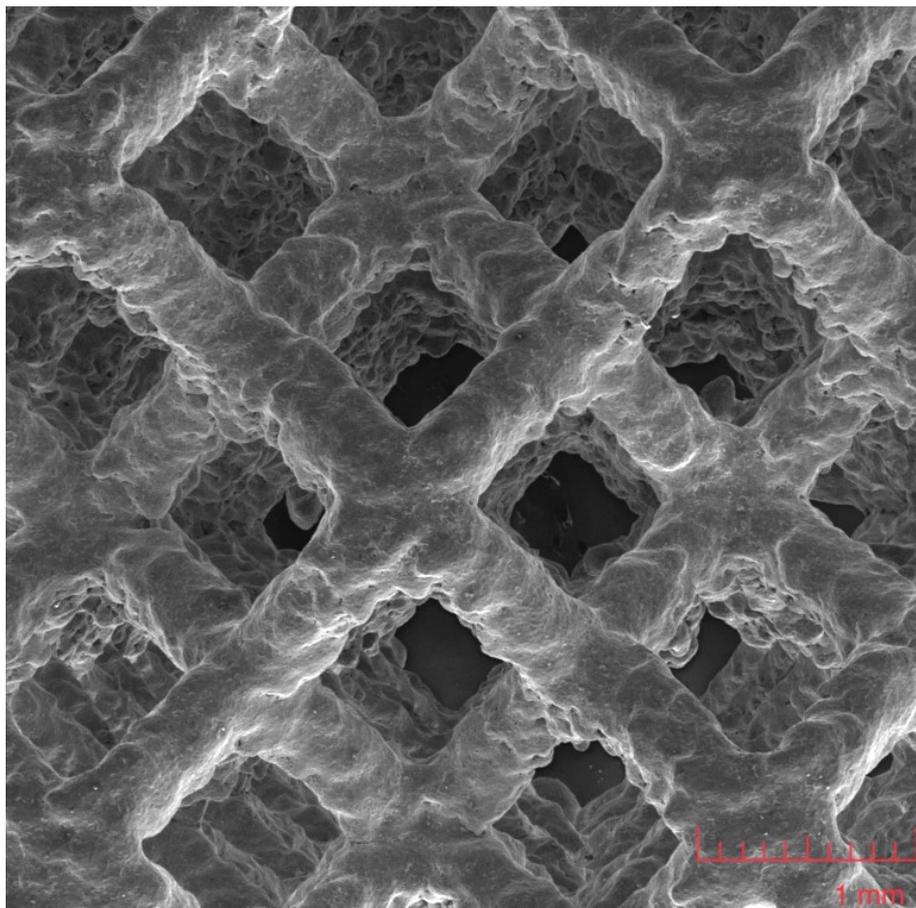
Lavorando ad un ingrandimento maggiore e utilizzando sempre la scansione con gli elettroni retrodiffusi BSE (*figura 5.13*), si può vedere meglio la differenza di composizione chimica in diversi punti della struttura. Inoltre, possiamo anche vedere dalle misurazioni effettuate che le grandezze degli struts sono molto diverse tra loro. Infatti, il range di spessore varia da circa 350  $\mu\text{m}$  a circa 470  $\mu\text{m}$ , il che conferma la disomogeneità riscontrata durante una prima investigazione tramite scansione SEM dello scaffold.



*figura 5.13*, immagine al SEM con elettroni retrodiffusi BSE

Anche per lo scaffold con la struttura reticolare rombo-dodecaedrica cambiando da elettroni BSE a elettroni secondari SE si possono estrapolare le informazioni relative alla morfologia superficiale.

