



UNIVERSITÀ POLITECNICA DELLE MARCHE
FACOLTÀ DI INGEGNERIA

Corso di Laurea Triennale in Ingegneria Meccanica

**MODIFICHE MICROSTRUTTURALI INDOTTE DA TRATTAMENTI
TERMICI SU CAMPIONI BULK IN ACCIAIO INOSSIDIBILE FABBRICATI
TRAMITE ADDITIVE MANUFACTURING**

**MICROSTRUCTURAL MODIFICATIONS INDUCED BY HEAT
TREATMENTS ON STAINLESS STEEL BULK SAMPLES FABRICATED BY
ADDITIVE MANUFACTURING**

Relatore: Prof.ssa
Eleonora Santecchia

Tesi di Laurea di:
Tommaso Montesi

Correlatore: Prof.
Alberto Santoni

A.A. 2022/2023

Sommario

INTRODUZIONE	1
1. ADDITIVE MANUFACTURING	3
1.1 INTRODUZIONE ADDITIVE MANUFACTURING	3
1.2 CENNI STORICI ADDITIVE MANUFACTURING	3
1.3 VANTAGGI E SVANTAGGI ADDITIVE MANUFACTURING	4
1.4 TECNOLOGIE DI ADDITIVE MANUFACTURING PER METALLI	5
1.5 LASER POWDER BED FUSION (LPBF)	6
2 ACCIAI AUSTENITICI	8
2.1 DEFINIZIONE ACCIAIO AUSTENITICO	8
2.2 ACCIAIO INOSSIDABILE AUSTENITICO 316L	9
2.3 CONFRONTO MICROSTRUTTURA 316L PRODOTTO PER LPBF E TECNICHE DI PRODUZIONE TRADIZIONALE	10
2.4 ANALISI DEI DIFETTI NEI CAMPIONI 316L LPBF AS BUILT	12
2.5 ANALISI MICROSTRUTTURALE 316L LPBF	13
2.6 PROPRIETA' MECCANICHE	14
2.7 ANISOTROPIA	16
2.8 TRATTAMENTI TERMICI	18
2.8.1 TRATTAMENTO TERMICO DI RICOTTURA	19
2.9 EFFETTO TRATTAMENTO TERMICO SULLA MICROSTRUTTURA del 316L	20
2.10 VARIAZIONI PROPRIETA' MECCANICHE IN SEGUITO A TRATTAMENTO TERMICO	24
2.11 VARIAZIONE MICRODUREZZE IN SEGUITO A TRATTAMENTO TERMICO	25
2.12 CONFRONTO TRA CAMPIONI LPBF E PRODOTTI CON TECNICHE TRADIZIONALI IN SEGUITO A TRATTAMENTO TERMICO	26
3 PROCEDURE SPERIMENTALI	28
3.1 PREPARAZIONE METALLOGRAFICA DEL CAMPIONE	28
3.2 MICROSCOPIO OTTICO	32
3.2.1 CARATTERIZZAZIONE DEI VUOTI	33
3.3 PROVE DI MICRODUREZZA	34
4 RISULTATI	37
4.1 ANALISI DELLE POROSITA'	37
4.2 ANALISI MICROSTRUTTURALE	41

4.3 ANALISI MICRODUREZZE	48
CONCLUSIONE.....	53
Bibliografia.....	56

INTRODUZIONE

Il seguente lavoro è finalizzato alla determinazione e caratterizzazione delle modifiche microstrutturali e meccaniche indotte da trattamenti termici su campioni bulk in acciaio inossidabile 316L prodotti per Additive Manufacturing, in particolare per fusione a letto di polvere e per tecniche di produzione tradizionale, ovvero per trafilatura.

Lo scopo principale, dunque, è stato quello di mettere in evidenza il diverso comportamento dei due prodotti dopo trattamento termico, andando a visualizzare i difetti e la microstruttura, tramite il microscopio ottico, ed infine effettuando delle prove di micro-durezza per ottenere informazioni sulle proprietà meccaniche.

Lo studio è stato eseguito su 4 campioni; 2 prodotti tramite additive manufacturing (LPBF), considerando la sezione XY, parallelo al piano di stampa, e la sezione YZ, perpendicolare al piano di stampa, entrambi sottoposti a trattamento termico, mentre gli altri 2 prodotti per estrusione di cui uno trattato termicamente e l'altro no.

I campioni trattati sono stati sottoposti al trattamento termico di ricottura, ovvero riscaldamento a 1150 gradi per due ore e raffreddamento in aria.

Tutti i campioni sono stati sottoposti ad inglobatura tramite resina termoplastica, assottigliamento meccanico alla lappatrice con carte abrasive a diversa granulometria, lucidatura meccanica con panno abrasivo, lubrificante e pasta diamantata ed infine attacco chimico avente come obiettivo quello di osservare i dettagli della microstruttura.

Sono state acquisite immagini al microscopio ottico a diversi ingrandimenti subito dopo la lucidatura, al fine di mettere in evidenza eventuali difetti come porosità, soffiature, cricche e inclusioni, e subito dopo attacco chimico per evidenziare i bordi di grano, geminati, linee di flusso ecc.

Il presente lavoro si suddivide in una prima parte introduttiva che è mirata allo studio dello stato dell'arte inerente all'additive manufacturing andando a presentare i vantaggi e svantaggi di questa tecnica ed illustrando le varie tecnologie di stampa per materiali metallici soffermando l'attenzione principalmente sulla tecnologia di fusione a letto di polvere con sorgente laser (LPBF); una breve descrizione dell'acciaio 316L cercando di mettere a confronto le proprietà meccaniche e la microstruttura tra acciai austenitici

prodotti con tecniche tradizionali e con tecniche additive; infine dei cenni ai tipici trattamenti termici che vengono solitamente utilizzati per trattare i prodotti di questa tecnica di formatura focalizzando l'attenzione sulle variazioni microstrutturali e delle proprietà meccaniche indotte da questi trattamenti.

In seguito, viene introdotta la procedura sperimentale effettuata, mostrando i risultati ottenuti in termini di difettosità presente nei vari campioni, attraverso la caratterizzazione delle porosità, in termini di microstruttura e di microdurezza, disponendo quindi di dati quantitativi.

1. ADDITIVE MANUFACTURING

1.1 INTRODUZIONE ADDITIVE MANUFACTURING

L'Additive manufacturing, conosciuto anche come stampa 3D o prototipazione rapida, secondo la definizione data da ASTM [1] (American Society for Testing and Materials), è “il processo di fusione dei materiali per creare oggetti tridimensionali a partire da modelli CAD, di solito con approccio strato su strato, in opposizione ai metodi produttivi di tipo sottrattivo tradizionali”.

Questa modalità di produzione è applicabile a tutte le classi di materiali inclusi metalli, ceramiche, polimeri e compositi.

Dunque, la manifattura additiva è una modalità produttiva che, utilizzando tecnologie anche molto diverse tra loro, consente la realizzazione di componenti aventi geometria complessa e personalizzabile, generando e sommando strati successivi di materiale, riducendo al minimo gli scarti dello stesso; ciò in contrasto con quanto accade in molte tecnologie della produzione tradizionale in cui si procede per sottrazione dal pieno (tornitura, fresatura, ecc.).

1.2 CENNI STORICI ADDITIVE MANUFACTURING

Le prime tecnologie di stampa 3D sono comparse alla fine degli anni '80, periodo in cui venivano chiamate tecnologie di Prototipazione rapida (RP). Questo nome è dovuto al fatto che in origine tale tecnologia era stata concepita come un metodo veloce, efficace ed economico per la creazione di prototipi per lo sviluppo di prodotti all'interno del settore. Il primo brevetto per la tecnologia di stampa 3D è stato depositato nel 1986, ed apparteneva a Charles Hull, inventore della macchina per la stereolitografia (SLA) nel 1983 [2].

Negli ultimi anni l'utilizzo di questa tecnologia si è ampliata notevolmente grazie alla possibilità di “stampare” oggetti di maggiori dimensioni, in una gamma assai più ampia di materiali (es plastica, metallo, ceramica, cera, gesso, materiali compositi, ecc.), caratterizzate da prestazioni sempre più alte, con tempi di produzione ridotti rispetto al passato.

1.3 VANTAGGI E SVANTAGGI ADDITIVE MANUFACTURING

I vantaggi dell'Additive Manufacturing vengono rivelati dalla stessa definizione data dallo standard ASTM. L'approccio classico di tipo sottrattivo si basa su processi dove il materiale viene rimosso a partire da un pezzo di partenza per ottenere l'oggetto finale, mentre nel caso dell'AD utilizza solo il materiale strettamente necessario alla creazione del pezzo.

Questo, unito al fatto che il materiale in eccesso può essere riciclato, riduce di molto lo spreco di materia con conseguente risparmio sui costi ed impatto ambientale. L'altro vantaggio dell'AD rispetto all'approccio classico è la libertà di progettazione in quanto qualunque oggetto che sia progettabile con CAD può essere poi facilmente realizzabile, anche strutture molto complesse. L'utilizzo dell'AD, inoltre, comporta una riduzione del peso dell'oggetto grazie alla possibilità di deporre materiale solo dove necessario.

Infine, grazie all'elevata velocità di raffreddamento e alla ridotta dimensione dei grani le parti hanno proprietà meccaniche superiori a quelle di analoghe leghe ottenute da getti [3] (fonderia).

Tra i principali svantaggi vi invece il limitato numero di materiali utilizzabili e il ridotto volume delle parti prodotte (limiti geometrici). Inoltre, mentre la produzione sottrattiva tende a creare parti con un'ottima finitura che spesso non hanno bisogno di nessuna ulteriore elaborazione, i componenti prodotti utilizzando processi di Additive Manufacturing possiedono una scarsa finitura superficiale (elevata rugosità), dovendo dunque essere sottoposti a ulteriori trattamenti finali, comportando un aumento del tempo di produzione e dei costi. Infine, i prodotti ottenuti tramite questa tecnica presentano caratteristiche anisotrope, mostrando in particolare una differenza tra le proprietà lungo la direzione di crescita e il piano di deposizione.

Inoltre, a causa dell'elevata velocità di raffreddamento, se non si riesce a liberare il calore verso l'esterno si verranno a formare degli stress residui che dovranno essere rimossi sottoponendo il materiale a trattamenti termici successivi.

Un ulteriore limite dell'additive manufacturing è la presenza, nei campioni realizzati, di elevate porosità dovute principalmente ai parametri di processo [3].

1.4 TECNOLOGIE DI ADDITIVE MANUFACTURING PER METALLI

Il processo di Additive Manufacturing, come già precedentemente detto, venne introdotto nel 1986 da Charles Hull che brevettò la stereolitografia (SLA).

Questa tecnica prevede l'utilizzo di una vasca contenente una resina liquida fotosensibile dalla quale l'oggetto viene costruito strato per strato. Un fascio laser ultravioletto (UV) viene proiettato sulla superficie della resina consentendone la reticolazione secondo i dati forniti dallo strumento.

Dopo che ciascun singolo strato è stato completato la piattaforma di costruzione si muove verso il basso e il processo si ripete fino alla completa realizzazione del pezzo [4].

Le tecniche di Additive Manufacturing possono essere classificate in base ai materiali di partenza, alla forma di energia utilizzata e in base al modo in cui avviene la formazione del singolo strato.

Tra i vari materiali di partenza utilizzati abbiamo:

1. Polvere metallica; utilizza fascio elettronico o laser come fonte di energia e inoltre può essere a letto di polveri o a polveri iniettate.
2. Filo metallico; utilizza laser come fonte di energia
3. Lamine metalliche; utilizza laser o ultrasuono

La nostra analisi si concentrerà sulla produzione di componenti metallici, tramite AM, che sfrutta come materiale di partenza le polveri metalliche [5].

Quest'ultime possono essere sinterizzate o portate a fusione per mezzo di una fonte di energia, che può essere costituita da un fascio elettronico (EBM) o un fascio laser (SLS, LPBF, DED).

La sorgente di calore più utilizzata per questi scopi è il fascio laser, che viene impiegato come sorgente di calore di alta densità di potenza per far avvenire processi prima di sinterizzazione e poi di fusione. La realizzazione di componenti metallici attraverso la loro sinterizzazione mostra però alcune problematiche, come ad esempio minori proprietà meccaniche rispetto ai componenti realizzati mediante i classici processi di fusione, a causa di una parziale coalescenza tra le singole particelle.

Generalmente, le polveri commerciali per i processi sopra indicati (LPBF e EBM) hanno dimensioni che variano da circa 5 μm fino a 70 μm e devono essere di forma sferica per

poter garantire una buona capacità di scorrimento e deposizione in modo da ottenere un pezzo di piena densità a seguito della fusione della polvere stessa [5].

Al fine di ottenere polvere utilizzabile nei processi di AM tramite laser sono necessarie delle tecnologie molto costose come, per esempio, l'atomizzazione via gas.

Uno dei materiali più diffusi nel mercato, da cui poter ottenere componenti (AM) sfruttando come fonte di energia un fascio laser, è l'acciaio inossidabile 316L [5].

1.5 LASER POWDER BED FUSION (LPBF)

Il principio di funzionamento del sistema LPBF è schematizzato in Figura 1, dove viene mostrato come avviene il processo all'interno della camera di lavoro. Il fascio laser, una volta generato dalla sorgente, viene azionato mediante una testa a scansione, che consente velocità di movimentazione di circa qualche metro al secondo.

I principali sistemi LPBF presenti nel mercato sono caratterizzati da sorgenti laser in fibra attiva, che emettono la radiazione laser nel vicino infrarosso (circa 1 μm) generalmente in modo continuo nel tempo.

Esistono due principali tecniche usate allo scopo di fondere le polveri: scansione laser continua e modulata; nel primo caso l'energia del laser viene rilasciata in modo continuo, nel secondo si ricorre ad una serie di esposizioni sequenziali.

Le potenze utilizzate variano da 200 W a 400 W, mentre per configurazioni particolari il fascio laser può raggiungere 1 kW di potenza [5].

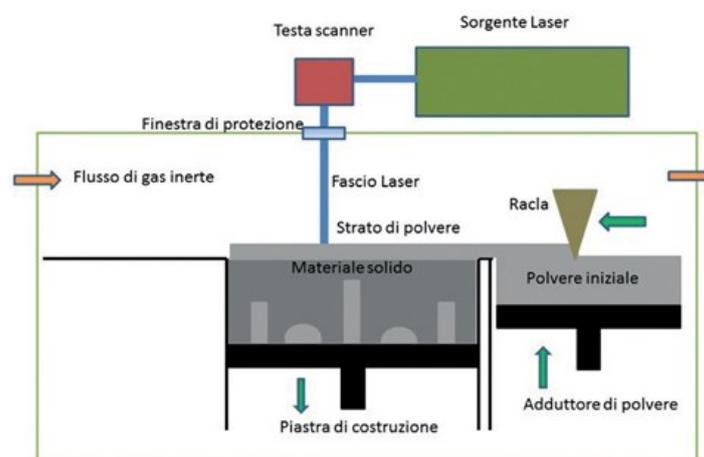


Figura 1 schematizzazione funzionamento LPBF [5]

Il fascio laser incide sul letto di polvere, depositato sulla piastra di costruzione mediante una racla posizionata lateralmente rispetto alla parte centrale della macchina. Il fascio laser porta a fusione la polvere esclusivamente dove il materiale deve essere costruito; dove invece il fascio laser non incide, la polvere rimane nello stato iniziale e tale zona rappresenta una parte del componente finale dove sarà presente una cavità. Una volta conclusa la scansione del fascio laser sullo strato di polvere, la piastra di costruzione verrà fatta scendere per una distanza circa pari a quella dello strato di polvere. A questo punto, la sequenza si ripete con la deposizione di un successivo strato di polvere e con la sua fusione localizzata, dove deve essere costruito il materiale. Tutto il processo laser avviene in atmosfera protetta di un gas inerte (es azoto o argon) per contenere la possibile ossidazione oppure altre contaminazioni del materiale, soprattutto durante la fusione.

Al termine del processo produttivo, la piastra di costruzione salirà nella sua posizione iniziale; a questo punto, è stato prodotto un blocco di polvere, una parte di questa fusa mentre la rimanente polvere non è reagita. La polvere non fusa viene eliminata dal componente ed il pezzo finale può essere estratto dalla camera di lavoro. La maggior parte della polvere che non ha preso parte al processo può essere riutilizzata in lavori successivi, a patto che non sia stata contaminata e che le dimensioni delle particelle non siano troppo elevate [5].

Infine, il componente deve essere sottoposto a trattamenti termici per la distensione delle tensioni residue formatesi, che potrebbero portare alla rottura delle pareti più sottili, anche prima della sua messa in esercizio. Inoltre, se l'applicazione lo richiede, vengono effettuati processi di finitura superficiale, quali ad esempio la sabbiatura, con lo scopo di migliorare la rugosità superficiale [5].

2 ACCIAI AUSTENITICI

2.1 DEFINIZIONE ACCIAIO AUSTENITICO

Per acciai inossidabili austenitici vengono definite quelle leghe ferro-cromo-nichel con contenuti di cromo dal 12 al 30% e di nichel dal 7 al 35% con struttura completamente austenitica, in quanto questi elementi, insieme a manganese ed azoto, risultano essere forti austenitizzanti. L'elemento che influenzò maggiormente lo sviluppo di questa famiglia di acciai è il carbonio che si rivelò un vero e proprio fattore negativo nella protezione dell'acciaio dalla tipologia di corrosione intergranulare [6]. I primi acciai austenitici contenevano un tenore di carbonio dello 0,25%. Siccome un'elevata percentuale di carbonio porta alla formazione di precipitati chiamati carburi, la prima significativa modifica nella composizione degli acciai austenitici fu quella della diminuzione del tenore di questo elemento presente al loro interno. Successivamente, aggiungendo elementi di lega come il molibdeno anche in piccole quantità (2-3%) si è trovato il modo di incrementare ulteriormente le proprietà resistenziale alla corrosione e si è arrivati allo sviluppo dell'acciaio 316L, che oltre a mostrare una notevole resistenza alla corrosione, possiede ottimi valori durezza e tenacità ed inoltre è estremamente duttile e saldabile [7].

