



**UNIVERSITA' POLITECNICA DELLE MARCHE**  
**FACOLTA' DI INGEGNERIA**

---

Corso di Laurea triennale Ingegneria Meccanica

**Studio di trattamenti termici applicati a campioni in acciaio prodotti  
tramite additive manufacturing**

**Study of heat treatments applied to steel samples fabricated by additive  
manufacturing**

Relatore: Chiar.ma  
Prof. Santecchia Eleonora

Tesi di Laurea di:  
Virgili Gianni

A.A. 2020 / 2021





# Indice

## Introduzione

### 1. Capitolo 1

1.1. Additive Manufacturing dei materiali metallici

1.2. Binder Jetting

1.3. Powder Bed Fusion

1.4. Direct Energy Deposition

1.5. Bound Metal Deposition

### 2. Capitolo 2

2.1. Acciai Inossidabili

2.2. Acciai Inossidabili Martensitici

2.3. Acciai Inossidabili Ferritici

2.4. Acciai Inossidabili Austenitici

2.5. Acciai Inossidabili Induriti per Precipitazione

2.6. Acciai Inossidabili Bifasici

2.7. Acciai Inossidabili a Basso Tenore Interstiziale

2.8. Acciai Inossidabili maggiormente usati per l'Additive Manufacturing

### 3. Capitolo 3

3.1. Tecniche di Caratterizzazione

3.2. Microscopio Ottico

3.3. Preparazione dei Campioni

3.4. Prove di Durezza

### 4. Capitolo 4

4.1. Procedure sperimentali

4.2. Estrazione dei Campioni

- 4.3. Inglobatura dei Campioni
- 4.4. Assottigliamento Meccanico e Lucidatura
- 4.5. Osservazione al Microscopio Ottico
- 4.6. Caratterizzazione dei Vuoti
- 4.7. Prove di Durezza e Microdurezza

## 5. Capitolo 5

- 5.1. Presentazione dei Risultati
- 5.2. Risultati Caratterizzazione dei Vuoti
- 5.3. Risultati Prove di Durezza e Microdurezza

Conclusioni

Bibliografia



## **Introduzione**

I metalli e le loro leghe sono materiali con caratteristiche e proprietà che dipendono dalla loro microstruttura; questa a sua volta è frutto dei costituenti che formano il materiale e delle varie lavorazioni e trattamenti che lo caratterizzano.

Dallo studio della microstruttura di un campione è possibile delineare le proprietà del materiale metallico e comprendere il loro legame; perciò, viene usato sia per prevedere le proprietà del campione studiato, sia per verificare la corretta esecuzione delle lavorazioni e dei trattamenti a cui è stato sottoposto il pezzo da cui viene prelevato il campione.

In questo elaborato si andrà ad analizzare la microstruttura di alcuni campioni provenienti da pezzi d'acciaio realizzati tramite Additive Manufacturing e sottoposti a trattamenti termici. Fornendo un'analisi delle immagini ottenute al microscopio dei campioni, sarà possibile caratterizzare la conformazione strutturale del materiale in questione, ovvero il 17-4 PH, mentre tramite le prove di durezza sarà possibile definire la risposta meccanica del materiale.

Nei primi capitoli saranno caratterizzati i principali processi di Additive Manufacturing dei materiali metallici, e in maniera approfondita quello del Binder Jetting e nello specifico del Bound Metal Deposition (sistema brevettato Dekstop Metal), usato per la produzione dei campioni. Successivamente sarà approfondito il gruppo degli acciai inossidabili a cui appartengono i campioni oggetto di studio e verranno confrontate le tecniche di lavorazione tradizionali con quelle di Additive Manufacturing, con un focus sulle caratteristiche del 17-4 PH e sui trattamenti termici.

Verranno poi illustrate le tecniche di caratterizzazione usate per lo studio metallografico, riferendosi ai procedimenti di preparazione del campione e agli strumenti ottici usati per lo studio per poi passare a definire i procedimenti per la valutazione della durezza e della microdurezza. Sarà poi descritto il lavoro sperimentale eseguito in laboratorio, fornendo anche una descrizione dettagliata dei vari campioni caratterizzati e verranno riportati i risultati ottenuti dalle prove

di durezza e dalle analisi dei vuoti delle immagini al microscopio del materiale, discutendo i risultati ottenuti. Per finire saranno poi riportate le conclusioni deducibili dai risultati delle caratteristiche dei campioni studiati.



# Capitolo 1

## 1.1 Additive Manufacturing di materiali metallici

Tradizionalmente per costruire un oggetto tridimensionale vengono applicati tipi di lavorazioni che si dividono in due gruppi: Formative e Sottrattive. Queste tipologie di lavorazioni permettono, a partire dal materiale grezzo, di raggiungere lo stato finale desiderato passando per uno o più passaggi che comportano la modifica della struttura del grezzo di partenza sia a livello microscopico, quindi modificando la microstruttura interna del materiale metallico, sia a livello macroscopico, attraverso l'asportazione di materiale (truciolo). Però negli ultimi anni sta avanzando un nuovo tipo di lavorazione che sta cambiando l'approccio con cui viene realizzato un oggetto, ovvero l'Additive Manufacturing (AM). Conosciuta comunemente come "stampa 3D", è l'insieme di tutti i processi e lavorazioni per cui avviene la fabbricazione di un oggetto tridimensionale con giunzione di materiale, attraverso una stratificazione progressiva su livelli sovrapposti, partendo principalmente da un modello CAD tridimensionale, in opposizione ai metodi tradizionali sottrattivi.

### I vantaggi

Le motivazioni che portano all'uso della AM possono principalmente essere racchiuse nella libertà progettuale che questa tecnologia permette, poiché attraverso la sovrapposizione degli strati di materiale è possibile un'ottimizzazione topologica dei pezzi, cioè vi è la possibilità di progettare e costruire pezzi con il minimo materiale necessario, slegando il progetto dagli aggiustamenti necessari per processi di trasformazione tradizionali. Inoltre, vi sono anche effetti positivi sulla sostenibilità del processo, che garantisce anche un'elevata riciclabilità delle materie prime e la possibilità di realizzare componenti più leggeri ed efficienti. Un altro aspetto positivo è legato all'alto grado di personalizzazione dei pezzi, per cui

vi è la possibilità di fabbricare prodotti specifici per le necessità di settori che lo richiedono, come ad esempio il settore biomedico o il settore aerospaziale.

## Il processo

Il processo di stampa 3D parte da un progetto CAD, realizzato con programmi di modellazione tridimensionali, per poi essere convertito in un file .STL che verrà letto correttamente dal software che consente di preparare il job di stampa da inviare alla macchina. Il software di preparazione definisce l'orientamento del pezzo e la direzione di accrescimento degli strati, in più consente di aggiungere al modello gli eventuali supporti per sostenere i vari strati durante la fase di stampaggio vera e propria. Poi il modello virtuale viene sottoposto al processo di Slicing, ovvero vengono definiti i parametri del processo, quali: lo spessore degli strati da cui deriva il grado di precisione dimensionale, i parametri del processo, come la strategia di scansione che va a definire la direzione che la stampante 3D segue durante la realizzazione di uno strato; questi parametri definiscono anche i costi e i tempi per la produzione del progetto. Dopo la definizione di tutti i parametri necessari avviene la stampa vera e propria, al termine della quale si ottiene l'oggetto desiderato. Solitamente vi è anche un passaggio di rifinitura e pulizia, che comprende la rimozione dei supporti ed eventuali trattamenti aggiuntivi, come ad esempio i trattamenti termici, per ottenere le caratteristiche meccaniche ed estetiche desiderate.

## Le materie prime

Vengono usate come materie prime delle polveri metalliche micrometriche, le quali sono dette "legate" poiché presentano la composizione chimica finale della lega desiderata. Queste polveri vengono prodotte attraverso un processo di atomizzazione: la lega si trova ad uno stato liquido e viene fatta scorrere attraverso

una piccola uscita, qui viene impattata da un gas inerte, formando così delle “goccioline” che si raffreddano e che poi verranno raccolte. Con questo processo è possibile ottenere granulometrie diverse per i diversi tipi di stampaggio, aventi sempre la caratteristica forma sferica e una composizione chimica omogenea.

Nonostante il grande numero di leghe esistenti, i processi di stampaggio possono essere eseguiti soltanto con un limitato numero di leghe. Questo problema è dovuto alla dinamica di fusione e di solidificazione durante il processo di stampaggio: la velocità con cui avvengono i processi causa situazioni di microstruttura non tollerabili a causa della presenza di grossi grani colonnari e di cricche periodiche. Le principali tecnologie di Additive Manufacturing per i metalli, secondo la classificazione della ASTM International, sono divise in tre gruppi principali:

- Binder Jetting
- Powder Bed Fusion
- Direct Energy Deposition

Ognuno di questi tre gruppi è caratterizzato da diversi tipi di tecnologie per la fusione della polvere metallica.

## 1.2 Binder Jetting

La tecnologia del Binder Jetting viene usata per diversi tipi di materiali, come sabbia, polimeri plastici, oltre che con la polvere metallica. Questo processo non prevede l'uso di calore in fase di stampaggio, ma viene usato un fluido legante che viene selettivamente depositato su di un letto di polvere per la formazione dello strato. L'intero processo viene svolto in una macchina con due camere: la prima camera è adibita al contenimento della polvere ed è posta su di una piattaforma che trasla verso l'alto al completamento di ogni strato dell'oggetto, mentre un elemento rotante distribuisce la polvere dalla prima alla seconda camera, dove avviene il processo di stampa 3D. In questa camera la polvere viene stesa sul piatto di costruzione che è una piattaforma mobile, sulla quale ed al termine di ogni ciclo trasla verso il basso consentendo la formazione del nuovo

strato di polvere; la fabbricazione dell'oggetto avviene attraverso la fuoriuscita del legante da un sistema di distribuzione, che lega la polvere dello strato in questione. Al termine di ogni ciclo il piatto di costruzione trasla verso il basso consentendo la formazione di nuovo strato di polvere e la prosecuzione del processo di stampa 3D (figura 1.2).

Al termine del processo di stampa l'oggetto viene sottoposto ad una rifinitura e ad un successivo passaggio in un forno che permette di sinterizzare l'oggetto per incrementarne la densità ed eliminare l'elemento legante.

I pezzi realizzati con questa tecnologia sono limitati dalle dimensioni della macchina e possono raggiungere un massimo ingombro di 4000 x 2000 x 1000mm<sup>3</sup> in alcuni casi. Inoltre, hanno anche una tolleranza tipica di 0.13mm ed uno spessore minimo dello strato di 0.09mm [1.1].



Figura 1.1 Pezzo realizzato tramite binder jetting

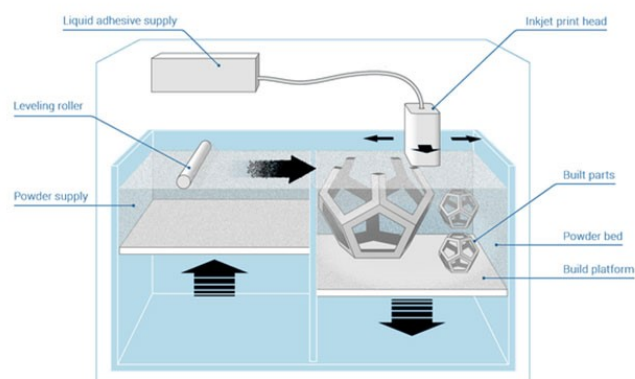


Figura 1.2 Tecnologia di fabbricazione binder jetting

### 1.3 Powder Bed Fusion

Questa tecnologia utilizza l'energia termica proveniente da un fascio laser o da un fascio di elettroni, che va a fondere selettivamente delle regioni di un "letto di polvere", ovvero di una zona della macchina in cui viene depositato uno strato di polvere metallica, seguendo gli strati del modello 3D di riferimento per il moto della fonte di calore.

Attraverso l'uso del laser è possibile ottenere precisioni maggiori, adoperando una fusione completa o parziale delle particelle; invece, usando il fascio di elettroni non è possibile ottenere gli stessi gradi di accuratezza. Una volta completata la stampa di tutti gli strati la polvere non processata viene recuperata per lavorazioni successive. Distinguendo i vari casi:

- Laser Powder Bed Fusion (LPBF)

Vi sono diverse soluzioni tecnologiche che comportano l'uso di un laser su di un letto di polvere:

- Direct Metal Laser Sintering (DMLS)
- Selettive Laser Sintering (SLS)
- Selettive Laser Melting (SLM)

In queste tecnologie un laser ad alta potenza viene prodotto da una sorgente per poi passare attraverso delle lenti che lo focalizzano e in specchi mobili che lo indirizzano nelle direzioni spaziali dello strato dell'oggetto (figura 1.3 A). La fusione può avvenire tra la polvere metallica ed un legante oppure con solamente il materiale metallico in cui i singoli granelli vengono fusi in un pezzo monolitico. Il processo avviene in atmosfera controllata, solitamente una miscela di gas composta da azoto e argon, per evitare le problematiche legate alla presenza di ossigeno durante la solidificazione. La strategia di scansione del laser viene organizzata con una divisione in "isole" della struttura dell'oggetto, in queste zone il raggio, o i raggi nel caso la macchina adoperi più laser contemporanei, viene indirizzato secondo sequenze di direzioni periodiche, che si ripeteranno e cambieranno

fino al completamento dell'oggetto, al fine di ottenere un'omogeneizzazione della struttura.

Le "pozze di fusione" sono delle tipologie di microstruttura dei pezzi ottenuti per fusione delle leghe attraverso l'uso del laser (figura 1.4), osservabili dopo attacco chimico, che si presenta sia con delle tracce della scansione lungo l'asse di accrescimento z, sia con "pozze" nel piano di scansione del singolo strato.

Con questa tecnologia è possibile raggiungere tolleranze molto elevate (0.05-0.2 mm) e con spessore minimo di strato di 0.025 mm; invece, lo spazio di macchina per lo sviluppo del pezzo ha dimensioni massime di 800 x 400 x 500 mm<sup>3</sup>.

- Electron Beam Melting (EBM)

La sorgente termica adottata da questa tecnologia è un fascio di elettroni generato da un cannone elettronico, all'interno del quale è presente un elemento in grado di emettere elettroni liberi, i quali vengono accelerati e controllati da delle lenti che indirizzano e focalizzano il fascio di elettroni accelerati (figura 1.3 B). Il fascio ottenuto andrà a fondere completamente la polvere metallica micrometrica dello strato del letto di polvere. Al termine di ogni strato una piattaforma scorre verso il basso, consentendo il deposito di altra polvere da parte degli organi distributori. L'intero processo viene eseguito in una situazione di vuoto (circa di 10<sup>-5</sup> Pa), affinché non vi sia interazione durante il processo di fusione tra la polvere metallica e l'ossigeno. Lo spessore minimo di uno strato con questo processo è di 0.05 mm e la tolleranza è di 0.2 mm, e si ottengono densità del 99.9%, però questa tecnologia è limitata dalle dimensioni di macchine che possono arrivare ad uno spazio utile di 350 x 350 x 380 mm<sup>3</sup>. Il funzionamento schematico della macchina è rappresentato nella (figura 1.3 B)

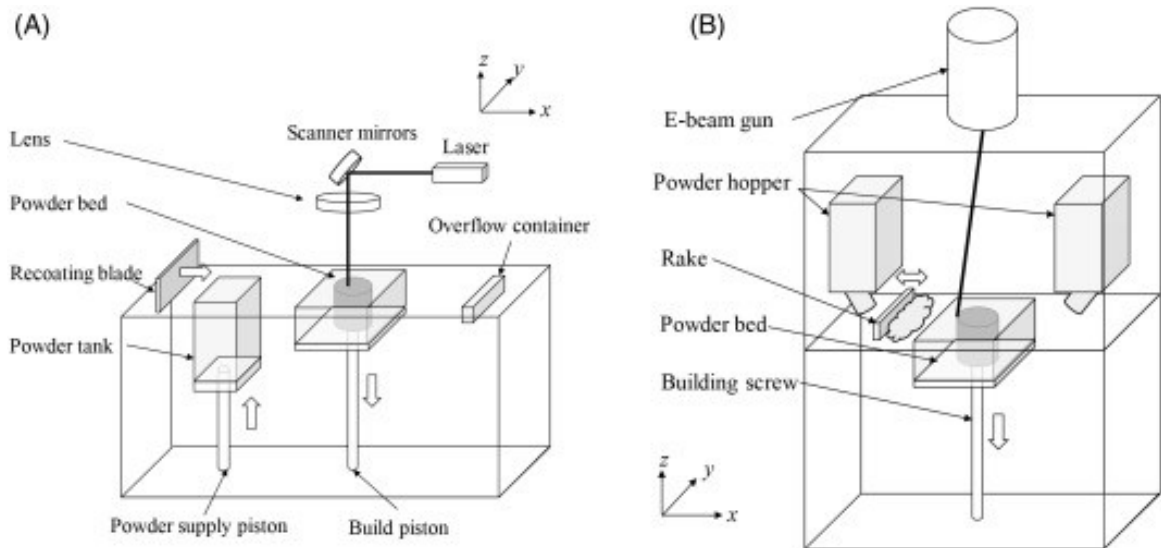


Figura 1.3 Tecnologie di fabbricazione powder bed fusion

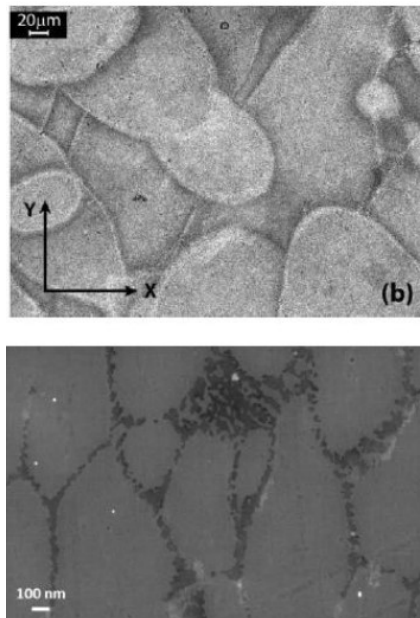


Figure 1.4 Esempi di pozze di fusione

## 1.4 Direct Energy Deposition

In questo processo la materia prima, che può essere sia polvere metallica o un filamento metallico, viene depositata e poi fusa da una fonte di calore concentrata, generata da un laser o un fascio di elettroni, creando una traccia di materiale rapidamente solidificato. La sorgente di calore genera un fascio con le caratteristiche desiderate, le quali influenzano la lavorazione e dipendono dalla sorgente di provenienza del fascio, come la potenza, la lunghezza d'onda della

radiazione e il tipo di emissività, che può essere continua o impulsata. Successivamente il fascio passa per un sistema di focalizzazione composto da lenti, per poi arrivare in vicinanza del pezzo da lavorare. Per quanto riguarda la materia prima, in questo processo la polvere viene mantenuta in sospensione da un gas inerte e viene soffiata tramite un ugello lungo le traiettorie del fascio di calore, il quale viene erogato insieme ad un gas di protezione, per evitare problematiche relative all'ossidazione (figura 1.5). L'energia del fascio fonde parzialmente le particelle di metallo, che a contatto con il bagno di fusione crea un legame metallico tra polvere e substrato. Il sistema di deposizione è montato su di un braccio a più assi che permette il movimento del fascio di calore, acconsentendo così alla solidificazione della zona precedentemente fusa, producendo così una traccia solida di metallo leggermente rialzata (figura 1.6). Questo processo permette volumi di stampa molto grandi rispetto le altre tipologie di macchina, con tolleranze tipiche di 0.02mm e spessori di strato minimi di 0.02 mm [1.2].

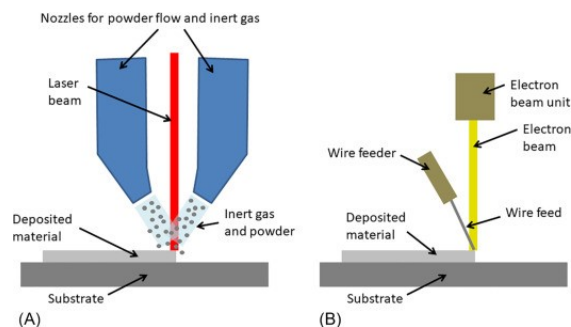


Figura 1.5 Tecnologie di fabbricazione direct energy deposition

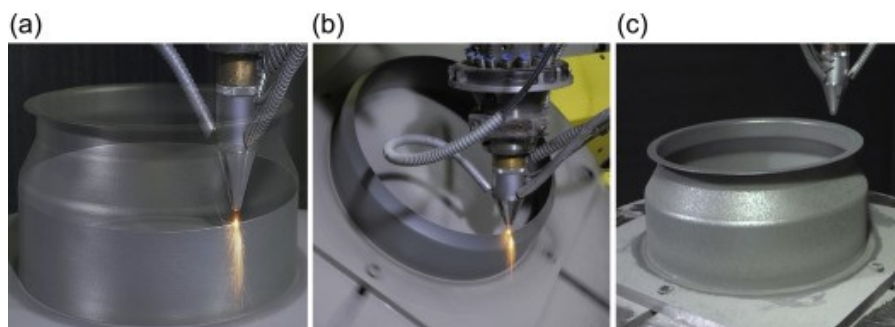


Figura 1.6 Fabbricazione di un pezzo tramite DED



## 1.5 Bound Metal Deposition

La tecnologia del Bound Metal Deposition (BMD), sviluppata dall'azienda Desktop Metal, si distacca dalle tipologie precedenti di AM di materiali metallici poiché questa tipologia di lavorazione è basata sull'estrusione di un materiale formato da due componenti, ovvero da polvere metallica caricata su di una termoplastica di supporto, successivamente alla stampa il pezzo viene sottoposto ad un processo di debinding e sinterizzazione.

Le tecnologie tradizionali di AM richiedono un'elevata potenza e molti requisiti per la sicurezza, inoltre l'uso di fonti di calore che fondono il metallo e la rapida solidificazione producono zone di stress residuo in cui sono necessari supporti solidi per non incorrere a restringimenti e per permettere una corretta dissipazione del calore, che poi dovranno essere rimossi meccanicamente.

La tecnologia BMD permette di ridurre notevolmente le necessità di potenza e di sicurezza, poiché non avviene la fusione della polvere e non vengono utilizzati laser come fonte di calore. I supporti utilizzati sono realizzati con un materiale ceramico, diverso da quello dell'oggetto in costruzione, per cui non si legano al metallo e sono facilmente rimovibili dopo il processo di sinterizzazione.

La materia prima ferrosa viene mantenuta compatta da cera e polimeri leganti e poi estrusa sul piatto di costruzione, modellando la parte strato su strato. Una volta finito il processo il materiale legante di supporto viene rimosso attraverso un processo di debinding e poi viene eseguito un processo di sinterizzazione che causa la densificazione delle particelle metalliche dell'oggetto.

La stampante è dotata di una coppia di estrusori: uno è adibito alla formazione degli strati metallici del pezzo, mentre l'altro è caricato con del materiale ceramico che costituirà i supporti alle interfacce (figura 1.7). Gli estrusori sono riscaldati per ammorbidire il legante dei materiali e consentire l'erogazione attraverso gli ugelli, che seguono i percorsi definiti dalla macchina per l'esecuzione del progetto. Per lo stampaggio della superficie d'interfaccia tra supporti e pezzo viene garantito da progetto un restringimento controllato in tutta la zona e anche i supporti vengono

progettati per supportare completamente la geometria durante i processi di stampa, debinding e sinterizzazione.

Terminato il processo di stampaggio si passa al processo di debinding, nel quale il pezzo perde una parte significativa del legante (dal 30% al 70%) tramite dissoluzione chimica, il legante restante consente il mantenimento della forma per la fase successiva, generando però una struttura porosa in tutto il volume.

Il processo di sinterizzazione avviene in una fornace riscaldata a temperature prossime alla fusione, in questa parte viene eliminato il legante restante e le particelle metalliche si fondono tra di loro (figura 1.8), causando un addensamento del 96-99.8%. Durante il processo di addensamento vi è anche un restringimento della parte, che varia a seconda del materiale, e quindi è necessario uno studio per la quantificazione di tale restringimento per permettere una ripetibilità del processo. Al termine del processo di sinterizzazione è possibile separare semplicemente i supporti dal pezzo poiché non è più presente l'agente legante (figura 1.9).

La BMD consente di fabbricare parti con vuoti piccoli e chiusi, ad eccezione di oggetti estremamente piccoli, usando celle elementari chiuse ed interne, formando così una struttura compatta.

I materiali con cui è possibile utilizzare la BMD sono polveri metalliche sinterizzabili che possono essere legate ad un mezzo termoplastico. Ciò include acciai inossidabili (come il 17-4PH), acciai per utensili e altre tipologie di metalli, che sono in fase di studio (es. leghe di nichel, rame) [1.3].

L'estrusione permette la realizzazione di pezzi non ottenibili con i processi di produzione in serie, con parti con forma e resistenza prossime a quelle della colata in conchiglia; perciò, la BMD è usata per la prototipazione funzionale, per la fabbricazione di utensili e per bassi volumi di produzione.

I volumi di stampa raggiungono i  $300 \times 200 \times 200\text{mm}^3$  e vi è la possibilità di geometrie con un alto grado di personalizzazione e complessità, adatta anche per materiali sensibili alle alte temperature rispetto alle altre tipologie di AM [1.4].

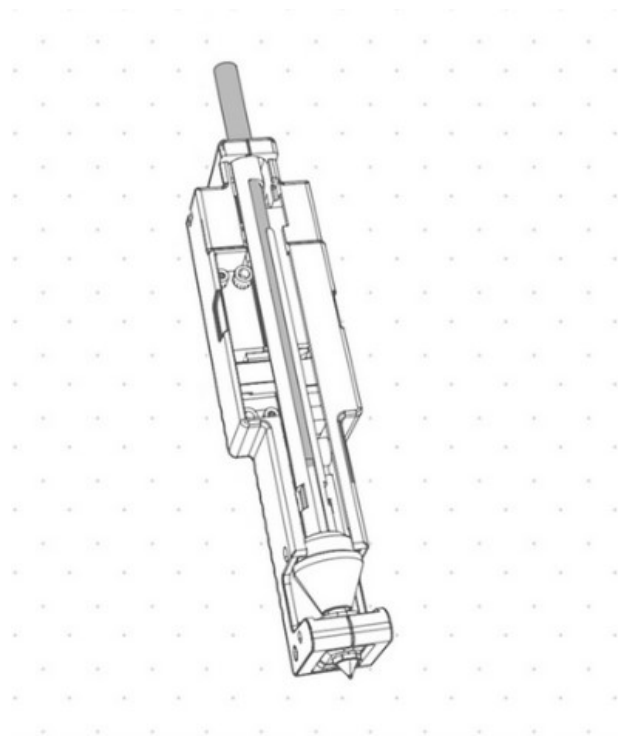


Figura 1.7 Estrusore BMD

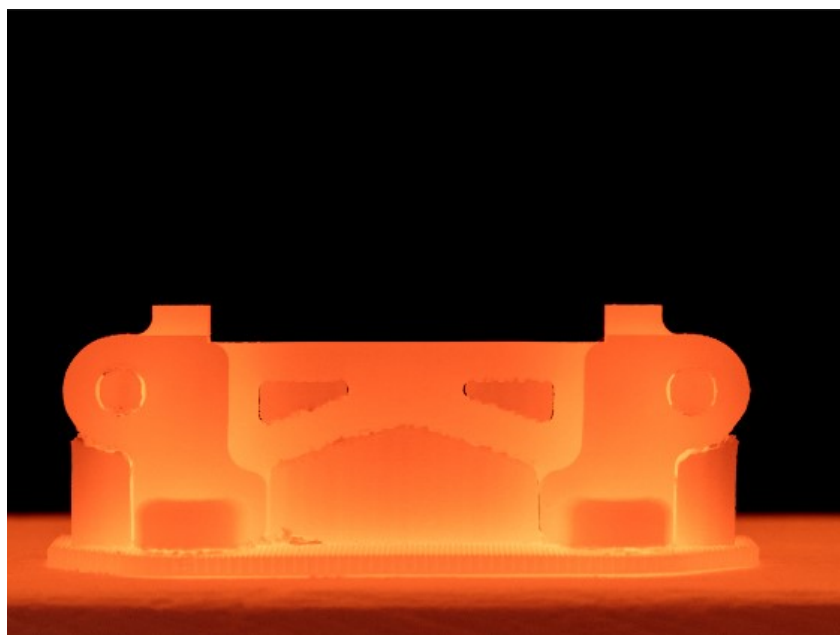


Figura 1.8 Pezzo BMD durante sinterizzazione

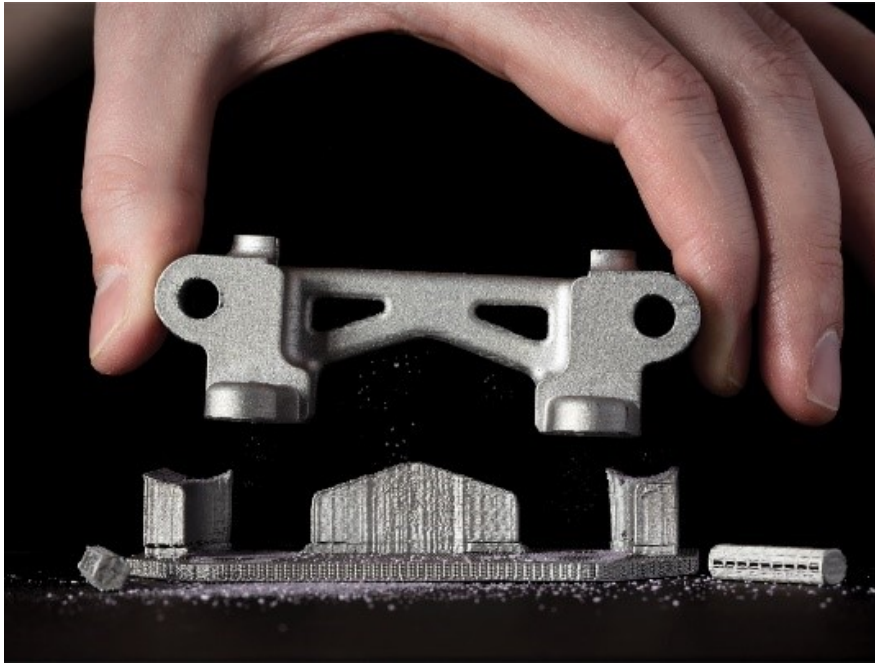


Figura 1.9 Pezzo BMD al termine della sinterizzazione estratto dai supporti



Figura 1.10 Confronto processo di fonderia e BMD

## Capitolo 2

### 2.1 Acciai inossidabili

La necessità di un tipo di acciaio che sia in grado resistere al meglio all'ossidazione e alla corrosione portò, a fine '800, allo sviluppo di un tipo di acciaio ad alto contenuto di cromo. Al contatto con l'aria l'alta concentrazione di cromo, combinata con la bassa percentuale di carbonio, consente la passivazione, cioè la formazione di un sottile (0.3-5 nm) strato di ossido di cromo ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) che si lega con la superficie della lega e la va a proteggere dall'ossigeno e dagli agenti esterni. Oltre al cromo vengono anche aggiunti altri elementi al fine di migliorare le caratteristiche della lega:

- viene aggiunto nichel per migliorare la resistenza alla corrosione e che, in opportuna concentrazione, permette una maggiore duttilità e formabilità, oltre a contribuire alla formazione della struttura austenitica a temperatura ambiente;
- viene aggiunto molibdeno per aumentare la resistenza ai cloruri ed anche alluminio per migliorare la resistenza a scagliatura ad alte temperature;
- viene aggiunto titanio per migliorare la resistenza a corrosione nelle saldature;
- vi può anche essere la presenza azoto disciolto.

