

UNIVERSITA' POLITECNICA DELLE MARCHE

FACOLTA' DI INGEGNERIA

Corso di Laurea triennale in Ingegneria Meccanica

Caratterizzazione dell'acciaio inossidabile AISI 316L

ottenuto per additive manufacturing

Characterisation of AISI 316L stainless steel obtained by additive manufacturing

Relatore: Chiar.mo/a

Tesi di Laurea di:

Prof.ssa. Eleonora Santecchia

Pasquale Dragonetti

A.A. **2021 / 2022**

INTRODUZIONE

Il presente lavoro verterà su una serie di analisi e operazioni per la caratterizzazione di un acciaio inossidabile martensitico denominato AISI 316L sottoposto prima a sinterizzazione, processo in cui le particelle di materiale solido in forma di polvere, esposto a riscaldamento, originano un materiale compatto e successivamente messo in fornace [1]. Seguentemente viene trattato attraverso una tecnologia di stampa additiva sviluppata dalla desktop metal chiamata BMD (Bound Metal Deposition) che consiste nell'estrusione e sovrapposizione di filamento di materiale al fine di ottenere la forma finale desiderata. Successivamente il materiale preso in analisi subirà una serie di operazioni in laboratorio.

L'elaborato si divide in quattro capitoli: il primo fornisce un quadro generale riguardante l' additive manufacturing, le sue origini, caratteristiche e impieghi concentrandoci sulla BMD, tema decisamente attuale per la crisi energetica che si sta attraversando. Nel secondo capitolo viene posta attenzione sulle diverse tipologie di acciai inossidabili, soffermandoci sull'AISI 316L e sul confronto tra le varie caratteristiche che si possono ottenere con le tecnologie di stampa 3D; si è visto come anche a causa dei problemi della pandemia, nelle catene di fornitura, essa ha permesso di aumentare la flessibilità, mitigare rischi, semplificare flussi di lavoro e sostenere i metodi di produzione. Dopodiché vengono illustrati i procedimenti sperimentali eseguiti in laboratorio con annesse tutte le strumentazioni utilizzate per poi, nell'ultimo capitolo, trarre delle conclusioni circa il lavoro svolto.

SOMMARIO

1.INTRODUZ	ZIONE ALL' ADDITIVE MANUFACTURING	5
1.1 Cenni	storici della stampa 3D	5
1.2 Proce	dimento di additive manufacturing	6
1.3 Tecnic	che di additive manufacturing	7
1.3.1	POWDER BED FUSION (fusione a letto di polvere)	8
1.3.2	Direct Energy Deposition (DED)1	10
1.3.3	Binder Jetting	13
1.3.4	Material Extrusion (ME)1	14
1.3.5	Bound Metal Deposition (BMD)1	15
1.3.6	Metal Injection Moulding o Iniezione di metallo (MIM)1	17
1.3.7 E	lectron beam melting (EBM)1	19
Capitolo 2: A	ACCIAI INOSSIDABILI	21
2.1 Classi	ficazione degli acciai inossidabili2	21
2.2 Analis	si componente AISI 316L	<u>2</u> 4
2.2.1 C	aratteristiche dei diversi trattamenti per l'AISI 316L	25
Capitolo 3: I	Procedure sperimentali	27
3.1 Prepa	razione metallografica	27
3.2 Teoria	a di microscopia e osservazioni al microscopio ottico	32
3.3 Analis	si microstruttura tramite attacco chimico3	36
3.4 Durez	za e microdurezza	38
Capitolo 4: I	Risultati sperimentali	13
4.1 Ca	ratterizzazione dei vuoti	13

4.2 Calcolo delle microdurezze	. 52
4.2.1 Componente 316L BMD piano XY	. 54
4.2.2 Componente 316L BMD piano YZ	. 56
4.3 Calcolo delle durezze	. 57
CONCLUSIONI	. 59
BIBLIOGRAFIA	. 62

Capitolo 1:INTRODUZIONE ALL' ADDITIVE MANUFACTURING

1.1 Cenni storici della stampa 3D

Le sue origini risalgono al 1984, quando l'ingegnere statunitense Chuck Hull e due sue colleghi, partendo dalle idee relative alla stereolitografia e apportando delle modifiche, giunsero all'ottenimento del brevetto per la tecnologia SLS (acronimo di selective laser sintering) nel quale il materiale di partenza era il nylon che permise di ottenere vantaggi a livello pratico. Questa tecnologia viene applicata nel settore agricolo, delle automotive e dell'industria di locomotive ed è sempre più in espansione grazie al molteplice utilizzo di cui essa vanta. Il suo sviluppo è sempre più affluente anche negli Stati Uniti, grazie alla nascita del National Additive Manufacturing Innovation Institute (NAMII) fondata dal presidente Barack Obama con sede in Ohio ed ha l'obiettivo di accelerare le tecnologie AM negli Stati Uniti, infatti è presente anche una collaborazione con l'ORBNL (Oak Ridge National Laboratory) in cui, attraverso l'Advance Manufacturing Office (AMO) sono stati stampati pezzi di grandi dimensioni come case o auto sportive ma anche scambiatori di calore e ugelli. La produzione additiva abilita inoltre una completa digitalizzazione del processo manifatturiero, in perfetta linea con le esigenze della smart factory. Essa, inoltre, consente di personalizzare le produzioni andando incontro alle esigenze della domanda; infatti, già a fine 2016 la manifattura additiva è stata inserita anche dal governo italiano tra le tecnologie abilitanti per l'industria 4.0 (Figura 1.1).



Figura 1.1: Evoluzione della stampa 3D

1.2 Procedimento di additive manufacturing

L' additive manufacturing, conosciuta anche come stampa 3D, è insieme di processi produttivi che permettono di realizzare oggetti fisici partendo da un modello geometrico attraverso appunto "addizione" strato su strato di materiale (figura 1.2). Partiamo dallo sviluppo di un modello 3D CAD (computer-aided design) dell'oggetto da produrre che poi verrà convertito tramite dei file appositi in formato STL (standard teassellation language), in cui la superficie del componente viene approssimata in una somma di triangoli in modo tale da avere un file più semplice da gestire considerando la perdita di alcune informazioni geometriche. Successivamente un software consentirà di scomporre in varie sezioni 2D mediante slicing (affettamento) di produrre il file di macchina, creando un certo numero di strati tali da includere tutta la geometria del pezzo. Il sistema di additive manufacturing viene diviso in diverse categorie fra le quali: sistemi a letto di polvere o powder bed fusion (PBF) systems, direct energy deposition (DED) system (powder-feed e wire feed). Nel sistema al letto di polvere la forma da dare viene creata facendo rastrellare la polvere attraverso l'area di lavoro e grazie ad una fonte di energia (fascio di elettroni o raggio laser). Successivamente viene immessa ulteriore polvere e il processo viene ripetuto finché non viene creato un componente di forma tridimensionale e possiede come vantaggi quelli di produrre pezzi con caratteristiche elevate mantenendo il controllo dimensionale. Nella seconda tipologia invece le polveri vengono convogliate tramite un ugello sulla superficie e tramite un laser viene data la forma tridimensionale desiderata. Sul mercato ci sono due metodi con cui poter applicare questo procedimento. Il primo è che il pezzo da lavorare rimane fermo e la testa di deposizione si muove, altrimenti la testa rimane ferma e il pezzo da lavorare si muove. I sistemi powder feed hanno il vantaggio di coprire maggiore volume ed essere utilizzati per rinnovare dei componenti danneggiati o usurati. L'ultima che andremo ad analizzare è l'alimentazione a filo metallico (DED wire-feed) alimentato da un fascio di elettroni, plasma o laser. È una tipologia di additive manufacturing adatta per una velocità di deposizione alta e elevati volumi di costruzione e che richiede una lavorazione in seguito [2]. La produzione additiva riduce il consumo di energia del 25% e può ridurre i costi degli sprechi e di materiali fino al 90% rispetto a altri metodi tradizionali.

3D Cad Model

.STL Slicing File Software

Layer Slices & Tool Path

AM Process

3D Object

Figura 1.2 Processo di stampa 3D: dal modello CAD al prodotto finito

1.3 Tecniche di additive manufacturing

I materiali utilizzati per ottenere ciò che proviene dal sistema CAD sono polimeri, compositi, metalli e leghe. Il numero di metalli disponibili nel campo della fabbricazione additiva, sebbene ancora inferiore rispetto ai polimeri, è in forte aumento; è possibile utilizzare diverse tipologie di leghe e acciai: leghe di Alluminio, leghe di Titanio, leghe a base di Nichel, leghe di Cobalto-Cromo, oro, argento o acciai per utensili o inossidabili. Attraverso la classifica dell'ASTM/F2921 si possono distinguere sette tecnologie differenti a seconda del tipo di processo in: material extrusion, binder jetting, material jetting, powder bed fusion, directed energy deposition, sheet lamination manufacturing e vat photopolymerization. Tra le varie tipologie di additive manufacturing, indipendentemente dal materiale, vengono catalogati i seguenti processi:

FDM (Fused Deposition Modelling)

Come materiale in ingresso viene utilizzata una bobina di filamento termoplastico come l'ABS(Acrylonitrile Butadiene Styrene) che viene riscaldata fino a giungere al punto di fusione all'interno dell'estrusore, per poi essere estruso strato per strato per formare un solido 3D.

SLS (Selective Laser Sintering)

Tipologia di sinterizzazione in cui la polvere polimerica viene riscaldata appena sotto il punto di fusione da un laser e successivamente mischiata tutta insieme per formare un oggetto solido.

SLA (Stereo-lithography)

La stereolitografia è stato il primo processo di stampa 3D introdotto sul mercato. Tutto inizia con un laser che riscalda la superficie superiore del liquido fotopolimerico, il quale si indurisce istantaneamente. Il laser muovendosi nelle varie direzioni permette di ottenere l'oggetto desiderato.

LOM (Laminated Object Manufacturing)

Tipologia di manifattura additiva che permette di creare oggetti 3D usando carta, plastica e metalli. Carta o plastica laminati vengono poi incollati insieme e attraverso un taglio effettuato dal laser ottengo la forma dell'oggetto.

Inizialmente vengono stesi dei pezzi di carta sulla piattaforma che vengono incollati tra loro con una colla spruzzata sulla lamina in maniera selettiva concentrandosi sulle zone di lavoro. Infine, tramite uno strumento per spigoli vivi, vado a tagliare i laminati nella maniera desiderata [3].

Vediamo ora nel dettaglio quelli che sono i processi più diffusi di AM impiegati nella fabbricazione di componenti metallici secondo le norme ASTMF42 e ISOTC261 che sono: fusione a letto di polvere (PBF), deposizione diretta di energia (DED), binder jetting (BJ), material extrusion (ME) nella quale rientra anche la tecnologia BMD (Bound Metal Deposition), MIM ed electron beam melting (EBM).

