



UNIVERSITA' POLITECNICA DELLE MARCHE

FACOLTA' DI INGEGNERIA

Corso di Laurea triennale in Ingegneria Meccanica

**Caratterizzazione di componenti in acciaio 316L realizzati con tecnologia
directed energy deposition**

**Characterization of components made of 316L steel using the directed
energy deposition process**

Relatore: Chiar.ma:

Prof. Eleonora Santecchia

Tesi di Laurea di:

Gian Marco Forconi

A.A. 2020 / 2021

INDICE

- INTRODUZIONE

- CAPITOLO 1. ADDITIVE MANUFACTURING

1.1. Introduzione generale alla tecnologia

1.1.1. Cos'è e cenni storici

1.1.2. Il processo di additive manufacturing

1.1.3. Vantaggi e svantaggi

1.2. Tecniche applicate ai metalli

1.2.1. Materiali utilizzati nell'additive

1.2.2. Tecniche di AM sui metalli

1.3. Direct energy deposition con alimentazione a polvere

1.3.1. Introduzione generale

1.3.2. Postazione DED

1.3.3. Materiali utilizzati

1.3.4. Microstruttura ottenuta

1.3.5. Post-produzione

1.3.6. Proprietà meccaniche

1.3.7. Vantaggi e svantaggi

- CAPITOLO 2. ACCIAIO 316L

2.1. Introduzione generale sugli acciai

2.2. Acciai di interesse per l'AM

2.3. Acciaio 316L, descrizione e caratteristiche

- CAPITOLO 3. LE TECNICHE DI CARATTERIZZAZIONE

3.1. Microscopia ottica

3.2. Microscopio elettronico a scansione

3.3. Preparazione campioni per microscopio SEM

- CAPITOLO 4. RISULTATI

- CONCLUSIONI

- SITOGRAFIA

- BIBLIOGRAFIA

- RINGRAZIAMENTI

INTRODUZIONE

L'obiettivo della tesi è quello di comprendere se vi sono differenze a livello microstrutturale (e quindi anche sotto l'aspetto meccanico) tra campioni di una stessa lega, ovvero l'acciaio inossidabile 316L, processati tramite tecniche tradizionali come l'asportazione di truciolo tramite frese o torni e campioni creati tramite la tecnologia della Directed Energy Deposition. Per arrivare ad una conclusione è stato necessario svolgere più compiti.

Inizialmente è stato prelevato il campione da analizzare da un oggetto, realizzato con stampa 3D, tramite l'utilizzo di una mola. Con la tecnica dell'inglobatura si è racchiuso il campioncino dentro un guscio di resina fenolica in modo tale da poter procedere con l'assottigliamento meccanico nel migliore dei modi.

Una volta lucidata la superficie da analizzare, si è collocato il pezzo sotto la lente del microscopio ottico per una prima analisi microstrutturale. Sono stati notati alcuni particolari come buchi e macchie che, in una microstruttura ottenuta mediante tecniche classiche, non compaiono in numero così elevato o addirittura non si manifestano.

Visto che i dati raccolti non erano sufficienti per poter trarre delle conclusioni si è deciso di eseguire un attacco chimico sul campione; questo processo ha migliorato notevolmente la visibilità al microscopio rendendo possibile il calcolo di diversi parametri. Tramite i software ImageJ ed Excel si sono calcolati i valori dei diametri medi, le relative deviazioni standard, le distanze dai centri di dendriti adiacenti e la velocità di raffreddamento. Con i nuovi dati è stato possibile chiarire e confrontare le tecniche descritte nelle prime righe.

La tesi è composta da quattro capitoli, ognuno dei quali è importante per apprendere ed approfondire al meglio il contesto su cui si sviluppa.

Nel corso del primo capitolo si è introdotto in maniera generale l'argomento dell'additive manufacturing, descrivendo brevemente come è nata la tecnica e come si è sviluppata nel corso dei decenni. A mano a mano si entra sempre più nello specifico, andando a spiegare come una macchina adibita alla stampa 3D lavora. Sono stati discussi i vantaggi della tecnologia, ma anche gli svantaggi che, nonostante siano in netta minoranza rispetto agli aspetti positivi, impediscono il totale utilizzo al posto delle più vecchie tecniche di produzione. Infine, si è discusso dei materiali più importanti utilizzati e le tecniche additive utilizzabili con i metalli, in particolar modo la Directed Energy Deposition.

Nel secondo capitolo si introduce l'argomento degli acciai in maniera molto generale, delineando le principali famiglie e microstrutture. Entrando più nello specifico poi, vengono illustrati gli acciai processati tramite additive, in particolare l'acciaio 316L ovvero quello di cui è composto il campione analizzato, soggetto della tesi.

Il terzo capitolo tratta l'argomento delle tecniche di caratterizzazione. La prima parte è incentrata sulla microscopia ottica e sull'equazione delle lenti che è di particolare importanza poiché permette di costruire l'immagine di qualsiasi microscopio. Si prosegue trattando nel dettaglio il microscopio elettronico a scansione (SEM) descrivendone rispettivamente il principio di funzionamento e differenze tra i tipi di elettroni analizzabili. Nell'ultima parte si descrive come poter preparare il campione all'analisi al microscopio.

L'ultimo capitolo è quello della discussione riguardo l'attività di tirocinio e dei risultati ottenuti. Si andranno a mostrare i valori che sono stati calcolati durante l'esperienza e verranno tratte delle conclusioni che saranno confrontate con la letteratura.

CAPITOLO 1

1.1 Introduzione generale alla tecnologia

1.1.1 Cos'è e cenni storici

Il termine "Additive Manufacturing" (AM) si riferisce a un insieme di processi di produzione additiva a partire da un modello digitale, che è in contrasto con le tradizionali tecniche sottrattive (lavorazioni per asportazione di truciolo, taglio e foratura) poiché invece di rimuovere materiale l'additive lo aggiunge strato dopo strato.

Questa tecnologia non è nuova; Per decenni è stata utilizzata dalle aziende più grandi e sviluppate per produrre prototipi ma negli ultimi anni, a causa della scadenza di alcuni brevetti chiave, il costo delle stampanti è crollato con conseguente diffusione di quest'ultime. Indicativamente, si è passati da costi di oltre 100.000 \$ a meno di 1000 \$ per una semplice stampante.

Si stima che la loro ampia diffusione distruggerà la nozione di produzione e manifattura tradizionale entro pochi anni.

La nascita della stampa 3D (altro nome con cui è nota la tecnologia) è dovuta al signor Chuck Hull quando nel 1982 inventò la stereolitografia. Presentò il brevetto nel 1985 e lo ottenne l'anno successivo. Il signor Hull gettò le basi per una nuova ed innovativa tecnica di produzione ed ancora oggi il suo metodo, che consiste nel sovrapporre strati 2D per ottenere un pezzo finito sviluppato nelle 3 dimensioni, è conservato.

La stereolitografia è un rapido processo di laminazione a freddo di resina liquida fotosensibile. Infatti, queste resine vengono polimerizzate istantaneamente in uno strato sottile utilizzando un raggio laser ultravioletto. Questa tecnica prevede l'uso di un serbatoio di resina fotopolimerica, che viene polimerizzato e quindi solidificato in uno strato sottile immediatamente da un raggio laser ultravioletto che agisce selettivamente sulla superficie del materiale. Quest'ultimo, così indurito, corrisponde alla sezione trasversale del prodotto finale, in modo tale che questo sia costruito pezzo per pezzo dal basso verso l'alto. Per ogni strato, infatti, viene leggermente abbassata una tavola posta sotto il serbatoio, consentendo alle successive scansioni laser di formare la successiva

parte della sequenza che porta al completamento del target desiderato, come viene illustrato in figura 1.1.

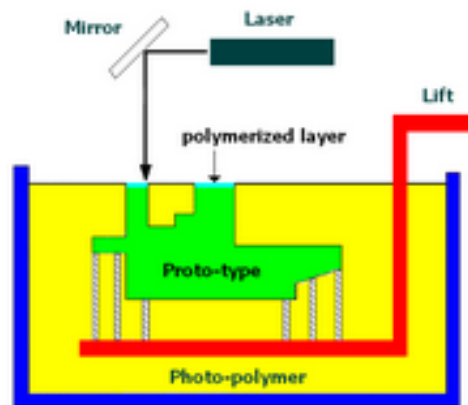


Figura 1.1: schema stereolitografia.

Successivamente alla tecnica sviluppata da Hull ci furono delle evoluzioni della stessa. Ad esempio, la selective laser sintering ideata da altri ricercatori nel 1986; l'unica differenza è stata quella di sostituire la resina con una polvere (nylon) la quale, non avendo bisogno di supporti, portò diversi vantaggi all'atto pratico.

Nel 1988 il signor Crump brevettò la Fused deposition modeling; Al posto del laser e della polvere utilizzati nel metodo precedentemente descritto, Crump scelse di utilizzare filamenti di materiale termoplastici.

Nel 1993 è il turno dell'Institute of Technology di Boston. Questo tipo di tecnologia permette la realizzazione del pezzo 3D a colori; viene definita "Three dimensional printing".

Nel 1995 ci fu un'importante svolta in quanto si riuscì ad ottenere una densità del prodotto stampato molto vicina a quelle ottenute mediante tecniche tradizionali. Chi inventò questo metodo furono i Tedeschi del Fraunhofer Institute con il selective laser melting.

Nel 2002 nasce la EBM (electron beam melting), il suo funzionamento risiede nel colpire il materiale con un fascio di elettroni proiettato su un letto di metallo sottovuoto. Con questo metodo si raggiungono elevatissime densità, maggiori rispetto a quelle ricavate con la selective laser melting.

Queste sono le principali scoperte ed innovazioni da quando è nata l'additive manufacturing; si potrebbe andare avanti ancora per molto a descrivere nuove tecniche inventate in seguito a queste ma non verranno descritte poiché si basano su quelle descritte nei paragrafi precedenti.

1.1.2 Il processo di additive manufacturing

Come abbiamo già detto, l'additive è una tecnica innovativa basata non sulla asportazione ma sulla importazione di materiale attraverso diversi metodi. Tuttavia, le differenti metodologie hanno lo stesso ciclo di sviluppo che parte dal semplice progetto 3D realizzabile sui programmi di disegno tridimensionale (CAD) fino ad arrivare alla stampa vera e propria passando attraverso degli step intermedi che permettono appunto la riuscita del processo.

Creazione del modello 3D:

Il prototipo si disegna su un software di modellazione tridimensionale, programmi che ormai tutte le aziende del settore posseggono.

Il file STL:

Il formato di file STL (standard triangulation language) è diventato di fatto il formato di trasmissione dei dati standard del settore della prototipazione rapida. Questo formato approssima le superfici di un modello solido con dei triangoli che saranno più piccoli in prossimità di superfici più complesse (visibile in figura 1.2) in modo tale da ridurre il più possibile il problema del faceting (approssimazione della superficie).

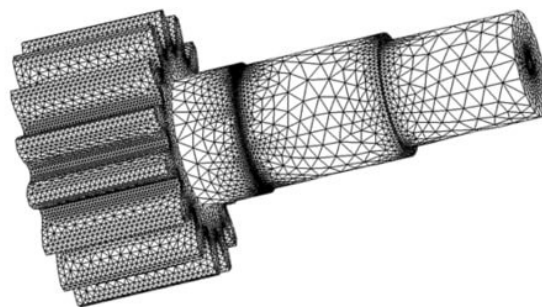


Figura 1.2: immagine in formato file STL.

generazione dei supporti e orientamento:

Il software utilizzato dalla macchina additiva definisce l'orientamento e calcola in automatico dove collocare i supporti necessari. I supporti vengono realizzati con materiale "sacrificale" e servono per sostenere le zone sospese aventi angoli che creerebbero rotture dovute all'eccessivo peso del particolare (figura 1.3). È bene non abbondare con i supporti perché significherebbero uno spreco di tempo e di materiale, inoltre andrebbero a peggiorare la superficie della zona interessata in quanto risulterebbe una rugosità maggiore dovuta alla lavorazione per la rimozione del supporto. A volte c'è bisogno di utilizzare supporti solubili vista la grande complessità del prodotto, in modo tale da non distruggere il pezzo durante la fase di rimozione dei supporti.

Il pezzo viene orientato in modo tale da:

- Ridurre il più possibile i supporti necessari.
- Mantenere i dettagli sui lati verticali in modo tale da stamparli con la massima risoluzione.
- Appoggiare nel piano il lato meno soggetto all'effetto warping (ritiro del materiale).



Figura 1.3: creazione supporti e orientamento del pezzo.

Slicing:

Anche questa operazione è effettuata dal software della stampa additiva e non è altro che una suddivisione del modello in strati orizzontali (figura 1.4), i quali saranno depositati uno sopra l'altro in modo tale da ottenere il nostro modello. Molto importanza ha lo spessore dello strato in quanto andrà a determinare un altro errore di questa tecnologia, ovvero lo staircase che nasce quando la forma da realizzare presenta delle curve che dovranno essere riprodotte mediante strati rettangolari (2D).