È possibile raggruppare gli acciai inossidabili nelle seguenti tipologie a seconda della loro microstruttura e della loro composizione:

- Acciai inossidabili Martensitici
- Acciai inossidabili Ferritici
- Acciai inossidabili Austenitici
- Acciai inossidabili induriti per precipitazione (PH)
- Acciai inossidabili bifasici
- Acciai inossidabili a basso tenore di interstiziali

## 2.2 Acciai Inossidabili Martensitici

Questo tipo di acciai inox (figura 2.1) contengono percentuali di cromo non elevate (12-17%), ma percentuali di carbonio relativamente elevate (0.1-1%). Possono contenere anche piccole quantità di altri elementi al fine di aumentare la resistenza a corrosione, la resistenza meccanica e tenacità.

Questo tipo di acciaio ha elevate caratteristiche meccaniche ed è facilmente lavorabile alle macchine utensile. Inoltre, è anche l'unico tipo di acciaio inossidabile che può essere sottoposto a tempra, un trattamento termico che aumenta le caratteristiche meccaniche e permette l'ottenimento della tipica struttura martensitica. Il processo di tempra avviene anche spontaneamente al termine delle lavorazioni di formatura a caldo, generando una struttura martensitica, ma deformata e con tensioni residue. Per evitare le precedenti problematiche e migliorarne le qualità, durante il processo produttivo è prevista una serie di trattamenti termici di ricottura di addolcimento (a 730-780 °C), tempra in aria o olio e rinvenimento (per 4 ore a diverse temperature se è necessario prediligere la resistenza a corrosione o la tenacità). La resistenza a corrosione è limitata a causa del basso contenuto di cromo rispetto le altre tipologie ed anche la saldabilità è molto limitata.

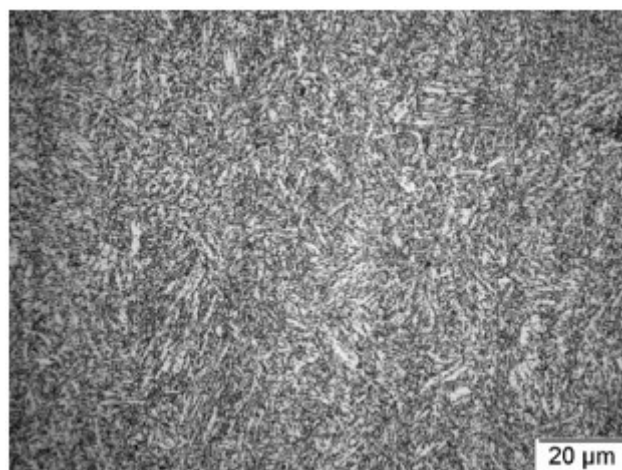


Figura 2.1 Microstruttura tipica acciaio inox martensitico AISI 410

## 2.3 Acciai Inossidabili Ferritici

Tipicamente hanno percentuali di carbonio del 11-30% e di carbonio minori dello 0.12%, consentendo così l'esistenza della fase ferritica anche a temperatura ambiente. Questi acciai hanno bassi tenori di carbonio e vengono aggiunti sempre altri elementi per migliorarne la resistenza a corrosione e le altre proprietà. La bassa quantità di carbonio impedisce anche le lavorazioni a caldo, ed essendo il limite a snervamento medio-basso gli unici processi per migliorarne le caratteristiche sono l'incrudimento e la ricottura di ricristallizzazione, realizzata a 650-830°C, per riuscire ad avere un affinamento dei grani metallici; nel range di temperatura tra i 400°C e 570°C è necessario un raffreddamento veloce affinché non si verifichi il fenomeno dell'infragilimento. L'utilizzo di queste leghe non è possibile a basse temperature (minori di -70 °C).

## 2.4 Acciai Inossidabili Austenitici

Sono la tipologia di acciai inossidabili più comuni, con una percentuale di carbonio inferiore allo 0.2% e di cromo del 12-30%, vi è anche la presenza di nichel del 6-22%. Quest'ultimo consente che ci sia una fase stabile austenitica (figura 2.2) a temperatura ambiente dopo un processo di ricottura di ricristallizzazione ad alte temperature (1050 °C), perché solitamente gli acciai di questo tipo con basse quantità di cromo e di nichel hanno la fase di austenite non stabile se vengono sottoposti a lavorazioni di deformazione plastica. Altri trattamenti termici eseguibili sono la solubilizzazione, eseguita solitamente a circa 1000 °C per un tempo che varia a seconda della dimensione dei grani e dello spessore del pezzo (inferiore alle 2 ore) e la stabilizzazione, eseguita a 885 °C per un tempo di due ore.

Le lavorazioni a freddo aumentano le proprietà meccaniche di questo tipo di acciaio e ne diminuiscono la tenacità. È anche particolarmente adatto agli usi a

temperature criogeniche poiché non presenta una temperatura di transizione duttile-fragile.

Tra gli acciai inossidabili, gli austenitici sono i più utilizzati perché uniscono l'ottima resistenza alla corrosione ad un'ottima saldabilità e alla facilità nelle lavorazioni sia a caldo che a freddo.

Nel gruppo degli austenitici ci sono anche tipologie che sostituiscono il nichel con una percentuale del 7% di manganese e dello 0.25% di azoto. Lo sviluppo di tali acciai ha portato al raggiungimento di caratteristiche meccaniche superiori ai convenzionali acciai austenitici, con un miglioramento della resistenza ad usura. La presenza degli atomi di azoto in posizione interstiziale comporta una distorsione reticolare che conferisce un aumento della durezza e una migliore resistenza meccanica a snervamento e a rottura.

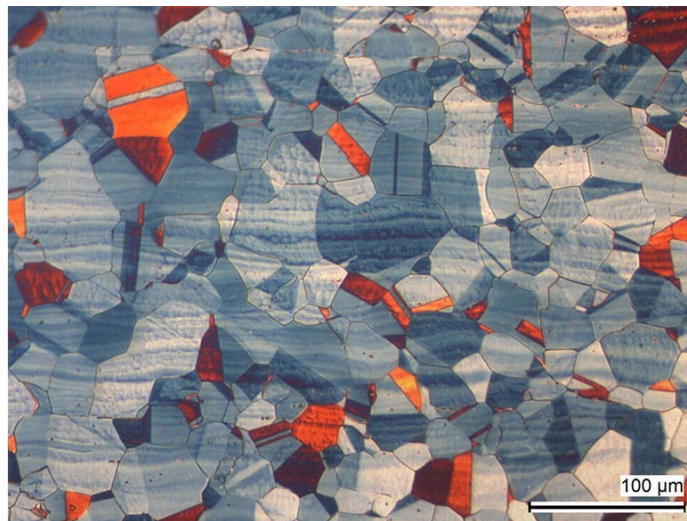


Figura 2.2 Microstruttura acciaio inox austenitico

## 2.5 Acciai Inossidabili Induriti per Precipitazione

La seguente tipologia presenta l'utilizzo di precipitati di fasi di elementi come Al, Cu, Ti, Nb, V, le finiscono nelle fasi intermetalliche della matrice austenitica o martensitica al fine di aumentare le proprietà meccaniche della lega. Questi



precipitati vengono formati attraverso procedimenti termici diversi di rinvenimento a seconda del tipo di elemento.

Il meccanismo di rafforzamento è causato sia dai precipitati degli elementi aggiunti che si vanno ad opporre al movimento delle dislocazioni, sia agli elementi solubili nella matrice, che una volta raffreddati rinvencono sotto forma di precipitati fini e coerenti. Le proprietà di resistenza a corrosione sono superiori agli acciai inox austenitici; invece, hanno maggiore duttilità rispetto ai ferritici.

A questa tipologia appartiene l'acciaio inossidabile 17-4PH, il quale a seconda dei trattamenti termici ricevuti ha: durezza HB di 360 dopo ricottura; invece, con un successivo passaggio a 480 °C per un'ora e poi raffreddato in aria raggiunge i 405, invece nel caso di un passaggio a 590 °C diminuisce a 350.

## 2.6 Acciai Inossidabili Bifasici

Sono una tipologia a struttura mista di austenite e ferrite (figura 2.3), con contenuto di cromo superiore al 20% di carbonio inferiore al 0.03% e con un bilanciamento dei tenori di Cr Ni e Mo tale da mantenere la frazione delle due fasi paritaria. Sono acciai usati in condizione di alta resistenza alla corrosione sotto sforzo e sotto carico, sono esenti da fragilità da rinvenimento. Vengono usati soprattutto per linee tubiere di vario tipo.

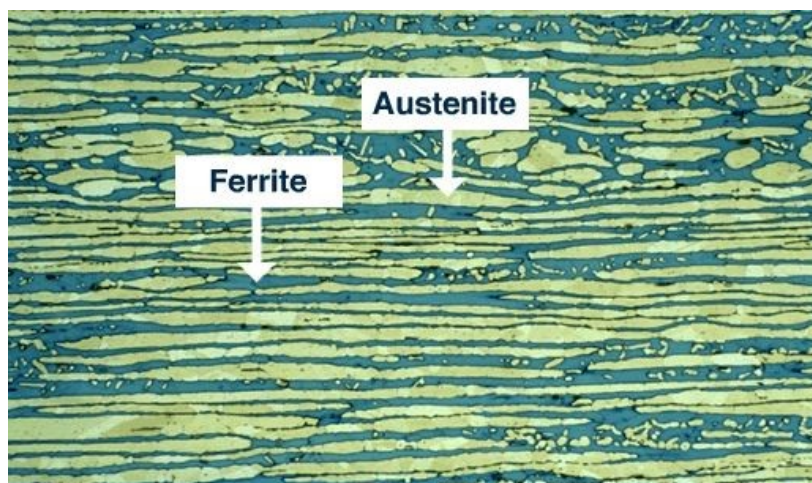


Figura 2.3 microstruttura acciaio bifasico

## 2.7 Acciai Inossidabili a Basso Tenore Interstiziale

Chiamati anche ELI (Extra Low Interstitial) vengono prodotti tramite la riduzione degli elementi interstiziali, come il carbonio, permette di migliorare notevolmente la resistenza a corrosione sotto sforzo. Se deformati a freddo possono generare zone di fase martensitica con incremento nella resistenza meccanica.

## 2.8 Acciai Inossidabili maggiormente usati per l'Additive Manufacturing

Limitato numero di leghe metalliche utilizzabili in processi di AM, a causa delle problematiche legate alla velocità di solidificazione, comporta un ristretto numero di acciai utilizzabile per processi di stampaggio. Tra questi acciai vi è sono quattro tipi di acciaio inossidabile:

- 304L

Il 304L è un acciaio inox austenitico con un tenore di carbonio inferiore allo 0.035%, di cromo 18-20% e di Ni 8-11%; vi è inoltre la presenza di manganese, di silicio e di tracce di fosforo e di zolfo. Il basso contenuto di carbonio permette di evitare la formazione di carburi di cromo intorno ai grani durante le lavorazioni di saldatura, riducendo così i fenomeni di corrosione intergranulare e consentendone l'uso per processi di AM [2.1].

- 316L

Il 316L (figura 2.4) è una lega di acciaio inox austenitica con un contenuto di carbonio inferiore allo 0.03%, di Cr del 16-18%, di Ni del 11-14%, di molibdeno de 2-3% e con tracce di altri elementi come zolfo, silicio e fosforo. La presenza del molibdeno aumenta, rispetto il 304L, la resistenza agli agenti atmosferici legati ad acqua e moderate concentrazioni di cloruri ed acidi. Anche in questo caso il basso tenore di carbonio permette di evitare formazioni che aumentano il rischio di corrosione intergranulare [2.2].

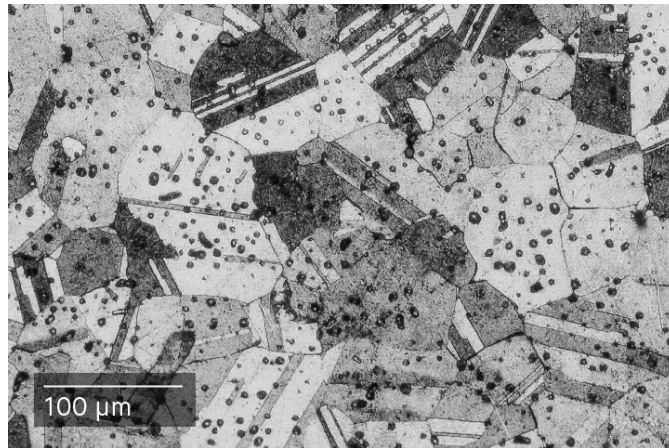


Figura 2.4 microstruttura 316L

- 15-5PH

Il 15-5PH fa parte della tipologia dei martensitici induriti per precipitazione, con un tenore approssimativo del 15% di Cr e del 5% di Ni e con un massimo contenuto di carbonio dello 0.07%, oltre la presenza di altri elementi come rame, silicio, zolfo, fosforo, manganese columbico e tantalio. L'indurimento avviene attraverso anche con uno solo dei vari trattamenti termici realizzati per brevi tempi di permanenza e a basse temperature. Questa lega è la versione senza ferrite del 17-4PH ed ha caratteristiche meccaniche superiori e migliore lavorabilità [2.3].

- 17-4PH

Il 17-4PH (figura 2.5) ha una composizione simile al 15-5PH, con percentuali del 15-17.5% di Cr, 3-5% di Ni, 0.07% di C, 1% di Mn, 3-5% di Cu, 1% di Si, 0.15-0.45% di Nb e Ta. Ha densità tipica di 7.5 g/cm<sup>3</sup>, ma in alcuni tipi di lavorazione additiva raggiunge anche i 7.6 g/cm<sup>3</sup> [2.4]. Le sue caratteristiche meccaniche sono conferite dal trattamento termico di invecchiamento che riceve; inoltre ha resistenza alla corrosione simile al 304.

La sua predisposizione al processo di stampa 3D del Bound Metal Deposition lo rende molto più accessibile rispetto altri tipi di acciaio,

permettendo di realizzare velocemente prototipi e parti con geometrie complesse, anche se in numero limitato.

I trattamenti termici applicati a questo tipo di acciaio consistono in una ricottura e a un successivo invecchiamento realizzato a diverse temperature per diversi tempi. La ricottura avviene riscaldando il pezzo a 1040 °C per 30 minuti e poi raffreddandolo a meno di 32 °C. Al termine del trattamento di ricottura arriva ad una durezza di circa 30 HRC, ad una resistenza a snervamento superiore ai 600 MPa e una resistenza a trazione fino a rottura di circa 1000 MPa.

Le proprietà meccaniche verranno poi modificate con diversi processi di invecchiamento a seconda delle caratteristiche richieste; al termine dell'invecchiamento il pezzo avrà anche lievi cambiamenti dimensionali.

I trattamenti di invecchiamento possibili sono:

- H900  
Eseguito a 482 °C per 4 ore con successivo raffreddamento ad aria. Raggiunge valori di resistenza a trazione di 1365 MPa, a snervamento di 1260 MPa e durezza di 44 HRC.
- H1025  
Eseguito a 552 °C per 4 ore con successivo raffreddamento ad aria. Raggiungendo una resistenza a trazione di 1160 MPa e a snervamento di 1110 MPa, con durezza di 38 HRC.
- H1075  
Eseguito a 580 °C per 4 ore con successivo raffreddamento ad aria. Si arriva a valori di resistenza a trazione di 1130 MPa e di snervamento di 1020 MPa, con durezza di 36 HRC.
- H1150  
Eseguito a 621 °C per 4 ore con successivo raffreddamento ad aria. La resistenza a trazione e a snervamento sono rispettivamente 990 MPa e 870 MPa, con durezza di 33 HRC.

- H1150M

Eseguito a 760 °C per 2 ore con successivo raffreddamento ad aria e un successivo passaggio a 621 °C per 4 ore con un successivo raffreddamento ad aria. Si arriva a resistenza a trazione di 848 MPa e a snervamento di 600 MPa, con durezza di 29 HRC.

- H1150D

Eseguito a 621 °C per 4 ore con raffreddamento ad aria ed un altro passaggio a 621 °C per 4 ore con raffreddamento ad aria. In questo caso la resistenza a trazione è di 1034 MPa e a snervamento di 758 MPa, con durezza di 29 HRC [2.5].

Questa lega può essere sottoposta anche alle lavorazioni tradizionali: la saldatura è possibile con i materiali tradizionali, però durante il processo vi è un alteramento delle caratteristiche, per cui è necessario che i trattamenti di ricottura e invecchiamento siano eseguiti successivamente alla saldatura; la formatura o fabbricazione a freddo è possibile solo precedentemente ai processi di ricottura e invecchiamento; le lavorazioni a caldo sono possibili riscaldando il pezzo a 1175-1200 °C per almeno un'ora, mantenendo sempre una temperatura superiore ai 1010 °C, e successivamente sottoposti a ricottura ed invecchiamento finali [2.6].

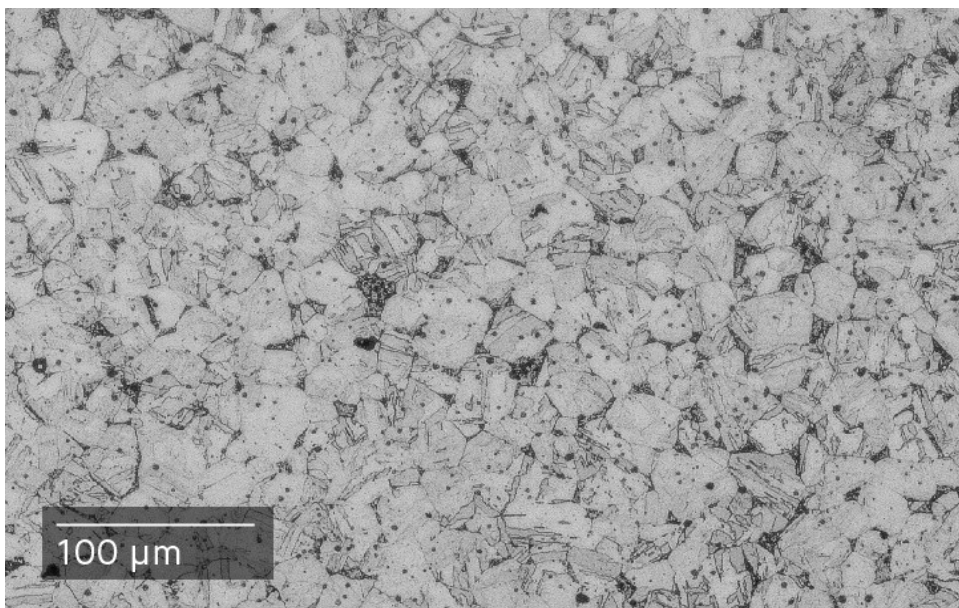


Figura 2.5 microstruttura 17-4PH

## Capitolo 3

### 3.1 Tecniche di Caratterizzazione

Le tecniche di caratterizzazione comprendono l'insieme dei procedimenti eseguiti per lo studio della microstruttura di un campione di riferimento. Quest'insieme di tecniche comprende un'ampia gamma di metodi di caratterizzazione e procedimenti utilizzabili per lo studio di uno stesso campione a seconda delle caratteristiche e delle peculiarità da mettere in risalto. La metallografia serve per fornire una caratterizzazione oggettiva sull'analisi di un metallo, studiandone la microstruttura, ovvero l'arrangiamento geometrico dei grani e delle varie fasi di un materiale da cui dipendono determinate caratteristiche e proprietà. Questo studio avviene tramite la microscopia, ottica o elettronica, della superficie di un campione precedentemente preparato secondo opportuni passaggi al fine di poter ottenere un'immagine rappresentativa e coerente della microstruttura del campione di studio. Le applicazioni delle tecniche di caratterizzazione sono legate allo studio e alla descrizione delle caratteristiche dei materiali metallici, comprendendo il legame tra la microstruttura e le proprietà meccaniche o prevedendo le caratteristiche dalla microstruttura; altre applicazioni sono legate al design di leghe innovative e al controllo del corretto esecuzione di trattamenti termici o superficiali, sempre andando a verificare la configurazione microstrutturale oppure la durezza del materiale attraverso la più opportuna tra diverse prove sperimentali standardizzate.

### 3.2 Microscopio Ottico

L'occhio umano ha diversi limiti, tra questi il campo per la visione di corpi con dimensioni estremamente ridotte. Per poter vedere al meglio questi tipi di oggetti è possibile avvicinarli alla cornea, ma ciò è possibile fino ad un certo punto, dopo il quale la visione diventa sfocata. La distanza minima a cui è possibile avvicinare ed osservare un oggetto, per la formazione di un'immagine distinta e nitida è di

circa 25 cm. È perciò necessario un sistema ottico con una maggiore ingrandimento per poter osservare strutture di dimensioni al di fuori dalle possibilità della vista umana come le microstrutture dei campioni metallici.

Il microscopio ottico è uno strumento che sfrutta lo spettro della radiazione ottica per poter ingrandire e risolvere un'immagine. La radiazione ottica usata è la radiazione elettromagnetica che è captabile dall'occhio umano, cioè la radiazione di lunghezza d'onda compresa fra circa 400 e 750 nm. L'uso di questo tipo di radiazione implica dei limiti strumentali dovuti alla lunghezza d'onda della luce impiegata (solitamente viene impiegata tra 380 e 780 nm), ciò porta il limite all'ingrandimento possibile ad essere di 1000-2000x, oltre questo limite entra in gioco il fenomeno della diffrazione per cui non è possibile osservare corpi con dimensioni inferiore alla lunghezza d'onda impiegata nel microscopio. Per questi motivi sono stati sviluppati microscopi che sfruttano altri tipi di onde elettromagnetiche, come il microscopio elettronico a scansione e a trasmissione.

Il funzionamento del microscopio ottico è basato sull'uso combinato di due lenti: una prima lente (Obiettivo) e una seconda lente (Oculare); per lo studio del funzionamento di questa tipologia di sistemi ottici si fa riferimento all'ottica geometrica, ovvero lo studio dei fenomeni ottici con la semplificazione che la luce si propaghi mediante raggi rettilinei, valida solo se la luce interagisce con oggetti di dimensione maggiore della sua lunghezza d'onda.

Saranno successivamente spiegati i principi alla base dell'ottica e i principali parametri che descrivono le caratteristiche di un microscopio ottico e i suoi componenti.

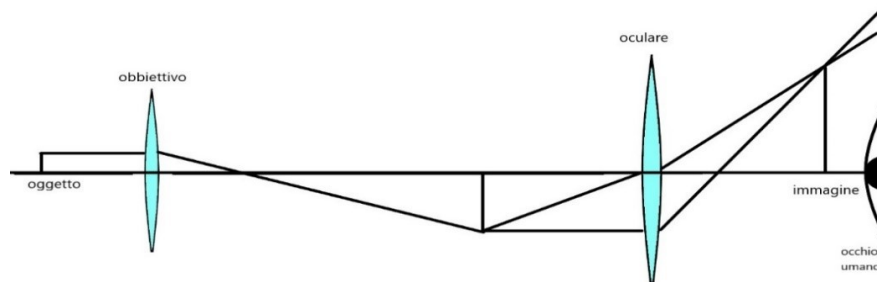


Figura 3.1 Sistema ottico Obiettivo-Oculare

## Ottica geometrica

Per le considerazioni riguardanti l'ottica geometrica, la branca della fisica che studia i fenomeni ottici, si considera una lente biconvessa ideale (figura 3.2) con due fuochi simmetrici, posti alla stessa distanza su di un asse ottico, inoltre vi è un indice di rifrazione  $n_{\text{vetro}}$  (circa 1.5); la differenza con l'indice di rifrazione dell'aria  $n_{\text{aria}}$  (circa 1) fa in modo che la luce che colpisce la lente perpendicolarmente converga verso il fuoco, invece i raggi passanti per il fuoco una volta attraversata la lente diverranno perpendicolari e paralleli tra loro; invece i fasci di luce che colpiscono il centro della lente, coincidente con l'asse ottico, non cambiano direzione e proseguono per le loro direzioni. Nella lente reale più i raggi si allontanano dall'asse ottico più la lente perde la capacità di far convergere i raggi nello stesso punto, per questo motivo le lenti reali sono paragonabili alle ideali solo con raggi parassiali, cioè i raggi con una distanza limitata dall'asse ottico.

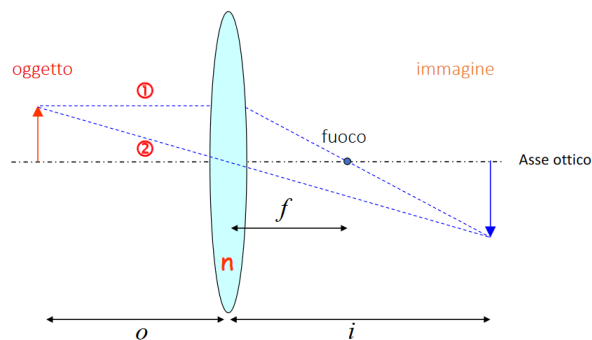


Figura 3.2 Rappresentazione schematica lente biconvessa

Le lenti ideali seguono l'equazione delle lenti:

$$\frac{1}{o} + \frac{1}{i} = \frac{1}{f}$$

dove  $o$  è la distanza dell'oggetto dalla lente,  $i$  è la distanza dell'immagine dalla lente e  $f$  è la distanza del fuoco dalla lente.

A seconda se l'oggetto si allontana, mantenendo il fuoco fisso, vi è una diminuzione di  $i$  e perciò l'immagine reale si avvicina; se l'oggetto viene posto a



una distanza dalla lente minore della distanza dal fuoco, vi è la formazione di una immagine virtuale nello stesso semiasse ottico in cui è posto l'oggetto.

Una lente più forte, cioè con un fuoco minore, a parità di posizione dell'oggetto, comporta la formazione di un'immagine reale più piccola.

L'ingrandimento lineare è definito come rapporto tra la dimensione dell'immagine ( $y_i$ ) e dell'oggetto ( $y_o$ ):

$$I = \frac{y_i}{y_o}$$

definibile anche in funzione della distanza dell'oggetto e del fuoco come:

$$I = \frac{f}{o - f}$$

o anche come rapporto tra l'angolo dell'oggetto all'infinito e l'angolo dell'oggetto senza lente:

$$I = \frac{\tan \varphi}{\tan \psi} = \frac{\frac{y_o}{f}}{\frac{y_o}{d}} = \frac{d}{f}$$

dove  $d$  è la distanza dell'osservatore dall'oggetto situato dietro la lente.

Considerando la composizione di lenti con cui è formato il microscopio ottico (figura 3.3), cioè una lente obbiettivo posta davanti all'oggetto in vicinanza del fuoco e la lente oculare posta ad una distanza tale per cui il fuoco coincide con l'immagine dell'oggetto dovuta all'altra lente. Inoltre, definiamo anche la lunghezza di camera, cioè la distanza ( $D$ ) tra i fuochi delle due lenti.

L'ingrandimento totale prodotto dal microscopio è definito come:

$$I = \frac{\tan \varphi}{\tan \psi} = \frac{\frac{y_o}{f_{oc}}}{\frac{y_o}{d}} = \frac{y_i d}{y_o f_{oc}} = \frac{i - f_{ob}}{f_{ob}} \frac{d}{f_{oc}} = \frac{Dd}{f_{ob}f_{oc}} = I_{ob}I_{oc}$$

Essendo la distanza di camera fissa ed anche la distanza dell'immagine, per ottenere un ingrandimento maggiore basta utilizzare una lente obiettivo più forte, cioè con un fuoco minore. Tuttavia, per mantenere l'immagine nello stesso punto per la lente oculare è necessario che l'oggetto sia avvicinato alla lente obiettivo.

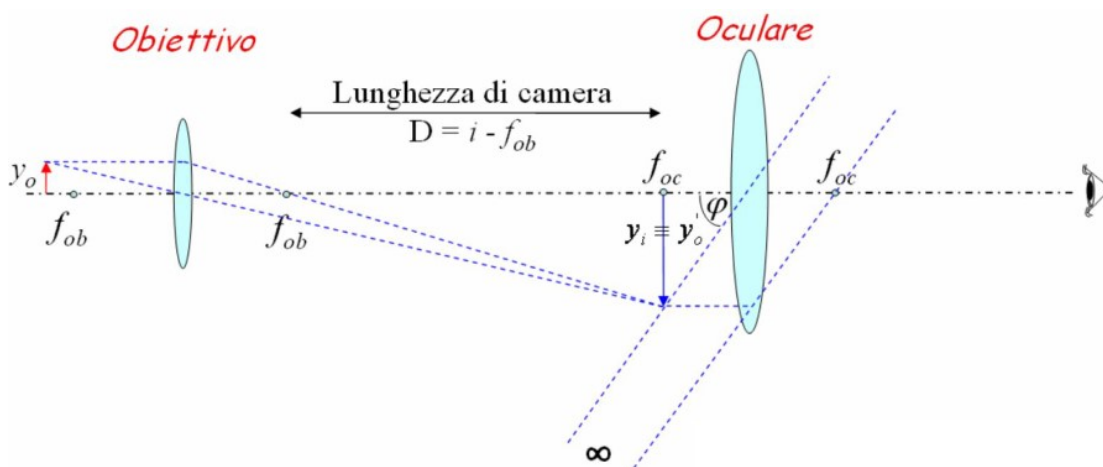


Figura 3.3 Sistema d'ingrandimento del microscopio ottico

## Apertura Numerica

Un parametro fondamentale con cui spesso sono classificati gli obiettivi del microscopio ottico è l'Apertura Numerica (NA), è la misura della capacità di raccogliere la luce e di risolvere i dettagli di un campione posto ad una distanza fissa. È definito come:

$$NA = n \sin \alpha$$

dove  $n$  indica l'indice di rifrazione del mezzo di immersione utilizzato tra l'obiettivo e il vetrino che protegge il campione, questo mezzo può essere sia aria che olio o vetro nel caso si voglia ottenere un NA maggiore tramite indici di rifrazione maggiori;  $\alpha$  equivale alla metà dell'angolo di apertura dell'obiettivo,

angoli di apertura elevati sono disponibile solamente negli obbiettivi più performanti (fino a 70-80°).

Le onde luminose che attraversano il campione sono fornite da un sistema di illuminazione incidente posto al di sotto del piano in cui viene posizionato il campione, queste onde entrano poi nell'obbiettivo in un cono invertito avente lo stesso angolo di apertura dell'obbiettivo. È possibile aumentare l'apertura effettiva e il potere di risoluzione del microscopio con l'aggiunta di una lente di condensazione del fascio incidente sul campione (figura 3.4). Questa soluzione permette di raccogliere raggi risultanti aventi maggiori angoli di diffrazione: la somma degli angoli di apertura dell'obbiettivo (apertura di lavoro) e del condensatore si sommano, e se l'angolo di apertura del condensatore corrisponde a quello dell'obbiettivo è possibile ottenere la risoluzione massima per quell'obbiettivo.

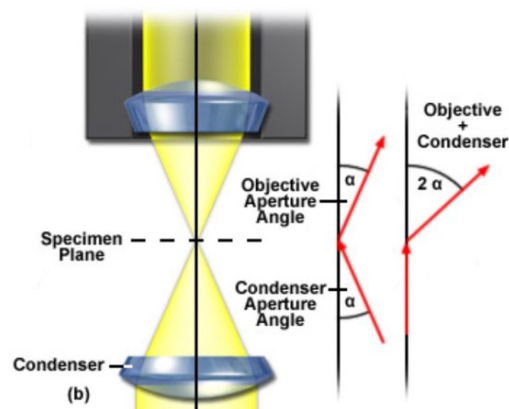


Figura 3.4 Rappresentazione degli effetti del condensatore

## La Risoluzione

La possibilità di mostrare evidenti, distinti o “risolti” alcuni dettagli è uno degli obbiettivi del microscopio ottico. Questo è possibile a seconda del potere risolutivo di cui è dotato il MO.