1.3.1 POWDER BED FUSION (fusione a letto di polvere)

La fusione a letto di polvere (PBF), conosciuto anche come Laser Powder Bed Fusion (LPBF) o Selective Laser Melting (SLM) è un tipo di tecnologia che ha iniziato a prendere piede durante gli anni 90' in numerose aziende e che consiste nel creare un pezzo strato su strato in un letto di polvere che può essere di polimeri o metalli. Le particelle di polvere di metallo vengono fuse impiegando una fonte di calore come un raggio laser o elettroni per andare a creare un pezzo più o meno complesso strato per strato. Il design del pezzo viene creato tramite modello 3D attraverso l'utilizzo di un sistema CAD. Il pezzo viene poi tagliato tramite slicer fino ad ottenere uno strato tra i 20 e i 60 micron. Si passa poi al processo di stampa in cui la stampante 3D riempie la camera con un gas per arrivare alla temperatura ottimale. Successivamente viene applicato uno strato di polvere sul piatto ed effettuata la scansione della sezione trasversale del pezzo, fissato grazie ai supporti di stampa, tramite un laser a fibre ottiche andando a fondere le particelle di metallo. Dopo aver completato lo strato, il piatto si sposta in basso in modo tale da permettere l'aggiunta di un ulteriore strato di polvere e procediamo in questo modo fino ad ottenere il pezzo finito. Possiede una piastra di costruzione che viene riscaldata fino a 200 °C così da eliminare l'umidità della polvere ed inoltre permettere di effettuare una distensione del materiale per ridurre le tensioni residue e facilitare anche l'adesione dei primi strati stampanti. La stampante poi deve raffreddarsi e la polvere che non è stata fusa deve essere rimossa dal vassoio per avere il prodotto finale; invece, per quanto riguarda i supporti devono essere rimossi tramite metodi di taglio oppure tramite elettroerosione a filo [4]. Vengono impiegati poi trattamenti termici per migliorare le proprietà meccaniche, ridurre lo stress residuo e avere una finitura superficiale migliore; infatti, spesso vengono posti in atmosfera protetta con gas inerte, spesso Argon, così che si eviti le possibili ossidazioni di strati superficiali durante la fusione e solidificazione della polvere metallica. Viene spesso utilizzata per una serie di vantaggi come la riduzione di sprechi e del costo del materiale, hanno tempi di sviluppo migliori, possiedono buona risoluzione e le parti possono essere completamente personalizzate su base batch per lotto e soprattutto si possono unire molti tipi di materiali, come ceramica, vetro, plastica e metalli o leghe. Inoltre questa tecnologia viene utilizzata per una vasta gamma di applicazioni ma possiede un limite che risiede nel volume massimo confinato a circa il mezzo metro cubo; questo perché l'elevato peso del cubo rende difficoltosi i vari spostamenti di pochi millimetri che sono necessari all'elevatore per svolgere il processo di costruzione del pezzo richiesto. Utilizzi di cui possiamo farne sono in campo medico, ad esempio, per la realizzazione di componenti ortopedici personalizzati come impianti cranici. In ambito aerospaziale trovano il loro impiego per aerei militari e commerciali; è stata messo in evidenza come l'ugello prodotto in modo additivo di un GE9X, che è il più grande motore turboventilatore prodotto, è cinque volte più resistente rispetto ad uno ottenuto con la maniera tradizionale. Un esempio lampante per il settore automobilistico invece è la Koenigsegg One 1, una hypercar che è composta da una serie di componenti creati per produzione additiva che risultano più efficienti e meno costosi [5]. Merita una menzione nella sfera delle tecnologie AM la fusione multi-getto (multijet fusion) che in qualche modo si differenzia dal processo di fusione a letto di polvere. Con il multijet fusion, derivante dalla sinterizzazione termica selettiva (SHS), da un agente fondente e un agente distaccante, viene stampata a getto d'inchiostro sullo strato di polvere polimerica e l'intero letto di stampa viene riscaldato con una fonte di calore a infrarossi. Ovunque l'agente di fusione sia stato stampato, la polvere assorbe una quantità di energia termica sufficiente a sciogliere, considerando che il resto del materiale rimanga come residuo [6].



Figura 1.3 Processo di Powder Bed Fusion

1.3.2 Direct Energy Deposition (DED)

Come già citato in precedenza, a differenza di tecniche tradizionali sottrattive che conducono al pezzo finale attraverso l'eliminazione di parti di materiali prendendo in origine un blocco massivo tramite utilizzo di appositi utensili, l'Additive Manufacturing permette di ottenere il pezzo tramite deposizione strato su strato. Nella DED vengono formati oggetti 3D fondendo il materiale, mentre avviene il deposito, tramite energia termica focalizzata come laser, fascio di elettroni o arco di plasma e cioè, grazie alla simultanea somministrazione di polveri metalliche e di energia. Dopo che ogni strato di metallo è stato depositato, la piastra si abbassa per consentire la costruzione del pezzo successivo. Andando ad illustrare più nel dettaglio il procedimento, possiamo innanzitutto affermare che le polveri vengono insufflate tramite un sistema di ugelli per mezzo di un gas di trasporto. Tramite poi un sistema di lenti convesse, la fonte che viene generata e immessa tra quelle

elencate già in precedenza viene convogliata verso la regione da costruire. È importante che gli ugelli siano posizionati in maniera corretta così che il flusso delle polveri incontri la sorgente in modo corretto per evitare la pozza di fusione (melt pool), zona in cui possiamo trovare il metallo allo stato liquido. Terminata la deposizione del singolo strato, il substrato in cui avviene poi la costruzione viene abbassato o alzato tramite un meccanismo di controllo così da poter processare lo strato di polveri successivo. Bisogna però porre particolare attenzione alla probabilità che si verifichi il fenomeno dell'ossidazione causata dalle elevate temperature di lavorazione dei metalli che può essere evitata utilizzando gas inerte, in particolare l'Argon. I sistemi DED utilizzano un laser Nd-YAG (granato di ittrio e alluminio drogato con quantità di neodimio, erbio e cerio) che possiede un'energia che varia tra 1 e 5 kW. Il diametro dell'ugello invece è dell'ordine di pochi millimetri. Attualmente la tecnologia DED viene utilizzata principalmente per la riparazione, aggiungendo materiale ad una parte già esistente. Come per le altre tecnologie, molte aziende hanno creato delle varianti diverse della DED. Un esempio lampante è la Optomec Design Company, fondata negli stati uniti nel 1979 e diventata leader nel settore della produzione additiva, ha sviluppato un nuovo progetto del DED che prende il nome di LENS(laser engineering net shaping), in cui il metallo in polvere viene riscaldato da un laser con potenza elevata all'interno di una camera sigillata per mantenere la parte fabbricata pulita e pura per poi essere trattato, lavorato e finito. Tramite questo, Optimec produce parti utilizzando acciaio inox e leghe di nichel (inconel), rame, cobalto e alluminio, dimostrandosi molto versatile. Un'azienda che prende il nome di Sciaky invece, ha dato origine alla tecnica EBAM (Electron Beam Additive Manufacturing) con la quale si ha una produzione più rapida, tempi di lavorazione minore e scarto di rifiuti più basso. Utilizza un filo metallico che viene fuso tramite un fascio di elettroni ad alta potenza e può inoltre combinare due metalli insieme per creare leghe personalizzate. Il gruppo sciaky afferma inoltre, che questa tecnologia è in grado di produrre tra 7 e 25 libbre di metallo all'ora. La più recente e più tecnologicamente avanzata è invece la Norsk Titanium, fondata in Norvegia nel 2004 che ha implementato la DED con la deposizione rapida al plasma(RPD). Viene fuso con precisione il filo di titanio con un laser, alimentato da un estrusore, che viene depositato sulla piastra che si trova in ambiente di gas argon inerte. Si concentrano sul mantenimento di una qualità elevata del metallo durante tutta la lavorazione e possiede rischio di striature ridotto e scarsa aderenza. La tecnologia DED presenta vantaggi e svantaggi come in tutti gli altri processi:

 Per prima cosa, le stampanti a deposizione di energia diretta hanno capacità di costruzione maggiore rispetto alle Power Bed Fusion, DMLS o EBM dovuto alla fusione e deposizione del metallo contemporanea, in modo da creare pezzi più densi e con buone proprietà meccaniche.

- 2. La velocità di produzione di DED è maggiore rispetto ad altri metodi di stampa 3D in metallo; infatti, Optomec ha pubblicato un articolo basato su una serie di studi dove si è dimostrato che, tramite DED, è stato stampato un componente dieci volte più velocemente e ad un costo inferiore cinque volte quello della PBF (Power Bed Fusion) e questo dimostra come è maggiormente conveniente rispetto alle altre tecniche.
- 3. Facile cambio del materiale poiché viene alimentato durante il processo su richiesta da contenitori di polvere separati, facili da riempire o cambiare.
- 4. Si presta per applicazioni di riparazione
- 5. Le macchine DED hanno la capacità di utilizzare polveri o contenitori di filo diversi che permettono di costruire parti in lega personalizzata.
- 6. D'altronde però, i sistemi a deposizione diretta di energia sono molto costosi rispetto ad altri tipi di sistemi per AM.
- 7. Bassa risoluzione di costruzione: le parti prodotte dalla DED hanno risoluzione inferiore con scarsa finitura superficiale che richiede un trattamento secondario.
- 8. Nessuna struttura di supporto: vista la modalità con cui opera la tecnologia DED per creare parti, è impossibile utilizzare strutture di supporto.[7-9]



Figura 1.4: Rappresentazione di una macchina con tecnologia DED

1.3.3 Binder Jetting

Il binder jetting è una tecnologia di stampa 3D poco conosciuta ma versatile. È simile alla sinterizzazione laser selettiva, infatti, utilizza un letto di polveri che vengono fatte aderire tramite un binder, che funge da legante, depositato tramite una testa a getto d'inchiostro. Questa tipologia di tecnologia è stata inventata durante un progetto MIT nel 1980 e brevettata nel 1993 per poi essere acquistata dalla 3D systems. Nel 1995 la ZCorporation ottenne un brevetto per l'utilizzo della tecnologia riguardante i metalli. A partire poi dal 1996 la società Extrude Hone Corporation ottenne il diritto esclusivo di utilizzo del MIT e sarà proprio quest'ultima azienda che utilizzerà unicamente la tecnologia Binder Jetting dal 2005 fino ai primi anni del 2010, scaturito dall'ingresso di nuove compagnie sul mercato. Nel 2018 entra nel mercato del Binder Jetting anche HP e di grande spessore sono gli esperimenti nel campo dell'architettura come il progetto D-Shape dell'ingegnere italiano Enrico Dini [11]. Si sposta ora l'attenzione al vero e proprio procedimento di stampa BJ. È presente una testina di stampa che spruzza selettivamente un legante su un letto di polvere, strato per strato così da formare la base. Una volta completato uno strato, viene abbassato il letto di polvere di uno strato e un nuovo rivestimento di polvere viene immesso sullo strato precedentemente stampato per il passaggio della testina di stampa. Ovviamente la riuscita della stampa dipende da una serie di fattori. In primo luogo, le altezze degli strati sono importanti per determinare quanto è levigata la finitura. È inoltre rilevante la dimensione delle gocce e della polvere per la precisione e la modalità con cui verrà creata la geometria complessa. Una volta terminato il processo di stampaggio, la parte viene lasciata riposare. Successivamente, la parte viene rimossa dal letto di polvere e quella che rimane in eccesso viene eliminata tramite aria compressa. Una particolarità di questo tipo di AM è data dal fatto che i supporti non sono necessari, a differenza di FDM o SLA, perché le parti sono circondati da polvere. Rappresenta un aspetto importante poiché permette di avere tempi minori e meno materiali da impiegare e di conseguenza costi più bassi. Inoltre, il binder jetting (figura 1.5) utilizza un contenitore per la polvere e le parti sono pertanto create senza scambio termico e di conseguenza non subiscono deformazioni ma si possono rilevare dei problemi dovuti alla riduzione del pezzo dello 0,8-2% del pezzo totale durante i processi di sinterizzazione e infiltrazione. Possiamo concludere affermando che il BJ è un buon compromesso per ottenere parti di metallo di volume medio-basso. Un altro incredibile vantaggio del binder jetting è l'utilizzo di stampare pezzi colorati, ottenuti mescolando polveri a base di gesso con l'agente legante liquido. D'altra parte però, come svantaggi di questo incredibile processo abbiamo una bassa resistenza delle parti ed è meno preciso rispetto ad un material jetting [10-12].