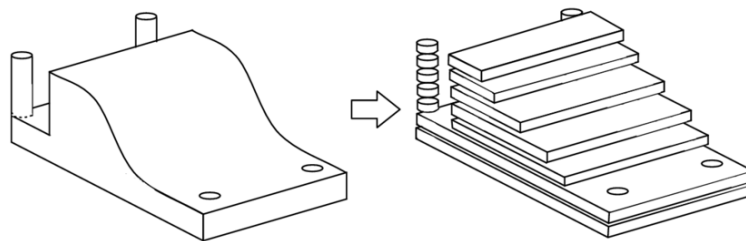


Figura 1.4: esempio di slicing e fenomeno dello staircase.

stampa 3D:

Conclusa la riduzione a strati da parte del software si procede con la stampa vera e propria e quindi con la creazione del modello. La deposizione degli strati sarà differente in base al tipo di tecnica utilizzata.

Post-trattamento:

Una volta ultimato il processo di stampa tridimensionale si eseguono delle operazioni per migliorare la qualità costruttiva (come la finitura superficiale), per migliorare le proprietà meccaniche (trattamenti termici) o semplicemente per pulire il pezzo da eventuali residui di materiale in eccesso.

1.1.3 Vantaggi e svantaggi

L'additive manufacturing è sicuramente una tecnica innovativa che ha semplificato, e di molto, il processo di creazione degli oggetti. Come è stato ripetuto più volte si oppone alle lavorazioni per asportazione di truciolo, le quali ancora oggi, nonostante il rapido progresso che sta attraversando la stampa tridimensionale, sono di fondamentale importanza e non possono essere totalmente sostituite. Di seguito verranno spiegati i principali pro e contro della manifattura additiva cercando di capire quando è conveniente utilizzarla e quando invece no:

vantaggi:

- È possibile impiegare un minor numero di lavoratori visto che il sistema di produzione è molto automatizzato.
- Riduzione del numero di step tra il modello CAD e la realizzazione del pezzo.
- Minor impiego di materiale in quanto lo depositiamo soltanto dove serve.
- I tempi di produzione ed i costi dipendono soltanto dalle dimensioni del pezzo e non dalla complessità geometrica che, nei pezzi realizzati con asportazione di truciolo, poteva aumentare esponenzialmente il valore.
- I pezzi realizzati con l'additive manufacturing possono avere un alto grado di personalizzazione, basta possedere il modello tridimensionale disegnato con l'apposito software e non ci sarà la necessità di cambiare macchinario.

Svantaggi:

- Ridotta gamma di materiali utilizzabili per la modellazione 3D e costo relativamente elevato.
- La dimensione del pezzo è vincolata dalla grandezza della macchina.
- Minore velocità di produzione.
- Necessità di interventi post-produzione per migliorare la finitura superficiale.

1.2 tecniche applicate ai metalli

Prima di parlare delle tecniche di additive utilizzate per lo sviluppo di prodotti in metallo si farà un'introduzione generale dei materiali utilizzati nell'additive manufacturing.

1.2.1 materiali utilizzati nell'additive

È fondamentale conoscere il materiale di stampa 3D da utilizzare e quali caratteristiche si vogliono attribuire all'oggetto da creare. La scelta del giusto materiale di stampa è essenziale per ottenere parti perfette e ad alta risoluzione.

Possiamo iniziare suddividendo i materiali in tre grandi categorie:

- Filamento e granuli.
- Fotopolimeri liquidi.
- Polveri.

filamento e granuli:

Sono materiali di stampa per sistemi ad estrusione. Uno dei più utilizzati è sicuramente il PLA (acido polilattico); non possedendo spiccate caratteristiche meccaniche viene utilizzato in campo medico o per la realizzazione di modelli, non funzionali, ma estetici. Gli assemblaggi più comunemente usati con base PLA sono:

PLA e filamenti in legno, PLA e filamenti in metallo ed infine Filamenti naturali e speciali in PLA. Se si vogliono costruire oggetti funzionali, mettendo in secondo piano l'estetica, l'ABS (acrilonitrile butadiene stirene) è il più adatto poiché le sue qualità migliori sono la robustezza e leggerezza. Esistono ovviamente altri prodotti che soddisfano le caratteristiche richieste del settore in cui operano come il PET (adatto al contatto con gli alimenti), il PC (ottima resistenza alla flessione) o il TPE (elevata elasticità).



Figura 1.5: granuli di PLA.

Fotopolimeri:

I materiali polimerici sono la famiglia di materiali che hanno la più ampia scelta riguardo la produzione additiva. Di seguito si è provato a classificare i compositi utilizzati, ognuno dei quali è caratterizzato da una specifica proprietà:

- Resine standard: utilizzate per quei materiali da stampa 3D che richiedono un buon grado estetico (resine chiare) ma anche per costruire oggetti affidabili dal punto di vista meccanico (resine scure)
- Clear, resine trasparenti: come dice il nome, oltre alle caratteristiche della resina standard, si aggiunge la qualità di essere totalmente trasparente.
- Tough/hard, resine resistenti: sopportano alti livelli di stress meccanico ed hanno una buona elasticità.

- Durable: caratterizzati da un'alta resistenza all'usura ed inoltre sono resistenti quando sottoposti a flessione.
- Heat resistant: impiegate quando si necessitano materiali che resistano alle alte temperature.
- Rubber-like: resine che simulano in pieno le caratteristiche meccaniche di una gomma.
- Ceramic filled: resine usate quando è richiesta una elevata finitura delle superfici ed una buona qualità dei particolari.



figura 1.6: resine polimeriche.

Polveri:

Quando si parla di polveri nell'ambito dell'AM si intende (quasi) sempre di natura metallica. Hanno diverse proprietà che le rendono migliori rispetto alle altre due descritte precedentemente; con le sempre più nuove ed innovative tecniche di stampaggio si è riusciti ad ottenere una densità praticamente pari al 100% la quale significa una miglior compattezza dell'oggetto andando a ridurre le possibili cricche all'interno del pezzo. Si è riuscita ad ottenere una minor dimensione del grano che coincide con un aumento delle proprietà meccaniche (i tempi di solidificazione sono inferiori rispetto alle altre tecniche). I materiali metallici più utilizzati in questo ambito sono il titanio, l'inconel (lega nichel-cromo), gli acciai inossidabili, l'oro, l'argento, l'alluminio ed il cobalto.

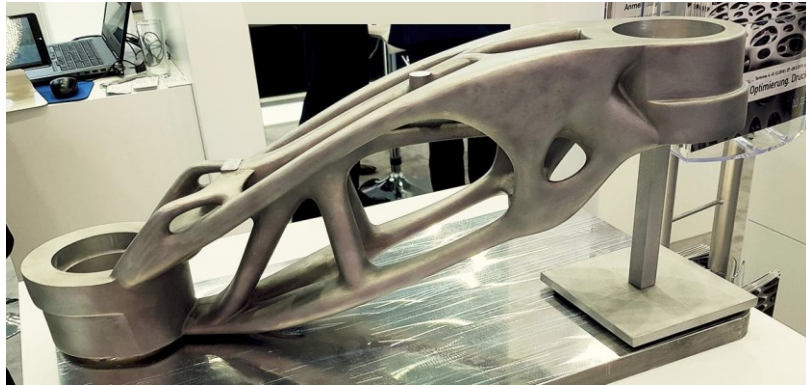


Figura 1.7: oggetto realizzato tramite l'uso di polveri metalliche.

1.2.2 tecniche di AM sui metalli

Il comitato F42 dell'ASTM ha definito i nomi delle tecnologie poiché essendo queste tecniche relativamente nuove, ogni casa produttrice assegnava la sigla a proprio piacimento alla tecnica additive usata dalla macchina; c'è stata la necessità quindi di standardizzare il tutto. Quelle che si andranno ad analizzare sono le tecniche di manifattura additiva applicate ai metalli e si dividono in tre grandi categorie:

- Binder Jetting.
- Powder Bed Fusion.
- Direct Energy Deposition.

Binder jetting: la BJ, ovvero oggetto di legante, utilizza appunto degli opportuni collanti per assemblare le polveri e quindi sovrapponendo strato dopo strato si riesce ad ottenere l'oggetto in tre dimensioni.

Funzionamento: la macchina che esegue la tecnica del Binder Jetting (figura 1.8) si può suddividere in due aree: una zona è adibita al contenimento della materia prima (powder supply) mentre la seconda è quella dove viene modellato il pezzo. La parte contenente la materia prima mette a disposizione la polvere che attraverso un rullo livellatore viene distribuita uniformemente su di una piattaforma di lavoro; qui entra in gioco il liquido adesivo che viene iniettato e riscaldato sulle zone necessarie per far sì che la creazione del modello 3D avvenga. Una volta creato lo strato, la piattaforma di lavoro si abbassa di uno spessore uguale allo strato successivo da aggiungere, a questo segue ovviamente un innalzamento del piano contenente la materia prima pari allo spessore del nuovo strato da creare e da qui riinizia il ciclo. Vengono ripetuti questi step fino a quando il prodotto non è concluso.

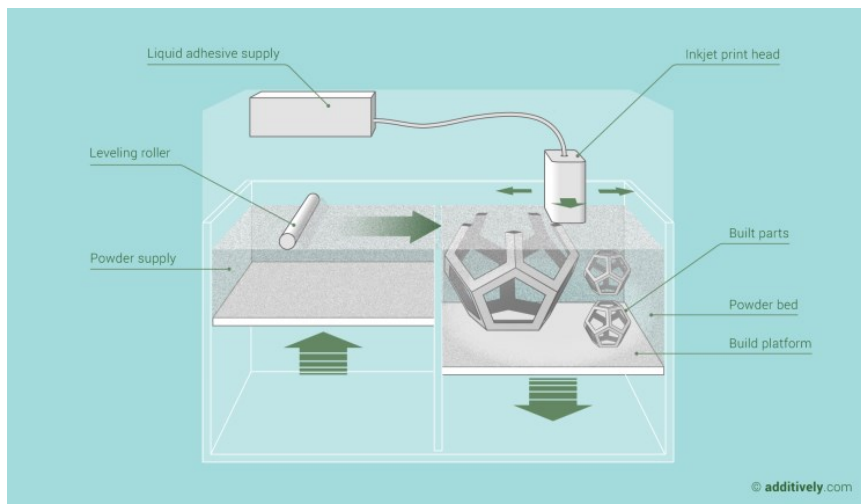


Figura 1.8: schema del binder jetting.

Una volta finito il primo processo di stampa si ottengono prodotti “verdi” e quindi sono necessari dei trattamenti post-produzione per migliorare tutte le caratteristiche, sia geometriche (visto che dopo il primo stampaggio si sta trattando della polvere reciprocamente attaccata) che meccaniche. Di seguito verranno elencate le principali operazioni:

- Curing: trattamento termico tra 180-200°C con permanenza dalle 2 alle 6 ore. Effettuato per poter espellere il costituente volatile del legante.
- De Powdering: eliminazione della polvere non legata in eccesso per via di aspiratori o pennelli.
- Debinding: è un ulteriore trattamento termico per eliminare il legante, in questo caso si effettua a temperature comprese tra i 300 ed i 600 °C.
- Sinterizzazione: è un processo di lavorazione che si effettua ad alte temperature, serve per compattare i grani della polvere, i quali erano soltanto “incollati” tra di loro per mezzo del legante.

Powered Bed Diffusion: la PBD è la tecnica più diffusa al mondo per quanto riguarda la modellazione tridimensionale dei metalli; una differenza non di poco conto rispetto alla BJ è che lo strato di polvere è fuso tramite un laser o tramite un fascio di elettroni. Da questa differenza possiamo già identificare i 2 tipi di Powered Bed Diffusion:

Selective Laser Melting (SLM) (o Sintering(SLS)): fusione completa (o parziale) della polvere metallica sotto l'azione del raggio laser.

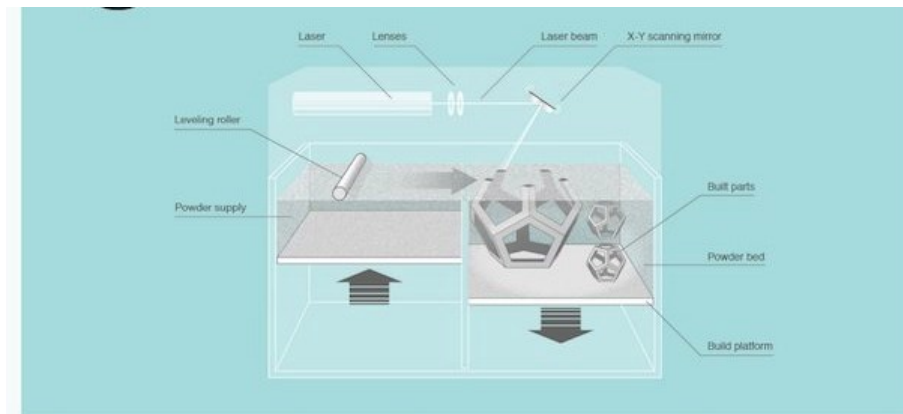


Figura 1.9: Selective Laser Melting.

Electron Beam Melting (EBM): particelle metalliche fuse attraverso un fascio di elettroni proiettato su un letto di metallo sottovuoto.