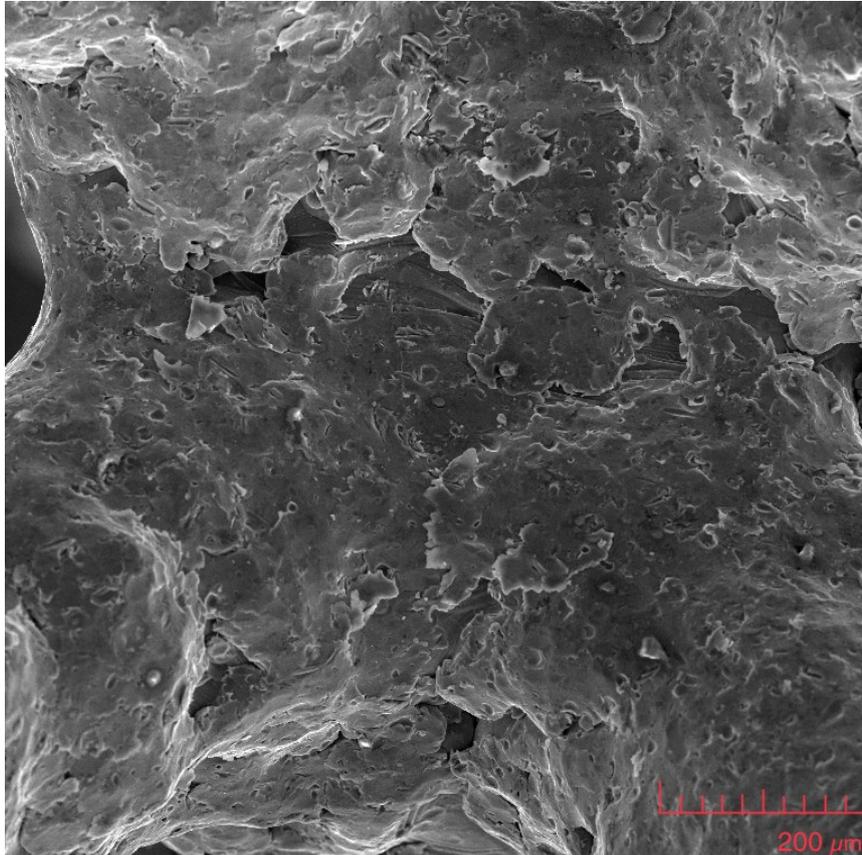
Dalla *figura 5.14* risulta che la superficie presenta delle zone di avvallamento che la rendono molto discontinua.



*figura 5.14*, immagine al SEM con elettroni secondari SE

Facendo infine un ulteriore ingrandimento (*figura 5.15*) possiamo vedere anche come la superficie sia caratterizzata da numerose creste che ne peggiorano notevolmente la rugosità. Noti sono anche i crateri che

caratterizzano la superficie dovuti ad un trattamento termico superficiale di pallinatura.



*figura 5.15, immagine al SEM con elettroni secondari SE*

## **5.2.2 Microanalisi tramite sonda EDS**

Nel paragrafo precedente attraverso la scansione al SEM con gli elettroni retrodiffusi è stato possibile visualizzare le zone in cui la composizione chimica cambia, con la microanalisi invece siamo risaliti direttamente alle percentuali in peso dei vari metalli, lo scopo della microanalisi, infatti, è rappresentare la composizione media e verificare l'uniformità della lega risalendo con i dati ad eventuali anomalie dovute ad impurità. Così facendo eseguiamo anche un controllo sulla qualità della lega.

Anche qui come per la scansione al SEM abbiamo analizzato prima lo scaffold con struttura a diamante e successivamente quello con struttura rombododecaedrica, l'analisi micrometrica è stata eseguita con un ingrandimento a 200x.

Analisi scaffold struttura a diamante.

### Area 1 struttura a diamante:

Nella prima area analizzata abbiamo i seguenti dati (*tabella 5.1*)

Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label
Al	K series	3.67	0.02636	10.26	0.44	16.90	Al2O3
Ti	K series	48.48	0.48479	85.59	0.57	79.47	Ti
V	K series	2.33	0.02334	4.16	0.42	3.63	V
Total				100.00		100.00	

*tabella 5.1*, tabella dati prima area scannerizzata della struttura a diamante

### Area 2 struttura a diamante:

Nella seconda area analizzata abbiamo i seguenti dati (*tabella 5.2*)

Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label
Al	K series	2.61	0.01873	9.48	0.49	15.72	Al2O3
Ti	K series	37.67	0.37668	85.94	0.64	80.26	Ti
V	K series	1.99	0.01989	4.58	0.48	4.02	V
Total				100.00		100.00	

*tabella 5.2*, tabella dati seconda area scannerizzata della struttura a diamante

### Area 3 struttura a diamante:

Nella terza area analizzata abbiamo i seguenti dati (tabella 5.3)

Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label
Al	K series	3.81	0.02737	9.41	0.41	15.61	Al2O3
Ti	K series	56.12	0.56124	87.02	0.53	81.26	Ti
V	K series	2.28	0.02280	3.57	0.39	3.13	V
Total				100.00		100.00	

tabella 5.3, tabella dati terza area scannerizzata della struttura a diamante

Arrivati a questo punto, calcolando la media e deviazione dei singoli elementi in peso è possibile fare un controllo sulla qualità della lega e l'affidabilità del materiale.