La risoluzione è definita come la più piccola distanza tra due punti osservabili come entità distinte. In un microscopio ottico è limitata dagli effetti di diffrazione della luce, per cui un fascio che attraversa aperture strette, come lenti e aperture,

forma delle figure di diffrazione chiamate “anelli di Airy” (figura 3.5) dovute alla natura ondulatoria della luce quando attraversa aperture circolari di ridotta dimensione. Perciò il potere risolutivo di un microscopio è definito dal criterio di Rayleigh per cui la minima distanza tra i centri delle figure di diffrazione debba essere uguale al loro raggio. Idealmente aumentando l’angolo si avrebbe sempre un migliore risoluzione, ma nelle lenti reali vi è il problema dell’astigmatismo che genera aberrazioni dovute alle imperfezioni delle lenti.

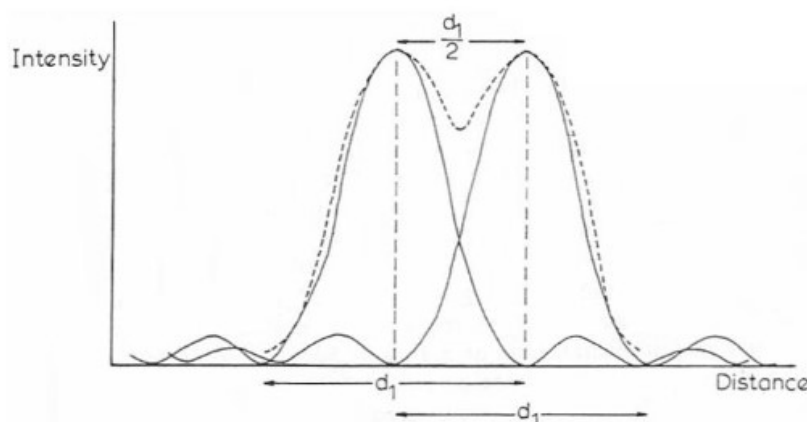


Figura 3.5 Rappresentazione delle figure di diffrazione di Airy

## Aberrazioni e Obbiettivi

Le aberrazioni possono essere: di tipo sferico, cioè dovute all’uso della sfera per la realizzazione delle lenti che focalizza a distanze differenti i raggi lontani dall’asse rispetto quelli più vicini, causando un’immagine meno nitida, oppure di tipo cromatico, causate dalla proprietà intrinseca del vetro, il quale ha diversi indici di rifrazione per diverse lunghezze d’onda della luce. Per risolvere i problemi legati alle aberrazioni viene inserito un diaframma che blocca i raggi parassiali e aumenta profondità di campo e contrasto, però causa una diminuzione del NA e genera fenomeni di diffrazione. Le correzioni, perciò, avvengono attraverso

l'utilizzo di obbiettivi specificatamente progettati per diminuire i difetti; a seconda del livello di correzione gli obbiettivi si dividono in:

- Acromatici: hanno una buona correzione ma forniscono un'immagine curva, perciò è impossibile mettere a fuoco l'intero campo visivo;
- Semiapocromatici: correzione migliore degli acromatici, grazie all'uso di fluorite a sostituire il vetro, consente NA maggiori;
- Apocromatici: consentono alte correzioni ed alti NA, ma alti costi.

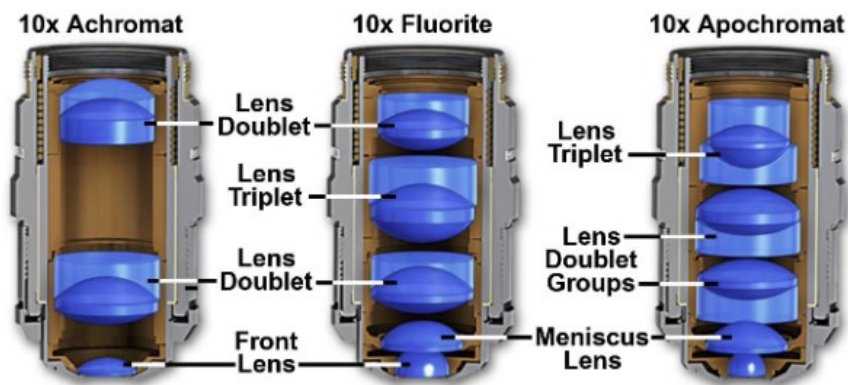


Figura 3.6 Rappresentazione e struttura delle diverse tipologie di obbiettivi

## Profondità di Campo

La profondità di campo indica di quanto è possibile spostare l'oggetto dal fuoco dell'obiettivo affinché rimanga ancora a fuoco. Questo parametro è particolarmente utile quando i campioni non sono perfettamente piani. Il parametro di profondità di campo è definito come:

$$d = \frac{\lambda \sqrt{n^2 - NA^2}}{NA^2}$$

quindi per bassi valori di NA è possibile allontanarsi molto pur restando a fuoco.

Per profondità di fuoco si intende la profondità di campo riportata sul piano immagine (la profondità di campo è riportata sul piano oggetto), ed è data dal prodotto della profondità di campo per il quadrato dell'ingrandimento:

$$\text{Profondità di fuoco} = \text{Profondità di campo} \times I^2$$

## Contrasto

Anche il contrasto è un parametro che deve essere necessariamente sufficiente affinché sia possibile osservare un'immagine distinta tra le aree adiacenti del campione. Definendo con  $I_s$  l'intensità dell'immagine e  $I_b$  l'intensità dello sfondo il contrasto è definito come:

$$C = \frac{I_s - I_b}{I_b}$$

dove tanto è minore  $I_b$  tanto è maggiore il contrasto.

L'uso di un diaframma permette di: eliminare i dettagli, facendo entrare meno luce, con un aumento del contrasto e una diminuzione della risoluzione; eliminare il fondo diffuso, aumentando il contrasto ed eliminando la luce diffusa.

## L'Oculare

Il compito dell'oculare è quello di dare un ingrandimento ulteriore all'immagine dell'obbiettivo, affinché sia possibile far vedere all'occhio i dettagli risolti nell'immagine. La lente oculare è composta da una a tre lenti ed è anche dotata di un dispositivo capace di rimuovere la luce riflessa e le aberrazioni non necessarie chiamato Field Stop. I tipi di lenti disponibili sono suddivise in base alla struttura del field stop e dell'applicazione:

- Huygen: costituita da due lenti piano-convesse, utilizzata a bassi ingrandimenti e con FS situato nel tubo dell'obbiettivo;
- Ramsden: costituita da due lenti piano-convesse rivolte in contrapposizione;
- Periplanare: corregge le aberrazioni cromatiche dell'ingrandimento e le altre proprietà, consentendo un'osservazione chiara anche nelle zone periferiche.



Figura 3.7 Rappresentazione e struttura delle diverse tipologie di oculare

## Polarizzazione della Luce

Il campione di studio, un metallo con struttura policristallina, riflette la luce con la stessa velocità in tutte le direzioni. Un raggio di luce polarizzato planarmente con direzione normale alla superficie sarà riflesso come un raggio polarizzato nella stessa direzione di polarizzazione. Il MO usa un filtro polarizzatore lungo il cammino ottico prima del campione da osservare, e un filtro analizzatore posto tra l'obbiettivo e l'oculare. Questo tipo di sistema permette di selezionare un fascio avente un solo piano ondulatorio da adoperare per illuminare il campione.

La luce così riflessa da una superficie isotropa rimane polarizzata fino a che non viene ruotato l'analizzatore; invece, quando vi è una superficie anisotropa a riflettere la luce riflessa ha una componente perpendicolare al piano di polarizzazione; quindi, ad ogni rotazione del filtro analizzatore vi sarà un'estinzione della luce, ma cambia alternativamente da chiara a scura. Questo fenomeno è causato dalle proprietà ottiche dei materiali anisotropi che variano a

seconda delle direzioni cristallografiche. Alcuni metalli e leghe con struttura cristallina non cubica possono essere osservati a luce polarizzata incrociata, cioè polarizzatore e analizzatore sono posti a  $90^\circ$  l'uno rispetto l'altro.

## Utilizzo del MO in Metallografia

Il microscopio viene usato per visualizzare la superficie dei campioni, precedentemente preparati secondo lucidatura, per evidenziare dettagli microscopici come: incursioni, particelle intermetalliche grossolane, cavità, porosità, soffiature, cricche, vuoti e particolari strutture e fasi. Dopo l'esecuzione dell'attacco chimico è possibile un'osservazione dei particolari precedentemente invisibili come: bordi di grano, germinati dovuti a lavorazioni plastiche, linee di flusso della macrostruttura e precipitati grossolani.

### 3.3 Preparazione dei Campioni

La preparazione dei campioni consiste in una serie di passaggi, riproducibili e vincolati da normative, al fine di mettere in risalto le caratteristiche di un metallo o lega che si vogliono osservare. Affinché la preparazione sia eseguita correttamente viene scelta una zona del pezzo da cui prelevare i campioni, cercando di ottenere varie immagini per ottenere dati statisticamente validi.

Il processo parte dal taglio del pezzo per l'estrazione del campione, il quale viene inglobato in una resina e successivamente lucidato a specchio per poter eseguire l'analisi delle immagini al microscopio; un ulteriore passaggio è anche l'attacco chimico per potere osservare caratteristiche invisibili senza di esso.

La scelta della zona di prelievo dei campioni ha lo scopo di isolare una zona rappresentativa delle caratteristiche dello studio. Una volta scelta la zona dell'estrazione vengono definite le direzioni del prelievo: si cerca sempre di



studiare campioni più campioni nelle diverse direzioni ortogonali del pezzo allo scopo di eseguire un'analisi completa e globale delle caratteristiche del metallo.

Il passo successivo all'estrazione dei campioni è l'inglobatura; questo passaggio permette la semplificazione delle lavorazioni successive poiché spesso i campioni hanno dimensioni molto ridotte che comporta difficoltà nelle lavorazioni manuali eseguite dagli operatori.

Le tipologie di resine usate per l'inglobatura si distinguono in trasparenti, opache e conduttive, quest'ultime hanno un utilizzo specifico nei microscopi elettronici a scansione.

Il processo di inglobatura può essere eseguito con resine polimerizzanti a freddo o a caldo. Le resine polimerizzanti a freddo sono tipi di resina termoindurenti, che vengono miscelate con un catalizzatore indurente che permette la colata di un liquido viscoso, che successivamente si consoliderà, all'interno dello stampo che contiene anche il campione. Queste resine vengono utilizzate soprattutto per inglobare metalli e leghe basso fondenti o che potrebbero subire trasformazioni strutturali a causa delle temperature dei processi di inglobatura a caldo. Le resine polimerizzanti a caldo sono invece resine di tipo termoplastico, cioè per l'esecuzione del montaggio del campione è necessario un riscaldamento che avviene sotto una pressione. Il provino viene inserito in un cilindro che pressa la resina e che viene portato gradualmente alla temperatura di fusione della resina, questa condizione di temperatura e pressione viene mantenuta per alcuni minuti, al termine del tempo necessario viene attivato un sistema di raffreddamento che abbassa la temperatura del cilindro, mantenendo sempre la pressione, ed alla fine di questo processo è possibile l'estrazione del campione inglobato.

Una volta ottenuto un campione maneggevole, dopo l'inglobatura, viene iniziato il processo di assottigliamento meccanico che terminerà con la lucidatura a specchio della superficie. Il processo di assottigliamento meccanico viene eseguito

con una levigatrice meccanica: attraverso l'uso dischi rotanti sopra i quali vengono posizionati dischi di carta abrasiva bagnati da un getto d'acqua continuo. I dischi di carta abrasiva sono realizzati con l'uso di carburi di silicio (SiC) in varie granulometrie; le carte abrasive vengono classificate secondo una normativa internazionale che ne assegna un numero indicante la densità media di carburi di silicio per inch quadro: tanto minore sarà questo numero tanto minore sarà il numero dei carburi con conseguente aumento della dimensione media dei singoli carburi presenti. Le carte con bassa concentrazione di carburi produrranno solchi profondi e spessi; invece, quelle con granulometrie maggiori genereranno una minore incisione. Le carte più diffuse in commercio sono le seguenti: 180, 320, 600, 1200, 2400, 4000.

Un altro aspetto importante dell'assottigliamento è l'orientazione del campione durante il passaggio alle carte abrasive. Il campione viene tenuto sempre nella stessa direzione per ogni granulometria di carta abrasiva, al cambio di carta il campione viene ruotato di 90°, questa rotazione permette il riconoscimento sulla superficie dei graffi collegandoli alla granulometria precedente o attuale. Solitamente il processo di assottigliamento con una stessa carta abrasiva viene protratto fino al punto in cui sulla superficie siano visibili solamente i graffi legati alla granulometria dell'ultima carta usata.

Al termine della levigatura viene eseguita la lucidatura meccanica, mediante una pasta diamantata con diverse granulometrie. Il processo è analogo al precedente, tranne che il processo avviene con l'utilizzo del panno abrasivo e un amalgama contenente particelle di diamante sintetico che produrranno solchi di dimensioni dell'ordine di  $3-0.25 \mu\text{m}$ , inoltre in questo caso viene usato del lubrificante al posto dell'acqua. Il risultato finale di questo passaggio è l'ottenimento di una superficie lucidata a specchio. La fase di lucidatura è fondamentale per le successive osservazioni al microscopio ottico in quanto consente di ottenere superfici con solchi di dimensione non risolvibili con i massimi ingrandimenti possibili; quindi, potenzialmente pronte per essere attaccate chimicamente ed esenti dalle imperfezioni dovute ai procedimenti di preparazione.

Un'alternativa alla lucidatura meccanica è l'elettro-lucidatura, in cui la superficie speculare e altamente riflettente è ottenuta attraverso un particolare processo elettrochimico. Il campione viene posto all'anodo di una cella elettrolitica e viene sviluppata una reazione di ossidazione tramite un potenziale continuo, questa reazione continua consuma parte del metallo sciogliendolo in soluzione e quindi sulla superficie avvengono reazioni alla stessa velocità lasciandola uniforme; inoltre, con questo procedimento è possibile ottenere una superficie priva di impurezze e di tensioni indotte dalle lavorazioni meccaniche.

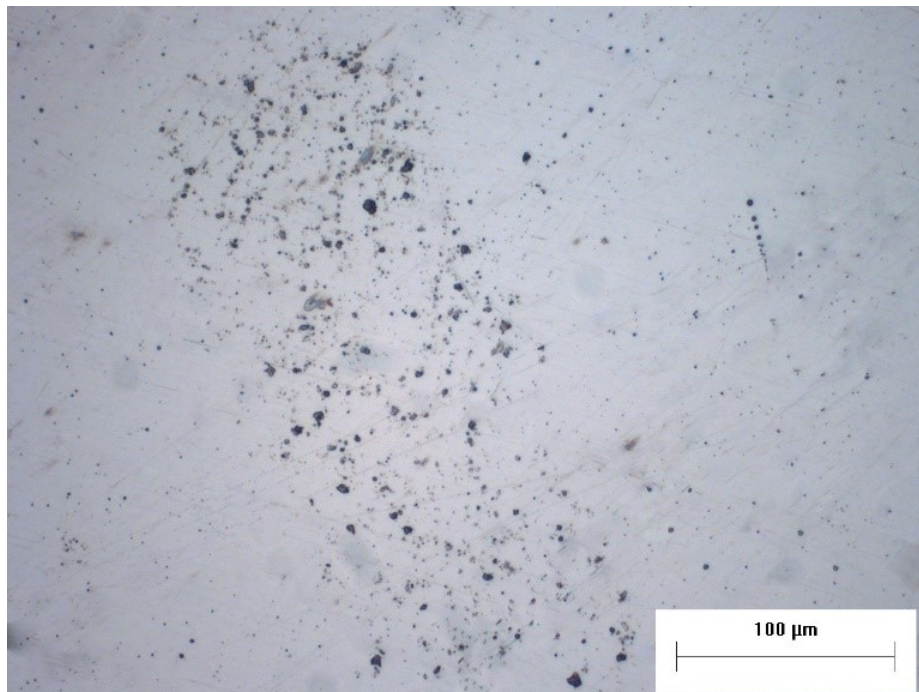


Figura 3.8 Esempio di campione al termine del processo di lucidatura (17-4PH)

L'attacco chimico è un passaggio ulteriore eseguito dopo la lucidatura per poter mettere in risalto bordi di grano, geminati, precipitati e microstruttura (figura 3.9). Viene usato un solvente ed uno o più tipi di acido, con dosi che variano a seconda della caratteristica microstrutturale da metter in risalto e il tipo di metallo. Nel processo intervengono anche temperatura, tempo di attacco ed umidità dell'ambiente di attacco, perciò vengono adoperate immediatamente per non perdere di efficacia.

La soluzione attacca selettivamente le discontinuità della superficie, come i bordi di grano o le seconde fasi, causandone un inspessimento al fine di mettere in risalto la microstruttura.

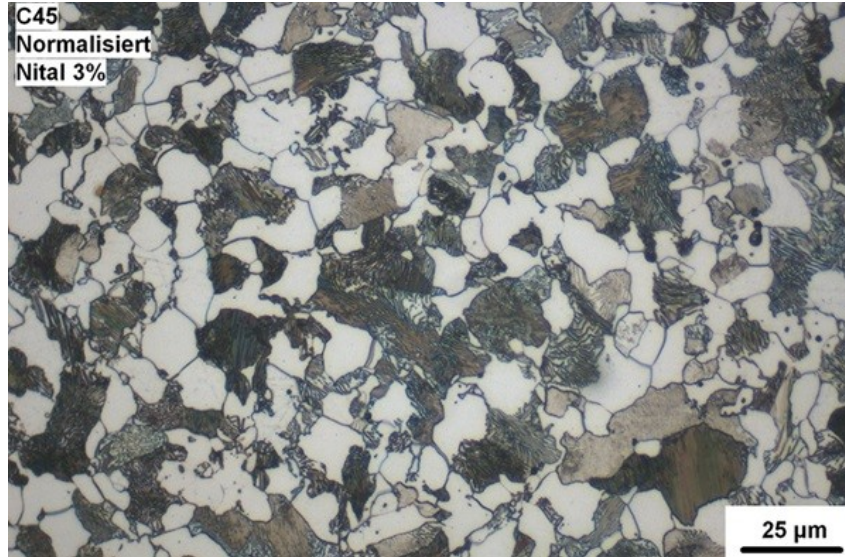


Figura 3.9 Esempio di campione dopo l'esecuzione dell'attacco chimico

### 3.4 Le Prove di Durezza

Per durezza vi sono significati diversi nei vari campi, nella metallurgia è intesa come la resistenza alla penetrazione e quindi una grandezza polivalente e può essere calcolata con diverse prove. Le prove più usate in campo metallografico sono prove di indentazione di tipo statico prendono il nome di prova Brinell, Vickers e Rockwell. Lo scopo delle prove di durezza è quello di ottenere un indice convenzionale da quale trarre informazioni sulla qualità e proprietà del materiale. Le prove di durezza preferite rispetto altri tipi poiché sono semplici ed economici, i test non sono distruttivi, ma causano solamente piccolissime deformazioni. Utilizzando la durezza è anche possibili dare delle stime, attraverso relazioni empiriche, di altre caratteristiche meccaniche come la resistenza a rottura.

Le prove di durezza si distinguono in prove di microdurezza e macrodurezza a seconda del carico applicato per eseguirle le prove, nel caso di macrodurezza il carico può essere da un minimo di 1 N ad un massimo di 30 kN, mentre nel caso di

microdurezza i carichi applicati sono inferiori a 1 N. Un'altra differenza oltre al carico sono le dimensioni delle impronte, che nel caso delle prove di macrodurezza possono essere evidenti ad occhio nudo, mentre per le prove di microdurezza sono necessari elevati ingrandimenti per valutare le dimensioni dell'impronta. Tutte le prove seguono le normative ISO/ASTM, con dimensioni dei penetratori e carichi definiti.

### Prova di Durezza Brinell

In questa prova viene adoperato un penetratore di forma sferica e viene poi valutato il diametro dell'impronta prodotta sulla superficie all'allontanamento del penetratore (figura 3.10).

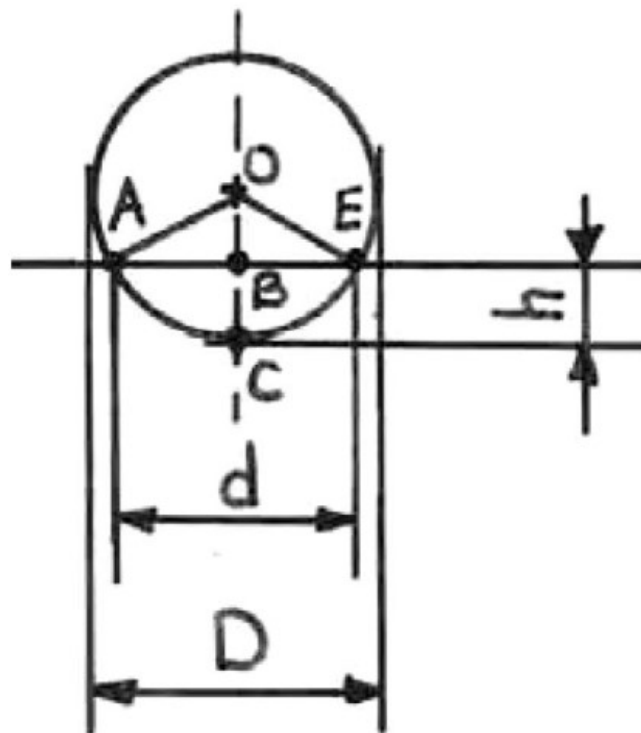


Figura 3.10 Rappresentazione schematica della prova di durezza Brinell

La durezza Brinell è definita come rapporto della forza sulla superficie dell'impronta a forma di calotta sferica:

$$HB = \frac{F}{S}$$

calcolando l'area della calotta sferica come  $S = \pi Dh$ , dove D è il diametro dell'indentatore; inoltre, calcolando la quota di penetrazione come:

$$h = \frac{1}{2} \left( D - \sqrt{D^2 - d^2} \right)$$

dove d è il diametro dell'impronta di cui si fa la misurazione.

Quindi è possibile riscrivere la formula della durezza come:

$$HB = \frac{2F}{\pi D \left( D - \sqrt{D^2 - d^2} \right)}$$

Il penetratore usato per la prova Brinell può essere realizzato in acciaio temprato, se suo utilizzo è limitato a materiali teneri, oppure in carburo di tungsteno, utilizzato per i materiali più duri. Il diametro D ha valori standard di 1, 2, 2.5, 5 o 10mm, ma è consigliabile l'impiego delle sfere con D inferiore a 10 solamente nei casi in cui lo spessore del campione sia inferiore ai 6mm.

La temperatura consigliata per la prova è 10-35 °C, ma in condizioni controllate avviene nell'intervallo  $23 \pm 5$  °C.

I carichi vengono scelti a seconda del materiale della prova, del diametro D e della durezza indicativa secondo la relazione:

$$F = \frac{1}{0.102} kD^2$$

dove k è un coefficiente caratteristico del materiale e diminuisce al diminuire della durezza. Il tempo della prova si divide in due fasi: 2-8 s per il raggiungimento del carico completo e 10-15 s per il mantenimento del carico variando a seconda della plasticità del materiale; tutto eseguito sotto la visione di un sistema ottico con ingrandimento del 20-70x.

La superficie su cui viene eseguita la prova solitamente viene lucidata a specchio per poter essere piatta e priva di contaminanti, inoltre per tenere conto dell'eventuale anisotropia del materiale vengono eseguite una coppia di misurazioni ortogonali del diametro, calcolandone la media aritmetica per ricavare il valore dell'area della calotta sferica.

I risultati vengono espressi nella seguente forma:

$$n HB a / b / c$$

Dove  $n$  è il valore della durezza,  $a$  il diametro in mm della sfera,  $b$  è un riferimento al carico applicato (kgf) e  $c$  è il tempo in secondi di permanenza del carico.

### Prova di Durezza Vickers

La prova Vickers utilizza un penetratore di diamante a forma di piramide retta a base quadrata, quindi con angolo tra le facce opposte di  $136^\circ$ . Utilizzando un carico  $F$ , espresso in newton, per premere il penetratore sulla superficie del pezzo ed andare poi a misurare la diagonale media  $d$  delle diagonali  $d_1$  e  $d_2$  lasciate dall'impronta dopo la rimozione del carico (figura 3.11).

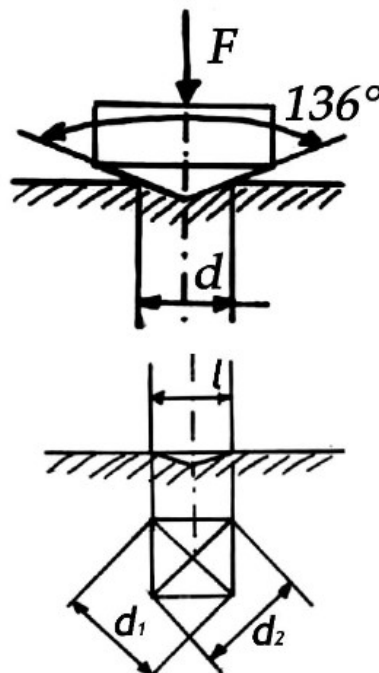


Figura 3.11 Rappresentazione schematica della prova di durezza Vickers

La durezza in questo caso è proporzionale al rapporto tra il carico di prova e la superficie dell'impronta:

$$HV = \frac{F}{\frac{d^2}{2 \sin\left(\frac{136}{2}\right)}} = 1,8544 \frac{F}{d^2}$$

La prova deve essere eseguita su di una superficie liscia, priva da ossidazione ed esente da alterazioni varie. La finitura della superficie deve permettere un'accurata misurazione delle diagonali dell'impronta. I carichi usati per le prove vanno da 1.9 a 980.7 N e il penetratore viene premuto gradualmente per un tempo di 2-10 s e poi viene mantenuto il carico per 10-15 s. Una volta rimosso il carico, l'impronta è mostrata da un apposito sistema di ingrandimento in cui è possibile misurare le lunghezze delle due diagonali per il calcolo della diagonale media. La prova ha un campo di utilizzo limitato a causa della durezza e dello spessore dei pezzi, poiché viene utilizzata la stessa tipologia di penetratore per ogni carico. Il campione necessita una complanarità tra le due facce affinché non vi sia un'impronta deformata e l'assenza di eventuali urti e vibrazioni. Nel caso di materiali isotropi la prova viene realizzata in modo che le diagonali siano inclinate di 45° rispetto la direzione di massima differenza di comportamento.

Lo spessore del pezzo deve essere maggiore del diametro del 50% e la distanza tra le varie impronte deve essere sempre almeno pari a 4 volte il diametro maggiore.

I risultati vengo presentati sotto la seguente forma:

$$n HV b / c$$

dove n è il valore della durezza, b il carico di prova (kgf) e c il tempo di permanenza in secondi del carico.



## Prova di Durezza Rockwell

Questo tipo di prova differenzia dalle precedenti perché il penetratore viene premuto in due tempi diversi e con carichi diversi. Il carico iniziale è  $F_0$  e il carico totale è  $F = F_0 + F_1$  dove  $F_1$  è il carico addizionale. La prova avviene con l'applicazione di  $F_0$  che provoca una penetrazione (figura 3.12 a), a questo carico viene aggiunto  $F_1$  che causa un'ulteriore penetrazione (figura 3.12 b). Tolto il carico addizionale il penetratore raggiunge una condizione diversa da quella raggiunta con il solo carico iniziale (figura 3.12 c), questa condizione viene definita come profondità di indentazione permanente e rappresenta l'impronta osservata. Dalle posizioni del penetratore nelle varie fasi della prova viene anche valutata l'entità del ritorno elastico del materiale.

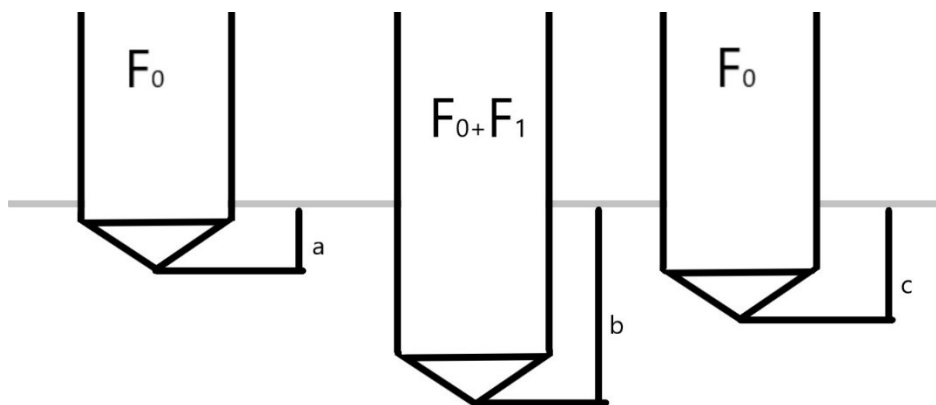


Figura 3.12 Fasi di carico della prova di durezza Rockwell

I penetratori utilizzati sono realizzati in un acciaio temprato o diamante, con una geometria che può essere sferica o conica e viene premuto contro la superficie del pezzo in prova. Vi sono differenti tipi di scala di durezza Rockwell, caratterizzato dai valori precisi dei carichi da applicare e dal tipo di penetratore con cui viene eseguita la prova. I penetratori sferici hanno diametri compresi tra 1.588 e 6.35 mm; invece, i penetratori conici con un angolo al vertice di  $120^\circ$ , tra queste tipologie le scale più usate sono la HRB (indentatore a sfera) e HRC (indentatore a cono). La misura viene realizzata attraverso il durometro stesso che esprime i risultati nei valori della durezza nelle opportune scale. Il campione deve essere preparato

rendendo la superficie piana e liscia, priva di materiali estranei ed esente da alterazioni varie; per l'esecuzione della prova su superfici non piane sono necessarie correzioni definite dalle normative. Lo spessore del campione deve essere almeno maggiore di otto volte la massima indentazione.

Il carico iniziale viene applicato evitando urti e con un graduale aumento si raggiunge il carico totale in 5-10 s, successivamente viene mantenuto il carico totale per un tempo di 30 s, al termine del quale viene rimosso il carico addizionale e vengono valutati i valori definiti dalla macchina. La distanza delle impronte tra di loro deve essere di almeno 4 volte il diametro e ogni impronta deve essere distante dal bordo almeno 2.5 volte il diametro.

La forma in cui viene espressa la durezza è:

$$n \text{ HRB}$$

$$n \text{ HRC}$$

dove  $n$  è il valore della durezza, invece HRB e HRC sono due scale di durezza differenti.

## Microdurezza

La valutazione della microdurezza viene eseguita tramite l'uso di carichi molto bassi, inferiori a 1 kgf, e viene utilizzata soprattutto con materiali sottili, con superficie limitata, fragili o per valutare singole fasi.

La prova, eseguita con un microdurometro collegato ad un microscopio ottico e con un dispositivo per l'applicazione del carico, va a misurare l'impronta ottenuta dal penetratore. Durante la prova è necessaria l'assenza di urti e vibrazioni che potrebbero condizionare i risultati. La superficie del campione deve essere preparata come avviene nelle prove di macrodurezza. Il penetratore usato è di tipo Vickers o Knoop (con geometria a piramidale allungata). Lo spessore del campione deve essere maggiore del 50% del diametro dell'impronta.

La temperatura deve essere controllata come nei casi precedenti e i carichi limitati vengono applicati gradualmente in 2-8 s e mantenuti per un tempo di 10-15 s.