13



Figura 1.5: Processo di binder jetting

1.3.4 Material Extrusion (ME)

L'estrusione di materiale, nota anche come fused deposition modeling (FDM) o fabbricazione a forma libera (FFF), è tra i più affidabili ed economici processi di additive manufacturing per stampare polimeri termoplastici. Questa tecnica usa una testina per stampaggio riscaldata in cui i filamenti termoplastici vengono fusi e successivamente espulsi attraverso l'ugello dell'estrusore e viene depositato su una piattaforma di stampa 3D in modo tale da costruire il modello strato per strato (figura 1.6). Tramite FDM si può stampare una grande varietà di biomateriali e inoltre è vantaggioso perché semplice da usare anche da un non specialista nel settore ma allo stesso tempo presenta degli inconvenienti riguardanti la scarsa finitura superficiale e la precisione. Una delle tecnologie più importanti tra i processi ME, è proprio quella del Bound Metal Deposition su cui verrà posta più attenzione [13-14].



Figura 1.6: Funzionamento del Material Extrusion

1.3.5 Bound Metal Deposition (BMD)

La Bound Metal Deposition sviluppata dalla Desktop Metal è un processo di fabbricazione additiva basato sull'estrusione (per questo proveniente dalla ME) in cui i componenti, come verrà citato in seguito, sono realizzati attraverso l'estrusione di un supporto termoplastico caricato di polveri. Rappresenta un ibrido tra tecnologia di fabbricazione a forma libera (FFF) e del MIM per i processi che la caratterizzano. Tutto parte dall'utilizzo di un file STL e file CAD ed una volta che viene elaborato il file e convertito in formato "g-code". Il pezzo viene costruito mediante estrusione di barre metalliche riscaldate e preparate con polveri metalliche e leganti multicomponenti come cera e legante polimerico seguito poi da una successiva sovrapposizione del filamento di materiale da parte di un ugello (figura 1.7). Il processo utilizza principalmente due estrusori: uno per l'estrusione delle barre di metallo legate per il pezzo creato e il secondo ugello estrude materiale ceramico che serve ad ottenere il distaccamento dai supporti stampati per riempire le parti vuote nel pezzo [15]. Una volta effettuato lo stampaggio, il legante viene rimosso tramite debinding in maniera tale che si vadano a densificare le particelle metalliche. Il pezzo è posizionato su dei ripiani di un apposito cestello, che viene successivamente inserito all'interno del debinder in modo tale da eliminare il più possibile la componente polimerica del materiale. Successivamente si passa alla sinterizzazione che rappresenta una fase di compattazione per unire le particelle di metallo per formare parti dense andando a inficiare sul restringimento del pezzo (figura 1.8 a, b, c), [16].



Figura 1.7: schema fasi bound metal deposition

-Parametri della BMD

È una tecnica di produzione additiva molto utilizzata sia per la capacità di creare parti complesse che per il suo costo economico. Inoltre presenta dei tempi di sviluppo relativamente corti. Per prima cosa è importante la dimensione dell'ugello che è responsabile dell'estrusione del filamento e si ricerca un buon compromesso tra velocità di stampa e precisione. Bisogna porre particolare attenzione alle temperature di fusione, la temperatura del letto di polvere e cioè la base di appoggio che dovrà essere sempre riscaldata e la velocità di stampa che riguarda la velocità con cui si muovono gli ugelli della stampante. Inoltre ultimi ma non per importanza, sono lo spessore dello strato e il numero dei contorni che andiamo a creare sul bordo esterno.

Per quanto riguarda il materiale metallico utilizzato, la miscela utilizza un contenuto di polvere tra il 50 e 80% a seconda dell'importanza del prodotto finito. La quantità di polvere influisce sulla densità e sulla deformazione del prodotto finale. Il tipo di polvere metallica verrà selezionato in base alle caratteristiche meccaniche e superficiali e alle proprietà che vogliamo abbia il materiale. Quelli più utilizzati sono l'acciaio inox 17-4 PH, lega di titanio Ti64 e l'acciaio inox 316L che vedremo meglio in seguito [17].



Figura 1.8: Elementi utilizzati in post trattamento: a) stampante 3D; b) debinder Studio System; c)forno per la sinterizzazione Desktop Metal

1.3.6 Metal Injection Moulding o Iniezione di metallo (MIM)

Lo stampaggio a iniezione di metalli è un processo di produzione che ha preso piede negli ultimi 15 anni perché si è dimostrato un processo di produzione alternativo per componenti di forma mediopiccola a costo minore. MIM (figura 1.9) è una tecnologia sviluppata dalla combinazione di stampaggio a iniezione di materie plastiche e metallurgia tradizionale delle polveri. A differenza dello stampaggio di materiali termoplastici in cui il componente stampato è spesso il prodotto finale, questi componenti dovranno essere trattati termicamente per rimuovere polimeri. Le polveri per il MIM, inoltre, non sono comprimibili e quindi sono più abrasive nel processo di stampaggio a iniezione rispetto ai materiali termoplastici con conseguente probabilità di erosione nelle cavità dello stampo e nella macchina di stampaggio. Per ovviare a questo problema vengono utilizzati dei rivestimenti resistenti all'usura. In generale vengono prodotti componenti piccoli (peso minore di 25grammi) ma in elevati volumi di produzione. I componenti MIM trovano impiego nel settore industriale come quello automobilistico oppure delle armi da fuoco e in ambito dell'industria aerospaziale. La commercializzazione delle parti MIM ha visto aumentare la produzione e l'Asia è la più grande regione produttrice di stampaggio a iniezione di polveri (PMI) al mondo. Di seguito viene illustrato il procedimento nel dettaglio [19-20].



Figura 1.9: Illustrazione processo di metal injection moulding

Tutti i metalli che possono essere prodotti sotto forma di polvere sono adatti a subire la lavorazione MIM, tranne per il magnesio e alluminio in cui la presenza dell'ossido va ad inficiare sulla sinterizzazione. Di seguito si elencano le fasi di realizzazione del metal injection moduling:

- Stampaggio a iniezione: simile allo stampaggio di materie plastiche, la differenza principale è che le componenti del MIM sono realizzati con materiali che presentano una maggiore resistenza perché abbiamo a che fare con materie prime molto abrasive. Inoltre bisogna prestare particolare attenzione alla forma dello stampo e del pezzo per evitare problematiche successive.
- Debinding: è una fase che funge da ponte e prepara il prodotto per la sinterizzazione.
 Consiste nella rimozione del materiale legante ed il tempo necessario per questa operazione dipende dalla dimensione del pezzo e dal metodo che si utilizza.
- Sinterizzazione: rappresenta l'ultima fase del processo e consiste nella diffusione termica che permette di avere il componente solido a densità elevata. Questa fase si svolge all'interno di forni di sinterizzazione in cui gli acciai raggiungono temperature anche di 1200-1400°C ed in cui viene creato il vuoto [18].

1.3.7 Electron beam melting (EBM)

Il processo EBM è una tecnologia additiva PBF, utilizzata per lavorare i metalli.

Questa tecnica è molto simile alla SLM, infatti, si parte sempre da uno strato di polvere metallica. In questo caso, però, invece di esserci un rullo compattatore è presente un rastrello che ne garantisce una stesura uniforme. All' interno dell'EBM la fusione delle particelle avviene tramite un fascio di elettroni ad alta densità di energia e non tramite laser come la maggior parte degli altri processi che interessano i metalli. Essi vengono emessi scaldando un filamento di materiale, solitamente tungsteno, a temperature di circa 2500°C (per questo viene detto processo a caldo); sono poi indirizzati e accelerati grazie alla presenza di due lenti elettromagnetiche (figura 1.10): la prima focalizza il fascio al diametro desiderato, la seconda lo devia fino al punto da fondere sulla piattaforma. L'interazione tra fascio di elettroni e polvere è caratterizzata da una profondità di penetrazione più elevata di quella del fascio laser. Inoltre la corrente del fascio è controllata nell'intervallo 1-50 mA mentre il diametro può essere concentrato fino ad una dimensione di circa 0,1 mm. Tutto il processo viene realizzato in un ambiente sottovuoto.



Figura 1.10: schema macchina per EBM

I vantaggi del fascio di elettroni sono:

- Fusione di uno strato di polvere di spessore maggiore, permettendo così di usare strati più spessi e polveri con grani più grossi.
- La velocità del processo va ad aumentare poiché il fascio di elettroni si muove quasi istantaneamente. L'elevata velocità del fascio di elettroni è legata alle bobine e campi magnetici che ne danno la direzione.

Tra gli svantaggi invece, possiamo dire che con questa tecnica si possono utilizzare solo polveri di materiali conduttori e la finitura superficiale dei componenti risulta di qualità inferiore rispetto all' SLM [21].

Capitolo 2: ACCIAI INOSSIDABILI

Gli acciai inossidabili (o acciai inox) sono leghe a base di ferro e carbonio che contengono anche altri elementi come cromo, nichel, molibdeno, manganese, silicio, titanio e molti altri che li rendono resistenti alla corrosione. Ad esempio quando il cromo viene aggiunto all'acciaio durante la produzione, si forma un ossido di cromo, che agendo come una superficie protettiva, impedisce all'umidità e all'aria di causare ruggine, da cui prende il nome "acciaio inossidabile". Un altro elemento rilevante è ad esempio il nichel, che in base alla sua presenza o meno, permette di distinguere un acciaio inossidabile ferritico, da uno martensitico o austenitico. Per quanto riguarda la composizione chimica, gli acciai inossidabili hanno contenuti di cromo pari all'11-12% e tenori di carbonio inferiori all'1,2%. Se la percentuale dei leganti è elevata (oltre il 50% in peso), non si parla più di acciai inox bensì di leghe inox austenitiche: costituiscono un ampliamento degli acciai inox austenitici tradizionali e sono nate per coprire le debolezze di questi ultimi in fatto di resistenza alla corrosione. I principali settori in cui vengono impiegati gli acciai inossidabili sono le industrie chimiche, alimentari e farmaceutica, edile e settori in cui vengono richieste prestazioni elevate e resistenti alla corrosione [21].