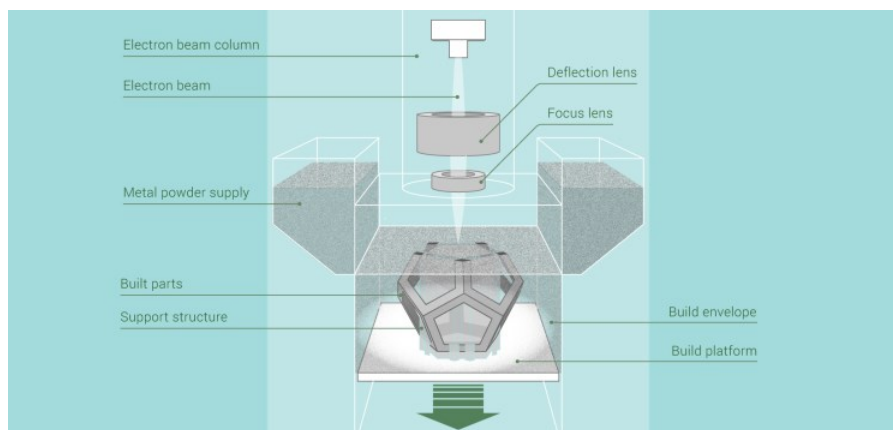


Figura 1.10: electron beam melting.

Le principali differenze tra le due, oltre metodo di fusione scelto, sono che:

l'EBM utilizza una colonna che è presente anche nel microscopio elettronico a scansione. Questa permette di focalizzare e controllare il fascio di elettroni come avviene in un SEM attraverso una serie di lenti; inoltre, il sistema deve essere in vuoto.

L'SLS invece ha un principio di funzionamento simile al Binder Jetting e quindi la modellazione avviene tramite due piastre moventi che si muovono a seconda dello spessore dello strato da creare. La fusione, come accennato prima, avviene tramite un laser ed una serie di lenti e specchi che focalizzano ed indirizzano il laser dove è necessario.

La tecnica del Selective Laser Melting permette di ottenere una finitura superficiale migliore rispetto a quella ricavata con l'Electron Beam Melting (10 μm a discapito dei 20 μm della EBM).

1.3 Direct energy deposition con alimentazione a polvere

1.3.1 introduzione generale

L'ultima grande famiglia della stampa 3D riguardante i metalli e che si andrà ad analizzare in modo dettagliato è quella della DED, ovvero Direct Energy Deposition che letteralmente tradotto significa "deposizione diretta di energia".

Da come suggerisce la parola "diretta", questa tecnica fonde il materiale depositato (polveri o fili metallici) istantaneamente tramite una fonte di calore concentrata che può essere un raggio laser (figura 1.11 A) od un fascio di elettroni (figura 1.11 B), come nella Powder Bed Fusion. A ciascun passaggio della testa di deposizione - che si andrà ad approfondire successivamente – si avrà uno strato di materiale che si solidificherà rapidamente.

Questo processo utilizza un laser per formare una pozza di fusione superficiale sul substrato. Il materiale viene depositato selettivamente solo dove è necessario. L'energia laser fonde parzialmente le particelle metalliche, che fondono completamente quando vengono a contatto con il bagno fuso, formando così un legame metallurgico tra la polvere e il substrato. Questo processo comporta lo spostamento del substrato o del laser per solidificare il bagno di fusione, con il risultato di aree rialzate più piccole (tracce) di metallo solido.

Questo processo viene solitamente utilizzato per le riparazioni, per l'aggiunta di materiali a componenti esistenti creando rivestimenti o per la creazione di nuovi componenti stampando diversi materiali in sequenza, cosa non consentita dalla tecnologia a letto di polvere. La tecnologia può essere utilizzata come processo di produzione additiva per creare parti 3D con elevata flessibilità di progettazione in cui gli strati vengono depositati uno dopo l'altro per creare nuovi prodotti a forma libera.

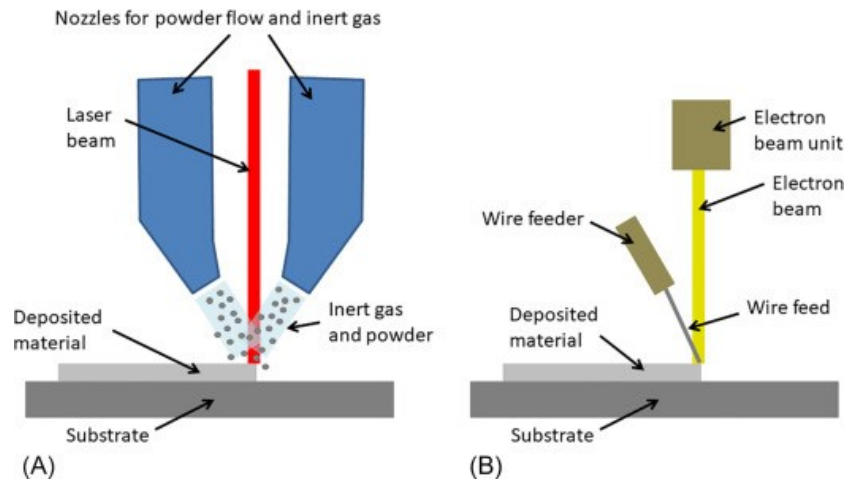


Figura 1.11: DED a raggio laser e polveri (A) ed a fascio elettronico e filo metallico (B).

1.3.2 postazione DED

Un passo importante è definire gli elementi necessari per la buona riuscita della tecnica. Una macchina adibita alla DED deve possedere i seguenti attrezzi:

Testa di deposizione: funziona in modo tale da poter aggiungere il materiale sullo strato appena creato; all'interno della testa è collocato un ugello che emette la polvere o il filo metallico, un sistema ottico e dei tubi in cui passa del gas inerte che ha la funzione di trasportare la polvere e permette al materiale di essere soffiato lungo la traiettoria del fascio laser in modo selettivo, come mostrato in figura 1.11. Essendo l'ugello montato su un braccio a più assi, possiamo muoverlo a proprio piacimento nello spazio tridimensionale potendo così aumentare il livello di complessità del particolare.

Sistema di focalizzazione: la concentrazione del fascio laser (o di elettroni) avviene tramite una lente, come visto nella PBF.

Sorgente laser in fibra attiva: è l'organo che produce il laser. Le caratteristiche di quest'ultimo influenzeranno poi quelle della lavorazione: basti pensare alla semplice potenza del raggio laser (che se maggiore permetterà una solidificazione più rapida e viceversa), alla lunghezza d'onda o al tipo di emissione del raggio (alternata o continua).

La trasmissione del fascio laser è ottenuta tramite l'utilizzo della fibra ottica e attraverso il fenomeno della totale riflessione interna della luce.

Adduttore: strumento inserito nelle macchine DED che utilizzano come materiale la polvere, infatti permette il passaggio della polvere di metallo all'interno della macchina utilizzando un gas inerte.

Unità di raffreddamento: tramite acqua fredda si va a raffreddare le parti che sono soggette a riscaldamento, in particolare la fibra ed il sistema di focalizzazione.

1.3.3 Materiali utilizzati

Nonostante la DED riesca a processare anche con materiali ceramici e polimerici, dà il suo meglio con i materiali metallici e infatti la produzione avviene in larga scala con questi ultimi.

I metalli utilizzati si trovano, spesso e volentieri, sotto forma di polveri mentre sono di seconda categoria i filamenti metallici. La scelta del tipo di polvere metallica è di fondamentale importanza in quanto va a dare al pezzo creato le proprietà meccaniche (ma anche geometriche ed estetiche) che già possedeva prima di essere fusa. Le polveri più diffuse (dalle più utilizzate a quelle meno) sono quelle a base di nichel, ferro, cobalto, titanio, cromo e alluminio.

A volte, per conferire più proprietà ad un pezzo, si mixano le polveri in modo tale da combinare le migliori caratteristiche dei metalli in un unico oggetto.

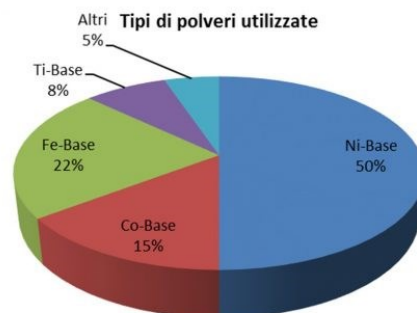


Figura 1.12: polveri utilizzate per la realizzazione di oggetti con tipologia DED.

1.3.4 Microstruttura ottenuta

La Direct Energy Deposition è una tecnica che permette una solidificazione rapida del metallo fuso poiché le pozze di fusione create hanno una dimensione talmente piccola da raffreddarsi quasi istantaneamente (Un fattore che determina la velocità di raffreddamento è l'intensità del raggio laser; più è alto e più sarà lenta la solidificazione). Questa particolarità permette di ottenere una struttura cristallina a grani fini. In realtà la configurazione ottenuta è dendritica essendo la componente del gradiente di temperatura maggiore nella direzione verticale rispetto a quella orizzontale ed inoltre, avremo dei dendriti più piccoli e fini nella zona vicina al piano di lavoro (solidificazione più veloce grazie al contatto con la superficie fredda) che andranno ad ingrandirsi a mano a mano che ci spostiamo verso il centro. Allontanandosi dalla zona centrale verso la zona superiore del pezzo noteremo come la grandezza dei grani ridiminuisce per via della maggiore perdita di calore causata dalla radiazione e convezione. Tutte queste variazioni di grandezza e di orientazione rendono il materiale anisotropo e questa caratteristica influenzerà le proprietà meccaniche dell'oggetto.

1.3.5 Post-produzione

I pezzi ottenuti con questa tecnica presentano una rugosità superficiale che varia dai 15 ai 30 μm . Essendo una finitura non ottimale è indispensabile effettuare delle operazioni di finitura e/o lappatura eseguite con frese, torni, rettifiche o con il metodo della sabbiatura.

1.3.6 Proprietà meccaniche

La rapida solidificazione delle pozze di fuso vanno a definire le proprietà meccaniche del prodotto finale. L'ottenimento dei grani a struttura fine attribuiscono al pezzo una buona resistenza meccanica ed una opportuna durezza, soprattutto nei primi layer del pezzo dove la solidificazione avviene più rapidamente rispetto alle altre zone per via del substrato. A discapito di queste però otteniamo una scarsa resistenza a fatica ed una minore deformabilità. L'anisotropia del modello fa sì che anche le proprietà non sono costanti all'interno del pezzo, ma variano da strato a strato.

1.3.7 vantaggi e svantaggi

Nonostante sia stato detto che questa “nuova” tecnologia sembra essere molto conveniente, esistono ancora dei difetti che potrebbero portare alla scelta di altri metodi. Si andranno ora ad analizzare i principali pro e contro della Direct Energy Deposition.

i principali vantaggi della tecnologia DED sono:

- Alta versatilità del processo sia per la costruzione che per la riparazione di materiali.
- Alto controllo dei parametri di processo.
- Alte velocità di deposizione.
- Mancanza di supporti per la deposizione del componente.
- Dimensioni del pezzo più elevate rispetto alle altre tecniche.

Mentre i principali svantaggi sono:

- Scarse finiture superficiali che richiedono necessario il post processing.
- Limiti della complessità geometrica.
- Stato dell'arte ancora carente e quindi è necessaria una maggiore ricerca per lo sviluppo di questa tecnologia in ambito industriale.

CAPITOLO 2

Il 316L è un particolare tipo di acciaio, per la precisione è un austenitico inossidabile e per questo intrinsecamente resistente alla corrosione. Prima di parlare delle varie particolarità che caratterizzano questo acciaio, è doveroso fare un'introduzione generale sugli acciai, andandone a descrivere le principali caratteristiche e microstrutture.

2.1 Introduzione generale sugli acciai

Quando si parla di acciaio si intende una lega principalmente composta da ferro (Fe) e carbonio (C), ma nella quale possono essere presenti anche altri elementi che ne andranno a modificare le caratteristiche come per esempio cromo, nichel, manganese, fosforo, silicio o zolfo. Il carbonio è un elemento fondamentale anche se è presente in percentuali relativamente basse, infatti negli acciai lo troviamo con percentuali che oscillano dallo 0,002% fino ad arrivare al 2,1%, ma nella maggior parte dei casi la percentuale del carbonio si attesta sotto l'1%. Essendo l'acciaio una lega metallica, questo non ha simbolo chimico e non lo si può trovare nella tavola degli elementi. È di fondamentale importanza non superare la percentuale massima di carbonio in quanto, qualora si superi questo valore, si parlerà non più di acciaio ma di ghisa, ovvero una lega composta soltanto da ferro e carbonio con percentuali di quest'ultimo che variano dal 2,1% fino ad un massimo di 6%. La principale peculiarità della ghisa è che ha un basso punto di fusione (da 1150 °C) e ha la capacità di essere modellata in qualsiasi forma. La ghisa vanta una grande potenzialità: assorbe vibrazioni e rumori poiché il carbonio è presente sotto forma di grafite lamellare e queste lamelle, che attraversano il materiale con aghi sottili, determinano da un lato una minore resistenza, ma dall'altro danno al materiale la capacità di ammortizzare le vibrazioni meccaniche.

Esistono innumerevoli tipologie e relative "famiglie" di acciai e di seguito si è provato a racchiuderle in quattro grandi categorie, suddivise in base agli elementi aggiuntivi, cercando di includerne tutti i tipi:

- Acciai al carbonio: come dice il nome della famiglia, il maggiore costituente (oltre al ferro) è il carbonio. Lo possiamo trovare fino a valori di 1,5% ed in base alla quantità, possiamo suddividere questa categoria in tre sottogruppi: a basso, medio ed alto tenore di carbonio. Sono molto resistenti ed infatti vengono utilizzati per la realizzazione di coltelli o organi appartenenti all'automobile. Un loro difetto è quello di essere sensibili alla corrosione.
- Acciaio legato: in questi tipi di prodotti, il ferro ed il carbonio convivono con altri elementi leganti, che possono essere il rame, l'alluminio, il nichel e tanti altri.