Media elementi:

- Alluminio

$$M_{Al} = \frac{\%Al \text{ area1} + \%Al \text{ area2} + \%Al \text{ area3}}{3} = \frac{16.90 + 15.72 + 15.61}{3} = 16.07\%$$

- Titanio

$$M_{Ti} = \frac{\%Ti \text{ area1} + \%Ti \text{ area2} + \%Ti \text{ area3}}{3} = \frac{79.47 + 80.26 + 81.26}{3} = 80.33\%$$

- Vanadio

$$M_V = \frac{\%V \text{ area1} + \%V \text{ area2} + \%V \text{ area3}}{3} = \frac{3.63 + 4.02 + 3.13}{3} = 3.59\%$$

Deviazione standard:

- Alluminio

Media:

$$M_{Al} = \frac{\%Al \text{ area1} + \%Al \text{ area2} + \%Al \text{ area3}}{3} = \frac{16.90 + 15.72 + 15.61}{3} = 16.07\%$$

Scarti dalla media:

1)  $16.90 - 16.07 = 0.83$

2)  $15.72 - 16.07 = -0.35$

3)  $15.61 - 16.07 = -0.46$

Somma degli scarti quadratici:

$$(0.83)^2 + (-0.35)^2 + (-0.46)^2 = 1.023$$

Varianza:

$$\sigma^2 = \frac{1.023}{3 - 1} = \frac{1.023}{2} = 0.51$$

Deviazione standard:

$$\sigma = \sqrt{0.51} = 0.71\%$$

- Titanio

Media:

$$M_{Ti} = \frac{\%Ti \text{ area1} + \%Ti \text{ area2} + \%Ti \text{ area3}}{3} = \frac{79.47 + 80.26 + 81.26}{3} = 80.33\%$$

Scarti dalla media:

$$1) 79.47-80.33=-0.86$$

$$2) 80.26-80.33=-0.07$$

$$3) 81.26-80.33=0.93$$

Somma degli scarti quadratici:

$$(-0.86)^2 + (-0.07)^2 + (0.93)^2 = 1.61$$

Varianza:

$$\sigma^2 = \frac{1.61}{3-1} = \frac{1.61}{2} = 0.87$$

Deviazione standard:

$$\sigma = \sqrt{0.87} = 0.89\%$$

- Vanadio

Media:

$$M_v = \frac{\%V \text{ area1} + \%V \text{ area2} + \%V \text{ area3}}{3} = \frac{3.63 + 4.02 + 3.13}{3} = 3.59\%$$

Scarti dalla media:

$$1) 3.63-3.59=0.04$$

$$2) 4.02-3.59=0.43$$

$$3) 3.13-3.59=-0.46$$

Somma degli scarti quadratici:

$$(0.04)^2 + (0.43)^2 + (-0.46)^2 = 0.39$$

Varianza:

$$\sigma^2 = \frac{0.39}{3 - 1} = \frac{0.39}{2} = 0.2$$

Deviazione standard:

$$\sigma = \sqrt{0.2} = 0.44\%$$

Quindi, ricapitolando:

Alluminio

- Media: 16,07%
- Deviazione standard: 0,71%

La deviazione standard di 0,71% indica una distribuzione relativamente uniforme dell'alluminio tra i campioni esaminati. Questo è un segnale positivo per la qualità del processo di fabbricazione, che garantisce omogeneità e consistenza nelle proprietà finali del materiale.

Titanio

- Media: 80,33%
- Deviazione standard: 0,89%

La deviazione standard di 0,89% è leggermente più alta rispetto a quella dell'alluminio, ma è comunque abbastanza bassa da indicare una buona uniformità di distribuzione del titanio. Un'alta uniformità è fondamentale per mantenere le proprietà meccaniche desiderate su tutta la struttura.

## Vanadio

- Media: 3,59%
- Deviazione standard: 0,44%

La deviazione standard di 0,44% è la più bassa tra i tre elementi analizzati, indicando un'ottima uniformità di distribuzione del vanadio tra i campioni. La presenza uniforme del vanadio è importante per garantire che la lega abbia buone proprietà di durezza e resistenza alla deformazione.