2.1 Classificazione degli acciai inossidabili

utilizzare.

Innanzitutto le strutture degli acciai inossidabili possono essere rappresentate attraverso il diagramma di Schaeffler (figura 2.1), che determina la tipologia strutturale in funzione del tenore di cromo equivalente e nichel equivalente. Il tenore equivalente rappresenta la somma delle percentuali di elementi che vanno ad ampliare il campo della ferrite (Cr, Mo, Si, Nb) e dell'austenite (Ni, C, Mn) per avere un indice univoco per rendere il tracciamento sul diagramma pratico da



Figura 2.1: Diagramma di Schaeffler

Gli acciai inossidabili si classificazione in cinque tipologie: austenitici, ferritici, martensitici, duplex o bifasici e indurenti per precipitazione (PH).

- Gli acciai austenitici sono costituiti da ferro, cromo e nichel con tenori di carbonio inferiori al 0,1%. Sono la classe di acciai inox più diffusi a livello mondiale e conosciuti e questo perché presentano le migliori caratteristiche di resistenza a corrosione e ossidazione sia a temperatura ambiente che a caldo, questo dato anche dal fatto che la loro struttura è cubica a faccia centrata (CFC). Sono utilizzati soprattutto nel campo delle lavorazioni di deformazione plastica a freddo, come l'imbutitura, e le lavorazioni per asportazione di truciolo. Come per le altre categorie di acciai, possono essere aggiunti alcuni costituenti per migliorare alcune caratteristiche: l'aggiunta di cromo e nichel aumenta la resistenza termica, l'aggiunta di azoto aumenta la resistenza anche a basse temperature, l'aggiunta di carbonio migliora le proprietà meccaniche, l'aggiunta di molibdeno aumenta la resistenza alla corrosione, mentre l'aggiunta di titanio evita la corrosione intergranulare dopo la saldatura. Inoltre sono amagnetici e ciò li rende essenziali per realizzazione di applicazioni particolari come l'industria nucleare.
- Gli acciai ferritici sono delle leghe ferro-cromo, con tenori di carbonio inferiori al 0,1% e contenuti di cromo variabili tra il 16 e il 28%. Tra i costituenti principali abbiamo cromo e molibdeno per migliorare la resistenza alla corrosione e il titanio per migliorare la saldabilità. Per quel che riguarda le applicazioni, sono acciai saldabili e largamente impiegati per deformazioni plastiche a caldo e a freddo, inoltre possono anche essere lavorati alle macchine utensili. Importante è anche che gli acciai inox ferritici sono soggetti a corrosione intergranulare in seguito alla sensibilizzazione, in misura anche superiore agli acciai austenitici. La maggiore suscettibilità deriva dal fatto che, alla tendenza del carbonio a reagire con il cromo per dare carburi di cromo che precipitano preferenzialmente ai bordi intergranulari si aggiungono gli effetti dovuti alla diversa solubilità del carbonio, molto bassa nella fase α. Pertanto, negli acciai ferritici è notevolmente maggiore, rispetto agli austenitici, la tendenza del carbonio a precipitare nella matrice ferritica sotto forma di carburi, particolarmente ai bordi intergranulari. L'acciaio ferritico più famoso è l'AISI 410S che presenta buone caratteristiche di forgiabilità e ottima resistenza all'ossidazione a caldo. Presentano inoltre una struttura cubica a corpo centrato (CCC), uguale a quella del ferro a temperatura ambiente. Questi acciai sono magnetici e le loro proprietà meccaniche non

possono essere aumentate tramite trattamenti termici poiché la loro struttura ferritica rimane invariata all'aumentare della temperatura. Tali proprietà possono però essere aumentate ricorrendo a lavorazioni per deformazione a freddo, come la laminazione e la trafilatura, che comportano l'incrudimento del metallo. Gli acciai ferritici comprendono leghe adatte a svariati utilizzi ed hanno trovato ampia diffusione, principalmente, per via dei bassi costi di produzione dovuti all'assenza di nichel nella lega.

- Gli acciai duplex o bifasici sono delle leghe ferro-cromo-nichel a struttura bifasica, costituita da austenite e ferrite. Le proprietà meccaniche di questa lega dipendono dalla morfologia delle singole fasi, dal rapporto tra di esse ed il bilanciamento tra elementi austenitizzanti (principalmente Ni, Mn, N) e ferritizzanti (Cr, Mo). Questi sono acciai ad alta resistenza alla corrosione e presentano proprietà meccaniche superiori a quelle dei ferritici e austenitici; essi presentano, infatti, carichi di rottura, carichi di snervamento e resistenza a fatica abbastanza elevati. Per tale motivo sono di comune utilizzo nelle piattaforme offshore, dove l'azione del sale e degli agenti corrosivi particolarmente accentuata. Sono caratterizzati da una struttura mista di ferrite CCC e austenite FCC. Il termine Super Duplex denota acciaio duplex ad alte prestazioni, basato su un elevato contenuto di cromo, nichel e molibdeno per migliorare la resistenza alla corrosione.
- Gli acciai martensitici invece sono costituiti principalmente da cromo, compreso tra l'11 e il 18%, con piccole percentuali di nichel. Essi possono essere temprati per migliorare le proprietà meccaniche, infatti tale trattamento ci consente di aumentare il valore di carico di rottura, il carico di snervamento e la durezza. Gli acciai martensitici sono largamente impiegati in applicazioni di tipo strutturale e per deformazioni plastiche, specialmente a caldo. Tra i componenti maggiormente realizzati con questa categoria di acciai inox abbiamo alberi di trasmissione, giranti di pompe, turbine, utensili speciali, cuscinetti a rotolamento, attrezzi chirurgici e coltelleria [22].

2.2 Analisi componente AISI 316L

L'acciaio inossidabile AISI 316L è un acciaio di tipo austenitico avente una percentuale di cromo compresa tra il 16 e il 18 %; inoltre ha tenori di nichel compresi tra il 10 e il 14 %, mentre il molibdeno è presente con percentuali che variano tra il 2 e il 3 %, questo permette la formazione di carburi di molibdeno. Si tratta di un acciaio a basso tenore di carbonio, come indicato anche dalla lettera "L" vista nella *Figura2.3*, presente solitamente intorno allo 0,03 % e che permette di migliorare le caratteristiche di resistenza alla corrosione intergranulare, assicurando ottime doti di saldabilità. Questo, inoltre, lo differenzia dall' AISI 316, nel quale il carbonio compare con una percentuale dello 0,08 %. L'acciaio 316L oltre ad esibire un'ottima capacità di resistenza ad ambienti aggressivi è dotato anche di un'elevata durezza e tenacità ed inoltre è facilmente lavorabile, forgiabile e saldabile. È però importante sottolineare che questo non permette di raggiungere elevati livelli di complessità nella geometria dei componenti se non attraverso delle costose e lunghe lavorazioni successive per asportazione di truciolo. Questa limitazione dell'acciaio 316L però, ha trovato impiego in numerosi campi commerciali che hanno avvicinato l'acciaio IDED [23].

NOMENCLATURE ALTERNATIVE

ASTM	EN	UNS	JIS
316L	1.4404	531603	N/A

Figura 2.2: Nomenclatura attribuita all'AISI 316L

	C % ≤	Mn % ≤	P % ≤	S % ≤	Si % ≤	Cr %	Ni %	Mo %	altro %
AISI 316	0,07	2	0,045	0,015	1	16,5 ÷ 18,5	10 ÷ 13	2 ÷ 2,5	N ≤ 0,11
AISI 316L	0,03	2	0,045	0,015	1	16,5 ÷ 18,5	10 ÷ 13	2 ÷ 2,5	N ≤ 0,11

Figura 2.3: Confronto fra acciaio 316 e 316L (dove si può notare nel dettaglio la minor quantità di carbonio).

2.2.1 Caratteristiche dei diversi trattamenti per l'AISI 316L

Oltre a possedere una buona saldabilità e ottima deformabilità plastica a caldo e freddo, questi acciai possiedono valori di tensioni di rottura piuttosto modesti (500-600 MPa) e valori di snervamento molto bassi (200-350 MPa) a cui però corrispondono caratteristiche di tenacità molto elevate. L'unico trattamento termico applicabile è quello di solubilizzazione, che prevede un riscaldamento a temperature superiori ai 1000°C per un tempo necessario alla completa dissoluzione dei carburi che si formano con l'ausilio di cromo e successivamente, all'omogeneizzazione della composizione. Infine viene applicato un raffreddamento rapido. Per convenienza, si reputa consigliabile completare il trattamento con una distensione, per eliminare possibili tensioni meccaniche residue che potrebbero favorire la corrosione chimica sotto sforzo. L'acciaio 316L è un acciaio non temprabile ma indurabile tramite deformazione a freddo. Una classica microstruttura ottenibile da casting vede una matrice di austenite e una seconda fase di ferrite δ (Figura 2.4). Questa fase ricca di Cr, si forma generalmente nella prima fase di solidificazione e comporta un aumento della percentuale di nichel presente nella fase liquida. Ciò favorisce la formazione di austenite dai bordi della fase ferrite δ [32], che cambia la sua morfologia in base alla velocità di raffreddamento.



Figura 2.4: microstruttura di un AISI 316L da casting

Viene posta attenzione ora sui processi di additive manufacturing che hanno un costo di produzione notevolmente superiore alle tecnologie standard. Ovviamente l'utilizzo di questi acciai in questo ambito è giustificato nel caso si utilizzi acciai dal costo elevato di tipo alto legati e a basso tenore di carbonio. La necessità di limitare il contenuto di carbonio è legata al voler limitare al minimo il fenomeno della formazione di carburi a seguito delle alte temperature nella zona di scansione. La formazione di tali fasi porterebbe infatti a un infragilimento del materiale [23-24].

MECHANICAL PROPERTIES							
	Standard	Studio System [™] 2 As-Sintered	MIM - MPIF 35 Min ¹ As-Sintered	Wrought ² For reference			
Ultimate tensile strength (MPa)	ASTM E8M	533	450	425			
Yield strength (MPa)	ASTM E8M	169	140	170			
Elongation (%)	ASTM E8M	66	40	40			
Hardness (HRB)	ASTM E18	66	67 (typ)	95 (max)			
Density (relative)	ASTM B311	97%	95%	100%			

Figura 2.5: proprietà meccaniche dell'AISI 316L

Capitolo 3: Procedure sperimentali

Nel capitolo seguente verranno analizzate nel dettaglio tutte le procedure sperimentali che sono state svolte in laboratorio. Verranno descritte tutte le attrezzature utilizzate, come è stato preparato il campione e in seguito si andranno a vedere tutti i risultati ottenuti.