ACCIAI INOSSIDABILI AUSTENITICI DELLA SERIE AISI 300

Tabella 1 composizione chimica acciai AISI 300

TIPO AISI	SIGLA UNI	C%	Cr%	Ni%	Altri %
302	X10CrNi1809	0,15	18	9	
303	X10CrNiS1809	0,10	18	9	Mo=0,40
304	X5CrNi1810	0,08	18	10	
305	X8CrNi1812	0,12	18	12	
309	X10CrNi2314	0,10	23	14	
316	X5CrNiMo1712	0,08	17	12	Mo=2,3
316L	X2CrNiMo1712	0,03	17	13	Mo=2,3

Come si può osservare dalla tabella 1, l'acciaio 316L si differenzia dal 316 per l'ancora inferiore tenore di carbonio (intorno allo 0,03%) che permette l'attenuazione della

possibile combinazione di esso con il cromo che risulta perciò libero di formare lo strato passivante di ossido di cromo che fornisce la protezione dalla corrosione [6].

2.2 ACCIAIO INOSSIDABILE AUSTENITICO 316L

Uno dei materiali più diffusi nel mercato, da cui poter ottenere componenti AM, sfruttando come fonte di energia un fascio laser, è appunto l'acciaio inossidabile 316L [5].

Gli acciai inossidabili rappresentano delle leghe ferrose che riescono a coadiuvare le eccellenti proprietà meccaniche che contraddistinguono gli acciai, a quelle di resistenza ai fenomeni corrosivi attribuite a materiali considerati nobili. Il termine inossidabile può trarre in inganno in quanto queste tipologie di leghe hanno un'estrema tendenza ad ossidarsi, dovuto principalmente alla quantità e al tipo di elementi di lega presenti al loro interno. La percentuale di cromo presente in lega consente all'acciaio di subire un processo di passivazione spontanea che consiste nella formazione di un film di ossido superficiale che permette al metallo su cui è formato di essere immune all'attacco da parte di agenti corrosivi. Aggiunta di elementi di lega quali nichel, titanio e molibdeno riescono a rendere lo strato di ossido passivo più o meno adeso alla superficie del metallo e resistente in base alla percentuale del tenore di cromo presente all'interno dell'acciaio. In particolare, gli acciai inossidabili austenitici rappresentano la categoria di acciai più utilizzati quando vengono richieste caratteristiche di resistenza ad ambienti altamente corrosivi e ottime proprietà di resistenza meccanica [6].

La composizione chimica e le proprietà meccaniche di un generico componente formato da acciaio austenitico AISI 316L realizzate tramite tecniche tradizionali [7] viene illustrata nella tabella 2 e 3.

Tabella 2 composizione chimica di un componente in acciaio inossidabile 316L prodotto mediante tecniche tradizionali

COMPOSIZIONE	C%	Si%	Mn%	P%	S%	Cr%	N%	Ni%	Mo%
CHIMICA	(max)	(max)	(max)	(max)	(max)		(max)		
AISI 316L	0,03	1,00	2,00	0,045	0,030	16,5-18,5	0,11	10,0-13,0	2,0-2,5

Tabella 3 proprietà meccaniche di un componente in acciaio inossidabile 316L prodotto per tecniche tradizionali

PROPRIETÀ MECCANICHE AISI	Tensione di rottura	Tensione di snervamento	Modulo elastico (E)	Allungamento a rottura %	Durezza Brinell
316 L	500-700 MPa	200-300 MPa	200 GPa	40 %	215 HB

In genere, i pezzi in questo tipo di materiale (AISI 316L) sono prodotti attraverso tecniche tradizionali come; casting, estrusione o forgiatura; queste tecnologie però, non permettono di raggiungere elevate complessità nella geometria dei componenti se non attraverso lunghe e costose lavorazioni successive per asportazione di truciolo (con conseguente spreco di materiale). Questa limitazione e l'utilizzo sempre maggiore dell'acciaio inossidabile 316L in diversi campi commerciali, hanno avvicinato l'acciaio inossidabile austenitico alle nuove tecnologie di Additive Manufacturing.

2.3 CONFRONTO MICROSTRUTTURA 316L PRODOTTO PER LPBF E TECNICHE DI PRODUZIONE TRADIZIONALE

Studi condotti negli ultimi anni hanno dimostrato che la microstruttura dell'acciaio 316L è fortemente influenzata dal tipo di processo produttivo [8].

La figura 2, infatti, mostra le diverse tipologie di microstrutture dell'acciaio 316L realizzato con differenti tecnologie: fonderia, pressatura isostatica a caldo (HIP) e laser powder bed fusion (LPBF).

In particolare, per pressatura idrostatica a caldo (HIP) si intende una tecnica non convenzionale che consiste nell'applicazione simultanea di pressione e temperatura. Molti studi hanno dimostrato l'influenza di questa lavorazione sulla microstruttura, comportamento meccanico e all'usura di molti materiali.

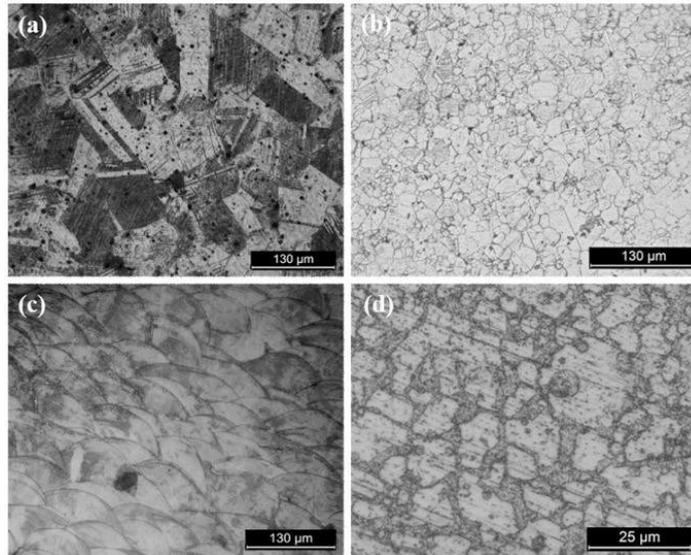


Figura 2 a) microstruttura da fonderia, b) microstruttura HP, c) microstruttura LPBF

L'acciaio prodotto tramite fonderia presenta una microstruttura costituita da grani grossolani (basse proprietà meccaniche), di forma rettangolare, che presentano una dimensione media di $91 \pm 17 \mu\text{m}$, mentre la microstruttura dello stesso acciaio prodotto tramite HIP è caratterizzata da grani equiassici di circa $25 \pm 4 \mu\text{m}$ di dimensione. Le figure c e d mostrano la microstruttura ottenuta tramite LPBF, con forma dei grani prettamente semicircolare. Si nota soprattutto la presenza dei melt pool, generati dal passaggio del fascio laser, e l'ottenimento di una microstruttura caratterizzata da grani molto fini. Queste differenze tra le varie microstrutture sono dovute principalmente alle diverse velocità di raffreddamento ottenute nei vari processi [8].

Ulteriori differenze nella microstruttura sono state individuate confrontando un campione 316L ottenuto per LPBF con lo stesso campione prodotto però per laminazione a caldo.

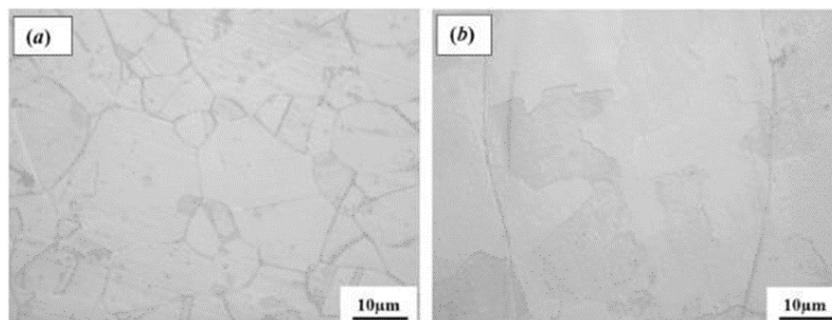


Figura 3 a) acciaio 316L laminato a caldo, b) acciaio 316L prodotto per LPBF

Nel campione laminato a caldo la granulometria media è di circa $12,5 \pm 0,9 \mu\text{m}$; invece, nel campione LPBF sono stati osservati dei grani colonnari, privi di porosità e difetti

visibili, che si estendono nella direzione di trasferimento del calore crescendo anche oltre le tracce di scansione. Inoltre, nei campioni trattati tramite LPBF è stata riscontrata una granulometria media di $27,5 \pm 8,7 \mu\text{m}$, in linea con il range (10-40 μm) ottenuto in altri lavori in cui sono state impiegate le medesime velocità di scansione (300-1000 mm/s) [9].

2.4 ANALISI DEI DIFETTI NEI CAMPIONI 316L LPBF AS BUILT

In figura 4 vengono riportate le micrografie ottiche di un campione AISI 316L ottenuto tramite LPBF. Da queste si può facilmente notare la presenza di porosità, di dimensioni micrometriche, sia nella sezione trasversale che nella vista laterale.

Lo sviluppo di queste porosità può essere ridotto ma non annullato, poiché la loro formazione è strettamente legate alla produzione tramite tecniche di additive manufacturing, nel nostro caso LPBF.

Infatti, i gas rimangono intrappolati all'interno del materiale durante la produzione poiché non hanno tempo a sufficienza per uscire in superficie ed essere liberati nell'ambiente esterno, portando così la formazione di questi difetti nella microstruttura.

Di conseguenza, questo giustifica il fatto che nei campioni 316L prodotti per tecniche tradizionali, a causa della differente modalità di fabbricazione rispetto ai prodotti AM, questi difetti saranno meno evidenti e avranno delle dimensioni inferiori.

La morfologia sferica e la distribuzione casuale delle porosità osservabili in figura dimostrano che queste si sono formate per intrappolamento dei gas [10].

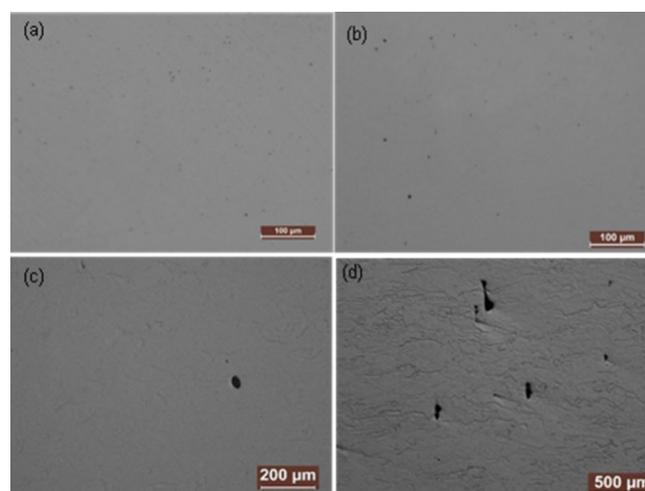


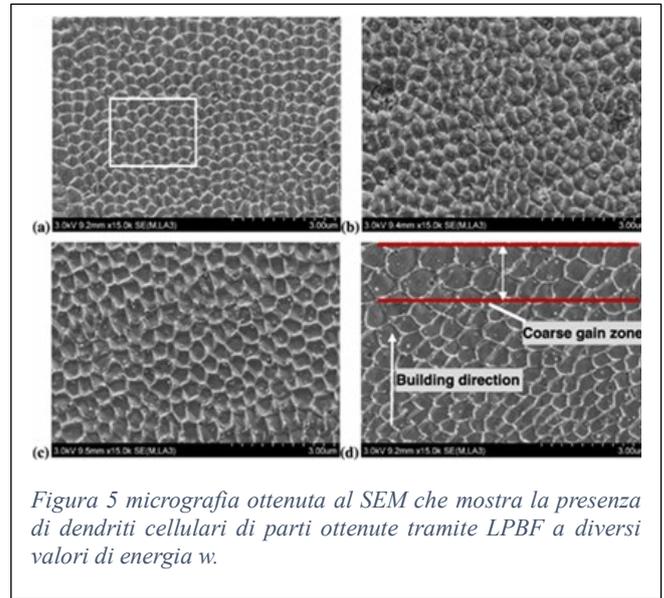
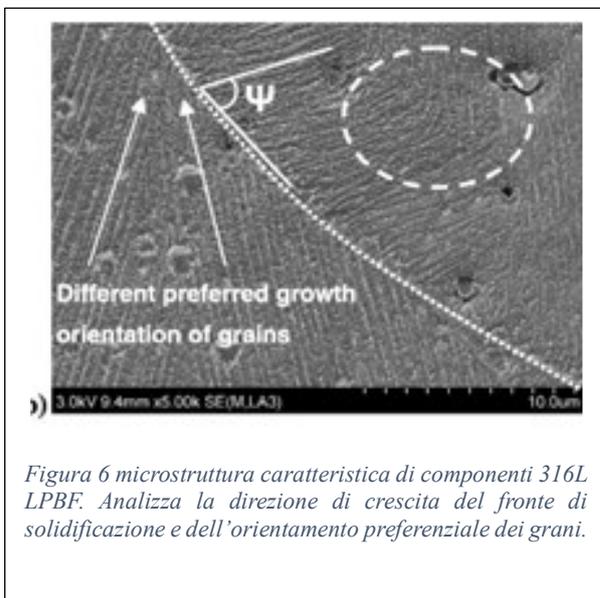
Figura 4 micrografia ottica del campione 316L LPBF a) porosità in sezione trasversale b) porosità in vista laterale

2.5 ANALISI MICROSTRUTTURALE 316L LPBF

Recenti studi hanno evidenziato che, durante il processo di solidificazione del LPBF, le diverse regioni dei melt pool (pozze di fusione) hanno avuto differenti tipi di cristallizzazione a causa dei vari gradienti di temperatura e alle diverse direzioni del flusso del calore. Questo può essere osservato nella figura 5 in cui è possibile identificare diverse direzioni di propagazione del fronte di solidificazione oltre che a una distribuzione preferenziale dei grani.

In figura 6 invece, si può notare che sul fondo delle pozze di fusione i grani si sono sviluppati dapprima in modalità di crescita planare e in una seconda fase con un'orientazione differente portando allo sviluppo di strutture dendritiche.

Nella parte centrale delle pozze di fusione invece, si sono formate solo strutture dendritiche cellulari e queste, spostandosi verso la parte superiore, hanno cambiato la loro orientazione, sviluppandosi verso la direzione del massimo flusso di calore lungo la direzione di scansione del laser [11].



Un ulteriore risultato di questa ricerca fu la messa in evidenza della variazione della dimensione dei grani dei componenti LPBF, con la densità di energia volumetrica.

Infatti, passando da valori di w di 100 J/mm³ a circa 180J/mm³ si nota un aumento della distanza media tra le dendriti primarie. Questo si viene a creare a causa della variazione del gradiente termico e del grado di sotto-raffreddamento dei melt pool al variare della velocità di scansione [11].

2.6 PROPRIETA' MECCANICHE

Le proprietà meccaniche e fisiche dell'acciaio inossidabile 316L prodotto da diverse tecnologie di produzione sono distinte l'una dall'altra a causa delle differenze nelle caratteristiche microstrutturali: porosità, dimensione, forma dei difetti interni, dimensione del grano, grado di cristallizzazione e tante altre. Generalmente, certe proprietà meccaniche e morfologie o micro-geometrie possono essere ottenute modificando i parametri del processo di produzione, come temperatura, dimensione della polvere, densità di energia, velocità di scansione, additivi chimici ecc. [9].

Le proprietà meccaniche possono essere considerate uno dei principali indicatori della qualità di un processo AM. Infatti, la durezza e le proprietà di trazione rappresentano degli indicatori chiave per la valutazione dei componenti prodotti tramite fabbricazione additiva [12].

Numerosi studi hanno testimoniato un aumento del carico di snervamento e del carico massimo applicabile, ad un acciaio inossidabile austenitico prodotto per additive manufacturing (tramite la tecnologia DED), rispetto allo stesso, realizzato mediante tecniche tradizionali. In alcuni casi però si è osservato una diminuzione della duttilità e dell'allungamento. Il miglioramento delle proprietà meccaniche nei prodotti additive è dovuto quindi alla riduzione delle dimensioni dei grani, delle dendriti e la presenza di dislocazioni, le quali si oppongono allo scorrimento. Questi fattori uniti alla presenza di vuoti e porosità giustificano i bassi valori di duttilità [12].

Per quanto riguarda il rafforzamento della struttura legato all'affinamento dei grani, uno studio effettuato da Yan et al. [13] ha dimostrato che per le parti prodotte tramite AM si verifica un effetto di rinforzo di tipo Hall-Petch che collega il carico di snervamento alle dimensioni delle sottostrutture cellulari anziché alle dimensioni del grano effettivo [14]. Tuttavia, negli ultimi anni, l'ottimizzazione dell'AM, ha consentito la possibilità di ottenere componenti di elevata qualità in cui, oltre a un aumento delle proprietà resistenziali, si è riscontrato un incremento di duttilità e allungamento a rottura. La combinazione di resistenza e duttilità riscontrata nell'acciaio 316L è un notevole risultato per l'additive manufacturing, considerando che molti metodi tradizionali di rinforzo degli acciai (laminazione a freddo, forgiatura ecc.) vanno a scapito della duttilità [14].

A dimostrazione di queste migliori proprietà meccaniche dell'acciaio 316L prodotto per LPBF rispetto a quello prodotto per tecniche tradizionali, di seguito sono stati riportati diversi grafici avente come scopo quello di mettere a confronto la microdurezza, la resistenza a trazione e deformazione di componenti fabbricati tramite LPBF, HIP e CASTING (fonderia) [8].