Passiamo ora alla struttura rombo-dodecaedrica.

## Area 1 struttura a rombo-dodecaedrica:

Nella prima area analizzata abbiamo i seguenti dati (*tabella 5.4*)

Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label
Al	K series	2.94	0.02113	8.33	0.40	13.92	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Ti	K series	50.03	0.50034	88.03	0.54	82.86	Ti
V	K series	2.05	0.02053	3.65	0.40	3.23	V
Total				100.00		100.00	

*tabella 5.4*, tabella dati prima area scannerizzata della struttura a rombo - dodecaedrica

## Area 2 struttura a rombo-dodecaedrica:

Nella seconda area analizzata abbiamo i seguenti dati (*tabella 5.5*)

Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label
Al	K series	2.99	0.02148	7.60	0.37	12.76	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Ti	K series	56.60	0.56596	88.83	0.50	84.06	Ti
V	K series	2.25	0.02255	3.57	0.38	3.18	V
Total				100.00		100.00	

*tabella 5.5*, tabella dati seconda area scannerizzata della struttura a rombo -  
dodecaedrica

## Area 3 struttura a rombo-dodecaedrica:

Nella terza area analizzata abbiamo i seguenti dati (*tabella 5.6*)

Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label
Al	K series	3.62	0.02600	8.26	0.36	13.81	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Ti	K series	62.00	0.62004	87.85	0.48	82.74	Ti
V	K series	2.72	0.02723	3.89	0.36	3.45	V
Total				100.00		100.00	

*tabella 5.6*, tabella dati terza area scannerizzata della struttura a rombo -  
dodecaedrica

Anche per la struttura rombo-dodecaedrica calcoliamo la media e la deviazione standard.

Media elementi:

- Alluminio

$$M_{Al} = \frac{\%Al \text{ area1} + \%Al \text{ area2} + \%Al \text{ area3}}{3} = \frac{13.92 + 12.76 + 13.81}{3} = 13.49\%$$

- Titanio

$$M_{Ti} = \frac{\%Ti \text{ area1} + \%Ti \text{ area2} + \%Ti \text{ area3}}{3} = \frac{82.86 + 84.06 + 82.74}{3} = 83.22\%$$

- Vanadio

$$M_V = \frac{\%V \text{ area1} + \%V \text{ area2} + \%V \text{ area3}}{3} = \frac{3.23 + 3.18 + 3.45}{3} = 3.28\%$$

Deviazione standard:

- Alluminio

Media:

$$M_{Al} = \frac{\%Al \text{ area1} + \%Al \text{ area2} + \%Al \text{ area3}}{3} = \frac{13.92 + 12.76 + 13.81}{3} = 13.49\%$$

Scarti dalla media:

1)  $13.92 - 13.49 = 0.43$

2)  $12.76 - 13.49 = -0.73$

3)  $13.81 - 13.49 = 0.32$

Somma degli scarti quadratici:

$$(0.43)^2 + (-0.73)^2 + (0.32)^2 = 0.82$$

Varianza:

$$\sigma^2 = \frac{0.82}{3-1} = \frac{0.82}{2} = 0.41$$

Deviazione standard:

$$\sigma = \sqrt{0.41} = 0.64\%$$

- Titanio

Media:

$$M_{Ti} = \frac{\%Ti \text{ area1} + \%Ti \text{ area2} + \%Ti \text{ area3}}{3} = \frac{82.86 + 84.06 + 82.74}{3} = 83.22\%$$

Scarti dalla media:

$$1) 82.86 - 83.22 = -0.36$$

$$2) 84.06 - 83.22 = 0.84$$

$$3) 82.74 - 83.22 = -0.48$$

Somma degli scarti quadratici:

$$(-0.36)^2 + (0.84)^2 + (-0.48)^2 = 1.2$$

Varianza:

$$\sigma^2 = \frac{1.2}{3-1} = \frac{1.2}{2} = 0.6$$

Deviazione standard:

$$\sigma = \sqrt{0.6} = 0.77\%$$

- Vanadio

Media:

$$M_v = \frac{\%V \text{ area1} + \%V \text{ area2} + \%V \text{ area3}}{3} = \frac{3.23 + 3.18 + 3.45}{3} = 3.28\%$$