3.1 Preparazione metallografica

Per prima cosa la prima fase consiste nel tagliare il nostro provino tramite una troncatrice accompagnata da un getto d'acqua per ricavare il provino da analizzare. Questa macchina è dotata di un motore elettrico che alimenta una lama a disco che permette di tagliare il campione, di ugelli per l'immissione di liquido refrigerante e lubrificante da espellere nel punto di contatto tra campione e lama per evitare scintille e che il pezzo vada a rovinarsi. Inoltre i campioni alloggiano in un apposito sistema di morse. Quello che si ottiene da questa prima operazione, sono due provini dello stesso componente. Un taglio viene applicato sul piano xy e l'altro sul piano yz.



Figura 3.1: Troncatrice utilizzata per il taglio

Una volta che il provino è stato tagliato viene successivamente inglobato con l'ausilio di una resina fenolica nera ed una inglobatrice a caldo (figura 3.2). Innanzitutto possiamo affermare che questa

macchina permette di realizzare campioni metallografici in breve tempo. Andando più nel dettaglio, tramite un misurino da 7.5 ccm, vado ad aggiungere tre misurini di resina per far avvenire il processo di inglobatura. La macchina è inoltre dotata di quattro tasti principali: due inerenti alla regolazione della pressione e due per la scelta della temperatura a cui portare il provino. Sostanzialmente quello che è stato fatto in laboratorio è di accingere il provino su un alloggio specifico dell'inglobatrice e, una volta che questo si è abbassato al suo interno, versare la resina fenolica. Le specifiche della macchina sono state settate ad una temperatura di 150°C con una pressione che si aggira tra i 25 e i 30 kN, posta nella sezione denominata "Power" sull'interfaccia della macchina. Il pezzo, una volta riscaldato, deve essere sottoposto alla pressione data precedentemente per circa sette minuti. Una volta fatto ciò, lasciamo raffreddare per cinque minuti e alla fine del processo otteniamo un provino cilindrico, illustrato in *Figura 3.4,* il quale ha solitamente uno spessore intorno ai due centimetri.



Figura 3.2: Inglobatrice a caldo







Figura 3.3: Provino di acciaio AISI 316L inglobato

Figura 3.4: Resina fenolica nera utilizzata

Una volta che abbiamo inglobato il nostro provino si procede con l'operazione di lappatura o finitura che ci consente di rimuovere i graffi e le asperità presenti sulla superficie, i quali sono dovuti al taglio con la troncatrice. La superficie del campione che si vuole osservare al microscopio ottico subisce una lavorazione mediante carte abrasive al carburo di silicio (SiC) di diverse granulometrie medie. Le carte sono classificate secondo una normativa internazionale che assegna un numero che indica la densità media dei carburi di silicio per pollice al quadrato (mesh). Tanto minore sarà il numero riportato nella carta abrasiva e tanto minore sarà la densità dei granuli con conseguente maggiore grossezza media dei singoli carburi presenti. Quindi le carte abrasive che possiedono un numero basso producono solchi profondi e spessi, mentre carte aventi un numero maggiore graffiano la superficie ma in maniera più lieve con solchi che possono identificarsi anche sui 6 μm di diametro e profondità. Dagli studi del corso di metodologie metallografiche possiamo affermare che le carte più diffuse sono le seguenti: 180, 320, 600, 1200, 2400, 4000. Con l'ausilio della lappatrice (figura 3.5), possiamo utilizzare questi dischi che ruotano ad una certa velocità per permettere la lucidatura del pezzo. Sono dotati inoltre di piccoli rubinetti che consentono di raffreddare la zona di lavorazione per evitare che il campione abbia dei graffi profondi e che possano compromettere la visione al microscopio. La prima cosa da fare è fissare sulla lappatrice il disco da 600 e iniziare la lucidatura. Si procede poi con una 1200, una 2000 e infine una 4000. Ogni passaggio da una carta abrasiva all'altra è preceduto da un controllo al microscopio ottico. È inoltre importante mantenere l'orientazione e pressione costante sul campione sempre nello stesso modo e nel momento in cui utilizziamo un'altra carta abrasiva, devo ruotare il pezzo di 45° e mantenerlo in quella posizione. Possiamo terminare il processo di assottigliamento meccanico nel momento in cui il campione presenta una superficie lucida e priva di graffi, attraverso un'attenta osservazione al microscopio. Una volta stabilito che il provino risulta idoneo, si è proseguito con la lucidatura meccanica o lucidatura con il panno.



Figura 3.5: lappatrice usata per la lucidatura

La lucidatura al panno viene eseguita per lucidare ulteriormente il campione e nel caso in cui non risulti sufficiente usare solo la lucidatrice. Questa avviene attraverso l'impiego di pasta diamantata ed un panno. È la medesima operazione di prima con la differenza che il campione viene agiato su un unico disco rotante sul quale alloggia un panno. L'operazione inizia spalmando della pasta diamantata sul panno e, dopo aver acceso la lappatrice (figura 3.6) e aver opportunamente regolato la velocità, si spruzza del lubrificante (costituito da acqua e oli) tra il campione e il panno. Procediamo in questo modo fino a quando la superficie non risulta perfettamente lucidata a specchio. Questa fase è di fondamentale importanza per le osservazioni al microscopio ottico (figura 3.7), in quanto consente di ottenere superfici metalliche pronte ad essere attaccate chimicamente e quindi esenti da imperfezioni dovute alla preparazione metallografica. Ricordiamo inoltre, che è fondamentale durante le operazioni di finitura, premere il provino in maniera uniforme e non eccessivamente violenta sulla carta abrasiva o sul panno. E ogni volta che viene tolto il provino, devo lavare ed asciugare per bene con l'aiuto di un compressore perché potrebbe alterare la misura in microscopia.



Figura 3.6: lappatrice

Figura 3.7: microscopio ottico

3.2 Teoria di microscopia e osservazioni al microscopio ottico

Dopo aver fatto la lucidatura si è passati al microscopio ottico a luce invertita Leica Reichert-Jung MeF3 (figura 3.8) e sono stati acquisiti dieci campioni di diversi parti del provino sia per quello tagliato rispetto al piano xy che rispetto al piano yz perché verranno utilizzate in seguito per la caratterizzazione dei vuoti. Possiede ingrandimenti che variano da 2,5x a 100x.



Figura 3.8: microscopio Leica Reichert-Jung MeF3

Andando ad analizzare la *figura 3.8* si possono identificare le principali componenti per acquisire i campioni. Posta sotto il monitor abbiamo un regolatore di luminosità. Spostandoci sul microscopio si hanno due manopole per spostarsi in orizzontale, verticale, destra e sinistra. Abbiamo inoltre una piccola leva per la regolazione del filtro luce rosso grigio e un ulteriore manopola per la messa a fuoco. Per questo lavoro di tesi è stato utilizzato il software "Qcapture PRO" per muoversi sul provino e fare i vari SNAP (acquisizioni) dei campioni. Successivamente al salvataggio dei campioni, utilizzando "imagine-pro plus", si inserisce il marker attraverso l'opzione "spatial calibration". In base all'ingrandimento che si utilizza si h un marker diverso che rappresenta l'unità di misura. Qui di seguito viene illustrata la tabella dei marker utilizzata (figura 3.9) e inoltre si può osservare quella che è una delle dieci acquisizioni 20x0.8 (figura 3.10).

TABELLA 2,5×0,8 1000 MARKER 1000 2,5×1 EBP 2,5×1,25 500 2,5×1,88 10 × 0,8 200 005 1 × 01 10×1,25 150 10 × 1,88 100 20× 0,8 100 20×1 100 20× 1,25 100 20×1,88 50 50×0,8 50 50 $SO \times 1$ 50×1,25 25 50×1,88 25 ax 1 20 50 × 1,88 25

Figura 3.9: tabella marker



Figura 3.10: immagine acquisita al microscopio

Il microscopio ottico è costituito da un sistema di lenti inserite in un tubo ottico tramite le quali è possibile ingrandire l'immagine del campione da osservare, il quale deve essere attraversato dalla luce. Il microscopio ottico può essere semplice (un solo sistema di lenti o addirittura una sola lente) o composto (almeno due sistemi, oculare ed obiettivo), e l'illuminazione può raggiungere il campione da dietro, attraversandolo (luce trasmessa), o esserne riflessa (luce riflessa). Le due lenti costituenti il MO sono l'oculare, in cui si guarda, e l'obiettivo, situato in prossimità dell'oggetto da osservare. Sfrutta la luce con lunghezza d'onda dal vicino infrarosso all'ultravioletto, coprendo tutto lo spettro visibile. La parte meccanica è composta da uno stativo, che costituisce un sostegno metallico centrale il quale poggia su una pesante base. Il campione viene poggiato nella parte alta del microscopio.

Grazie all'utilizzo del MO, dopo l'operazione di lucidatura citata precedentemente, si possono evidenziare inclusioni, particelle intermetalliche grossolane, cavità, porosità, soffiature, cricche e in casi particolari una delle fasi presenti (nel nostro caso anche macrovuoti). Nel momento in cui si va ad effettuare un attacco chimico (come sarà fatto in seguito) si possono osservare i bordi di grano, i geminati, linee di flusso e particelle grossolane.

È essenziale mettere in risalto quelle che sono i due limiti principali rispetto alle potenzialità del microscopio:

- Limite strumentale: questa tipologia di limite è data dal fatto che il microscopio deve possedere dimensioni accettabili ed essere compatto e semplice, ma questo non permette qualsiasi tipo di ingrandimento.
- Limite fisico: il limite fisico è dovuto invece alla lunghezza d'onda della luce visibile, compresa tra i 400nm e i 750 nm. Siccome la lunghezza d'onda λ ha un'elevata influenza sul più piccolo dettaglio distinguibile da parte del microscopio ottico a causa della seguente relazione, l'ingrandimento è limitato inferiormente a 200 nm.

$$r_{\min} = 0.61 \frac{\lambda}{n \sin \alpha}$$

In cui λ è la lunghezza d'onda, n è l'indice di rifrazione e α la metà dell'angolo di apertura dell'obiettivo.

Dopo aver utilizzato il microscopio nei processi di lucidatura e successivamente di acquisizione delle varie immagini, sono state caricate le varie acquisizioni su "Imagej" per svolgere la caratterizzazione dei vuoti nel capito successivo.