PROVE DI MICRODUREZZA

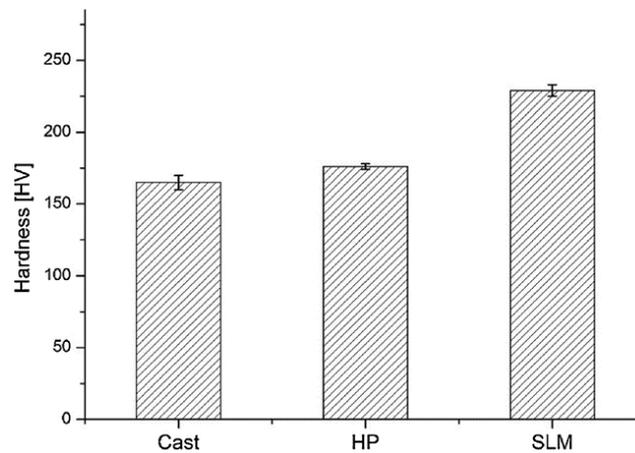


Figura 7 andamenti microdurezza campioni ottenuti tramite diverse tecnologie

La figura 7 mostra gli andamenti della microdurezza Vickers di campioni prodotti tramite differenti tecnologie. Come facilmente osservabile dal grafico i campioni prodotti tramite LPBF mostrano un valore superiore di microdurezza di circa il 40% rispetto a quelli ottenuti per pressatura a caldo [8].

PROVE DI TRAZIONE

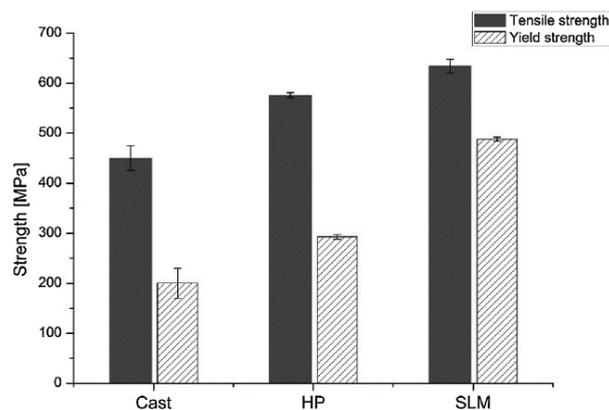


Figura 8 resistenza a snervamento e trazione per i diversi campioni 316L

Per quanto riguarda le prove di trazione, la Fig. 8 mostra che i campioni HP e SLM hanno un maggiore carico di snervamento e di rottura, rispetto ai campioni prodotti per colata. Confrontando i campioni 316L prodotti con tecniche tradizionali con i campioni SLM, questi ultimi hanno mostrato una maggiore resistenza allo snervamento (+41%) e alla trazione (+ 144%) [8].

PROVA DI DEFORMAZIONE A TRAZIONE

In figura 9 vengono mostrati i differenti valori di duttilità, valutata in base alla percentuale di deformazione a trazione. Da questo grafico si evince che i campioni 316L prodotti per SLM hanno presentato valori di duttilità inferiori rispetto ai campioni fabbricati con gli altri processi [8].

Questo abbassamento della duttilità potrebbe essere giustificato dalla presenza di porosità e difetti molto più voluminosi dei prodotti additive rispetto a quelli fabbricati mediante tecniche tradizionali.

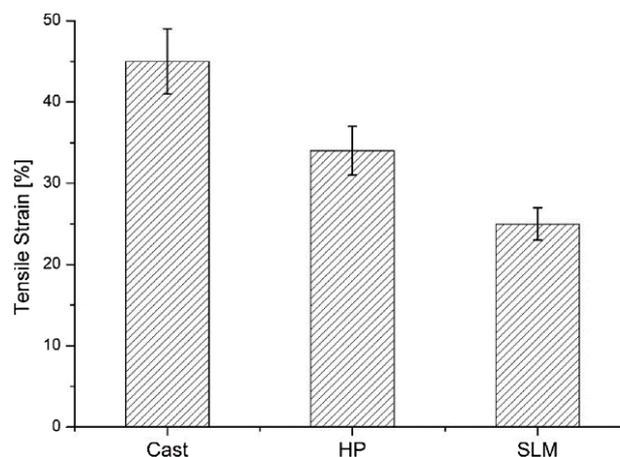


Figura 9 deformazione a trazione per i diversi campioni 316L

Dai risultati ottenuti da questo studio e analizzando le microstrutture raffigurate in figura 2, è possibile concludere che la maggiore durezza e resistenza, raggiunta dai campioni LPBF rispetto a quelli ottenuti tramite le tradizionali tecnologie, sono da attribuire alla microstruttura più fine [8].

2.7 ANISOTROPIA

Come già accennato nella parte introduttiva, uno degli svantaggi principali della produzione di campioni 316L tramite LPBF, è l'anisotropia, ovvero il diverso comportamento del materiale a seconda della direzione che stiamo analizzando.

Baogang Zhou et al. [15] hanno evidenziato che, alla base dell'anisotropia dei campioni ottenuti per LPBF, è presente un forte legame geometrico tra il confine delle pozze di fusione e lo stato tensionale applicato.

Infatti, si dimostrò che, quando la direzione del carico è parallelo al confine delle pozze di fusione, la deformazione di scorrimento è fortemente limitata e le sottostrutture cellulari si deformano notevolmente fino a rompersi.

Se invece la direzione di applicazione del carico è perpendicolare al confine delle pozze di fusione, queste si lacerano rapidamente, ottenendo quindi una bassa resistenza allo snervamento e alla deformazione, dunque basse proprietà meccaniche.

Questo risultato è giustificato andando ad effettuare delle prove di trazione su due provini ottenuti per LPBF, ma con due orientazioni differenti rispetto alla direzione di deposizione, ovvero del piano di stampa. Infatti, vengono testate le proprietà meccaniche dei campioni trasversali (perpendicolare al piano di stampa) e longitudinali (parallelo al piano di stampa). Si notò che la resistenza a snervamento (YS), il carico di rottura (UTS) e l'allungamento (EI) dei campioni fabbricati con LPBF costruiti in senso trasversale e longitudinale sono molto differenti.

I risultati ottenuti sono i seguenti:

IN DIREZIONE TRASVERSALE:

- UTS: 720 Mpa
- YS: 570 Mpa
- EI: 48%

IN DIREZIONE LONGITUDINALE:

- UTS: 610Mpa
- YS: 510Mpa
- EI: 18%

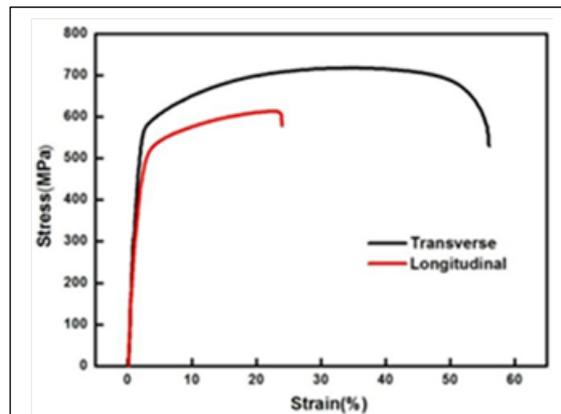


Figura 10 curve di sollecitazione e deformazione trasversale

Dunque, da questa prova si evince che le proprietà meccaniche del campione valutate in direzione trasversale sono migliori rispetto a quelle longitudinali, confermando il comportamento anisotropo dei campioni 316L ottenuti tramite LPBF.

Questo dimostra che la direzione del carico influenza notevolmente le prove per la caratterizzazione delle proprietà meccaniche [15].

2.8 TRATTAMENTI TERMICI

I trattamenti termici sono dei particolari cicli di temperatura ai quali si sottopongono le leghe metalliche, al fine di ottenere delle specifiche microstrutture ed elevate prestazioni (deformazione plastica, resistenza meccanica ecc). Questo è possibile poiché consente di riportare a temperatura ambiente delle fasi associate a temperature più elevate, modificare la nucleazione, la crescita e la forma dei grani, variando le proprietà meccaniche come durezza, resistenza e duttilità. Come mostrato in figura 11, tutti i trattamenti termici si suddividono in tre stadi principali: Preriscaldamento, Mantenimento a una certa Temperatura e Raffreddamento [16].

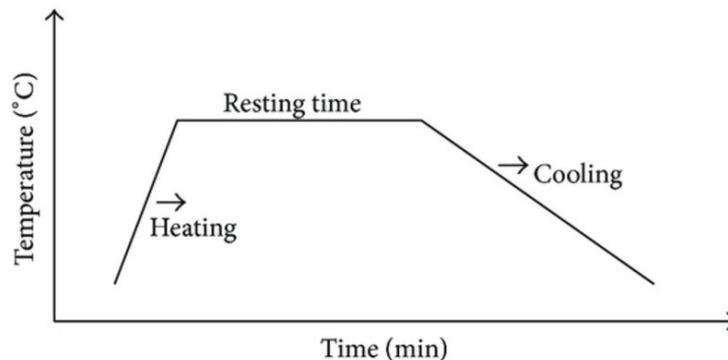


Figura 11 ciclo generico trattamento termico

Si possono distinguere due tipi di trattamento termico: sul grezzo e sul finito.

I trattamenti termici sul grezzo avvengono in aria libera, ovvero atmosfera non controllata, e si eseguono su pezzi semilavorati che devono ancora subire le lavorazioni meccaniche. In questo trattamento non interessa evitare ossidazione superficiale (favorita dall'innalzamento della temperatura) in quanto essa si verificherà in strati superficiali che saranno sicuramente asportati dalle lavorazioni meccaniche successive.

Nei trattamenti termici sul finito, invece, si vuole preservare la zona superficiale, in quanto essa sarà al massimo interessata da successive operazioni di finitura (es rettifica). Dunque, questi trattamenti vengono eseguiti in atmosfera controllata di gas inerte come argon o azoto [17].

È noto che i campioni as-built ottenuti tramite tecniche additive sono caratterizzati dalla presenza di elevate tensioni residue dovute alla storia termica a cui è sottoposto il

materiale durante il processo costruttivo. Per questo motivo i componenti AM sono spesso trattati termicamente in modo da ridurre le tensioni residue e omogenizzare la microstruttura [12].

Per quanto riguarda gli acciai inossidabili austenitici, i post-trattamenti termici più frequenti includono distensione e ricottura.

2.8.1 TRATTAMENTO TERMICO DI RICOTTURA

Il trattamento termico di ricottura completa ha lo scopo di attenuare gli effetti della struttura dovuti alla solidificazione, alla deformazione plastica e all'eterogeneità della composizione chimica del materiale. Questo viene eseguito con i seguenti criteri:

1. Riscaldamento progressivo fatto a una temperatura T_a superiore al punto Ac_3 , ovvero temperatura alla quale, durante il riscaldamento, termina la trasformazione della ferrite in austenite, in modo da trasformare la struttura dell'acciaio nella soluzione solida γ .
2. Mantenimento a temperatura T_a per un tempo sufficiente da assicurare che effettivamente tutte le parti del pezzo abbiano raggiunto tale temperatura e abbiamo potuto trasformarsi completamente nella fase γ
3. Raffreddamento lento, solitamente in forno, in modo che tutte le trasformazioni possano avvenire in senso inverso senza eccessiva isteresi né fenomeni di sotto-raffreddamento.

Facendo riferimento alla figura 12 a partire da una temperatura di una cinquantina di gradi sopra A_3 , la traiettoria di raffreddamento deve intersecare le curve anisotermie alle alte temperature in modo da evitare trasformazioni dell'austenite in prodotti diversi dalla perlite.

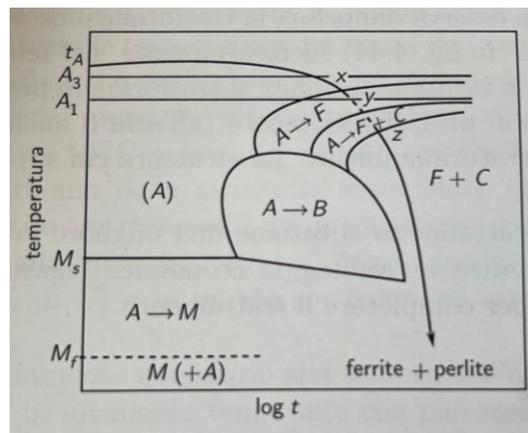


Figura 12 andamento della traiettoria di raffreddamento della ricottura

Infatti, raggiunta la temperatura corrispondente all'ordinata X, inizia la trasformazione dell'austenite in ferrite, mentre al punto Y la restante austenite comincia a decomporsi in perlite; tale decomposizione prosegue fino al raggiungimento delle coordinate del punto Z. La struttura così ottenuta non subirà ulteriori trasformazioni e a temperatura ambiente risulterà costituita da Ferrite e Perlite

Dunque, la ricottura, oltre all'annullamento delle eventuali differenze di struttura, porta anche all'annullamento di incrudimenti, stati di coazione ecc. dovuti per esempio alle lavorazioni alle quali è sottoposto il pezzo [18].

NB: Stato di coazione---- Particolare stato di aggregazione della materia, caratterizzato da una notevole entità delle forze di coesione fra le particelle, in modo che ciascuna di queste risulta legata a quelle vicine da legami molto più forti che non nello stato liquido o aeriforme.

2.9 EFFETTO TRATTAMENTO TERMICO SULLA MICROSTRUTTURA del 316L

Studi effettuati da K. Saedi et al [19] hanno dimostrato la variazione della microstruttura e della composizione chimica di un acciaio inossidabile 316L prodotto tramite AM, in seguito a trattamenti termici.

Questo studio si basò sull'analisi di campioni 316L sottoposti a trattamenti termici di ricottura in forno a diverse temperature, variabili tra i 800 e i 1400°C per un periodo di tempo di circa 6 minuti. Per avere informazioni più dettagliate sulle proprietà dei campioni, alcuni di questi furono riscaldati tra i 800 e i 1100°C per circa un'ora. Le velocità di riscaldamento utilizzate sono di circa 10 °C/min.

Per quanto riguarda la composizione chimica, l'analisi cristallografica a raggi X mostrata in figura 13a, ci mostra innanzitutto che nei campioni as built, così come quelli riscaldati tra 800°C e 900°C, sia presente solo austenite, mentre negli altri due campioni trattati termicamente a T maggiori si nota la presenza di una fase composta da austenite-ferrite.

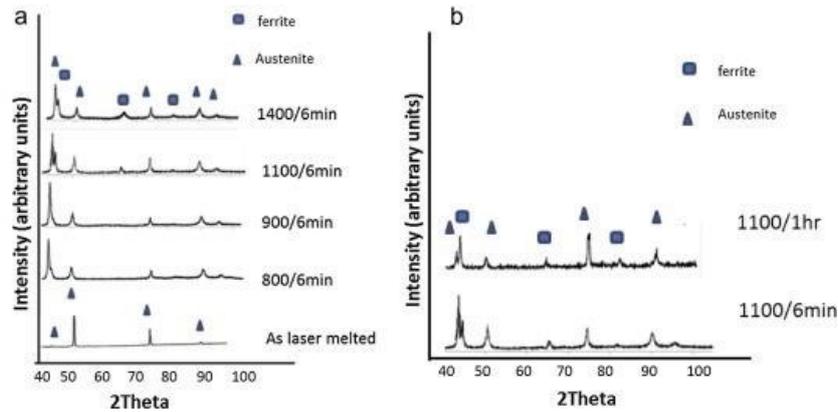


Figura 13 a) analisi XRD dei campioni durante i vari trattamenti termici; b) confronto tra i campioni ricotti a 1100 °C per 6 min e 1 h [19]

Inoltre, la figura 13b ci dimostra invece che la trasformazione da austenite a austenite-ferrite avviene molto rapidamente. Infatti, dall'analisi ai raggi XRD confrontando campioni riscaldati a 1100°C per pochi minuti e per un'ora, non si nota alcuna differenza per quanto riguarda la composizione chimica del campione.

In figura 14 sono mostrate le immagini SEM del campione trattato termicamente a 800 °C per 6 minuti; rimane ancora visibile una microstruttura cellulare, anche se applicando un leggero contrasto è possibile notare che le celle si assemblano a formare delle strutture cellulari più ampie. Inoltre, in figura 14c si può osservare una diminuzione delle dislocazioni, rispetto al campione as built, a cui corrisponde una riduzione della resistenza allo scorrimento e della microdurezza.

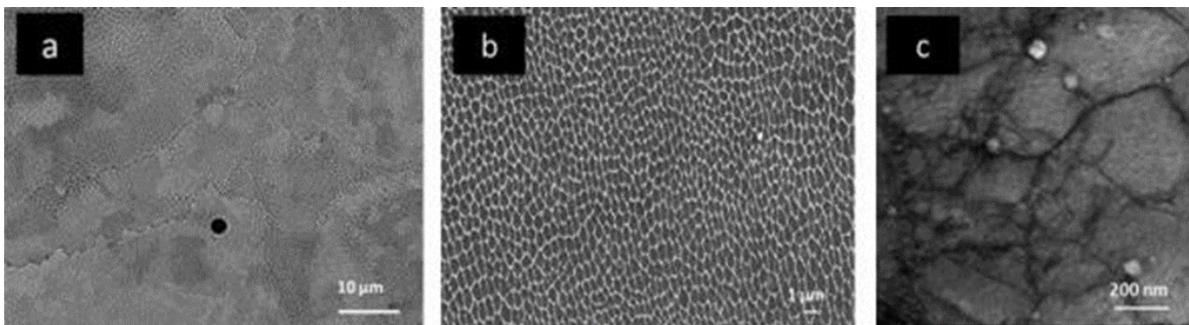


Figura 14 a) Immagine SEM a basso ingrandimento dopo trattamento termico a 800 °C per 6 minuti; b) immagine SEM a ingrandimento maggiore; c) immagine TEM. [19]

Nei campioni ricotti alla stessa T ma per un'ora, si osserva che la struttura cellulare e le dimensioni delle celle rimangono inalterate, rispetto a quelle ricotte per 6 min, ma è visibile un ulteriore diminuzione delle dislocazioni.

In figura 15c viene rilevata, in seguito a un trattamento a 900° C, una scomparsa della struttura cellulare in cui però sono ancora visibili le concentrazioni delle dislocazioni.