A differenza di quelli al carbonio, gli acciai legati hanno una maggiore resistenza alla corrosione ed ereditano le caratteristiche dei metalli che sono presenti nella composizione.

- Acciaio per utensili: questo tipo di acciaio ha un'elevatissima resistenza al calore, graffi ed urti. Sono molto performanti sotto l'aspetto della durabilità. Si utilizzano per la produzione di utensili da taglio, ad esempio per la produzione di placche per i torni e per le frese. I loro elementi principali sono il molibdeno, il tungsteno ed il cobalto e per questo sono anche i più costosi sul mercato.
- Acciai inossidabili: sono la categoria di acciai probabilmente più conosciuti ed hanno la peculiarità di essere composti da una notevole percentuale di cromo che varia dal 10 al 20%. Questo elemento permette all'acciaio di avere un'elevata capacità anticorrosiva.

Grazie alle sue molteplici proprietà, l'acciaio è senza ombra di dubbio il materiale più utilizzato nell'ambito delle costruzioni. Questa famiglia di acciai acquisisce le sue proprietà basilari dalla presenza del carbonio nella lega mentre l'aggiunta dei vari elementi vanno a caratterizzare l'acciaio con specifiche caratteristiche come la temprabilità, la durezza (direttamente proporzionale alla percentuale di carbonio presente), la tenacità, la duttilità e la fragilità. L'acciaio inoltre è così diffuso nell'ambito delle costruzioni poiché è resistente alla corrosione, alla trazione, all'usura ed al calore.

Quando si vuole parlare delle microstrutture è d'obbligo introdurre il diagramma Fe-C (illustrato in figura 2.1), cioè il diagramma di stato tra il ferro ed il carbonio. Il diagramma è divisibile in due zone: una per gli acciai ed una per le ghise. La zona d'interesse nel caso di questa tesi è quella relativa agli acciai, con percentuale di carbonio fino al 2%, mentre le ghise arrivano a possedere una percentuale di carbonio fino al 6,67% ma generalmente si analizzano leghe che arrivano ad un massimo di 4%. Le condizioni di validità del grafico sono: raffreddamenti e riscaldamenti lenti, presenza di una lega pura e strutture cristalline stabili nel tempo. Alla luce di questo, il diagramma è teorico poiché considera la lega esente da impurezze e raffreddata con velocità assai lenta, tale da conseguire infiniti stati di equilibrio. Nel diagramma Fe-C, le strutture che si ottengono hanno ciascuna una denominazione e quelle fondamentali sono:

- Ferrite: possiamo trovarla in due composizioni, ovvero ferro (α) trovabile sotto i 911°C e ferro (δ) sopra i 1392°C; il retico (CCC) del ferro (δ) è leggermente più

grande rispetto a quello del ferro (α). Ha una tensione di rottura (R_m) inferiore o uguale a 300 N/mm².

- Cementite: è un composto intermetallico ed ha la caratteristica di essere fragile e duro, infatti la sua resistenza a rottura è molto inferiore rispetto a quella della ferrite ed è pari a circa 30 N/mm². La cementite può essere primaria o secondaria; la differenza è che la primaria si separa dal liquido, mentre la secondaria dall'austenite.
- Austenite: è una soluzione solida di ferro (γ) e carbonio. È presente sopra i 723°C ed è molto importante che a temperatura ambiente non ci sia in quanto peggiora le caratteristiche meccaniche della lega in esame.
- Perlite: questa struttura è sempre presente negli acciai; è formata da lamelle di ferrite e cementite (più raro trovare globuli). La struttura aghiforme è dovuta alla velocità di raffreddamento elevata. Ha un'altissima resistenza a rottura, di circa 900 N/mm²
- Ledeburite: si forma alla temperatura di 1147°C con raffreddamenti lenti ed ha una concentrazione di carbonio pari a 4,3%, quindi si trova nella zona delle ghise. La ledeburite si dice trasformata quando si trova al di sotto di 723°C.

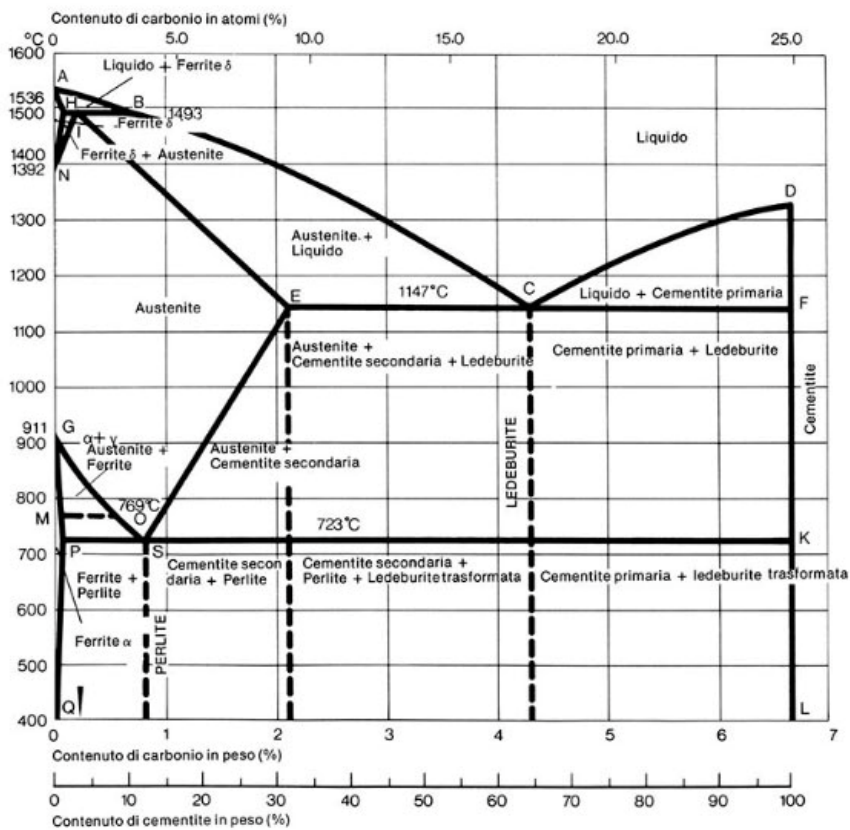


figura 2.1: diagramma ferro-carbonio.

2.2 Acciai di interesse per l'AM

Esistono molte formule di acciaio adatte alla stampa 3D, ma quelle principali possono essere suddivise in tre categorie: maraging, acciai inossidabili e legati.

Sebbene l'acciaio Maraging abbia il comportamento elastico fin quasi alla frattura, è anche duro, duttile e tenace allo stesso tempo. La lega è composta da ferro, cobalto, nichel e piccole quantità di molibdeno ma anche da alluminio e titanio. Non è adatto solo per l'uso per la componentistica di aeroplani e auto da corsa, ma anche per creare strumenti. Ad esempio, utilizzando questo tipo di acciaio, è possibile realizzare stampi e inserti con canali di raffreddamento interni molto complessi, migliorando così la qualità delle parti stampate, riducendo notevolmente il numero di prodotti di scarto e abbreviando i tempi di ciclo.

La seconda categoria di acciai utilizzabili è quella degli inossidabili. Oltre alle proprietà meccaniche tipiche dell'acciaio al carbonio, gli inox hanno anche una significativa resistenza alla corrosione. Esistono acciai inossidabili ferritici dove l'elemento principale della lega è il cromo. Ci sono gli austenitici in cui il contenuto di carbonio è inferiore allo 0,1%. Infine, gli acciai inossidabili martensitici hanno un contenuto di carbonio più elevato ed inoltre contengono importanti quantità di cromo e nichel. Gli acciai inossidabili sono riconosciuti in commercio con la nomenclatura AISI, ovvero una sigla a tre cifre in cui la prima è un 3 (per gli austenitici) o un 4 (per martensitici e ferritici).

L'ultima famiglia è quella dei legati. Gli acciai legati sono composti sempre da ferro e carbonio ma anche da altri elementi di lega che, se tutti presenti in concentrazioni inferiori al 5%, fanno appartenere l'acciaio al sottogruppo dei bassolegati, mentre se ce n'è uno che supera questa soglia vengono classificati come altolegati. I tipi di acciaio legato includono elementi come manganese, nichel, cromo, molibdeno, cromo, vanadio e così via. Hanno caratteristiche molto diverse tra loro, quindi le formulazioni indicate dal produttore del sistema di stampa 3D o dal fornitore di polveri di terze parti devono essere valutate caso per caso.

Esistono molte tecnologie di stampa tridimensionale. Anche la risposta di un singolo materiale a un singolo sistema di stampa 3D è molto importante. Il processo produttivo, dalla progettazione alla realizzazione degli oggetti di stampa 3D, non può prescindere da tutti questi elementi, i quali devono essere considerati sin dalle prime fasi del progetto per poter utilizzare i materiali più adatti al pezzo e utilizzare la tecnologia più adatta per la stampa. Ci sono diversi fattori coinvolti: non solo le proprietà meccaniche e fisiche del prodotto finito, ma anche il costo delle materie prime, la velocità di produzione e possibili metodi alternativi di produzione utilizzando la tecnologia convenzionale. I progettisti

ormai non possono più operare solo a monte, ma devono sapere esattamente cosa accadrà a valle.

2.3 Acciaio 316L, descrizione e caratteristiche

La lega 316L fa parte della famiglia degli acciai inossidabili austenitici, ovvero quelli con alte percentuali di cromo e nichel. La lettera "L" sta ad indicare il basso contenuto di carbonio (low carbon) all'interno del composto. La composizione chimica del 316L è la seguente:

- Cromo che oscilla dal 16,5% al 18,5%,
- Nichel presente con valori che vanno dal 10% al 13%,
- Molibdeno 2-3%
- Carbonio in piccolissime quantità, circa lo 0,003%.

La presenza del molibdeno garantisce una migliore resistenza alla corrosione rispetto ad un qualsiasi acciaio inossidabile ed inoltre, i primi acciai al carbonio non presentavano tracce di questo elemento e risultavano fragili (grazie anche ad una maggiore percentuale di carbonio presente).

La presenza del molibdeno, che fornisce una maggiore resistenza corrosiva, permette al 316L di essere applicato nei luoghi dove il rischio di corrosione è elevatissimo, come nei cantieri navali.

La bassa percentuale di carbonio permette di superare i problemi di corrosione intercristallina, i quali si verificano maggiormente durante le saldature. Altre applicazioni in cui può essere utilizzata questa lega sono nelle apparecchiature per l'industria di trasformazione nei contenitori di sostanze chimiche, per la costruzione di tubi, valvole e pompe per impianti a gas o petroliferi ed inoltre anche per la realizzazione di filtri a maglia metallica.

La lega 316L ha un indice di vaiolatura (o di inossidabilità) pari a 25, a differenza del più comune acciaio 304 il cui valore era intorno al 19; possiede un'eccellente duttilità e resilienza sia a temperatura ambiente che inferiori, ed infine non è magnetico ma lo può diventare se sottoposto ad operazioni eccessive di saldatura o di lavorazioni a freddo.

È possibile reperire l'acciaio 316L sotto forma di fogli e rotoli di diverse finiture, spessori e grandezze, inoltre è disponibile come prodotto complementare, in forma di tubi saldati.

L'acciaio 316L oltre ad esibire, come già affermato in precedenza, 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. Di seguito, nella tabella 2.1,

verranno elencate le principali caratteristiche meccaniche di un acciaio 316L prodotto mediante tecnologia convenzionale:

| | |
|--|---------|
| Modulo elastico (E) | 200 GPa |
| Tensione di rottura (σ_r) | 580 MPa |
| Tensione di snervamento (σ_s) | 280 MPa |
| Allungamento percentuale a rottura (A) | 40% |
| Durezza vickers (HV) | 210 HV |

Tabella 2.1: proprietà meccaniche acciaio 316L prodotto per tecnologia convenzionale.

Di solito, parti di questo tipo di materiale vengono prodotte mediante fusione, estrusione o forgiatura; queste tecnologie, tuttavia, non consentono un'elevata complessità nella geometria del componente a meno che non si ricorra a costose e lunghe lavorazioni per asportazione di truciolo. Questa restrizione ha permesso all'acciaio 316L di entrare in settori sempre più commerciali.

L'acciaio inossidabile austenitico si sta sviluppando verso il mondo della tecnologia di produzione additiva. Soprattutto con il processo DED che rappresenta una soluzione strategica per ottenere particolari con forme complesse.

Sono stati fatti degli studi sulla composizione dell'acciaio 316L prodotto tramite tecnologia DED ed è stata osservata una struttura a grana fine con isole di grani allungati lungo la direzione di dissipazione di calore.

Un'altra caratteristica speciale che hanno scoperto durante l'analisi è stata la presenza di una fase di ferrite (ferro δ) lungo i bordi del grano.

Mappando la distribuzione di fase hanno effettivamente notato che rispetto alla fase di ferrite BCC, domina la fase di austenite con struttura FCC. Al contrario, nella struttura in acciaio inossidabile austenitico ottenuta con tecnologia tradizionale, l'esistenza della seconda fase è nulla.

