

UNIVERSITÀ POLITECNICA DELLE MARCHE

FACOLTÀ DI INGEGNERIA

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Meccanica

Analisi degli effetti della tecnologia di produzione e del trattamento termico sulla risposta a creep dell'acciaio AISI 316L: il caso del materiale da LPBF con e senza trattamento di annealing, confrontato con il materiale tradizionale.

Analysis of the effects of production technology and heat treatment on the creep response of AISI 316L steel: the case of LPBF material with and without annealing, compared to conventional material.

Relatore:
Prof. Stefano Spigarelli

Tesi di Laurea:
Simone Belegni

Correlatore:
Alberto Santoni

A.A. 2025/2026

A Cristiana.

All'amica, alla collega, alla rivale, alla fidanzata.

Al nickel e al rame.

SOMMARIO

Indice delle tabelle IV

Indice delle figure V

Acronimi VIII

Abstract 8

1 Introduzione 10

1.1 Il Creep 12

1.1.1 La prova di creep 13

1.1.2 La curva di creep 14

1.1.3 Velocità minima di creep 15

1.1.4 Rottura per creep 18

1.1.5 Metodi per aumentare la resistenza a creep di un materiale metallico 20

1.2 L'Additive Manufacturing 22

1.2.1 Fasi del processo di stampa 22

1.2.2 Classificazione dei processi di Additive Manufacturing 23

1.2.3 Ambiti applicativi e vantaggi competitivi 25

1.2.4 Le polveri metalliche: produzione e caratterizzazione 26

1.2.5 Il processo Laser Powder Bed Fusion (LPBF) 29

1.2.6 Qualità e difetti nel processo LPBF 31

1.3 L'acciaio inossidabile AISI 316L 36

1.3.1 Classificazione degli acciai inossidabili 36

1.3.2 Acciai inossidabili austenitici 37

1.3.3 L'acciaio 316L 38

1.3.4 Disponibilità sul mercato e applicazioni del 316L in Additive Manufacturing 39

1.4 Trattamenti termici dell'acciaio AISI 316L WR e AM 40

1.4.1 Trattamenti termici del 316L WR 40

1.4.2 Trattamenti del 316L LPBF 41

2 Materiali e metodi 43

2.1 Stampa del campione 44

2.2 Prova di creep 45

2.2.1 Elaborazione delle curve di creep 47

2.3 Prove metallografiche 49

2.3.1 Preparazione 49

2.3.2 Microscopia ottica 51

2.4 Analisi di durezza 53
3 Risultati sperimentali 56
3.1 Curve di creep 57
3.1.1 Campioni solubilizzati 57
3.1.2 Confronto con As Built e Wrought 62
3.2 Analisi metallografica 66
3.2.1 Microscopia Ottica 66
3.2.2 Microscopia a Scansione Elettronica 70
3.3 Analisi di durezza 75
4 Conclusioni 77
Bibliografia 80

Indice delle tabelle

Tabella 1.1:limite inferiore di temperatura sotto il quale il creep diventa un fenomeno irrilevante[8]. 12

Tabella 1.2: Composizione chimica dell'acciaio AISI 316L[28]. 38

Tabella 2.1: Condizioni di prova per ogni campione analizzato 46

Tabella 3.1: Campioni sottoposti a creep a 600°C. 57

Tabella 3.2: Campioni sottoposti a creep a 650°C. 57

Tabella 3.3: Riassunto delle temperature e del range di tensioni di prova dei materiali. 62

Tabella 3.4: riassunto dei valori di n riscontrati. 65

Indice delle figure

Figura 1.1: **(**a) Immagine della macchina di prova del DIISM, (b) La figura illustra schematicamente una macchina di prova a carico costante[7]. 13
Figura 1.2: Esempio del tipico andamento di una curva di creep[7]. 14
Figura 1.3: Dipendenza velocità di creep dalla tensione di prova, nel secondario[7]. 16
Figura 1.4: Calcolo dell'energia di attivazione[7] 17
Figura 1.5: Meccanismo di danneggiamento per effetto dello slittamento dei bordi di grano[7]. 19
Figura 1.6: Meccanismi di rottura per creep[7]. 20
Figura 1.7: Esempi di cricche generati dalle cavità intergranulari[7]. 20
Figura 1.8: l'andamento della velocità di deformazione nel secondario in funzione della tensione di prova. 21
Figura 1.9: Spaccati di componenti stampati in 3D. Da notare la struttura reticolare interna[2]. 22
Figura 1.10: Categorie di AM in relazione allo stato della materia prima in ingresso e al metodo di deposizione[13]. 24
Figura 1.11: Categorie di AM in base alla materia prima in ingresso[13]. 25
Figura 1.12: principali tecnologie di AM per materiali metallici[14]. 25
Figura 1.13: Applicazioni della tecnologia AM [16]. 26
Figura 1.14: Immagine al microscopio elettronico di polveri in lega di titanio (a) e di Nichel (b) [2]. 27
Figura 1.15: Polveri risultanti i diversi tipi di atomizzazione; (a) atomizzazione in acqua, (b) con gas, (c) al plasma e (d) PREP[2]. 28
Figura 1.16: Esempio di processo LPBF[2]. 30
Figura 1.17: Parametri principali dell'LPBF[2]. 30
Figura 1.18: Influenza dei parametri di processo sui difetti nel componente 32
Figura 1.19: Difetti caratteristici del processo LPBF 33
Figura 1.20: Instabilità di Rayleight in funzione della potenza del laser. 33
Figura 1.21: esempi di "Balling" 34
Figura 1.22: Fenomeno del "Warping" 34
Figura 1.23: Flusso di Marangoni 34
Figura 1.24: Diagramma strutturale di Schaeffler; in evidenza i campi d'esistenza delle quattro principali famiglie degli acciai inossidabili[26] 37
Figura 1.25: Proprietà meccaniche e trattamenti termici dell'AISI 316L[26]. 38
Figura 1.26: Campioni di 316L WR prima e dopo processo di annealing a 1100°C per 20 minuti[29]. 41

Figura 1.27: Microstruttura del 316L LPBF allo stato AB, solubilizzato a 870°C per 4 ore (HT1) e a 1200°C per 4 ore (HT2). In quest'immagine è anche possibile apprezzare la presenza di difetti causati dal processo di stampa 42
Figura 2.1: Rappresentazione del campione utilizzato durante le prove di creep. 45
Figura 2.2: Campione inserito in macchina (a) e forno a muffola chiuso e pronto per iniziare la prova di creep (b) 46
Figura 2.3: Provino giunto a rottura dopo la prova di creep. 47
Figura 2.4: Macchina per inglobatura 49
Figura 2.5: Lucidatrici utilizzate per la lavorazione dei campioni; a sinistra i primi due piatti per la prima sgrossatura superficiale, a destra i due piatti di finitura. 50
Figura 2.6: : Lucidatrice a panno micrometrico 51
Figura 2.7: Microscopio invertito Leica DMi8 utilizzato. 52
Figura 2.8: Durometro Qness 60 A+ EVO utilizzato. 53
Figura 2.9: Setup della prova di durezza. 54
Figura 2.10: Esempio di impronta lascia dal penetratore Vickers. 55
Figura 3.1: Curve velocità di deformazione - tempo dei campioni testati a 600°C. 58
Figura 3.2: Curve velocità di deformazione - deformazione dei campioni testati a 600°C. 58
Figura 3.3: Curve velocità di deformazione - tempo dei campioni testati a 650°C. 59
Figura 3.4: Curve velocità di deformazione - deformazione dei campioni testati a 650°C. 60
Figura 3.5: Deformazioni minime a 600°C e 650°C in funzione della tensione applicata. 61
Figura 3.6: Deformazioni minime a 600°C e 650°C in funzione dell'inverso della temperatura. 62
Figura 3.7: Confronto tra le velocità minime di creep dei vari materiali. 63
Figura 3.8: Rette isoterme sul grafico velocità di deformazione - tensione applicata per campioni AB e HT. 64
Figura 3.9: Rette isoterme sul grafico velocità di deformazione - tensione applicata per campioni HT e WR.S 64
Figura 3.10: Microstruttura di un 316L wrought solubilizzato a 1100°C per 20 minuti, 20x[29]. 66
Figura 3.11: Microstruttura di un 316L LPBF solubilizzato prima della prova di creep, 20x. 67
Figura 3.12: Esempio di struttura LPBF AB con evidenziate strutture cellulari e bordi del melt pool[36]. 67
Figura 3.13: Testa del campione A, 20x. 68
Figura 3.14: Superficie di rottura del campione A, 5x. 69
Figura 3.15: Superficie di rottura del campione E, 5x. 69
Figura 3.16: Superficie di rottura del campione G, 5x. 70
Figura 3.17: Struttura austenitica con presenza di geminati vista al SEM, 1100x. 71

Figura 3.18: Strutture al bordo di grano, 1250x. 71
Figura 3.19: superficie del campione in cui è stata eseguita l'EDS 72
Figura 3.20: Spettro di dispersione dell'EDS 72
Figura 3.21: Carburi di cromo precipitati internamente al grano 73
Figura 3.22: Superficie sottoposta a EDS in cui è visibile la presenza dei carburi di cromo 73
Figura 3.23: Frattura intergranulare su campione A, 630x. 74
Figura 3.24: Profili di durezza dei campioni analizzati 76
Figura 3.25: confronto tra i campioni con (a) che evidenzia la durezza massima, (b) la media, (c) la variazione e (d) la deviazione standard 76

Acronimi

AM	Additive Manufacturing
LPBF	Laser Powder Bed Fusion
SEM	Scanning Electron Microscopy
HT	Heat Treated
AB	As Built
WR	Wrought
CFC	Cubica a Facce Centrate
ASTM	American Society for Testing and Materials
CAD	Computer Aided Design
STL	Standard Triangulation Language
PBP	Powder Bed Processes
SLM	Selective Laser Melting
SPP	Spray Powder Processes
VED	Volumetric Energy Density
LOF	Lack Of Fusion
LVDT	Linear Variable Differential Transformer

Abstract

The increasing use of Laser Powder Bed Fusion (LPBF) for the production of AISI 316L stainless steel components in power generation, aerospace, and petrochemical applications requires an extensive understanding of the material's long-term structural integrity under sustained mechanical loads at elevated temperature, with creep representing one of the most significant degradation mechanisms in such service conditions.

In this work, the creep behaviour of solution-annealed (HT) LPBF-manufactured AISI 316L stainless steel was investigated through uniaxial constant-load creep tests carried out at 600 °C and 650 °C, over an applied stress range of 183–330 MPa and 130–306 MPa, respectively. The creep response was correlated with the microstructural evolution of the material by means of optical microscopy, scanning electron microscopy (SEM) coupled with energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS), and Vickers microhardness measurements performed along the gauge length of each specimen. The HT samples were further benchmarked against literature data on as-built (AB) LPBF and wrought-annealed (WR) 316L, in order to assess the influence of both the manufacturing route and the post-build heat treatment on the high-temperature deformation behaviour.

The minimum creep rate showed a strong dependence on both applied stress and testing temperature, increasing by several orders of magnitude as either variable was raised, and yielded apparent stress exponents of $n \approx 12.4$ and $n \approx 9.9$ at 600 °C and 650 °C, respectively. The comparison with literature data revealed that the AB condition possesses a markedly superior creep resistance compared to the HT condition ($n \approx 17.3$ and $n \approx 13.5$), owing to the retained high dislocation density and fine cellular substructure inherited from rapid solidification, whereas the HT material displayed a creep response comparable to that of the conventional wrought-annealed alloy ($n \approx 11.0$ and $n \approx 8.4$). Microstructural analysis confirmed that the solution treatment produces a fully recrystallised, equiaxed austenitic matrix rich in annealing twins, with intergranular fracture surfaces and microcracks associated with grain boundary sliding; EDS analysis of the grain boundaries additionally revealed local enrichment in Cr and Mo, suggestive of secondary ferritic and/or martensitic phases.

Vickers microhardness profiles showed a systematic hardness increase from the shoulder toward the fracture region, consistent with strain localisation and work hardening during tertiary creep, although

the magnitude of this increase (ranging between approximately 44 and 107 HV) could not be unambiguously correlated with the applied stress alone.

Overall, the results indicate that, while solution annealing effectively homogenises the microstructure and relieves residual stresses, it also removes part of the strengthening contribution characteristic of the as-built condition, and its selection for LPBF 316L components intended for prolonged high-temperature service should therefore be carefully weighed against the resulting loss in creep resistance.

1 Introduzione

In questo lavoro di tesi è stata svolta un'analisi del comportamento a scorrimento viscoso, o creep, su campioni prodotti in acciaio inossidabile AISI 316L mediante Laser Powder Bed Fusion (LPBF). Tale tecnologia è una delle più diffuse tecniche di Additive Manufacturing (AM) e permette la realizzazione di manufatti *near-net-shape* a partire da polveri metalliche micrometriche, fondendole selettivamente strato dopo strato attraverso l'uso di un laser ad alta potenza. Il processo di additive manufacturing si differenzia dai processi "tradizionali" in quanto consiste in una deposizione additiva di diversi strati di materiale, a differenza dei processi classici basati su operazioni di natura sottrattiva. Di notevole importanza è l'interazione fra il laser ad alta energia e le particelle metalliche, la quale può produrre fenomeni di diversa natura all'interno della polvere in uso e che possono tradursi in difetti e anomalie, portando ad una riduzione delle proprietà meccaniche del componente finale[1–3].

L'AISI 316L è un acciaio inossidabile a struttura cubica a facce centrate (CFC) ampiamente utilizzato in ambito industriale, ad esempio nei dispositivi medici e negli impianti di produzione di energia. Ciò è dovuto alla sua eccellente resistenza alla corrosione a basse temperature, nonché all'elevata resistenza all'ossidazione e alla superiore resistenza al creep alle alte temperature.
È ampiamente riconosciuto che il 316L prodotto mediante manifattura additiva allo stato *as-built* (AB) presenta un limite di snervamento significativamente superiore rispetto a quello del 316L termicamente trattato (HT). Si ritiene che tale incremento del limite di snervamento sia dovuto, almeno in parte, all'elevata densità di dislocazioni presente nel materiale stampato. Tuttavia, le ragioni alla base di queste peculiari proprietà sono probabilmente molteplici, come ad esempio la dimensione dei grani[4].

La prova di creep, fenomeno noto con il termine *Scorrimento Viscoso a caldo*, consiste nel sottoporre i campioni ad un carico costante a temperatura elevata; quest'ultima può essere il 30-50% della temperatura assoluta di fusione del materiale in analisi. Le prove condotte in questo caso studio sono state effettuate a due temperature, rispettivamente a 600°C e 650°C con differenti condizioni di carico.

La necessità di utilizzare i materiali metallici a temperature elevante, con la possibilità di essere poi soggetti a carichi, non può trascurare la conoscenza della loro resistenza allo scorrimento viscoso a caldo (*creep*). Per questo motivo, lo studio del creep è stato svolto con molta attenzione negli ultimi anni; soprattutto in relazione alla necessità di innalzare la temperatura di esercizio nei vari tipi di

impieghi, a partire dai motori aeronautici e delle centrali termiche, fino ai motori per l'industria automobilistica. In questo lavoro verranno analizzati in parte anche i micro-meccanismi che governano la deformazione da creep, analizzando i diversi stadi descritti durante la prova[5]. Al termine delle prove di creep, grazie ad una registrazione continua delle prove, sono stati raccolti i diversi dati in maniera tale da ottenere le rispettive curve di creep per ogni prova e procedere nello studio dei vari casi.

Successivamente, si è passati all'analisi della microstruttura su alcuni dei campioni sottoposti al trattamento termico e soggetti alla prova di creep mediante microscopia ottica ed elettronica. Infine, mediante misurazioni di durezza Vickers, effettuate lungo il tratto utile e sulle teste dei campioni, si è ottenuto un profilo di misurazioni che ha permesso di osservare l'effetto sulle proprietà meccaniche dell'esposizione ad elevata temperatura.

La prima sezione della tesi presenta una trattazione generale del creep, dell'AM, degli acciai inossidabili, con particolare attenzione al AISI 316L, e infine dei trattamenti termici che esso può subire. La seconda sezione si concentra invece sui materiali studiati e sui metodi utilizzati per condurre le analisi. I risultati sono presentati e discussi nel terzo capitolo e le conclusioni sono illustrate nella parte finale della tesi.

1.1 Il Creep

Il fenomeno del creep, o scorrimento viscoso, è definito dalla norma ASTM E139-24 come:

"the time-dependent strain that occurs after the application of a force that is thereafter maintained constant";

ovvero la deformazione dipendente dal tempo che si sviluppa dopo l'applicazione di una forza mantenuta successivamente costante[6].
Tale definizione evidenzia la caratteristica fondamentale del fenomeno: la deformazione continua ad aumentare nel tempo anche in assenza di variazioni del carico applicato.

Dal punto di vista metallurgico, il creep è un fenomeno di deformazione plastica che si manifesta prevalentemente quando un materiale è sottoposto per lunghi periodi ad un carico costante e a temperature elevate. Nei materiali metallici il fenomeno assume particolare rilevanza quando la temperatura di esercizio supera circa il 30-50% della temperatura di fusione assoluta del materiale.
Tale fenomeno assume particolare rilevanza nei materiali metallici impiegati in applicazioni ad alta temperatura, quali turbine, componenti per impianti energetici, caldaie e sistemi aerospaziali, dove la deformazione progressiva può determinare una riduzione delle prestazioni fino alla rottura del componente. In questo intervallo di temperatura diventano predominanti i meccanismi di diffusione atomica, il moto delle dislocazioni e lo scorrimento dei bordi di grano, che favoriscono una deformazione lenta ma continua anche per valori di tensione inferiori al limite di snervamento determinato a temperatura ambiente[7–10].

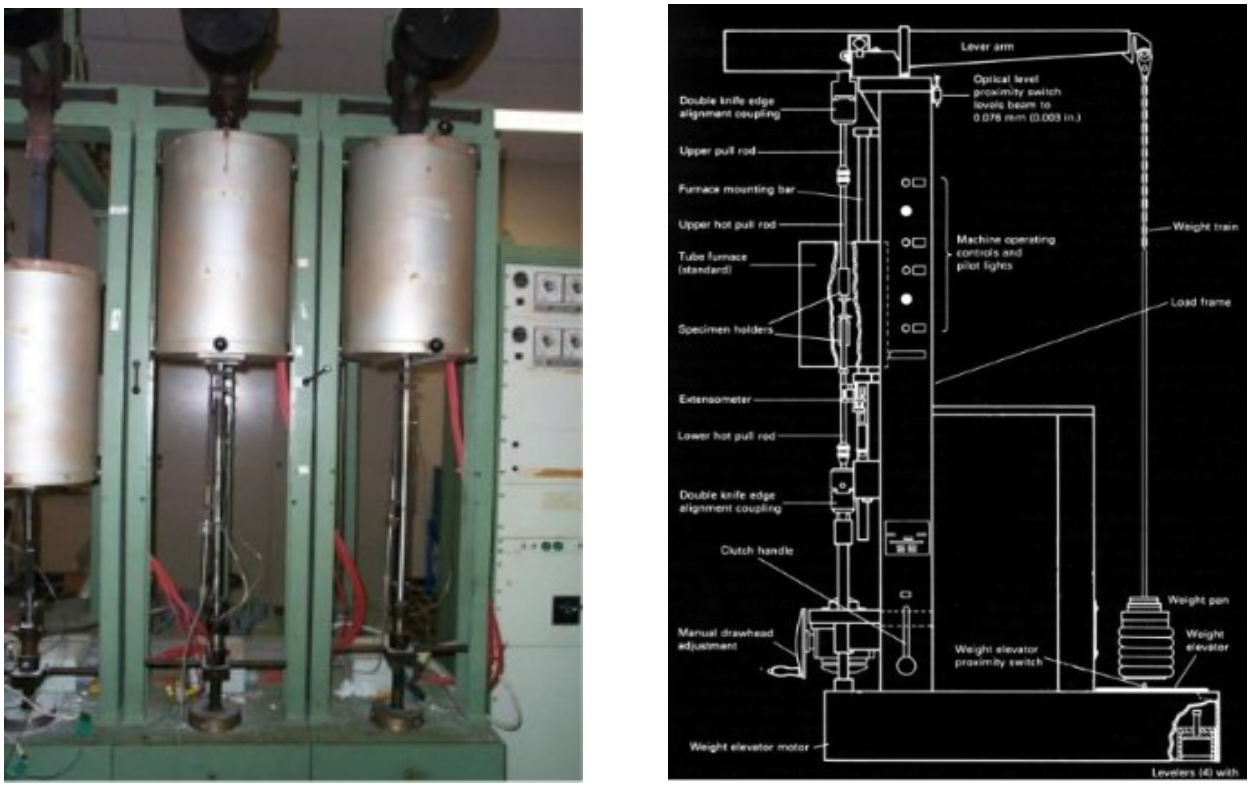
La tabella 1.1 illustra, per diversi metalli, il limite inferiore di temperatura, sotto il quale il creep diventa un fenomeno irrilevante.

Alluminio	$T < 0.54\ T_F$
Titanio	$T < 0.30\ T_F$
Acciai bassolegati	$T < 0.36\ T_F$
Acciai inossidabili austenitici	$T < 0.49\ T_F$
Superleghe	$T < 0.56\ T_F$

Tabella 1.1*:limite inferiore di temperatura sotto il quale il creep diventa un fenomeno irrilevante[8].*

1.1.1 La prova di creep

Lo studio del comportamento a creep viene generalmente eseguito mediante prove di scorrimento a carico costante. Durante tali prove il provino viene sottoposto a carico e temperatura costanti per un intervallo di tempo generalmente molto lungo. La norma specifica le modalità di preparazione del provino, le condizioni di prova, i requisiti della strumentazione e le procedure per la misura della deformazione e della temperatura, al fine di garantire risultati riproducibili e confrontabili. L'apparecchiatura di prova deve quindi possedere caratteristiche ben definite, secondo la normativa ASTM E139. In particolare, deve essere in grado di mantenere costante il carico applicato per tutta la durata dell'esperimento, garantire un controllo accurato della temperatura all'interno del forno dedicato mediante l'uso di termocoppie opportunamente posizionate, monitorare le eventuali variazioni termiche e misurare con elevata precisione l'allungamento del provino mediante estensimetri o trasduttori di spostamento[11]. Il mantenimento costante della temperatura rappresenta uno degli aspetti più critici della prova, poiché anche modeste variazioni possono influenzare sensibilmente la velocità di deformazione del materiale. La tensione reale sul campione tende invece ad aumentare a causa della riduzione di sezione trasversale legata all'allungamento del campione. Tuttavia, i dati utili sono conformi alle applicazioni pratiche in quanto solitamente il carico su un pezzo rimane costante durante la sua vita operativa[8].



(a) *(b)*

***Figura 1.1**: (a) Immagine della macchina di prova del DIISM, (b) La figura illustra schematicamente una macchina di prova a carico costante[7].*

1.1.2 La curva di creep

In funzione dell'obiettivo sperimentale possono essere eseguite differenti tipologie di prova:

- Le prove stress-rupture sono finalizzate principalmente alla determinazione del tempo necessario affinché il materiale raggiunga la rottura sotto un determinato livello di carico e di temperatura;
- Le prove di creep interrotte consentono di determinare l'evoluzione della deformazione nel tempo;
- le prove creep-rupture registrano continuamente la deformazione fino alla rottura del provino, permettendo di ottenere sia la curva di creep sia il tempo di rottura [7,8]

Nel corso della prova viene registrata l'evoluzione della deformazione nel tempo, ottenendo la caratteristica curva di creep, generalmente suddivisa in tre stadi:

- Nel creep primario la velocità di deformazione diminuisce progressivamente a causa dell'incrudimento del materiale;
- Nel creep secondario, o stazionario, si instaura una condizione di equilibrio tra incrudimento e processi di recupero, per cui la velocità di deformazione risulta pressoché costante;
- Nel creep terziario, la velocità di deformazione aumenta rapidamente in conseguenza della formazione e della crescita di cavità, della riduzione della sezione resistente e dell'accumulo del danno, fino alla rottura del provino[7].

È importante osservare che, sebbene il carico applicato rimanga costante, durante la prova la sezione resistente del provino diminuisce progressivamente a causa dell'allungamento. Di conseguenza, la tensione reale (o tensione vera) aumenta nel tempo e non rimane rigorosamente costante. Per questo motivo le prove vengono generalmente indicate come prove a carico costante (*constant-load tests*) e non come prove a tensione costante[6].

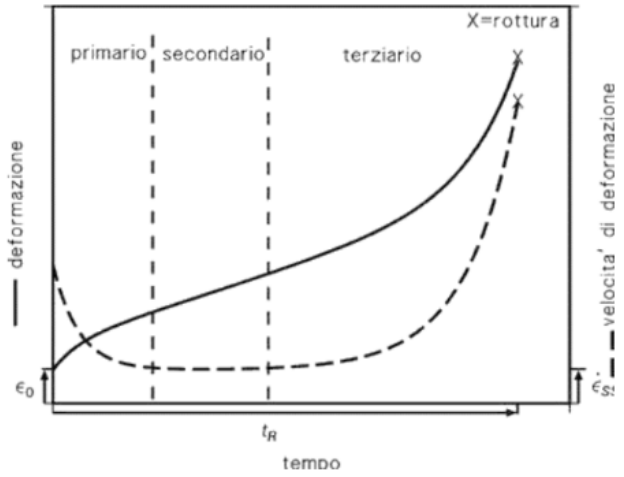


Figura 1.2: *Esempio del tipico andamento di una curva di creep[7].*

In letteratura sono state proposte differenti equazioni per descrivere la curva di creep; una delle più utilizzate è la seguente:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \varepsilon_p \left[1 - exp\left(\frac{-t}{t_p}\right)\right] + \dot{\varepsilon}_{ss} t + \varepsilon_T \left\{\left[exp\left(\frac{t}{t_T}\right)\right] - 1\right\} \quad (1.1)$$

dove ε_p e t_p sono parametri associati con la durata e l'ampiezza della deformazione primaria, ε_t e t_p sono i corrispondenti valori al creep terziario e ε_0 è la deformazione elasto-plastica istantanea all'applicazione del carico; infine $\dot{\varepsilon}_{SS}\ t$ è il termine relativo al secondario[8].

1.1.3 Velocità minima di creep

Nello studio del comportamento a creep del materiale, è possibile poter determinare i seguenti parametri:

- Il tempo a rottura (t_R);
- Velocità di deformazione nello stadio secondario $\dot{\varepsilon}_{SS}$.

Di notevole interesse in questa trattazione è proprio la determinazione della velocità di deformazione o la velocità minima di deformazione (nel caso in cui lo stadio secondario si riduce ad un punto). La velocità di deformazione nello stadio secondario è estremamente utile per stimare, con le opportune considerazioni, l'accumularsi della deformazione durante il funzionamento e di valutare in maniera approssimativa la vita utile del componente.

Confrontando una prova a carico costante e una prova a sollecitazione costante, le differenze diventano rilevanti solo per alte deformazioni e quindi riconducibili allo stadio terziario della curva di creep.

Per quanto in precedenza affermato, è possibile definire una relazione (Legge di Norton) che permette di collegare la velocità di deformazione nello stadio stazionario con la tensione di prova:

$$\dot{\varepsilon}_{SS} = B\ \sigma^n \quad (1.2)$$

dove *B* dipende dalla temperatura ed *n=4-5* nei metalli puri.

Inoltre è possibile definire un grafico bi-logaritmico (Figura 1.3) della velocità di deformazione in funzione della tensione di prova; il grafico in esame fornisce un insieme di rette isoterme, ognuna dunque relativa ad una temperatura di prova e di pendenza *n* (termine dell'equazione precedente).

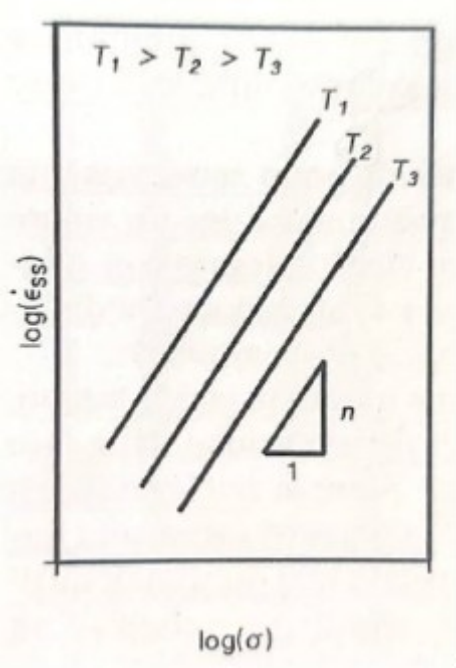


***Figura 1.3**: Dipendenza velocità di creep dalla tensione di prova, nel secondario[7].*

Mantenendo la sollecitazione costante, la dipendenza della velocità di deformazione nello stadio stazionario dalla temperatura può essere definita mediante la seguente relazione:

$$\dot{\varepsilon}_{SS} = C\, exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \tag{1.3}$$

All'interno dell'espressione si individuano i seguenti termini:

- C costante che dipende dal carico applicato;
- Q è l'energia di attivazione del creep;
- R è la costante dei gas;
- *T* è la temperatura assoluta.