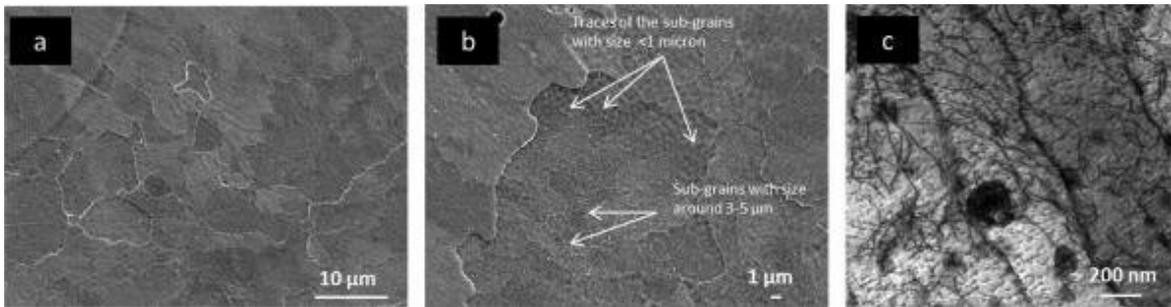


Figura 15 a) Immagine SEM a basso ingrandimento del campione trattato termicamente a 900 °C; b) immagine SEM a ingrandimento maggiore; c) immagine TEM [19]

Come si può osservare dalla figura 16, in seguito a una ricottura a 1400° C è possibile notare un'ulteriore variazione della microstruttura, con una significativa crescita dei grani e la presenza dei geminati. Quest'ultima presenza è anomala perché solitamente i geminati si vengono a creare nei campioni che sono stati sottoposti a deformazione plastica durante la fabbricazione, con un conseguente accumulo di stress. Il campione 316L prodotto per LPBF però, non è stato sottoposto ad alcuna deformazione a freddo prima della ricottura e dunque la formazione di questi geminati è dovuta al trattamento termico, Annealing twins [19].

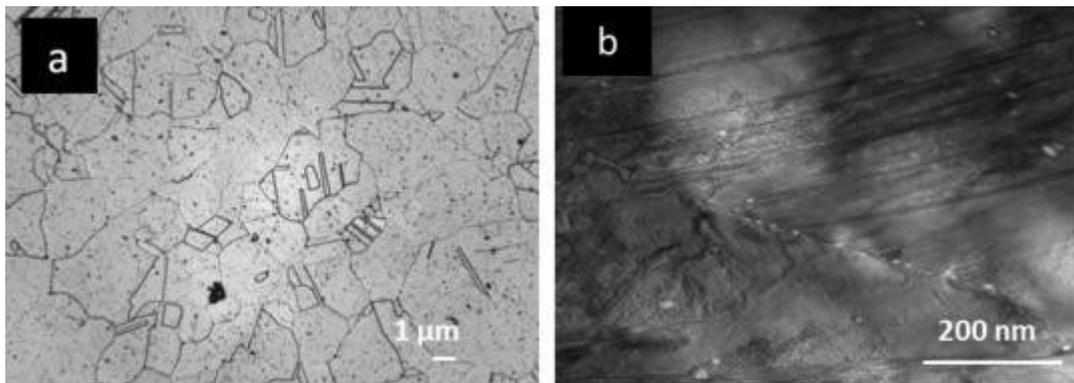


Figura 16 a) Immagini ottiche e b) STEM della microstruttura dell'acciaio 316L trattato termicamente a 1400 °C [19]

I geminati da ricottura si formano come conseguenza di collisioni dovute alla crescita dei grani durante la ricristallizzazione di metalli deformati a struttura cubica ravvicinata come l'ottone alfa, il rame, il nichel e l'acciaio austenitico. I geminati da ricottura però, devono essere distinti da quelli meccanici.

La creazione dei geminati meccanici e il loro orientamento è dovuto, in seguito all'applicazione di un dato carico, dalla deformazione di un singolo grano, comportando un'elevata energia di deformazione. La forma di questi è determinata esclusivamente dalla necessità di minimizzare la loro energia, in modo da renderli stabili.

Ciò contrasta con i geminati di ricottura, la cui forma è determinata dalla necessità di minimizzare l'energia interfacciale.

I geminati meccanici tendono ad avere una struttura a forma di lente con spigoli vivi, perché questo riduce le deformazioni elastiche a lungo raggio. Quelli di ricottura invece non sono appuntiti, poiché non vi è alcuna deformazione associata alla loro formazione. Una grande velocità di crescita del bordo del grano favorisce la formazione dei geminati di ricottura perché gli incidenti di crescita, responsabili della loro deformazione, sono più frequenti. Naturalmente, la loro formazione è favorita anche da una bassa energia di faglia di impilamento, poiché gli incidenti di crescita sono più facili da tollerare.

Esiste una semplice equazione che mette in relazione la doppia densità ρ con la dimensione del grano d e una costante b correlata all'inverso dell'energia di faglia di impilamento

Equazione 1

$$\rho = \frac{b}{d} \log \frac{d}{d_0}$$

dove d_0 è la dimensione del grano a cui ρ è zero [20].

Un'ulteriore modifica indotta dai trattamenti termici su campioni 316L realizzati tramite LPBF riguarda la variazione dei bordi di grano.

Infatti, nella condizione As Built, figura 17a, e dopo trattamento termico di 2 ore a 600°C, figura 17b, negli ingrandimenti eseguiti al SEM si possono distinguere chiaramente i limiti (bordi) delle pozze di fusione e si nota che i grani crescono attraverso queste, nella direzione del gradiente termico; all'interno dei grani si osserva una microstruttura dendritica con celle di dimensione compresa tra 0.5 e 1 μm .

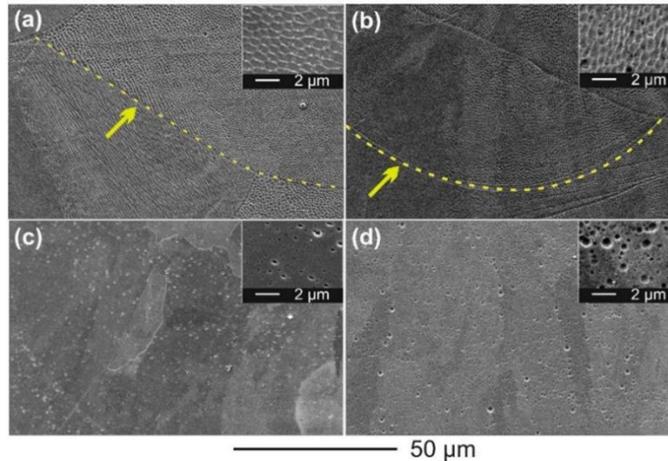


Figura 17 Variazione di microstruttura e bordi grano su 316L da LPBF a) As built, b) 600°C 2h, c) 950°C 2h, d) 1095°C 2h

Le immagini relative al trattamento di 2 ore a 950°C, figura 17c, e 2 ore a 1050°C, figura 17d, mostrano solamente i grani con una microstruttura priva di dendriti all'interno e i limiti delle pozze di fusione risultano difficilmente individuabili.

Effettuando un ingrandimento si nota come si sia formata una vaiolatura omogenea all'interno del grano dovuta da piccole variazioni chimiche e come tale fenomeno sia amplificato con l'aumento della temperatura [21].

2.10 VARIAZIONI PROPRIETA' MECCANICHE IN SEGUITO A TRATTAMENTO TERMICO

Le proprietà meccaniche dei componenti in acciaio 316L prodotto per AM sono influenzate notevolmente dai trattamenti termici. Infatti, ricerche effettuate negli ultimi anni da K. Saedi et al [19] hanno dimostrato variazioni non trascurabili del carico di snervamento e del carico di rottura dell'acciaio 316L as built e trattato termicamente a 1100° C. Le curve di trazioni sono rappresentate in figura 18. In particolare, si nota un aumento del carico di snervamento e di rottura nel campione as built rispetto a quello trattato termicamente.

CAMPIONE AS BUILT:

1. $\sigma_s = 456 \pm 17$ Mpa
2. $\sigma_r = 703 \pm 8$ Mpa

CAMPIONE RICOTTO

1. $\sigma_s = 419 \pm 17$ Mpa
2. $\sigma_r = 674 \pm 30$ Mpa

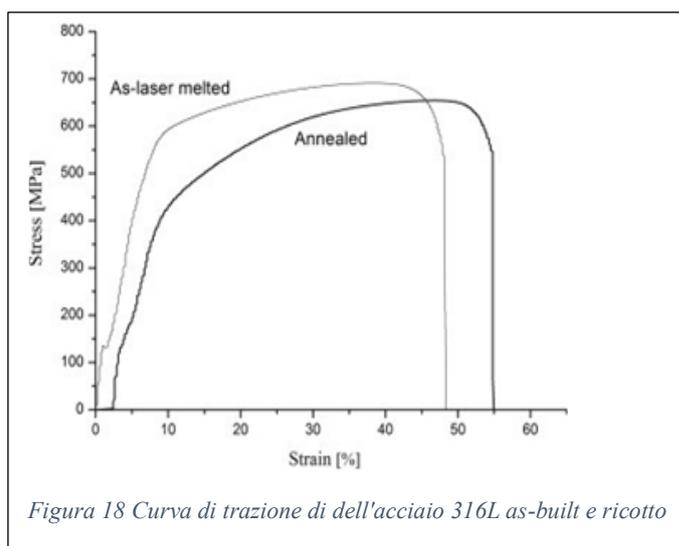


Figura 18 Curva di trazione di dell'acciaio 316L as-built e ricotto

Questo fenomeno è spiegato dal fatto che in seguito alla ricottura la sottostruttura cellulare a grana fine è completamente scomparsa e i grani sono cresciuti proporzionalmente al tempo e alla temperatura di riscaldamento. Infine, lo stress residuo all'interno della matrice è stato attenuato e la densità di dislocazioni si è ridotta significativamente.

2.11 VARIAZIONE MICRODUREZZE IN SEGUITO A TRATTAMENTO TERMICO

La figura 19 mette a confronto l'andamento della microdurezza dei campioni 316L as built con quelli sottoposti a trattamenti termici a diverse temperature.

Come si può osservare dal grafico il campione prodotto tramite AM presenta un valore di microdurezza superiore rispetto a quello ottenuto tramite le tecniche tradizionali; casting. Inoltre, si nota che all'aumentare della temperatura, dai 800 ai 1100°C nei campioni AM, la microdurezza tende a diminuire progressivamente (passa da un valore di 325HV a 190HV) e questo fenomeno potrebbe essere correlato alla formazione di ferrite e alle attenuazioni delle tensioni residue a causa del trattamento termico.

Passando da 1100 a 1400° C il sensibile aumento della microdurezza potrebbe essere spiegato dalla presenza dei geminati che impedisce lo scorrimento delle dislocazioni [19].

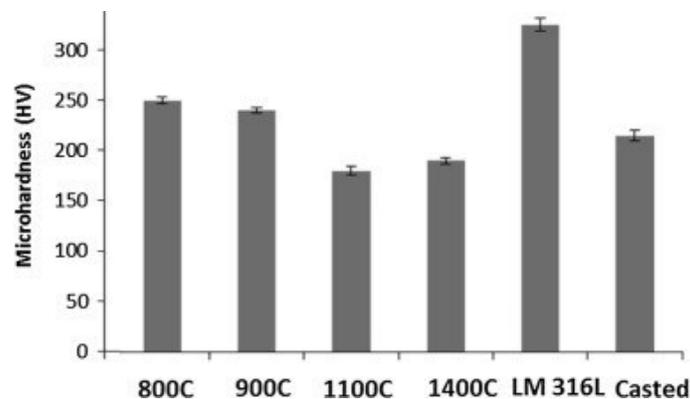


Figura 19 Variazione della microdurezza a diverse temperature di trattamento termico

A dimostrazione di questo K. Saeidi, [22] effettuò una serie prove di microdurezza in un campione di acciaio 316L prodotto tramite LPBF, ottenendo un valore di microdurezza di 325 HV, nettamente superiore rispetto a quello ottenuto tramite tecniche tradizionali che risulta essere intorno ai 215-225 HV (dopo trattamento termico di ricottura); Questo

aumento di microdurezza nei campioni prodotti tramite AM si è dimostrato essere dovuta alla presenza di una microstruttura più fine oltre che alla presenza di una maggiore concentrazione delle dislocazioni.

Infatti, riscaldando i campioni ottenuti tramite AM a 800 °C per 6 minuti, a una diminuzione della concentrazione di dislocazioni, si è notata anche una diminuzione della microdurezza.

2.12 CONFRONTO TRA CAMPIONI LPBF E PRODOTTI CON TECNICHE TRADIZIONALI IN SEGUITO A TRATTAMENTO TERMICO

Recenti studi [13] hanno dimostrato che, in seguito al trattamento termico di ricottura, si riscontra una diminuzione di microdurezza dei campioni 316L ottenuti tramite tecniche tradizionali (in particolare la laminazione), rispetto agli stessi realizzati tramite LPBF.

In figura 20 infatti, viene rappresentata la diminuzione della microdurezza in funzione della granulometria dei campioni.

Nel grafico si evidenzia ancora una volta che il campione prodotto tramite LPBF as built (in figura rappresentato con colore nero), presenta una maggiore microdurezza rispetto a quello ottenuto per laminazione.

Inoltre, anche durante il trattamento termico, la microdurezza del campione AM ricotto rimane superiore rispetto a quella del campione laminato e ricotto.

Questa maggiore durezza dei campioni ottenuti tramite AM, oltre all'effetto di rafforzamento dovuto alla dimensione dei grani, è attribuita anche al rafforzamento di Orowan ovvero alla presenza di nano inclusioni fittamente disperse.

Tuttavia, notiamo che la curva blu (campione AM) ha una pendenza maggiore rispetto a quella rossa (campione laminato) e ciò sta a significare che la durezza nel campione ottenuto tramite LPBF decresce molto più velocemente all'aumentare del tempo di ricottura rispetto a quelle ottenute tramite le tradizionali tecniche di produzione. Ciò è dovuto alla crescita delle nano inclusioni, durante il trattamento termico, con conseguente diminuzione dell'effetto di rafforzamento di Orowan.

L'intercetta tra le due linee indica il punto in cui l'effetto rinforzante generato dalle nano inclusioni risulta trascurabile.

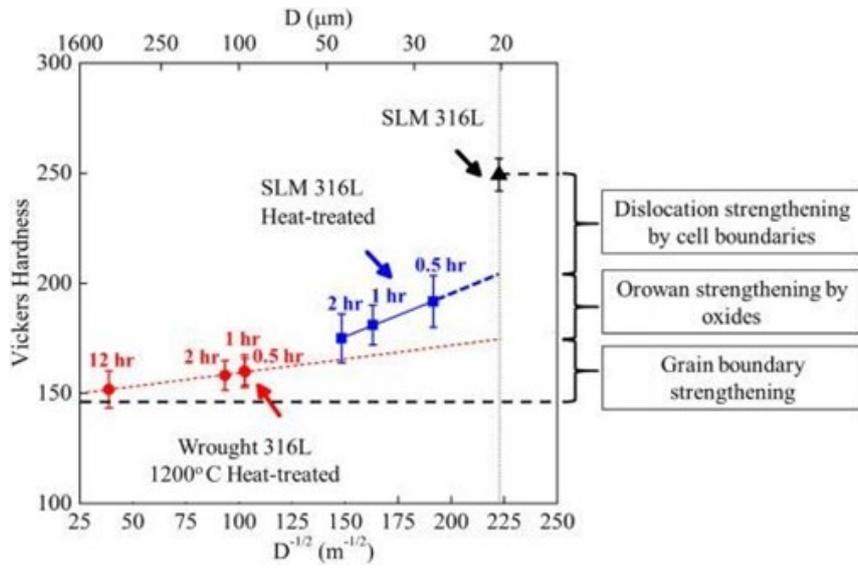


Figura 20 Valori di durezza in funzione della granulometria durante la ricottura dell'acciaio 316L realizzato tramite SLM (curva blu) e l'acciaio 316L laminato.

3 PROCEDURE SPERIMENTALI

3.1 PREPARAZIONE METALLOGRAFICA DEL CAMPIONE

Allo scopo di studiare e caratterizzare le modifiche indotte dai trattamenti termici sulla microstruttura e sulle proprietà meccaniche di provini 316L prodotti mediante additive manufacturing e tecniche di produzione tradizionale, sono stati analizzati in totale quattro provini: due prodotti per trafilatura, di cui uno trattato termicamente e l'altro non trattato, e due prodotti per LPBF sottoposti entrambi a trattamento termico considerando però due sezioni differenti, parallela e perpendicolare al piano di stampa, ovvero al piano di deposizione della polvere.

Il trattamento termico di interesse è la ricottura, in particolare riscaldamento in forno a 1150° per due ore e raffreddamento in aria.

Una volta terminata la fase di fabbricazione i campioni sono lavorati alla troncatrice. Questa, attraverso l'operazione di taglio, ci consente di isolare una zona rappresentativa di quanto si desidera osservare, rendendo fondamentale la direzione del prelievo.



Figura 21 Troncatrice

Effettuata l'operazione di taglio, i campioni devono essere inglobati in resine per poter eseguire le successive fasi di preparazione con più facilità.

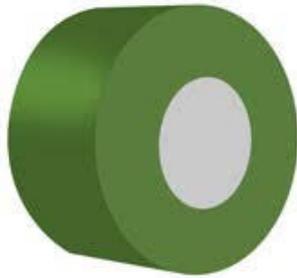


Figura 22 Provino inglobato



Figura 23 Inglobatrice

Il tipo di inglobatura effettuata nel presente lavoro di tesi è l'inglobatura a caldo e utilizza come materiale polimerizzante delle resine termoplastiche richiedendo un riscaldamento sotto pressione.

Il provino e la resina (in granuli) sono inseriti nel cilindro di una pressa e viene portato gradualmente alla temperatura di fusione della resina, circa 80-120°, e da lì mantenuto per alcuni minuti. Durante la fase di mantenimento alla temperatura di fusione è necessario l'applicazione di pressione fino a circa 20Pa perché i granuli di polimero termoplastico sciogliendosi vanno a diminuire il loro volume. A compattazione avvenuta, si raffredda il composto resina e campione fino alla temperatura ambiente facendo scorrere acqua su bobine avvolte attorno alla camera nella quale sono alloggiati campione e resina.