La struttura dell'acciaio visibile al microscopio ottenuta con la tecnologia della directed energy deposition è differente rispetto a quella ottenuta mediante le tradizionali tecniche di lavorazione; infatti, l'acciaio processato con la DED presenta una microstruttura anisotropa in cui è possibile notare la presenza di grani molto piccoli. Questa particolare differenza implica anche un cambiamento delle proprietà meccaniche del componente, infatti ogni costituente ha le sue specifiche proprietà. È dunque necessario descrivere l'evoluzione delle microstrutture dell'austenite in relazione al tempo e alla temperatura.

Per poter comprendere questo è possibile fare riferimento a due diversi grafici che rappresentano l'andamento delle trasformazioni in funzione di tempo e temperatura:

- Diagramma di trasformazione isoterma (TTT = time temperature trasformation) a temperatura costante (figura 2.2)
- Diagramma di trasformazione continuo (CCT = coontinuous cooling curves) (figura 2.3).

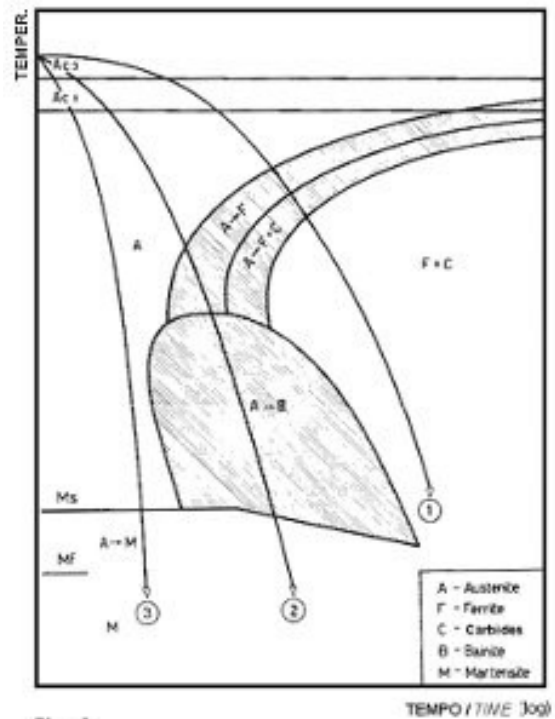
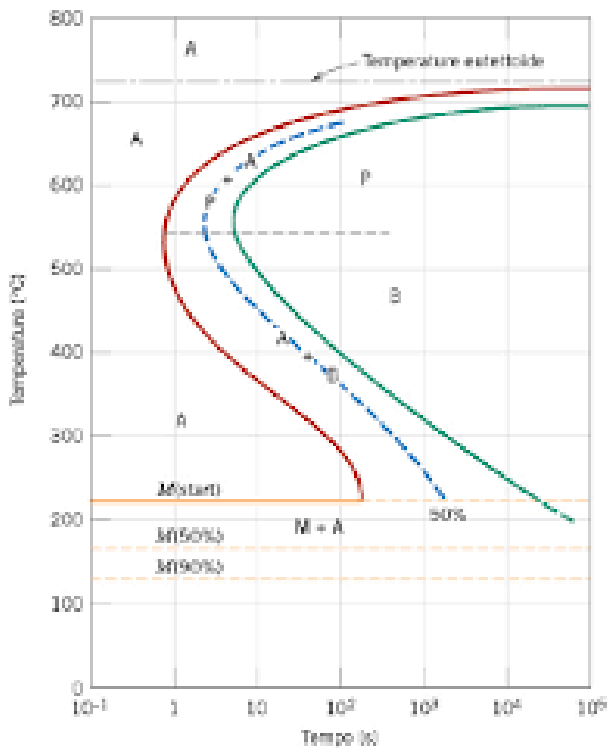


Figura 2.2 e 2.3: diagramma TTT e CCT di un acciaio.

Sono state effettuate inoltre delle prove meccaniche da M. Ziętała e da altri esperti, i quali hanno verificato che lungo la direzione parallela a quella di costruzione c'è stato un incremento della durezza, si è passati infatti a valori di circa 270 HV mentre lungo la direzione perpendicolare si è arrivati a 290 HV (la durezza ottenuta mediante tecniche tradizionali era di 215 HV). Questo miglioramento delle proprietà meccaniche è dato dal diverso tipo di struttura che troviamo nei pezzi realizzati tramite additive manufacturing, caratterizzati da grani fini e maggiore concentrazione di dislocazioni.

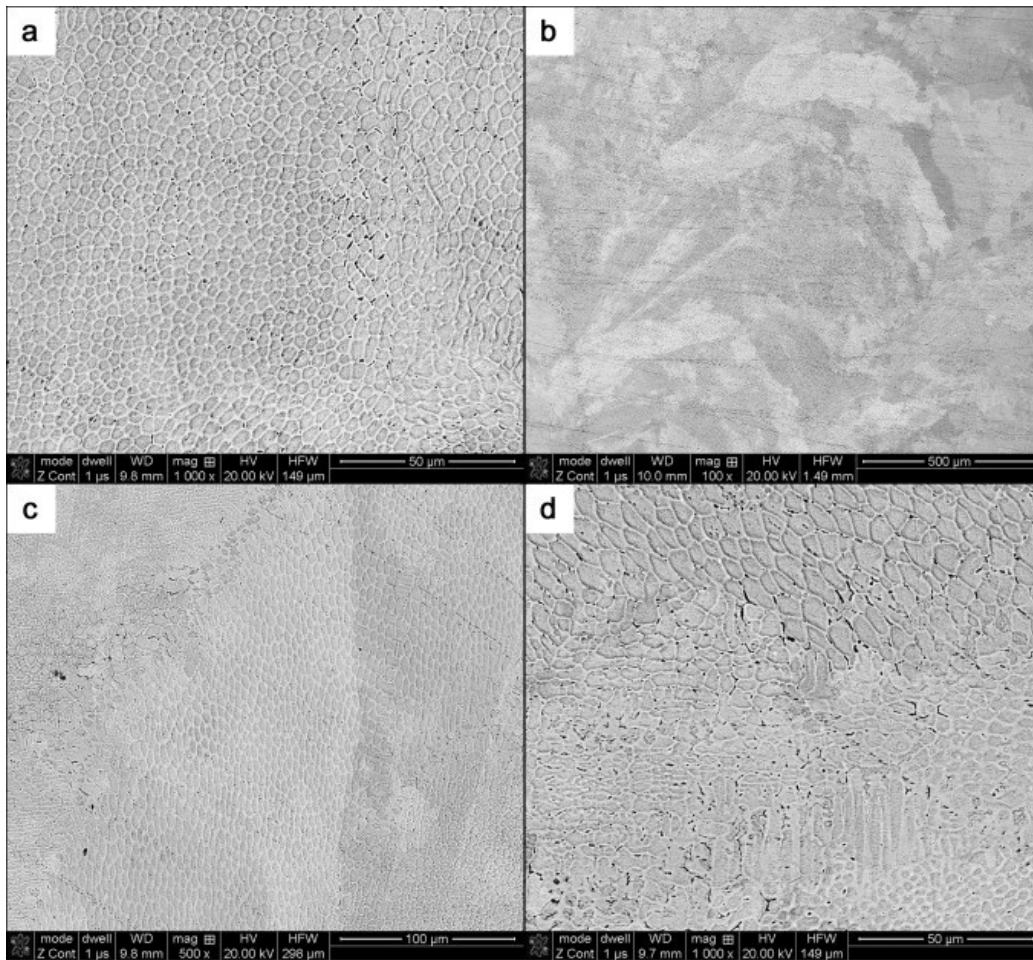


figura 2.4: Microstruttura di un campione in acciaio 316L prodotto tramite DED: struttura a grana fine (a), isole di grani allungati (b e c) e grani fini con dimensioni circa di 5 micron (d).

CAPITOLO 3

3.1 Microscopia ottica

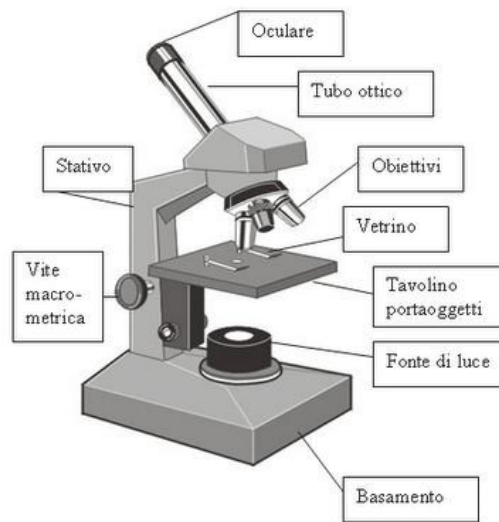


Figura 3.1: Schema microscopio ottico.

La microscopia ottica è una tecnica che ci permette di osservare quello che attraverso l'occhio umano non è possibile fare. L'occhio riesce a distinguere grandezze poco più piccole di un capello umano (decimi di millimetro) mentre con il microscopio ottico riusciamo a notare particolari con grandezze dell'ordine dei μm . L'ottica geometrica è governata da un'equazione di grande importanza chiamata "l'equazione delle lenti" (eq. 3.1); questa espressione ci permette di costruire l'immagine di qualsiasi microscopio indipendentemente dal principio fisico che le governa.

$$\frac{1}{o} + \frac{1}{i} = \frac{1}{f} \quad (3.1)$$

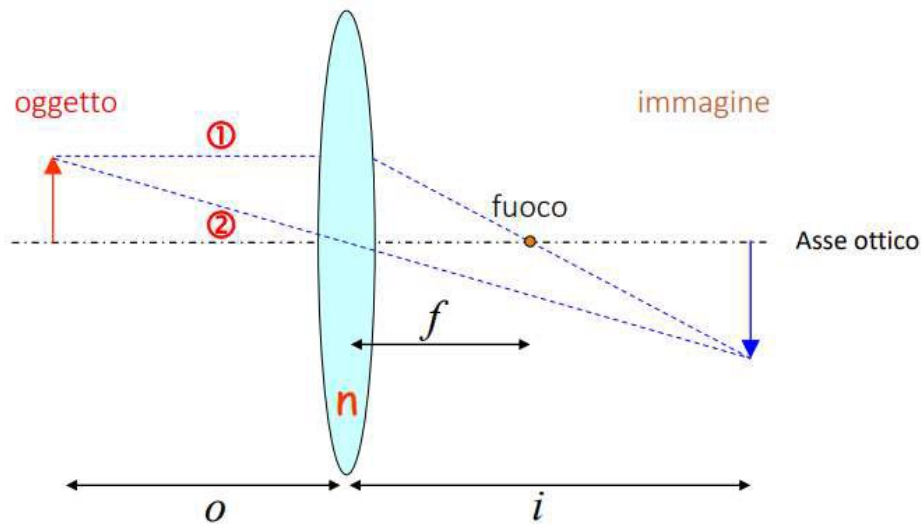


Figura 3.2: schematizzazione delle distanze dell'oggetto, del fuoco e dell'immagine dalla lente.

Andando ad analizzare sia la figura 3.2 che l'equazione 3.1 possiamo dedurre che: prendendo come punto di riferimento il fuoco ed andando ad allontanare l'oggetto dalla lente, il rapporto $1/o$ tende a diminuire con conseguente aumento del rapporto $1/i$. questo si traduce come un avvicinamento dell'immagine. Se invece prendiamo una lente più forte, il fuoco sarà più vicino a essa ($1/f$ cresce); mantenendo l'oggetto sempre nella stessa posizione e facendo considerazioni ancora sull'equazione 3.1 dovremo avere un valore di "i" più piccolo (immagine reale e più piccola) per far sì che la frazione $1/i$ ci dia un valore maggiore per poter soddisfare l'equazione delle lenti.

Il microscopio ottico non è altro che una successione di lenti: la prima di queste è chiamata lente obbiettivo ed è posizionata davanti all'oggetto, abbastanza vicino al fuoco. La seconda lente prende il nome di lente oculare ed è posizionata ad una distanza tale per cui c'è una coincidenza tra il fuoco e l'immagine dell'oggetto, come riportato nella figura 3.3. l'immagine della prima lente diventa l'oggetto della seconda. Inoltre, l'ingrandimento è dato dal prodotto dell'ingrandimento fra le due lenti.

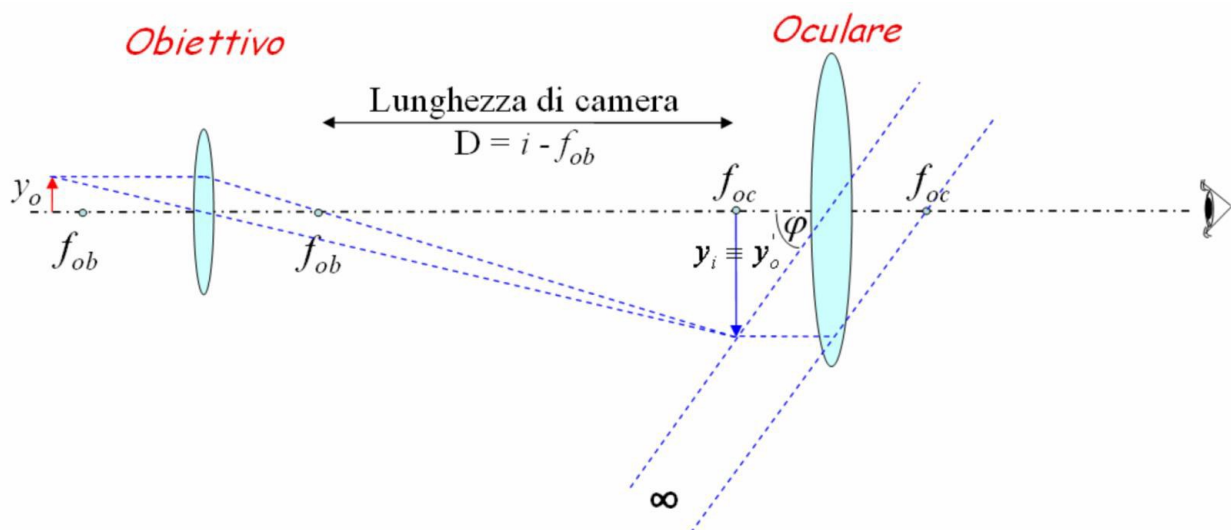


Figura 3.3: schema del posizionamento delle lenti obiettivo ed oculare.