L'equazione ottenuta ci riporta ad un'altra relazione che risulta molto simile:

$$D = D_0\, exp\left(\frac{-Q_d}{RT}\right) \tag{1.4}$$

Ovvero la relazione che regola la dipendenza del coefficiente di diffusione *D* dalla temperatura; inoltre per i metalli puri l'energia di attivazione *Q* è equivalente all'energia *Qd* (energia di l'attivazione per l'autodiffusione); per cui è possibile affermare che sono proprio i fenomeni autodiffusivi che controllano la deformazione da creep, nei metalli puri. Infatti, per quanto detto in precedenza, la diffusione di vacanze, consentendo il moto non conservativo delle dislocazioni (*climb*), è il meccanismo che governa il fenomeno del creep.

È possibile ricavare un nuovo grafico, andando a riportare su scala semi-logaritmica la velocità di deformazione in funzione dell'inverso della temperatura assoluta, ottenendo una serie di rette isobare,

ciascuna relativa ad un valore della tensione di prova, con pendenza $(-Q/R)$. In Fig. 1.4 è possibile osservare il tipico andamento della velocità di deformazione in relazione all'inverso della temperatura[8].

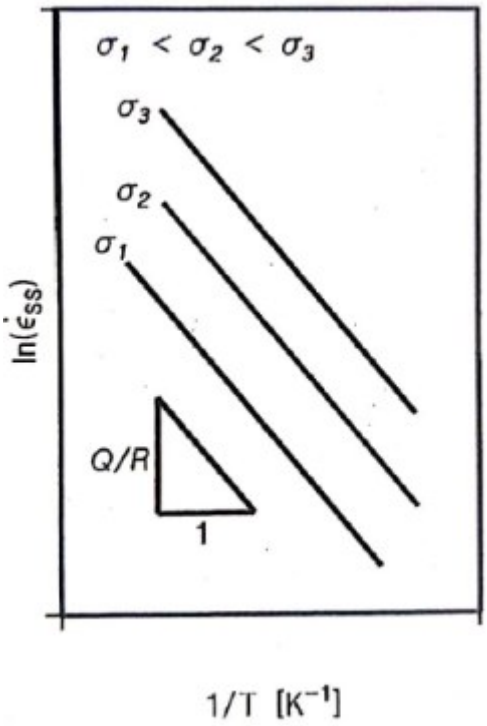


***Figura 1.4**: Calcolo dell'energia di attivazione[7]*

Combinando a questo punto le relazioni relative alle velocità di deformazione nel secondario ((1.3) e (1.4)), è possibile determinare la seguente equazione:

$$\dot{\varepsilon}_{SS} = A\sigma^n \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \tag{1.5}$$

La relazione ottenuta permette di descrivere in maniera ottimale solo metalli puri, in quanto *n* non dipende dalla temperatura e *Q* non dipende dalla tensione della prova[8].

L'interpretazione della risposta a creep delle soluzioni solide risulta più complessa rispetto a quella dei metalli puri, poiché la deformazione dipende non solo dal moto delle dislocazioni, ma anche dalla loro interazione con gli atomi di soluto. Rappresentando la velocità di deformazione nel tratto secondario in funzione della tensione applicata, è possibile identificare diversi regimi:

- I. Regime ad alte tensioni e alte velocità di deformazione, associato al *power-law breakdown* (PLB), un regime di sollecitazioni elevate in cui la velocità di scorrimento in regime stazionario di un materiale aumenta molto più rapidamente al variare della sollecitazione

rispetto a quanto previsto dalla legge di potenza standard di Norton per lo scorrimento, determinando un esponente di sollecitazione apparente (n) superiore a 7.

- IIa. Regime controllato dal climb delle dislocazioni, caratterizzato da un esponente tensionale $n = 4 - 5$ e da un'energia di attivazione paragonabile a quella di autodiffusione. In queste condizioni, il recupero tramite salto delle dislocazioni rappresenta il meccanismo che controlla la velocità di creep.
- IIb. Regime controllato dall'interazione tra dislocazioni e atomi di soluto, per il quale $n \approx 3$e l'energia di attivazione è confrontabile con quella di diffusione del magnesio nell'alluminio. La deformazione avviene ancora attraverso una sequenza di *glide* e *climb*, ma le atmosfere di soluto rallentano il moto di scorrimento delle dislocazioni. Il *glide* diventa quindi il processo limitante. Solo a tensioni sufficientemente elevate le dislocazioni possono svincolarsi dalle atmosfere di soluto, ripristinando un comportamento controllato principalmente dal *climb*.
- IIc. Regime a basse tensioni controllato dal climb, anch'esso caratterizzato da n = 4-5 e da un'energia di attivazione prossima a quella di autodiffusione. In questo caso, la tensione applicata fornisce un contributo trascurabile al moto delle dislocazioni; il salto diventa pertanto il processo più lento e controlla la deformazione.
- III. Regime diffusivo, tipico delle tensioni più basse, nel quale il creep è governato prevalentemente dai processi di diffusione.

1.1.4 Rottura per creep

La rottura descritta dal campione durante la prova di creep non è imputabile ad un singolo effetto, ma possono essere diversi gli effetti che concorrono alla rottura per creep. Un possibile fenomeno che causa la rottura del campione è quello della strizione, con conseguente pattern di rottura simile a quella che si verifica nei materiali tenaci e duttili a temperatura ambiente. In altre condizioni è possibile che si verifichi, per effetto della cavitazione, la coalescenza di microvuoti cioè la riduzione della sezione interna del campione, accelerando il processo di frattura.

Inoltre, è possibile che si verifichi, all'estremo, una frattura di tipo intergranulare, senza che si manifesti la strizione. Questo fenomeno è tipico del creep ed è dovuto allo slittamento del bordo di grano.

Nel creep, i grani scorrono l'uno sull'altro, causando una modesta deformazione, la quale risulta trascurabile rispetto alla deformazione che si manifesta nei micromeccanismi elencati in precedenza. L'effetto della sollecitazione di trazione porta ad uno slittamento dei bordi di grano uno rispetto all'altro e tali scorrimenti portano alla formazione di microcavità, posizionate sul bordo di grano in direzione perpendicolare a quella di carico. Nella Fig. 1.5 sono riportate due diverse tipologie di microcavità, le quali portano al medesimo risultato.

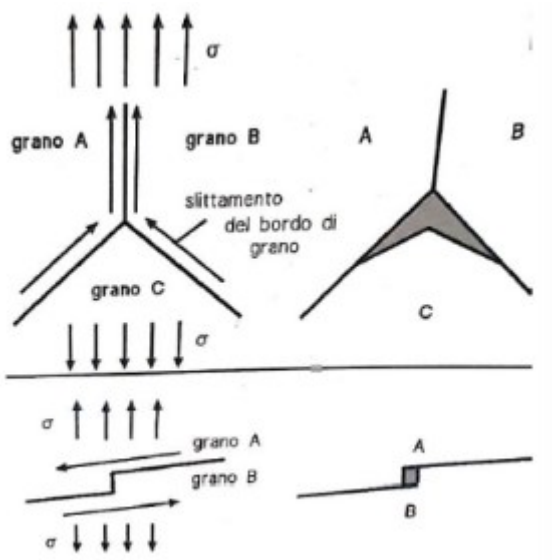


Figura 1.5: *Meccanismo di danneggiamento per effetto dello slittamento dei bordi di grano[7].*

L'unione di queste microcavità porta alla formazione di cricche macroscopiche, le quali conducono a rotture di tipo intergranulare.

La principale pericolosità di tale danneggiamento, in base a quanto detto, è che il fenomeno può manifestarsi senza che si verifichi la strizione, per cui durante l'esercizio è possibile che si verifichino rotture improvvise, per questo motivo è di notevole importanza monitorare con continuità l'accumularsi del danno. Il danneggiamento può verificarsi sin dalle fasi iniziali della prova, con la formazione di cavità isolate, le quali non risultano particolarmente complesse, ma con l'evolversi del danneggiamento portano alla formazione di microcricche, che corrispondono all'instaurarsi dello stadio finale del creep.

Il fenomeno può essere ridotto andando a limitare lo scorrimento dei grani, ciò può essere ottenuto favorendo la comparsa di precipitati sul confine di grano; tale soluzione però potrebbe risultare controproducente, in quanto la presenza di poche particelle sul confine non portano ad un effetto di opposizione allo scorrimento; mentre un eccessivo numero di particelle porterebbe ad un'amplificazione del danno; infatti l'interfaccia particelle/matrice fornirebbe un percorso ideale alla propagazione di eventuali difetti. La soluzione ottimale sarebbe quella di favorire la formazione di una catena semi-continua di particelle, in maniera tale da ridurre gli effetti indesiderati[8].

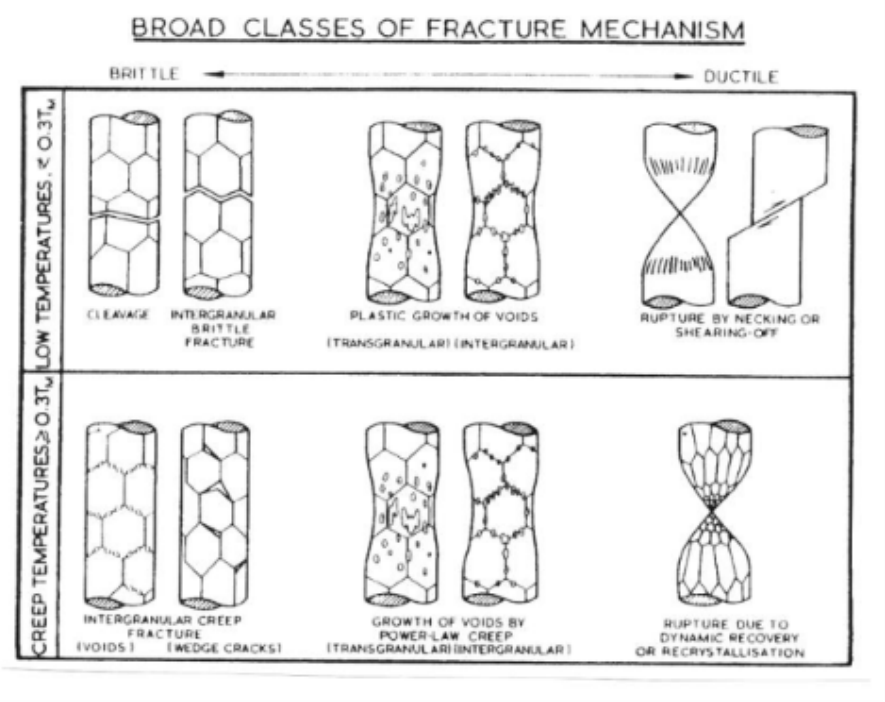


***Figura 1.6**: Meccanismi di rottura per creep[7].*

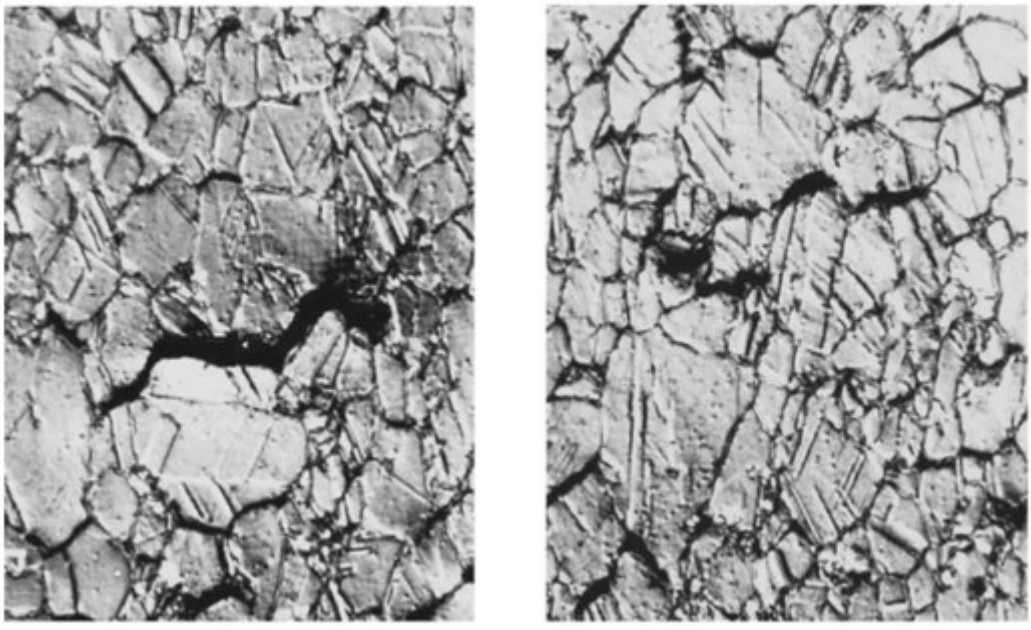


***Figura 1.7**: Esempi di cricche generati dalle cavità intergranulari[7].*

1.1.5 Metodi per aumentare la resistenza a creep di un materiale metallico

L'avanzamento delle tecnologie metallurgiche ha portato alla creazione di leghe con resistenza a creep più elevata. Le metodologie impiegate a tale scopo sono:

- L'utilizzo di materiali con elevato punto di fusione;
- Riduzione della mobilità delle dislocazioni, nel caso di creep da dislocazioni;
- Utilizzo di grani grossolani e precipitazione di particelle lungo i confini di grano nel creep diffusionale;

In particolare, le dispersioni di ossidi o ceramici termicamente stabili conferiscono al materiale delle ottime doti di resistenza a creep alle temperature più elevate. È possibile riportare l'andamento della velocità di deformazione nel secondario in funzione della tensione di prova, come mostrato in figura 1.6.

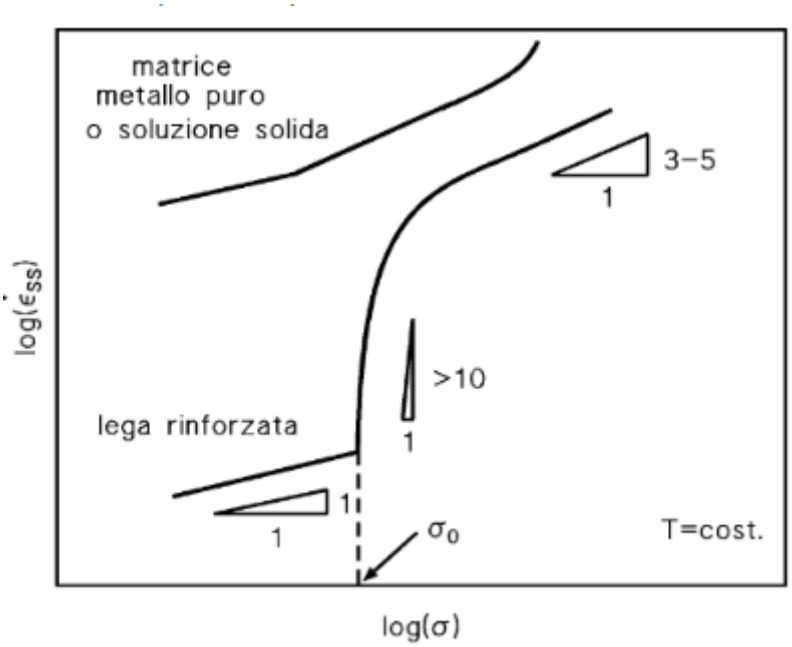


Figura 1.8*: l'andamento della velocità di deformazione nel secondario in funzione della tensione di prova.* σ_0*: tensione di soglia rappresenta l'effetto di ostacolo al moto delle dislocazioni da parte delle particelle[7].*

Ciò accade perché la formazione di una dispersione di particelle fini ostacola il moto delle dislocazioni mediante il meccanismo del bypass di Orowan in cui le dislocazioni incontrano ostacoli, costituiti dai precipitati stessi, per superare i quali è necessaria una maggiore energia. Col tempo la temperatura può portare all'accrescimento o alla dissoluzione dei precipitati. Di conseguenza si avrà una progressiva perdita di resistenza nel tempo[8].

1.2 L'Additive Manufacturing

L'additive manufacturing (AM) è un insieme di processi produttivi che permettono di fabbricare oggetti vicini alla loro forma finale. L'AM si distingue dai tradizionali processi sottrattivi in quanto permette di realizzare prodotti di qualsiasi forma interponendo strati successivi di materiale a partire dalle specifiche date da un modello CAD. Ciò permette una serie di vantaggi economici e produttivi in quanto nelle lavorazioni successive si dovranno rimuovere quantità minori di materiale al fine di ottenere le tolleranze e le finiture superficiali volute. L'AM consente oggi la lavorazione di un'ampia varietà di materiali quali polimeri metalli, ceramici e materiali di natura biologica, scegliendo la tecnologia più idonea a partire dal materiale e dalle prestazioni richieste[2,3,12,13].



***Figura 1.9**: Spaccati di componenti stampati in 3D. Da notare la struttura reticolare interna[2].*

1.2.1 Fasi del processo di stampa

Affinché un componente possa essere prodotto tramite Additive Manufacturing è necessario partire da un modello CAD del componente. Per arrivare al componente finito, partendo dal modello virtuale, è necessario che vengano seguiti degli opportuni passaggi:

1. Creazione del modello virtuale 3D CAD;
2. Esportazione del modello CAD in un modello di tipo STL (*Standard Triangulation Language*), il quale è lo standard universale utilizzato nelle tecniche di AM, in questo modello, tutte le superfici del componente vengono modificate realizzando una mesh triangolare. Tale conversione permette alla macchina di additive di processare il modello 3D;
3. Importazione nel software di slicing, dove viene posizionato nel volume di costruzione e vengono generate eventuali strutture di supporto necessarie alla deposizione corretta dei layer;
4. Slicing e generazione del percorso utensile, il modello viene suddiviso in strati (*slicing*) secondo lo spessore di layer impostato. Il software elabora quindi le traiettorie di deposizione

(*toolpath*) e i parametri di processo (potenza, temperatura, velocità etc.), generando il programma macchina in linguaggio G-code o equivalente;

5. Fase di stampa, la macchina esegue il processo strato per strato;
6. Rimozione e post-processing, il componente viene separato dal piano di costruzione e sottoposto alle operazioni di pulizia e post-trattamento quali: rimozione de supporti, cura termica o UV, sinterizzazione o trattamenti di consolidamento a seconda della tecnologia impiegata;
7. Finitura superficiale, fase finale volta al miglioramento delle caratteristiche estetiche e dimensionali, mediante levigatura, sabbiatura, lucidatura o lavorazioni meccaniche di ripresa (quali fresatura o tornitura CNC) per il raggiungimento delle tolleranze finali[2,3].

1.2.2 Classificazione dei processi di Additive Manufacturing

Storicamente il settore ha impiegato terminologie diverse e spesso ambigue, quali additive fabrication, layer manufacturing o solid freeform fabrication, situazione che ha reso necessaria una standardizzazione condivisa a livello internazionale. Secondo la normativa, in particolare ISO/ASTM 52900:2021, i processi di AM si suddividono in sette categorie principali in base al principio fisico e al meccanismo di consolidamento del materiale:

- Binder Jetting (BJT), processo di manifattura additiva nel quale un agente legante liquido viene depositato selettivamente per unire particelle di materiale in polvere, formando progressivamente il componente;
- Directed Energy Deposition (DED), processo di manifattura additiva in cui una sorgente di energia termica focalizzata, come un laser, un fascio di elettroni o un arco al plasma, fonde il materiale durante la sua deposizione, consentendo la realizzazione del pezzo strato dopo strato;
- Material Extrusion (MEX), processo di manifattura additiva nel quale il materiale viene estruso selettivamente attraverso un ugello o un orifizio, depositandosi secondo il percorso definito dal modello digitale;
- Material Jetting (MJT), processo di manifattura additiva basato sulla deposizione selettiva di microgocce di materiale, generalmente resine fotopolimeriche o cere, che vengono successivamente solidificate.
- Powder Bed Fusion (PBF), processo di manifattura additiva in cui l'energia termica fonde selettivamente specifiche regioni di un letto di polvere, consolidando il materiale strato dopo strato fino alla formazione del componente;

- Sheet Lamination (SHL), processo di manifattura additiva che prevede la sovrapposizione e l'unione di fogli di materiale mediante tecniche di incollaggio, saldatura o altri metodi di adesione, fino a ottenere la geometria desiderata;
- Vat Photopolymerization (VPP), processo di manifattura additiva nel quale una resina fotopolimerica liquida contenuta in una vasca viene polimerizzata selettivamente mediante una sorgente luminosa, solidificando il materiale nelle aree previste dal modello tridimensionale[14].

Questa tassonomia costituisce il riferimento condiviso a livello internazionale per l'identificazione dei processi ed è richiamata trasversalmente da tutte le altre norme della serie ISO/ASTM 529xx. I diversi processi di AM sono schematizzati in figura 1.10.

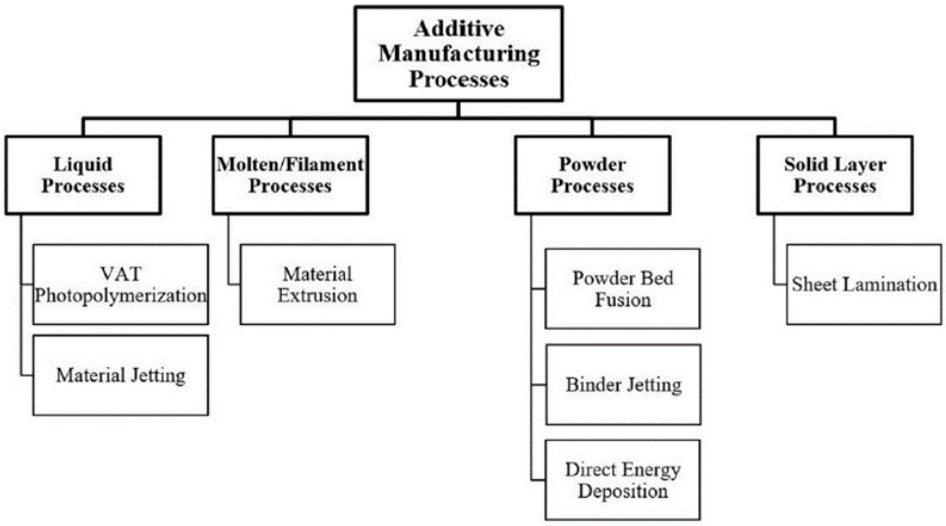


***Figura 1.10**: Categorie di AM in relazione allo stato della materia prima in ingresso e al metodo di deposizione[13].*

I diversi processi di AM possono essere classificati anche in relazione allo stato della materia prima in ingresso, come mostrato in figura 1.11.

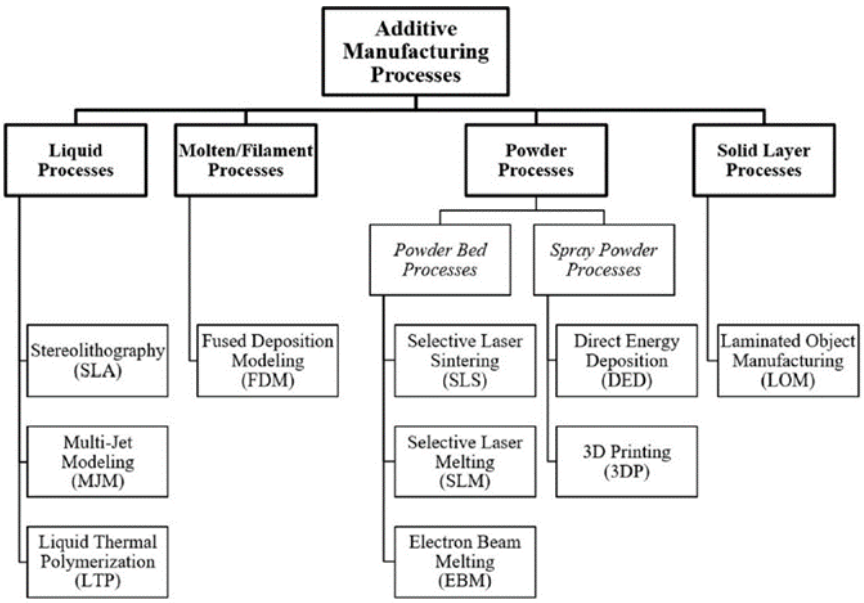


Figura 1.11: Categorie di AM in base alla materia prima in ingresso[13].

Tra i processi più rilevanti di AM utilizzati per la fabbricazione di leghe metalliche e acciai, emergono i Powder Bed Processes (PBP) e gli Spray Powder Processes (SPP)[15], come mostrato sul grafico in figura 1.12[14].

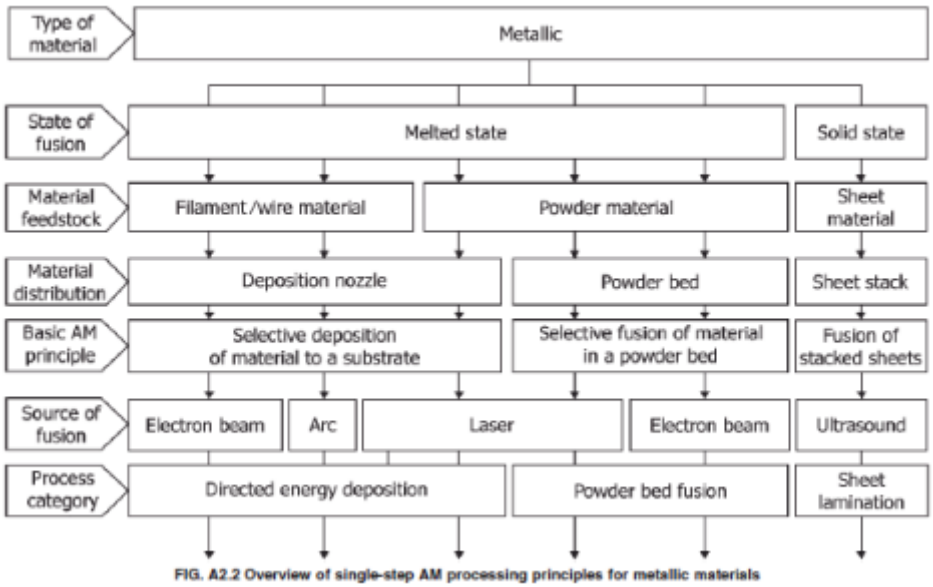


Figura 1.12: principali tecnologie di AM per materiali metallici[14].

1.2.3 Ambiti applicativi e vantaggi competitivi

L'Additive Manufacturing (AM) trova applicazione in numerosi contesti produttivi; tuttavia, la sua adozione risulta particolarmente vantaggiosa in specifiche condizioni progettuali, produttive e logistiche. In generale, l'AM rappresenta la soluzione ideale quando il valore aggiunto del

componente non risiede esclusivamente nella sua forma, ma nella possibilità di ottimizzare in modo integrato geometria, funzionalità e materiali[3]. In figura 1.9 un grafico con le principali applicazioni delle tecnologie di AM.

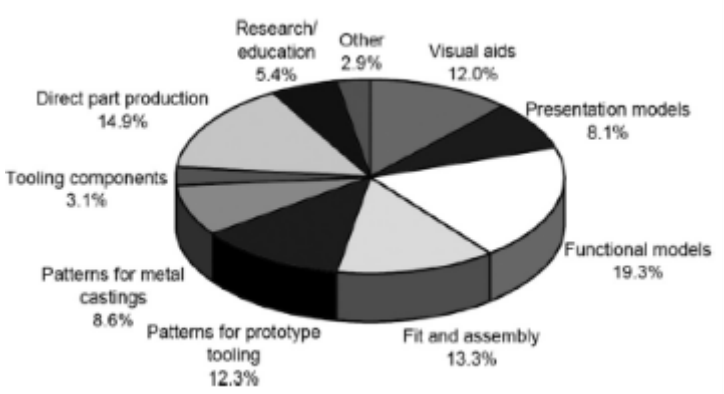


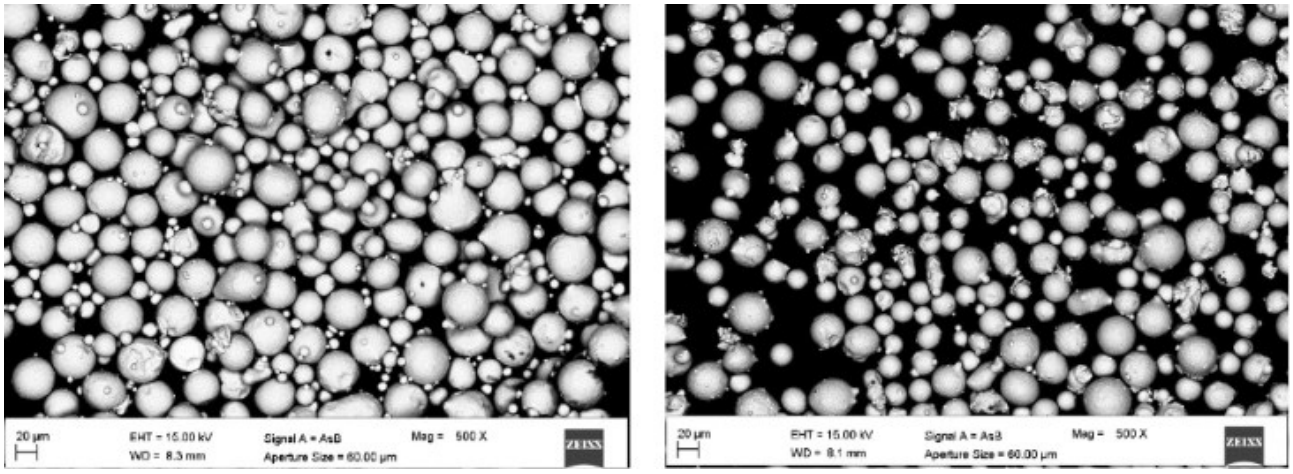
Figura 1.13: Applicazioni della tecnologia AM [16].