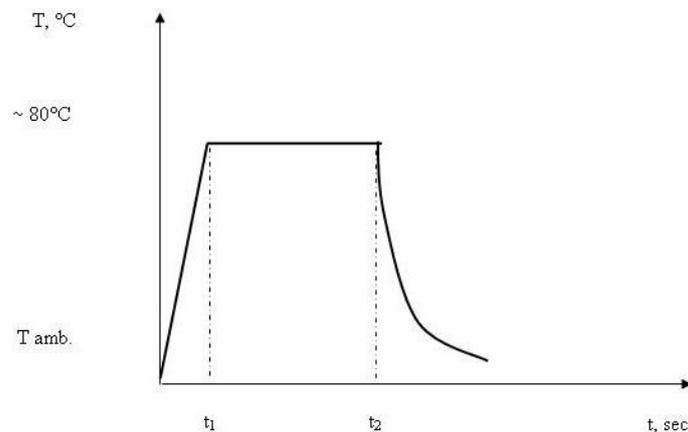


Figura 24 processo di compattazione della resina

In seguito, all'inglobatura, la superficie del campione che deve essere osservata al microscopio ottico, viene sottoposta ad assottigliamento meccanico alla lappatrice,

sfruttando delle carte abrasive a carburi di silicio (SiC) di diverse granulometrie medie, posizionate su un piatto messo in rotazione dalla macchina e lubrificate mediante un getto continuo di acqua. Le carte sono classificate secondo una normativa internazionale assegnandone a ciascuna un numero che indica la densità media dei carburi di silicio per inch^2 , ovvero mesh.



Figura 25 Lappatrice



Figura 26 carte abrasive

Minore sarà il numero riportato nella carta abrasiva e tanto minore sarà la densità dei carburi di silicio con conseguente maggiore grossezza media dei singoli carburi presenti. Infatti, carte a bassa mesh producono solchi profondi e spessi, mentre carte ad alta mesh graffiano la superficie del campione fino a $6 \mu\text{m}$ di diametro e profondità. Le carte più diffuse nel mercato sono: 180, 320, 600, 1200, 2400, 4000 grit.

È molto importante mantenere sempre il campione nella stessa orientazione quando si usa una carta abrasiva e quando questa viene cambiata il campione deve essere ruotato di 90° e mantenuto in quella posizione in modo da visualizzare sulla superficie i graffi e saperli collegare alla granulometria attuale o precedente.

Nel caso specifico, essendo il materiale 316L non estremamente difficile da assottigliare, questo è stato lavorato alla lappatrice partendo da carte abrasive di 1200 e arrivando fino alla 4000.

Al fine di ottenere una superficie lucidata a specchio, ciascun campione è stato sottoposto alla lucidatura meccanica mediante pasta diamantata a diversa granulometria, con l'utilizzo di un panno abrasivo e un lubrificante. Anche qui la macchina utilizzata è la lappatrice con un funzionamento simile all'assottigliamento meccanico. L'unica differenza è data dall'utilizzo di un amalgama contenente particelle di diamante sintetico calibrate in modo produrre solchi nell'ordine pari a $3-1-0,25 \mu\text{m}$.



Figura 27 lappatrice per lucidatura meccanica

Questa fase è di fondamentale importanza per le osservazioni al microscopio ottico in quanto consente di ottenere superfici metalliche pronte ad essere attaccate chimicamente e quindi esenti da imperfezioni dovute alla preparazione metallografica. Infatti, i solchi lasciati in questa fase di lucidatura non sono visibili neanche al massimo ingrandimento al microscopio ottico.

Successivamente è stato realizzato l'attacco chimico con l'obbiettivo di mettere in risalto i dettagli della microstruttura del materiale.

Generalmente gli attacchi chimici sono costituiti da un solvente (alcool metilico o etilico, acqua distillata ecc.) e da uno o più acidi. Lo scopo è quello di attaccare alcuni siti preferenziali in modo da creare un contrasto superficiale che permette alla luce riflessa di evidenziare la morfologia dell'elemento in questione. L'attacco chimico è influenzato da diversi fattori, tra cui il tipo di acido, il solvente, la temperatura, il tempo e l'umidità.

Al fine di ottenere una superficie ben attaccata e non corrosa o bruciata, è necessario seguire un apposito manuale che consiglia per ciascun tipo di materiale il tipo di attacco chimico da effettuare e i vari tempi di permanenza della soluzione sulla superficie del campione.

In seguito a questo processo, al microscopio ottico, è possibile osservare bordi di grano, seconde fasi, strutture allotropiche (ferrite, austenite, martensite), geminati e linee di flusso dovute per esempio al raffreddamento in fase di formatura del materiale.

Nel presente lavoro di tesi, l'attacco chimico è stato realizzato attraverso una miscela costituita da:

1. 15 ml di acido cloridrico (HCl)
2. 10 ml di acido nitrico (HNO₃)
3. 10 ml di acido acetico (CH₃COOH)

Una volta realizzata la soluzione, questa è stata colata sulla superficie del campione in analisi e fatta agire con esso per circa un minuto.

3.2 MICROSCOPIO OTTICO

Il microscopio ottico è un dispositivo usato per studiare la struttura di metalli e leghe metalliche; questo fornisce informazioni circa la dimensioni e la forma dei cristalli, la distribuzione delle fasi e l'eventuale presenza di inclusioni, porosità, cavità, soffiature e cricche.

Come rappresentato in figura 28, il microscopio ottico è realizzato attraverso la composizione di due tipologie di lenti:

1. Lenti obiettivo: posizionata davanti all'oggetto abbastanza vicino al fuoco
2. Lente oculare: posizionata ad una distanza tale per cui il fuoco coincide con l'immagine dell'oggetto.

Dunque, l'immagine creata dalla prima lente diventa l'oggetto della seconda lente.

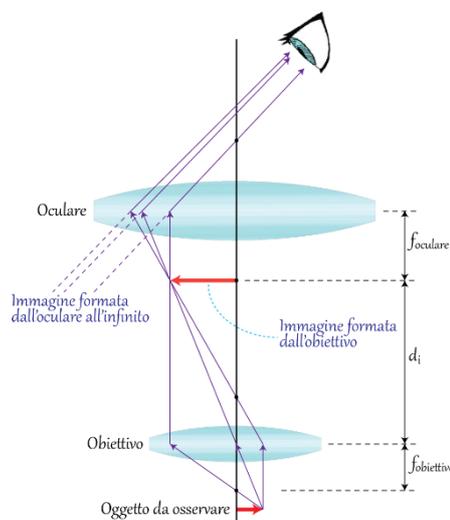


Figura 28 distribuzione lenti nel microscopio ottico

L'osservazione al microscopio ottico viene effettuata illuminando i provini per riflessione; i campioni devono essere quindi preparati tramite lucidatura ed eventuale attacco chimico. I principali limiti del microscopio ottico sono il potere risolutivo che risulta essere inferiore a 0,2 micron (limite posto dalla lunghezza d'onda della luce impiegata $380\text{nm} < \lambda < 780\text{nm}$), e la scarsa profondità di campo, quindi l'impossibilità di mettere a fuoco dettagli posti su piani differenti.

Nel presente lavoro è stato utilizzato il microscopio ottico Leica per andare ad acquisire immagini a diversi ingrandimenti sui campioni presi in esame sia subito dopo lucidatura,

per visualizzare eventuali difetti, sia dopo l'attacco chimico, per visualizzare la microstruttura.



Figura 30 microscopio ottico

3.2.1 CARATTERIZZAZIONE DEI VUOTI

Dopo aver lucidato perfettamente ogni provino, prima di effettuare l'attacco chimico, vengono acquisite al microscopio ottico delle immagini a diversi ingrandimenti per effettuare la caratterizzazione dei vuoti, attraverso un software chiamato ImageJ.

Le analisi dei vuoti sono state fatte andando ad inserire all'interno di questo programma diverse immagini per ogni campione ad uno stesso ingrandimento (20x). Dopo aver impostato l'applicazione in modo da avere come unità di misura i micrometri, si prosegue andando a disegnare un rettangolo la cui area non contenga il marker e attraverso l'utilizzo del comando "crop" viene ritagliata l'area della figura precedentemente selezionata.

Seguendo una data procedura vengono dapprima evidenziati tutti i vuoti presenti nella superficie del campione, figura 31, e selezionando Analyze → Analyze Particles si apre una finestra di tipo Excel dove nella prima colonna viene riportato il numero identificativo di ogni vuoto mentre nella seconda colonna appare l'area dei vuoti espressa in μm^2 , figura 32.

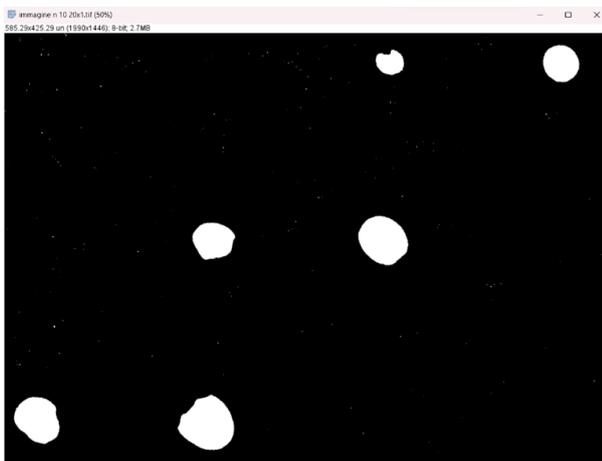


Figura 31

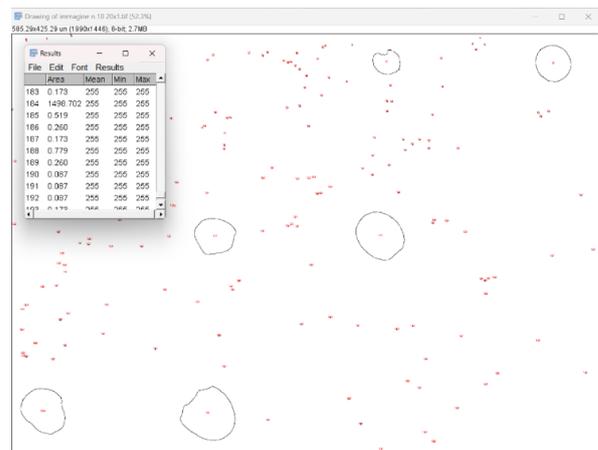


Figura 32

Infine, viene utilizzato un file Excel, inserendo in esso il numero di vuoti ed area corrispondente, andando a calcolare:

1. La somma delle aree di ogni vuoto
2. L'area dell'immagine
3. La percentuale dei vuoti sull'area totale

Tale procedura è stata ripetuta ugualmente per tutti i quattro campioni utilizzando immagini a 20x di ingrandimento e una volta ricavato il valore percentuale dei vuoti per ogni immagine, è stata calcolata la percentuale media su ogni campione.

3.3 PROVE DI MICRODUREZZA

Infine, tutti e quattro i provini sono stati sottoposti a una prova di microdurezza Vickers. Questa è un particolare tipo di prova che interessa un piccolissimo volume di materiale, in genere un solo cristallo, di conseguenza l'impronta è visibile solo con un forte ingrandimento al microscopio. I carichi applicati in questo tipo di prova generalmente sono inferiori a 1 N, perciò vengono espresse in gF.

La prova di microdurezza Vickers consiste nel premere con un certo carico F 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 (rombo) sulla superficie dopo la rimozione della forza F.

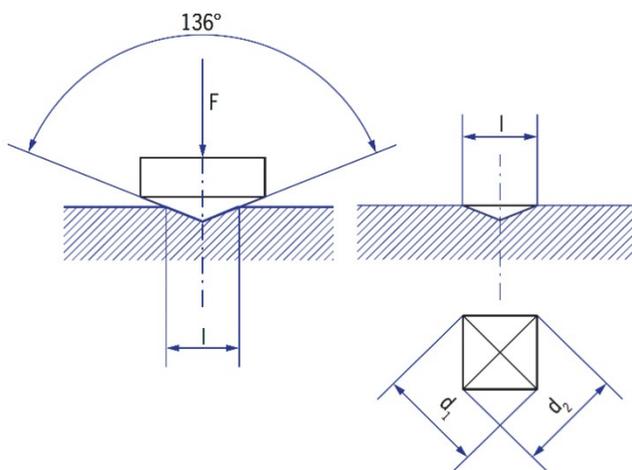


Figura 33 prova di microdurezza

Equazione 2 calcolo diagonale media prova Vickers

$$d = \frac{d1 + d2}{2}$$

Equazione 3 calcolo microdurezza Vickers

$$HV = 0,189 \frac{F}{d^2}$$

Come espresso dall'equazione n 3, la prova di microdurezza Vickers è proporzionale al rapporto tra il carico di prova e la superficie dell'impronta.

La macchina di prova utilizzata nel presente lavoro è il microdurometro dotato di microscopio ottico per ricercare la zona in cui effettuare la penetrazione e un dispositivo di applicazione del carico, avente l'obiettivo di selezionare l'impronta nel punto selezionato e raggiungere il carico in circa 2-8 secondi per poi essere mantenuto per circa 10-15 secondi. Il campione sottoposto a tale prova deve essere liscio, piano ed esente da alterazioni dovute a riscaldamenti e incrudimenti.



Figura 35 Microdurometro

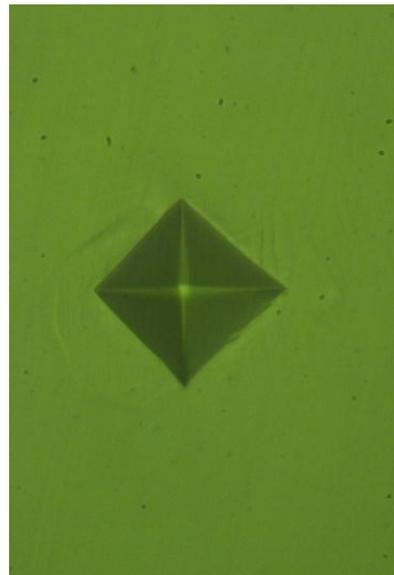


Figura 34 Impronta penetratore Vickers su barra 316L non trattata termicamente

Per quanto riguarda i campioni prodotti tramite tecniche tradizionali, le prove di microdurezza sono state effettuate andando ad applicare un carico di 300gF, mentre nei campioni prodotti tramite Laser Powder Bed Fusion è stato applicato un carico di 500gF. In entrambi i casi la procedura eseguita è stata la stessa:

1. Posizionamento del provino sul microdurometro fissandolo attraverso una morsa, andando a stabilire il punto di riferimento (0;0) in cui effettuare la prima indentazione e visualizzando al microscopio ottico l'area di interesse accertandosi che il provino sia in piano, liscio e privo di contaminazioni.
2. Una volta posizionato il provino sotto il penetratore si procede con l'indentazione facendo agire il carico per un tempo di dieci secondi.

3. Terminata l'indentazione si visualizza al microscopio ottico l'impronta lasciata dal penetratore, salvando l'immagine, ingrandendola e misurando le due diagonali, la cui media aritmetica viene impiegata per il calcolo della superficie S dell'impronta. Quindi viene inserito il valore medio delle diagonali in un apposito file Excel e si ottiene il valore della microdurezza Vickers.
4. La procedura è stata ripetuta più volte per ogni campione, realizzando circa 30 impronte su tutta la lunghezza del tratto utile, come rappresentato nello schema in figura 36.

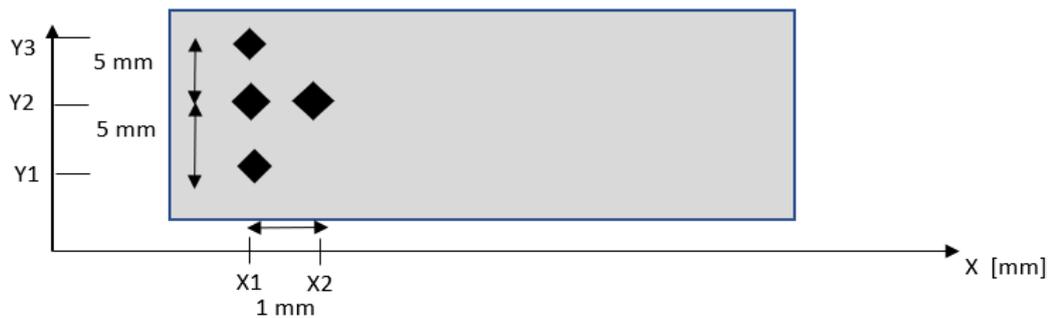


Figura 36 schema di acquisizioni delle misure

Eseguendo le indentazioni secondo questa logica, è possibile ottenere valori di microdurezza sulle diverse aree del campione, valutando come questa vari passando dal bordo superiore a quello inferiore.

4 RISULTATI

4.1 ANALISI DELLE POROSITA'

Le analisi riguardanti le caratterizzazioni delle porosità, all'interno dei vari campioni analizzati, sono servite per valutare come il processo di LPBF influenzi la nascita di difetti sulla superficie rispetto alle tradizionali tecniche di produzione.

Una prima considerazione è stata fatta confrontando le immagini acquisite al microscopio ottico delle barre 316L trattate termicamente e non trattate, ad un ingrandimento di 50x1, poiché con un ingrandimento inferiore non si riescono a distinguere bene i vuoti presenti.

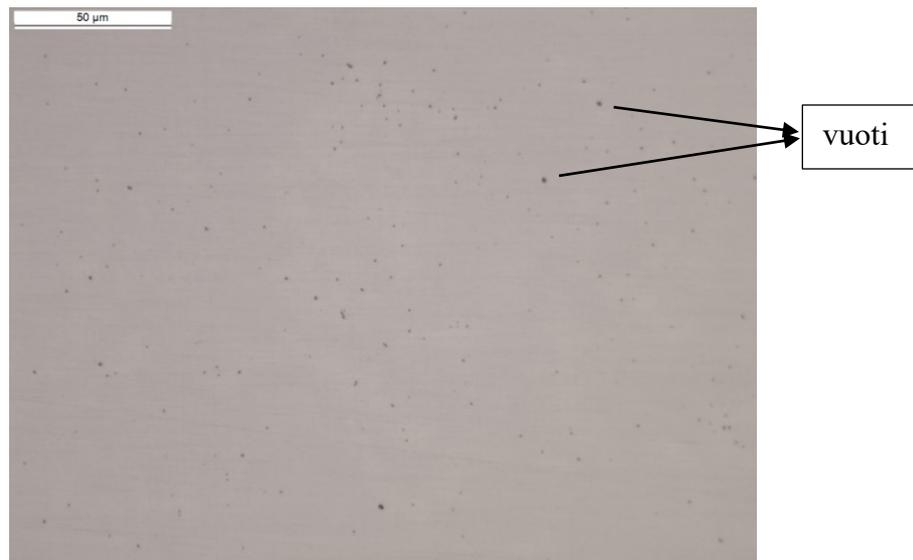


Figura 37 difetti barra 316L 50x1



Figura 38 difetti barra 316L HT 50x1

Osservando le figure 37-38 non si notano particolari differenze nelle dimensioni delle porosità e nella loro distribuzione, potendo dunque dedurre che il trattamento termico di ricottura non ha avuto una importante influenza sull'evoluzione dei difetti.