3.3 Analisi microstruttura tramite attacco chimico

A seguire dell'acquisizione dei campioni c'è la fase dell'attacco chimico. Le dosi dei vari componenti variano in base a ciò che bisogna analizzare. Tramite quest'ultimo, possono essere messi in risalto **geminati**, che sono difetti strutturali, piani secondari, bordi di grano e grani. 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. Bisogna comunque prestare attenzione perché se si eccede con la permanenza dell'attacco si rischia di bruciare il campione. Il luogo in cui viene svolta questa operazione è rappresentato di seguito (figura 3.11):



Figura 3.11: luogo in cui si svolge l'attacco chimico

La composizione della soluzione utilizzata per l'attacco chimico è la seguente:

- 15 ml di acido cloridrico (HCl)
- 10 ml di HNO₃
- 1 ml di acido acetico CH₃COOH

Appena terminato l'attacco chimico viene spruzzato dell'acqua sul componente in modo tale che poi possa essere visualizzato il risultato al microscopio. Il risultato che otteniamo ci permette di visualizzare nel dettaglio le varie caratteristiche citate in precedenza. La seguente immagine (figura 3.12) è un'acquisizione con parametri d'ingrandimento 20X0.8 e in cui si può ben evidenziare la presenza di geminati.



Figura 3.12: acquisizione al microscopio ottico dopo attacco chimico

3.4 Durezza e microdurezza

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 e Rockwell. Viene dato qualche accenno teorico dallo studio del corso di metodologie metallografiche per illustrare meglio in cosa consiste questo capitolo. Innanzitutto la durezza può assumere diversi significati fisici a seconda dell'ambito a cui si fa riferimento: in metallurgia rappresenta la resistenza alla penetrazione, resistenza all'usura come lubrificante, resistenza alla deformazione plastica in ambito progettuale, resistenza al graffio quando si parla di mineralogia e resistenza al taglio per lavorazione plastiche. Esistono diverse modalità con cui effettuare la prova di durezza, le più usate sono sicuramente le prove di indentazione di tipo statico e cioè i cosiddetti test tradizionali, come la prova Brinell, la prova Vickers e la prova Rockwell. Altrimenti ci sono anche varie tipologie di test (es. di rimbalzo, scratch, di taglio, abrasione, smorzamento). I test di durezza vengono eseguiti più frequentemente rispetto a qualsiasi altro test meccanico perché sono più semplici ed economici, il test non è distruttivo e per i risultati delle proprietà meccaniche. Le prove sono principalmente di due famiglie:

- Macrodurezze: l'impronta viene provocata da un penetratore ed interessa un notevole volume di materiale e viene impresso un carico che può andare da 1N ad un massimo di 30 kN e in queste rientrano le prove Brinell, prove Vickers e prove Rockwell.
- Microdurezze: interessano un piccolo volume di materiale ed i carichi applicati sono inferiori a 1N. Ne fanno parte le prove Vickers e le prove Knoop.

-La *prova di durezza Brinell* (figura 3.13) consiste nel premere con un certo carico F, chiamato carico di prova ed espresso in Newton, un penetratore di metallo duro, solitamente carburo di tungsteno, avente forma sferica con diametro pari a D, contro la superficie del pezzo in prova; successivamente, dopo la rimozione della forza F si misura il diametro d dell'impronta lasciata sulla superficie, che è una calotta sferica, come vediamo nella seguente figura:

38



Figura 3.13: prova di durezza Brinell

Il numero di durezza Brinell ha le dimensioni di una pressione [N/mm²] ed è il rapporto tra il carico applicato e l'area della calotta sferica dell'impronta e si calcola con la seguente formula:

$$HB = \frac{2F}{\pi D (D - \sqrt{D^2 - d^2})}$$
$$HB = 0.102 \frac{F}{s}$$

Come stabilito dalla normativa a riguardo, la UNI EN ISO 6506, il campione sottoposto a prova deve possedere una superficie piana, liscia, sgrassata e ortogonale alla direzione di carico; inoltre, questa deve avere uno spessore sufficiente per evitare la sua totale deformazione. La normativa ci fornisce delle informazioni anche riguardo alla temperatura di prova che deve essere compresa tra i 10 e i 35 °C.

-La *prova di durezza Vickers* (figura 3.14) consiste nel premere con un certo carico F un penetratore di diamante, a forma di piramide retta a base quadrata con un angolo tra le facce opposte al vertice di 136°, contro la superficie del pezzo in prova e nel misurare la diagonale media d dell'impronta lasciata sulla superficie dopo la rimozione della forza F.



Figura 3.14: prova di durezza Vickers

Il numero di durezza Vickers è calcolato come il rapporto tra il carico applicato e l'area dell'impronta della piramide, secondo la formula:

HV = 0,102
$$\frac{2 \text{ F sen } 136^{\circ}/2}{d^2} \cong 0,1891 \text{ F/d}^2$$

Anche in questo caso le normative ci forniscono le linee guida e le condizioni da rispettare per una corretta esecuzione della prova. Il penetratore deve avere angolo e punta entro tolleranze prescritte e inoltre le facce della piramide devono essere levigate ed esenti da altri difetti superficiali. Dobbiamo accertarci di avere assenza di urti e vibrazioni durante la prova, inoltre il pezzo deve essere preparato appositamente: liscio, piano e privo di materiali estranei, esente da alterazioni dovute a riscaldamenti e incrudimenti. Abbiamo un altro aspetto di cui tener conto, infatti il campione deve avere uno spessore adeguato, almeno maggiore di 1,5 volte la diagonale media dell'impronta. Per quel che riguarda le caratteristiche di esecuzione della prova, la temperatura deve essere compresa tra i 10 e i 35°C, mentre la distanza tra un'impronta e l'altra o tra impronta e bordo del campione, deve essere sempre maggiore di 4 volte il diametro più grande. I tempi di esecuzione della prova sono variabili a seconda del campione e del durometro che utilizziamo, solitamente impieghiamo tra i 2 e gli 8 secondi per raggiungere il carico, il quale viene mantenuto per un tempo di 15 secondi e che può avere una forza da 1.9 a 980.7 N.





Figura 3.15: durometro utilizzato per la prova di microdurezza Vickers

Ogni impronta imprime una forza di 500 grammi/forza per circa 10 secondi. Il durometro è dotato di un regolatore di forza, di una punta Vickers, da una manopola per avvicinare o allontanare il campione e da due puntatori utili per spostare il campione (1 giro corrisponde ad uno spostamento di 1 mm) (figura 3.15).

-Si analizza ora la *prova Rockwell* (figura 3.16) la quale consiste nel premere in due tempi diversi e con carichi diversi un penetratore di forma opportuna contro la superficie del pezzo in prova e nel misurare l'accrescimento permanente e dell'impronta dopo la rimozione del carico addizionale F1. Il penetratore usato in questa prova può essere una sfera d'acciaio temprato o di metallo duro, oppure un cono di diamante. Inizialmente si applica un precarico f per assestare il penetratore sul materiale e per eliminare la componente di deformazione elastica della misura della durezza e l'azzeramento del durometro. Poi si applica il carico effettivo della scala scelta e si misura la differenza di penetrazione in mm. Andando nel dettaglio, il carico iniziale senza urto viene applicato per un 5 secondi e successivamente, passati 30 secondi di permanenza, si toglie il carico addizionale. I penetratori sono un diamante conico con angolo al vertice di 120° e sfere con diametri tra 1,588 e 6,35mm.

Prova Rockwell con penetratore sferico



Prova Rockwell con penetratore conico



Figura 3.16: prova Rockwell con due diversi penetratori

Capitolo 4: Risultati sperimentali

Nel capitolo 4 verranno messi in evidenza i risultati ottenuti dopo le procedure fatte in laboratorio.

4.1Caratterizzazione dei vuoti

Prima di andare a visualizzare nel dettaglio i risultati inerenti alla presenza dei vuoti all'interno dell'acciaio, dobbiamo illustrare il processo di calcolo e settaggio di tutto il procedimento.

- Apertura immagine e impostazione scala → è la prima cosa da fare e forse anche la più importante perché permette di lavorare con i micrometri (um) invece che con i pixel. Per fare ciò dobbiamo:
 - Aprire il software ImageJ.exe;
 - Caricare sul software l'immagine che dobbiamo analizzare selezionando "file" e poi "open" (figura 4.1);



Figura 4.1: immagine cui analizzare i vuoti

- Selezionare la lente d'ingrandimento per ingrandire la zona del marker;
- Selezionare lo strumento "straight" e disegnare una linea dritta (tenendo premuto shift) della medesima lunghezza del marker;

 Per poter convertire i pixel in micrometri è obbligatorio selezionare "analyze" e poi settare la scala tramite "set scale", all'interno del quadrante che si riferisce a "know distance" si va ad inserire il valore del marker e su "unit of length" bisogna scrivere "um" (figura 4.2);



Figura 4.2: operazione di impostazione della scala

- Caratterizzazione dei vuoti → la seconda fase del processo permette di conoscere il numero esatto di vuoti e la loro area che sono presenti all'interno della microstruttura del campione AISI 316L. Per fare ciò, dobbiamo anche in questo caso seguire degli step per ogni immagine:
 - Usando il comando "rectangle" si disegna un rettangolo la cui area non contenga il marker (figura 4.3);



Figura 4.3: creazione rettangolo d'interesse

- È necessario lavorare sull'area presente all'interno del rettangolo e per questo bisogna selezionare "image" e successivamente "crop" in modo da ritagliare la parte selezionata precedentemente e avere un'immagine di dimensioni minori;
- Successivamente bisogna evidenziare tutti i vuoti presenti e per fare ciò è opportuno selezionare "Process", a seguire "Binary" e infine "Make Binary" e ci concentriamo su una particolare zona d'interesse;



Figura 4.4 procedura per mettere in evidenza i vuoti

 2020.8 (5) (75%)

 499 50/34 28 μm (1572/920): 8-bit (jmmetting LUT): 1.488

E distingueremo i vuoti ottenendo una cosa come questa (figura 4.5):

Figura 4.5 immagine con i vuoti in risalto

Per sapere con certezza il numero effettivo di vuoti e le loro dimensioni è necessario selezionare il comando "analyze" seguito dal comando "analyze particles" e successivamente selezionare *outlines* dal menu a tendina "show". A questo punto si apre una finestra simile ad Excel (figura 4.6), nella prima colonna viene riportato il numero identificativo di ogni vuoto mentre nella seconda colonna appare l'area dei vuoti espressa in micron.²



Figura 4.6 vuoti e rispettive aree messe in evidenza

 L'ultimo passo per la caratterizzazione dei vuoti prevede di copiare e incollare su Excel i dati di ogni immagine per svolgere i calcoli essenziali.

Le immagini prese in esame sono in totale 30. Venti immagini per il campione su piano xy con due ingrandimenti diversi; le altre dieci fanno riferimento rispetto al piano yz.

Per ogni immagine, viene calcolata la sommatoria delle aree di ogni vuoto, l'area dell'immagine (le cui dimensioni sono riportate in alto a sinistra) e la percentuale dei vuoti sull'area totale (figura 4.7) ed infine viene fatta una percentuale della media (figura 4.8) utilizzando quest'ultimi. Sono stati utilizzati ingrandimenti di 20X0.8 per entrambi i piani xy e yz.

La formula utilizzata è la seguente: %*vuoti*= (∑*Aree vuoti/Area immagine*) *100%. Per l'analisi sul piano xy sono stati ottenuti i risultati che troviamo qui di seguito.