Esiste un parametro che ci permette di comprendere la capacità del microscopio a catturare la luce ed inoltre ci restituisce un'informazione per quanto riguarda la risoluzione dei dettagli del campione; questo parametro prende il nome di apertura numerica (NA) ed è necessario lavorare ad una distanza fissa dall'oggetto. L'apertura numerica cresce al crescere dell'indice di rifrazione del mezzo d'immersione "n", inoltre è proporzionale al $\sin(\alpha)$ dove α è pari alla metà dell'angolo di apertura dell'obiettivo. Spesso e volentieri, gli obiettivi dei microscopi sono classificati in base al valore di apertura numerica che possiedono, al fine di incrementare questo valore e l'effettivo potere di risoluzione del microscopio, è opportuno aggiungere una lente speciale che prende il nome di lente "condensatore". Il compito di questa lente è quello di raccogliere i raggi luminosi, causati da maggiori angoli di diffrazione, aumentando così la risoluzione. L'apertura di lavoro viene definita come la somma degli angoli relativi all'apertura dell'obiettivo ed all'apertura del condensatore e se questi due valori sono uguali, otterremo la massima risoluzione.

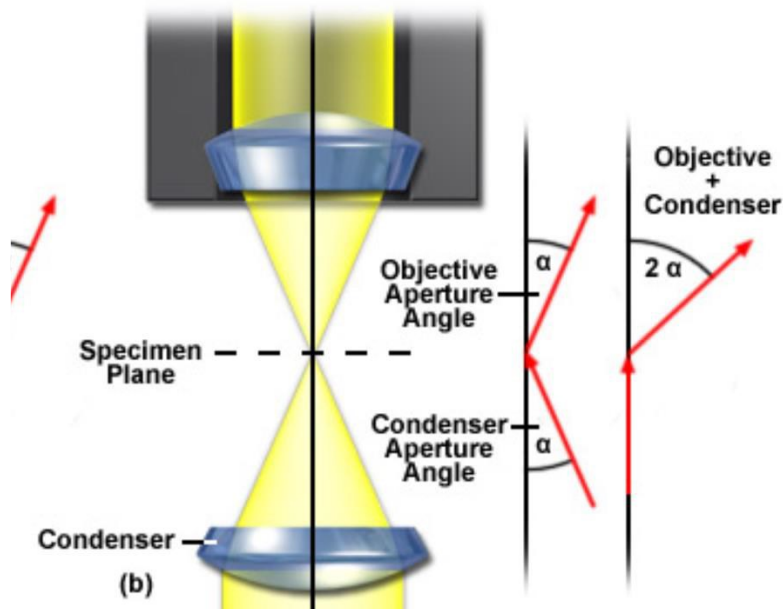


figura 3.4: schema di un condensatore e apertura di lavoro.

Altro scopo fondamentale della microscopia ottica è quello di aumentare il più possibile il potere risolutivo dell'occhio, ovvero la capacità di distinguere dei particolari appartenenti all'oggetto in esame; in questo caso, parlando di microscopia, della microstruttura. La letteratura ci suggerisce che il potere risolutivo di un microscopio è la distanza minima osservabile tra due punti distinguibili dallo strumento. La risoluzione massima è un concetto ideale, la possiamo ottenere soltanto se la lente ha tutti i raggi parassiali e se i fasci provenienti da un punto dell'oggetto si concentrano tutti su un punto dell'immagine (stigmatismo). In questo caso aumentando l'apertura (α) avremo sempre maggiore risoluzione. Nella realtà però non è così poiché all'aumentare dell'apertura aumentano le aberrazioni che vanno a rovinare la risoluzione. Come accennato in precedenza, si aggiunge un condensatore; la lente serve per poter bloccare i raggi non parassiali più esterni in modo tale da poter correggere i difetti in due modi: aumentando la profondità di campo oppure aumentare il contrasto tra le aree.

3.2 Microscopio elettronico a scansione

Il SEM è una delle tipologie di microscopi utilizzabili per l'analisi microstrutturale; questo tipo di microscopio lavora tramite un fascio di elettroni, emesso da un apposito cannone. Il fascio attraversa tutta la colonna del SEM e va ad inondare il campione che sarà posto alla fine del percorso (figura 3.5). Durante il tragitto, il fascio viene controllato da delle lenti elettroniche e da diaframmi. Successivamente vi è una serie di rilevatori di elettroni secondari e retrodiffusi (SED e BSED) che raccolgono il segnale e sono responsabili

della formazione dell'immagine La camera in cui viene collocato il campione deve essere in vuoto in quanto si faciliterà la generazione ed il movimento degli elettroni del fascio incidente. Questa condizione è necessaria perché le eventuali particelle d'aria andrebbero a diffondere gli elettroni del fascio, in modo tale da non poter essere utilizzati per la visualizzazione della struttura.

Per la realizzazione del vuoto, i microscopi elettronici a scansione utilizzano una o, nella maggior parte dei casi, più pompe in modo tale da poter allestire zone a pressioni diverse. Per la stragrande maggioranza si utilizzano pompe rotative (per bassi vuoti) o pompe turbomolecolari (per alti vuoti).

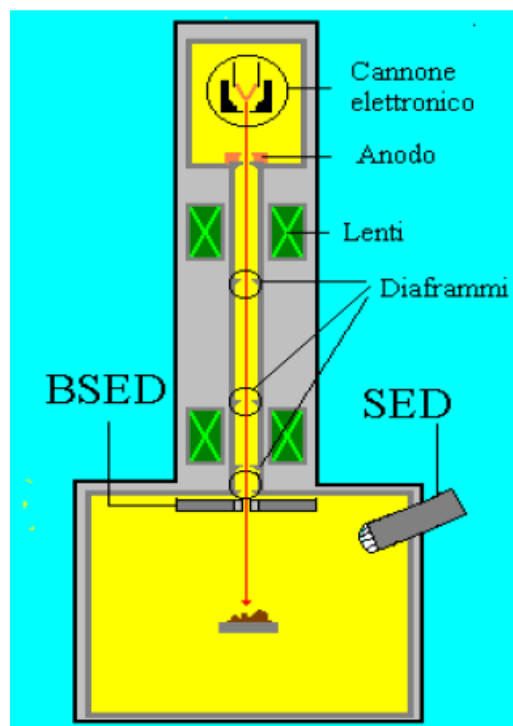


Figura 3.5: schematizzazione di un microscopio elettronico a scansione (SEM).

Il fascio elettronico, appena emesso dal cannone, ha una dimensione che oscilla tra i 10 ed i 50 μm . Una volta passato attraverso la lente condensatrice ed alla lente obbiettivo, che hanno rispettivamente il compito di rimpicciolire il fascio e di localizzarlo sul campione, si ritroverà con una grandezza pari a circa 5-200 nm. È preferibile utilizzare le lenti elettromagnetiche a discapito di quelle elettrostatiche perché generano meno aberrazioni. Una lente elettromagnetica è costituita da un avvolgimento di rame attorno ad un altro materiale metallico.

È doveroso capire come l'elettrone si muove all'interno del fascio; la fisica dell'elettrone ci dice che se si trova all'interno di un campo magnetico, esso subirà l'azione di una forza, conosciuta come forza di Lorentz (eq. 3.2):

$$\mathbf{F} = -ev\mathbf{x}\mathbf{B} \quad (3.2)$$

Dove:

e = carica dell'elettrone.

v = velocità dell'elettrone.

B = campo magnetico.

All'inizio del percorso, l'elettrone è colpito soltanto da una delle due componenti del campo magnetico, ovvero quella radiale in quanto quella lungo l'asse ha direzione parallela alla velocità dell'elettrone. Questo vettore fa sì che la particella negativa prenda una traiettoria elicoidale (figura 3.6) ed inoltre, permette alla componente assiale del campo (che prima non poteva influire) di far convergere tutti gli elettroni del fascio in un punto in modo tale da concentrarlo sul campione.

Andando a modificare la corrente negli avvolgimenti, si andrà a variare il campo magnetico e la distanza focale della lente.

Di seguito verrà illustrata un'immagine di come la traiettoria dell'elettrone cambia in base al tipo di lente utilizzata, in particolare utilizzando una lente ottica l'immagine risulterà solamente invertita mentre con l'uso di una lente magnetica non solo avremo un'immagine invertita ma anche ruotata.

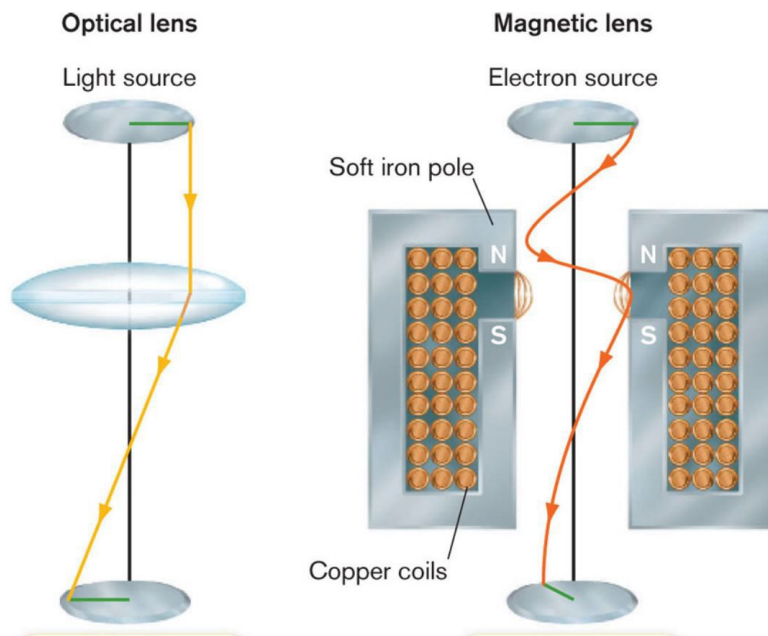


Figura 3.6: lenti ottica e lente magnetica, differenza nelle traiettorie dell'elettrone.

La distanza focale è un parametro che deve essere discusso brevemente poiché ci dà un'informazione riguardo la distanza tra il punto in cui un elettrone inizia il suo moto vorticoso e quello in cui interseca l'asse ottico. La distanza è direttamente proporzionale alla tensione di accelerazione ma inversamente proporzionale al numero di bobine presenti ed alla corrente che scorre attraverso esse.

Gli elettroni emessi dal campione dopo che è stato colpito dal fascio elettronico, sono di diversi tipi ed in base alla categoria si utilizzano diverse tecniche e microscopi per poterli studiare; il SEM analizza gli elettroni retrodiffusi (BSE) e gli elettroni secondari (SE).

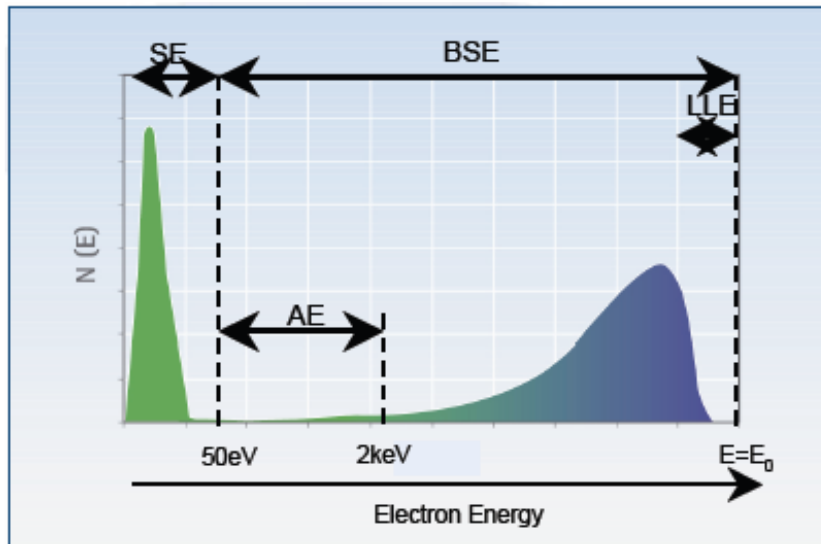


Figura 3.7: grafico dell'energia dei BSE e SE.

Come è possibile notare dalla figura 3.7, l'energia posseduta dai backscattered electrons è decisamente superiore rispetto a quella che caratterizza gli elettroni secondari; la differenza risiede nel diverso tipo di interazione: i BSE sono elettroni che provengono da un'interazione elettrone atomo, mentre i SE sono elettroni rimbalzati da altri elettroni.