Le principali situazioni in cui l'impiego dell'AM risulta competitivo sono le seguenti:

- elevata complessità geometrica, che consente la realizzazione di forme difficilmente ottenibili o economicamente svantaggiose mediante tecnologie produttive tradizionali;
- ottimizzazione topologica e strutturale, attraverso la progettazione di componenti alleggeriti con distribuzione del materiale studiata per garantire elevate prestazioni meccaniche;
- elevata complessità funzionale, grazie alla possibilità di realizzare componenti multimateriale o caratterizzati da gradienti di proprietà;
- frequente variazione del design e personalizzazione del prodotto, senza la necessità di sostenere costi aggiuntivi per attrezzaggi o utensili dedicati;
- vincoli logistici o spaziali, che rendono vantaggiosa la produzione *on demand*, consentendo di realizzare i componenti solo quando e dove sono necessari[3].

1.2.4 Le polveri metalliche: produzione e caratterizzazione

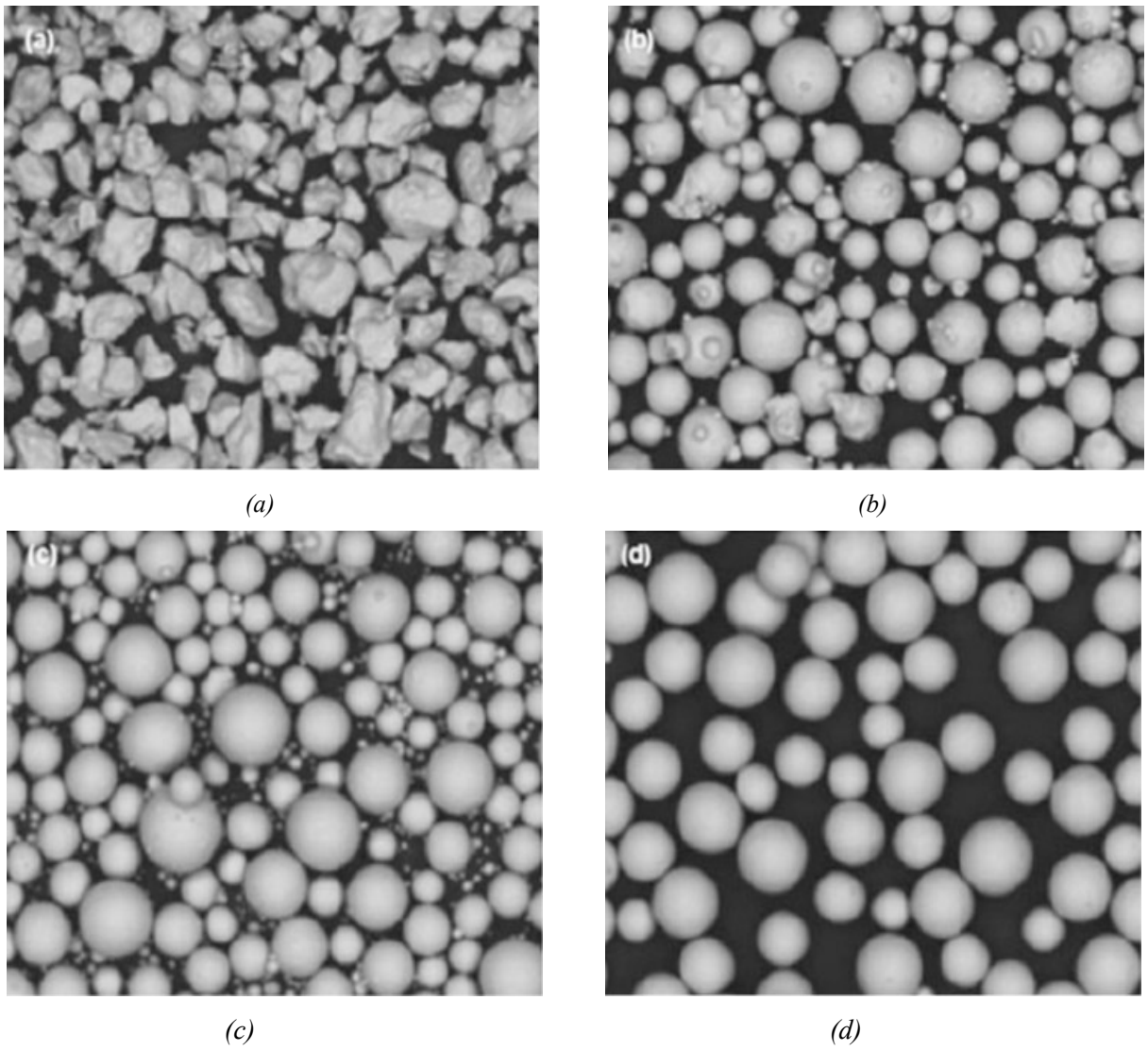
Nei processi di powder bed fusion metallico, la polvere non costituisce un semplice input di materiale ma un semilavorato le cui caratteristiche intrinseche, derivanti dal metodo di produzione, influenzano direttamente il risultato del processo, dalla densificazione fino alle proprietà meccaniche finali del componente. La produzione industriale di polveri metalliche per l'additive manufacturing si basa prevalentemente su tecniche di atomizzazione, un processo in due fasi in cui il metallo fuso viene prima frantumato in goccioline tramite un getto ad alta velocità (di gas, acqua, plasma o forza centrifuga) e successivamente solidificato rapidamente durante il volo, producendo particelle di morfologia tendenzialmente sferica[16].



(a) (b)

Figura 1.14: Immagine al microscopio elettronico di polveri in lega di titanio (a) e di Nichel (b) [2].

Le quattro tecniche di atomizzazione principali sono l'atomizzazione a gas, l'atomizzazione ad acqua, l'atomizzazione centrifuga e l'atomizzazione al plasma, ciascuna con costi, rendimenti e caratteristiche del prodotto differenti. L'atomizzazione a gas rappresenta la tecnologia più diffusa a livello industriale per la produzione di polveri destinate alla LPBF, poiché offre un compromesso ottimale tra costo, sfericità delle particelle e controllo della distribuzione granulometrica. Nel processo, il metallo viene fuso in un forno e la colata liquida viene fatta cadere attraverso un ugello, dove un getto di gas inerte (argon o azoto) ad alta pressione la frantuma in goccioline che solidificano rapidamente prima di raggiungere il fondo della camera di atomizzazione. L'atomizzazione al plasma, sebbene più costosa, produce particelle con sfericità ancora maggiore e viene privilegiata per applicazioni ad alto valore aggiunto come quelle biomedicali. Più recentemente, sono state esplorate anche tecniche di atomizzazione ultrasonica, che permettono un controllo più fine della distribuzione dimensionale della polvere regolando parametri come la corrente elettrica e l'ampiezza di vibrazione del sistema, con risultati promettenti anche per polveri di acciaio 316L[16–18].



(a) *(b)*

(c) *(d)*

Figura 1.15: Polveri risultanti i diversi tipi di atomizzazione; (a) atomizzazione in acqua, (b) con gas, (c) al plasma e (d) PREP[2].

La scelta del gas di atomizzazione non è neutra rispetto alle proprietà finali della polvere: studi recenti sugli acciai inossidabili austenitici hanno mostrato che il tipo di gas utilizzato (argon o azoto) influenza sensibilmente la morfologia delle particelle, il contenuto di gas disciolto internamente alla polvere e, di conseguenza, la porosità residua che può trasferirsi al componente finale dopo la fusione laser. Al termine dell'atomizzazione, le particelle prodotte presentano tipicamente diametri compresi in un intervallo molto ampio (da pochi micrometri a oltre 200 μm), rendendo necessaria una fase di classificazione dimensionale, tramite vagliatura meccanica o classificazione ad aria, per isolare la frazione granulometrica idonea al processo LPBF, generalmente compresa tra 10 e 45 μm. Solo dopo questa fase di selezione la polvere viene sottoposta a verifica delle proprietà secondo i criteri di accettazione definiti dal produttore o dal cliente[19].

La caratterizzazione della polvere destinata alla LPBF comprende diversi aspetti: la distribuzione granulometrica, la composizione chimica, la morfologia delle particelle, le densità caratteristiche e la

scorrevolezza (*flowability*). La distribuzione granulometrica viene generalmente espressa attraverso i quantili D10, D50 e D90, che indicano rispettivamente il diametro sotto il quale si trova il 10%, il 50% e il 90% della popolazione statistica delle particelle. Questi valori possono essere determinati con tecniche differenti, come la diffrazione laser, l'analisi di immagine statica o dinamica, oppure la vagliatura meccanica, ciascuna con vantaggi e limiti specifici: la diffrazione laser assume particelle sferiche e restituisce valori cumulativi di volume, mentre le tecniche di analisi di immagine permettono di caratterizzare anche particelle non sferiche e di ottenere fattori di forma. È importante sottolineare che metodi diversi applicati alla stessa polvere possono restituire risultati differenti, motivo per cui la tecnica utilizzata deve sempre essere riportata insieme ai valori misurati[20].

Altri parametri caratteristici della polvere includono la densità apparente e la densità di battitura *(tap density*), utili per confrontare lotti diversi nel tempo, la morfologia delle particelle (osservata tipicamente al microscopio elettronico a scansione), e la scorrevolezza, che dipende dalla distribuzione dimensionale, dalla presenza di umidità superficiale, da forze elettromagnetiche nei materiali ferromagnetici e dall'attrito interparticellare legato alla rugosità superficiale. La scorrevolezza è un parametro critico per i sistemi di distribuzione della polvere basati su tubazioni o ugelli e per i dispositivi meccanici che formano gli strati sottili necessari al controllo del processo di fabbricazione[1,2,21].

1.2.5 Il processo Laser Powder Bed Fusion (LPBF)

Il Laser Powder Bed Fusion (LPBF), noto anche come Selective Laser Melting (SLM), è la tecnologia di Powder Bed Fusion più diffusa per la fabbricazione di componenti metallici, e sfrutta l'interazione tra un fascio laser ad alta potenza e le particelle di polvere metallica per formare un solido attraverso un pattern layer-by-layer altamente complesso. Il processo prevede la fusione selettiva del letto di polvere strato dopo strato, secondo la sequenza definita dal modello digitale, fino alla formazione del componente completo.

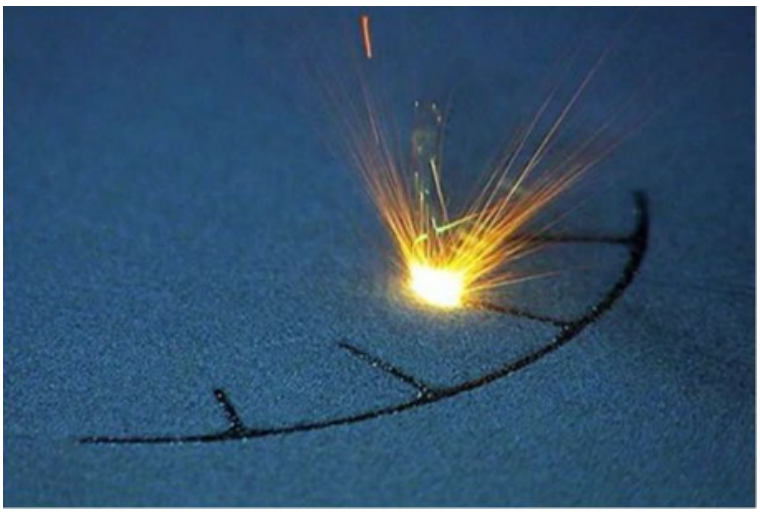


Figura 1.16: Esempio di processo LPBF[2].

La selezione dei parametri di processo è cruciale per la qualità finale del pezzo: sono stati identificati molti parametri potenzialmente influenti, ma tra questi potenza laser, velocità di scansione, distanza tra le tracce di scansione (*hatch spacing*), spessore del layer e strategia di scansione risultano quelli con maggiore impatto su densificazione e microstruttura. Un parametro sintetico ampiamente utilizzato per descrivere l'energia fornita al letto di polvere è la densità di energia volumetrica (VED), calcolata come:

$$E = \frac{P}{v \cdot h \cdot t} \tag{1.6}$$

dove P è la potenza del laser, v la velocità di scansione, h la distanza tra le tracce di scansione e t lo spessore dello strato di polvere. La scelta della combinazione di queste variabili essenziali determina il comportamento del bagno di fusione (*melt pool*) e, di conseguenza, la qualità del componente finale: un rapporto potenza/velocità troppo basso genera fusione insufficiente, mentre un eccesso porta a instabilità del bagno fuso e formazione di porosità interna[3].

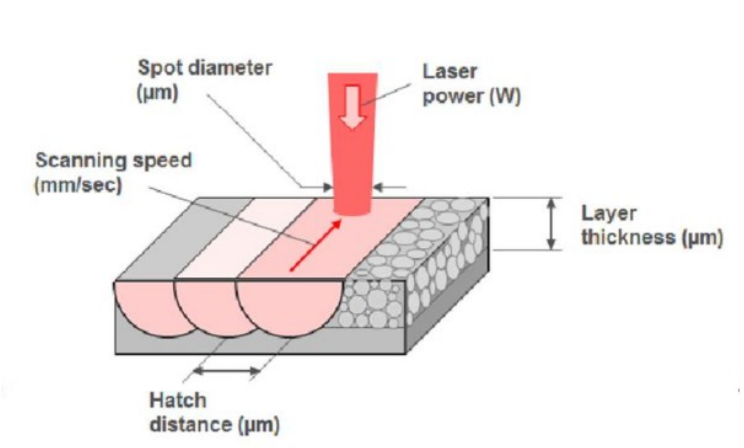


***Figura 1.17**: Parametri principali dell'LPBF[2].*

Per il 316L, la letteratura riporta che densificazioni superiori al 99% si ottengono generalmente per densità di energia comprese tra 50 e 150 J/mm³, sebbene lo stesso valore di densità energetica possa produrre risultati di densificazione differenti in funzione della combinazione specifica dei singoli parametri: a parità di energia, un hatch spacing minore favorisce una maggiore sovrapposizione tra tracce di fusione adiacenti, riducendo la porosità residua. Questo evidenzia come il parametro di densità di energia, per quanto utile come indicatore sintetico, non sia da solo sufficiente a descrivere completamente il comportamento del processo, poiché combinazioni diverse di potenza e velocità che restituiscono lo stesso valore di energia possono produrre tracce di fusione irregolari o continue in funzione dell'entità assoluta dei singoli parametri[22].

Oltre ai parametri primari, anche la strategia di scansione gioca un ruolo importante nella densificazione: strategie come la scansione a strati alternati (*staggered*), il pattern a strisce con contorno perimetrale, o la suddivisione in isole indipendenti scansionate in direzioni ortogonali tra loro, permettono di ridurre i difetti residui e ottenere densificazioni superiori al 99%. Anche il preriscaldamento del letto di polvere, tipicamente in un intervallo di 150-200°C, e strategie di remelting (una scansione laser aggiuntiva sullo stesso strato) contribuiscono a ridurre ulteriormente la porosità residua: in alcuni studi il remelting ha permesso di aumentare la resistenza a trazione da 674 a 725 MPa e il limite di snervamento da 591 a 643 MPa rispetto a campioni senza remelting[22].

1.2.6 Qualità e difetti nel processo LPBF

La qualità finale di un componente prodotto tramite LPBF è strettamente legata alla formazione di difetti durante il processo, che possono essere classificati in due categorie principali: difetti sistematici, derivanti direttamente dalla combinazione dei parametri di processo e dal piano di costruzione, e difetti stocastici, derivanti da fenomeni non sistematicamente controllabili, quindi di natura casuale.

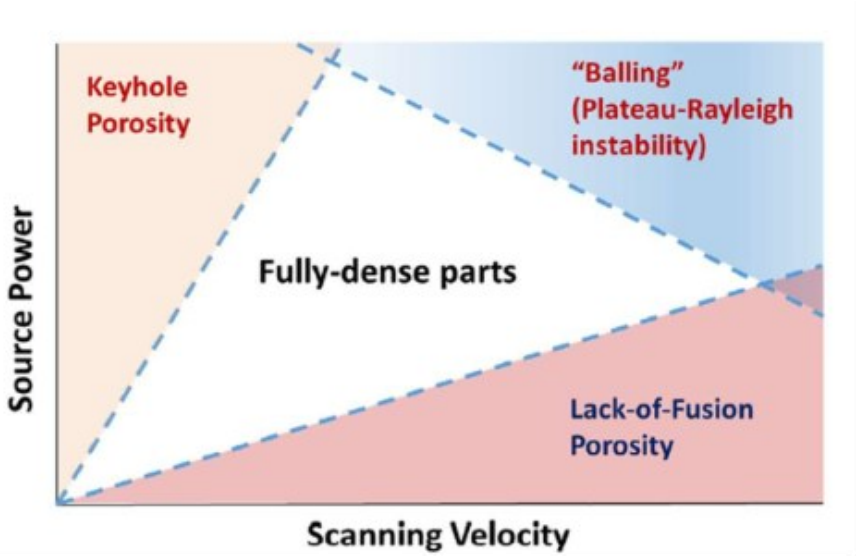


Figura 1.18: Influenza dei parametri di processo sui difetti nel componente

Tra i difetti più comuni si distinguono:

- Porosità da gas: originata da gas intrappolato nella polvere durante il processo di atomizzazione; non è eliminabile tramite il controllo dei parametri di processo, poiché è intrinseca alla materia prima (Fig. 1.19a);
- Porosità da keyhole: legata a instabilità idrodinamica del bagno di fusione quando la densità di energia laser è eccessivamente elevata; la profonda depressione di vapore che si forma può collassare, intrappolando gas e generando porosità interna (Fig. 1.19b);
- Lack-of-fusion (LOF): derivante da una fusione o bagnatura incompleta tra tracce di scansione adiacenti nello stesso strato (LOF orizzontale) oppure tra strati successivi (LOF verticale); genera vuoti che agiscono come siti di innesco per cricche (Fig. 1.19c);
- Cricche di solidificazione (hot cracking): si formano per effetto del raffreddamento rapido al bordo del bagno di fusione, che genera uno strain termico elevato con separazione del materiale non adeguatamente riempita da metallo fuso (Fig. 1.19d);
- Instabilità di Rayleigh-Plateau: contrazione del metallo liquido in fase di raffreddamento in porzioni separate sferoidali. Dipende dalla combinazione di velocità e potenza (Fig. 1.20);
- Balling: fenomeno di instabilità del bagno di fusione che si verifica quando la densità di energia è troppo bassa, causando la formazione di tracce di fusione discontinue (Fig. 1.21);
- Warping: sollevamento del materiale al di sopra del layer in costruzione e impedimento della corretta deposizione della polvere sovrastante. Per contrastarlo si utilizza l'ancoraggio del componente mediante la costruzione di strutture di supporto (Fig. 1.22);
- Delaminazione: separazione tra strati causata da un accumulo eccessivo di stress residui, spesso all'interfaccia tra la parte solida e le strutture di supporto (Fig. 1.23)[1,2].

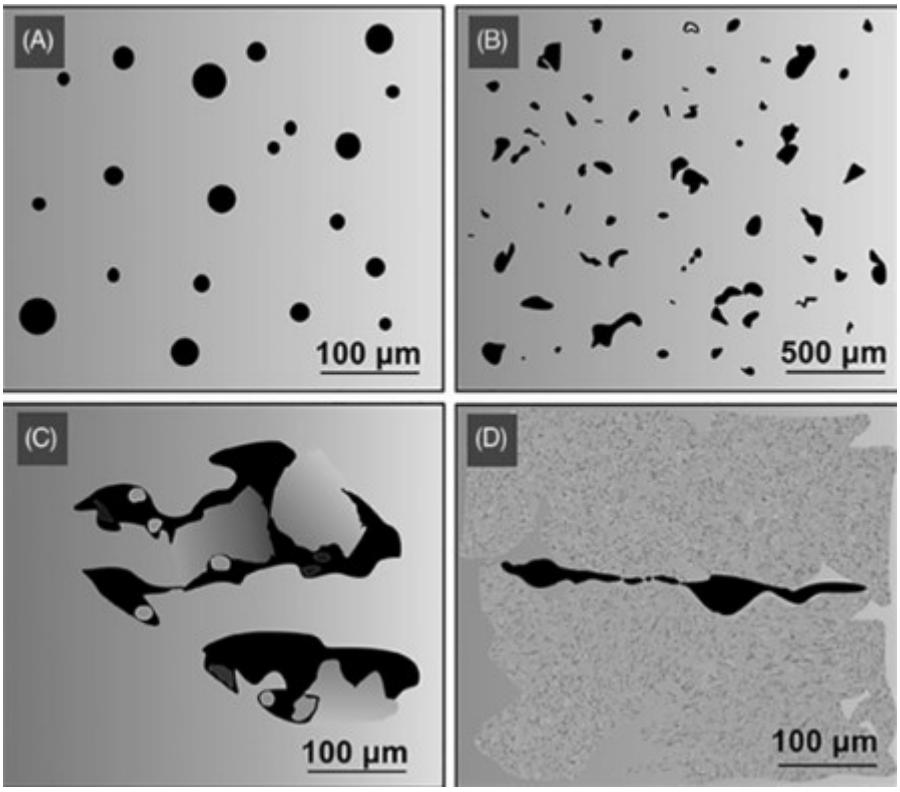


Figura 1.19: Difetti caratteristici del processo LPBF

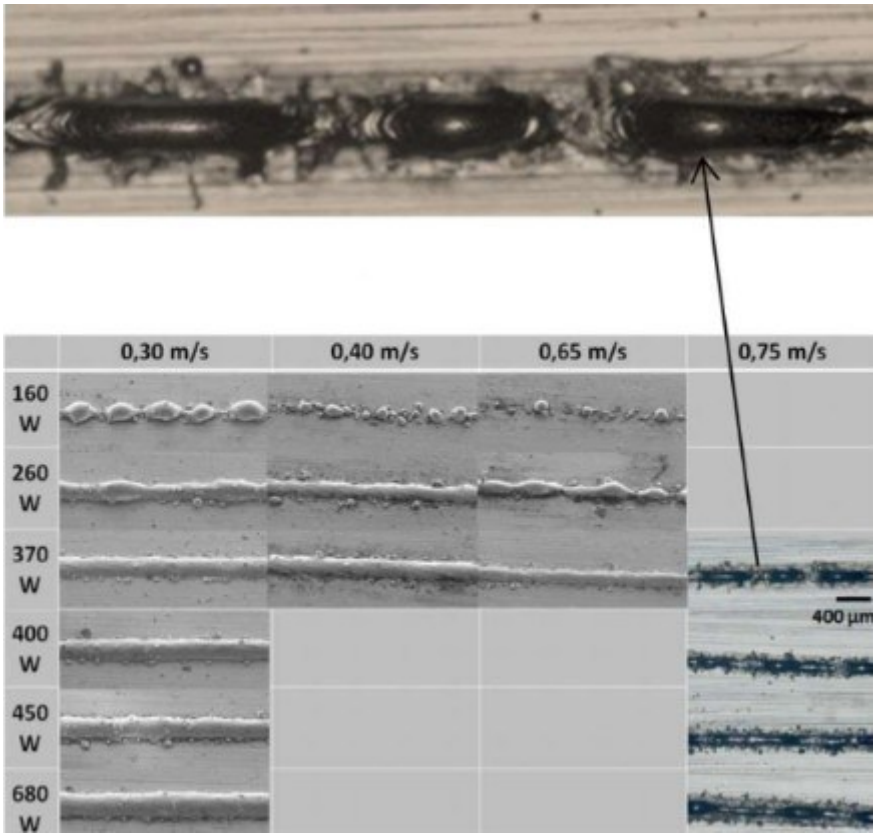


Figura 1.20: Instabilità di Rayleight in funzione della potenza del laser.

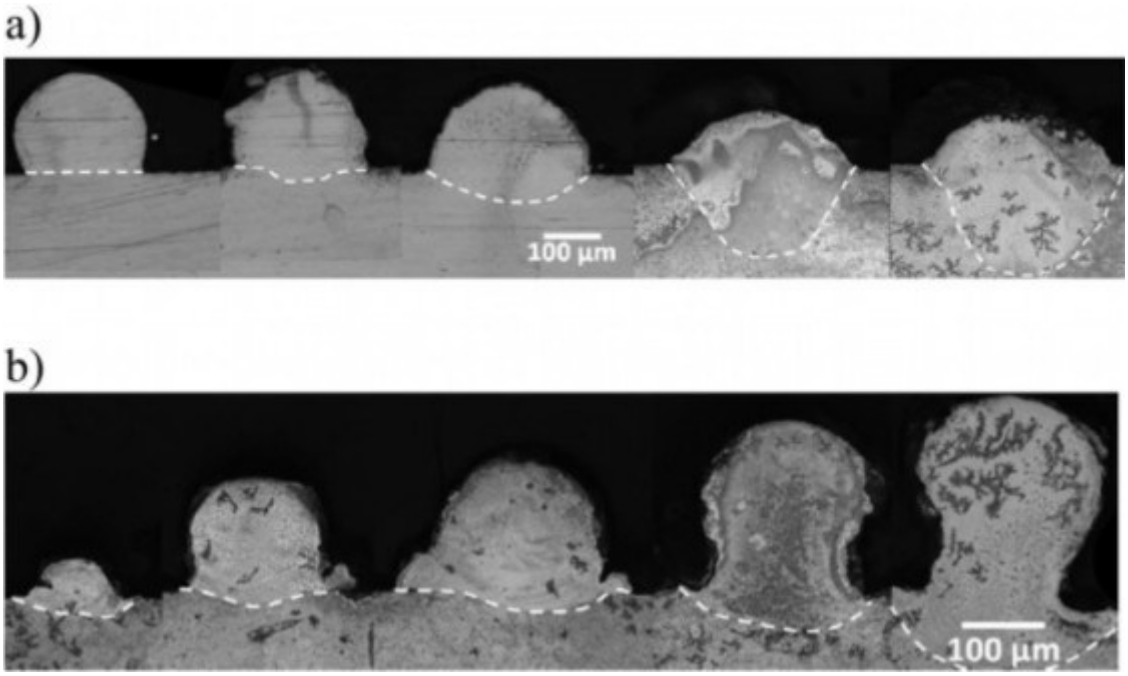


Figura 1.21: esempi di "Balling"

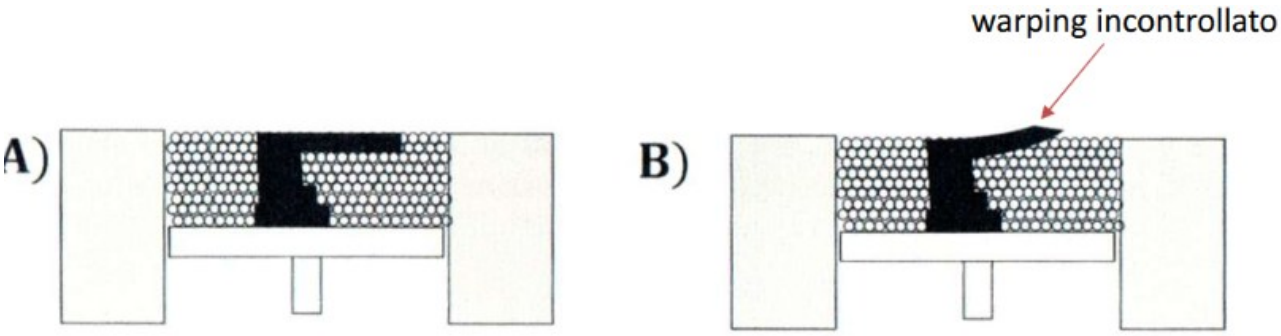


Figura 1.22: Fenomeno del "Warping"

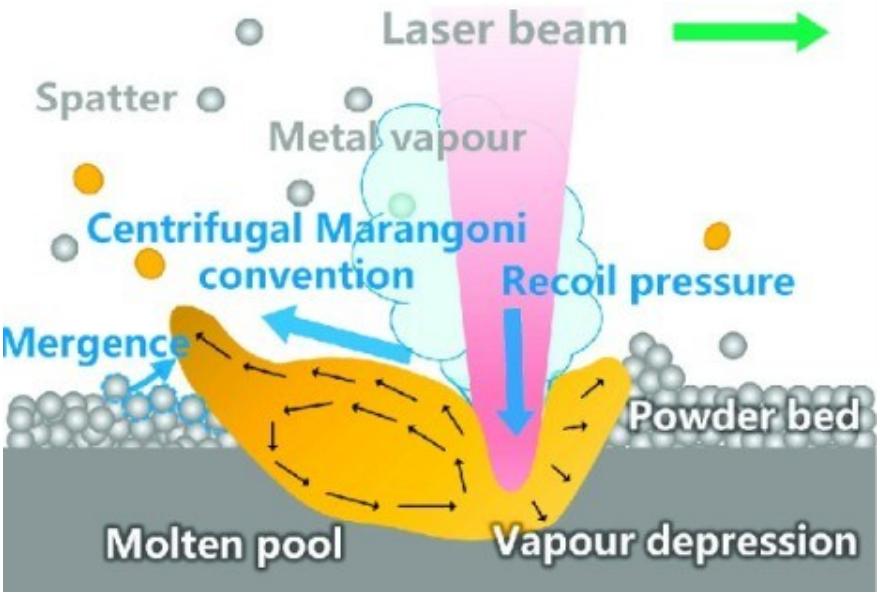


Figura 1.23: Flusso di Marangoni

Un concetto chiave in questo ambito è la distinzione tra modalità di fusione a conduzione e a keyhole, definita tramite il rapporto tra profondità e larghezza del bagno di fusione: un valore inferiore a 1 indica modalità a conduzione, tipicamente stabile, mentre un valore superiore a 1 indica modalità keyhole, potenzialmente instabile e soggetta a collasso con formazione di porosità[22,23].