748	1.833
749	4.685
750	1.935
751	0.611
Σ aree vuoti(um)	6320.682
area immagine(um)	137863.771
% vuoti	4.585

%Media vuoti= 3.98330

Figura 4.8 media vuoti ottenuti

Figura 4.7 le 3 analisi che vengono fatte per ogni foto

Per quanto riguarda le immagini acquisite con marker 50 invece, il procedimento è il medesimo del precedente ma è necessario cambiare qualche piccola cosa.

- Apertura immagine e impostazione scala → è la prima cosa da fare e forse anche la più importante perché permette di lavorare con i micrometri (um) invece che con i pixel. Per fare ciò dobbiamo:
 - Aprire il software ImageJ.exe;
 - Caricare sul software l'immagine che dobbiamo analizzare selezionando "file" e poi "open" (figura 4.9);



Figura 4.9 immagine da analizzare

- Selezionare la lente d'ingrandimento per ingrandire la zona del marker;
- Selezionare lo strumento "straight" e disegnare una linea dritta (tenendo premuto shift) della medesima lunghezza del marker;
- Per poter convertire i pixel in micrometri è obbligatorio selezionare "analyze" e poi settare la scala tramite "set scale", all'interno del quadrante che si riferisce a "know distance" si va ad inserire il valore del marker e cioè in questo caso 50 e non più 100 e su "unit of length" bisogna inserire "um" (figura 4.10);

🛓 Set Scale	×
Distance in pixels:	390
Known distance:	50
Pixel aspect ratio:	1.0
Unit of length:	um
Click to I	Remove Scale
Global	
Scale: 7.800 pixels/	um

Figura 4.10 impostazione scala

 Caratterizzazione dei vuoti → la seconda fase del processo permette di conoscere il numero esatto di vuoti e la loro area che sono presenti all'interno della microstruttura del campione AISI 316L. Per fare ciò, dobbiamo anche in questo caso seguire degli step per ogni immagine:

Usando il comando "rectangle" si disegna un rettangolo la cui area non contenga il marker;

- È necessario lavorare sull'area presente all'interno del rettangolo e per questo bisogna selezionare "image" e successivamente "crop" in modo da ritagliare la parte selezionata precedentemente e avere un'immagine di dimensioni minori;
- Successivamente bisogna evidenziare tutti i vuoti presenti e per fare ciò è opportuno selezionare "Process", a seguire "Binary" e infine "Make Binary" e ci concentriamo su una particolare zona d'interesse;

E distingueremo i vuoti ottenendo una cosa come nell'immagine seguente(figura 4.11):



- Per sapere con certezza il numero effettivo di vuoti e le loro dimensioni è necessario selezionare il comando "analyze" seguito dal comando "analyze particles" e successivamente selezionare outlines dal menu a tendina "show". A questo punto si apre una finestra simile ad Excel (figura 4.12), nella prima colonna viene riportato il numero identificativo di ogni vuoto mentre nella seconda colonna appare l'area dei vuoti espressa in micron.²

& Results	- O X
File Edit Font Results	
Area Mean Mn May	
200 0.022 200 200 200 0 0 0 0 0 0 0 0 0	
200 0.555 200 200 205 1524x1032 pixels; 8-bit; 1.5MB	
	0
	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
219 0.033 200 200 200	
	0
	0
219 0.114 200 200 200	
221 0.016 255 255 255	
222 0.180 255 255 255	0
223 0.066 255 255 255	
224 0.033 255 255 255	• •
229 0.049 250 250 250	***
226 0115 250 250 250 0 0	
227 0.066 255 255 255	- 0 °Q
228 0.049 250 250 250	
229 10.008 255 255	. O
230 0.016 255 255	
231 0.049 250 250 250	
232 20.164 255 255	
234 0.016 255 255 255	999
235 13 579 255 255 255	
236 0.328 256 255 255	
237 11 565 256 255 0 0 0	
238 3.702 266 265 🗢	
239 0.033 266 266 266 0	
240 0.016 255 255 0	
241 8.665 255 255	
242 4 960 255 255	
243 0.066 255 255	
244 0.016 255 255 255	
245 3.145 255 255 255	
246 0.016 255 255	
247 0.131 255 255 255	
248 0.049 255 255 255	
249 0.213 255 255 255	
250 0.016 255 255 255	
251 0.033 255 255	

Figura 4.12: vuoti e rispettive aree messe in evidenza

L'ultimo passo per la caratterizzazione dei vuoti prevede di copiare e incollare su Excel i dati di ogni immagine per svolgere i calcoli essenziali ed ottenere la sommatoria delle aree di ogni vuoto, l'area dell'immagine (le cui dimensioni sono riportate in alto a sinistra) e la percentuale dei vuoti sull'area totale (figura 4.13) ed infine viene fatta una percentuale della media (figura 4.14).

Σ aree vuoti(um) area immagine(um)	1000.67 44991.1815	%Media vuoti=	3.385551927			
% vuoti	2.22414697					
		Figura 4.14 media vuoti XY				

Figura 4.13 risultati inerenti all'immagine 1 con ingrandimento 50X0.8

Facendo un'analisi approfondita, notiamo che anche con questo ingrandimento si nota l'elevata porosità del componente.

Invece per il componente AISI 316L rispetto al piano yz, il procedimento è il medesimo di quello fatto in precedenza. Anche in questo caso sono state analizzate 10 immagini trovando di ognuna la somma delle aree dei vuoti, l'area dell'immagine dopo il "make binary" ed il "crop" e infine la percentuale dei vuoti di ogni immagine (figura 4.15). Successivamente è stata ricavata la percentuale media dei vuoti (figura 4.16) come fatto per le precedenti.

748	1.833
749	4.685
750	1.935
751	0.611
Σ aree vuoti(um)	6320.682
area immagine(um)	137863.771
% vuoti	4.585

Figura 4.15 risultati analisi immagine 1 con ingrandimento 20X0.8





COMMENTO:

dai risultati ottenuti attraverso questa analisi sui vuoti di tutte le immagini, si può notare che la quantità di vuoti è abbastanza elevata e dalle dimensioni abbastanza importanti; infatti, la media sia per il piano X-Y e Y-Z, supera il valore del 2%. Il significato di questo valore implica che il materiale preso in esame possiede una *porosità piuttosto elevata* che sappiamo essere un aspetto negativo e indesiderato in ambito metallurgico perché va ad inficiare in maniera negativa su quella che è la resistenza meccanica del materiale, abbassandola. Di seguito viene illustrata una tabella che riassume i valori percentuali dei vuoti.

	% media vuoti
Piano	3.3855
XY	
Piano	2.6933
ΥZ	

4.2 Calcolo delle microdurezze

La prova di microdurezza Vickers è stata eseguita sui sei campioni mediante un durometro a punta di tronco di piramide. Il carico utilizzato per eseguire la prova era pari a 500 gf, come già detto in precedenza, ed è stato applicato per una durata di 10 secondi, questo per far sì che le impronte restituiscano valori di durezza stabili e dalla ridotta incertezza. Per prima cosa viene stabilito lo "zero" sul campione e cioè la posizione in cui effettuiamo la prima impronta sulla superficie. Lo spostamento avviene tramite due viti di regolazione sia orizzontalmente che verticalmente; questo ci permette di eseguire le prove alla stessa distanza l'una dall'altra. Le prove sono state eseguite a partire da una distanza di due millimetri dalle estremità della superficie metallica, questo per evitare che la resina del campione alteri le nostre misure. A seconda delle dimensioni della superficie metallica sono state eseguite tre prove per ogni fila, ad una distanza di due millimetri l'una dall'altra in altezza per il piano xy, mentre a distanza di 1.5 mm in altezza per il piano yz; questa operazione è stata ripetuta per 15-20 file. Più nel dettaglio, si vede di seguito come è stato impostato il lavoro.

Nella *figura 4.17* si osserva le impronte prese per quanto riguarda il campione AISI 316L rispetto al piano xy.



Figura 4.17: schema impronta XY

Invece di seguito, nella figura 4.18 si osserva le impronte prese sull' AISI 316L rispetto al piano yz.



Figura 4.18: schema impronta YZ

Il durometro utilizzato per fare le acquisizioni è collegato ad un computer avente un programma che consente di ingrandire l'impronta a base piramidale (figura 4.17) e, grazie ad un software, si identificano e misurano i valori delle due diagonali principali e ne determiniamo il valore medio.



Figura 4.17 impronta a base piramidale impressa dalla punta Vickers

Una volta trovato il valore medio, è stato inserito in un foglio di calcolo Excel preimpostato (figura 4.18) che permette di convertire la media delle due diagonali in un valore di durezza Vickers. Si ripete l'operazione per ognuna delle prove eseguite sulla superficie metallica.

A	в	C	D	E	F	G	н	
CALC	OLO MIC	RODURE	ZZA		TABELLA	DI CONV	/ERSION	IE
Carico a	pplicato	500	gf		Media HV	149.2		
Diagonale	HV	MPa	GPa		Vickers (120 chilogrammi)	Brinell (sfera da 10 millimetri, un carico da 3000	Rockwell C (cono da 120 gradi 150 chilogrammi)	Rockwell B (1/16 " sfera 100 chilogrammi)
313	152	1/88	1/9			chilogrammi)	73	-
313 196	151	1483	1.43		1220	780	72	-
287 6923	179	1757	1.40		1170	760	70	-
201.0020	110	1101	1.70		1114	745	68	-
331 7144	135	1322	1 32		1060	725	67	-
312,2403	152	1492	1.49		1021	712	66	-
294,1244	171	1681	1.68		940	682	65	2
					905	668	64	-
338.3974	130	1270	1.27		867	652	63	5
316.1538	148	1455	1.46		803	626	62	-
289.3976	177	1737	1.74		775	614	61	-
					746	601	60	-
357	116	1140	1.14		727	590	59	-
326	140	1372	1.37		694	576	57	-
293.6003	172	1687	1.69		649	552	56	-
					639	545	55	-
323.4154	142	1391	1.39		606	529	54	-

Figura 4.18 tabella preimpostata di Excel per i dati della prova di microdurezza

4.2.1 Componente 316L BMD piano XY

Qui di seguito vengono riportate le analisi fatte su Excel per trovare, attraverso i dati acquisiti, le relative medie e deviazioni standard calcolate lungo le righe e le colonne attraverso particolari funzioni di Excel (tabella 4.18).

	Y1	Y2	Y3	MEDIA	DEV.S
X1	152	151	179	160.667	15.885
X2	135	152	171	152.667	18.0093
X3	130	148	177	151.667	23.7136
X4	116	140	172	142.667	28.0951
X5	142	140	158	146.667	9.86577
X6	135	141	177	151	22.7156
X7	105	155	168	142.667	101.385
X8	118	159	160	145.667	23.9653
MEDIA	129.125	148.25	170.25		
DEV. S.	15.2918	7.28501	7.8513		

Tabella 4.18: media e dev. standard XY

Il valore medio di microdurezza per questo campione, calcolato come la media di tutti i valori acquisiti, è pari a 149.21 HV. Per i campioni ricavati mediante taglio lungo il piano xy, ci interessa principalmente conoscere la variazione dei dati lungo le tre colonne (figura 4.19) e la variazione della durezza sulla superficie del campione (figura 4.20).