Scarti dalla media:

1)  $3.23 - 3.28 = -0.05$

2)  $3.18 - 3.28 = -0.1$

3)  $3.45 - 3.28 = 0.17$

Somma degli scarti quadratici:

$$(-0.05)^2 + (-0.1)^2 + (0.17)^2 = 0.04$$

Varianza:

$$\sigma^2 = \frac{0.04}{3 - 1} = \frac{0.04}{2} = 0.02$$

Deviazione standard:

$$\sigma = \sqrt{0.02} = 0.14\%$$

La deviazione standard relativamente bassa per tutti e tre gli elementi suggerisce che la composizione della lega è ben controllata. Ciò indica che durante il processo di fabbricazione, gli elementi leganti sono stati mescolati in modo omogeneo, garantendo una distribuzione uniforme degli elementi in tutto il materiale. Una bassa deviazione standard è fondamentale per assicurare che le proprietà meccaniche e fisiche della lega siano coerenti e prevedibili tra i vari lotti prodotti.

## 6. Conclusioni

Il presente lavoro di tesi ha analizzato la lega Ti-6Al-4V i cui provini sono stati realizzati mediante il processo additivo di Powder Bed Fusion (PBF). Lo scopo dello studio è stato quello di analizzare la struttura dei campioni e la distribuzione dei materiali, valutandone le proprietà.

La prima parte della tesi è dedicata alla spiegazione delle varie tipologie e caratteristiche di AM, con approfondimento sulla PBF.

Mentre la seconda parte dell'elaborato ha avuto come scopo l'approfondimento delle leghe di titanio con particolare focus sulla lega Ti6Al4V e delle geometrie delle celle elementari che compongono i provini prodotti per Additive Manufacturing.

La parte finale invece è dedicata allo studio dei risultati ottenuti dopo aver analizzato i campioni al laboratorio con il SEM e successivamente con una microanalisi EDS.

In seguito alle analisi condotte al laboratorio abbiamo ottenuto risultati significativi riguardo alla microstruttura e alla composizione del materiale. Attraverso le indagini effettuate mediante microscopio elettronico a scansione (SEM) e microanalisi EDS, è stato possibile approfondire le caratteristiche superficiali e chimiche della lega dopo il processo di manifattura additiva e le successive lavorazioni superficiali, come la pallinatura.

L'osservazione al SEM ha mostrato una superficie caratterizzata da una notevole rugosità e irregolarità. La struttura tridimensionale ottenuta tramite AM presenta asperità sia in quella a diamante sia nella struttura rombo-

dodecaedrica, dovute ai processi di deposizione e fusione strato su strato. Queste irregolarità possono essere influenzate dalla tecnica di produzione utilizzata, dai parametri di processo, e dai trattamenti superficiali applicati, come la pallinatura, che ha contribuito a ridurre la porosità superficiale e a migliorare le proprietà meccaniche del provino, aumentando la resistenza a fatica.

Le misurazioni della composizione elementare mediante EDS hanno confermato la presenza degli elementi principali della lega Ti6Al4V: titanio (Ti), alluminio (Al) e vanadio (V). La deviazione standard relativamente contenuta per ciascun elemento indica una distribuzione omogenea della composizione chimica nei campioni analizzati, evidenziando l'alta qualità del processo di manifattura additiva. Tuttavia, piccole variazioni locali possono essere attribuite alle micro-irregolarità superficiali o alle condizioni di raffreddamento durante il processo di stampa 3D.

I risultati ottenuti sono coerenti con le specifiche tipiche della lega Ti6Al4V, che è largamente utilizzata in applicazioni ingegneristiche avanzate, in particolare nel settore aerospaziale e in quello biomedicale. La combinazione di resistenza meccanica, leggerezza e resistenza alla corrosione rende questa lega particolarmente adatta a queste applicazioni.

In conclusione, le analisi condotte evidenziano come il laser powder bed fusion sia una tecnica efficace per produrre componenti complessi in Ti6Al4V, mantenendo una composizione uniforme e fornendo opportunità di miglioramento delle proprietà superficiali tramite trattamenti post-processo. Questi risultati offrono valide prospettive per l'applicazione industriale della tecnologia nel campo della produzione di componenti metallici di alta precisione.