## Capitolo 4

### 4.1 Procedure Sperimentali

Le procedure sperimentali sono state eseguite su di due tipi differenti di acciaio inox martensitico 17-4PH.

#### 17-4PH TT1150

Il primo pezzo da cui sono stati estratti i campioni è stato ottenuto tramite la tecnologia di additive manufacturing chiamata Bound Metal Deposition, e sottoposto al successivo trattamento termico H1150, eseguito alla temperatura di 621°C. Il pezzo stampato ha geometria a forma di parallelepipedo con un foro rettangolare centrale. Da questo pezzo sono stati tagliati due campioni: uno parallelo agli assi di stampa XY ed uno parallelo all'asse di accrescimento XZ dello sviluppo della stampa. La superficie di entrambi i campioni provenienti da questo pezzo è di forma rettangolare.

#### 17-4PH TQ (barra)

Il secondo pezzo è invece un trafilato a sezione circolare, con nessun trattamento termico aggiuntivo. Da questo pezzo sono state prelevati due campioni, il primo di forma circolare, parallelo alla sezione circolare della barra, nel piano XY; invece, il secondo è stato estratto dalla sezione trasversale del trafilato, con una faccia piana di forma rettangolare, nel piano XZ.

Tutti e quattro i campioni sono stati sottoposti ai medesimi procedimenti di inglobatura, assottigliamento meccanico e lucidatura, per poi essere osservati al microscopio ottico verificando se le caratteristiche della superficie siano idonee per lo studio e successivamente acquisendo immagini delle zone della superficie del campione di particolare interesse per la caratterizzazione dei vuoti; in seguito, sono state eseguite prove di durezza di tipo Vickers e Rockwell.

## 4.2 Estrazione dei Campioni

Ognuno dei quattro campioni di studio è stato estratto tramite la stessa modalità di taglio. La procedura di estrazione avviene tramite l'utilizzo di una sega a lama diamantata. Il pezzo viene posizionato in una morsa e il taglio avviene tramite l'utilizzo di disco rotante; durante il taglio è generato del calore a causa degli attriti, cosa che potrebbe causare problemi sia al tagliente sia possibili difetti nel campione estratto. Per evitare problematiche il sistema di taglio è raffreddato tramite un getto d'acqua, proveniente da un ugello regolabile, incidente sul punto di taglio. L'intero sistema è racchiuso da una struttura di protezione per poter garantire la sicurezza degli operatori (figura 4.1).

Il campione ottenuto dopo il processo di estrazione ha dimensioni piuttosto ridotte e presenta sulla superficie i segni dovuti al taglio; pertanto, è necessario che sia inglobato nella resina per aumentarne la maneggevolezza e sottoporlo ai successivi processi di assottigliamento meccanico e lucidatura prima di poter essere osservato al microscopio ottico.



Figura 4.1 Sega a lama diamantata

### 4.3 Inglobatura dei Campioni

Il processo di inglobatura dei quattro campioni è del tipo di inglobatura a caldo: è stata usata una resina fenolica termoplastica che dopo essere stata riscaldata in pressione e successivamente raffreddata produce un materiale solido e compatto che circonda il campione.

Il procedimento di inglobatura a caldo avviene tramite un apposito macchinario (figura 4.2) in cui è presente un pistone mobile, chiuso con l'utilizzo di un tappo a chiusura manuale, un misuratore di pressione, un sistema di riscaldamento e un sistema di raffreddamento tramite il passaggio di acqua proveniente da una rete esterna al macchinario.

L'inglobatura dei campioni è stata eseguita posizionando la faccia del campione su cui saranno poi eseguite le seguenti operazioni sulla base del pistone mobile, e dopo aver fatto scendere il pistone il cilindro viene riempito di resina fenolica in grani fino a circa metà dell'altezza della cavità, una volta riempito il cilindro, viene posizionato il tappo e stretto attraverso la filettatura posizionata sulla sommità del cilindro; successivamente al processo di chiusura viene aumentata la pressione all'interno del cilindro tramite il movimento ascendente del pistone e la variazione di pressione all'interno del sistema viene indicata nell'indicatore esterno, è necessario mantenere la pressione interna di circa 20 Pa, quindi è essenziale aumentare la quota del pistone nel caso dovesse scendere. In questa fase aumenta anche la temperatura interna fino a raggiungere gli 80 °C e che viene mantenuta per un tempo totale di 7 minuti. Al termine del tempo viene spento il sistema di riscaldamento e viene aperto il passaggio all'acqua di raffreddamento; la diminuzione di temperature avviene fino a circa la temperatura ambiente per un tempo di 5 minuti. Al termine del raffreddamento si ottengono cilindri di resina di circa 3 cm di diametro, in cui sono inglobati i campioni sulle facce superiori. Al termine dell'inglobatura è possibile che il campione sia parzialmente coperto dalla resina (figura 4.3), per questo è necessario il passaggio alle carte abrasive con granulometria bassa per permettere la visione completa della superficie prima degli ulteriori passaggi di levigatura.



Figura 4.2 Macchina per l'inglobatura a caldo

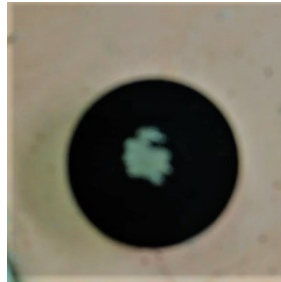


Figura 4.3 Campione parzialmente coperto dalla resina al termine del processo di inglobatura

#### 4.4 Assottigliamento Meccanico e Lucidatura

La procedura di assottigliamento dei campioni è stata eseguita tramite l'utilizzo di un macchinario a dischi rotanti detta lappatrice (figura 4.4).

La progressione di carte usate per l'assottigliamento è stata 1200-2400-4000, cioè sono state usate carte con una densità di carburi di silicio piuttosto elevata e quindi la dimensione dei solchi prodotti dalle carte è limitata. Il processo avviene con l'ausilio di getto d'acqua proveniente da un ugello della macchina che bagna i dischi di carta abrasiva durante la rotazione, diminuendo il riscaldamento prodotto per attrito ed aiutando la divisione dei residui grattati via dalla carta.

Durante il procedimento di assottigliamento dei campioni è di notevole importanza la posizione del campione, che deve essere tenuto perpendicolarmente al disco rotante, per evitare la formazione di zone di superficie non piana e per mantenere la complanarità tra le due facce opposte affinché non ci siano problematiche durante lo svolgimento delle prove di durezza; al cambiamento di granulometria invece è necessario ruotare la superficie del campione di 90° affinché sia possibile distinguere la differenza tra i solchi generati dalla carta abrasiva precedente al fine di eliminarli completamente con i solchi della successiva carta.

Dopo il passaggio alle carte abrasive è stato eseguito il passaggio di lucidatura meccanica. Il processo avviene con l'utilizzo del panno abrasivo mediante l'uso di una pasta diamantata. Il macchinario utilizza un disco poroso rotante su cui viene collocata la pasta contenente particelle di diamante sintetico capaci di produrre solchi sulla superficie del campione non visibili al microscopio ottico. Durante la rotazione del disco la zona interessata all'abrasione viene continuamente lubrificata manualmente tramite un lubrificante oleoso spruzzato manualmente.

Al termine del processo di lucidatura il campione è stato lavato con acqua corrente e poi asciugato con aria compressa per eliminare eventuali residui ed aloni causati dalle lavorazioni precedenti. I campioni così ottenuti presentano una superficie lucida priva di imperfezioni visibili ad occhio nudo e sono pronti per l'osservazione al microscopio ottico.



Figura 4.4 Lappatrace



Figura 4.5 Lucidatrice a pasta diamantata

## 4.5 Osservazione al Microscopio Ottico

L'osservazione al microscopio ottico è stata eseguita tramite un microscopio ottico metallografico “invertito” (figura 4.6), che prevedeva il posizionamento dei campioni con la superficie rivolta verso il piano di appoggio, nel quale vi è una fessura che permette il passaggio del fascio di luce incidente sulla superficie del metallo da osservare e consente una scelta tra i vari obiettivi usati per i vari ingrandimenti; inoltre, vi è la possibilità di scegliere filtri cromatici per l'immagine. Questo tipo di MO è collegato ad un computer dove viene trasmessa l'immagine osserva e con un software legato al microscopio è possibile l'acquisizione di immagini della microstruttura per poter poi eseguire la caratterizzazione dei vuoti della microstruttura. Con l'acquisizione di immagini da un microscopio vi è anche la necessità di indicare l'ingrandimento utilizzato con un marker che va a designare la lunghezza reale di un segmento nell'ingrandimento dell'immagine.

La scelta delle zone della superficie da cui acquisire le immagini è stata valutata affinché le zone scelte potessero descrivere soddisfacentemente le caratteristiche e



le quantità di vuoti dell'intera superficie. Nel caso in cui le immagini presentassero dei solchi profondi dovuti alle lavorazioni precedenti è stato eseguito un lavoro di correzione dell'immagine per non causare problemi al software usato per la caratterizzazione dei vuoti.



Figura 4.6 Microscopio ottico invertito

## 4.6 Caratterizzazione dei Vuoti

La caratterizzazione dei vuoti è finalizzata a valutare le caratteristiche della superficie dei campioni definendone quantitativamente le zone in cui la microstruttura non è compatta, cioè in cui presenta zone di vuoto.

Il procedimento è stato eseguito sulle immagini acquisite al microscopio ottico tramite un apposito programma per l'analisi di immagini, ImageJ. Attraverso l'uso di ImageJ è stato possibile, attraverso un comando, usare il marker per poter convertire i pixels dell'immagine in quantità metriche (in questo caso in  $\mu\text{m}$ ) e poi poter scegliere diverse zone di una stessa immagine per il procedimento di calcolo delle aree e del numero dei vuoti. Il metodo seguito per lo studio dei vuoti consisteva nel convertire l'immagine tagliata (crop) in un'immagine binaria, cioè realizzata per descrivere in bianco per la superficie e in nero i vuoti, e in seguito

tramite un comando di analisi è stato possibile conteggiare il numero di zone nere, dando ad ognuna un numero di riferimento e definendone l'area (figura 4.7).

La raccolta dei dati è stata poi realizzata attraverso l'uso di un foglio di calcolo elettronico per ognuna delle immagini acquisite al MO ed ognuno dei fogli contiene i dati relativi a tutti i vari crop provenienti dalla stessa immagine.

Al termine della raccolta dei dati è stata eseguita una media delle superfici dei vuoti presenti in ogni immagine e una valutazione della percentuale di superficie di vuoti rispetto la superficie totale dell'immagine.

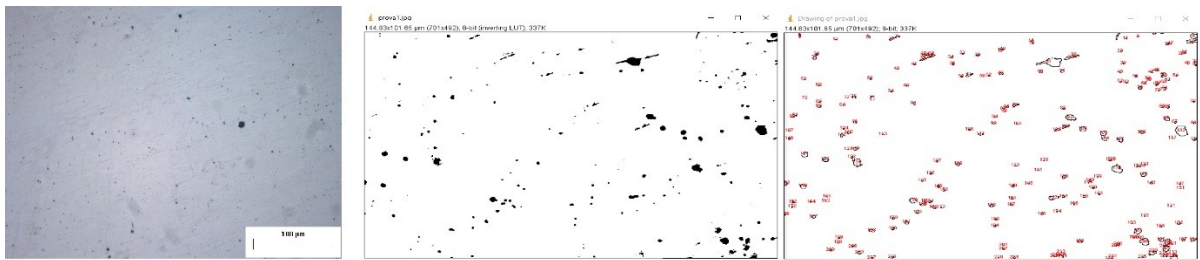


Figura 4.7 Esempio del procedimento di analisi dei vuoti tramite ImageJ

## 4.7 Prove di Durezza e Microdurezza

I due tipi di prova di durezza a cui sono stati sottoposti i campioni sono di tipo microdurezza Vickers e di tipo durezza Rockwell.

Per la prova di microdurezza Vickers è stato usato il tipico microdurometro (figura 4.12) che utilizza un penetratore in diamante a forma di piramide retta a base quadrata. Il carico scelto per tutti i campioni sottoposti alla prova è di 300 gf (circa 2.94 N) e la durata di applicazione del carico è stata di 10 s. I campioni sono stati posizionati su una morsa collegata ad un supporto mobile che permetteva una precisa calibrazione della distanza tra le varie prove. La prova di durezza è stata eseguita su tutta la superficie dei campioni per un totale 60 volte a campione, suddivise in 3 colonne, una per la zona interna e due per le zone ai bordi, contenenti 20 prove ciascuna. Ogni prova è stata distanziata dalla precedente da distanze differenti a seconda della superficie del campione in prova: sui campioni approntati

al primo pezzo è stato eseguito un distanziamento di 3mm tra le tre colonne e di 1mm tra le prove appartenenti alla stessa colonna (figure 4.8, 4.9); per il campioni provenienti dalla barra invece sono stati utilizzati due approcci diversi a causa della diversa geometria delle superfici, ovvero per il campione di forma circolare le colonne sono state distanziate di 2.5 mm e le prove di ogni colonna di 0.5 mm (figura 4.10), invece per la sezione trasversale di forma rettangolare il distanziamento tra le colonne è stato di 6 mm e la distanza tra le varie prove è stato di 1 mm (figura 4.11).

L'intero procedimento è stato eseguito usando un microscopio ottico collegato ad un computer che permetteva di visualizzare la zona di esecuzione delle prove; dopo l'esecuzione dell'indentazione è stato possibile misurare le diagonali ( $d_1$  e  $d_2$ ) dell'impronta quadrata lasciata dal penetratore, delle quali è fatta una media  $d$ . Il diametro medio  $d$  veniva poi riportato su un foglio di calcolo elettronico dove veniva calcolata la microdurezza HV attraverso la conoscenza del carico applicato e del diametro medio dell'impronta. Sono state valutate poi media e deviazione standard di ognuna delle tre colonne appartenenti allo stesso campione mostrando così le eventuali differenze tra le tre zone di misura.

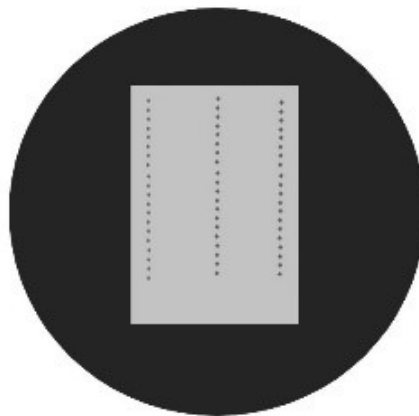


Figura 4.8 Rappresentazione schematica del campione di 17-4 PH H1150 XY evidenziando le tre zone di misura

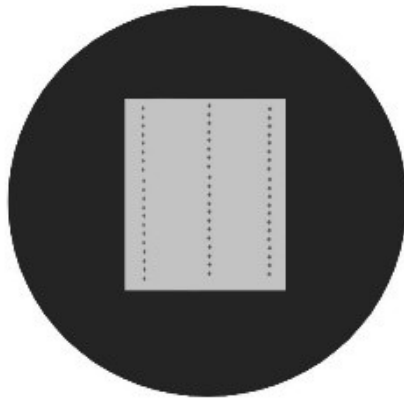


Figura 4.9 Rappresentazione schematica del campione di 17-4 PH H1150 XZ evidenziando le tre zone di misura

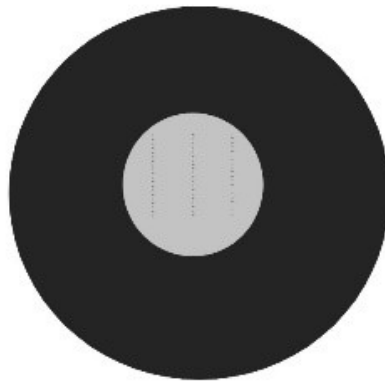


Figura 4.10 Rappresentazione schematica del campione di 17-4 PH TQ barra XY evidenziando le tre zone di misura

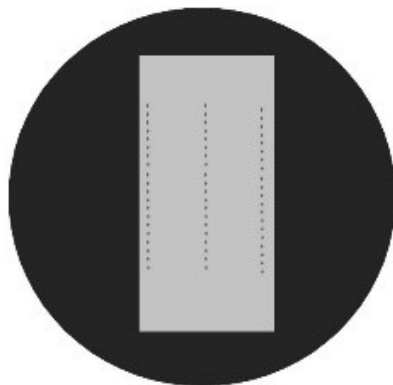


Figura 4.11 Rappresentazione schematica del campione di 17-4 PH TQ barra XZ evidenziando le tre zone di misura

L'ulteriore prova di durezza eseguita è di tipo Rockwell, eseguita tramite il durometro manuale (figura 4.13) con indentatore conico di tipo Brale. Il carico

usato per la prova di ognuno dei campioni analizzati è di 150 kgf (circa 1471 N) e la prova è stata ripetuta per 7 volte nel campione XY e 6 volte nel XZ del primo pezzo ovvero quello sottoposto a trattamento termico; per i campioni del secondo pezzo è stato eseguito 5 volte per il campione XY (a sezione circolare) e 6 volte il campione XZ.

I dati sono stati raccolti in un foglio di calcolo elettronico e sono state calcolate media e deviazione standard relative a ciascuno dei campioni studiati.

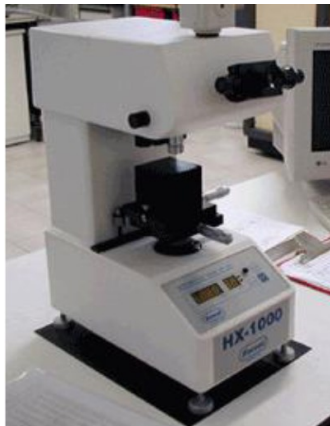


Figura 4.12 Microdurometro Vickers



Figura 4.13 Durometro Rockwell

## Capitolo 5

### 5.1 Presentazione dei Risultati

I risultati della caratterizzazione dei vuoti e delle prove di durezza svolte in laboratorio, effettuati sui campioni di 17-4PH verranno presentati nel seguente capitolo.

### 5.2 Risultati Caratterizzazione dei Vuoti

La caratterizzazione dei vuoti è realizzata tramite acquisizioni delle micrografie dei campioni ottenute al MO e successivamente analizzate con ImageJ.

I primi due campioni in analisi sono stati estratti da un pezzo prodotto tramite tecnologia di Bound Metal Deposition e sottoposto al trattamento termico H1150. I risultati sono stati confrontati poi con quelli ottenuti da delle micrografie provenienti da un pezzo di 17-4PH stampato tramite BMD senza trattamento termico; inoltre, gli ultimi due campioni analizzati provengono da una barra di 17-4PH senza alcun trattamento termico.

Abbinare con le micrografie vi sono le immagini che mostrano l'analisi dei vuoti tramite ImageJ, e che presentano la numerazione dei vuoti. Le immagini di ogni campione saranno abbinate ad una tabella che mostra i risultati della caratterizzazione con:

- Area della micrografia di riferimento
- Somma delle superfici dei vuoti
- Differenza di superficie piena e vuota
- Percentuale di superficie dei vuoti

Nelle successive pagine sono contenute le immagini delle micrografie di un campione di 17-4PH, prodotto tramite BMD e sottoposto a trattamento termico H1150. Il campione in questione è stato estratto nel piano XY, cioè il piano di stampa.

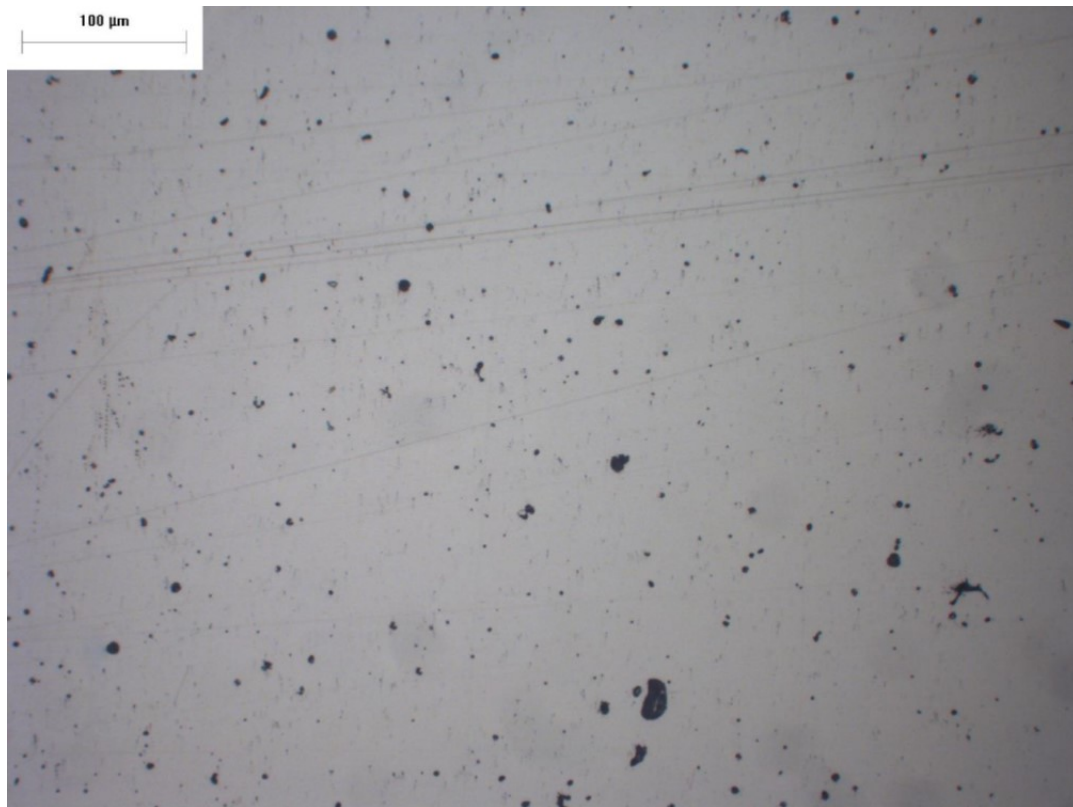


Figura 5.1 17-4PH H1150 XY 20x0.8

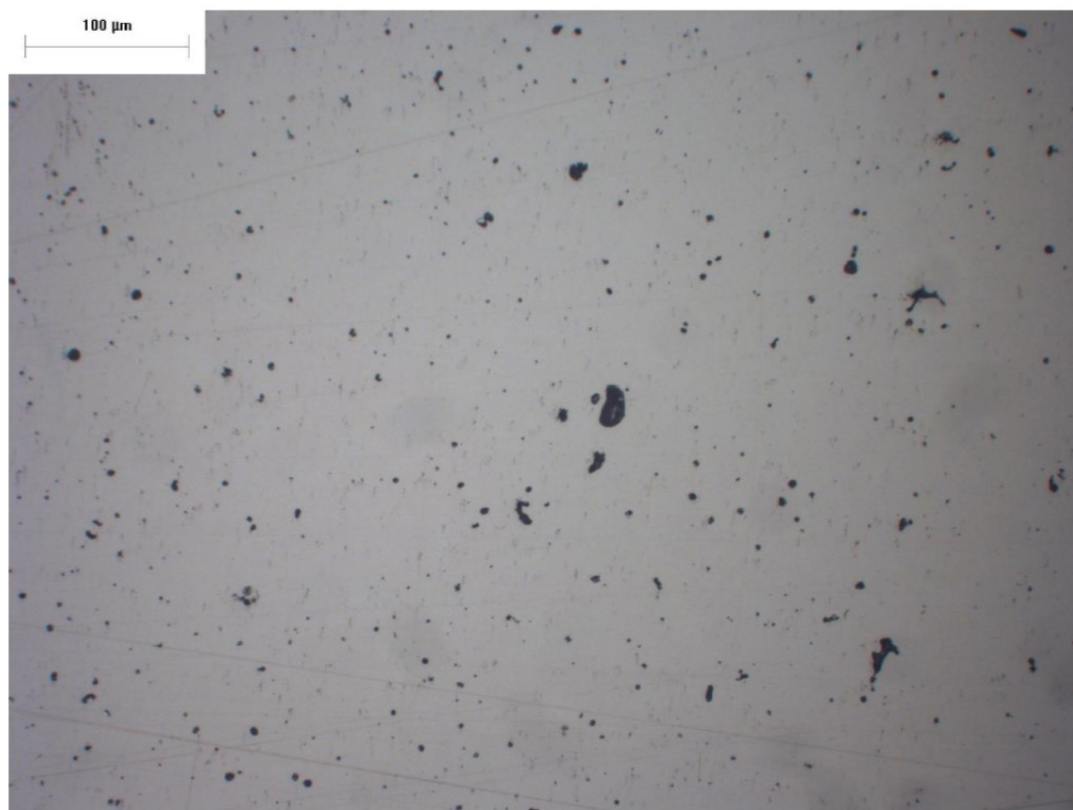


Figura 5.2 17-4PH H1150 XY 20x0.8

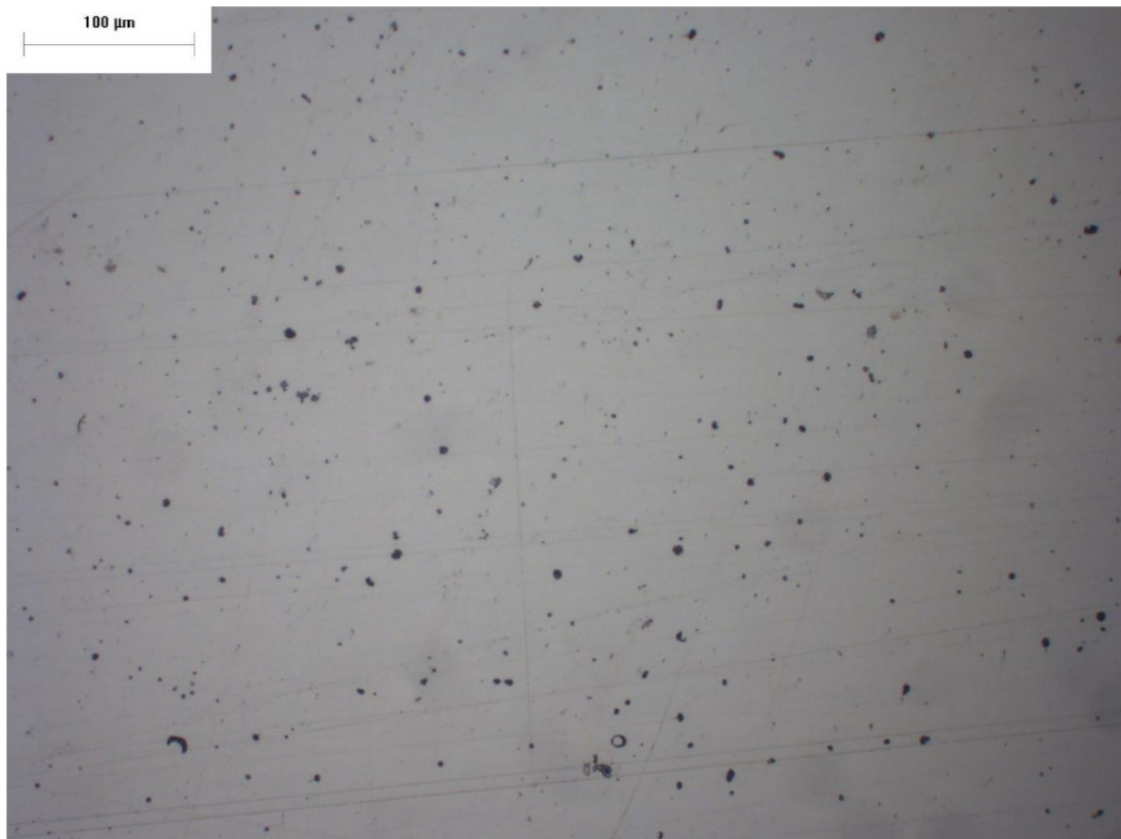


Figura 5.3 17-4PH H1150 XY 20x0.8

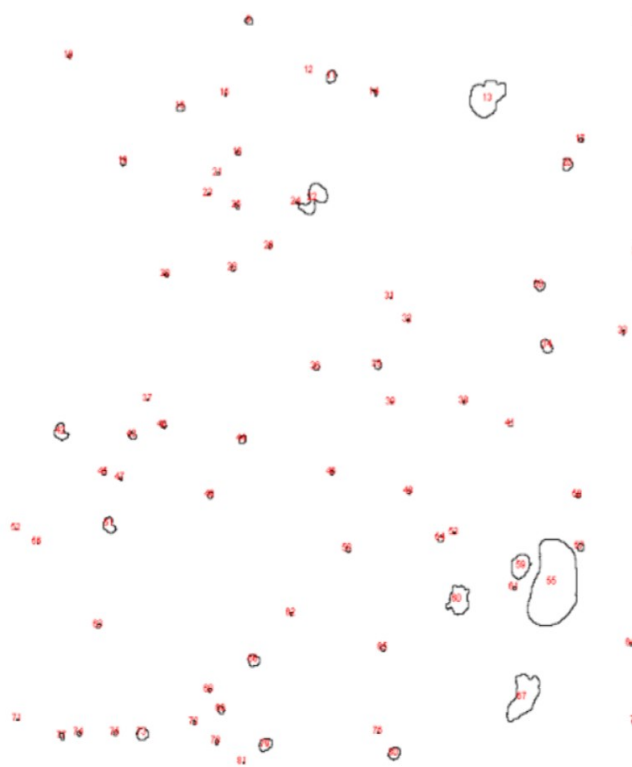


Figura 5.4 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 1



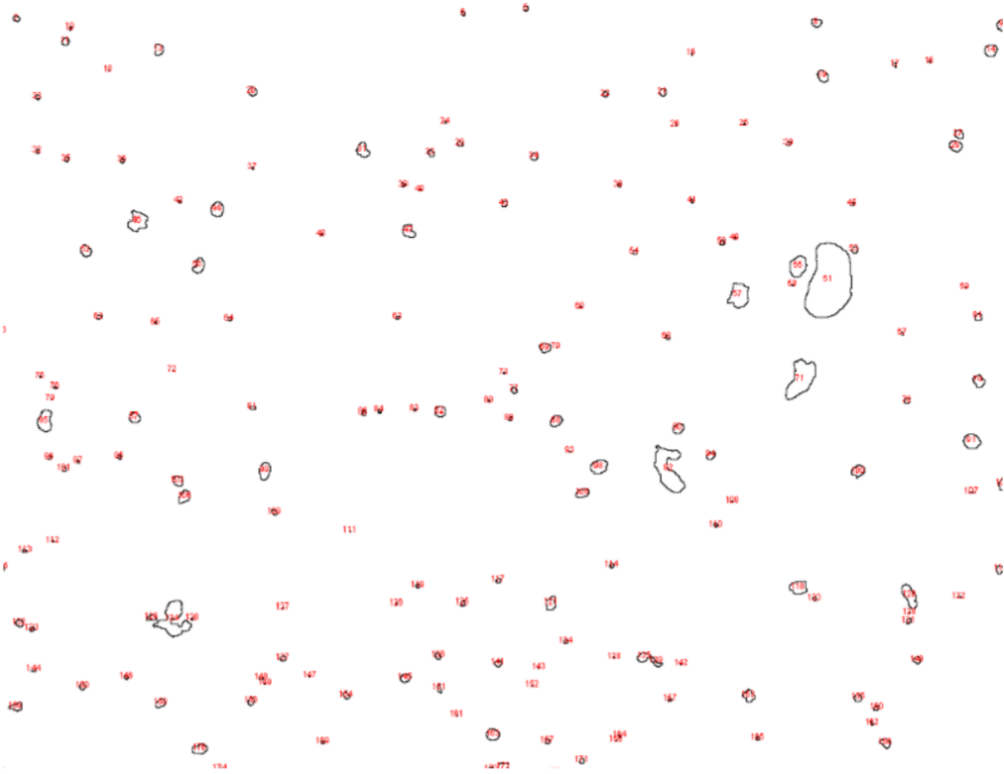


Figura 5.5 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 2

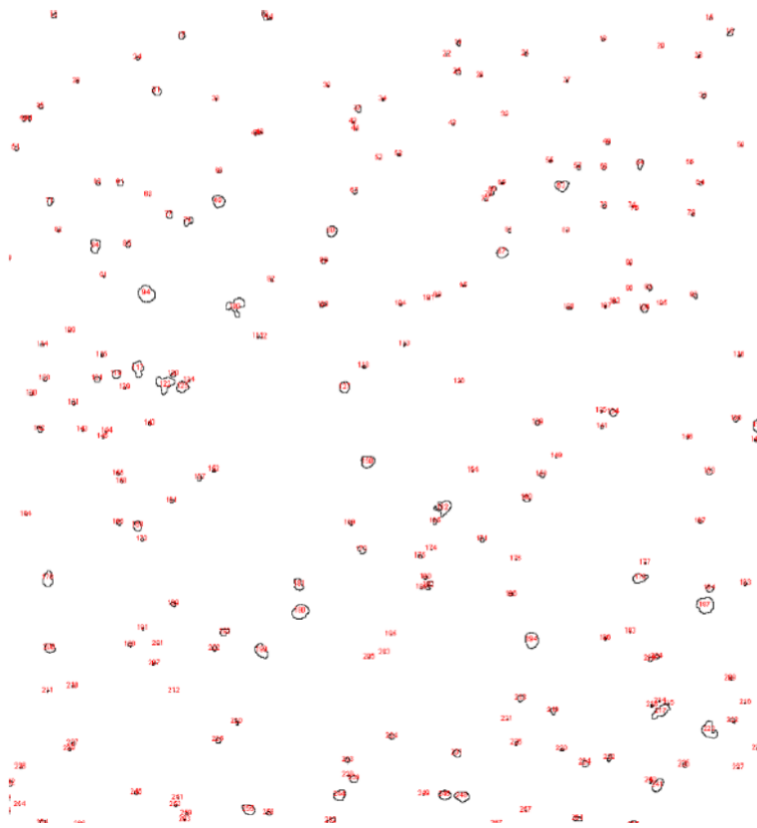


Figura 5.6 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 3

Micrografia di riferimento	Area della micrografia in analisi ( $\mu m^2$ )	Somma delle aree dei vuoti ( $\mu m^2$ )	Differenza tra parte piena e parte vuota del campione ( $\mu m^2$ )	Percentuale dei vuoti
Figura 5.1	53839.95	805.85	53034.1048	1.5%
Figura 5.2	92853.03	1319.936	91533.0982	1.4%
Figura 5.3	119952.6	1132.361	118820.2876	0.95%

Tabella 5.1

Nella tabella 5.1 sono riportati i risultati sperimentali dell'analisi dei vuoti del campione XY di acciaio inox 17-4PH con trattamento termico H1150.