Gli elettroni retrodiffusi, come sinteticamente spiegato nelle righe sopra, sono elettroni del fascio che sono stati diffusi dagli atomi del campione. Questa collisione si tramuta in un cambiamento di traiettoria per gli elettroni in quanto particelle più grandi (atomi) si scontrano con particelle più piccole (elettroni). Atomi di maggiori dimensioni sono elementi dispersori più validi rispetto ad atomi con grandezze contenute e quindi risulterà un segnale più ampio.

Il numero di elettroni retrodiffusi che raggiungono il rivelatore è proporzionale al numero atomico Z degli atomi con cui interagiscono.

Per il rilevamento degli elettroni retrodiffusi si utilizzano i solid state detector (SSD) e gli Energy Selective (EsB) e Angle Selective Backscatterdetectors (AsB). I SSD sono dei detector anulari posti al di sotto della lente obbiettivo mentre i EsB ed i AsB si trovano nelle colonne senza crossover, rispettivamente all'interno della colonna e sotto la lente obbiettivo.

Gli elettroni secondari (SE) sono quelle particelle negative debolmente legate che si distaccano dal guscio esterno dell'atomo a causa dell'impatto con gli elettroni del fascio elettronico. Essi ricevono sufficiente energia cinetica per mettersi in movimento e per essere espulsi dall'atomo. Gli SE generati si propagano così all'interno del materiale e quelli che incontreranno la superficie del campione, verranno emessi da questa.

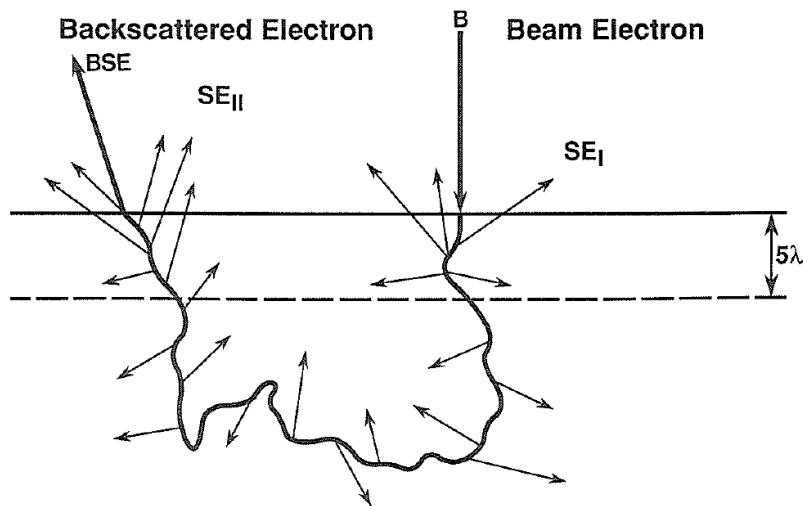


Figura 3.8: diffusione degli elettroni secondari.

Anche in questo caso esistono dei dispositivi in grado di rilevare questo tipo di elettroni: si parla infatti di Everhart–Thornley Detector (ETD) e di Through The Lens Detector (TTL).

Dopo aver selezionato il rilevatore da utilizzare, viene generata un'immagine e quindi la superficie viene scansionata. La scansione eseguita è tipo di mesh e si interessa a diverse aree rettangolari per coprire completamente l'area del campione e per creare un unico frame.

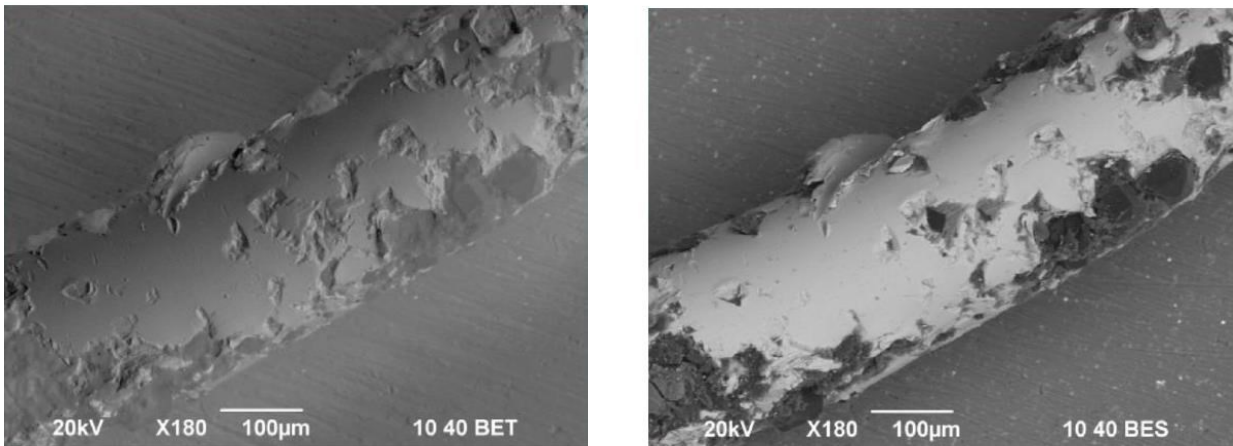


Figure 3.9 e 3.10: immagini ottenute tramite elettroni secondari (sinistra) ed elettroni retrodiffusi (destra).

Esistono dei parametri importanti per un microscopio SEM che devono essere settati in base agli studi che si vogliono effettuare sulla microstruttura, di seguito verranno individuati i principali:

- È preferibile che la tensione di accelerazione sia bassa per poter rilevare meglio la morfologia superficiale, inoltre si avranno dei minori accumuli di carica.
- Lo spot size (diametro del fascio incidente) è preferibile che sia piccolo poiché significherebbe una maggiore risoluzione e causerà meno danni da irraggiamento.
- La distanza di lavoro, ovvero la distanza tra il pezzo polare della lente obiettivo e il piano nel quale gli elettroni sono focalizzati, ci darà una profondità di campo elevata ed una bassa risoluzione se il valore di questa quota è grande, viceversa avremo una minore profondità di campo con alti valori di risoluzione.
- Il diaframma finale, preferibilmente, è meglio averlo piccolo in quanto ci restituirà un'alta risoluzione con bassa corrente sul campione e con maggiore profondità di campo.

3.3 Preparazione campioni per microscopio SEM

Un passaggio non banale e di assoluta importanza è quello di posizionare e preparare il campione alla scansione; si procede inizialmente collegando il campione ad un supporto che prende il nome di stub (fig. 3.11).



Figura 3.11: supporti per microscopio SEM.

L'incollaggio del pezzo sullo stub deve essere di tipo elettrico e continuo in quanto facendo così non si accumuleranno le cariche. Il collegamento può avvenire tramite adesivi o colle conduttive.

una volta che il campione è colpito da fascio, gli elettroni appartenenti a quest'ultimo perdono la loro energia e vengono assorbiti dal pezzo. Ora, se il campione è di natura conduttiva, gli elettroni attraverseranno prima questo e poi si disperderanno nel supporto ma, se abbiamo a che fare con un materiale non conduttivo, risulterà un accumulo di carica collocato tra il portacamponi ed il pezzo in esame. Questo fenomeno di accumulo prende il nome di "charging" e lo possiamo identificare poiché creerà delle zone di colore bianco sulla superficie del campione.

L'accumulo di carica crea un altro disagio, quello della distorsione dell'immagine: la sonda elettronica subisce la forza creata dall'agglomerato di elettroni causandone così uno spostamento con conseguente errore nell'immagine; inoltre se si utilizzano velocità di scansione relativamente basse, il fascio di elettroni sarà maggiormente concentrato

nelle zone d'interesse e potrebbero verificarsi dei fenomeni di scarica locale che sposteranno la sonda dalla zona corretta a quella errata e viceversa.

Visto il non insignificante problema che creano, sono state studiate diverse tecniche per diminuire o addirittura cancellare questi accumuli di elettroni.

Il metodo più veloce e diretto è sicuramente quello della riduzione della tensione di accelerazione in quanto sottoporremo il campione ad una minore esposizione agli elettroni, diminuendo così le fastidiose zone bianche.

Un altro metodo, meno diretto e che porta dei costi aggiuntivi, è la metallizzazione del pezzo non conduttivo: consiste nel ricoprire con uno strato molto fine (10 nm circa) il campioncino con materiali conduttivi (oro, carbonio o cromo); questo velo di materiale aggiunto permette la migrazione degli elettroni verso il portacampioni dove poi potranno essere dispersi senza nessun problema. Lo strato di materiale viene apportato mettendo il pezzo da esaminare in una camera a basso vuoto dove viene iniettato dell'Argon. Gli ioni positivi del metallo vengono prodotti attraverso scarica e si vanno a depositare sul campione.

A volte per far fronte al problema dell'accumulo di carica è necessario soltanto eseguire un montaggio appropriato del pezzo sullo stub: nel caso di campioni da inglobare si possono utilizzare delle resine conduttive per poter trasmettere la carica; al posto dei dischi adesivi è possibile utilizzare colle che permettono un miglior ancoraggio, qual ora il campione non fosse del tutto omogeneo nella geometria; una soluzione ancora più diretta è quella di realizzare dei "ponti conduttivi" capaci di far passare la carica dal pezzo al porta oggetti attraverso nastri adesivi e conduttori.

Solitamente la velocità di scansione è un parametro che deve restare basso poiché migliora la qualità dell'immagine, ma in questo caso è possibile aumentarla riducendo così il tempo di permanenza della sonda sull'area da scansionare, con conseguente riduzione dell'accumulo; in alternativa si usano gli elettroni retrodiffusi.

Fino ad ora si è visto come poter eliminare quei difetti che andavano a compromettere una lettura veritiera dell'immagine, adesso si andrà brevemente a descrivere come ottenere il campione che ci interessa partendo dal prelievo del pezzo, infatti il campione deve essere selezionato in base a cosa vogliamo andare ad analizzare. Se si vuole studiare la frattografia allora si prenderà la superficie di rottura mentre se si vuole analizzare la struttura si dovrà effettuare un taglio delle dimensioni adatte. Un pezzo di dimensioni 5 x 5 x 5 cm va più che bene per essere inserito al SEM.

Il campioncino, per essere studiato, deve essere pulito e questa operazione si effettua immergendolo in vasche ad ultrasuoni o tramite l'applicazione di acetone e alcol.

Per poter maneggiare meglio il campione, il quale non sempre ha delle dimensioni adatte per essere maneggiato con cura, si procede con l'operazione di inglobatura. Di seguito, per migliorare la qualità della superficie e per mettere in risalto i dettagli della microstruttura, vengono effettuati rispettivamente assottigliamento meccanico e attacco chimico.

CAPITOLO 4

RISULTATI

L'obiettivo della tesi è quello di studiare la microstruttura dell'acciaio utilizzato processato mediante la tecnica della directed energy deposition, mettendo a confronto questa con le microstrutture ottenute tramite un processo di asportazione del materiale, cercando di capire e giustificare le differenze strutturali incontrate.

In particolar modo si è andati a calcolare il valore dei diametri medi dei dendriti (misurato su diverse zone), le rispettive deviazioni standard ed il cooling rate (velocità di raffreddamento).

L'acciaio utilizzato è il 316L, discusso nel secondo capitolo. Prima di tutto era necessario ricavare il campione da analizzare ed è stato prelevato da un pezzo realizzato tramite la macchina che esegue la tecnica della directed energy deposition. Con l'ausilio di una mola, è stata tagliata una parte del campione.

Successivamente si è proceduto con la tecnica dell'inglobatura ed è stato possibile grazie all'inglobatrice presente in laboratorio (figura 4.1). Con questo processo si semplificano le azioni successive, come quelle della lucidatura e dell'analisi al microscopio.



Figura 4.1: macchina per l'inglobatura.

Esistono diversi tipi di resine per poter inglobare il campioncino ma in laboratorio è stata usata una resina fenolica (figura 4.2), ovvero un materiale termoindurente che non può essere fuso dopo lo stampaggio.

La resina va inserita sotto al coperchio nero raffigurato in figura 4.1, precisamente sono stati messi 3 misurini piccoli sopra al campione. Il tutto viene contemporaneamente riscaldato ad una temperatura di circa 150°C e pressato sotto l'azione di una forza di 20-25 kN. Trascorsi 7 minuti dall'inizio del processo si avvia l'operazione di raffreddamento tramite acqua (sempre all'interno della macchina) per una durata di 5 minuti.

Alla fine di questo processo si ottiene l'oggetto mostrato in figura 4.3 dove all'interno del quale è presente il nostro pezzo da studiare.



figura 4.2 e 4.3: resina fenolica utilizzata (sx) e pezzo inglobato (dx).

Il campione all'interno della protezione fenolica è ancora grezzo ed ha una rugosità superficiale troppo elevata per poter analizzare nel modo corretto le sue caratteristiche. Per questo motivo il provino viene lucidato tramite l'utilizzo di carte abrasive su un macchinario adibito all'assottigliamento meccanico (fig. 4.4);



figura 4.4: macchina utilizzata per la lucidatura del campione.

si inizia dalla tipologia 320 e si raddoppierà la tipologia (maggiore finitura del pezzo grazie alla dimensione sempre più piccola dei granelli) ogni volta che finisce un ciclo di lucidatura. Quindi dalla 320 si passa alla 600, poi alla 1200, successivamente alla 2500 ed infine alla 4000 (figura 4.6). Ovviamente durante la fase di finitura il pezzo viene raffreddato con acqua, che è usata anche per ridurre l'attrito; soltanto durante l'ultima fase di lucidatura si è utilizzato del semplice sapone per migliorare ancora di più la superficie finale ottenuta.