Analizzando invece le immagini acquisite al microscopio ottico dei campioni 316L LPBF si notano dimensioni dei vuoti notevolmente maggiori rispetto alle barre. Questo è dovuto alla tecnica di produzione additiva la cui elevate velocità di solidificazione causano l'intrappolamento del gas inerte presente in camera di fabbricazione all'interno del materiale. Questo fenomeno è osservabile sia nella sezione XY che in quella YZ del campione LPBF, figura 39-40.

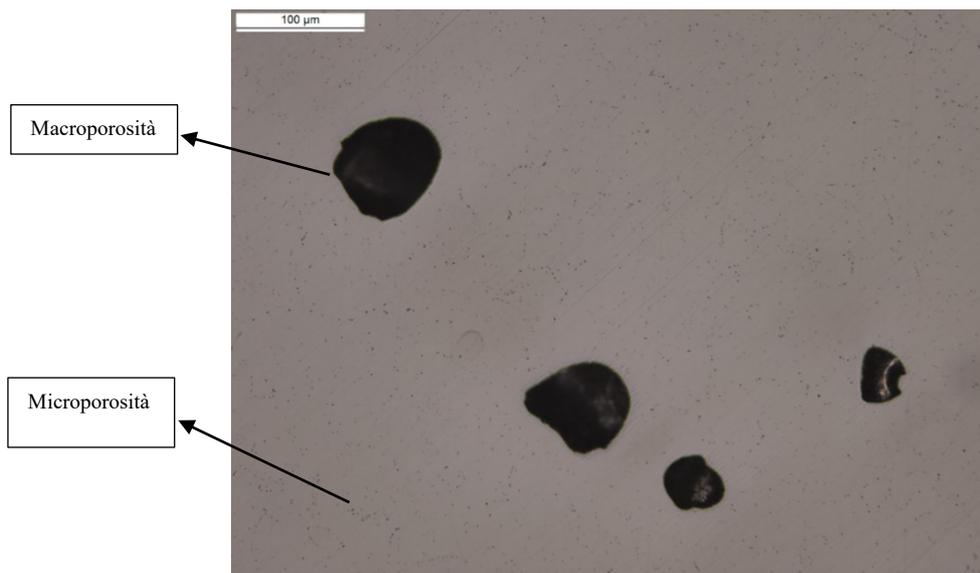


Figura 39 difetti 316L LPBF XY HT 20x1

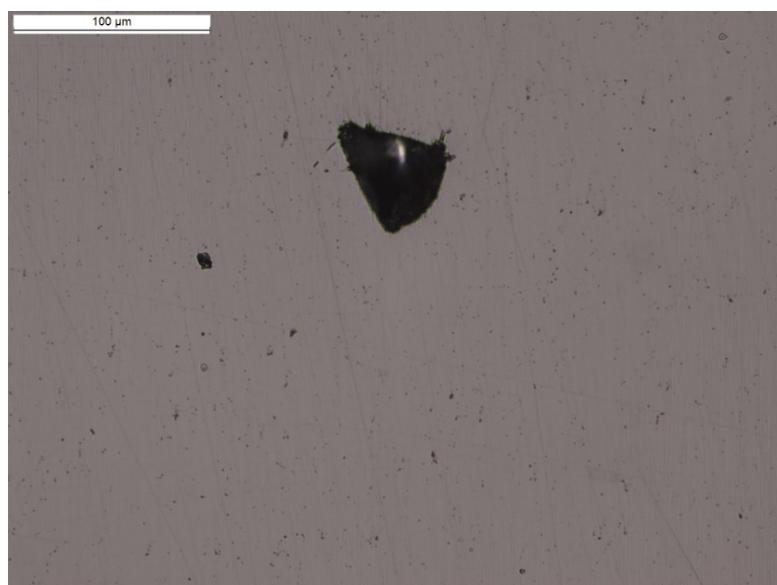


Figura 40 difetti 316L LPBF YZ HT 20x1

Nei campioni additive sono presenti porosità sia di grandi che di piccole dimensioni; dunque, la caratterizzazione dei vuoti è stata realizzata con due ingrandimenti differenti, tenendo conto sia delle macro che delle micro-porosità.

MACROPOROSITA'	20x1
MICROPOROSITA'	50x1

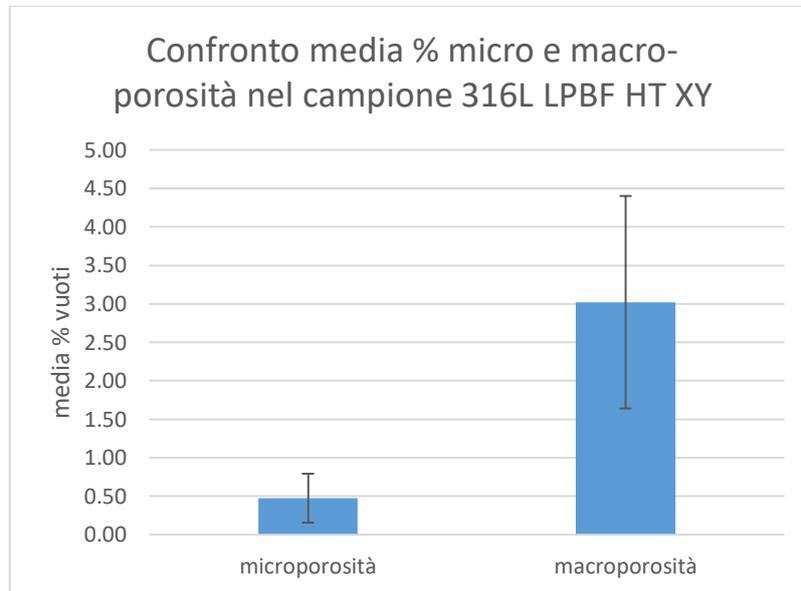


grafico 1 confronto media % micro e macro-porosità nel campione 316L LPBF HT XY

Dal grafico 1 si evince che nel campione 316L LPBF HT XY la percentuale di porosità di grandi dimensioni è estremamente superiore rispetto a quella delle micro-porosità.

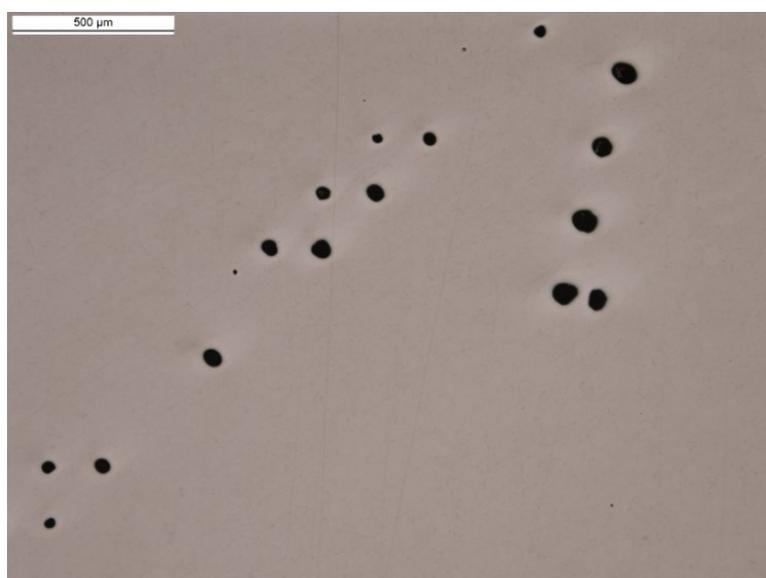


Figura 41 difetti 316L LPBF XY HT

In determinate zone della superficie del campione LPBF XY, figura 41, si osserva un'orientazione particolare dei vuoti secondo una certa direzione. Questo è dovuto ad una non corretta setacciatura della polvere nella fase di preparazione del processo di produzione. Tale fenomeno è presente anche nella sezione YZ anche se meno evidente, figura 42.

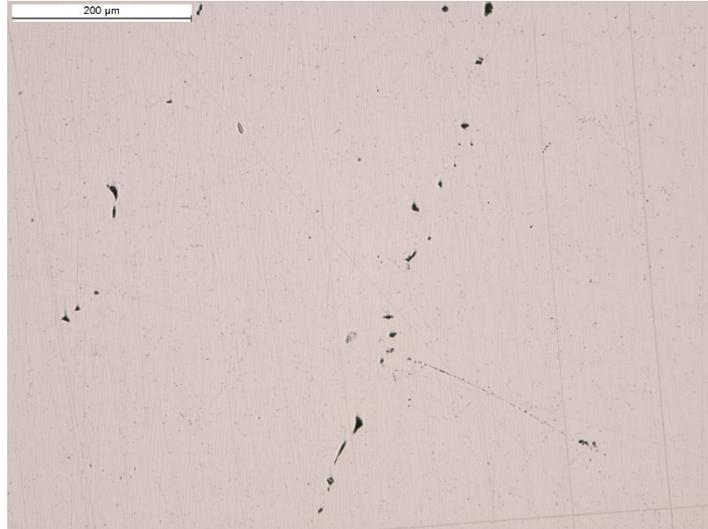


Figura 42 difetti 316L LPBF YZ HT 10x1

Le analisi effettuate, mediante ImageJ, sulle diverse immagini acquisite al microscopio ottico con un ingrandimento di 20x1, hanno dato i seguenti risultati in termini di media percentuale di porosità:

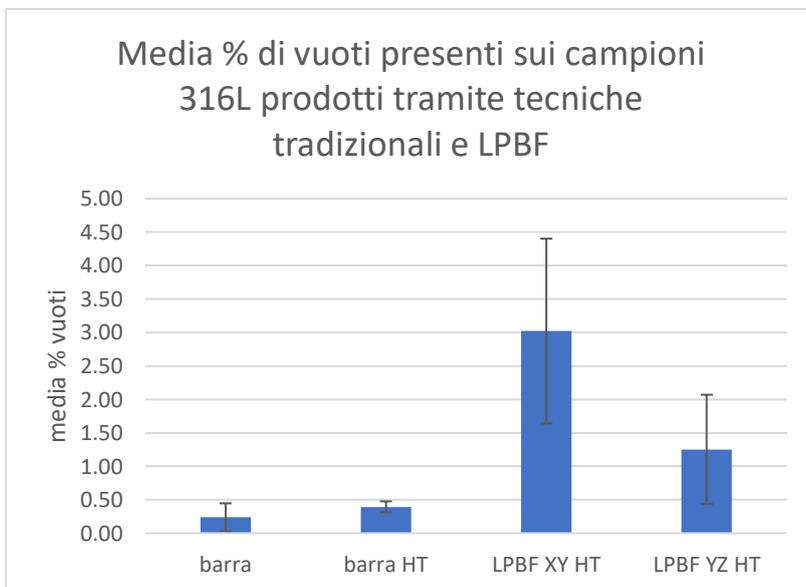


grafico 2 media % vuoti sui campioni 316L analizzati

Tabella 4 media % e deviazione standard dei campioni 316L analizzati

campione 316L	% media vuoti	dev.st
barra	0.24	0.209618
barra HT	0.39	0.082418
LPBF XY HT	3.02	1.380379
LPBF YZ HT	1.25	0.816623

Dal grafico 2 si può dedurre che il trattamento termico effettuato su campioni prodotti per tecniche tradizionali non influenza fortemente la media percentuale dei vuoti, con un piccolo aumento della stessa nel campione ricotto rispetto a quello as built.

Inoltre, a dimostrazione di quanto detto precedentemente, i campioni prodotti per LPBF presentano una percentuale dei vuoti notevolmente superiore rispetto alle barre.

4.2 ANALISI MICROSTRUTTURALE

In seguito ad attacco chimico, tramite l'acquisizione delle immagini a diversi ingrandimenti è stata valutata l'evoluzione della microstruttura dei campioni in esame.

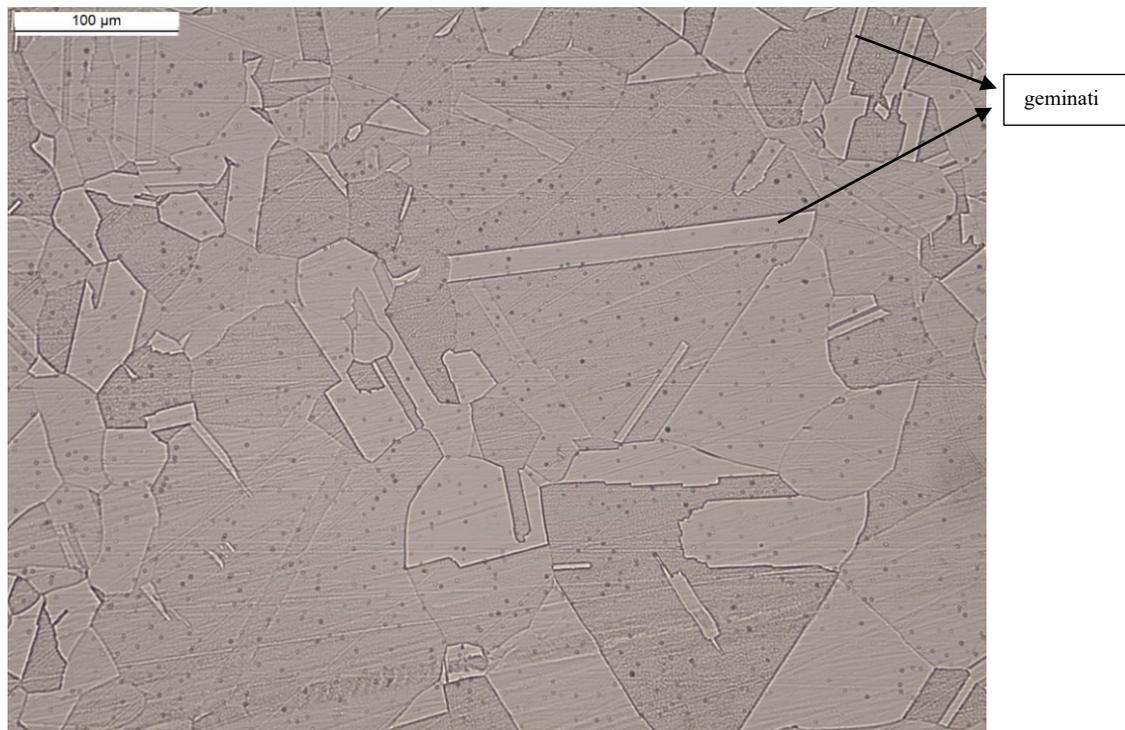


Figura 43 microstruttura barra 316L HT 20x1

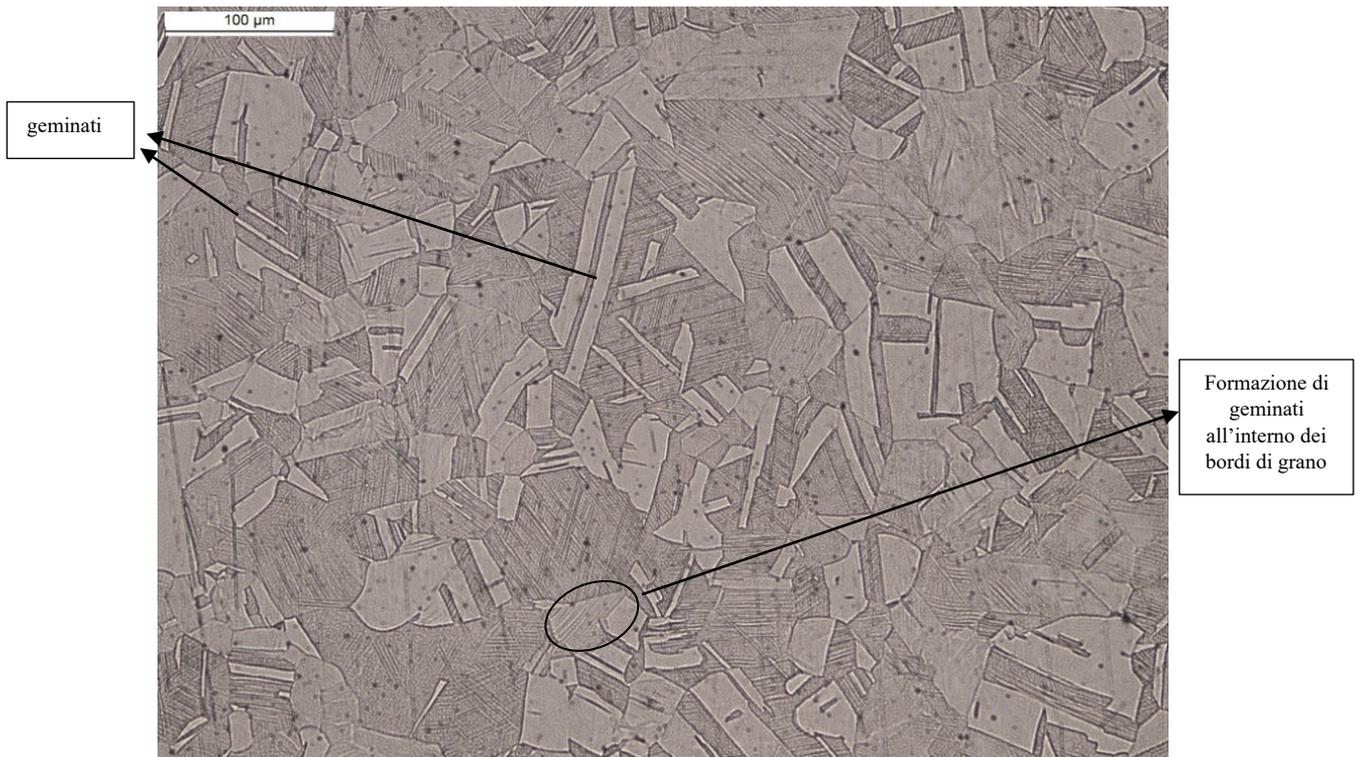


Figura 44 microstruttura barra 316L 20x1

Dalle precedenti figure è possibile osservare la presenza dei geminati all'interno della microstruttura della barra 316L trattata termicamente e as built.