Nelle successive immagini sono mostrate le micrografie appartenenti al campione XZ di 17-4PH con trattamento termico H1150.

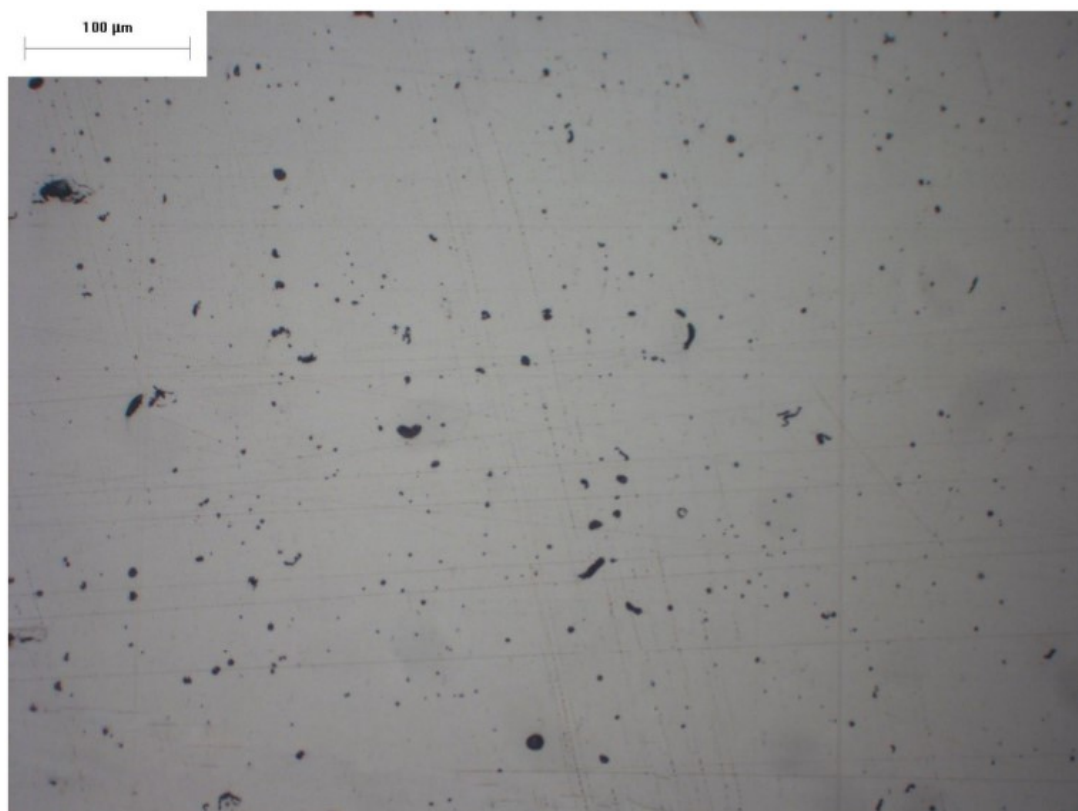


Figura 5.7 17-4PH H1150 XZ 20x0.8

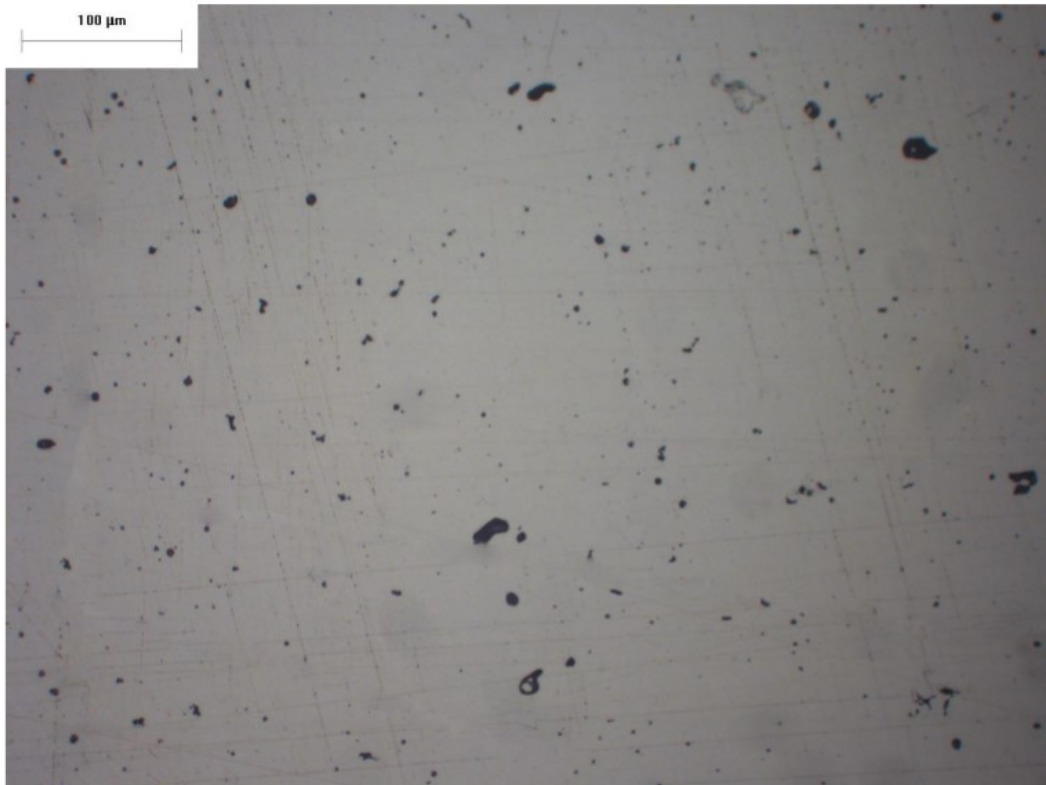


Figura 5.8 17-4PH H1150 XZ 20x0.8

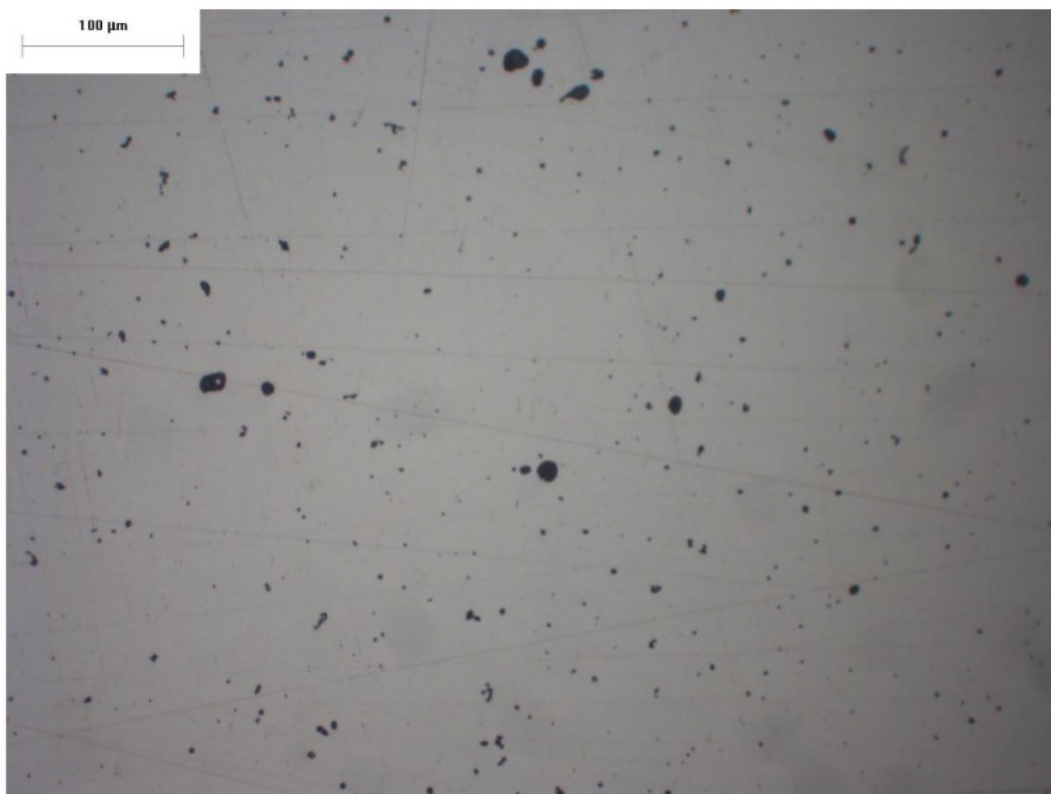


Figura 5.9 17-4PH H1150 XZ 20x0.8

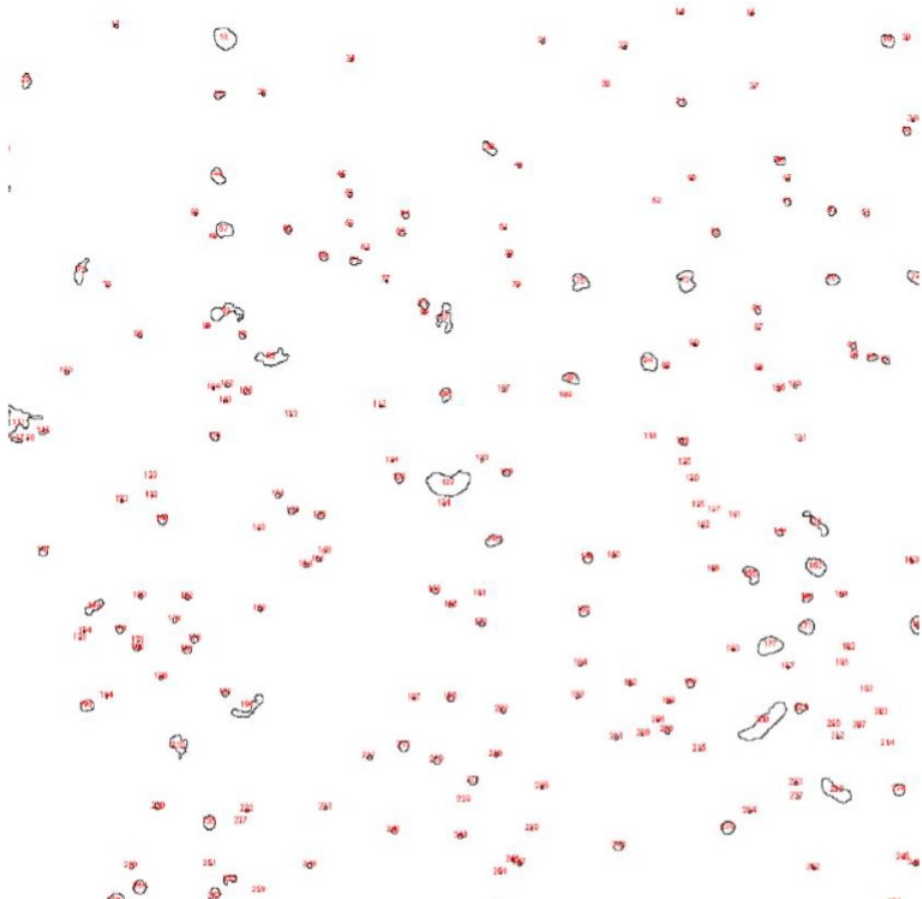


Figura 5.10 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 7

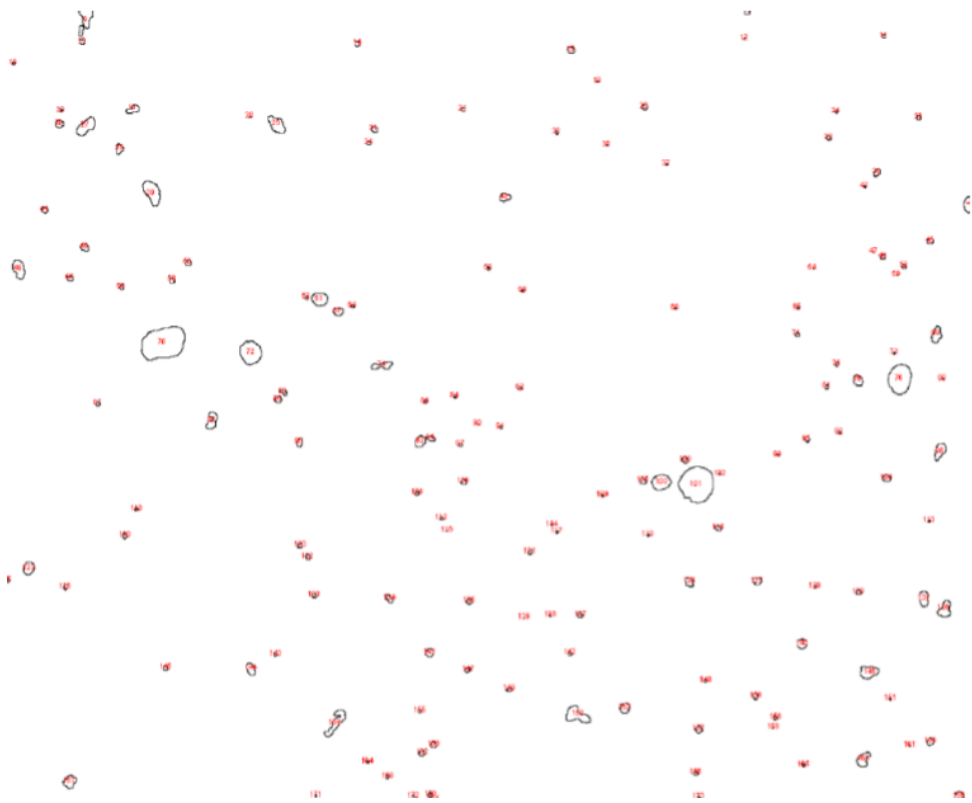


Figura 5.11 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 8

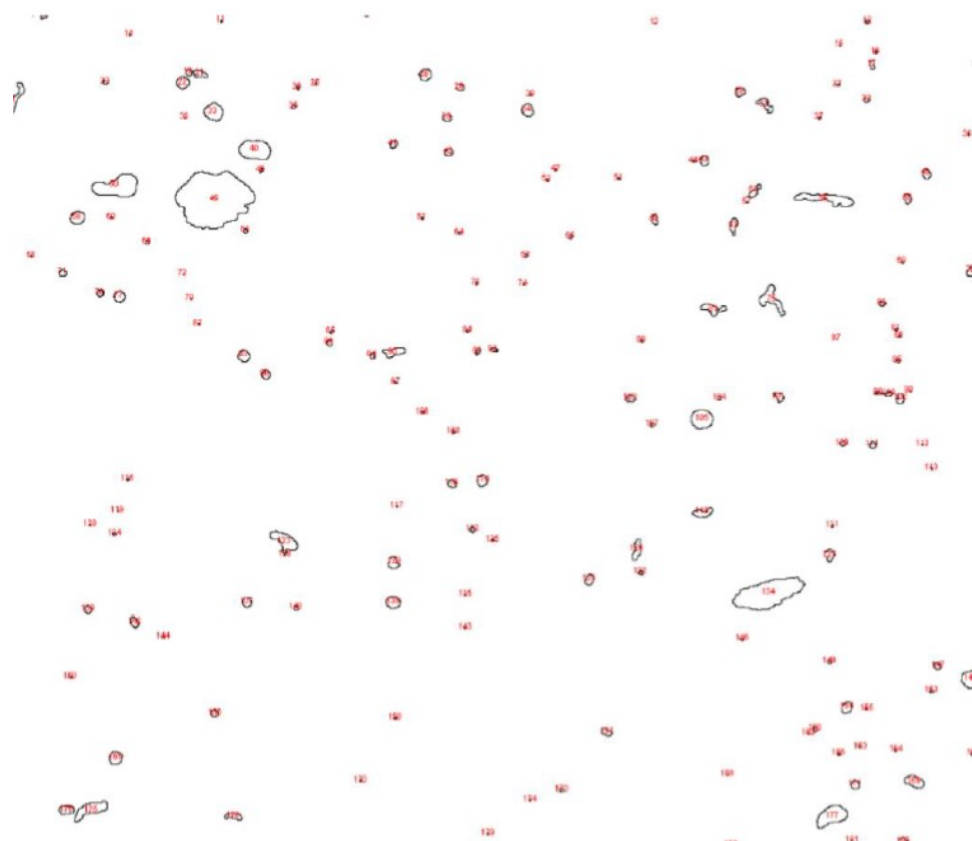


Figura 5.12 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 9

Micrografia di riferimento	Area della micrografia in analisi ( $\mu m^2$ )	Somma delle aree dei vuoti ( $\mu m^2$ )	Differenza tra parte piena e parte vuota del campione ( $\mu m^2$ )	Percentuale dei vuoti
Figura 5.7	136430.3	1908.435	134521.8	1.4%
Figura 5.8	134030	1494.367	132535.6	1.1%
Figura 5.9	114835.4	1807.47	113027	1.5%

Tabella 5.2

Nella tabella 5.2 sono riportati i risultati appartenenti al campione XZ di 17-4PH sottoposto al trattamento termico H1150.

Nelle seguenti immagini saranno mostrate le micrografie di un campione appartenente ad un pezzo di 17-4PH realizzato tramite tecnologia BMD, ma senza l'ulteriore trattamento termico.

Sono riportate le immagini del campione estratto nel piano XY, cioè il piano di stampa.



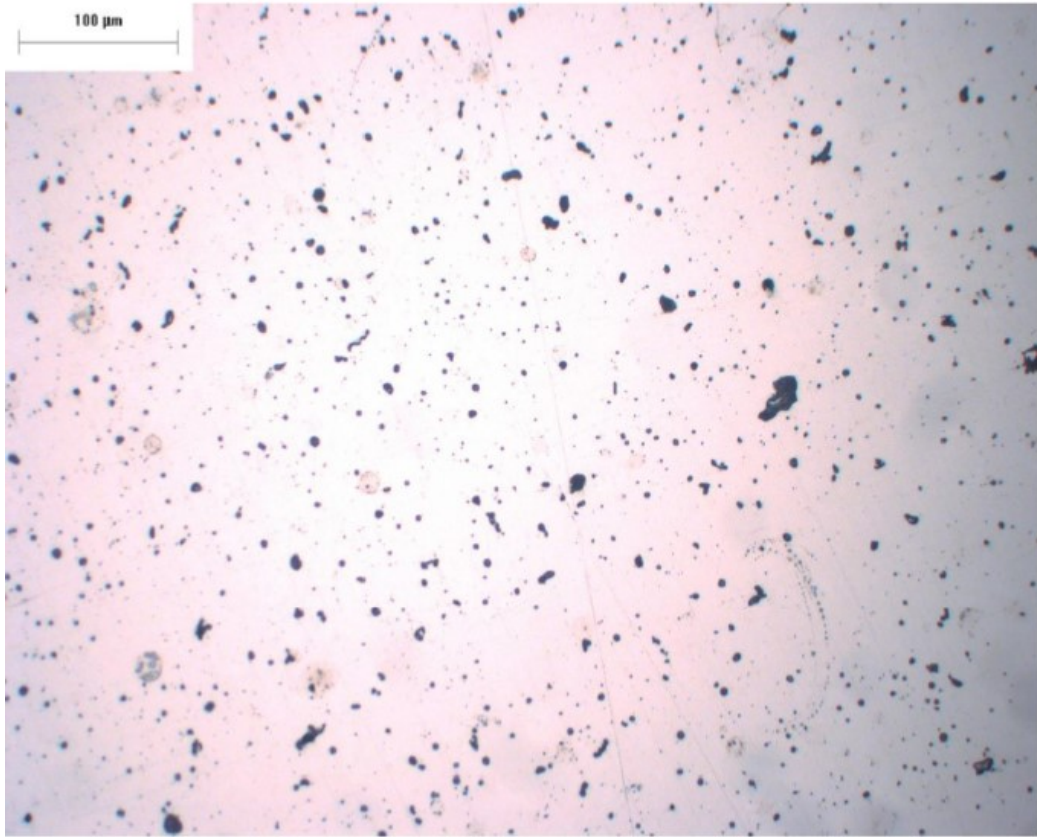


Figura 5.13 17-4PH TQ XY 20x0.8

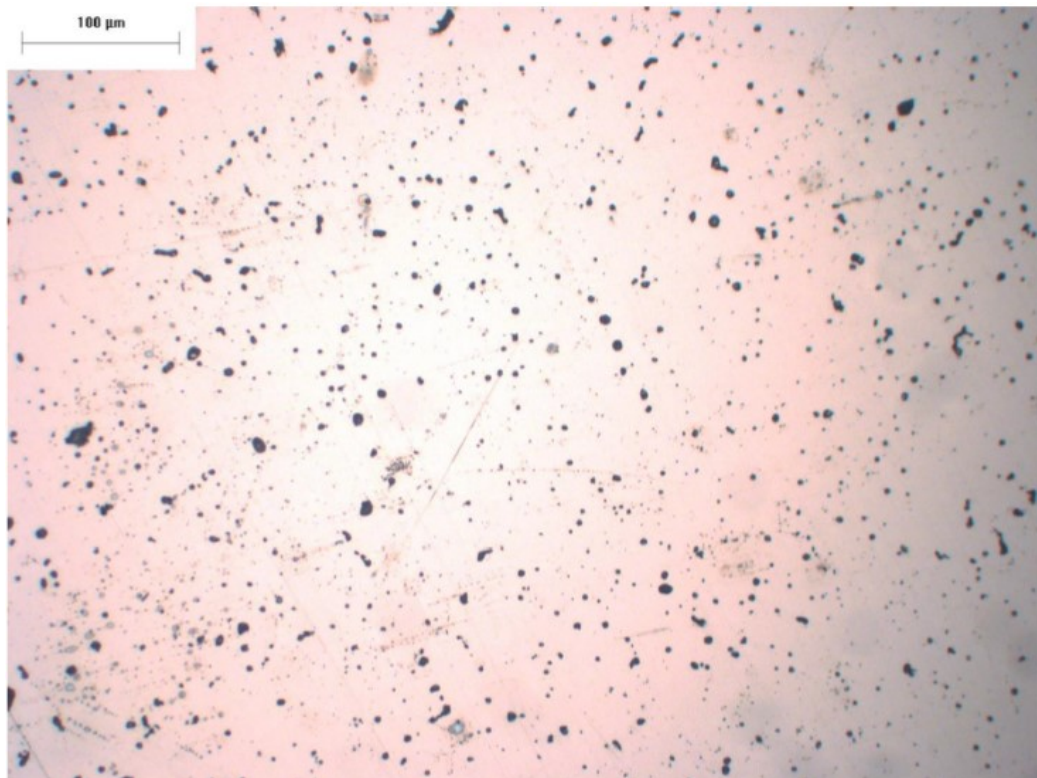


Figura 5.14 17-4PH TQ XY 20x0.8

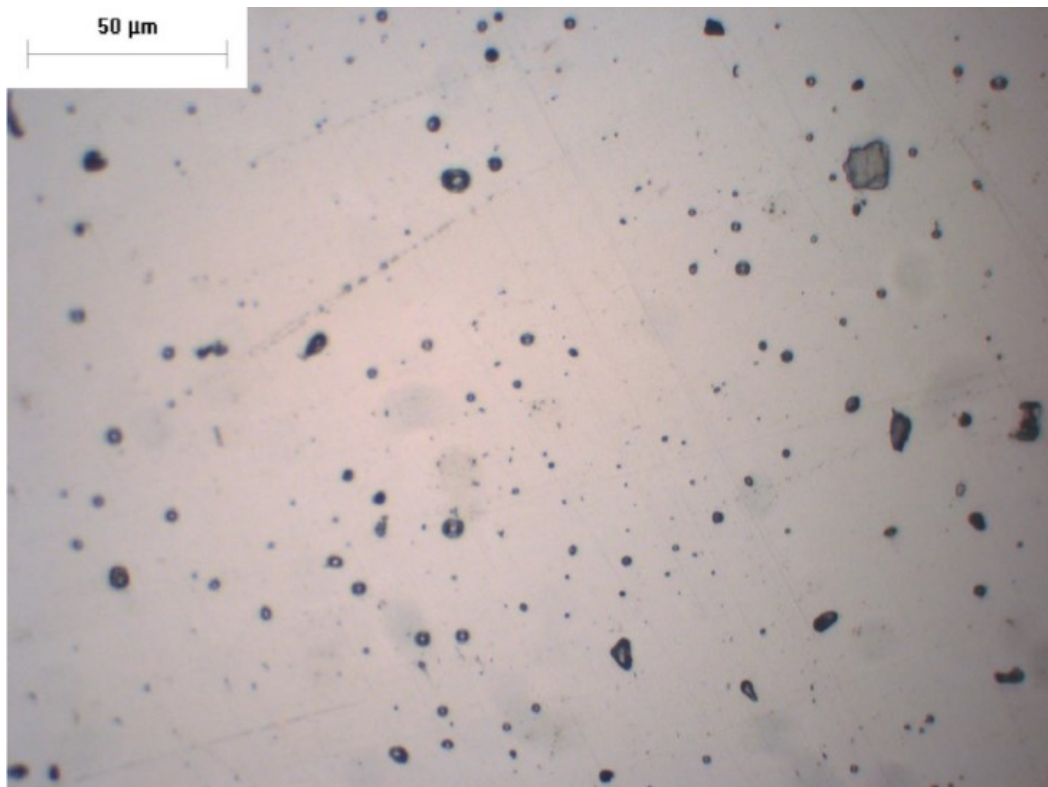


Figura 5.15 17-4PH TQ XY 50x0.8

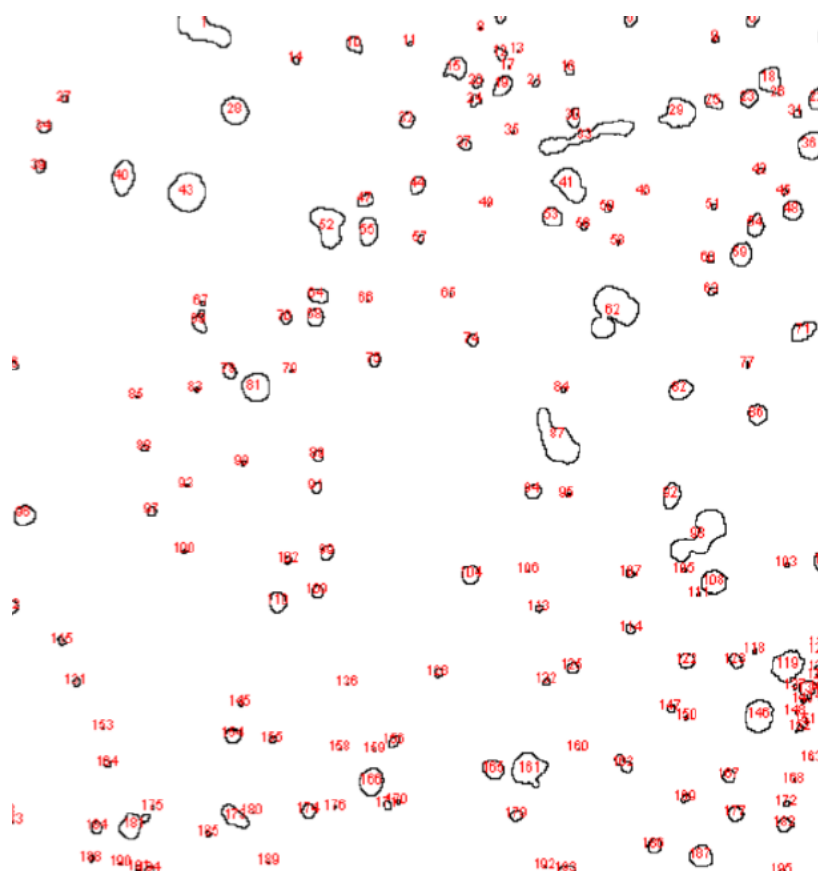


Figura 5.16 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 13 (1)