Sul piano della qualità superficiale, le superfici prodotte tramite PBF presentano caratteristiche tipiche come spatter, porosità superficiale, balling e cracking, ciascuna caratterizzata da scale dimensionali specifiche che vanno da pochi micrometri a centinaia di micrometri (per le protrusioni sferiche dovute a polvere parzialmente fusa e adesa alla superficie). Queste caratteristiche rendono le superfici prodotte tramite AM sostanzialmente diverse da quelle ottenute con lavorazioni tradizionali, richiedendo filtri di misura dedicati per la valutazione della rugosità superficiale[24].

Per quanto riguarda specificamente il 316L, la ricerca sperimentale dimostra che un'appropriata finestra di parametri di processo consente di ottenere densificazioni fino al 99,9%, con la potenza del laser che risulta il parametro dominante per il controllo della densificazione, mentre la velocità di scansione risulta dominante nel controllo della microstruttura tramite il tasso di raffreddamento imposto al bagno di fusione. Il raffreddamento rapido tipico del processo favorisce la formazione di grani colonnari orientati nella direzione del gradiente termico (generalmente coincidente con la direzione di costruzione) e di sottostrutture cellulari di dislocazioni con dimensione tipica di poche centinaia di nanometri, responsabili in larga parte dell'elevata resistenza meccanica caratteristica del materiale AB rispetto al materiale WR[22].

1.3 L’acciaio inossidabile AISI 316L

1.3.1 Classificazione degli acciai inossidabili

Gli acciai inossidabili sono leghe a base ferro contenenti un tenore rilevante di cromo, spesso accompagnato da altri elementi quali nichel e molibdeno, la cui caratteristica distintiva è l'elevata resistenza alla corrosione a umido (elettrochimica) e all'ossidazione a caldo (corrosione chimica). Secondo la normativa europea EN 10088, un acciaio è definito inossidabile quando presenta un tenore minimo di cromo pari al 10,5%, sebbene nella pratica industriale i valori più comuni si attestino tra il 13% e il 18%, poiché è necessario almeno il 12% di cromo per garantire una discreta resistenza alla corrosione in soluzioni acquose. La resistenza alla corrosione deriva dalla formazione, sulla superficie del materiale, di un sottilissimo film passivo (1-4 nm) costituito prevalentemente da ossidi e idrossidi di cromo, insolubile e ben aderente al substrato, capace di rigenerarsi spontaneamente se danneggiato meccanicamente o chimicamente [25].

Sulla base della microstruttura assunta a temperatura ambiente, gli acciai inossidabili vengono classificati in cinque famiglie principali:

- Martensitici: cromo 11,5-18%, carbonio elevato (0,1-1%); struttura austenitica ad alta temperatura, martensitica dopo tempra; minor resistenza alla corrosione dell'intera famiglia degli inossidabili, a causa della tendenza a formare carburi di cromo.
- Ferritici: cromo tipicamente attorno al 17% (con varianti a basso tenore 11,5-14,5% e alto tenore >18% o superferritici), carbonio molto basso (<0,1%); struttura cubica a corpo centrato stabile dalla solidificazione alla temperatura ambiente, non temprabile.
- Austenitici: cromo 17-18%, nichel 10-12% (eventualmente con molibdeno); struttura cubica a facce centrate stabile a temperatura ambiente grazie all'effetto austenitizzante del nichel, prevalente su quello ferritizzante del cromo; famiglia più diffusa e più resistente al creep grazie al reticolo CFC.
- Austeno-ferritici (Duplex): cromo 22-25%, nichel 4-8%, con presenza di molibdeno; struttura bifasica di austenite e ferrite in proporzioni bilanciate.
- Indurenti per precipitazione: classificati non in base alla microstruttura a temperatura ambiente, ma al meccanismo di rafforzamento (indurimento per precipitazione) conferito da uno specifico trattamento termico.

Per stimare rapidamente la struttura metallurgica risultante dalla composizione chimica complessiva di un acciaio inossidabile, si utilizza il diagramma strutturale di Schaeffler, in figura 19 che pone in ascissa il cromo equivalente (somma pesata degli elementi ferritizzanti: Cr, Mo, Si, Nb) e in ordinata

il nichel equivalente (somma pesata degli elementi austenitizzanti: Ni, C, Mn). Il diagramma è suddiviso in quattro zone corrispondenti alle microstrutture martensitica, ferritica, austenitica e austeno-ferritica[26].

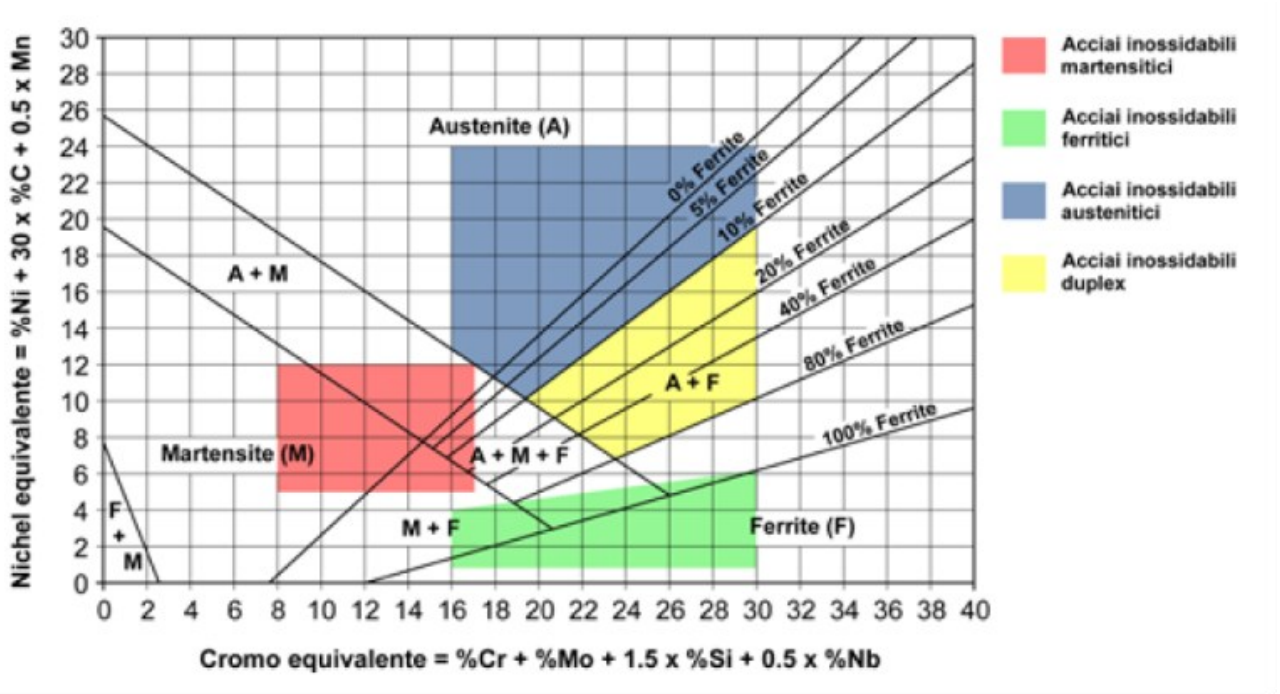


Figura 1.24: Diagramma strutturale di Schaeffler; in evidenza i campi d'esistenza delle quattro principali famiglie degli acciai inossidabili[26]

1.3.2 Acciai inossidabili austenitici

Gli acciai inossidabili austenitici sono leghe Fe-Cr-Ni, spesso arricchite con molibdeno, la cui microstruttura cubica a facce centrate rimane stabile dalla temperatura di solidificazione fino a quella ambiente grazie alla prevalenza dell'effetto austenitizzante del nichel su quello ferritizzante del cromo, tipicamente in composizioni prossime al 17-18% Cr e 10-12% Ni. Questa struttura, priva delle trasformazioni di fase tipiche degli acciai martensitici e ferritici, conferisce al materiale un'elevata duttilità intrinseca, buona tenacità anche a basse temperature e assenza di temprabilità, per cui l'incremento di resistenza meccanica può derivare solo da incrudimento, affinamento della microstruttura o, in leghe specifiche, da precipitazione controllata[26].

Inoltre gli acciai inossidabili austenitici, grazie alla loro struttura cubica a facce centrate, rappresentano la scelta preferenziale per applicazioni ad alta temperatura, offrendo una buona resistenza all'ossidazione in aria. Tuttavia, per esposizioni prolungate nell'intervallo 425-870°C si manifesta il rischio di sensibilizzazione, ovvero la precipitazione di carburi di cromo ai bordi di grano con conseguente impoverimento locale di cromo e perdita di resistenza alla corrosione intergranulare; per questo motivo si privilegiano generalmente le varianti a basso tenore di carbonio, segnalati dal

suffisso L. Dal punto di vista normativo, la norma europea UNI EN 10269-13 disciplina le proprietà meccaniche degli acciai austenitici fino a circa 500°C, oltre la quale i soli valori di snervamento e resistenza a trazione, che decrescono progressivamente con la temperatura, non sono più sufficienti a garantire un dimensionamento affidabile. Superata questa soglia, che corrisponde approssimativamente al 49% della temperatura assoluta di fusione, il creep diventa il meccanismo di degrado dominante. Gli acciai austenitici trovano così largo impiego in collettori di scarico, forni industriali, scambiatori di calore e impianti chimico-petrolchimici, contesti in cui la combinazione di temperatura elevata e ambiente aggressivo richiede un equilibrio tra resistenza a caldo e resistenza alla corrosione che nessun'altra famiglia di acciai inossidabili è in grado di garantire allo stesso livello[27,28].

1.3.3 L'acciaio 316L

L'AISI 316L, la cui composizione Cr-Ni-Mo ha carbonio ridotto (≤0,03%), nasce per limitare la formazione di carburi di cromo intergranulare nell'intervallo critico 450-900°C, preservando così sia la resistenza alla corrosione generale sia, in particolare, quella nei confronti di pitting e crevice grazie al contributo del molibdeno. Quando il 316L viene prodotto mediante LPBF, questo quadro si complica ulteriormente: la rapidità dei cicli termici di fusione e solidificazione introduce una sottostruttura cellulare non presente nel materiale convenzionale, con pareti di dislocazioni e, in molti casi, di precipitati di ossido, che agisce da ulteriore meccanismo di rafforzamento rispetto alla sola matrice austenitica.

Composizione chimica secondo EN-10269								
C%	Si%	Mn%	P%	S%	Cr%	Ni%	N%	Mo%
≤ 0,03	≤ 1,00	≤ 2,00	0,045	0,015	16,5-18,5	10,0-13,0	≤ 0,10	2,0-2,5

***Tabella 1.2**: Composizione chimica dell'acciaio AISI 316L[28].*

Proprietà meccaniche

Materiale trattato termicamente EN 10088-3: 2005 in condizione 1C, 1E, 1D, 1X , 1G, 2D

sezione		Prova di trazione a +20 °C							
mm		**R**	**Rp** 0.2	**A%**	**A%**	**Kv** +20 °C	**Kv** +20 °C	**HB** a)	
oltre	fino a	N/mm²	N/mm² min	min (L)	min (T)	J min (L)	J min (T)	max	
	160	500-700	200	40		100		215	+AT solubilizzato
160	250	500-700	200		30		60	215	+AT solubilizzato

a) solo per informazione. (L) = longitudinale (T) = trasversale

Figura 1.25: Proprietà meccaniche e trattamenti termici dell'AISI 316L[26].

1.3.4 Disponibilità sul mercato e applicazioni del 316L in Additive Manufacturing

L'acciaio AISI 316L rappresenta oggi una delle polveri metalliche più diffuse e commercialmente mature nel panorama dell'Additive Manufacturing, prodotta e distribuita da un ampio numero di fornitori internazionali, dai grandi produttori siderurgici specializzati fino a rivenditori dedicati esclusivamente al settore additivo. Sul mercato la polvere viene proposta in diverse classi granulometriche, tipicamente comprese tra 25-45 μm o superiori, con le frazioni più fini destinate a processi Powder Bed Fusion, mentre le frazioni più grossolane vengono impiegate nella metallurgia delle polveri tradizionale.

In ambito medicale e odontoiatrico, il materiale viene impiegato per la realizzazione di dispositivi impiantabili, strumentazione chirurgica e componenti protesici, sfruttando la possibilità di ottenere geometrie reticolari e porose non realizzabili con le tecnologie sottrattive tradizionali. Nel settore chimico, petrolchimico e del trattamento delle acque, il 316L LPBF trova impiego nella produzione di componenti per valvole, raccordi e parti a contatto con fluidi aggressivi, dove la resistenza al pitting e al crevice conferita dal molibdeno risulta determinante. Applicazioni ulteriori riguardano la realizzazione di attrezzature, dime e maschere per l'industria automobilistica, la produzione di parti funzionali e prototipi funzionali per il settore impiantistico, nonché componenti per l'industria della gioielleria, ambito in cui il 316L è apprezzato per l'ottima finitura superficiale ottenibile e la resistenza alla corrosione in condizioni di contatto prolungato con la pelle. In ambito sperimentale e di ricerca, infine, i campioni in 316L ottenuti per fusione laser vengono correntemente utilizzati per la caratterizzazione microstrutturale e meccanica del materiale, incluse le prove di creep, di fatica e di trazione a caldo che costituiscono l'oggetto della presente trattazione.

1.4 Trattamenti termici dell'acciaio AISI 316L WR e AM

Gli acciai austenitici non vengono normalmente sottoposti a tempra e rinvenimento allo scopo di aumentare la resistenza meccanica, poiché non presentano una trasformazione di fase utile all'indurimento durante il raffreddamento. Il loro rafforzamento avviene principalmente per incrudimento a freddo, mentre i trattamenti termici servono soprattutto a ripristinare duttilità dopo deformazione, ridurre le tensioni residue, omogeneizzare la microstruttura e ristabilire la resistenza alla corrosione. Il trattamento di solubilizzazione consiste nel riscaldamento a temperatura elevata, tale da dissolvere i carburi, seguito da raffreddamento rapido; è impiegato per contrastare la sensibilizzazione, cioè la precipitazione di carburi ricchi di Cr ai bordi di grano quando il materiale permane tra circa 425 e 870°C. Tale precipitazione impoverisce di cromo le zone adiacenti ai bordi e rende il materiale suscettibile a corrosione intergranulare. Il rischio si riduce anche limitando il carbonio, come nei gradi "L", oppure stabilizzando la lega con elementi forti formatori di carburi quali Ti, Nb o Ta; nei gradi ad alto Cr e Mo va inoltre evitata la permanenza nell'intervallo 750–850°C, favorevole alla formazione della fragile fase σ[27].

1.4.1 Trattamenti termici del 316L WR

Nel 316L WR (Wrought, cioè da lavorazione plastica) ottenuto mediante laminazione o altre lavorazioni tradizionali, la solubilizzazione è il trattamento principale per ripristinare una matrice austenitica omogenea. Essa favorisce la dissoluzione di carburi e precipitati, riduce gli effetti dell'incrudimento e delle tensioni residue e viene generalmente eseguita tra 1040 e 1175 °C, seguita da un raffreddamento rapido per minimizzare la riprecipitazione di carburi di cromo durante il passaggio nell'intervallo termico critico. Un ciclo attorno a 1100 °C favorisce la ricristallizzazione della struttura deformata, con formazione di grani austenitici equiassici, riduzione della densità di dislocazioni e comparsa di *annealing twins*. Un aumento del tempo di permanenza può tuttavia causare crescita del grano e diminuzione della durezza, soprattutto se il materiale di partenza è stato sottoposto a intensa deformazione plastica.

Non si esegue un successivo invecchiamento in quanto può indurre sensibilizzazione, in particolare per esposizioni prolungate. Tale fenomeno è associato alla precipitazione di fasi ricche in Cr, Mn e Mo lungo i bordi di grano e alla conseguente impoverimento locale di cromo nelle zone circostanti; tali regioni risultano meno capaci di mantenere uno strato passivo stabile e quindi più suscettibili alla corrosione intergranulare. Il basso contenuto di carbonio del 316L limita, ma non elimina completamente, questo rischio[19,29].

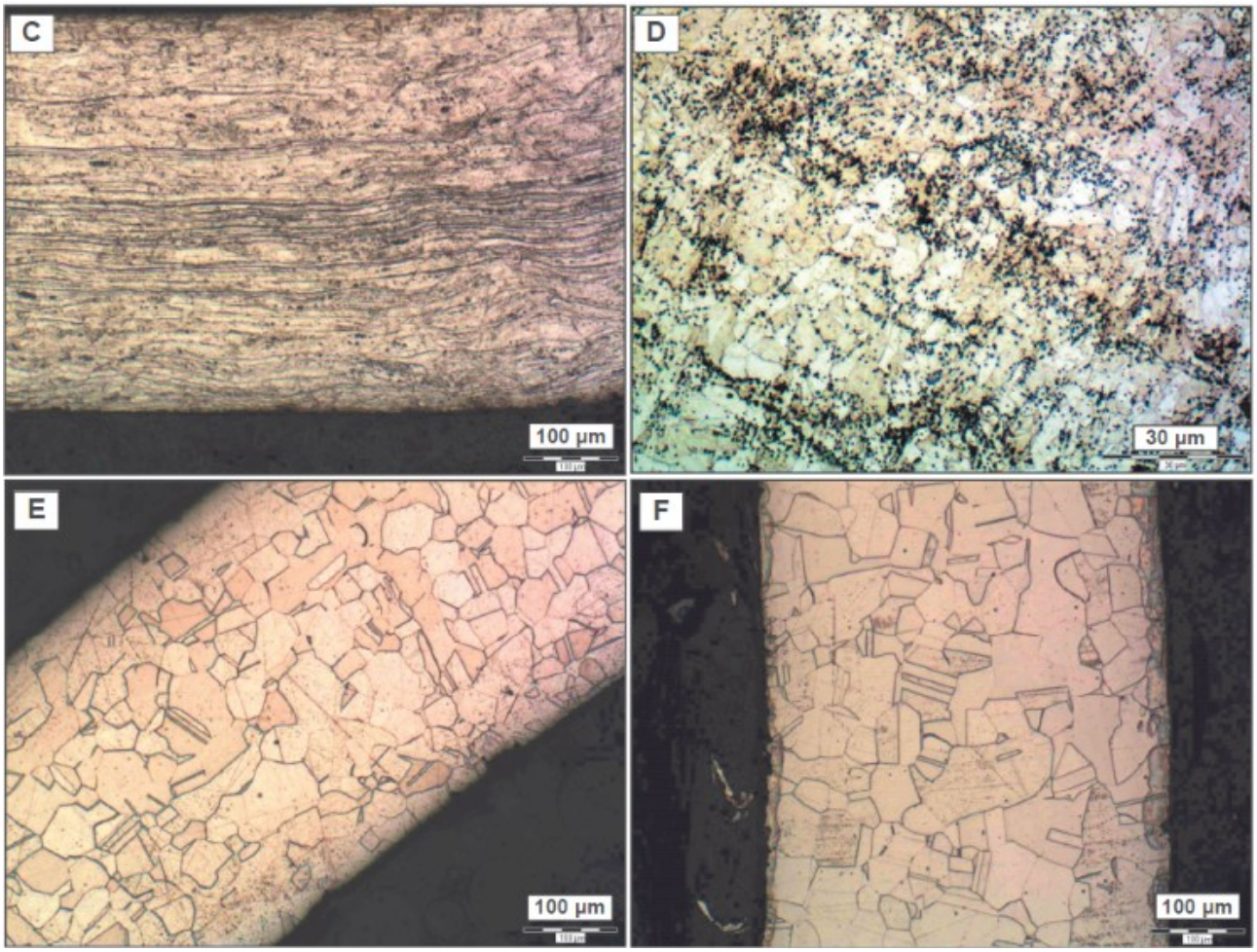


Figura 1.26: Campioni di 316L WR prima e dopo processo di annealing a 1100°C per 20 minuti[29].

1.4.2 Trattamenti del 316L LPBF

Il 316L LPBF richiede una valutazione termica specifica, AB presenta una microstruttura fortemente lontana dall'equilibrio causata dalle elevate velocità di solidificazione. Essa è caratterizzata da grani spesso colonnari, celle estremamente fini, elevata densità di dislocazioni, segregazione degli elementi di lega ai bordi cellulari e tensioni residue associate ai rapidi cicli termici del processo. Le celle, tipicamente dell'ordine di alcune centinaia di nanometri, e la fitta rete di dislocazioni contribuiscono in modo sostanziale all'elevata resistenza del materiale AB.

Ricotture a temperatura moderata possono preservare queste caratteristiche e, in alcuni casi, incrementare ulteriormente la resistenza. Dopo un trattamento a 400 °C per 1 h, la struttura cellulare e l'elevata densità di dislocazioni rimangono sostanzialmente stabili; contemporaneamente, la precipitazione di silicati nanometrici ricchi in Si-O-Mn contribuisce al rafforzamento per meccanismo di Orowan. In tali condizioni, la tensione di snervamento può aumentare da circa 586 a 642 MPa, con una riduzione contenuta dell'allungamento uniforme.

All'aumentare della temperatura di ricottura, la stabilità della sottostruttura diminuisce. A 800 °C per 1 h, la configurazione delle celle e delle dislocazioni viene significativamente modificata e parte dei

precipitati tende a dissolversi; la conseguenza è una riduzione della durezza e della tensione di snervamento, che può scendere fino a circa 482 MPa. È quindi importante conservare, quando richiesto dall'applicazione, la struttura cellulare indotta dalla rapida solidificazione, poiché essa costituisce una delle principali sorgenti di resistenza del 316L LPBF.

Trattamenti più severi, condotti a temperature elevate e per tempi prolungati, favoriscono il rilassamento delle tensioni residue e il recupero della microstruttura, ma comportano anche la perdita progressiva delle caratteristiche peculiari dello stato AB. La riduzione della densità di dislocazioni, la dissoluzione della sottostruttura cellulare e la crescita dei grani tendono pertanto a ridurre durezza, resistenza meccanica e resistenza all'usura[4,19,30–32].

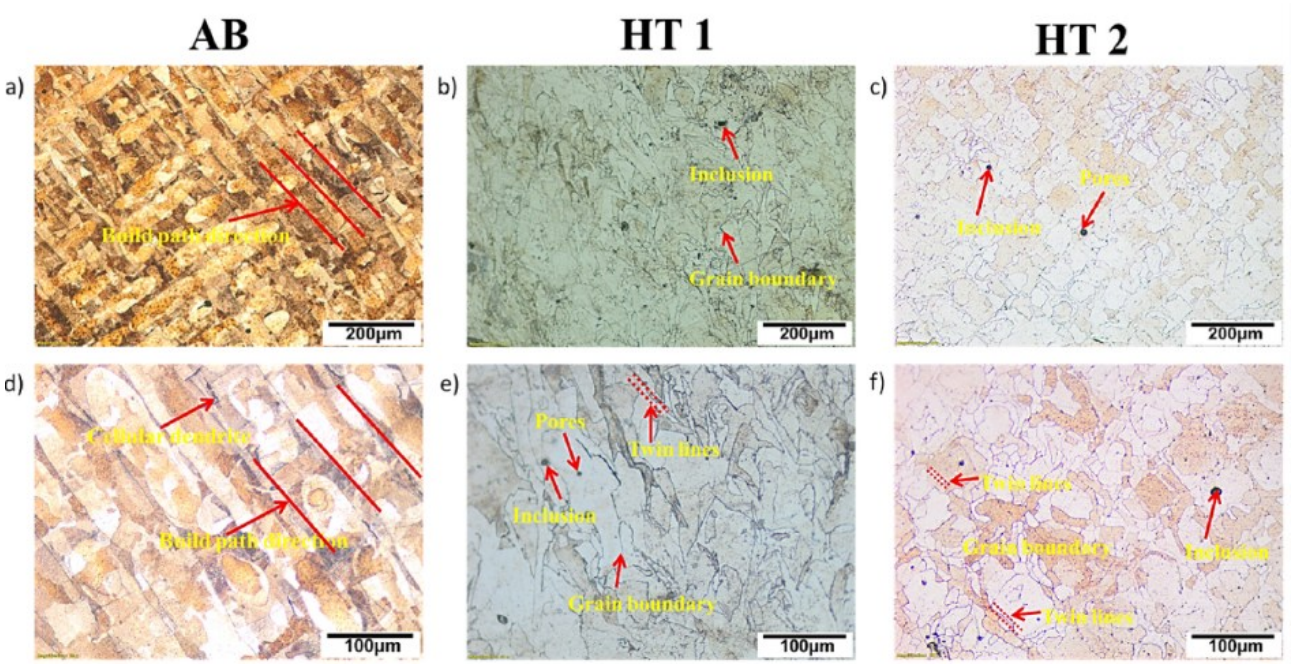


Figura 1.27: Microstruttura del 316L LPBF allo stato AB, solubilizzato a 870°C per 4 ore (HT1) e a 1200°C per 4 ore (HT2). In quest'immagine è anche possibile apprezzare la presenza di difetti causati dal processo di stampa

2 Materiali e metodi

Nel presente paragrafo vengono dettagliate le diverse procedure seguite per l'esecuzione delle prove sui campioni di AISI 316L ottenuti per Additive Manufacturing e successivamente trattati termicamente a 1050 °C per 120 minuti e raffreddati in aria.

Le prove di creep sono state effettuate a carico costante a 600 e 650°C; i test sono generalmente stati interrotti con la rottura del campione oppure, in alcune delle prove, l'analisi viene interrotta quando il campione è giunto nello stadio terziario del creep.

La microstruttura della lega stampata è stata studiata mediante microscopia ottica e a scansione elettronica. L'evoluzione delle proprietà meccaniche influenzate dall'esposizione ad alta temperatura è stata quantificata mediante un profilo di misurazioni di durezza Vickers, effettuate lungo il tratto utile e sulle spalle di ogni campione.

2.1 Stampa del campione

I provini sono stati realizzati con le stampanti presenti all'interno del DIISM.
La velocità di scansione è stata di 800 mm/s mentre la potenza del laser di 240 W. Lo spessore dello strato di polvere depositato a ciascun passaggio è stato pari a 30 µm.
Questi tre parametri — potenza del laser, velocità di scansione e spessore dello strato — rappresentano le variabili di processo primarie nella tecnologia LPBF, poiché concorrono direttamente alla definizione della densità di energia volumetrica fornita al letto di polvere secondo l'Eq. 1.6, e determinano di conseguenza il comportamento del bagno di fusione, il grado di densificazione ottenibile e le caratteristiche microstrutturali del componente finale. Una potenza laser e una velocità di scansione adeguatamente bilanciate, unite a uno strato di polvere sufficientemente sottile, favoriscono infatti una fusione stabile e continua del materiale, limitando la formazione di difetti quali porosità da mancata fusione o instabilità del bagno fuso, coerentemente con quanto discusso nel Capitolo 1 riguardo alla qualità del processo LPBF per l'acciaio AISI 316L.