Notiamo come i geminati presenti nella barra trattata, figura 43, hanno dimensioni maggiori rispetto a quella non trattata, figura 44, poiché la prima è stata sottoposta, oltre alla deformazione plastica indotta dalla trafilatura, anche al trattamento termico di Annealing.

Nella figura 44 inoltre, si nota la presenza dei geminati anche all'interno dei bordi di grano a causa del rapido riscaldamento e raffreddamento durante la fase di deposizione della polvere.

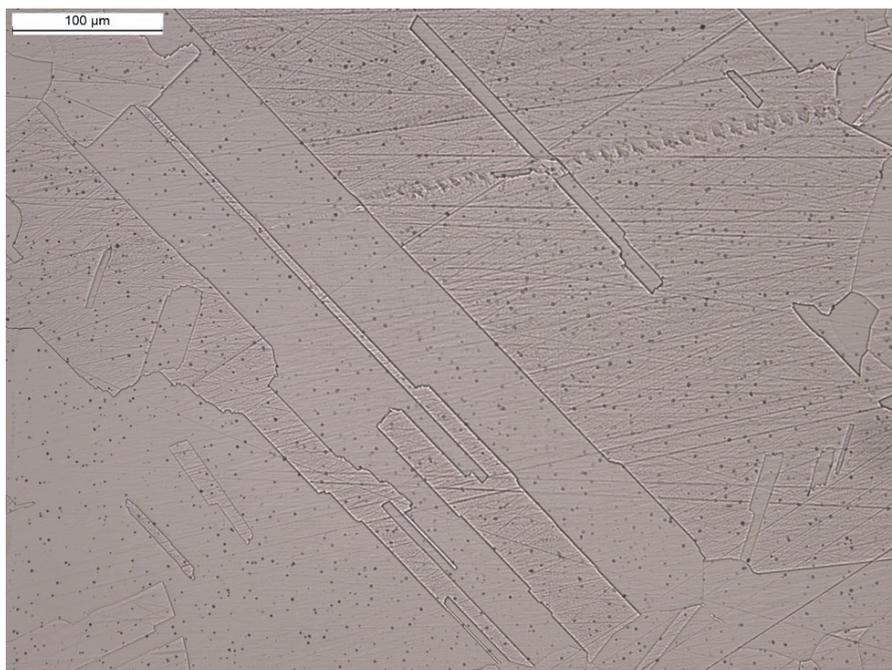


Figura 45 microstruttura barra 316L HT 20x1

A dimostrazione di quanto detto precedentemente, la figura 45 mostra la presenza, nella microstruttura della barra trattata, di geminati aventi dimensioni di oltre 400μm, superiori a quelli presenti nella barra as built che misurano circa 100μm.

Ulteriori considerazioni vengono fatte osservando le microstrutture in figura 46 e 47.



Figura 46 microstruttura barra 316L HT 10x1



Figura 47 microstruttura barra 316L 10x1

Nella barra non trattata (fig. 47) infatti, i grani appaiono molto più sottili e di dimensioni inferiori rispetto a quella trattata (fig. 46), conferendo dunque al campione privo di trattamento termico proprietà meccaniche superiori.

Inoltre, grazie alla ricottura i grani e i geminati presenti sono orientati secondo determinate direzioni stabilite dal gradiente termico e non in modo casuale come invece avviene nella microstruttura della barra non sottoposta a trattamento.

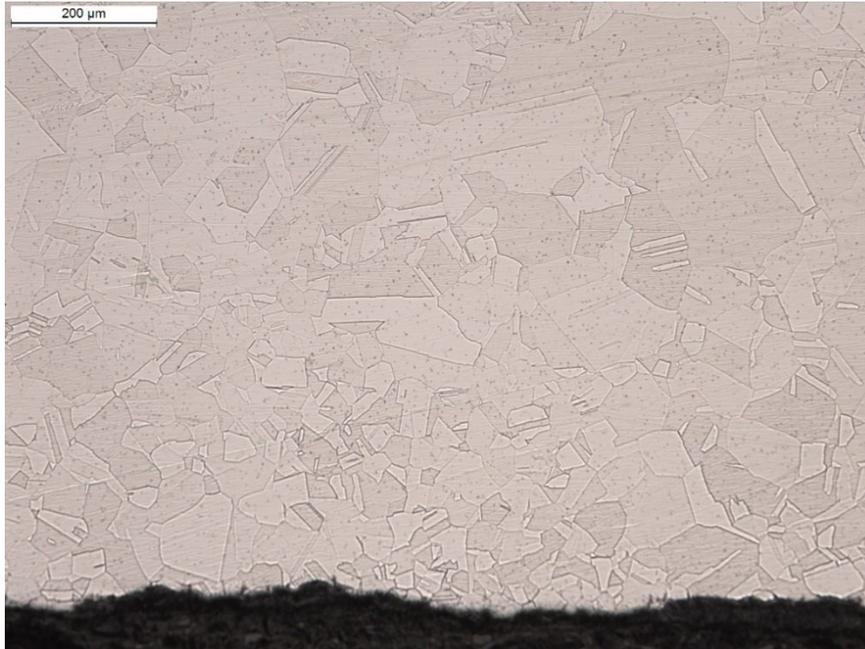


Figura 48 microstruttura barra 316L HT 10x1

La figura 48 infine, mette in evidenza la riduzione della dimensione dei grani quanto più ci si avvicina all'estremità del campione analizzato. Questa variazione potrebbe essere dovuta al processo produttivo di trafilatura e ricottura che provoca la creazione di velocità di raffreddamento differenziali nelle diverse aree del campione. Infatti, nelle zone più esterne la velocità di raffreddamento è più elevata rispetto all'interno e questo provoca la creazione di grani più fini.

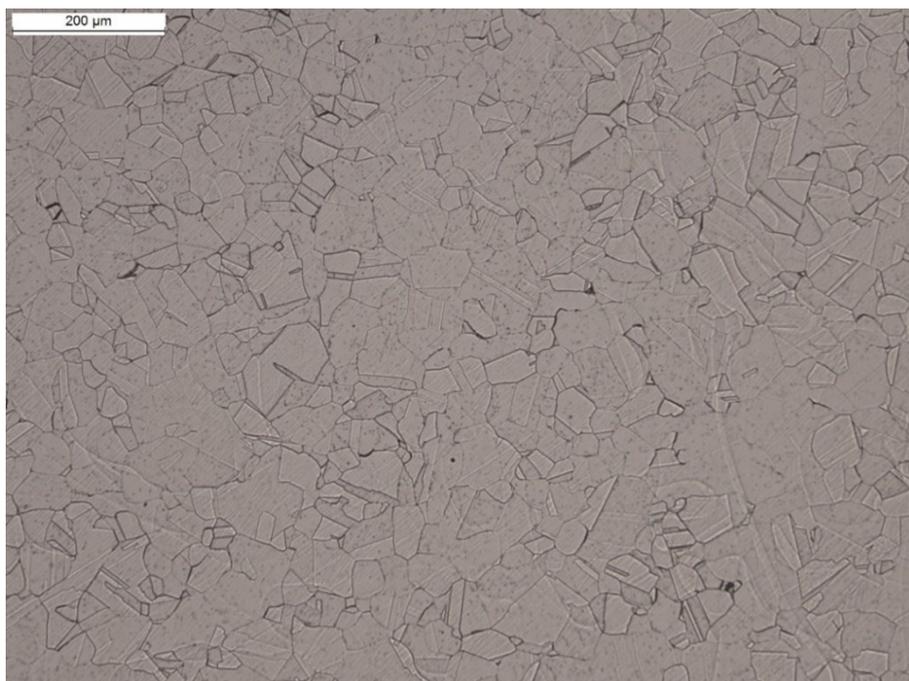


Figura 49 microstruttura 316L LPBF XY HT 10x1

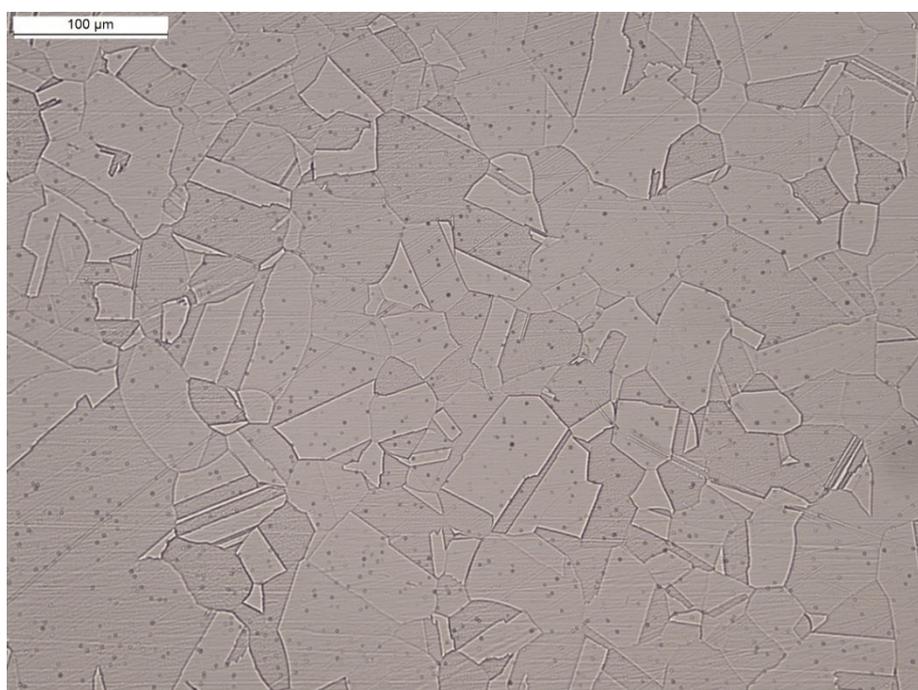


Figura 50 microstruttura 316L LPBF XY HT 20x1

Osservando invece la microstruttura del campione 316L LPBF XY, fig. 49-50, si nota la presenza di grani più sottili rispetto al campione prodotto tradizionalmente e trattato termicamente. Anche qui sono presenti i geminati aventi però dimensioni inferiori rispetto alla barra ricotta poiché la loro formazione è dovuta quasi esclusivamente al trattamento termico di annealing, dato che il campione non è stato sottoposto a deformazione plastica

durante il processo produttivo. (In minima parte la formazione dei geminati potrebbe essere dovuta anche alla presenza delle tensioni residue)

Nelle precedenti figure, inoltre, non sono più visibili le pozze di fusione a causa del trattamento termico di ricottura che ha portato ad una ricristallizzazione.



Figura 51 316L LPBF YZ HT



Figura 52 microstruttura 316L LPBF YZ HT

Analizzando la microstruttura del 316L LPBF HT YZ, fig. 51-52, non si notano sostanziali differenze rispetto alla sezione XY se non per un piccolo aumento delle dimensioni dei grani e dei geminati.

In alcune zone della microstruttura sono evidenti degli aloni di colore bianco dovuti al fatto che il trattamento termico ha realizzato la ricristallizzazione ma non totalmente e dunque le melting pool sono ancora parzialmente visibili.

Infine, in figura 51 si osservano dei difetti dovuti per esempio alla presenza di impurità, al tipo materia prima utilizzata e alla tecnologia di produzione della polvere. Le polveri generalmente sono prodotte per atomizzazione che può essere ad acqua, gas ecc.

Per questo motivo, se la setacciatura in fase di preparazione del job di stampa non viene effettuata correttamente allora si verranno a creare questi difetti.

4.3 ANALISI MICRODUREZZE

Dalle prove di microdurezza effettuate si sono ottenuti i seguenti risultati:

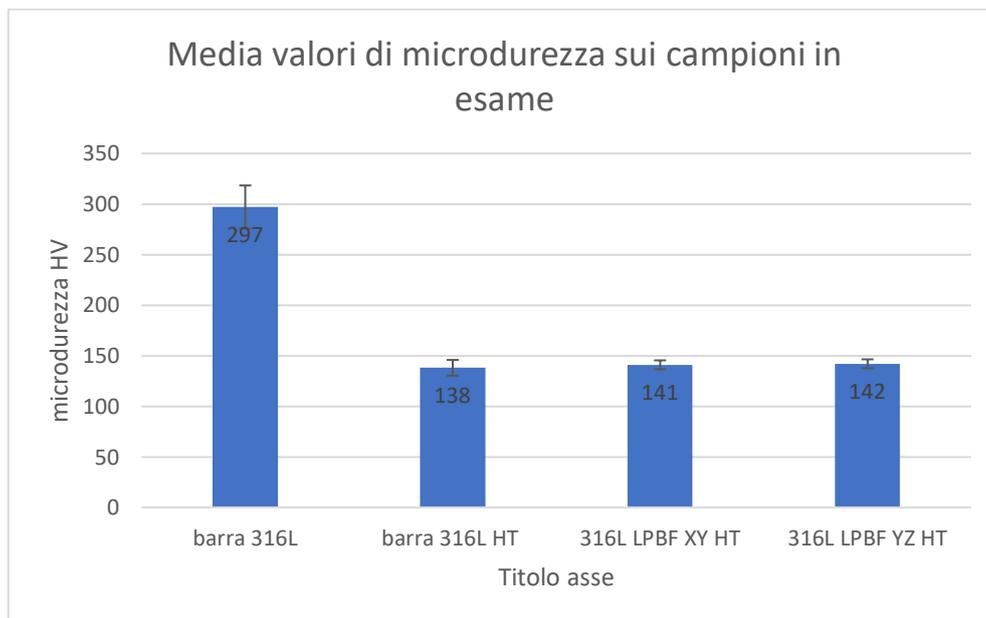


grafico 3 media valori di microdurezza sui campioni 316L prodotti per LPBF e trafilatura

Dal grafico 3 si osserva che il trattamento termico influenza notevolmente la microdurezza, in quanto in seguito a ricottura il suo valore diminuisce drasticamente, passando da 297 a 138 HV.

Per quanto riguarda i campioni prodotti per LPBF e ricotti, nelle due sezioni i valori di microdurezza sono equiparabili, essendo 141 HV per la sezione XY e 142 HV per la YZ.

Infine, confrontando i prodotti additive con la barra trattata notiamo che i primi presentano un valore di microdurezza superiore, anche se di poco, rispetto alla barra.

I grafici mostrati di seguito riportano i valori di microdurezza media e la deviazione standard su ogni campione analizzato.

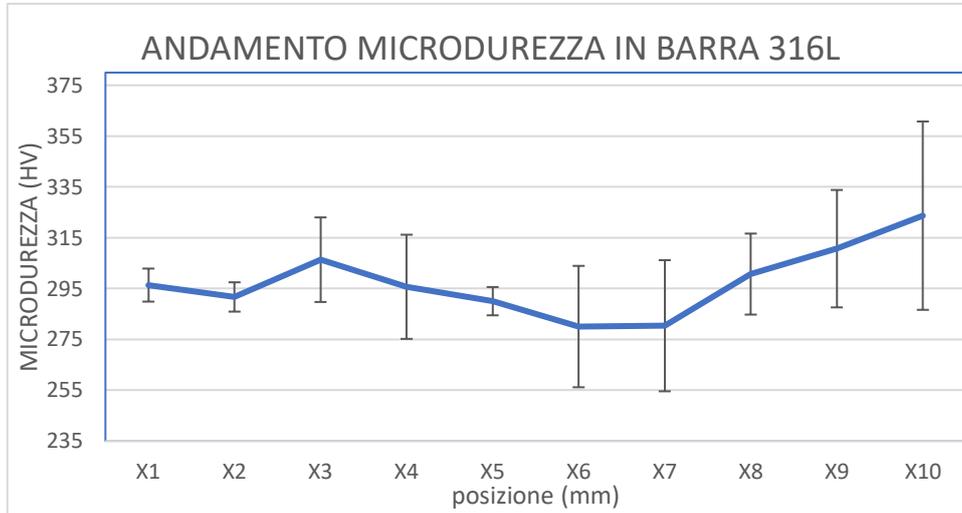


grafico 4 Andamento microdurezza barra 316L

Dal grafico 4 si nota come nella barra 316L as built, dopo un aumento della microdurezza nella fase iniziale, è caratterizzata da una riduzione graduale della stessa, fino a raggiungere un valore minimo di 280 HV, per poi crescere nuovamente, raggiungendo il valore massimo di 324 HV alla fine del tratto utile.

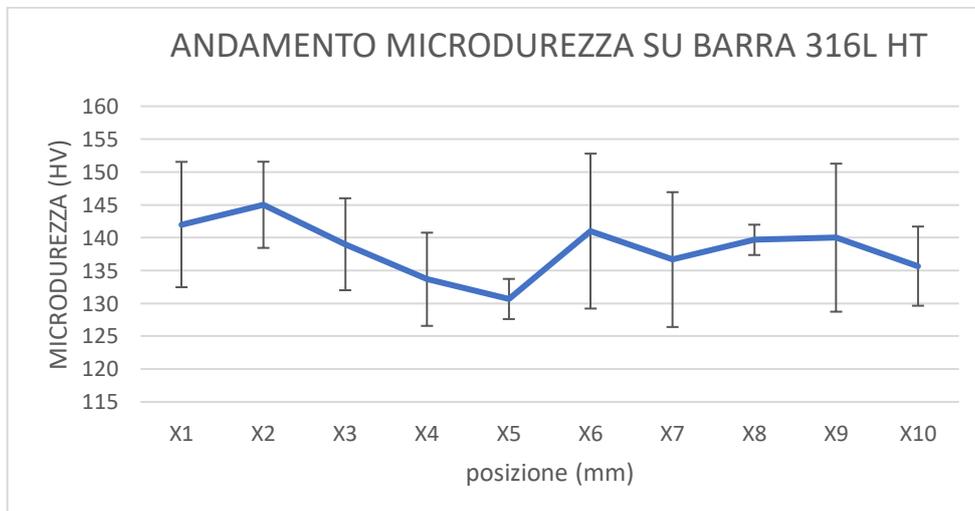


grafico 5 Andamento microdurezza barra 316L HT

Il grafico 5 mostra invece che la barra ricotta raggiunge un valore massimo di circa 145 HV nella zona iniziale del tratto utile per poi decrescere con una pendenza maggiore rispetto a quella della barra as built raggiungendo un valore minimo di 128 HV nella zona centrale. Da questo punto in avanti, l'andamento della microdurezza risulta essere molto variabile, fino a presentare, alla fine del tratto utile, una riduzione.