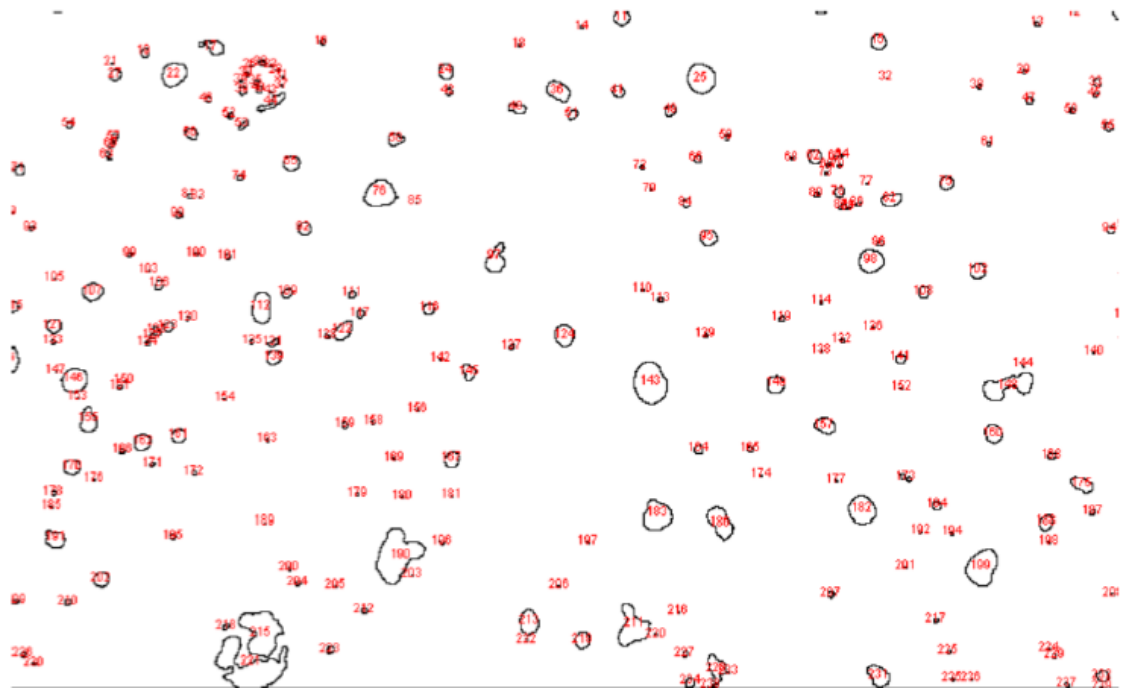


Figura 5.17 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 13 (2)

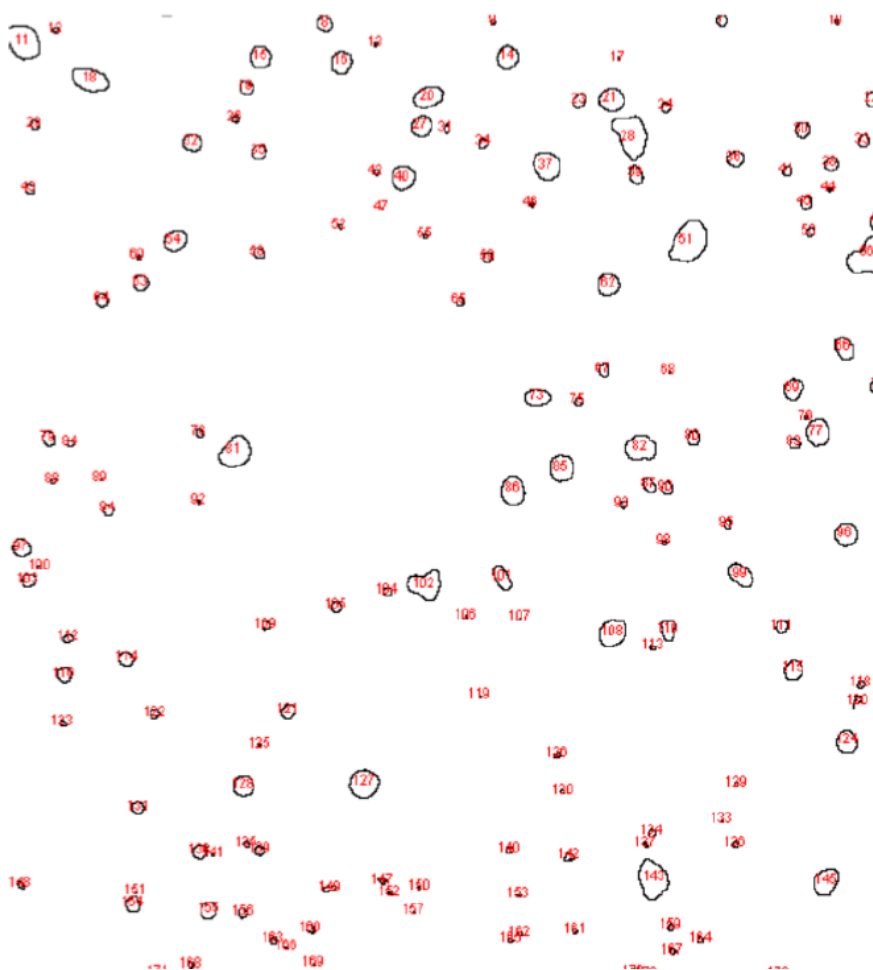


Figura 5.18 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 14 (1)



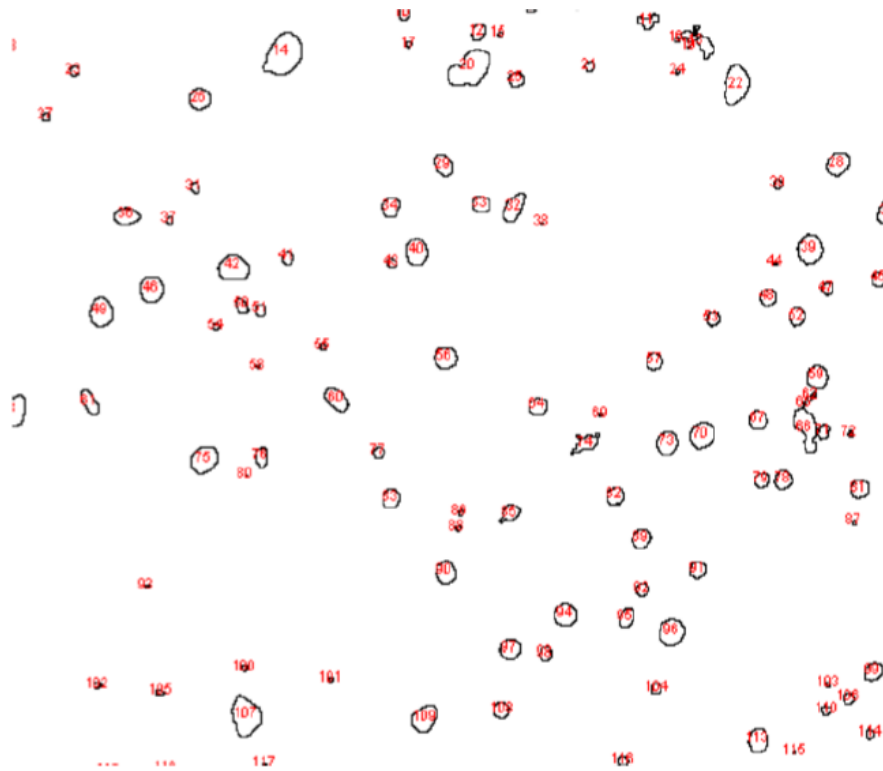


Figura 5.19 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 14 (2)

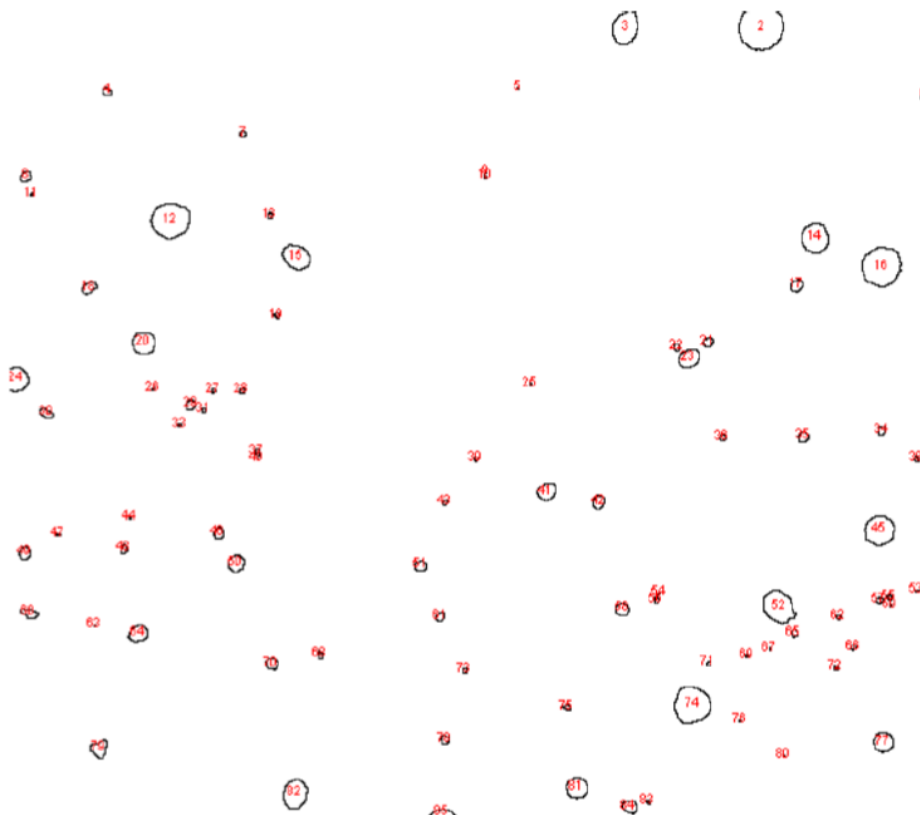


Figura 5.20 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 15

Micrografia di riferimento	Area della micrografia in analisi ( $\mu m^2$ )	Somma delle aree dei vuoti ( $\mu m^2$ )	Differenza tra parte piena e parte vuota del campione ( $\mu m^2$ )	Percentuale dei vuoti
Figura 5.13(1)	32082.660	1076.922	31633.911	3.4%
Figura 5.13(2)	41968.271	1447.092	40521.179	3.5%
Figura 5.14(1)	41913.84	1256.373	50657.470	3%
Figura 5.14(2)	33030.57	1396.663	31005.736	4.2%
Figura 5.15	6717.052	115.773	6601.279	1.7%

Tabella 5.3

Nella tabella 5.3 sono riportati i risultati della caratterizzazione dei vuoti del campione di 17-4PH, prodotto tramite BMD, senza trattamento termico ed estratto dal piano di stampa XY.

Di seguito saranno riportate le micrografie appartenenti al campione estratto lungo il piano di accrescimento XZ

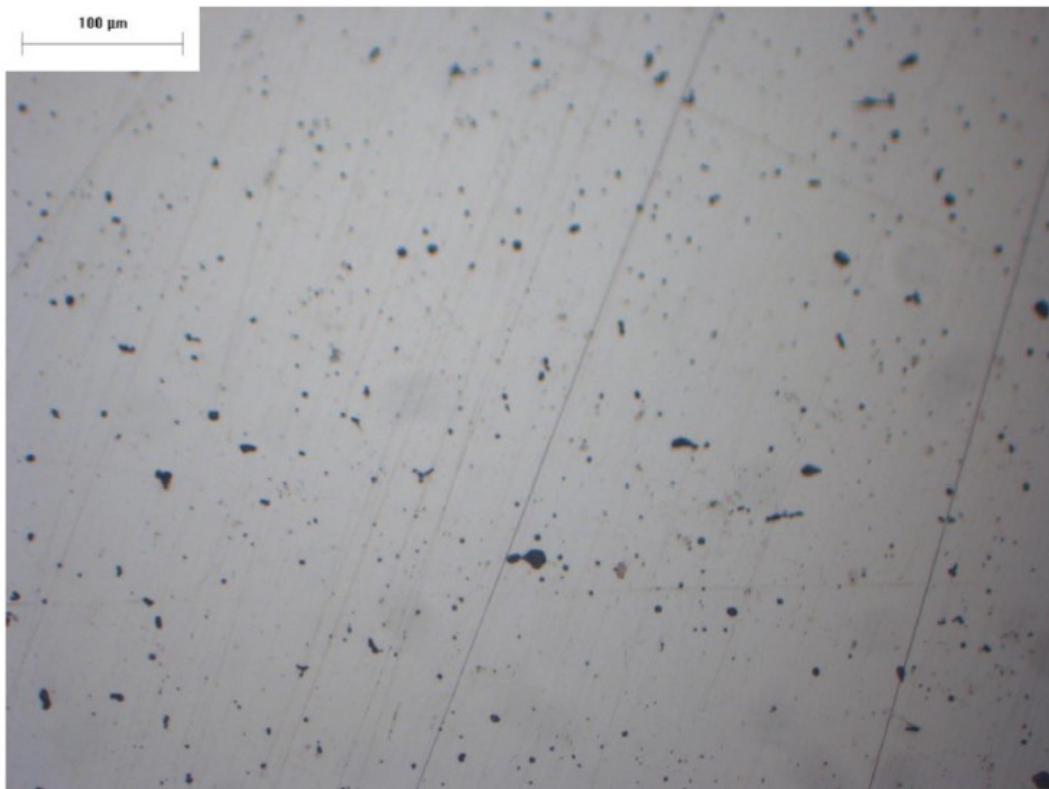


Figura 5.21 17-4PH TQ XZ 20x0.8

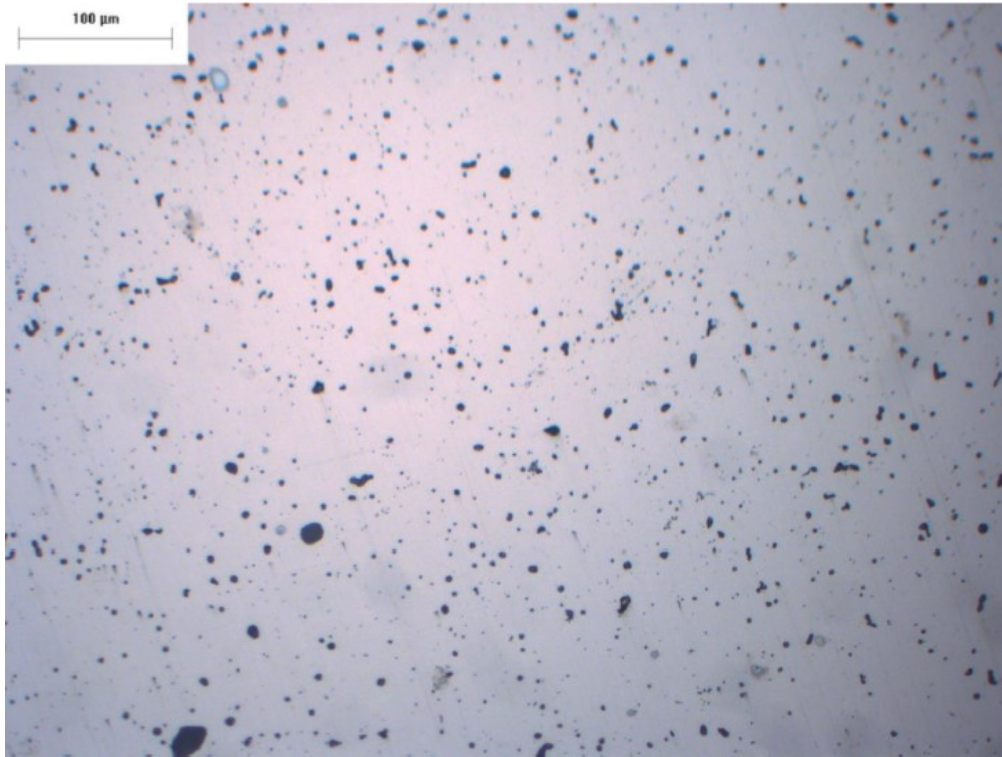


Figura 5.22 17-4PH TQ XZ 20x0.8

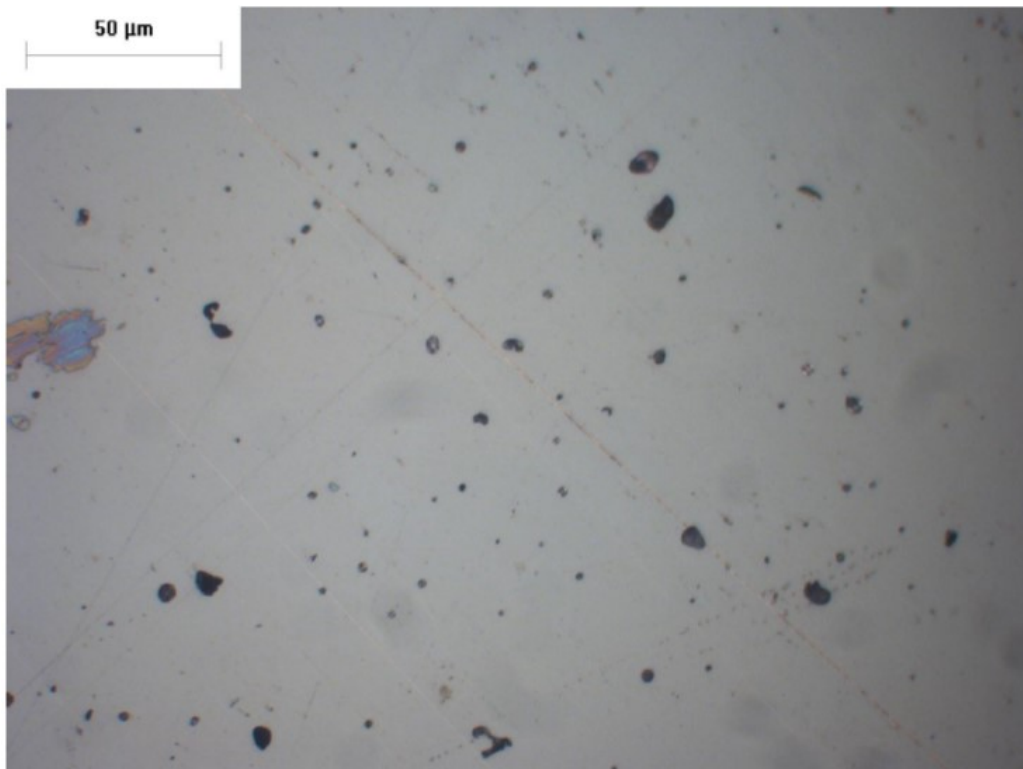


Figura 5.23 17-4PH TQ XZ 50x0.8

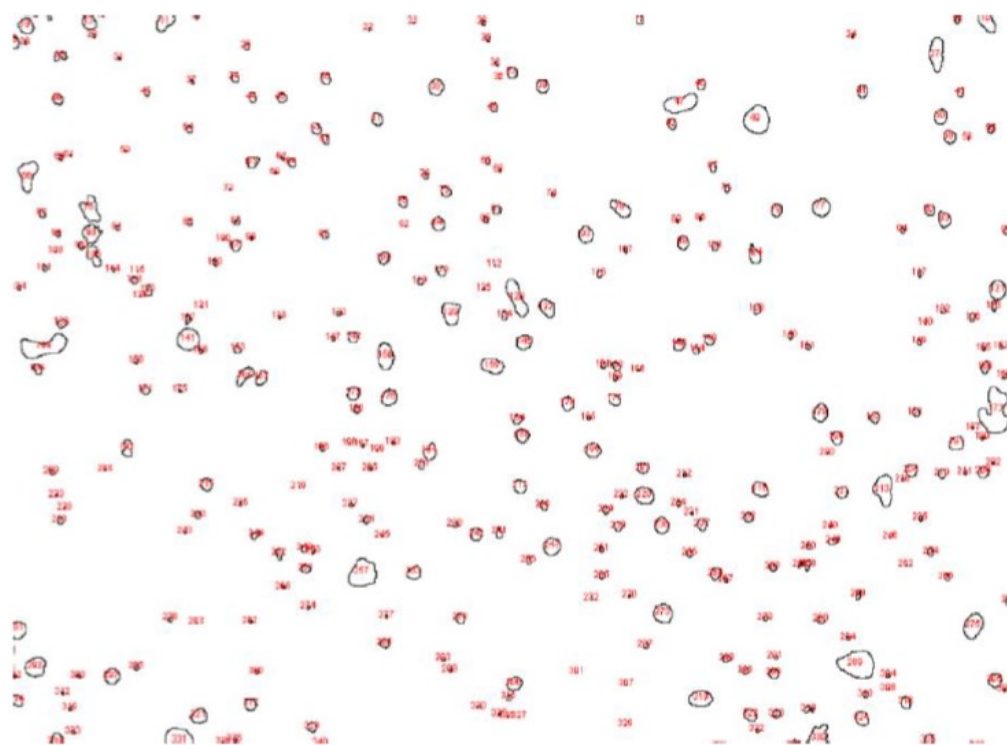


Figura 5.24 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 21 (1)

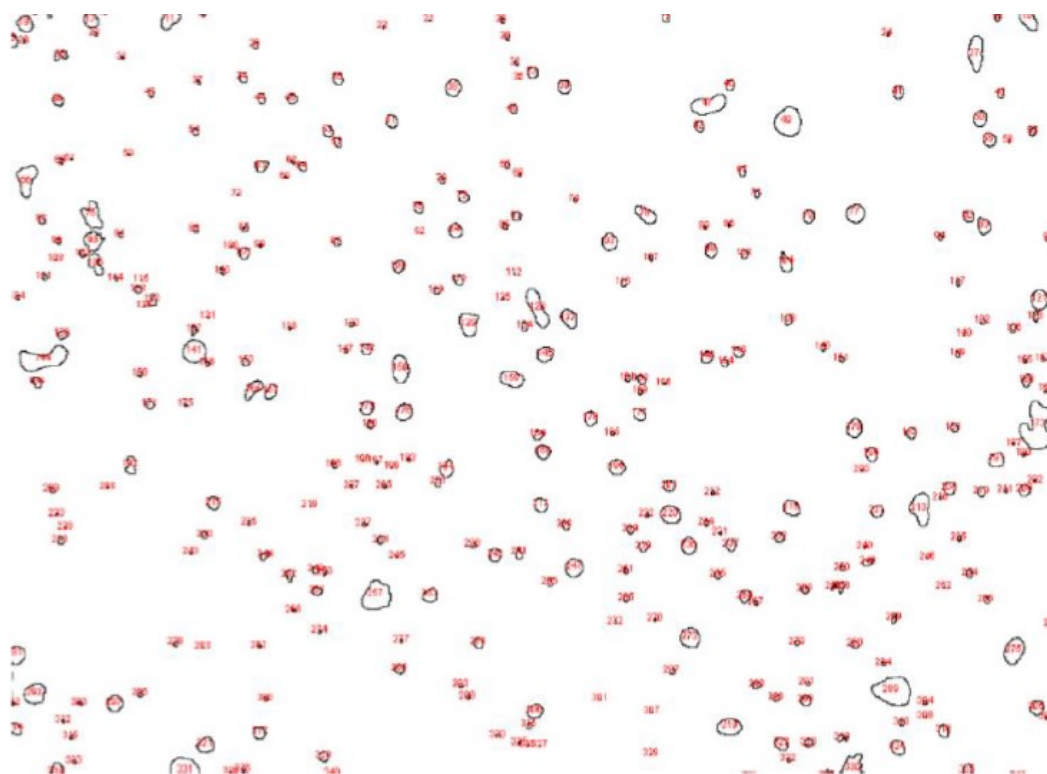


Figura 5.25 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 21 (2)

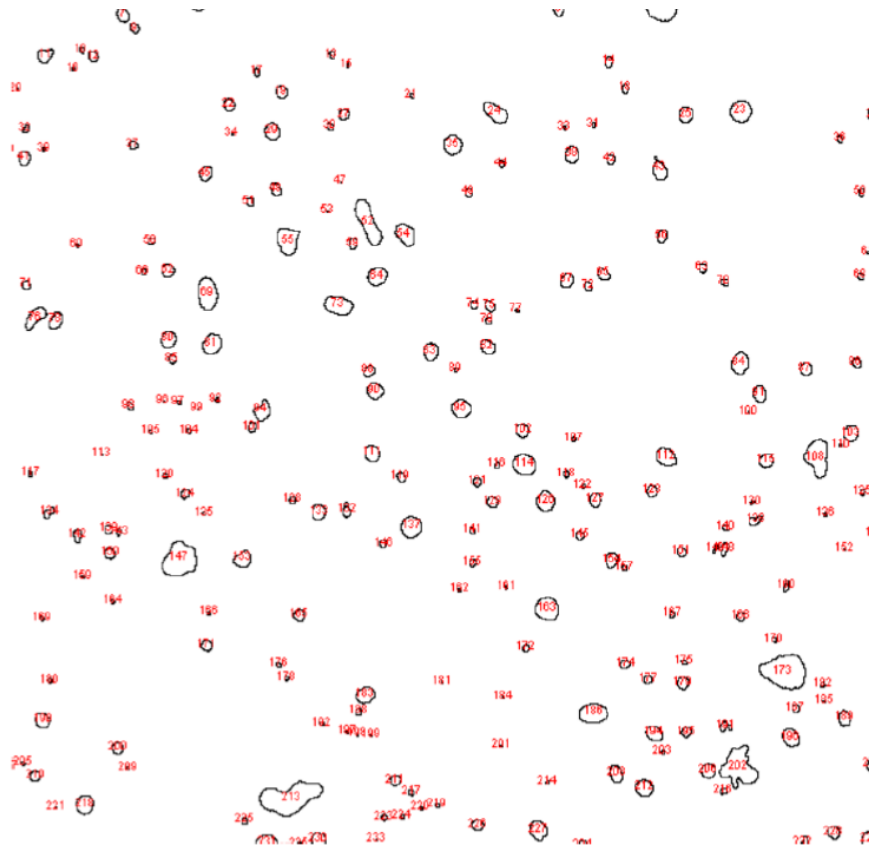


Figura 5.26 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 22

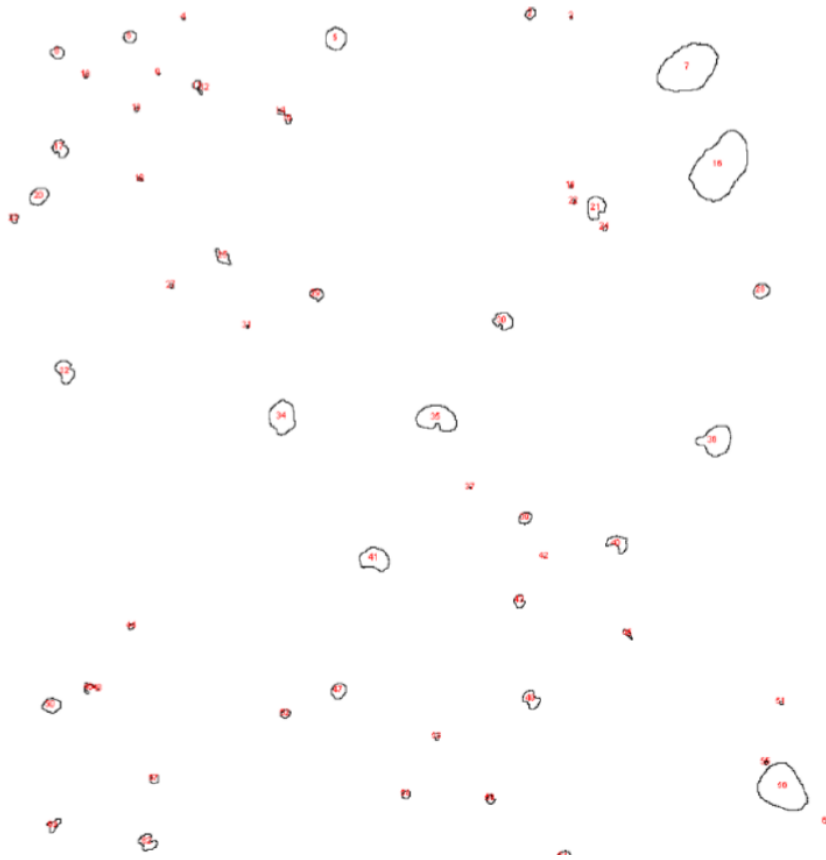


Figura 5.27 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 23

Micrografia di riferimento	Area della micrografia in analisi ( $\mu m^2$ )	Somma delle aree dei vuoti ( $\mu m^2$ )	Differenza tra parte piena e parte vuota del campione ( $\mu m^2$ )	Percentuale dei vuoti
Figura 5.21 (1)	39400.33	652.053	38748.275	1.7%
Figura 5.21 (2)	77121.97	2586.702	74535.2684	3%
Figura 5.22	54692.08	1722.001	49970.075	3.3%
Figura 5.23	62113.22	999.474	61113.751	1.6%

Tabella 5.4

Nella tabella 5.4 sono riportati i risultati dell'analisi dei vuoti del campione XZ di 17-4PH stampato tramite BMD senza trattamenti termici aggiuntivi.

Confrontando i valori riportati nelle tabelle appartenenti ai dati dei campioni del pezzo che ha subito il trattamento termico H1150 con quelli dei campioni non sottoposti al trattamento termico si nota che la percentuale di vuoti è sensibilmente minore (di circa il 50%) dopo l'esecuzione del trattamento termico a 621°C con successivo raffreddamento a temperatura ambiente; inoltre, la distribuzione dei vuoti risulta più omogenea.

Invece nelle seguenti pagine sono riportate le immagini dei campioni estratti dalla barra di 17-4PH non sottoposta ad alcun trattamento termico. Il primo campione XY è stato estratto parallelamente alla sezione circolare del trafilato mentre il secondo campione XZ è stato estratto dalla sezione trasversale.

Nelle successive pagine sono riportate le micrografie appartenenti al campione XY.