2.2 Prova di creep

Al termine del processo di Additive Manufacturing, i campioni presentano una superficie caratterizzata da una rugosità relativamente elevata e da possibili irregolarità locali. Qualora non opportunamente lavorata, tale condizione superficiale potrebbe influenzare negativamente le prestazioni del materiale durante la prova di creep, favorendo la presenza di concentrazioni di tensione e alterando la risposta meccanica del provino. Per questo motivo, prima dell'esecuzione delle prove di creep, i campioni sottoposti a trattamento termico sono stati interessati da una fase di finitura superficiale, finalizzata a ottenere una superficie sufficientemente regolare e idonea alla sperimentazione.

Una volta raggiunta la finitura superficiale richiesta, ciascun provino è stato sottoposto a controllo dimensionale prima dell'installazione nella macchina di prova. Le dimensioni del tratto utile e le relative tolleranze dimensionali sono state definite in modo da garantire una distribuzione della tensione quanto più uniforme possibile nella sezione utile del campione, riducendo al contempo l'influenza delle tensioni localizzate in corrispondenza delle teste del provino.

Nella Figura 2.1 viene riportata la rappresentazione 2D e 3D del campione utilizzato nella prova di creep con le relative misure.

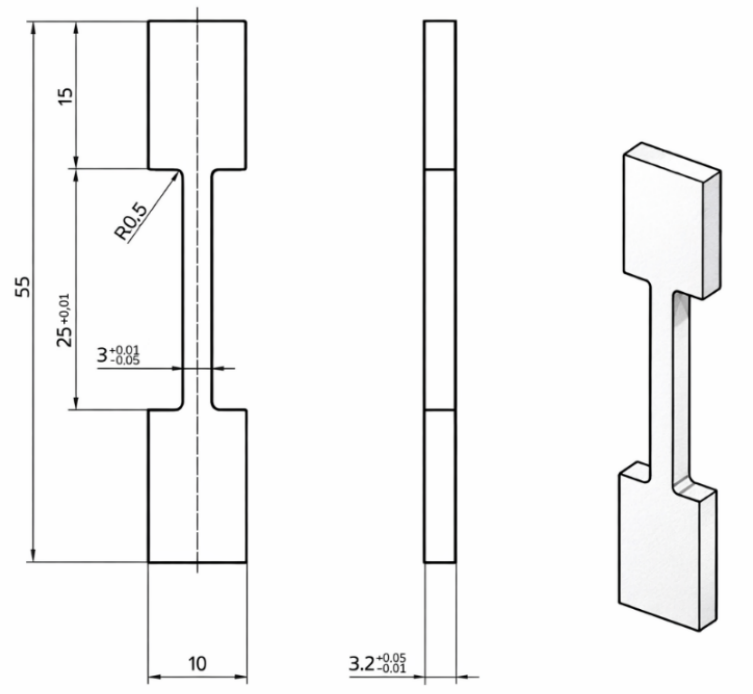


***Figura 2.1**: Rappresentazione del campione utilizzato durante le prove di creep.*

Terminata la fase di misurazione, il campione viene inserito all'interno della macchina per prove di creep situata presso il laboratorio dell'Università Politecnica delle Marche. Una volta posizionato correttamente il provino, il forno a muffola viene riportato nella posizione di esercizio e viene applicato il carico previsto per la prova. Le condizioni sperimentali adottate, in termini di temperatura e tensione applicata, sono riportate nella Tabella 2.1:

Campione	Temperatura [°C]	Tensione[MPa]
A	600	180-240
B	600	300-350
C	600	330-350
D	650	170
E	650	200
F	650	270-306

***Tabella 2.1**: Condizioni di prova per ogni campione analizzato*

Al termine della misurazione del campione, si procede al suo inserimento all'interno della macchina; nella Figura 2.2 viene riportata la macchina da creep utilizzata per il presente lavoro di tesi, e situata all'interno del laboratorio dell'università.



(a) *(b)*

***Figura 2.2**: Campione inserito in macchina (a) e forno a muffola chiuso e pronto per iniziare la prova di creep (b)*

Una volta inserito il campione, si procede alla chiusura della macchina riportando il forno a muffola in posizione e si procede con l'applicazione del carico per la prova.
Durante la prova di creep sono presenti delle termocoppie di tipo K, che permettono di monitorare costantemente la temperatura all'interno del forno, che circonda il campione durante la prova. Inoltre grazie alla presenza di sensori *Linear Variable Differential Transformer* LVDT è possibile avere una misura costante dell'allungamento del campione durante la prova, tutti questi dati poi vengono raccolti all'interno del foglio di calcolo di Excel ed elaborati, i dati elaborati sono riportati nel Capitolo 3 della presente trattazione. In Figura 2.3 un campione giunto al termine della prova di creep.



***Figura 2.3**: Provino giunto a rottura dopo la prova di creep.*

2.2.1 Elaborazione delle curve di creep

Dalle prove di creep sono stati acquisiti i dati sperimentali necessari all'analisi della risposta del materiale. A partire da tempo [s] e allungamento [mm], è stata calcolata la deformazione ε dividendo l'allungamento per la lunghezza del tratto utile, di valore L0=25mm:

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L0} \tag{2.1}$$

A seguire è stata calcolata la velocità di deformazione istantanea [s^{-1}] dividendo la deformazione per il tempo. Tuttavia, questa misura non riflette completamente il comportamento del materiale sotto carico a lungo termine, quindi si è optato per il calcolo di una velocità di deformazione mediata:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\Delta \varepsilon}{\Delta t} \tag{2.2}$$

Attraverso questi dati, sono stati ricavati i grafici più importanti per analizzare la risposta del materiale nelle diverse condizioni allo scorrimento viscoso, ovvero:

- velocità di deformazione – tempo;
- velocità di deformazione – deformazione;

rappresentate in scala semilogaritmica.

Successivamente, per ogni prova, è stato individuato il valore minimo della velocità di deformazione. Tale valore è stato utilizzato per costruire il grafico bilogaritmico che illustra la velocità minima di deformazione in funzione della tensione. A partire da questo grafico è stato a sua volta determinato il coefficiente di creep (n) del materiale. Con riferimento all'equazione costitutiva (1.2), essa può essere semplificata una volta che la temperatura è fissata per tutti i provini. In questo caso, tutti i termini che non variano vengono inglobati in una singola costante, creando così un'equazione (legge di Norton, Eq. 1.3) che permette di determinare n in modo sperimentale:

$$\dot{\varepsilon}_{SS} = A(T)\sigma^{n(T)} \tag{2.3}$$

Inoltre è stato ricavato il valore dell'energia di attivazione Q attraverso il grafico della velocità minima di deformazione in funzione dell'inverso della temperatura. Determinato l'esponente -Q/R delle curve graficate, è stato sufficiente dividerlo per -R. Il valore di Q ci permette di identificare l'energia necessaria ad innescare i fenomeni causa del creep quali diffusione e conseguente *climb* delle dislocazioni.

2.3 Prove metallografiche

2.3.1 Preparazione

Una volta terminata la prova di creep avviene la preparazione del campione per le prove metallografiche. Per i campioni che non sono stati portati a rottura, avviene una troncatura lungo la linea di strizione e una delle due parti ottenute viene analizzata.
I campioni ottenuti subiscono quindi la preparazione effettiva che è eseguita in diverse fasi quali:

- L'inglobamento in resina fenolica;
- La lucidatura mediante lappatura su carte abrasive in carburo di silicio;
- La pulizia finale del campione.

La fase di inglobamento viene eseguita tramite una Struers LaboPress-1 (Fig. 2.4). I campioni sono stati posizionati nella sede superiore del pistone e, successivamente all'abbassamento dello stesso, ricoperti con resina fenolica/acrilica in forma granulare per facilitare l'inglobamento in pressa. La macchina viene impostata ad una temperatura di 150°C ed un carico di 25kN. Completata la fase di carico della macchina si avvia il ciclo di inglobamento per 8 minuti; al termine il campione viene raffreddato all'interno della camera di polimerizzazione mediante la circolazione di acqua e si ottiene il campione inglobato e pronto a subire le successive lavorazioni.



***Figura 2.4**: Macchina per inglobatura*

Successivamente i campioni vengono lucidati con una lappatrice (Figura 2.5) utilizzando carte abrasive al carburo di silicio (SiC) di diversa granulometria, in presenza di acqua, allo scopo di evitare che aumenti la temperatura nel campioni e si producano trattamenti termici indesiderati. Le carte sono classificate secondo una normativa internazionale in base alla densità media dei grani abrasivi: numeri più bassi indicano carburi più grossolani, che producono solchi più profondi, mentre numeri più elevati corrispondono a grane più fini, che riducono progressivamente la rugosità superficiale In particolare, il numero usato corrisponde al numero di maglie che un setaccio, usato per separare la polvere abrasiva, ha per pollice quadrato. In particolare, i numeri di grana vengono classificati dalla normativa ISO 6344-3 vanno da 250 a 5000 microgrit, corrispondenti ad una dimensione delle particelle che va da 58,5 μm a 2,7 μm[33].

I gradi scelti per la fase di lucidatura sono stati 600, 1200, 2000 e 4000. Questo approccio graduale permette di ottenere una finitura adeguata, minimizzando difetti superficiali che potrebbero influenzare l'esito della prova di creep. In questa fase è fondamentale ruotare il provino di 90° ad ogni cambio di carta abrasiva, al fine di distinguere i segni residui della fase precedente e garantire una completa rimozione delle irregolarità superficiali.



***Figura 2.5**: Lucidatrici utilizzate per la lavorazione dei campioni; a sinistra i primi due piatti per la prima sgrossatura superficiale, a destra i due piatti di finitura.*

Al termine della lucidatura sui piatti si procede alla lucidatura finale, per ottenere una finitura superficiale a specchio mediante l'utilizzo di un panno abrasivo e pasta diamantata a dimensione micrometrica decrescente, riportato nella Figura 4.6.



***Figura 2.6**: : Lucidatrice a panno micrometrico*

2.3.2 Microscopia ottica

Al termine della fase di lucidatura, i campioni sono pronti per l'analisi della microstruttura. Successivamente, i campioni sono stati sottoposti ad attacco chimico. Questo passaggio serve a mettere in evidenza la microstruttura del provino mediante un reagente chimico che si deposita ai bordi di grano. La soluzione utilizzata è composta da 15 ml di acido cloridrico, 10 ml di acido acetico e 10 ml di acido nitrico. L'attacco viene eseguito applicando localmente il reagente mediante l'uso di

un cotton fioc (questa tecnica è chiamata swab) e può durare da una decina di secondi fino ad alcuni minuti, in base alle condizioni operative, conformemente a ASTM E407-23[34].

Il tempo di attacco è generalmente un compromesso tra dettagli e contrasto; con bassi tempi si riescono a rivelare maggior dettagli della microstruttura, mentre con tempi elevati si ottiene un maggiore contrasto.

Per analizzare nel dettaglio la zona in prossimità della rottura ed osservare la microstruttura, è stato utilizzato un microscopio ottico invertito Leica DMi8, Figura 2.7. In questa configurazione, gli obiettivi e il sistema di illuminazione in luce riflessa sono posizionati al di sotto del piano di appoggio del campione, mentre l'osservazione avviene dall'alto attraverso gli oculari, oppure direttamente in digitale dallo schermo del computer. Le acquisizioni delle immagini sono state fatte a più ingrandimenti, in particolare a 25x, 50x, 100x e 200x.



***Figura 2.7**: Microscopio invertito Leica DMi8 utilizzato.*

Per quanto riguarda il SEM è stato utilizzato uno Zeiss Supra 40 equipaggiato con strumentazione per microanalisi EDS Bruker Quanta Z200.

2.4 Analisi di durezza

Al termine dell'analisi della microstruttura, si procede allo studio della durezza; questa fase risulta essere molto importante in quanto permette di quantificare l'evoluzione delle proprietà meccaniche dovuta all'esposizione ad alta temperatura. Per tale studio sono state effettuate misurazioni di durezza Vickers, lungo il tratto utile e sulla testa del campione.

Per lo studio della durezza si è svolta la prova Vickers, la quale consiste in un penetratore piramidale (con angolo al vertice di 136°) viene spinto in un campione con un carico di prova definito. Dopo l'analisi in microscopia ottica, viene eseguita la prova di durezza Vickers attraverso un durometro di ultima generazione Qness 60 A+ EVO, mostrato in Figura 2.8.

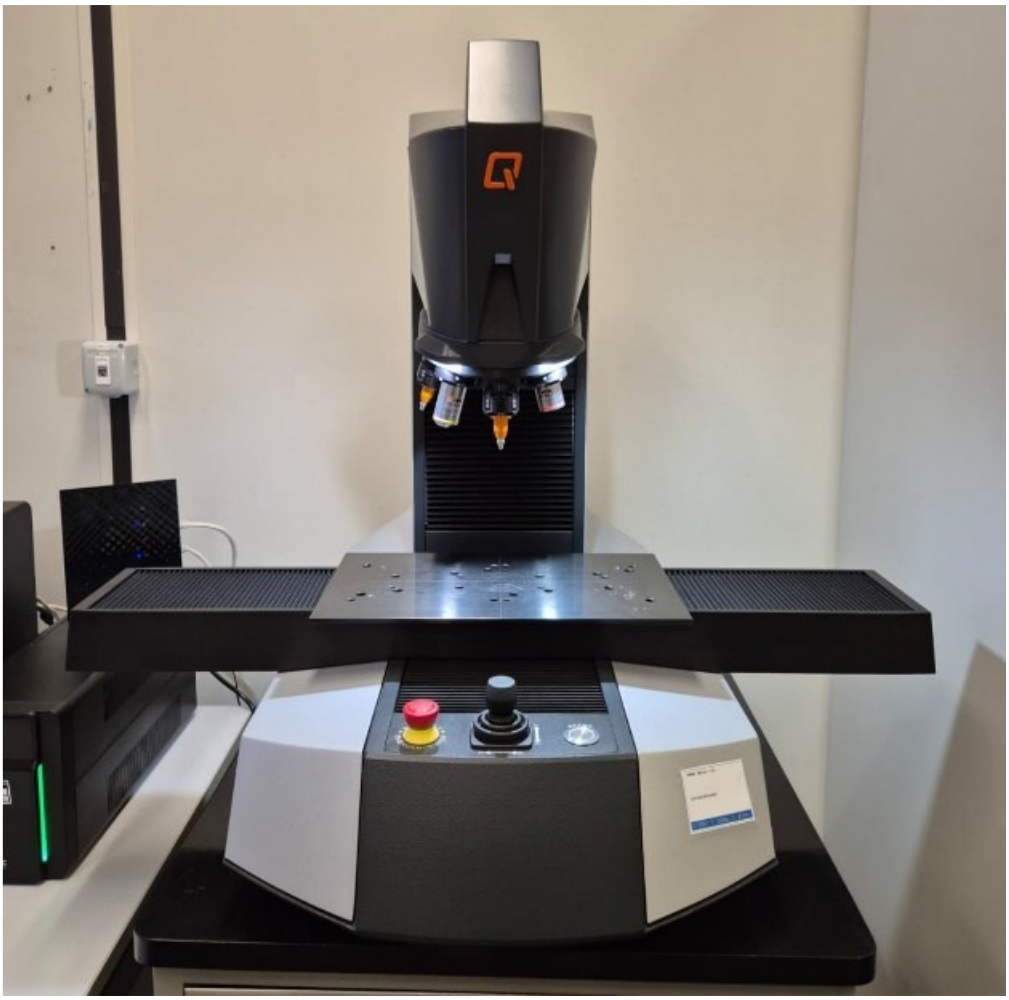


***Figura 2.8**: Durometro Qness 60 A+ EVO utilizzato.*

Lo scopo della prova è valutare la resistenza locale alla deformazione plastica del campione, mettendo in evidenza le differenze in termini di durezza fra la testa e il tratto utile. La prova prevede l'utilizzo

di una forza predeterminata di un valore x di newton, lasciata in pressione sul campione per un tempo stabilito, e successivamente consiste nella misura delle diagonali lasciate dall'impronta piramidale.
Il valore di microdurezza HV può essere ricavato misurando le diagonali dell'impronta attraverso l'equazione:

$$HV = 1.854\frac{F}{d^2} \tag{2.4}$$

dove F rappresenta il carico applicato durante la prova, espresso in newton, mentre d è la lunghezza media delle diagonali dell'impronta, misurata in millimetri. Le diagonali dell'impronta sono misurate attraverso un microscopio ottico montato sulla stessa macchina di prova.
La Figura 2.9 mostra il setup della prova: le impronte sono disposte a partire da una distanza di 1 mm dall'estremità sinistra della testa e distanziate di 0,7 mm l'una dall'altra rispetto al centro. Prima di avviare la prova, il software del durometro ha permesso di esaminare ogni impronta singolarmente, con un ingrandimento di 50x. In caso di sovrapposizione su difetti microstrutturali, le impronte sono state spostate manualmente. La forza applicata è di 0,3 N e il tempo di permanenza dell'impronta è di 10 secondi.

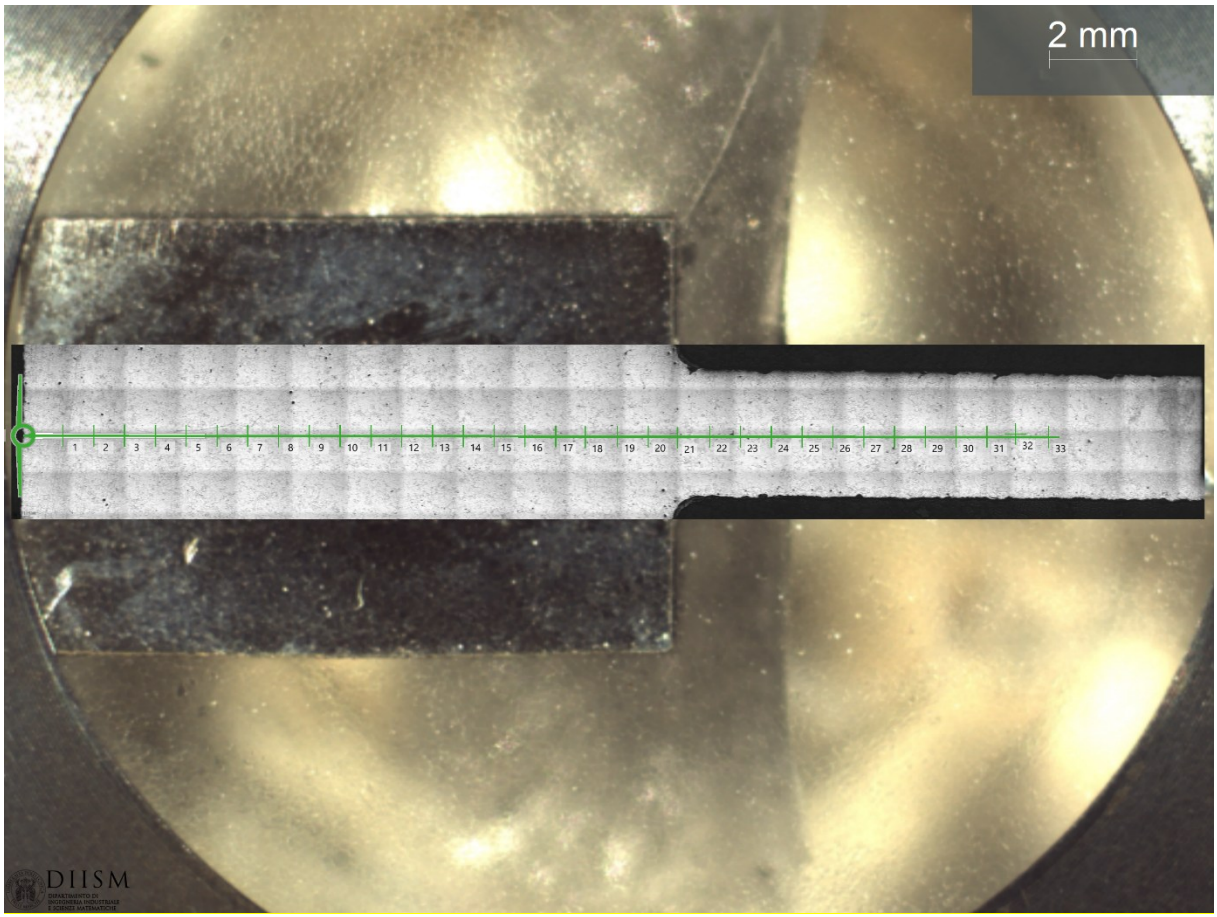


***Figura 2.9**: Setup della prova di durezza.*

Al termine della prova, le diagonali delle impronte vengono calcolate automaticamente dal sistema analisi di immagine integrato nel durometro che fornisce direttamente i valori di microdurezza

sfruttando le differenze di contrasto tra la superficie del metallo e la superficie sfondata dall'impronta, che apparirà con un profilo quadrato o romboidale e di colore nero. Questo processo consente di ridurre significativamente i tempi di analisi.

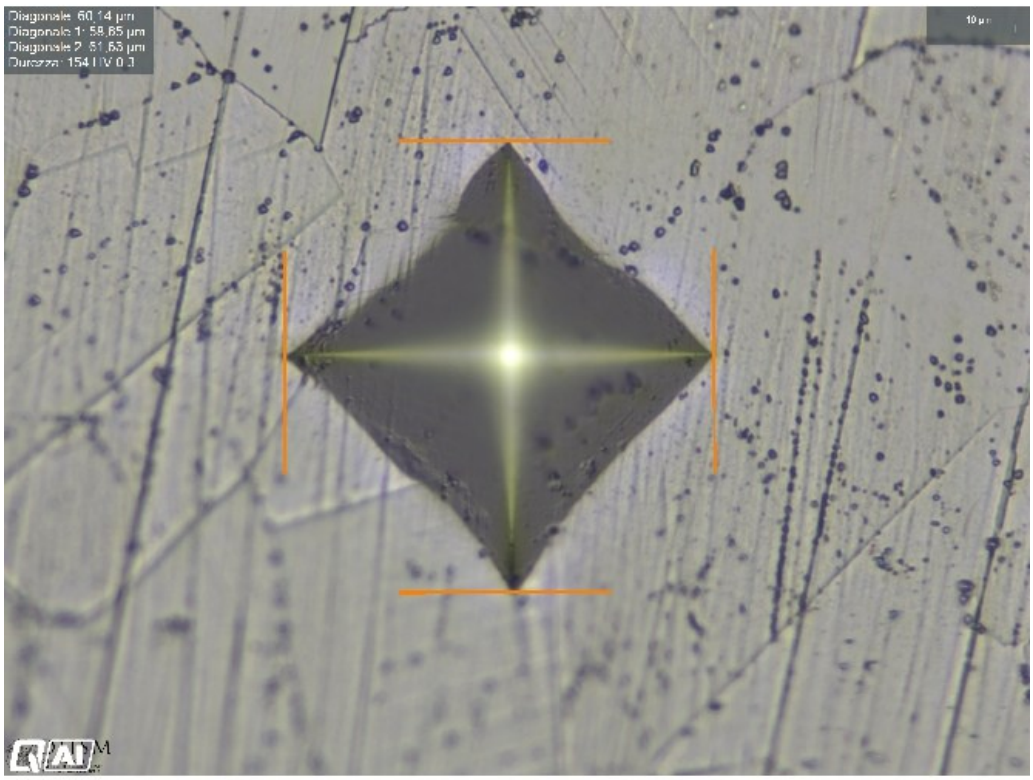


***Figura 2.10**: Esempio di impronta lascia dal penetratore Vickers.*

Una volta determinata la misura media delle diagonali dell'impronta lasciata dal penetratore, il valore è stato riportato all'interno del foglio di calcolo di Excel e vengono determinati i diversi valori di durezza HV. Sono state effettuate diverse misurazioni su ogni campione dello stesso provino (spalla e tratto utile) in modo tale da avere un profilo di durezza sull'intero campione. Nel capitolo successivo verranno analizzati i valori di durezza ottenuti nella prova.

3 Risultati sperimentali

In questo capitolo vengono presentati e discussi i risultati sperimentali ottenuti dalle prove di creep condotte sull'acciaio inossidabile AISI 316L prodotto mediante Laser Powder Bed Fusion. L'analisi è finalizzata a evidenziare l'influenza del trattamento termico sulla risposta del materiale alle elevate temperature e ai carichi costanti applicati.

In una prima fase vengono analizzati i campioni prodotti mediante LPBF e successivamente sottoposti a trattamento di solubilizzazione. Successivamente vengono presentati i risultati relativi ai campioni LPBF nello stato *as built*, ovvero non sottoposti a trattamento termico dopo il processo di fabbricazione additiva. Infine, i risultati ottenuti per i campioni prodotti mediante LPBF vengono confrontati con materiale AISI 316L wrought ricotto.

Per ciascuna condizione di materiale vengono dapprima esaminate le curve di allungamento in funzione del tempo e della deformazione, ottenute alle temperature di prova di 600 °C e 650 °C e ai diversi livelli di tensione applicata. Successivamente, vengono confrontate le velocità minime di creep ricavate dalle curve sperimentali, con l'obiettivo di descrivere l'effetto della temperatura, della tensione e della condizione microstrutturale sulla resistenza allo scorrimento viscoso del 316L. L'analisi delle curve è infine collegata alle osservazioni metallografiche e alle misure di microdurezza, presentate nelle sezioni successive del capitolo.

3.1 Curve di creep

3.1.1 Campioni solubilizzati

Di seguito sono riportati i parametri di prova applicati ai campioni solubilizzati: in Tab. 3.1 quelli che hanno svolto la prova a 600°C e in Tabella 3.2 quelli che hanno svolto la prova a 650°C. Per maggiore chiarezza i campioni sono stati nominati da A ad M.

Campione	A	B	C	D	E	F
Temperatura [°C]	600	600	600	600	600	600
Tensione Applicata [MPa]	183→240	200	220	270	300	330→350
Tempo di prova [h]	980,6	275	403,2	73,1	30	3,5
Velocità minima di deformazione [s^{-1}]	3×10^{-8}	2×10^{-7}	$6{,}5 \times 10^{-7}$	$4{,}31 \times 10^{-6}$	$3{,}32 \times 10^{-5}$	$9{,}28 \times 10^{-5}$

***Tabella 3.1**: Campioni sottoposti a creep a 600°C.*

Campione	G	H	I	L	M
Temperatura [°C]	650	650	650	650	650
Tensione Applicata [MPa]	130→150	170	200	240	270→306
Tempo di prova [h]	1150,3	334,4	95,4	6,4	3,9
Velocità minima di deformazione [s^{-1}]	$1{,}21 \times 10^{-7}$	$9{,}58 \times 10^{-7}$	$3{,}75 \times 10^{-6}$	$8{,}75 \times 10^{-5}$	$1{,}03 \times 10^{-4}$

***Tabella 3.2**: Campioni sottoposti a creep a 650°C.*

Le curve sperimentali mostrano il tipico comportamento associato al creep negli acciai inossidabili austenitici sottoposti a carico costante e ad alta temperatura. Dopo l'applicazione del carico è osservabile una deformazione iniziale, seguita da un tratto nel quale la velocità di allungamento diminuisce progressivamente. Tale fase può essere associata al creep primario, durante il quale i fenomeni di incrudimento e l'interazione tra dislocazioni tendono inizialmente a ostacolare l'ulteriore deformazione del materiale.

Con il proseguimento della prova, la pendenza della curva tende a ridursi fino a raggiungere un valore minimo o quasi costante. Questo intervallo corrisponde al creep secondario, ovvero alla fase nella quale la velocità di deformazione risulta approssimativamente stazionaria per effetto dell'equilibrio tra i fenomeni di incrudimento e i processi di recupero termicamente attivati. Infine, si osserva un incremento della pendenza delle curve, indicativo dell'ingresso nello stadio terziario del creep. In questa fase la deformazione accelera a causa della localizzazione del danno, della progressiva riduzione della sezione resistente e dell'eventuale formazione e crescita di cavità o microcricche.

È possibile osservare come il tempo che il campione impiega per raggiungere il creep terziario è indice della sua resistenza allo scorrimento viscoso, cioè del tempo necessario a formare i microdanneggiamenti interni e a causare la loro crescita e coalescenza.

Si riportano ora in Fig. 3.1 e 3.2 le curve bilogaritmiche velocità di deformazione-tempo e velocità di deformazione-deformazione ottenute testando i provini a 600 °C.