## 7. Riferimenti bibliografici

[1] [https://www.roboze.com/it/risorse/introduzione-all-additive-manufacturing-definizione-come-funziona\\_applicazioni.html](https://www.roboze.com/it/risorse/introduzione-all-additive-manufacturing-definizione-come-funziona_applicazioni.html)

[2] <https://www.meccanicaneews.com/additive-manufacturing/>

[3] <https://www.roboze.com/it/risorse/introduzione-all-additive-manufacturing-definizione-come-funziona-applicazioni.html>

[4] Tesi di laurea Magistrale politecnico torino “L’adozione dell’Additive Manufacturing nel settore della componentistica auto e il suo impatto sulle performance aziendali”

[5] <https://www.3ds.com/it/make/guide/process/powder-bed-fusion>

[6] <https://www.3dnatives.com/en/direct-metal-laser-sintering100420174-2/>

[7] <https://www.treccani.it/enciclopedia/titanio/>

[8] [https://www.tritaniacookware.com/blogs/blog/il-titanio-e-un-metallo-sorprendente-scopriamone-la-storia-e-le-caratteristiche-peculiari#:~:text=Il%20titanio%20fu%20scoperto%20relativamente,ferro%20e%20titanio%20\(FeTiO3\).](https://www.tritaniacookware.com/blogs/blog/il-titanio-e-un-metallo-sorprendente-scopriamone-la-storia-e-le-caratteristiche-peculiari#:~:text=Il%20titanio%20fu%20scoperto%20relativamente,ferro%20e%20titanio%20(FeTiO3).)

[9] <https://www.mecolpress.com/il-titanio-e-le-sue-propriet%C3%B2essere%20passivato,ambienti%20marini%20e%20applicazioni%20biomedicali.>

[10] <https://www.totalmateria.com/it/propriet%C3%B2propriet%C3%B2del-titanio/>

- [11] “Il comportamento dei metalli ad alta temperatura” -La Metallurgia Italiana-9-S. Spigarelli
- [12] [https://it.wikipedia.org/wiki/Leghe\\_di\\_titanio](https://it.wikipedia.org/wiki/Leghe_di_titanio)
- [13] <https://www.tag.it/le-leghe-di-titanio-la-classificazione/>
- [14] <https://en.wikipedia.org/wiki/Ti-6Al-4V>
- [15] <https://www.additivalab.com/it/materiali/lega-di-titanio-ti6al4v/>
- [16] F. Cardarelli, Materials Handbook: A Concise Desktop Reference - Second Edition, New York: Springer, 2008.
- [17] <https://www.mdpi.com/2076-3417/10/18/6374#B20-applsci-10-06374>
- [18] <https://www.mdpi.com/2226-4310/8/8/207>
- [19] <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0264127519305751#bb0690>
- [20] [https://issuu.com/aimnet3/docs/aim\\_febbraio2023\\_paginesingole](https://issuu.com/aimnet3/docs/aim_febbraio2023_paginesingole)
- [21] [https://www.treccani.it/enciclopedia/lunghezza-donda\\_\(Enciclopedia-Italiana\)/](https://www.treccani.it/enciclopedia/lunghezza-donda_(Enciclopedia-Italiana)/)
- [22] <https://www.alfatest.it/tecniche/sem-microscopia-elettronica-scansione/>
- [23] <https://www.ct.ingv.it/index.php/risorse-e-servizi/laboratori/107-laboratorio-microscopia-elettronica-a-scansione-sem-e-microanalisi-eds>
- [24] [https://learn.univpm.it/pluginfile.php/795666/mod\\_resource/content/0/Sett4\\_Lezione6\\_ColonnaSEM\\_2022.pdf](https://learn.univpm.it/pluginfile.php/795666/mod_resource/content/0/Sett4_Lezione6_ColonnaSEM_2022.pdf)

[25]chromeextension://efaidnbmnnnibpcajpcgglefindmkaj/https://learn.univpm.it/pluginfile.php/795668/mod\_resource/content/0/Sett5\_Lezione8\_P  
reparazione-Frattografia\_2022.pdf

[26] <https://www.classedil.it/blog/analisi-al-microscopio-elettronico-sem-eds>

Ringrazio il mio relatore, la professoressa Eleonora Santecchia e il mio correlatore, la professoressa Maria Laura Gatto, per la disponibilità e l'aiuto dimostratomi.