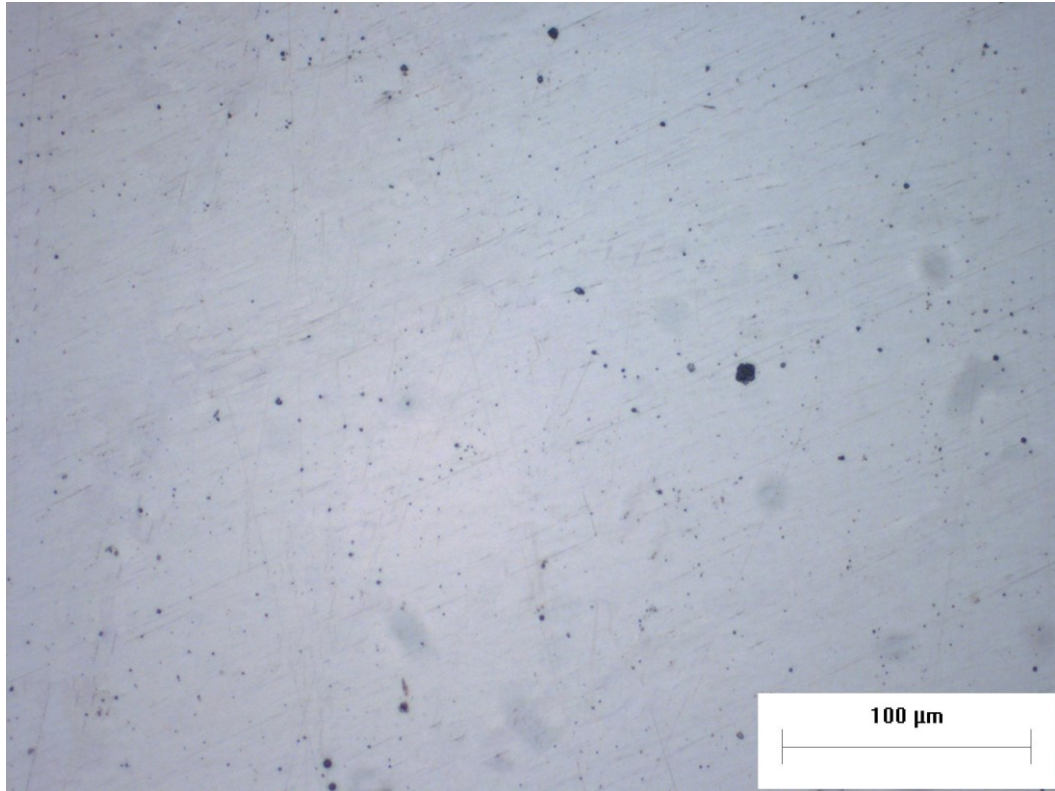


Figura 5.28 17-4PH TQ barra XY 20x1.25

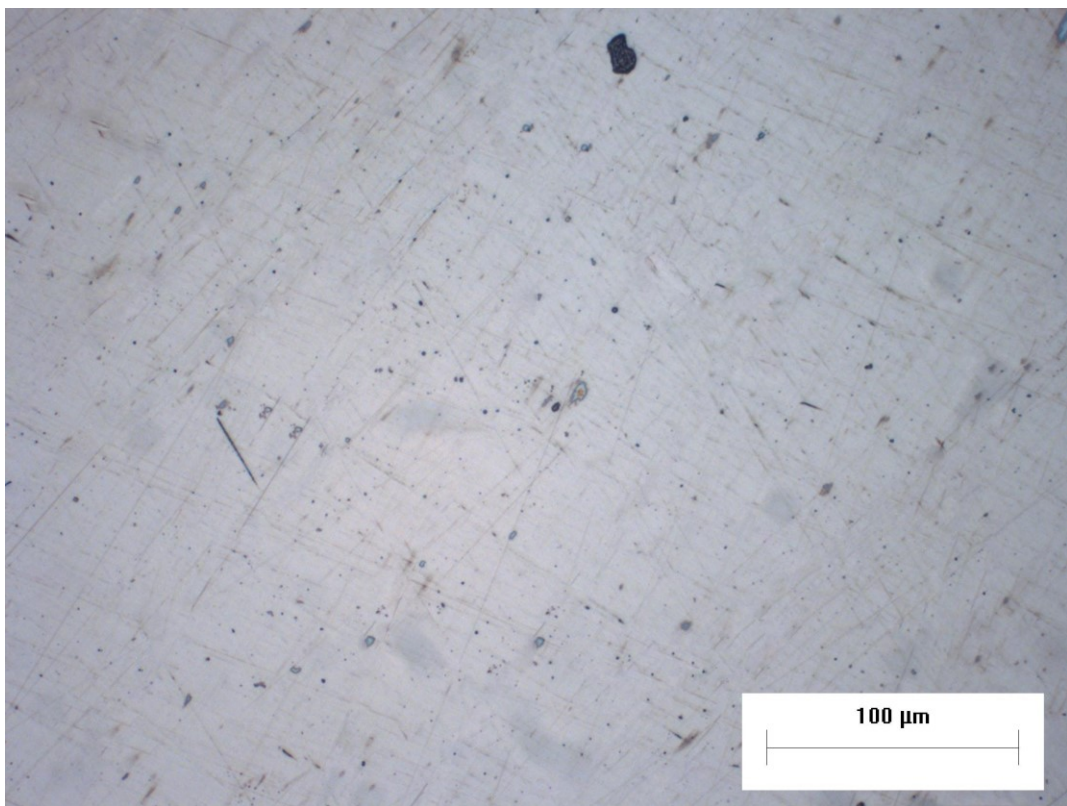


Figura 5.29 17-4PH TQ barra XY 20x1.25

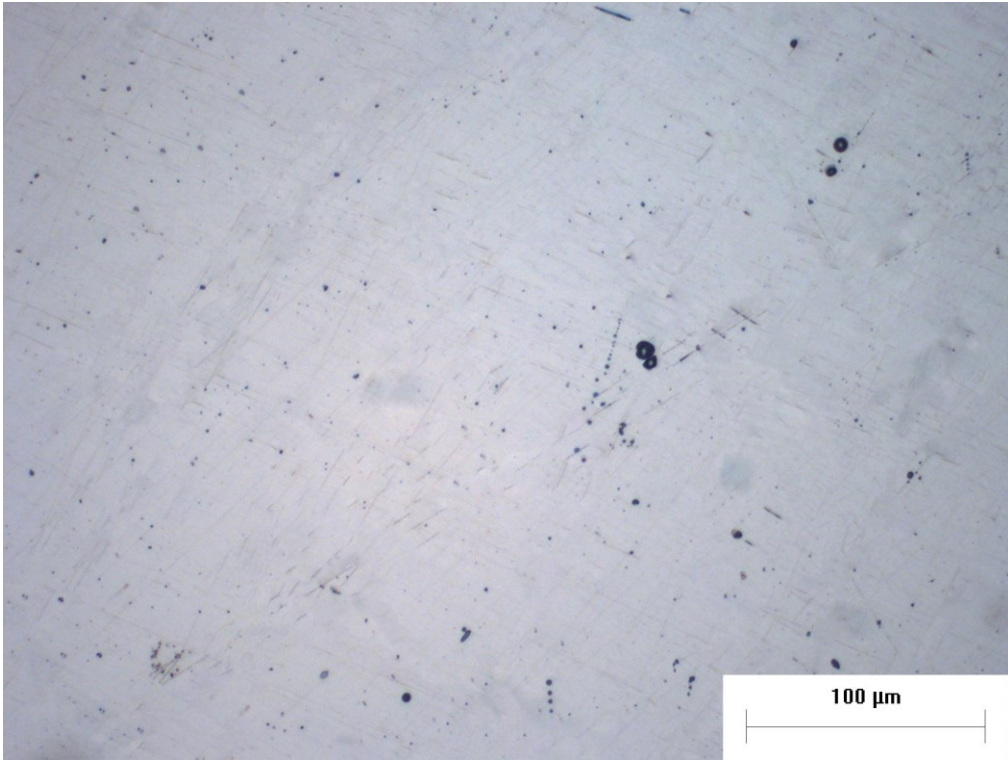


Figura 5.30 17-4PH TQ barra XY 20x1.25

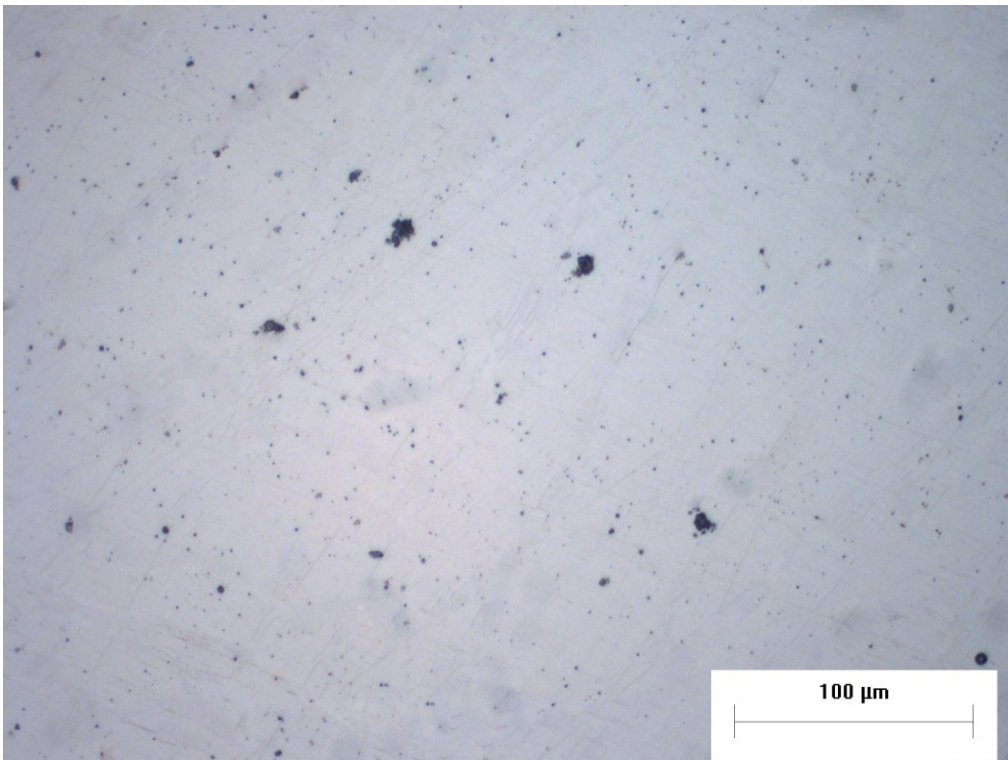


Figura 5.31 17-4PH TQ barra XY 20x1.25



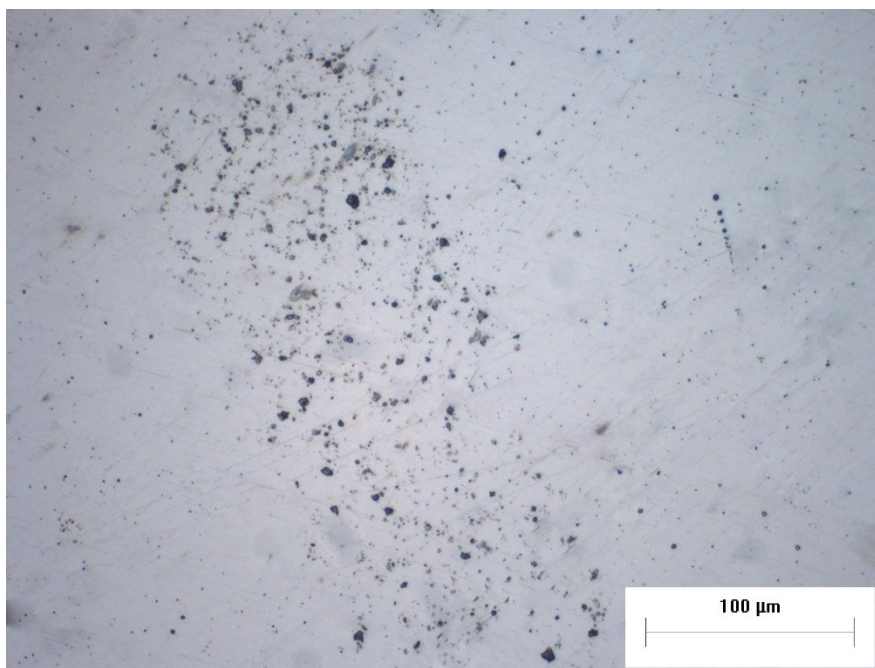


Figura 5.32 17-4PH TQ barra XY 20x1.25

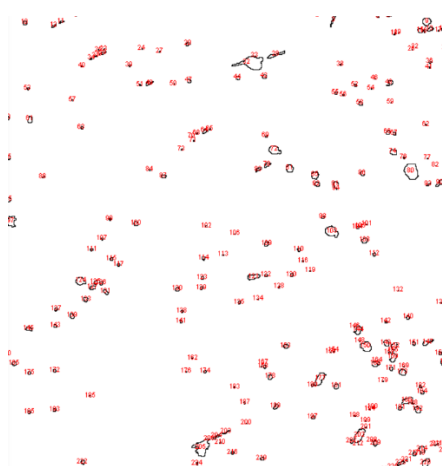


Figura 5.33 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 28 (1)

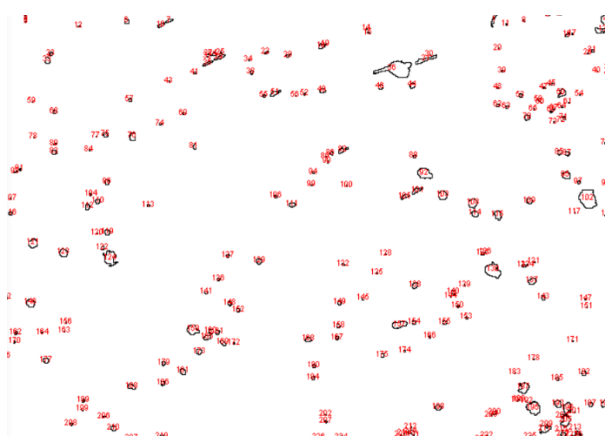


Figura 5.34 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 28 (2)

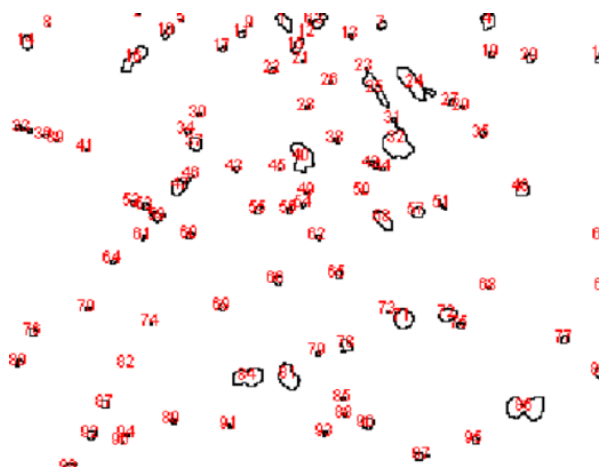


Figura 5.35 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 29 (1)

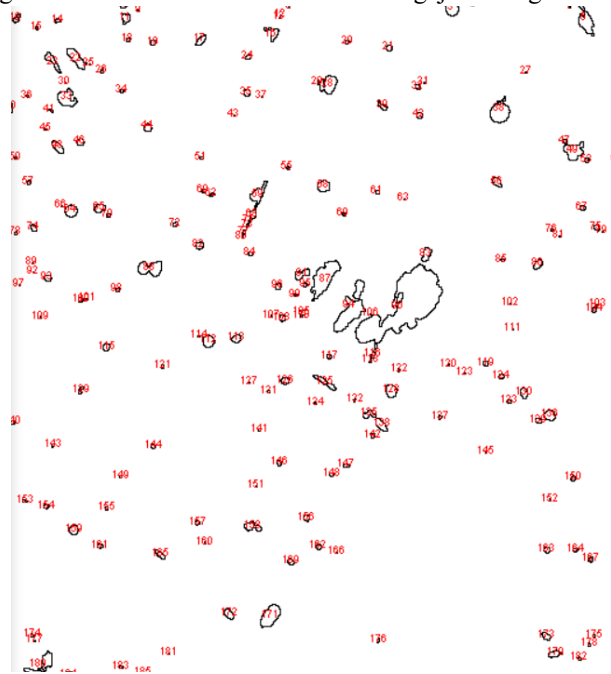


Figura 5.36 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 29 (2)

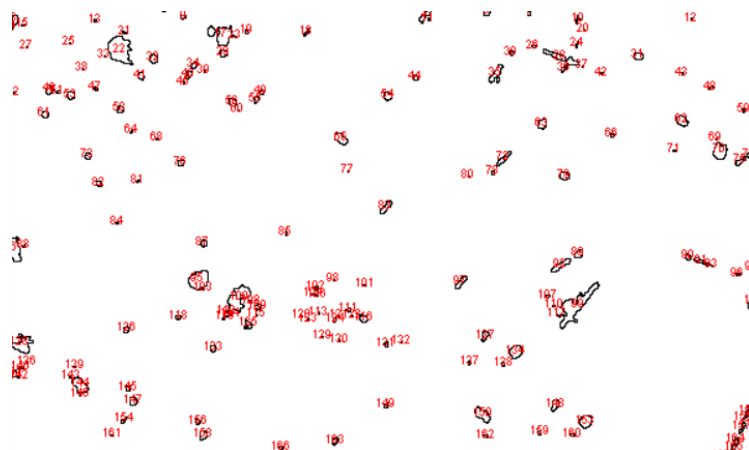


Figura 5.37 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 30 (1)

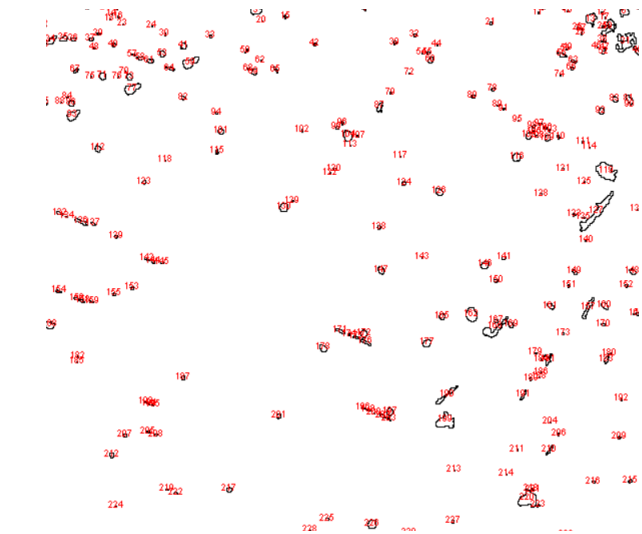


Figura 5.38 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 30 (2)

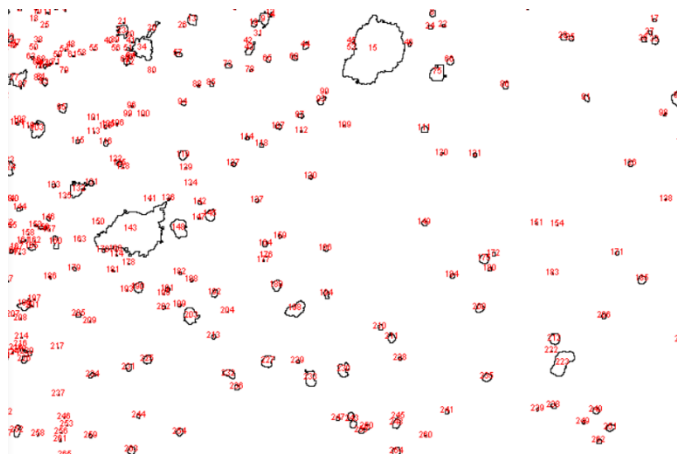


Figura 5.39 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 31 (1)

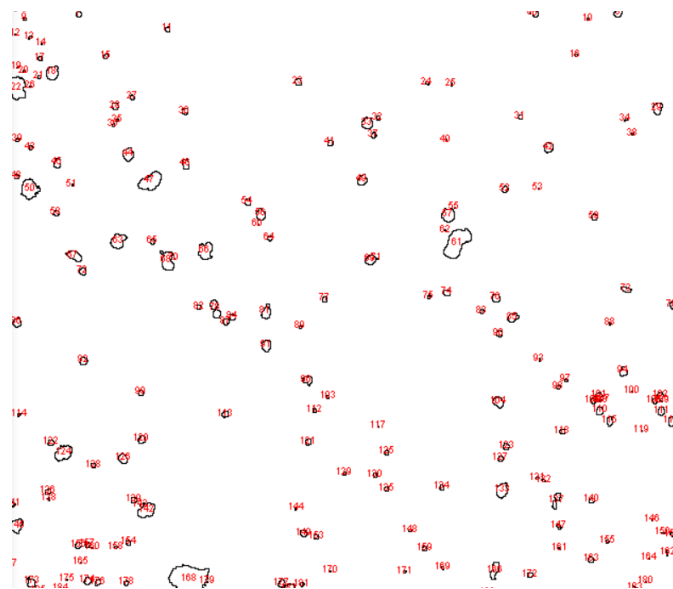


Figura 5.40 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 31 (2)

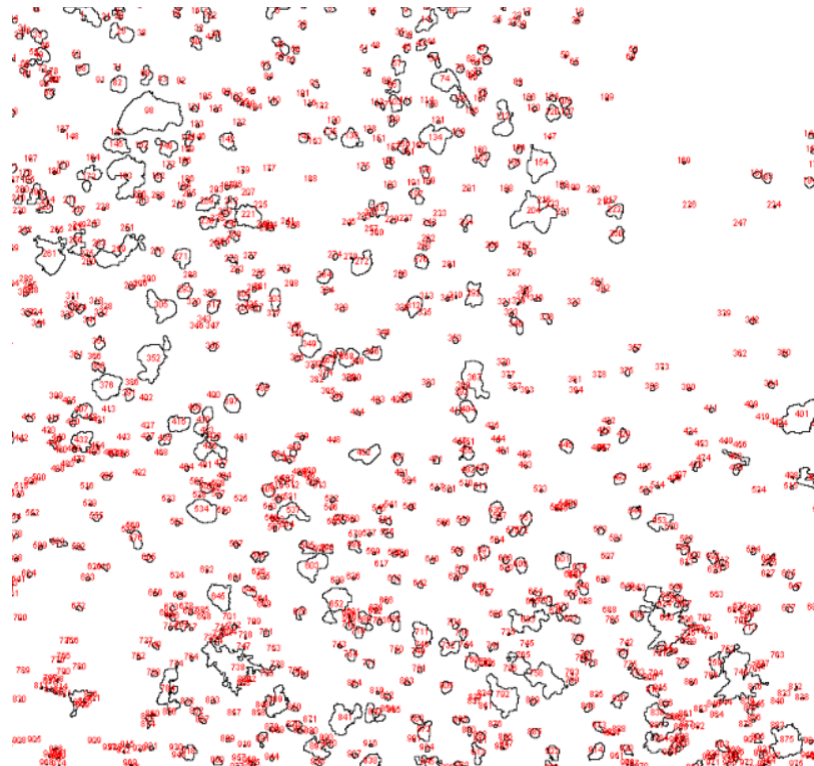


Figura 5.41 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 32 (1)

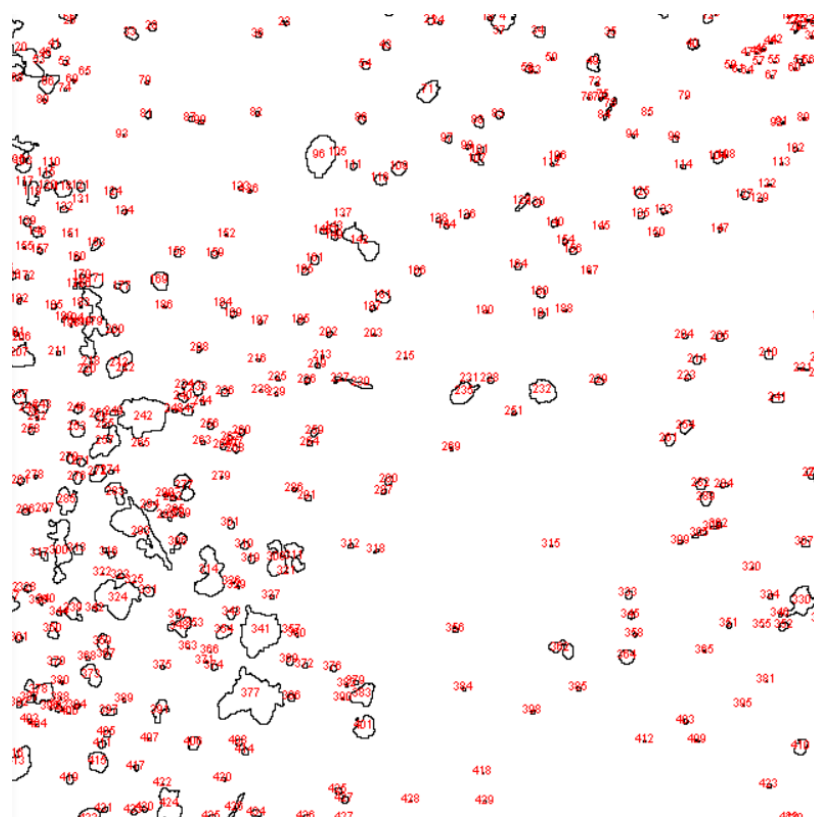


Figura 5.42 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 32 (2)

Micrografia di riferimento	Area della micrografia in analisi ( $\mu m^2$ )	Somma delle aree dei vuoti ( $\mu m^2$ )	Differenza tra parte piena e parte vuota del campione ( $\mu m^2$ )	Percentuale di vuoti
Figura 5.28 (1)	16902.107	234.958	16667.149	1.4%
Figura 5.28 (2)	14721.969	222.615	14499.355	1.5%
Figura 5.29(1)	3681.488	99.892	3581.596	2.7%
Figura 5.29 (2)	13039.917	328.961	12710.956	2.5%
Figura 5.30 (1)	8791.572	158.397	8633.175	1.8%
Figura 5.30 (2)	13485.123	185.506	13299.617	1.4%
Figura 5.31 (1)	15552.489	562.536	14989.953	3.6%
Figura 5.31 (2)	14966.917	284.906	14682.011	1.9%
Figura 5.32 (1)	30056.976	2614.607	27442.369	8.6%
Figura 5.32 (2)	18129.234	943.048	17186.186	5.2%

Tabella 5.5

Nella tabella 5.5 sono riportati i risultati delle caratterizzazioni dei vuoti del campione XY di 17-4PH proveniente dalla barra senza trattamenti termici.

Di seguito sono riportate le immagini inerenti al campione XZ di 17-4PH estratto dalla barra.