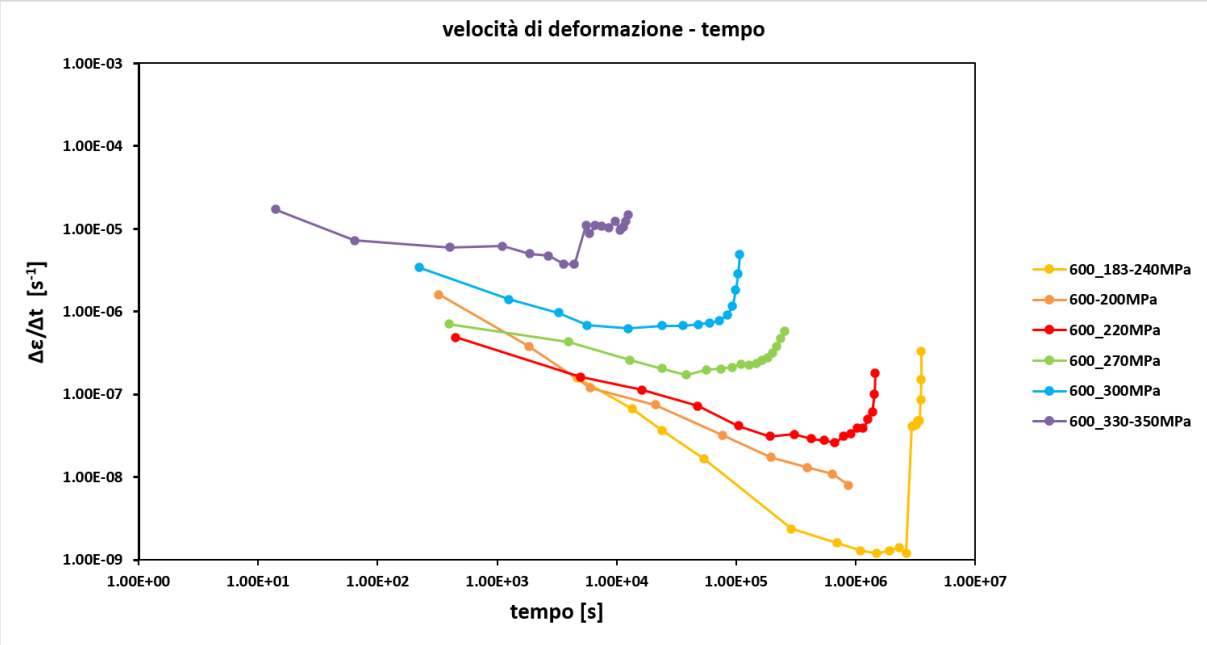


***Figura 3.1**: Curve velocità di deformazione - tempo dei campioni testati a 600°C.*

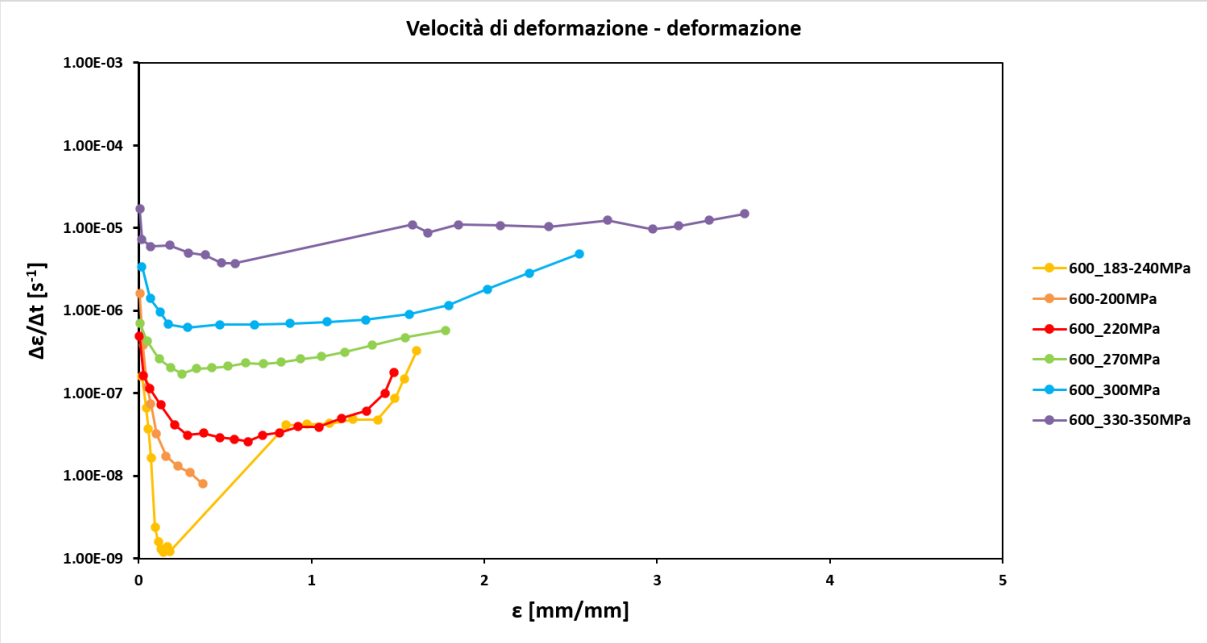


***Figura 3.2**: Curve velocità di deformazione - deformazione dei campioni testati a 600°C.*

Le curve ottenute alla temperatura di 600 °C mostrano una chiara dipendenza della risposta a creep dalla tensione applicata. All'aumentare del carico, il materiale manifesta un incremento della

deformazione accumulata e una riduzione della durata necessaria per raggiungere condizioni di elevato allungamento.
Alle tensioni più basse, comprese tra circa 183 e 220 MPa, le curve presentano velocità di deformazioni basse dopo la fase primaria. In queste condizioni il materiale mantiene una buona resistenza allo scorrimento viscoso e la deformazione cresce lentamente nel tempo. Le prove risultano pertanto caratterizzate da una maggiore durata complessiva, con tempi di registrazione dell'ordine di centinaia di ore.

All'aumentare della tensione applicata, il materiale solubilizzato mostra una progressiva riduzione della resistenza al creep. Le prove condotte a 270 e 300 MPa evidenziano infatti un incremento dell'allungamento accumulato in tempi sempre più brevi, mentre nella condizione a carico variabile 330→350 MPa la deformazione risulta particolarmente rapida. Nel complesso, l'aumento della tensione favorisce una maggiore velocità di deformazione e un più precoce ingresso nello stadio terziario del creep, confermando che alle sollecitazioni più elevate il materiale oppone una minore resistenza allo scorrimento viscoso.

In Fig.3.3 e 3.4 sono illustrate le curve velocità di deformazione-tempo, e velocità di deformazione-deformazione, ottenute testando i provini a 650 °C.

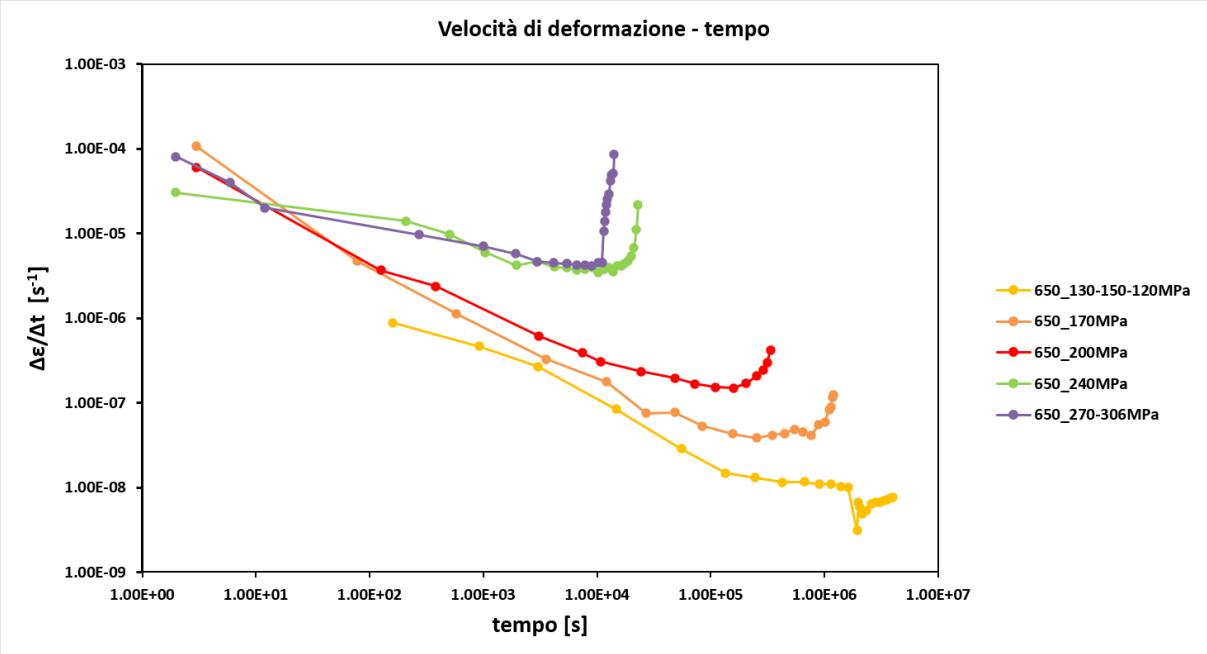


***Figura 3.3**: Curve velocità di deformazione - tempo dei campioni testati a 650°C.*

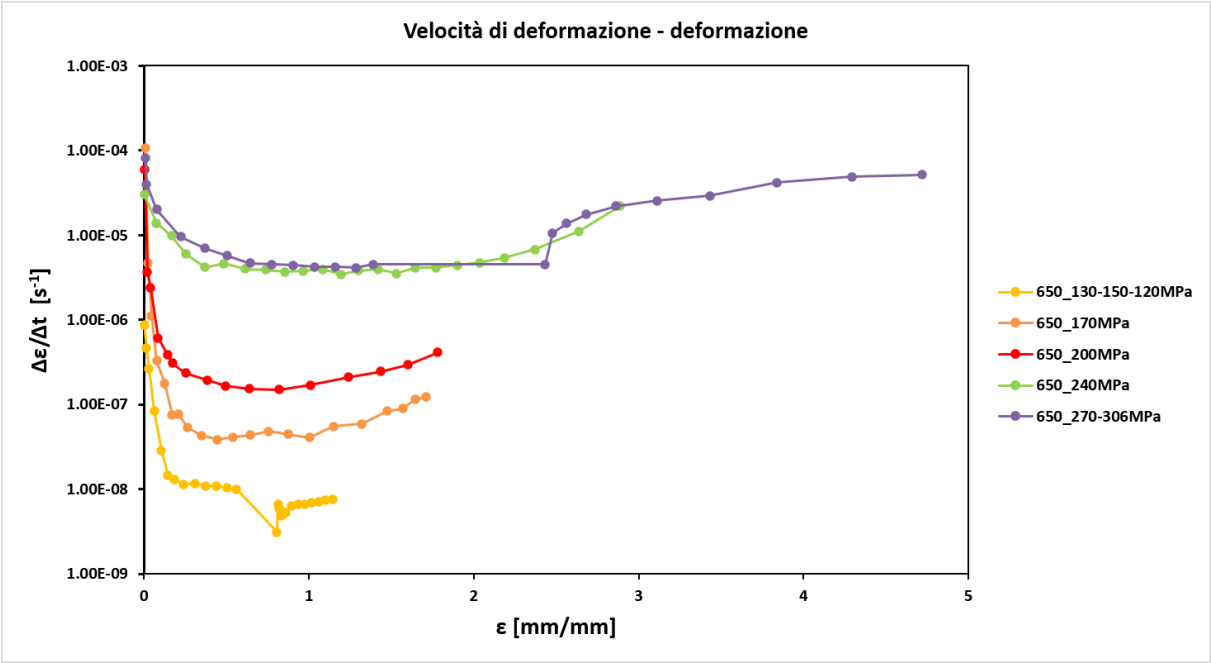


***Figura 3.4**: Curve velocità di deformazione - deformazione dei campioni testati a 650°C.*

Le prove condotte a 650 °C evidenziano un'accelerazione della deformazione per creep rispetto ai test effettuati a 600 °C. Di conseguenza, a parità o a valori confrontabili di tensione, il materiale tende a deformarsi più rapidamente. Nel complesso, i risultati a 650 °C mostrano che il materiale solubilizzato conserva una discreta resistenza al creep alle tensioni più basse, come evidenziato dalla lunga durata della prova eseguita tra 130 e 150 MPa. Tuttavia, superata una determinata soglia di sollecitazione, la deformazione aumenta rapidamente e la durata delle prove diminuisce in modo significativo. In particolare, le condizioni a 240 MPa e 270→306 MPa risultano caratterizzate da una più rapida evoluzione verso lo stadio terziario del creep.

Esaminate le curve di creep, si procede alla determinazione della relazione fra la velocità di deformazione e della tensione applicata durante la prova, ottenendo in questo modo le rette isoterme, illustrate in Fig. 3.5, relative a ciascuna prova di creep svolta a temperatura costante variando il carico.

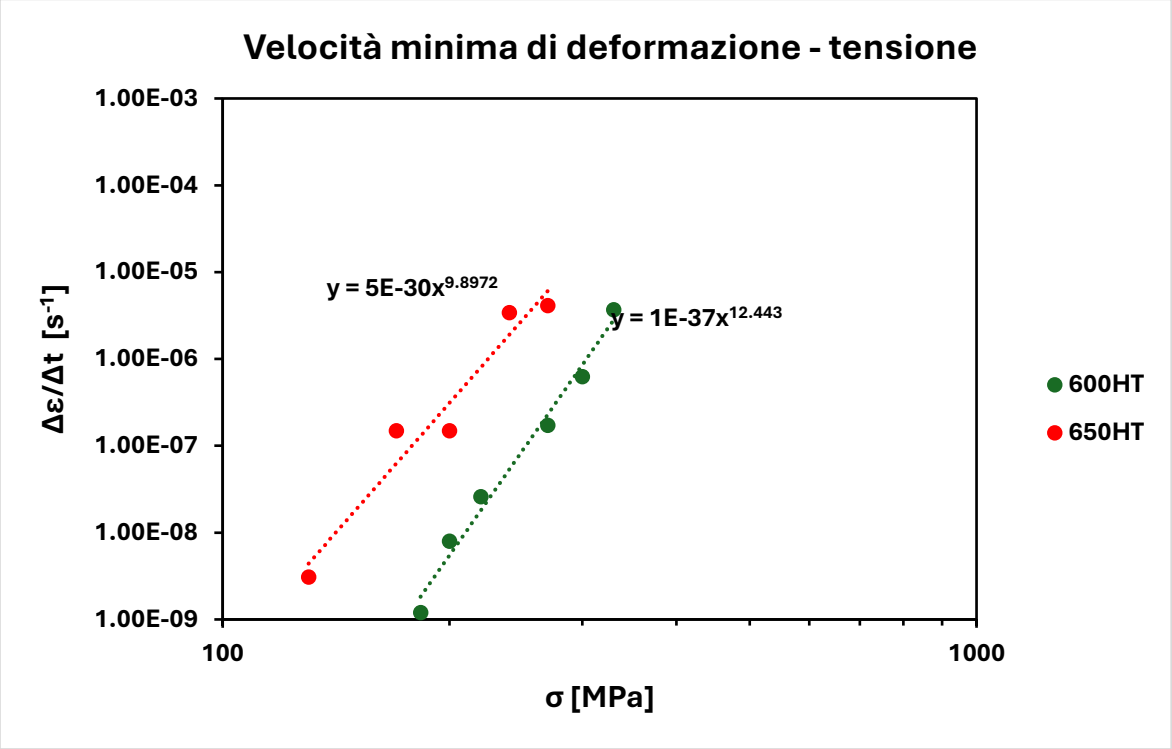


***Figura 3.5**: Deformazioni minime a 600°C e 650°C in funzione della tensione applicata.*

Si può osservare come la velocità minima di deformazione, nella prova svolta a 650°C risulta essere maggiore, a parità di tensione applicata, rispetto alla prova svolta a 600°C. È evidente, dunque, come la temperatura vada ad influenzare attivamente la risposta a creep del materiale.

Inoltre, confrontando i materiali in un grafico semi-logaritmico in cui la velocità di deformazione può essere espressa in funzione dell'inverso della temperatura. Si ottengono una serie di rette relative ciascuna ad una tensione di prova (isobare), di pendenza -Q/R. Tale grafico è mostrato in Fig. 3.6.

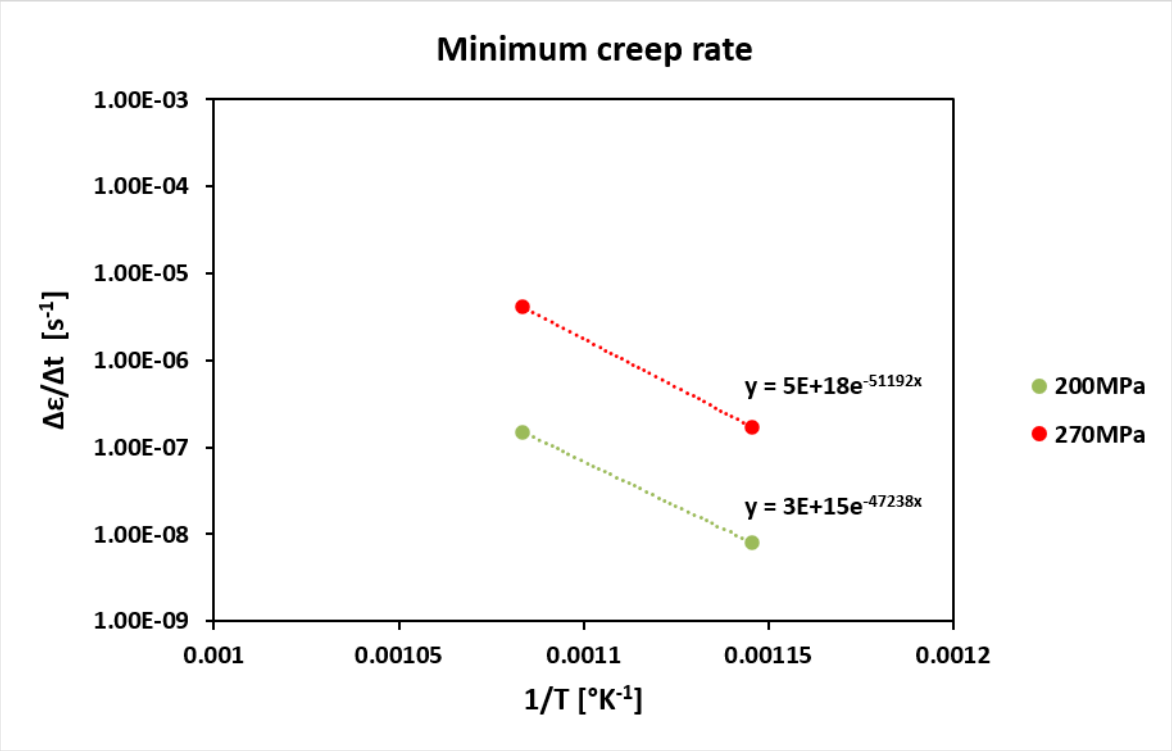


***Figura 3.6**: Deformazioni minime a 600°C e 650°C in funzione dell'inverso della temperatura.*

Il valore della pendenza permette di calcolare il valore di Q, dipendente dalla tensione σ, che è pari a 393 kJ/mol a 200MPa e 425 kJ/mol a 270 MPa.

3.1.2 Confronto con As Built e Wrought

In questa sezione i risultati ottenuti sui campioni LPBF solubilizzati (HT) vengono confrontati con quelli relativi ai campioni LPBF non trattati termicamente (AB, *as built*) e con i dati di letteratura relativi al materiale AISI 316L wrought ricotto (WR-ANN), attribuiti a Rieth et al [35]. Il confronto viene condotto sia sull'andamento delle curve di deformazione nel tempo, sia sulla velocità minima di creep in funzione della tensione applicata, alle temperature di 600 °C e 650 °C. In Tab. 3.3 il riassunto delle temperature e del range di tensioni di prova dei materiali.

Materiale	**600 °C**	**650 °C**
HT (LPBF solubilizzato)	183–330 MPa	130–270 MPa
AD (LPBF as-deposited)	300–425 MPa	200–375 MPa
WR-ANN (wrought ricotto)	150–300 MPa	100–240 MPa

***Tabella 3.3**: Riassunto delle temperature e del range di tensioni di prova dei materiali.*

Allo scopo di confrontare le velocità minime di creep dei vari materiali sono state messe a confronto quelle registrate dai campioni con tensione applicata di 300 MPa a 600°C e di 200MPa a 650°C. I risultati, mostrati in Fig. 3.7, evidenziano come i provini AB abbiano la migliore resistenza a creep mentre i campioni solubilizzati sono comparabili, indipendentemente che siano stampati (HT) o forgiati (WR).

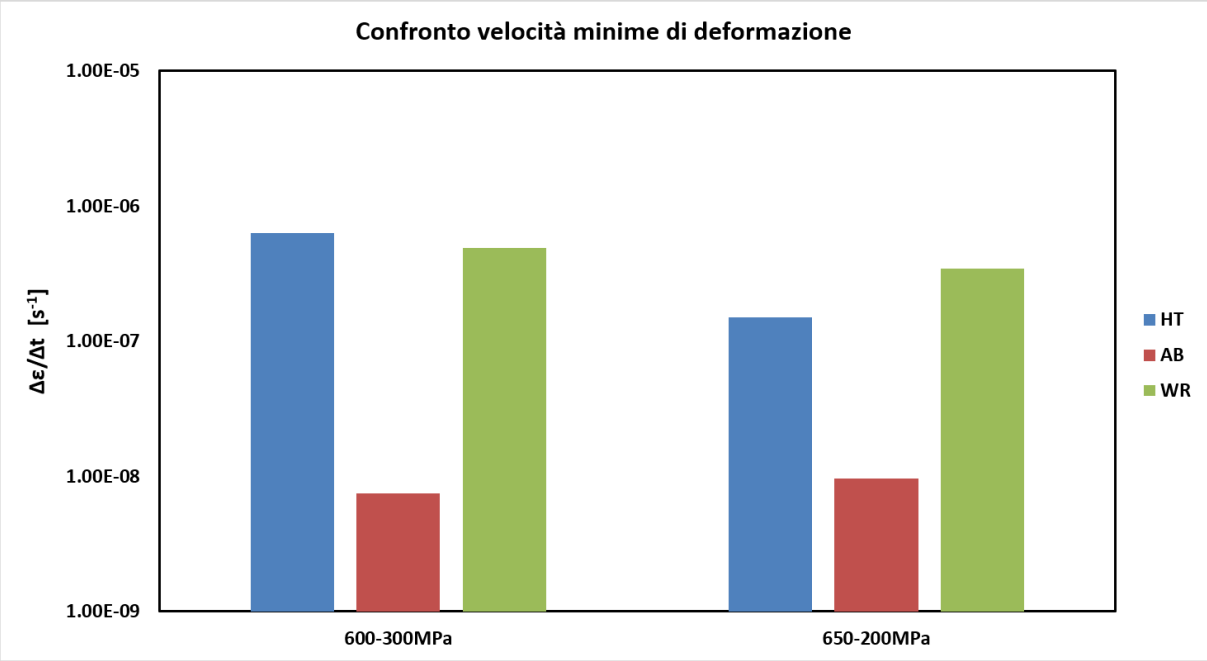


***Figura 3.7**: Confronto tra le velocità minime di creep dei vari materiali.*

La Fig. 3.8 riporta il confronto, in scala bilogaritmica, tra le velocità minime di creep dei campioni ottenuti mediante LPBF nello stato *as-built* (AB) e dei campioni LPBF sottoposti a trattamento di solubilizzazione (HT), alle temperature di 600 °C e 650 °C. Le rette di interpolazione nel piano bilogaritmico mostrano una maggiore pendenza per il materiale AB rispetto al materiale HT.

La Fig. 3.9 mostra il confronto tra le velocità minime di creep dei campioni LPBF sottoposti a trattamento di solubilizzazione e i dati relativi al materiale AISI 316L wrought ricotto, indicato come WR. A differenza del confronto tra i materiali AB e HT, le serie relative al materiale solubilizzato e al materiale WR risultano più vicine, specialmente a 600 °C e alle tensioni più basse. Le rette interpolanti confermano questa osservazione ma la pendenza è leggermente maggiore delle rette relative al materiale HT.

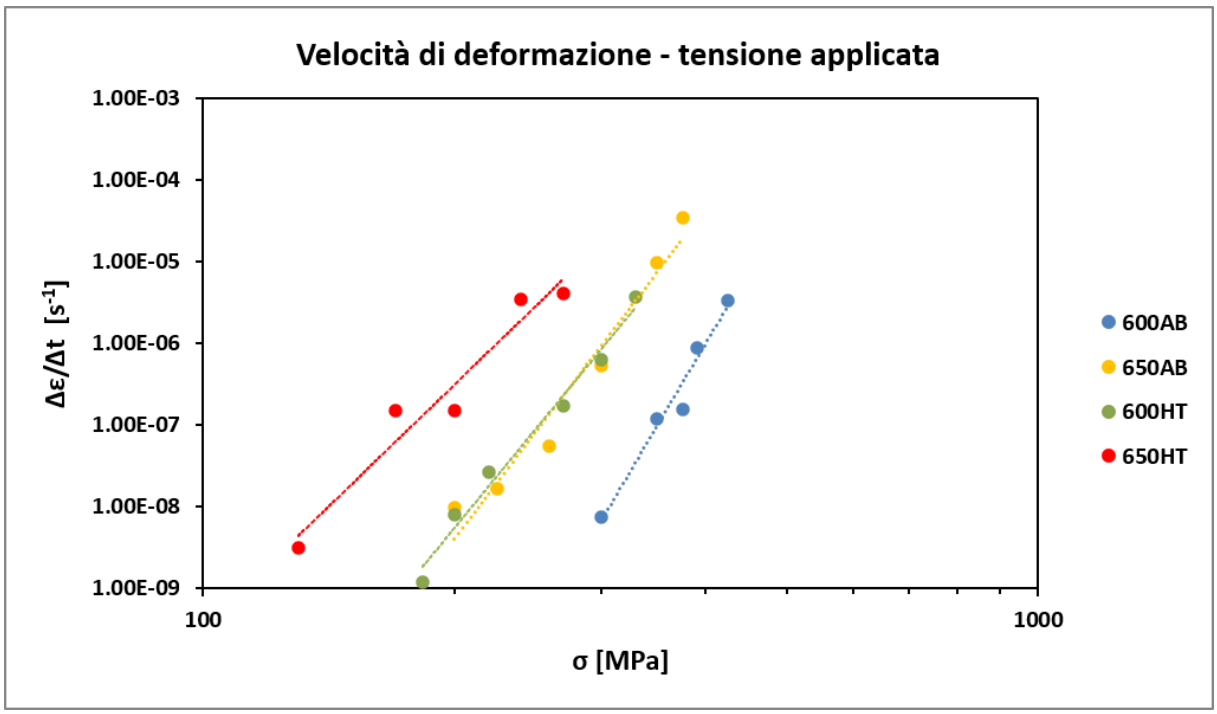


Figura 3.8: Rette isoterme sul grafico velocità di deformazione - tensione applicata per campioni AB e HT.

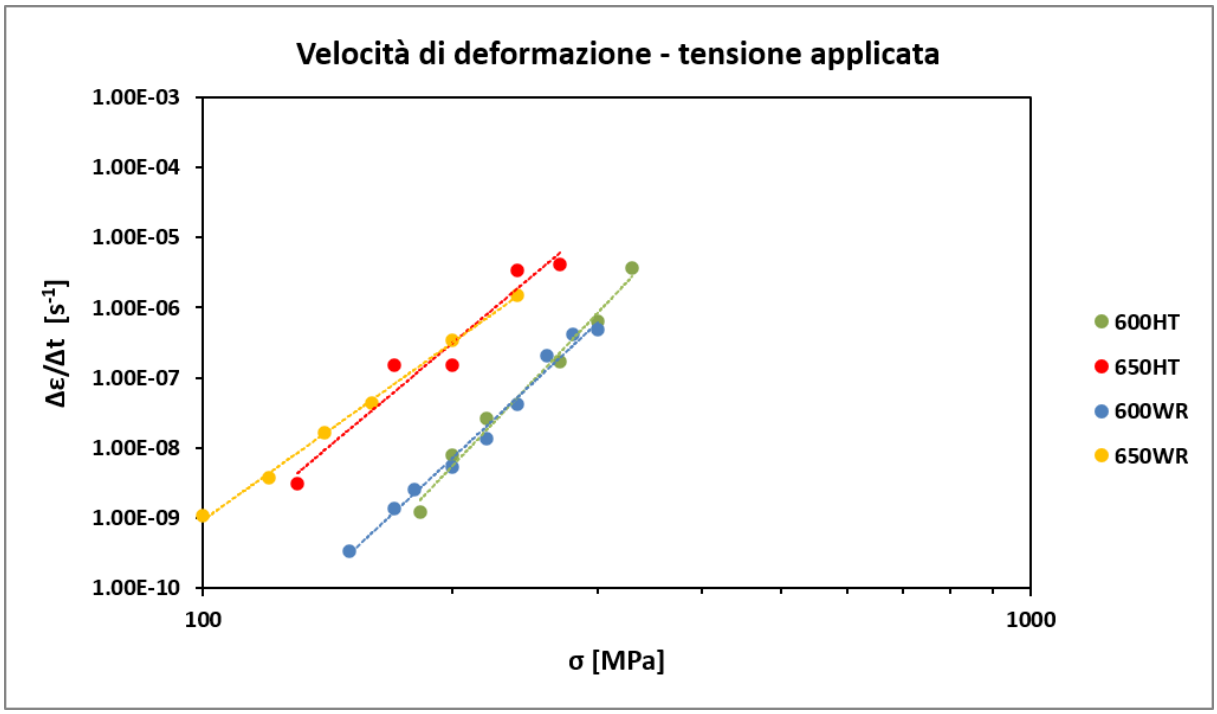


Figura 3.9: Rette isoterme sul grafico velocità di deformazione - tensione applicata per campioni HT e WR.*S*

In Tab. 3.4 un riassunto dei valori di *n* riscontrati:

A 600 °C, l'esponente tensionale apparente risulta pari a circa $n = 17{,}3$ per il materiale AB e a circa $n = 12{,}4$ per il materiale HT; a 650 °C, i valori risultano rispettivamente pari a circa $n = 13{,}5$ e $n = 9{,}9$. A 600 °C, gli esponenti tensionali apparenti risultano pari a circa $n = 12{,}4$ per il materiale HT e

$n = 11{,}0$ per il materiale WR-ANN. A 650 °C, i valori diminuiscono rispettivamente a circa $n = 9{,}9$ per HT e $n = 8{,}4$ per WR-ANN.