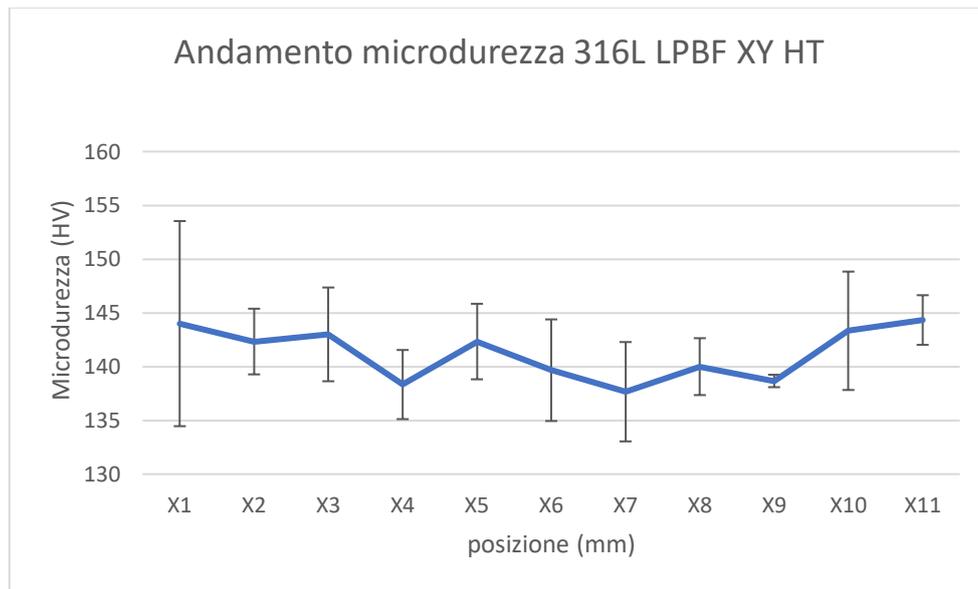


grafico 6 Andamento microdurezza 316L LPBF HT XY

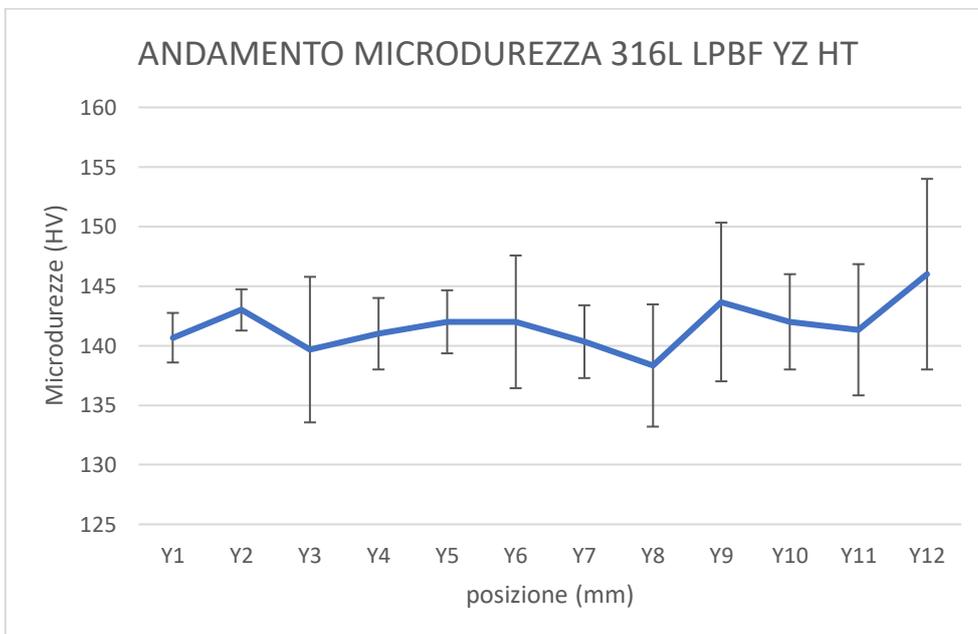


grafico 7 Andamento microdurezza 316L LPBF HT YZ

I grafici 6-7 mostrano l'andamento della microdurezza nei campioni prodotti per additive manufacturing. Il campione XY raggiunge il massimo valore della microdurezza pari a 144 HV nelle due estremità di inizio e fine del tratto utile, presentando invece il minimo valore di 138 HV nella parte centrale. Nel campione YZ invece il valore massimo di microdurezza pari a 146 HV, si trova alla fine del tratto utile, mentre il minimo si trova nella zona centrale ed è pari a 138 HV.

I prodotti AM presentano, nella zona centrale, un andamento più variabile rispetto alle barre, caratterizzate invece dalla presenza di una riduzione dei valori nella zona centrale, con un successivo recupero nella parte finale del tratto utile.

Queste valutazioni sono state fatte sulla base della media che serve solamente a dare l'idea di una tendenza seguita o meno da diversi campioni. Infatti, considerando le deviazioni standard associate ad ogni dato, i valori sono sostanzialmente sempre sovrapponibili tra loro.

Di seguito vengono riportati i grafici relativi alla variazione della microdurezza sulla superficie dei campioni in esame, al fine di capire come questa vari nelle diverse zone del campione.

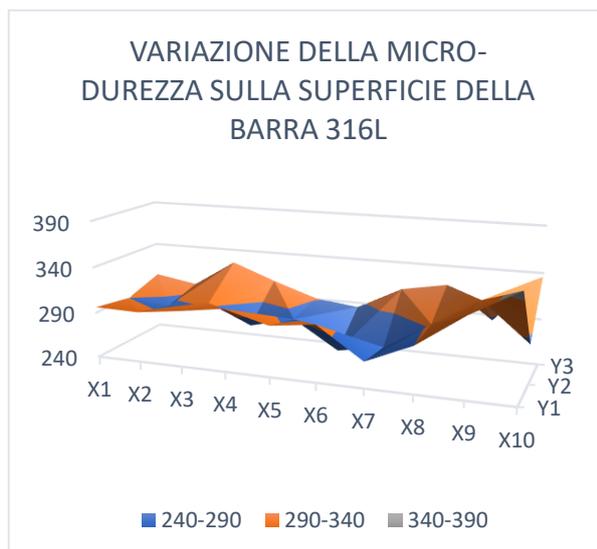


grafico 9 Variazione microdurezza sulla superficie della barra 316L

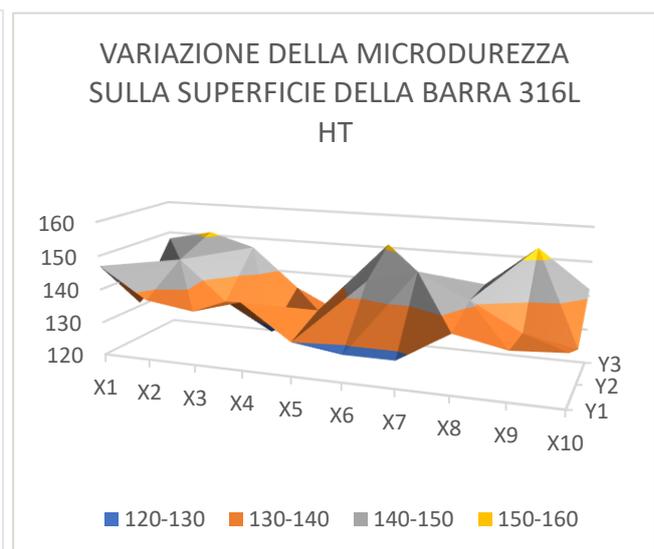


grafico 8 variazione microdurezza sulla superficie della barra 316L HT

Dai grafici 8-9 si osserva come l'andamento della microdurezza sulla superficie delle barre as built e trattate termicamente siano pressoché simili. Infatti, partendo dall'estremità di sinistra entrambi i campioni subiscono una riduzione della microdurezza

principalmente nella parte centrale del campione (Y2) e in alcune zone vicino ai bordi, fino a che questa non ricominci a crescere avvicinandoci all'estremità opposta.

Infatti, i massimi valori di microdurezza per la barra as built e ricotta si trovano per entrambi alla fine del tratto utile vicino al bordo, mentre i valori di minimo si trovano circa a metà del campione disposti nella parte centrale.

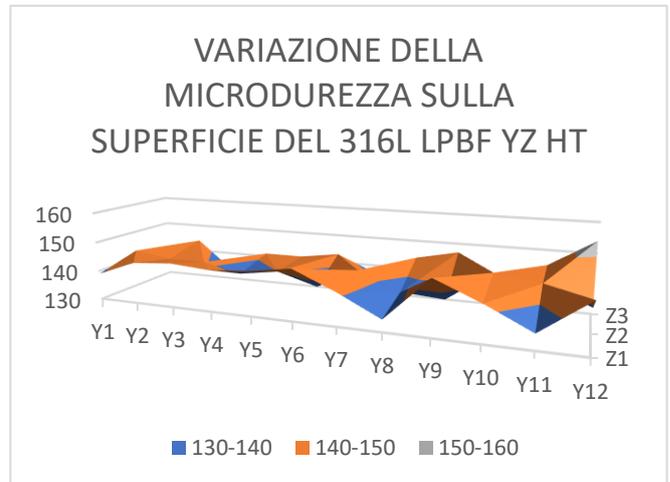
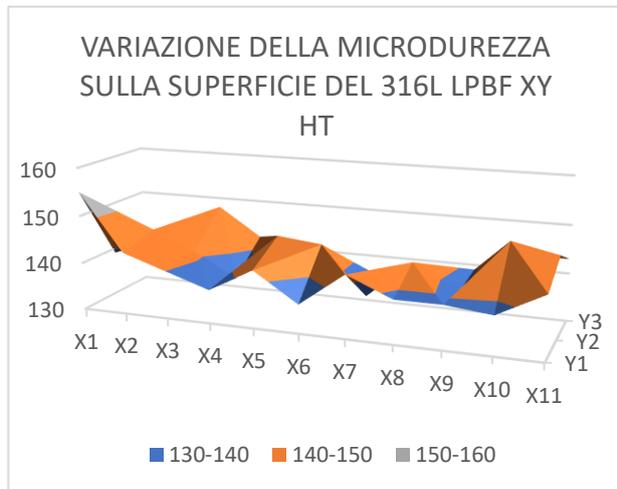


grafico 11 Variazione microdurezza sulla superficie del 316L LPBF XY HT grafico 10 Variazione microdurezza sulla superficie del 316L LPBF YZ HT

I grafici 10-11 invece rappresentano l'andamento della microdurezza sulla superficie dei campioni prodotti per additive. Nella sezione XY i minimi valori sono presenti nelle zone vicino ai bordi mentre i maggiori valori sono distribuiti nella parte centrale del provino. Nonostante questo, però il maggior valore di microdurezza si trova all'inizio del tratto utile vicino al bordo con un valore di 155 HV.

Nella sezione YZ invece si nota un aumento della microdurezza nelle zone vicino all'estremità con un valore massimo di 154 HV, mentre si ha una riduzione della stessa nella parte centrale del provino vicino ai bordi con un valore di minimo pari a 134 HV.

CONCLUSIONE

Il lavoro di tesi è stato svolto con l'obiettivo di verificare le variazioni microstrutturali e meccaniche indotte da trattamenti termici eseguiti su campioni bulk di acciaio inossidabile 316L; tali campioni sono stati prodotti tramite la tecnica di fabbricazione additiva denominata Laser Powder Bed Fusion e per tecniche di produzione tradizionale, in particolare per trafilatura. Dunque, si è cercato di evidenziare i principali vantaggi e svantaggi della fusione a letto di polvere, focalizzando l'attenzione sui seguenti temi:

1. Formazione di difetti;
2. Microstruttura;
3. Proprietà meccaniche;

I campioni presi in considerazione sono i seguenti:

Tabella 5 campioni 316L studiati nel presente lavoro

tecnica di produzione	316L
TRAFILATURA	as built
	HT
LPBF	Sezione XY HT
	Sezione YZ HT

In seguito alla caratterizzazione delle porosità nei quattro campioni si è notato come i prodotti additive, in entrambe le sezioni, siano caratterizzati da una percentuale media di vuoti nettamente superiore rispetto alle barre. Infatti, presentano porosità in numero e dimensioni significative; questo è dovuto alla tecnica di fabbricazione additiva LPBF. Inoltre, si è notato come nelle barre, il trattamento termico di ricottura influenzi di poco la formazione dei difetti, avendo ottenuto tramite ImageJ, valori percentuali quasi equiparabili.

Per quanto riguarda la microstruttura in tutti i campioni si è notata la presenza di geminati. Nella barra trattata questi, naturalmente, hanno dimensioni superiori rispetto a quelle di partenza a causa della formazione di annealing twins, o geminati da trattamento termico e quindi non solo alla deformazione plastica indotta dalla tecnica produttiva.

I campioni LPBF invece, sono caratterizzati da grani di più piccole dimensioni rispetto alla barra trattata e anche qui si nota la presenza di geminati dovuti principalmente alla ricottura.

Nei campioni ricotti inoltre si osservato una distribuzione dei grani e dei geminati più omogenea e meno casuale rispetto alla barra; infatti, questi si distribuiscono nella direzione del gradiente termico.

Infine, dalle analisi della microdurezza si evince che in seguito a trattamento termico di ricottura, la barra e le due sezioni dei campioni prodotti per LPBF presentano valori di microdurezza media quasi equiparabili, con un piccolo aumento della stessa nei campioni additive rispetto alla barra. Inoltre, valutando la media e la deviazione standard associata ad ogni dato si nota come i prodotti LPBF presentano, nella zona centrale, un andamento più variabile rispetto alle barre, caratterizzate invece dalla presenza di una riduzione dei valori in questa zona, con un successivo recupero nella parte finale del tratto utile.

Bibliografia

- [1] ASTM international , «Standard terminology for additive manufacturing technologies,» 2010.
- [2] T. Wohlers, «stereolitografia: una prospettiva storica,» in *prototipazione virtuale e fisica* , 2012.
- [3] Corso metodologie metallografiche , *Additive Manufacturing*, Ancona , 2023.
- [4] S. Huang, P. Liu, A. Mokasdar e L. Ho, «Additive manufacturing and its societal impact; a literature review,» *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 67, July 2013.
- [5] A. T. C. A. Biffi, «Stato dell'arte sulle tecniche di produzione additiva per metalli,» in *La Metallurgia Italiana*, 2017.
- [6] W. Nicodemi, *Acciai e Leghe non Ferrose*, seconda edizione Zanichelli.
- [7] Tecnoacciai , «tecnoacciai.it,» [Online]. [Consultato il giorno 29 giugno 2023].
- [8] F. Bartolomeo, M. Buciumeanu, E. Pinto, N. Alves, O. Carvalho, F. Silva e G. Miranda, «Comportamento meccanico e tribologico dell'acciaio inossidabile 316L: un confronto tra fusione laser selettiva, pressatura a caldo e fusione convenzionale,» in *Additive manufacturing*, 2017, pp. 81-89.
- [9] A. e. a. RÖTTGER, «Microstruttura e proprietà meccaniche dell'acciaio inossidabile austenitico 316L lavorato da diversi dispositivi SLM,» *international journal of advanced manufacturing technology*, 2020.
- [10] The university of Manchester , «Microstructure and Mechanical Properties of 316L, Stainless Steel Fabricated Using Selective Laser Melting,» *MRS Advances*.
- [11] D. Wang, C. Changhui, Y. Q. Yang e Y. Bai, «Investigation of Crystal Growth mechanism during selective laser melting and mechanical properties characterization of 316L stainless steel parts,» *Materials and design*, vol. 100, pp. 291-299, 2016.
- [12] A. Sabori, A. Aversa, G. Marchese, S. Biammino, M. Lombardi e P. Fino, «Microstruttura e proprietà meccaniche dell'AISI 316L prodotte dalla produzione additiva basata sulla deposizione di energia diretta: una rassegna,» *applied science*.

- [13] F. Yan, E. Faierson, W. Xiong e G. Olson, «Characterization of nano-scale oxides in austenitic stainless steel processed by powder bed fusion,» *Scripta Materialia*, 2018.
- [14] B. Barkia, P. Aubry, P. Haghi-Ashtiani, T. Auger, L. Gosmain, F. Schuster e H. Maskrot, «On the origin of the high tensile strength and ductility of additively manufactured 316L stainless steel: Multiscale investigation,» *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 41, pp. 209-218, 2020.
- [15] B. Zhou, P. Xu, W. Li, Y. Liang e Y. Liang, «Microstructure and Anisotropy of the Mechanical Properties of 316L Stainless Steel Fabricated by Selective Laser Melting,» *Metals*, 2021.
- [16] L. T. Jurado, R. M. Arèvalo Hernandez e E. Rocha-Rangel, «Sol-Gel Synthesis of Mullite Starting from,» *Journal of Powder Technology*.
- [17] R. B. Fair, *Rapid Thermal Processing: Science and Technology*.
- [18] W. Nicodemi, *Metallurgia*, Seconda edizione Zanichelli.
- [19] K. Saeidi, X. Gao, F. Lofaj, L. Kvetková e Z. Shen, «Transformation of austenite to duplex austenite-ferrite assembly in annealed stainless steel 316L consolidated by laser melting,» *Journal of Alloys and Compounds*, 2015.
- [20] T. Sourmail, P. Opendacker, G. Hopkin e H. Bhadeshia, «<https://www.phase-trans.msm.cam.ac.uk/abstracts/annealing.twin.html>,» University of Cambridge. [Online]. [Consultato il giorno 30 giugno 2023].
- [21] M. L. Montero Sistiaga, S. Nardone, C. Hautfenne e J. Van Humbeeck, «EFFECT OF HEAT TREATMENT OF 316L STAINLESS STEEL PRODUCED BY,» 2016.
- [22] K. Saeidi, X. Gao, Y. Zhong e Z. Shen, «Hardened austenite steel with columnar sub-grain structure formed by laser melting,» *Materials Science and Engineering*, vol. 625, pp. 221-229, 2015.