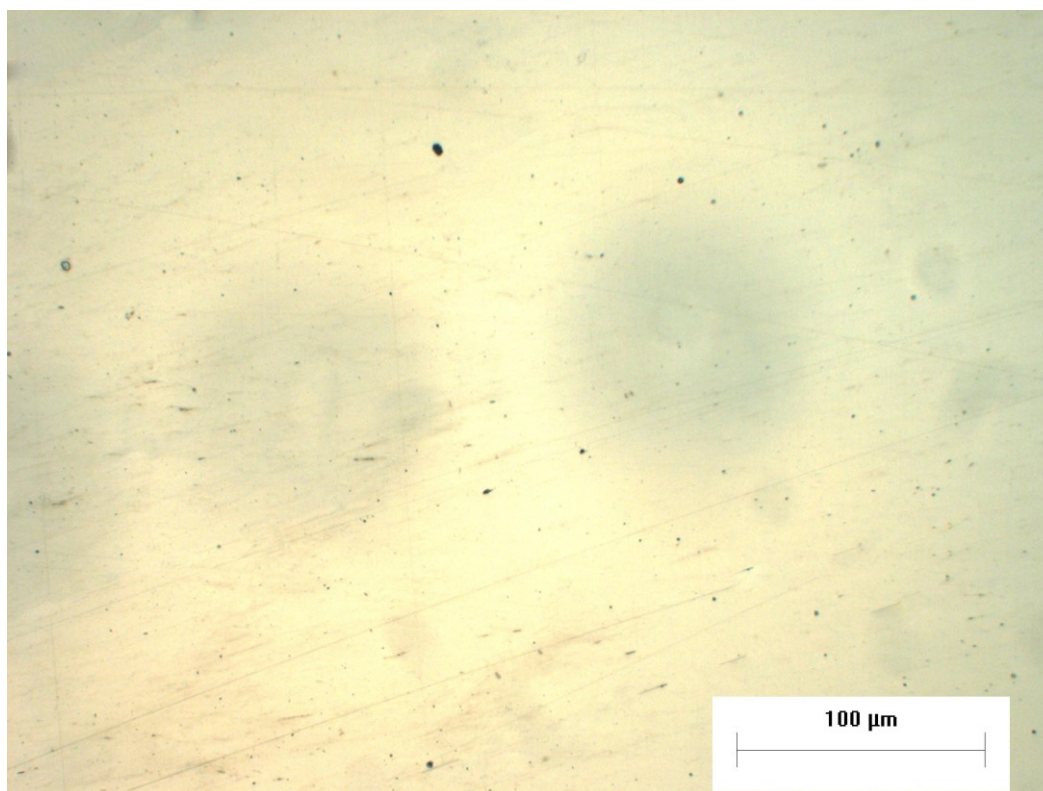


Figura 5.43 17-4PH TQ barra XZ 20x1.25



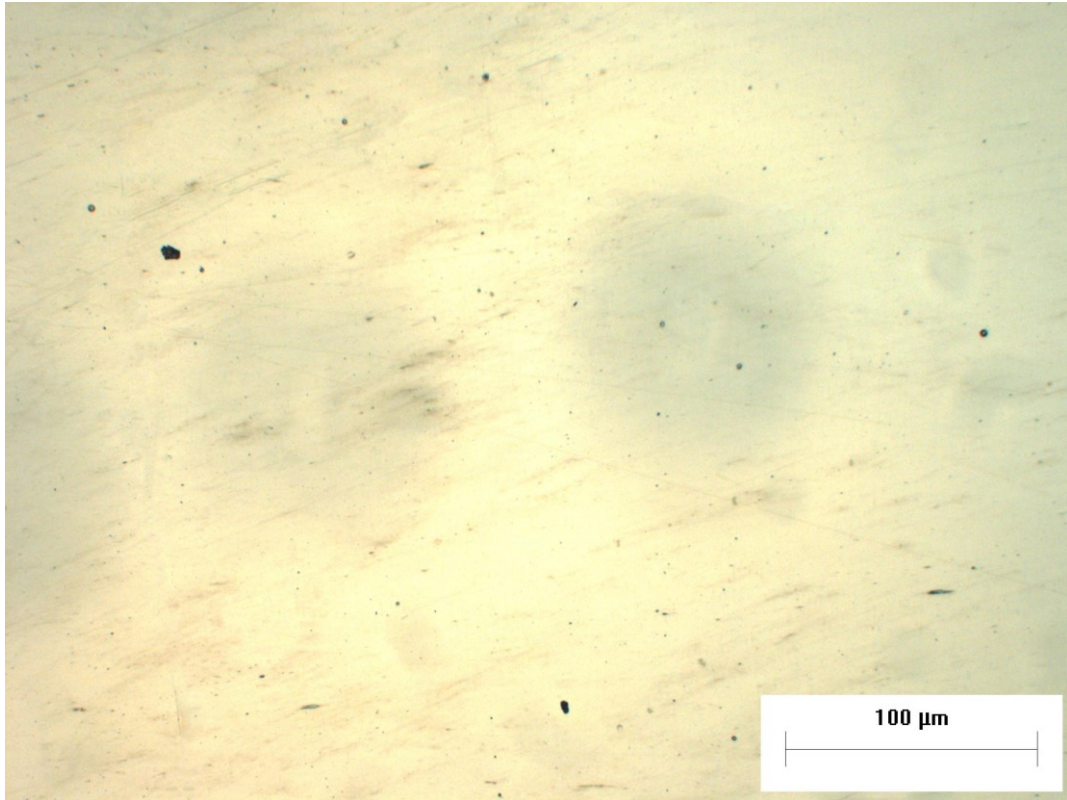


Figura 5.44 17-4PH TQ barra XZ 20x1.25

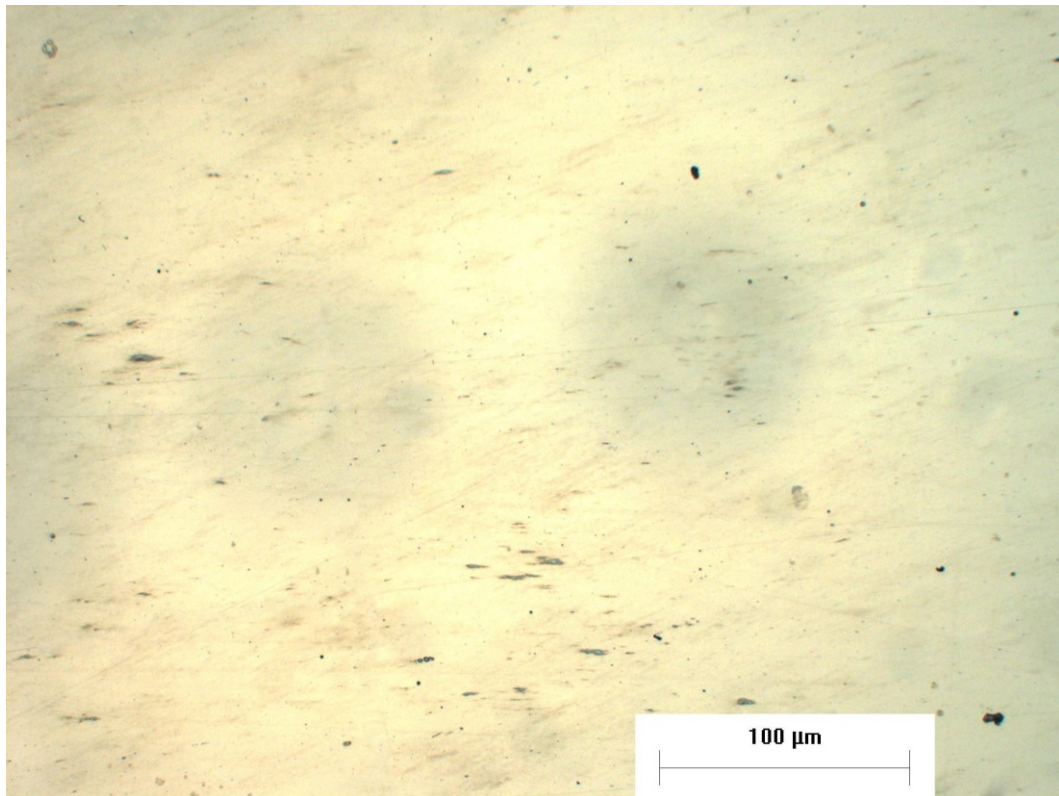


Figura 5.45 17-4PH TQ barra XZ 20x1.25

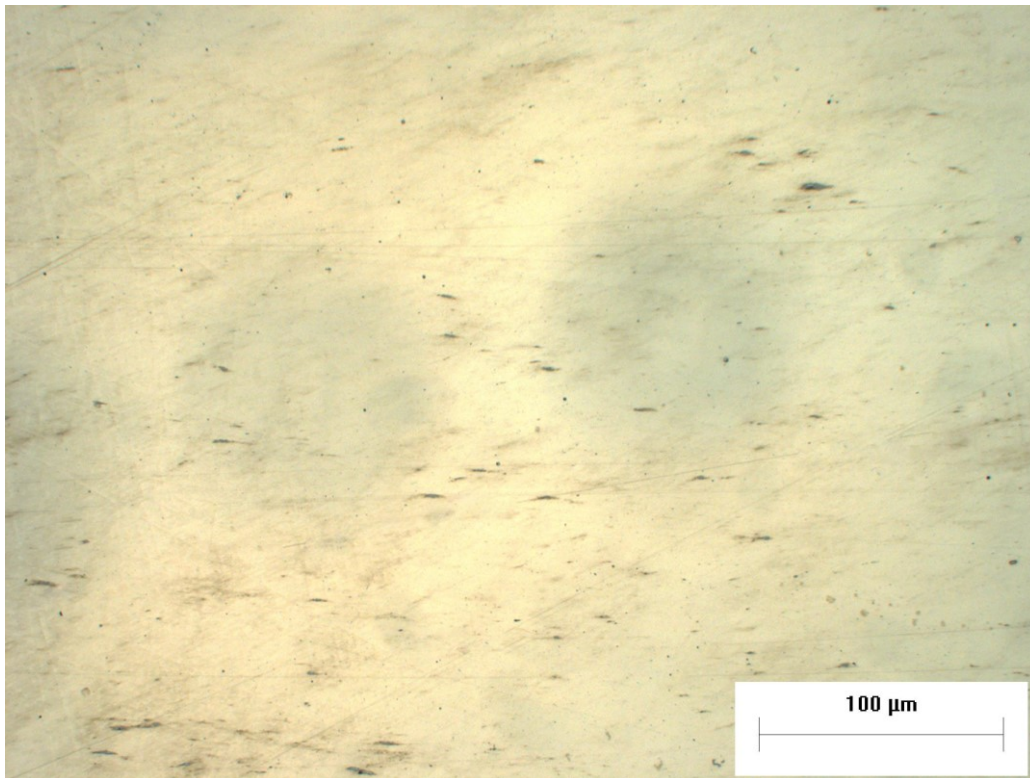


Figura 5.46 17-4PH TQ barra XZ 20x1.25

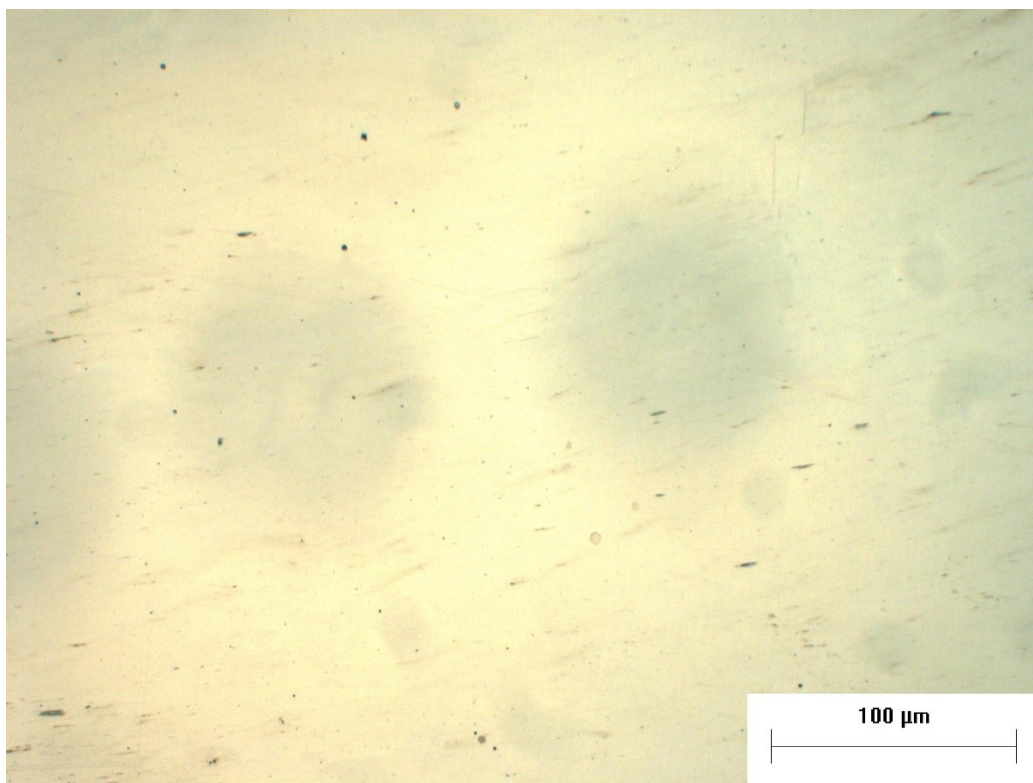


Figura 5.47 17-4PH TQ barra XZ 20x1.25

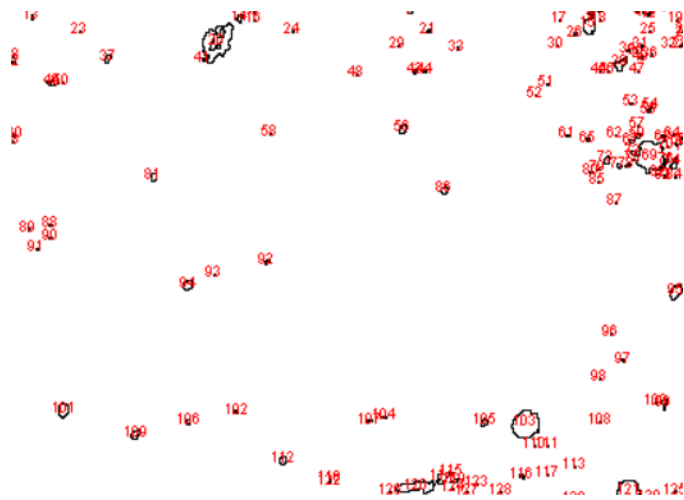


Figura 5.48 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 43 (1)

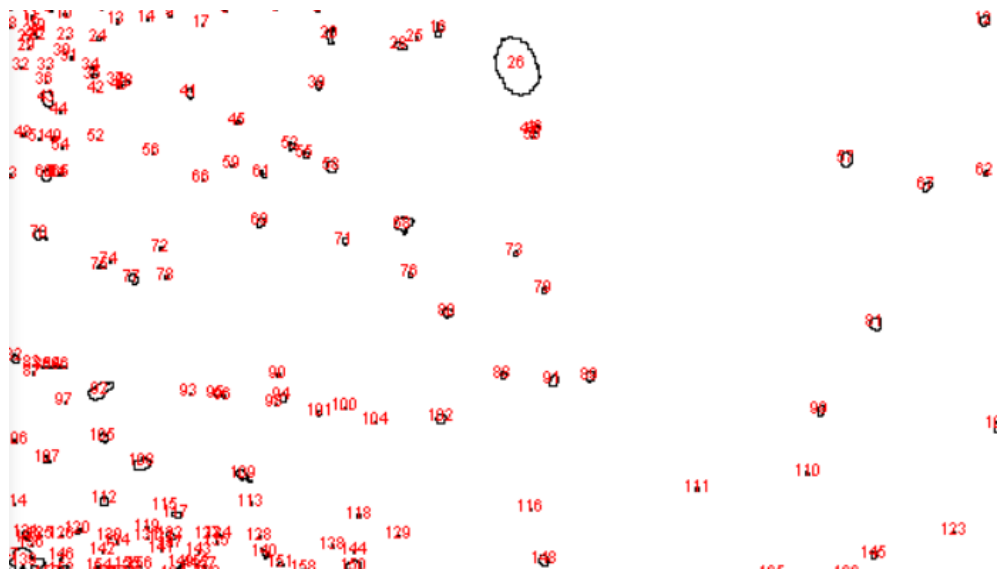


Figura 5.49 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 43 (2)



Figura 5.50 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 44 (1)



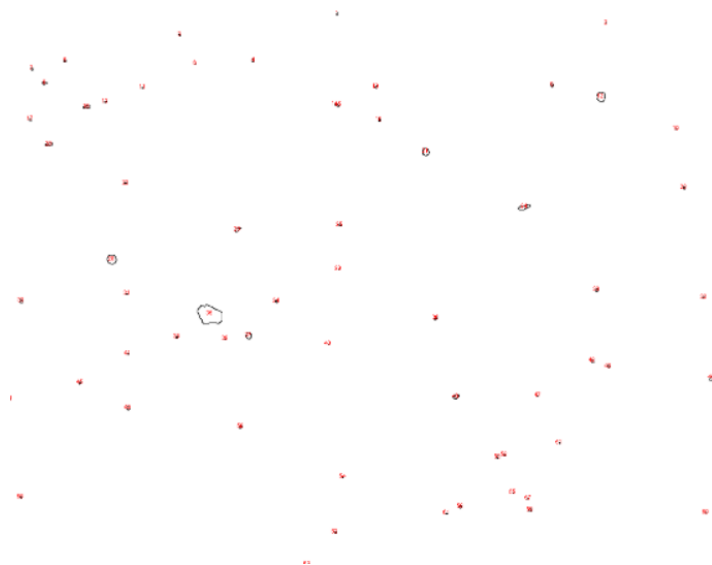


Figura 5.51 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 44 (2)

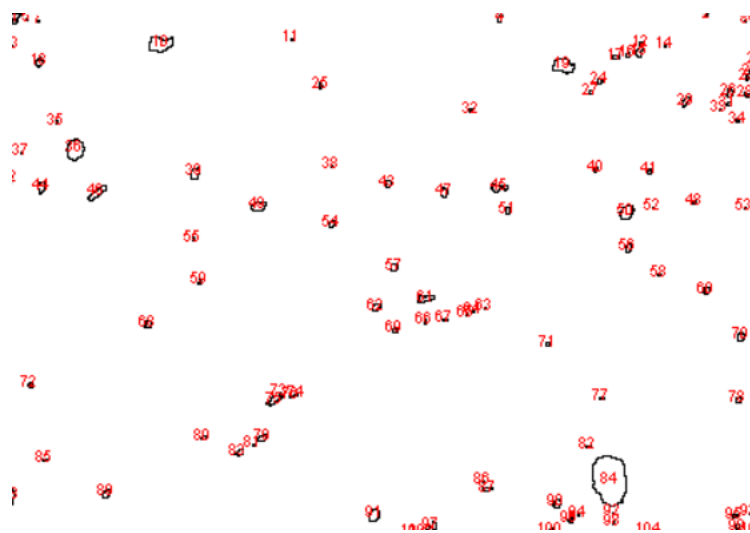


Figura 5.52 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 45 (1)

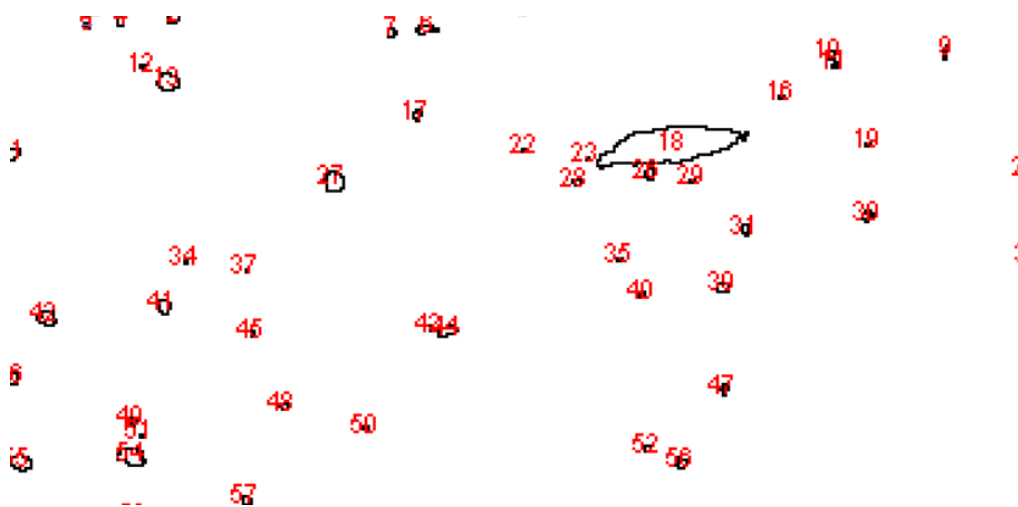


Figura 5.53 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 45 (2)

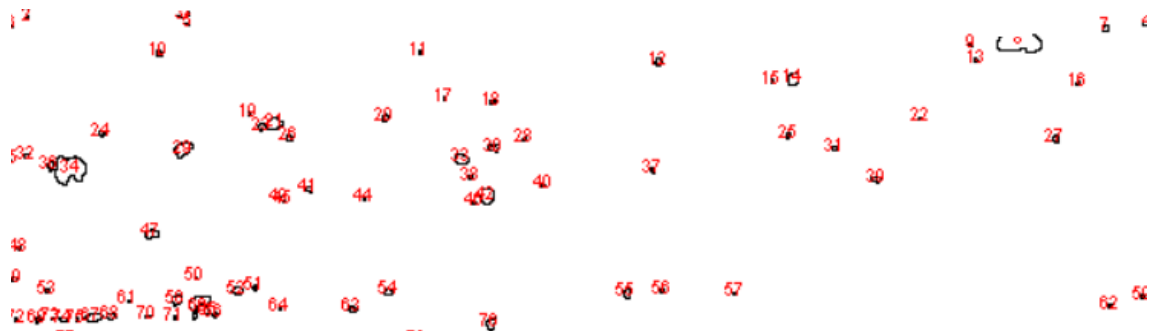


Figura 5.54 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 46 (1)

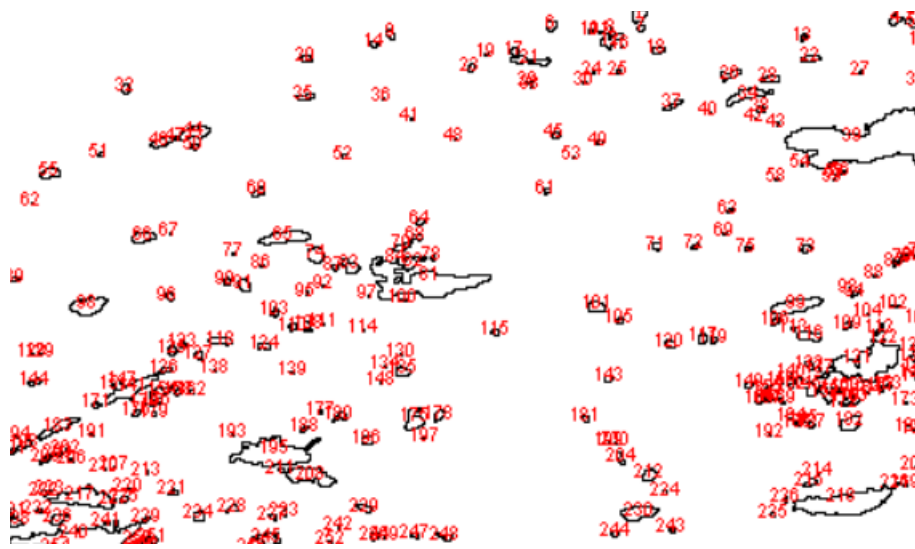


Figura 5.55 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 46 (2)

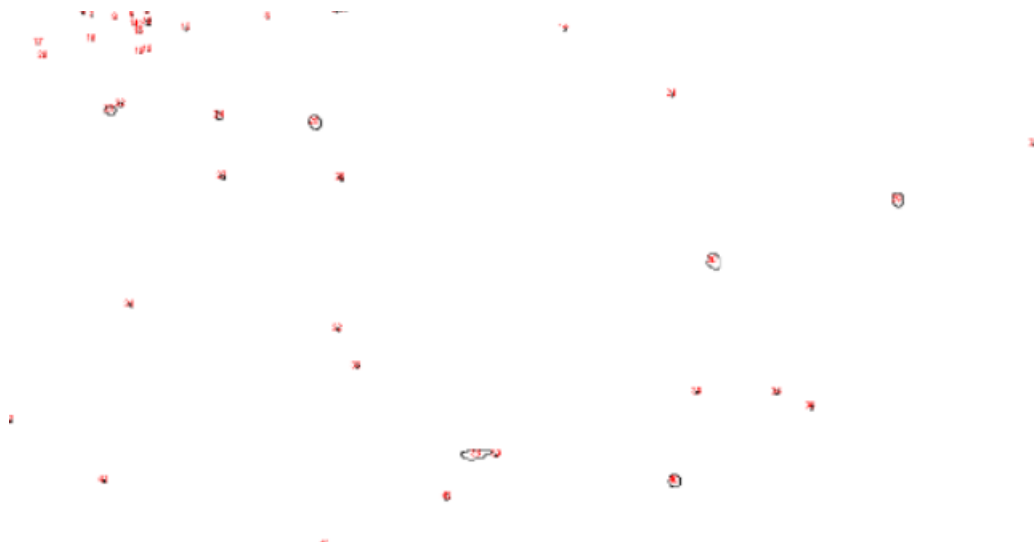


Figura 5.56 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 47 (1)

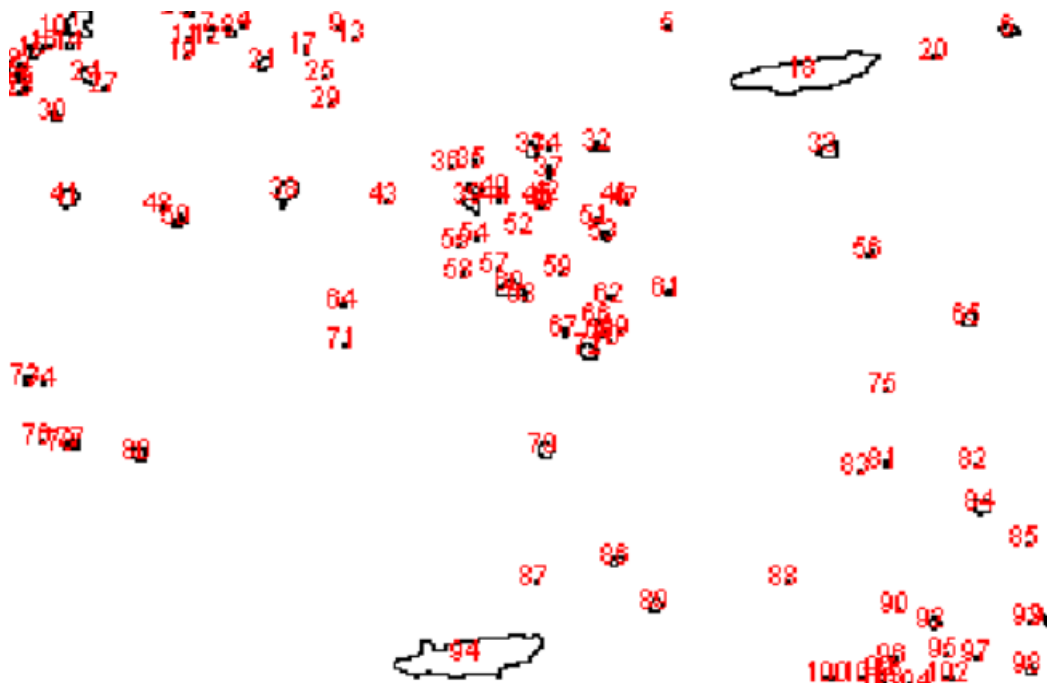


Figura 5.57 Analisi dei vuoti tramite imagej della figura 47 (2)

Micrografia di riferimento	Area della micrografia in analisi ( $\mu m^2$ )	Somma delle aree dei vuoti ( $\mu m^2$ )	Differenza tra parte piena e parte vuota del campione ( $\mu m^2$ )	Percentuale di vuoti
Figura 5.43 (1)	5584.519	69.419	5515.101	1.2%
Figura 5.43 (2)	7681.025	89.646	7591.379	1.1%
Figura 5.44 (1)	3907.312	28.306	3879.006	0.6%
Figura 5.44 (2)	44676.862	81.453	44595.409	0.2%
Figura 5.45 (1)	6072.401	69.533	6002.867	1.1%
Figura 5.45 (2)	5019.661	52.771	4966.891	1.1%
Figura 5.46 (1)	4412.736	43.671	4369.066	1.0%
Figura 5.46 (2)	5202.703	280.575	4922.128	5.3%
Figura 5.47 (1)	25278.714	46.261	25232.456	0.2%
Figura 5.47 (2)	3343.551	60.352	3283.198	1.8%

Tabella 5.6

Nella tabella 5.6 sono riportati i risultati della caratterizzazione dei vuoti del campione XZ proveniente dalla barra di 17-4PH.

Campione	Media percentuale di vuoti	Deviazione Standard percentuale di vuoti
17-4PH H1150 XY	1.280 %	0.002
17-4PH H1550 XZ	1.330 %	0.002
17-4PH TQ XY	3.16 %	0.01
17-4PH TQ XZ	2.40 %	0.01
17-4PH TQ barra XY	3.06 %	0.02
17-4PH TQ barra XZ	1.36 %	0.01

Tabella 5.7

Dai risultati della caratterizzazione della barra di acciaio inox 17-4PH è possibile osservare che nel campione XZ la presenza di vuoti è leggermente superiore in percentuale media dei pezzi prodotti tramite BMD, mentre nel campione XY vi è una presenza media di vuoti simile al campione XY prodotto tramite BMD (tabella 5.7).

Nel pezzo prodotto tramite BMD e sottoposto al trattamento termico H1150 i vuoti sono presenti in percentuali minori rispetto alle al pezzo che non ha subito trattamenti termici aggiuntivi, ma sono comunque simili alle percentuali del campione XZ della barra di 17-4PH. Quest'ultima, a differenza dei campioni stampati in 3D, presenta in ogni caso zone di vuoti non omogenee come è anche deducibile dai valori delle deviazioni standard delle percentuali dei due campioni provenienti dalla barra, i quali sono di un ordine di grandezza maggiore rispetto i valori di deviazione standard della percentuale dei vuoti appartenenti ai campioni prodotti tramite BMD.

### 5.3 Risultati Prove di Durezza e Microdurezza

Di seguito sono riportati i risultati delle prove di durezza e microdurezza svolte su campioni di acciaio inox 17-4PH.

Per la prova di microdurezza Vickers sono riportate la media e la deviazione standard di diagonale media ed il valore della durezza HV delle tre zone di ogni campione su cui è stata svolta la prova. Le tre zone dei campioni su cui è stata svolta la prova sono le due zone ai lati opposti della sezione di studio e la zona centrale della sezione (immagini 4.8, 4.9, 4.10, 4.11).

Le tre zone saranno denominate:

- Zona A: la zona laterale sinistra del campione secondo il posizionamento sul supporto della macchina;
- Zona B: la zona centrale del campione secondo il posizionamento sul supporto della macchina;
- Zona C: zona laterale destra del campione secondo il posizionamento sul supporto di macchina;

Invece, per la durezza Rockwell si riportano media e deviazione standard del valore della durezza indicato dalla macchina di prova.

Campione 1

17-4PH XY H1150

Microdurezza Vickers

	Media diagonale $\mu m$	Deviazione standard diagonale $\mu m$	Media durezza HV	Deviazione standard durezza HV
Zona A	179.0914	9.782476	279	28
Zona B	178.5768	2.500457	279	8
Zona C	181.3503	5.861716	271	16

Tabella 5.8

Durezza Rockwell

Media HRC	Deviazione standard HRC
27	4

Tabella 5.9

Campione 2

17-4PH XZ H1150

Microdurezza Vickers

	Media diagonale $\mu m$	Deviazione standard diagonale $\mu m$	Media durezza HV	Deviazione standard durezza HV
Zona A	179.3443	2.666558	277	8
Zona B	181.3284	5.685750	271	16
Zona C	180.7248	5.713718	273	16

Tabella 5.10

Durezza Rockwell

Media HRC	Deviazione standard HRC
23	1

Tabella 5.11

Campione 3

17-4PH XY TQ barra

Microdurezza Vickers

	Media diagonale $\mu m$	Deviazione standard diagonale $\mu m$	Media durezza HV	Deviazione standard durezza HV
Zona A	175.93452	2.063813	287	6
Zona B	174.54575	1.850672	292	6
Zona C	175.37375	1.922200	289	6

Tabella 5.12

Durezza Rockwell

Media HRC	Deviazione standard HRC
31	1

Tabella 5.13

Campione 4

17-4PH XZ TQ barra

Microurezza Vickers

	Media diagonale $\mu m$	Deviazione standard diagonale $\mu m$	Media durezza HV	Deviazione standard durezza HV
Zona A	177.2357	1.468911	283	5
Zona B	171.1875	1.642009	303	56
Zona C	175.5968	1.534967	289	5

Tabella 5.14

Durezza Rockwell

Media HRC	Deviazione standard HRC
32	1

Tabella 5.15

Dai risultati si può dedurre che i campioni realizzati tramite BMD hanno una durezza inferiore dei campioni estratti dalla barra di acciaio inox.

I campioni realizzati tramite AM hanno durezza simile nelle tre direzioni di svolgimento della prova di durezza Vickers, mentre i campioni provenienti dalla barra hanno una durezza maggiore nella zona centrale della sezione rispetto alle zone superficiali.

## **Conclusioni**

In questo elaborato sono state introdotte nei primi capitoli le varie tecnologie di additive manufacturing usate per i materiali metallici, soffermandosi sulla tecnologia usata per la produzione dei pezzi in 17-4PH, oggetto della presente tesi, chiamata Buond Metal Deposition. Sono stati inoltre classificati i vari tipi di acciaio inossidabile di cui fa parte la tipologia di acciaio oggetto di studio. Successivamente sono state introdotte le tecniche di caratterizzazione usate per lo studio dei campioni, che comprendono l'utilizzo del microscopio ottico e le basi per il suo utilizzo, la preparazione dei campioni e le varie prove di durezza. È stata poi data una descrizione dei procedimenti, comprendenti le varie tecniche di caratterizzazione, eseguiti in laboratorio per lo studio dei vari campioni. Al termine dello studio sono stati forniti i dati relativi all'analisi dei vuoti e alle prove di durezza svolte.

Dalla caratterizzazione dei vuoti è possibile osservare che i campioni prodotti tramite BMD presentano una concentrazione media di vuoti rispetto inferiore ai campioni estratti dalla barra metallica, la quale presenta valori di concentrazione differenti nei due campioni oggetto di studio, perciò la concentrazione nel piano di estrazione trasversale è di circa la metà che nel piano parallelo alla sezione circolare; invece, se il pezzo prodotto tramite BMD non è stato sottoposto ad un trattamento termico aggiuntivo ha una concentrazione media di vuoti superiore.

La distribuzione dei vuoti nei pezzi fabbricati tramite la tecnologia di AM di riferimento è omogenea rispetto a quelli osservati all'interno della barra, la quale nonostante presenti una concentrazione in alcuni casi minore, mostra di avere delle zone in cui i vuoti sono di dimensioni maggiori e più concentrati rispetto ai pezzi prodotti tramite BMD.

Per quanto riguarda i risultati delle prove di durezza si evince che la durezza nei pezzi prodotti tramite BMD è inferiore rispetto alla durezza della barra di 17-4PH, la quale presenta anche una durezza interna maggiore rispetto le zone marginali.



I campioni di 17-4PH prodotti tramite Bound Metal Deposition e sottoposti al trattamento termico H1150 presentano caratteristiche meccaniche superiori rispetto ai pezzi prodotti tramite BMD non sottoposti a trattamenti termici, ma leggermente inferiori rispetto alle caratteristiche della barra di acciaio inox 17-4PH senza alcun trattamento termico.

## Bibliografia

[1.1] <https://www.hubs.com/knowledge-base/introduction-binder-jetting-3d-printing/>

[1.2] <https://www.lboro.ac.uk/research/amrg/about/the7categoriesofadditivemanufacturing/directedenergydeposition/>

[1.3] <https://www.desktopmetal.com/materials>

[1.4] <https://www.desktopmetal.com/resources/deep-dive-bmd>

[2.1], [2.2]

[https://www.nickelinstitute.org/media/1609/10087\\_stainlesssteelforpotablewatertreatmentplants.pdf](https://www.nickelinstitute.org/media/1609/10087_stainlesssteelforpotablewatertreatmentplants.pdf)

[2.3]

[https://www.spacematdb.com/spacemat/manudatasheets/15-5\\_PH\\_Data\\_Sheet.pdf](https://www.spacematdb.com/spacemat/manudatasheets/15-5_PH_Data_Sheet.pdf)

[2.4]

<https://www.desktopmetal.com/uploads/BMD1-SPC-MDS-174PH-210512.pdf>

[2.5]

<https://web.archive.org/web/20151223134030/http://www.outokumpu.com/SiteCollectionDocuments/Outokumpu-martensitic-grade-630-data-sheet.pdf>

[2.6]

<https://advancedpowderproducts.com/storage/app/media/WhitePapers/MechanicaIPropertiesComparisonBTW-MIM-3DPrinted-Printalloy-17-4PH-components.pdf>

Figure

1.1, 1.2

<https://www.3dnatives.com/en/powder-binding100420174/>

1.3

<https://www.sciencedirect.com/topics/engineering/powder-bed-fusion>

1.4

Materiale didattico del corso di Metodologie Metallografiche

1.5, 1.6

<https://www.sciencedirect.com/topics/materials-science/directed-energy-deposition>

1.7, 1.8, 1.9, 1.10

<https://www.objective3d.com.au/bound-metal-deposition/>

2.1

<https://research.vit.ac.in/publication/sliding-friction-and-wear-characteristics>

2.2

<https://www.struers.com/en/Knowledge/Materials/Stainless-Steel#structure>

2.3

<https://www.meccanicanews.com/2013/09/12/acciai-bifasici-ad-alta-resistenza/>

2.4, 2.5

<https://www.desktopmetal.com/materials>

3.2, 3.3, 3.4, 3.5, 3.6, 3.7, 3.10, 3.11

Materiale didattico del corso di Metodologie Metallografiche

3.9

<https://www.struers.com/en/Knowledge/Etching#etchinghowto>

4.1

<http://m.it.cntestingequipment.com/metallographic-cutting-machine/metallographic-cut-off-saw.html>

4.2, 4.4, 4.5, 4.12

Materiale didattico del corso di Metodologie Metallografiche

4.6

[https://www.microscopeworld.com/t-inverted\\_microscopes.aspx](https://www.microscopeworld.com/t-inverted_microscopes.aspx)

4.13

<http://www.sogesesas.it/ptmmetallici/Part-114.html>