Materiale	n a 600 °C	n a 650 °C
AD	17,3	13,5
HT	12,4	9,9
WR-ANN	11,0	8,4

Tabella 3.4: riassunto dei valori di n riscontrati.

I valori di *n* confermano quanto detto in precedenza circa le prestazioni delle tipologie di materiale. Il materiale appena stampato presenta le prestazioni migliori, mentre i campioni solubilizzati presentano caratteristiche comparabili ai forgiati classici.

3.2 Analisi metallografica

3.2.1 Microscopia Ottica

Sono state acquisite immagini della microstruttura del campione, con particolare attenzione al tratto utile, con l'obiettivo di osservare eventuali cricche, porosità, vuoti e di analizzare i meccanismi di rottura durante la prova di creep.

Le micrografie mostrano una struttura monofasica a grani equiassici, tipica della matrice austenitica dell'acciaio AISI 316L. I bordi di grano sono ben delineati e regolari, senza evidenza di reti di carburi continue lungo i confini, il che è coerente con un materiale a basso tenore di carbonio non sottoposto a sensibilizzazione severa. Un elemento ricorrente e ben visibile in tutte le immagini è la presenza di *annealing twins*, riconoscibili come bande parallele rettilinee all'interno di numerosi grani. La loro abbondanza è un'evidenza tipica di una microstruttura austenitica che ha subito ricristallizzazione, coerente con un trattamento di solubilizzazione o con la ricottura del materiale. Tali strutture sono mostrate in Fig.3.10 e 3.11 rispettivamente su campioni WR solubilizzato a 1100°C per 20 minuti[29] e su un 316L LBPF analizzato precedentemente alla prova di creep.

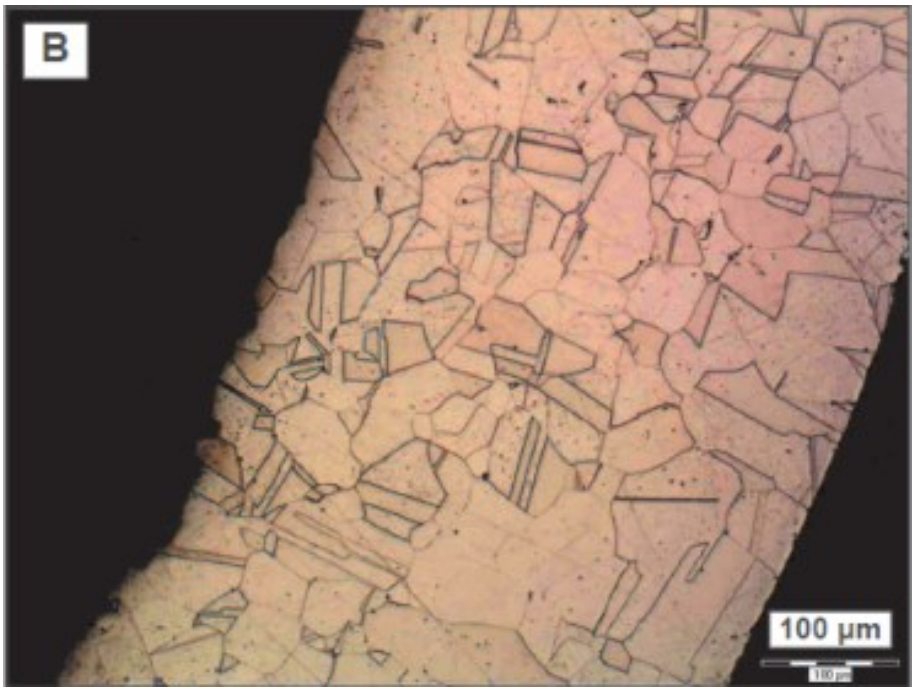


Figura 3.10: Microstruttura di un 316L wrought solubilizzato a 1100°C per 20 minuti, 20x[29].

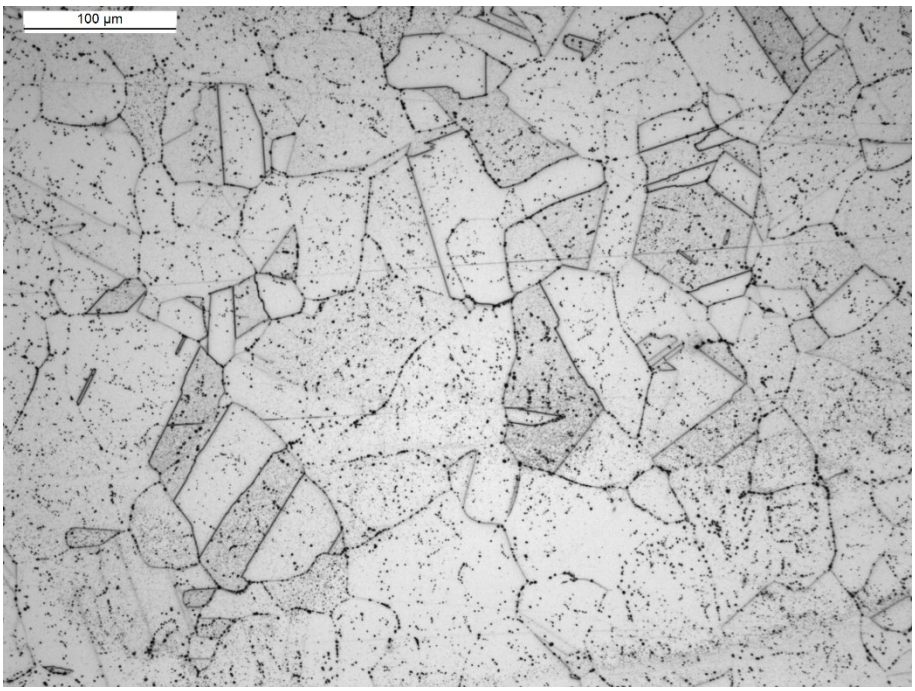


Figura 3.11: Microstruttura di un 316L LPBF solubilizzato prima della prova di creep, 20x.

Non si osservano invece le tipiche caratteristiche associate ai processi di produzione per letto di polveri, come la presenza di grani colonnari orientati lungo la direzione di costruzione e le tracce del melt pool. Questo perché il trattamento termico di solubilizzazione consente di omogeneizzare la microstruttura ottenendone una più simile ad un forgiato che non ad un LPBF. In figura 3.12 un esempio di struttura LPBF AB[36].

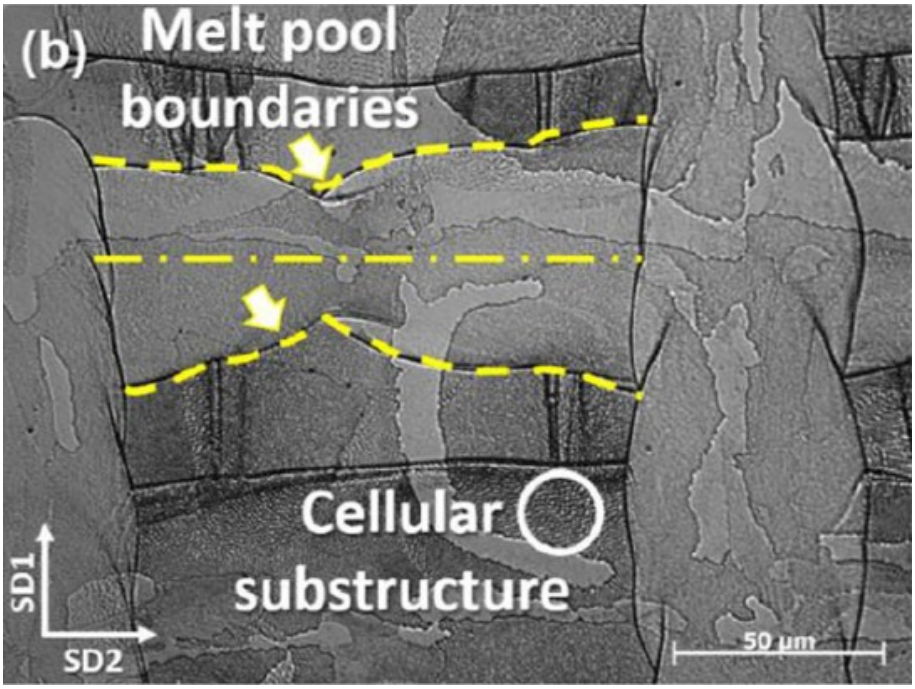


Figura 3.12: Esempio di struttura LPBF AB con evidenziate strutture cellulari e bordi del melt pool[36].

A seguito delle prove di creep la testa del campione mostra una microstruttura pressoché immutata rispetto alle condizioni precedenti la prova, illustrata in Fig 3.13 relativamente al campione A (600°C 183-240MPa).

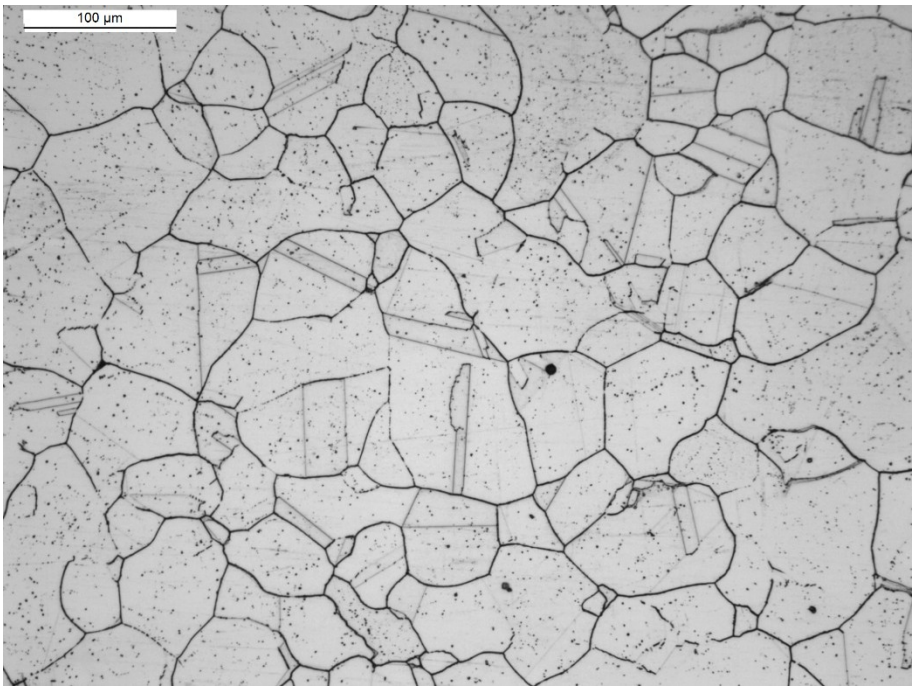


Figura 3.13: Testa del campione A, 20x.

Il tratto utile ha invece subito importanti modifiche alla sua struttura causate dalla tensione applicata. In particolare, i campioni che hanno subito stress più elevati presentano grani maggiormente allungati e una maggior presenza di geminati. Un confronto a parità di temperatura di prova è illustrata in Fig. 3.14 e 3.15 in cui sono posti a confronto le superfici di rottura dei campioni A (600°C 183-240MPa) ed E (600°C 300MPa).

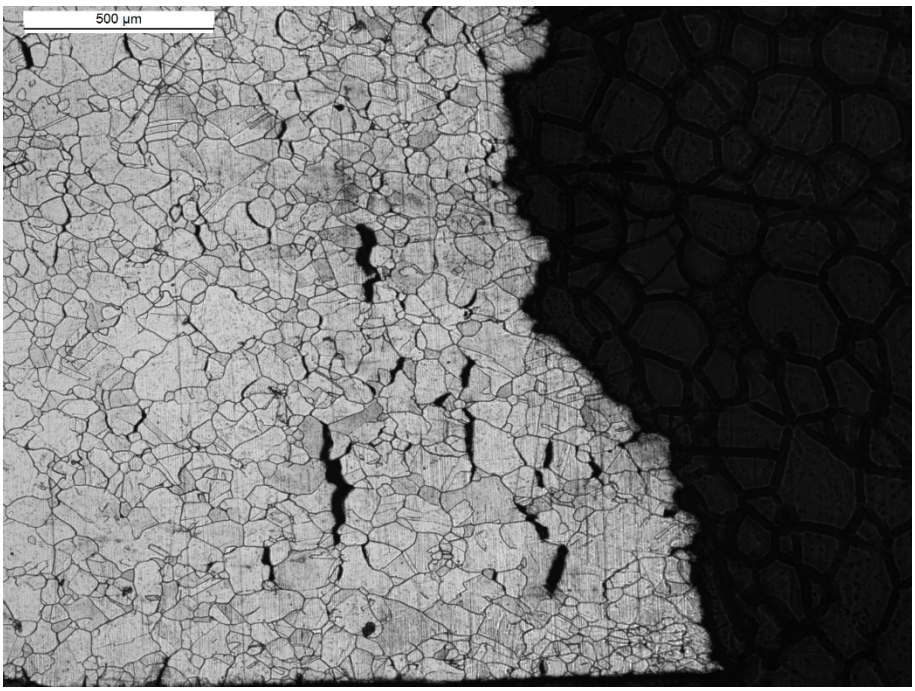


Figura 3.14: Superficie di rottura del campione A, 5x.

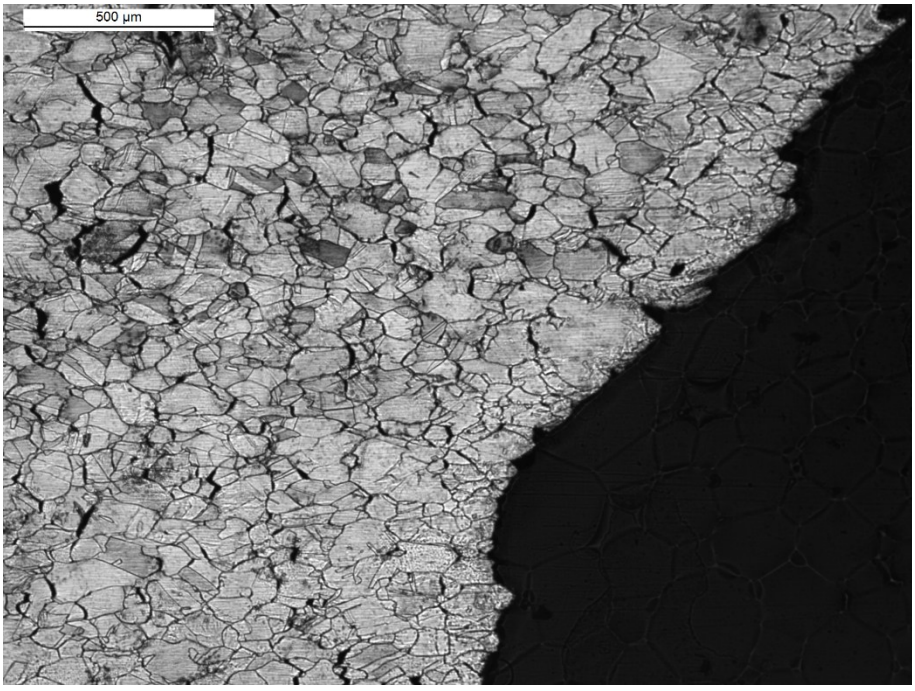


Figura 3.15: Superficie di rottura del campione E, 5x.

Non vi sono invece particolari differenze per quanto riguarda la microstruttura al cambiare della temperatura come mostrato dal campione G (650°C 170MPa), in Fig 3.16.

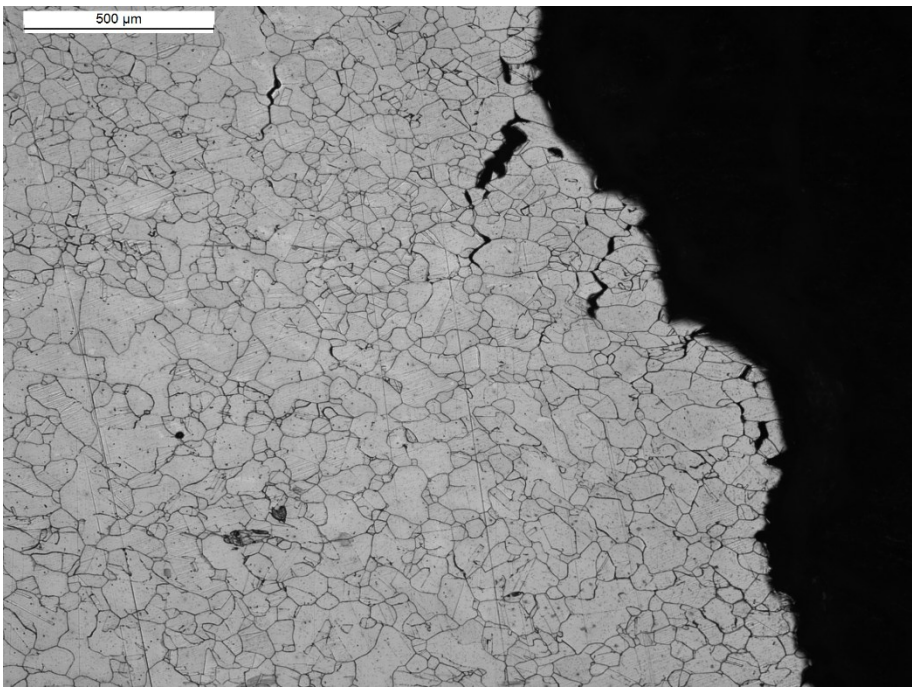


Figura 3.16: Superficie di rottura del campione G, 5x.

In tutte le immagini mostrate precedentemente è possibile osservare, in tutti i campioni, la formazione delle microcricche di tipo W in prossimità della superficie di frattura dovute allo scorrimento dei bordi di grano.

3.2.2 Microscopia a Scansione Elettronica

Un'analisi al Microscopio a Scansione Elettronica (SEM) è stata eseguita sulla superficie di frattura e sui campioni lucidati.

Per quanto riguarda la microstruttura, il SEM conferma quanto visto al microscopio ottico. Si osserva infatti una struttura austenitica con presenza di geminati, come illustrato in Fig. 3.17. Tuttavia l'analisi del bordo di grano ha registrato la presenza di strutture non riconducibili alla classica fase γ austenitica, come evidenziato dagli elementi chiari al bordo di grano in Fig. 3.18. Tali elementi sono stati sottoposti ad analisi Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) allo scopo di analizzarne la composizione attraverso l'analisi degli spettri di emissione dei raggi X. Come illustrano la Fig. 3.19 e 3.20, è stata riscontrata una presenza particolarmente elevata di Cr, a suggerire che le particelle formatesi siano carburi di Cr. Ancora più significativa è la presenza di carburi all'interno di alcuni grani, ben evidenziata nelle Figure 3.21 e 3.22, cosa che conferma come, anche nel materiale a basso tenore di C, si verifichi la precipitazione di tali particelle all'interno del grano, cosa ampiamente dimostrata già nel materiale wrought.

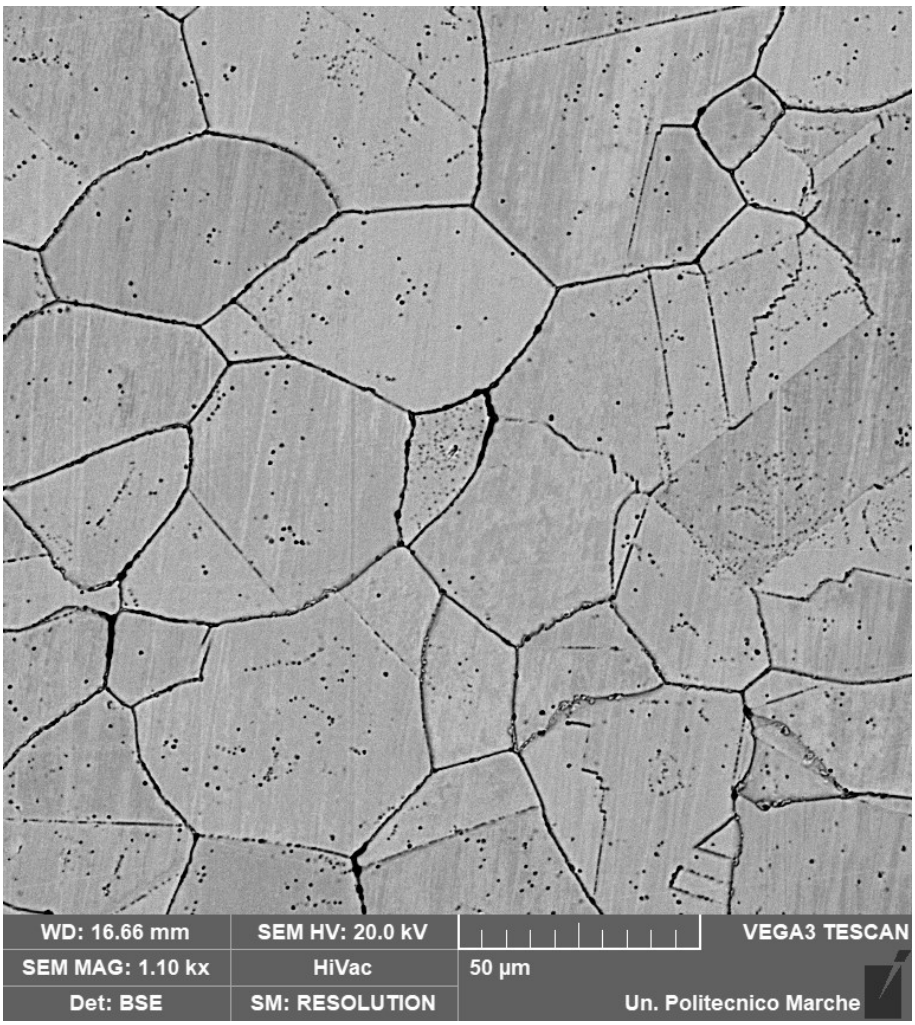


Figura 3.17: Struttura austenitica con presenza di geminati vista al SEM, 1100x.

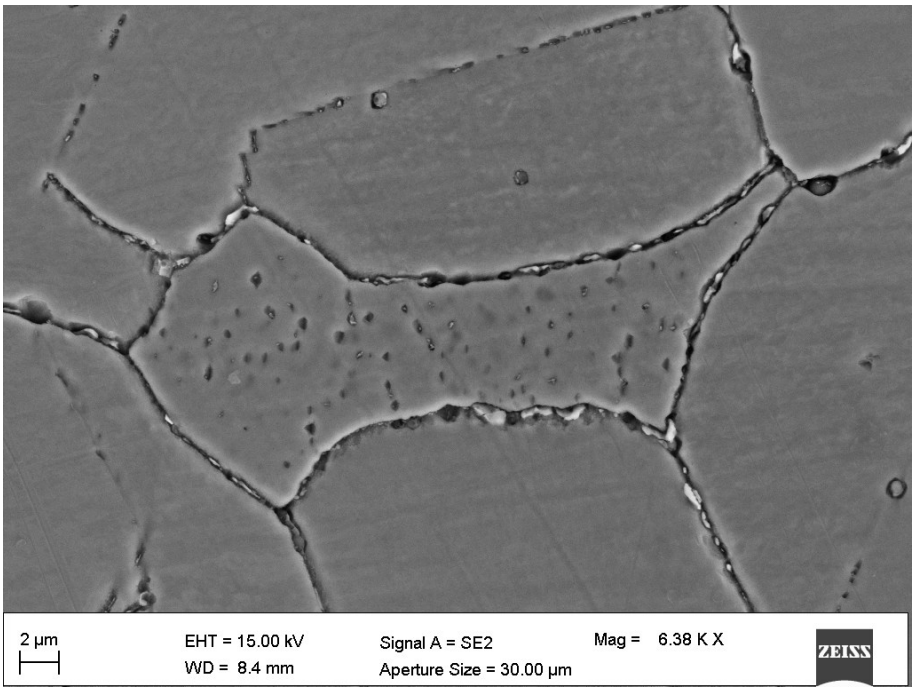


Figura 3.18: Strutture al bordo di grano, 1250x.