Figura 4.19: Valori di microdurezza Vickers lungo le colonne Y1, Y2, Y3 per il campione 316L



Figura 4.20: Valori medi di microdurezza Vickers per il campione 316L

4.2.2 Componente 316L BMD piano YZ

Viene effettuato lo stesso procedimento fatto in precedenza, quindi anche qui sono stati ricavati media e deviazione standard (*tabella 4.21*). La media di tutti i valori acquisiti di microdurezza è pari a 150.65HV.

12 2		22	1		
	Z1	Z2	Z3	MEDIA	DEV.S
¥1	145	157	162	154.667	8.73689
Y2	150	150	154	151.333	2.3094
¥3	157	146	151	151.333	5.50757
¥4	160	147	144	150.333	8.5049
¥5	146	148	137	143.667	5.85947
Y6	147	150	154	150.333	3.51188
¥7	149	159	146	151.333	6.80686
Y8	152	154	143	149.667	5.85947
Y9	159	151	143	151	8
Y10	155	143	157	151.667	7.57188
MEDIA	152	150.5	149.1		
DEV. S.	5.47723	4.97214	7.7237		

Tabella 4.21: media e deviazione standard dell'acciaio 316L

Anche qui vogliamo conoscere la variazione dei dati lungo le tre colonne (figura 4.22) e la variazione della durezza sulla superficie del campione (figura 4.23).



Figura4.22: Valori di microdurezza Vickers lungo le colonne Z1, Z2, Z3 per il campione 316L



Figura 4.23: Valori medi di microdurezza Vickers per il campione 316L

4.3 Calcolo delle durezze

Sono stati poi fatti dei test riguardo le durezze HRC attraverso il durometro (figura 4.24). In questo caso, a differenza delle microdurezze, in questa sede viene impressa un'impronta visibile ad occhio nudo. Si notino ora i risultati dei vari test effettuati sia sulla faccia X-Y che sulla faccia Y-Z. Quelle che utilizzeremo sarà una sfera 1/16".



Figura 4.25: durometro utilizzato

abella 1 - Scale Rockwell normali					
CARICO Kp	SCALA HR				
150 100 60	C D A	G B F	к _М т	P M L	V S R
PENETRAT.	diamante	sfera 1/16"	sfera 1/8"	sfera 1/4"	sfera 1/2'
NUMERI	neri	neri rossi			
F					
Tabella 5 - Prove Brinell e loro rapporto					
	CARICO Kp				
10 5 2.5	300	00 10 50 2 87.5	000 250 62.5	500 125 31.2	250 62.5 15.6
PROVA	HE	3 30 H	B 10	HB 5	HB 2.5

Figura 4.26: leggende HRC e HRB

-Questi sono le durezze ottenute per il 316L rispetto al piano X-Y (tabella 4.27):

N° prova	HRC
1°	75
2°	75
3°	76

Tabella 4.27: durezze HRC sulla faccia X-Y

-Questi sono le durezze ottenute per il 316L rispetto al piano Y-Z (tabella 4.28):

N° prova	HRC
1°	70
2°	72
3°	72

Tabella 4.28: durezze HRC sulla faccia Y-Z

Come possiamo ben notare, i valori sono molto elevati anzi come venne visto in laboratorio, alcuni valori sono fuori scala. Questo ci dice che l'acciaio AISI 316L è estremamente duro.

CONCLUSIONI

Il presente lavoro è stato eseguito sulla base dell'esperienza di tirocinio svoltasi presso il dipartimento di metallurgia dell'Università Politecnica delle Marche. L'attività si è incentrata sulla caratterizzazione di provini di un acciaio inossidabile austenitico denominato AISI 316L ottenuti tramite Bound Metal Deposition (BMD), che rappresenta una delle principali tecniche di additive manufacturing. Il provino in questione è stato stampato utilizzando una stampante Desktop metal con ugello di dimensioni 400 micron e successivamente sottoposto a sinterizzazione. È denominato "talquale" in seguito alla prima operazione che viene effettuata e cioè il taglio perché si ottengono due provini differenti (X-Y e Y-Z). Per avere una valutazione sulle proprietà e sulle principali caratteristiche di questo campione, sono state utilizzate diverse macchine e diversi strumenti.

All'inizio è stata fatta una panoramica sulla storia dell'additive manufacturing e sulle principali tecnologie di stampa 3D disponibili al giorno d'oggi per la realizzazione di componenti metallici, dando particolare attenzione al processo di Bound Metal Deposition (BMD).

Successivamente si è passati alla trattazione degli acciai inossidabili e sulle loro caratteristiche, dando peso al confronto tra le proprietà ottenibili con lavorazioni tradizionali e quelle che possiamo ricavare mediante additive manufacturing e analizzando in particolare l'acciaio AISI 316L.

Dopodiché è stato trattato nel dettaglio tutti i procedimenti effettuati in laboratorio, partendo dalle lavorazioni effettuate per preparare i provini in maniera adatta e adeguata a tutte le operazioni e analisi successive.

In seguito si è passati ad analizzare i vuoti mediante ImageJ utilizzando le foto dei campioni acquisite attraverso il monitor collegato al microscopio presente in laboratorio. Tramite questo software, sono stati evidenziati tutti i vuoti presenti e la loro rispettiva area, numerati e portati poi su Excel per poi calcolarne l'effettiva dimensione e la percentuale media dei vuoti.

Si sposta poi l'attenzione all'acquisizione delle microdurezze attraverso la prova di quest'ultima denominata Vickers. I valori ricavati dalle impronte lasciate sulla superficie sono stati inseriti in una tabella, nel quale sono stati riportati anche la media e la deviazione standard lungo le righe e le colonne. Questi dati sono stati poi rappresentati in grafici a linee riguardanti l'andamento dei valori lungo le tre colonne e l'andamento del valore medio. Per avere informazioni più dettagliate sulle proprietà meccaniche del componente, è stata svolta anche la prova di durezza Rockwell C.

59

Come ci si aspettava, il campione AISI 316L presenta dei valori di durezza e resistenza meccanica molto elevati. Inoltre possiamo concludere affermando come la tecnica del Bound Metal Deposition sia una metodologia di additive manufacturing molto versatile che permette di ottenere dei provini attraverso il processo di estrusione con costi minori, buone proprietà meccaniche e maggiore sicurezza nelle applicazioni pratiche. Luigi Galdabini, presidente di AITA (Associazione italiana Tecnologie Additive), nell'ambito di una recente intervista incentrata sul valore del segmento dell'additivo ha affermato che "l'industria italiana, già nel breve-medio periodo, vedrà un crescente utilizzo delle innovazioni additive nei propri processi manifatturieri" e questo per due ragioni. La prima di natura tecnologica: le caratteristiche peculiari di questa tipologia di produzione la rendono estremamente adattabile a nuovi settori applicativi che puntano su produzioni di qualità, innovative e sostenibili. La seconda è invece riconducibile alla disponibilità contingente di misure di incentivo governative, quali credito di imposta per acquisto di nuove tecnologie di produzione, tra cui quelle legate al mondo della produzione additiva, e il credito di imposta per l'attività di ricerca e sviluppo, innovazione e design.

RINGRAZIAMENTI

Ringrazio la Prof.ssa Eleonora Santecchia per la sua grandissima disponibilità, professionalità e per il supporto datomi durante la stesura della tesi.

Ringrazio il Dott. Alberto Santoni per avermi seguito in laboratorio e supportato durante lo svolgimento del tirocinio.

BIBLIOGRAFIA:

[1] Sinterizzazione in enciclopedia Treccani

[2] Amit Bandyopadhyay, Tanning Zhang e Susmita Bose "Recent developments in metal additive manufacturing"

- [3] A review on 3D printing: an additive manufacturing technology by science direct
- [4] Laser Powder Bed Fusion: tutto quello che c'è da sapere 3Dnatives for LPBMD
- [5] Cos'è Powder Bed Fusion? Definizione e vantaggi del processo TWI (twi-global.com)

[6] Olaf Diegel, Axel Nordin, Damien Motte: "A pratical guide to design for additive manufacturing" spinge{ CONTROLLA come si scirv}

- [7] Cos'è la deposizione di energia diretta, i suoi tipi e pro e contro (engineeringproductdesign.com)
- [8] Deposizione diretta di energia (DED): una guida completa 3DSourced

[9] Tesi di Marzia Carazzone del Politecnico di Torino su "Caratterizzazione di campioni in acciaio AISI 316L prodotti tramite tecnologia Direct Energy Deposition"

- [10] https://www.3dnatives.com/it/binder-jetting-stampa-3d-060920219/
- [11] Binder Jetting Wikipedia
- [12] <u>https://www.sciencedirect.com/topics/engineering/binder-jetting</u>
- [13] Material Extrusion an overview | ScienceDirect Topics
- [14] Material Extrusion, What is it and how does it work? | Dassault Systèmes® (3ds.com)
- [15] Deep Dive: Bound Metal Deposition (BMD) | Desktop Metal

[16] Tesi di Alessia Rocchetti presso Univpm: "analisi metallografica e della risposta al creep di provini in acciaio 17-4 PH prodotti tramite bound metal deposition"

[17] Influence of Build Orientation, Chamber Temperature and Infill Pattern on Mechanical Properties of 316L Parts Manufactured by Bound Metal Deposition; Department of Additive Manufacturing, IMH Campus, Azkue Auzoa, 1, 20870 Elgoibar, Spain; cearsolo@imh.eus (X.C.); mario@imh.eus (M.A.) <u>Materials | Free Full-Text | Influence of Build Orientation, Chamber</u> Temperature and Infill Pattern on Mechanical Properties of 316L Parts Manufactured by Bound Metal Deposition | HTML (mdpi.com)

[18] Cos'è il MIM e le sue applicazioni (metalgoods.it)

[19] (PDF) Metal Injection Moulding of Low Interstitial Titanium (researchgate.net)

[20] Astratto e altre fonti su vari Metal Injection Moulding - an overview | ScienceDirect Topics

[21]

[22] "Analisi metallografica e microstrutturale di componenti in acciaio inossidabile AISI 316L realizzati tramite additive manufacturing" di Jonathan Cannucci, Università Politecnica delle Marche

[23] <u>Classificazione degli Acciai - Le normative ASTM • Arcadia S.r.l. (isoarcadia.it)</u>

[24] Acciaio Inox aisi 316I: Aisi 316I Stainless Steel | Additiva (additivalab.com)

[25] G. A. Çelik, Ş. Polat, Ş. H. Atapek, e G. N. Haidemenopoulos, «Microstructural and Mechanical Characterization of Solidified Austenitic Stainless Steels», Arch. Foundry Eng., vol. 17, n. 3, pagg. 160–167, set. 2017.

[26] Corso di Metodologie metallografiche, UNIVPM

[27] https://www.microbiologiaitalia.it/microscopia/il-microscopio-elettronico/