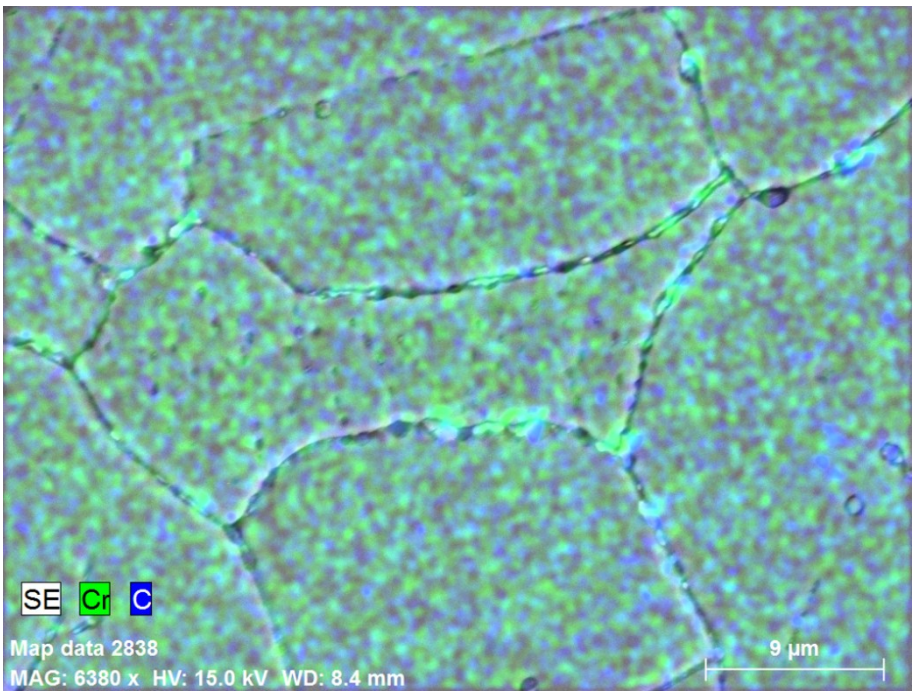


Figura 3.19: superficie del campione in cui è stata eseguita l'EDS

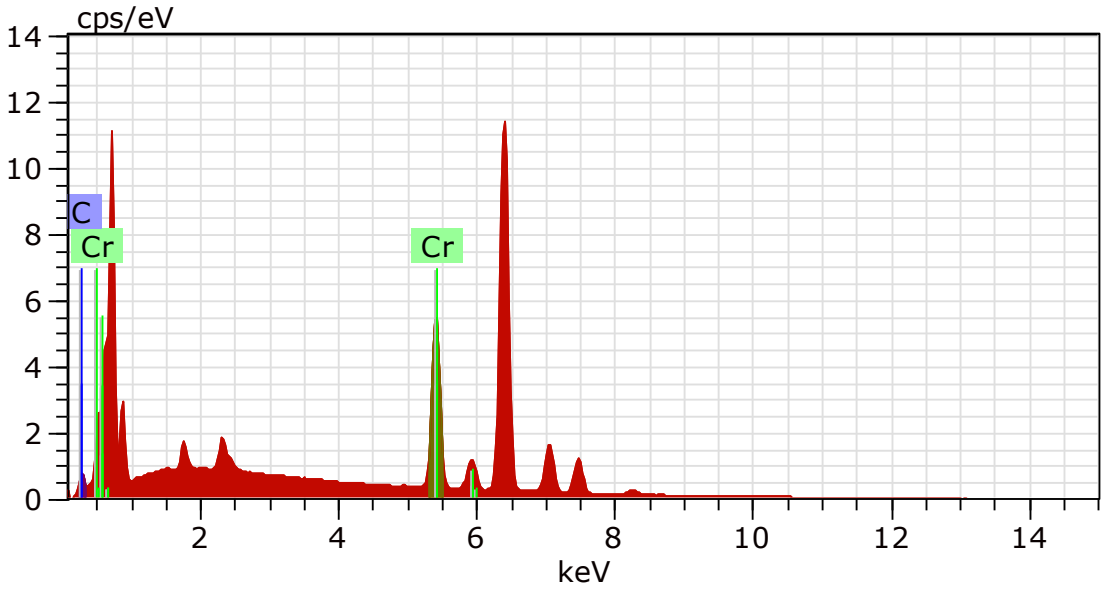


Figura 3.20: Spettro di dispersione dell'EDS

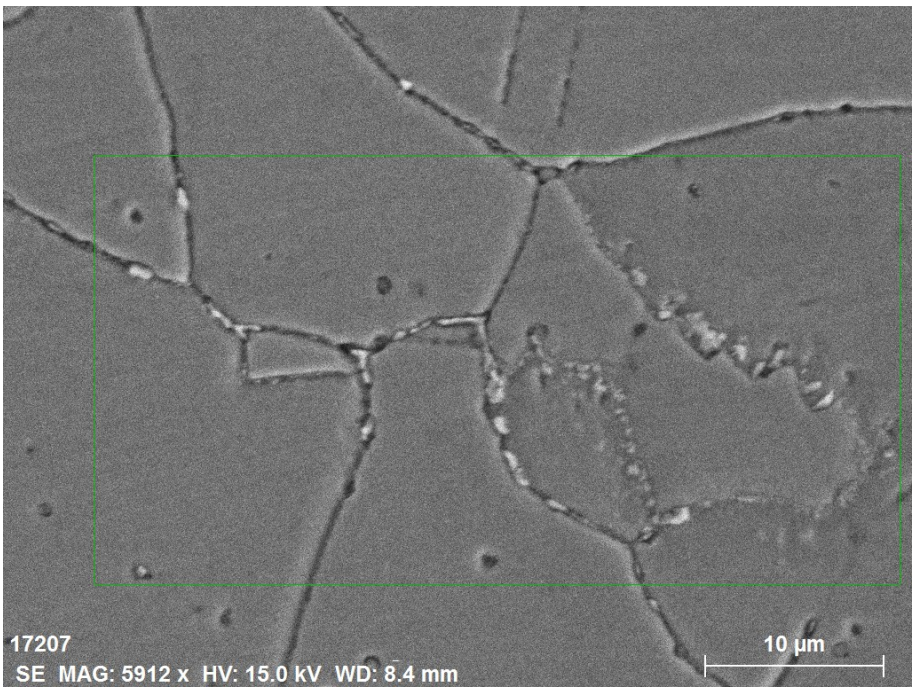


Figura 3.21: Carburi di cromo precipitati internamente al grano

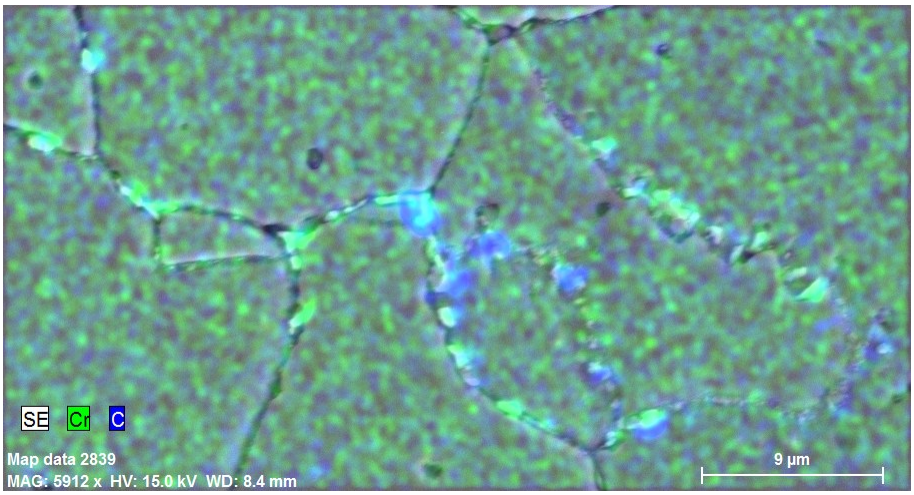


Figura 3.22: Superficie sottoposta a EDS in cui è visibile la presenza dei carburi di cromo

Oltre all'analisi della microstruttura è stata eseguita un'analisi della superficie di frattura, grazie alla quale si può osservare la caratteristica frattura intergranulare dovuta al creep. Tale tipologia di rottura conferma quanto osservato precedentemente riguardo allo scorrimento dei bordi di grano e rappresenta la conseguenza dello sviluppo delle microcricche. La Fig. 3.23 mostra la frattura intergranulare sul campione A (600 °C 180 MPa).

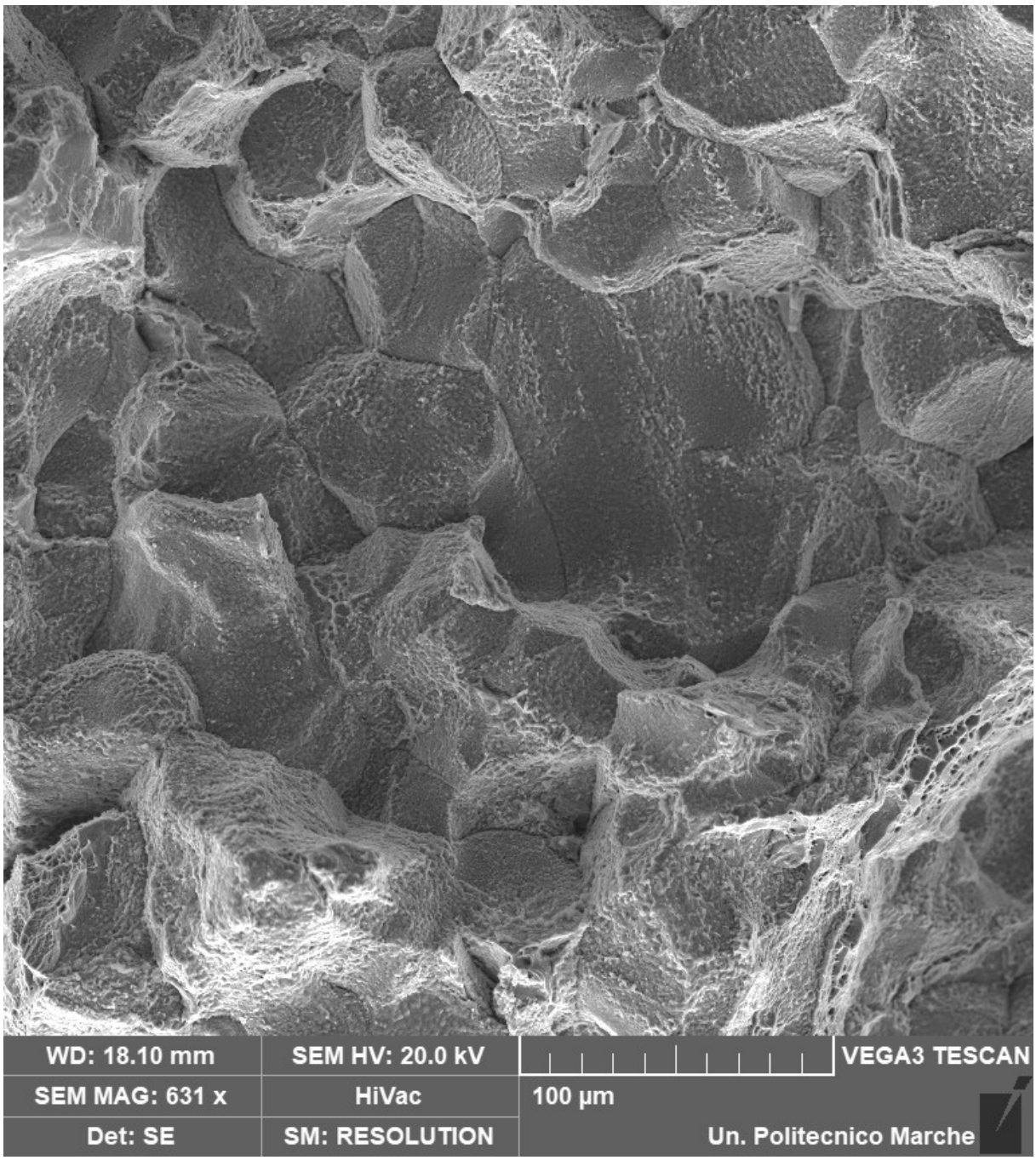


Figura 3.23: Frattura intergranulare su campione A, 630x.

3.3 Analisi di durezza

Al fine di valutare l'evoluzione delle proprietà meccaniche locali indotta dall'esposizione ad alta temperatura durante la prova di creep, sono stati analizzati i profili di durezza Vickers rilevati lungo il tratto utile dei provini in condizione HT, sottoposti a diverse combinazioni di temperatura e tensione applicata. Le misurazioni sono state eseguite a partire dalla testa del provino fino alla sezione di rottura, secondo la direzione di scansione descritta nel Capitolo 2. I primi 5 mm di ciascun profilo sono stati esclusi dall'analisi, poiché in questa regione la stampa del contorno del campione sul bordo della testa altera localmente il valore dell'impronta Vickers, producendo valori di durezza non rappresentativi della matrice.
Il campione di riferimento non sottoposto a prova di creep (TQ) mostra un profilo di durezza pressoché costante lungo l'intera lunghezza analizzata, con un valore medio di 159 HV e una bassa variazione di 29 HV tra il massimo e il minimo registrato.

Tutti i campioni sottoposti a prova di creep mostrano invece un andamento qualitativamente simile tra loro: la durezza rimane pressoché costante e confrontabile con il valore di riferimento pre-creep nella testa del campione, per poi aumentare in modo progressivo e sistematico procedendo verso la sezione di rottura. Questo comportamento è coerente con il meccanismo di danneggiamento tipico del creep: nella regione più vicina alla testa, meno interessata dalla deformazione plastica accumulata durante la prova, il materiale conserva una durezza simile a quella della condizione non deformata; nella regione prossima alla frattura, invece, l'incrudimento locale associato alla strizione e all'accumulo di deformazione plastica durante lo stadio terziario del creep produce un aumento sensibile della durezza.
L'intensità dell'incremento di durezza tra la zona di plateau e la zona di rottura (Δ HV) varia in modo marcato, tuttavia non sono visibili pattern tali da associare l'incremento di durezza alle condizioni di prova quali temperatura e tensione applicata. A 600 °, i campioni testati a 180 MPa e a 300 MPa mostrano incrementi di durezza simili tra loro, pari rispettivamente a 82 HV e 91 HV, mentre il campione testato a 330 MPa, nonostante la tensione applicata più elevata, mostra un incremento sensibilmente più contenuto pari a 51 HV. A 650 °C, il campione testato a 170 MPa mostra un incremento di 50 HV, quello a 200 MPa di circa 44 HV, mentre il campione testato a 270 MPa mostra l'incremento più marcato tra tutte le condizioni analizzate, pari a circa 107 HV, con un valore massimo di durezza di 259 HV in prossimità della rottura.

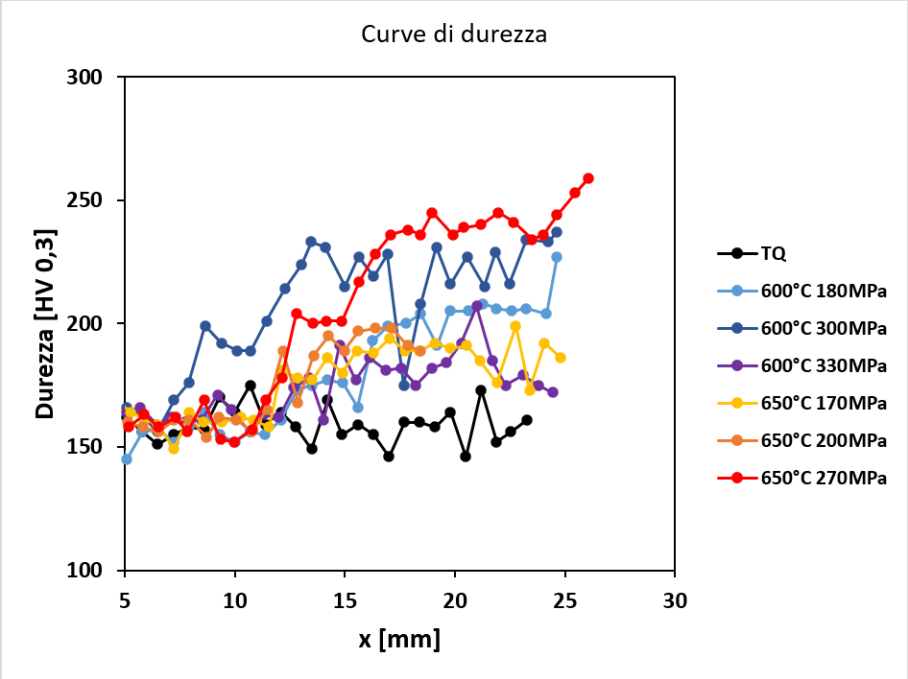
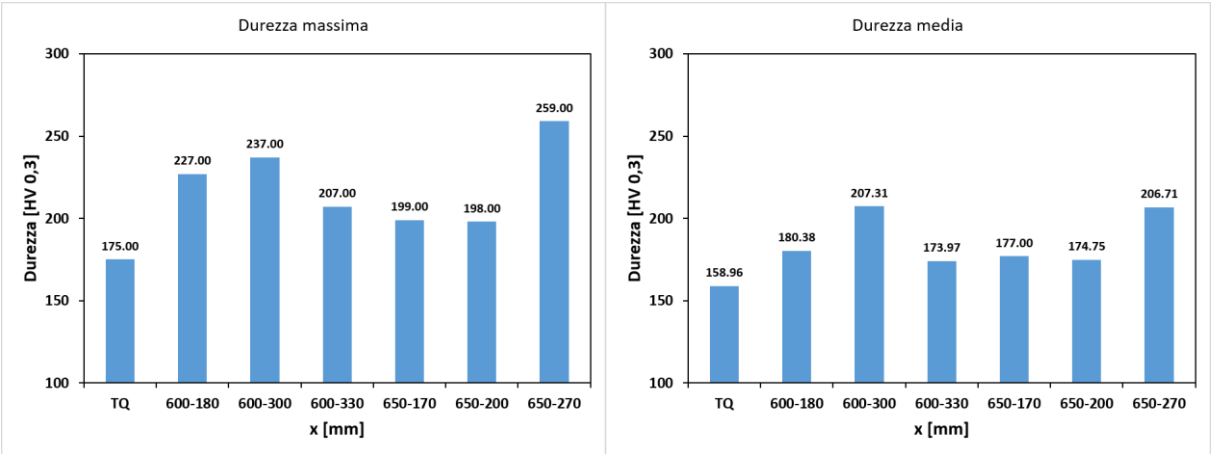
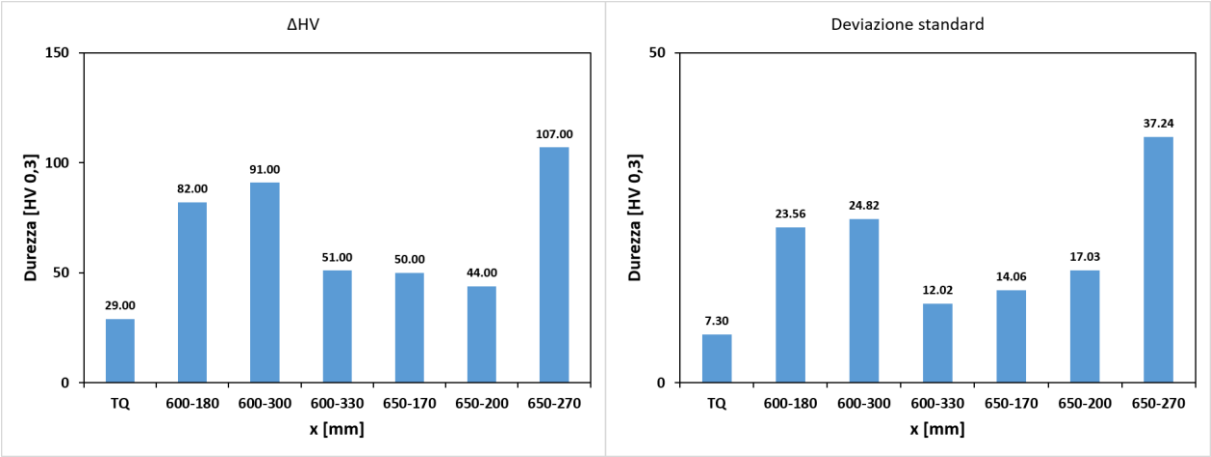


Figura 3.24: Profili di durezza dei campioni analizzati



(a) (b)



(c) (d)

Figura 3.25: confronto tra i campioni con (a) che evidenzia la durezza massima, (b) la media, (c) la variazione e (d) la deviazione standard

4 Conclusioni

l presente lavoro di tesi ha avuto come obiettivo lo studio del comportamento a creep dell'acciaio inossidabile austenitico AISI 316L prodotto mediante tecnologia Laser Powder Bed Fusion (LPBF) e successivamente sottoposto a trattamento termico di solubilizzazione (condizione HT), con l'intento di caratterizzarne la risposta meccanica ad alta temperatura e di correlarla all'evoluzione microstrutturale indotta dalla deformazione viscosa. I risultati ottenuti sono stati inoltre confrontati, dove possibile, con i dati relativi al materiale prodotto per LPBF allo stato *as-built* (AB) e al materiale tradizionale wrought (WR), al fine di inquadrare il comportamento del materiale HT all'interno di un panorama più ampio.

Le prove di creep condotte a carico costante alle temperature di 600 °C e 650 °C hanno permesso di ricostruire le curve di deformazione nel tempo per il materiale HT in un ampio intervallo di tensioni applicate. In tutte le condizioni analizzate è stato possibile individuare i tre stadi caratteristici del fenomeno: una fase primaria, in cui la velocità di deformazione decresce per effetto dell'incrudimento; una fase secondaria, approssimativamente stazionaria, nella quale incrudimento e recupero si bilanciano; e una fase terziaria, caratterizzata da un'accelerazione della deformazione riconducibile all'accumulo di danno, alla nucleazione e crescita di cavità e alla progressiva riduzione della sezione resistente, fino alla rottura del provino. Inoltre l'incremento di temperatura di 50 °C sembra favorire i processi termicamente attivati responsabili dello scorrimento viscoso, tra cui il moto delle dislocazioni, il climb e i fenomeni diffusivi

L'analisi delle velocità minime di creep ha mostrato una marcata dipendenza sia dalla tensione applicata sia dalla temperatura di prova, con un incremento di diversi ordini di grandezza della velocità di deformazione al crescere di entrambe le variabili. Il confronto con i dati relativi al materiale AB e al materiale WR ha evidenziato che il materiale LPBF allo stato *as built*, grazie all'elevata densità di dislocazioni e alla sottostruttura cellulare fine ereditata dal rapido processo di solidificazione, possiede una resistenza al creep superiore rispetto al materiale HT, a parità di condizioni di prova. Il trattamento di solubilizzazione, pur essendo funzionale al ripristino di una microstruttura più omogenea e alla riduzione delle tensioni residue, comporta quindi una perdita parziale del vantaggio meccanico tipico del materiale non trattato termicamente, portando la risposta a creep del materiale HT su livelli più prossimi, seppur non identici, a quelli del materiale wrought tradizionale.

L'osservazione della microstruttura mediante microscopia ottica ha confermato che il trattamento di solubilizzazione produce una struttura austenitica completamente ricristallizzata, a grani equiassici, con una diffusa presenza di geminati di ricottura. Questo risultato conferma che il trattamento di solubilizzazione produce una microstruttura omogenea, priva di gradienti di durezza in assenza di deformazione, e costituisce pertanto il valore di riferimento per la matrice HT non deformata. Tale caratteristica è coerente con quanto riportato in letteratura per il 316L sottoposto a trattamenti termici ad alta temperatura, e distingue nettamente la microstruttura del materiale HT da quella tipicamente colonnare del materiale AB. Le osservazioni condotte al SEM sui campioni non hanno evidenziato reti continue di carburi ai bordi di grano. Tuttavia, nonostante il basso tenore di C, anche nel materiale ottenuto per LPBF e successivamente ricotto, per tempi sufficientemente lunghi si ha la precipitazione di carburi, prevalentemente sul confine di grano, ma anche, seppure in maniera minore, all'interno del grano. Il comportamento è quindi del tutto analogo a quello osservato nel materiale convenzionale (WR).

L'analisi dei profili di microdurezza Vickers, condotta lungo il tratto utile dei provini, ha fornito un ulteriore elemento di caratterizzazione del danno da creep. Il campione di riferimento non deformato ha mostrato un profilo di durezza pressoché costante, confermando l'omogeneità della matrice solubilizzata in assenza di sollecitazione. Tutti i campioni sottoposti a prova di creep hanno invece mostrato un incremento sistematico della durezza procedendo dalla testa verso la sezione di rottura, coerente con la localizzazione della deformazione plastica e con l'incrudimento associato alla strizione nello stadio terziario, senza tuttavia presentare pattern riconoscibili. Questo risultato suggerisce che, l'ampiezza dell'incrudimento osservato non sia governata unicamente dal livello di tensione applicata, ma sia influenzata anche da altri fattori, quali la durata complessiva della prova, la presenza di difetti dovuti al processo di stampa e l'estensione della zona di strizione precedente la rottura.
Nel complesso, l'analisi dei profili di microdurezza conferma che la deformazione per creep nel materiale HT non è distribuita in modo uniforme lungo il tratto utile, ma si concentra progressivamente in prossimità della sezione di rottura, dove l'accumulo di deformazione plastica locale produce un incrudimento misurabile tramite la durezza Vickers.

Nel complesso, i risultati ottenuti mostrano che il trattamento di solubilizzazione, sebbene rappresenti una pratica consolidata per l'omogeneizzazione microstrutturale e la riduzione delle tensioni residue nei componenti prodotti mediante LPBF, non costituisce necessariamente la scelta più vantaggiosa quando l'obiettivo primario sia la massimizzazione della resistenza a creep. La microstruttura *as built*, con la sua elevata densità di dislocazioni e la fine sottostruttura cellulare, sembra infatti offrire un

contributo di rafforzamento significativo anche nei confronti della deformazione viscosa ad alta temperatura, contributo che viene parzialmente perso a seguito del trattamento termico. Questo aspetto assume particolare rilevanza in ottica applicativa, poiché suggerisce che la scelta del trattamento termico più opportuno per componenti in AISI 316L LPBF destinati a servizio prolungato ad alta temperatura debba essere valutata caso per caso, bilanciando le esigenze di omogeneità microstrutturale e di resistenza alla corrosione con quelle di resistenza meccanica a lungo termine.

Bibliografia

1. Eleonora Santecchia Slide Del Corso “Leghe per Impieghi Innovativi e per La Manifatura Additiva” 2025.
2. M.Simoncini Slide Del Corso “Tecnologie Di Fabbricazione Additiva” 2024.
3. Gualtiero Fantoni; Michele Abruzzo *Manuale Delle Tecnologie Di Lavorazione Non Convenzionali*; 1st ed.; Tecniche nuove, 2026;
4. Pham, M.S.; Dovgyy, B.; Hooper, P.A. Twinning Induced Plasticity in Austenitic Stainless Steel 316L Made by Additive Manufacturing. *Materials Science and Engineering: A* **2017**, *704*, 102–111, doi:10.1016/j.msea.2017.07.082.
5. Spigarelli, S. *Il Comportamento Dei Metalli Ad Alta Temperatura*;
6. Test Methods for Conducting Creep, Creep-Rupture, and Stress-Rupture Tests of Metallic Materials 2024.
7. Stefano Spigarelli Slide Del Corso “Metallurgia Meccanica” . **2026**.
8. S.Spigarelli *Metallurgia Meccanica*; 2nd ed.; Società Editrice Esculapio, 2018;
9. Hertzberg *Deformation and Fracture of Mechanics of Engineering Materials*; 4th ed.; 1995;
10. William D. Callister, Jr., D.G.R. *Materials Science and Engineering An Introduction*; 10th ed.; 2018;
11. Test Methods for Conducting Time-for-Rupture Notch Tension Tests of Materials 2024.
12. Beyer, C. Strategic Implications of Current Trends in Additive Manufacturing. *J. Manuf. Sci. Eng.* **2014**, *136*, doi:10.1115/1.4028599.
13. Yakout, M.; Elbestawi, M.A.; Veldhuis, S.C. A Review of Metal Additive Manufacturing Technologies. In Proceedings of the Solid State Phenomena; Trans Tech Publications Ltd, 2018; Vol. 278 SSP, pp. 1–14.
14. *Additive Manufacturing-General Principles-Fundamentals and Vocabulary 1,2*;
15. Forcellese, P.; Mancia, T.; Simoncini, M.; Bellezze, T. Investigation on Corrosion Resistance Properties of 17-4 PH Bound Metal Deposition As-Sintered Specimens with Different Build-Up Orientations. *Metals (Basel).* **2022**, *12*, 588, doi:10.3390/met12040588.
16. Yankin, A.; Murtaza, H.A.; Ospanov, A.; Zharkynbekova, G.; Yuldasheva, D.; Perveen, A.; Talamona, D. Comprehensive Analysis of Ultrasonically Atomized 316L Stainless Steel Powder Using Adjusted Additive Manufacturing Suitability Factor. *Powder Technol.* **2024**, *444*, doi:10.1016/j.powtec.2024.120004.
17. Kassym, K.; Perveen, A. Atomization Processes of Metal Powders for 3D Printing. In Proceedings of the Materials Today: Proceedings; Elsevier Ltd, 2019; Vol. 26, pp. 1727–1733.

18. Cacace, S.; Furlan, V.; Sorci, R.; Semeraro, Q.; Boccadoro, M. Using Recycled Material to Produce Gas-Atomized Metal Powders for Additive Manufacturing Processes. *J. Clean. Prod.* **2020**, *268*, doi:10.1016/j.jclepro.2020.122218.
19. On the Influence of Solution Heat Treatment on the Grain Boundary Reactivity of 316L Stainless Steel Manufactured by Laser Powder Bed Fusion.
20. *Additive Manufacturing-Feedstock Materials-Methods to Characterize Metallic Powders 1*;
21. *Additive Manufacturing of Metals-Powder Bed Fusion-Presentation of Material Properties in Material Data Sheets 1*;
22. Ahmed, N.; Barsoum, I.; Haidemenopoulos, G.; Al-Rub, R.K.A. Process Parameter Selection and Optimization of Laser Powder Bed Fusion for 316L Stainless Steel: A Review. *J. Manuf. Process.* 2022, *75*, 415–434.
23. ASTM E3353-22 Standard Guide for In-Process Monitoring Using Optical and Thermal Methods for Laser Powder Bed Fusion 2022.
24. F3624-23 Standard Guide for Additive Manufacturing of Metals Powder Bed Fusion Measurement and Characterization of Surface Texture 2023.
25. UNI EN 10088.
26. Boniardi, M.; Casaroli, A. *Gli Acciai Inossidabili*; 2014;
27. Rajan, T.V.; Sharma, C.P. *Heat Treatment*; 2011;
28. UNI EN 10269-13.
29. Dràpala, J.; Kostiukovà, G.; Loserovà, M. *Influence of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of Sus 316l Alloy*; Twayne Publishers, 2018; ISBN 0000000000.
30. Wu, G.; Chen, N.; Godfrey, A.; Shen, Z.;; Huang, X. *Post Heat-Treatment Enhancement of Additive Manufactured 316L Stainless Steel*; APA, 2026;
31. Effect of Heat Treatment on Tribological Properties of AISI 316L Manufactured through Selective Laser Melting.
32. Wu, G.; Chen, N.; Godfrey, A.; Shen, Z.;; Huang, X. *Post Heat-Treatment Enhancement of Additive Manufactured 316L Stainless Steel*; APA, 2026;
33. INTERNATIONAL STANDARD ISO 6344-3, Coated Abrasives — Determination and Designation of Grain Size Distribution — Part 3: Microgrit Sizes P240 to P5000 2021.
34. E407 − 23, Standard Practice for Microetching Metals and Alloys 2023.
35. Pinto, F.C.; Aota, L.S.; Souza Filho, I.R.; Raabe, D.; Sandim, H.R.Z. Recrystallization in Non-Conventional Microstructures of 316L Stainless Steel Produced via Laser Powder-Bed Fusion: Effect of Particle Coarsening Kinetics. *J. Mater. Sci.* **2022**, *57*, 9576–9598, doi:10.1007/s10853-021-06859-1.