Figura 4.5 e 4.6: graffi dovuti ad una bassa granulometria (sx) e pezzo completamente lucidato tramite carta abrasiva 4000 e pronto per l'analisi al MO (dx).

Era importante cambiare l'orientazione del pezzo di 90° ad ogni cambio di carta abrasiva per poter visualizzare meglio i graffi ottenuti (figura 4.5) e per poterli associare al tipo di carta abrasiva utilizzata.

Una volta ottenuta una superficie sufficientemente a specchio e liscia (figura 4.6) si è potuto procedere con l'analisi della microstruttura ed è stato utilizzato un microscopio ottico presente in laboratorio. L'utilizzo del microscopio ottico, anche se ha un range di visualizzazione non troppo ampio, è assolutamente necessario poiché permette di notare inclusioni, particelle intermetalliche grossolane, cavità, porosità, soffiature e cricche, tutte dovute alle non ottimali condizioni di lavoro e del metallo utilizzato; in particolare nel caso che si sta studiando, è servito per evidenziare dei vuoti che ovviamente ad occhio nudo erano impossibili da notare.

Di seguito verranno illustrate alcune delle immagini catturate durante l'analisi al MO:

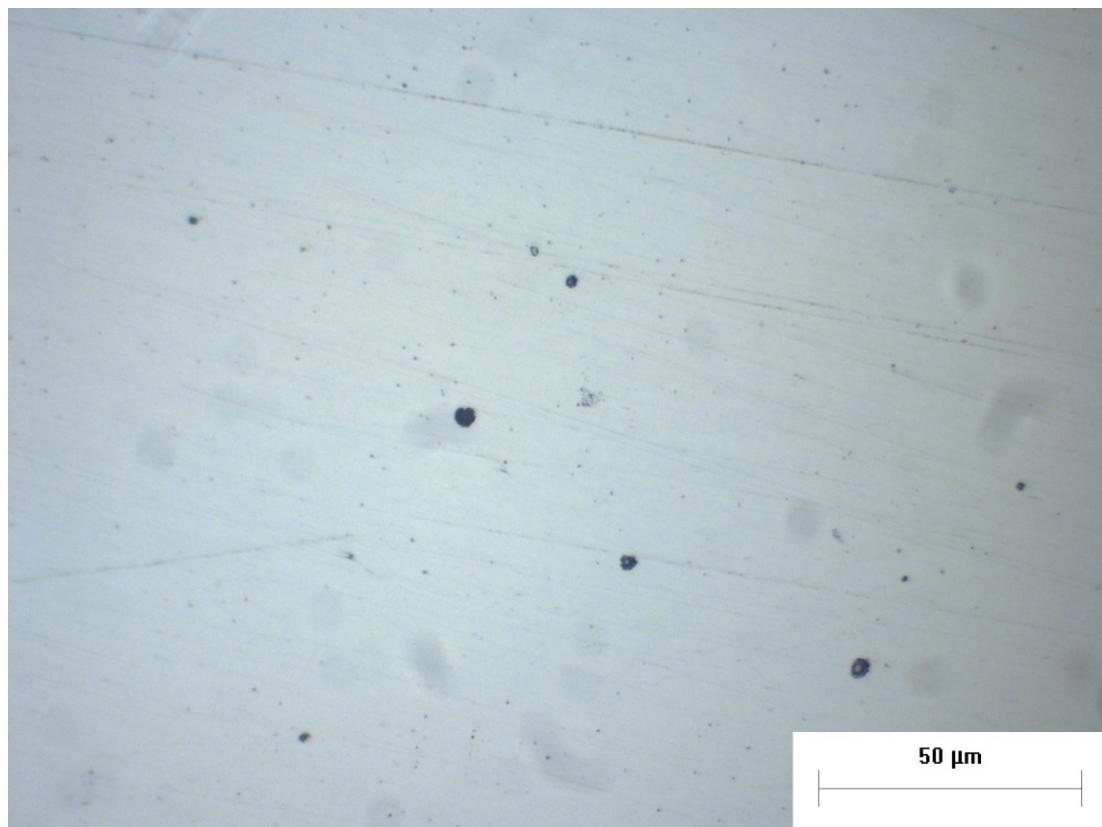


Figura 4.7: particolarità nel bordo sx del provino.

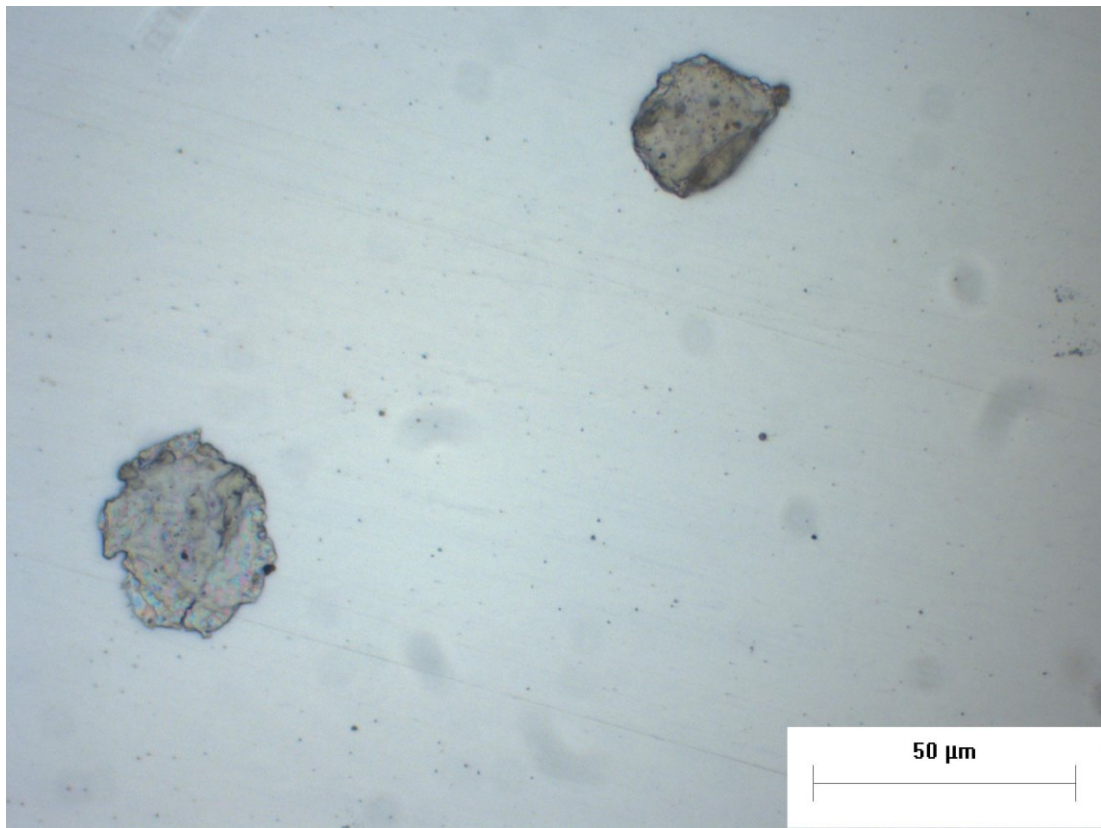


Figura 4.8: particolarità del provino zona bassa.

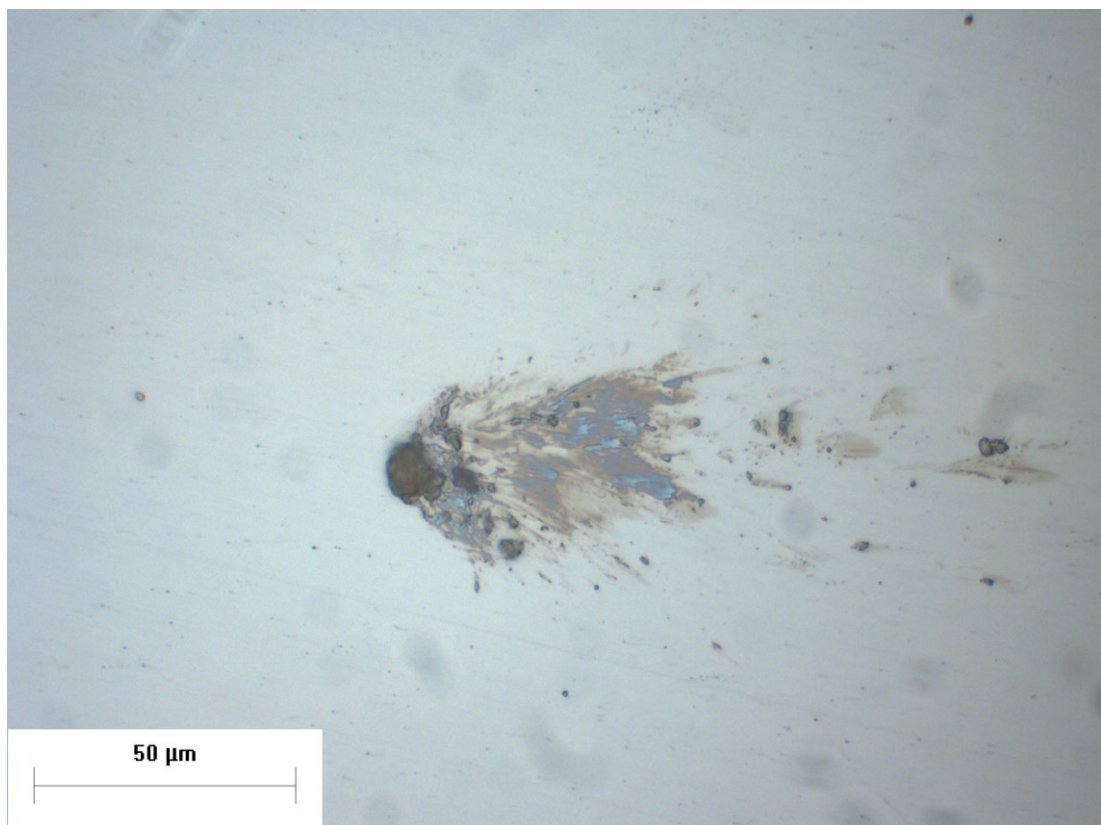


figura 4.9: macchia nella zona bassa del provino.

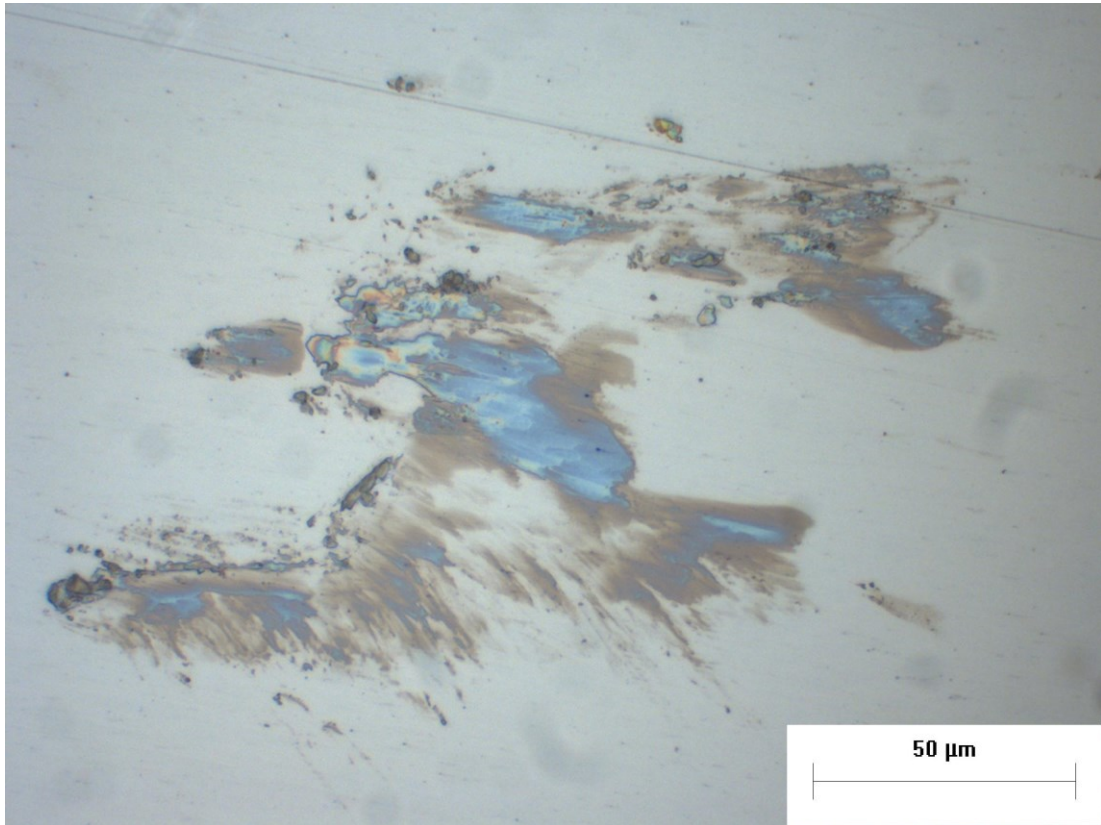


figura 4.10: macchia nella zona alta-centrale del provino.

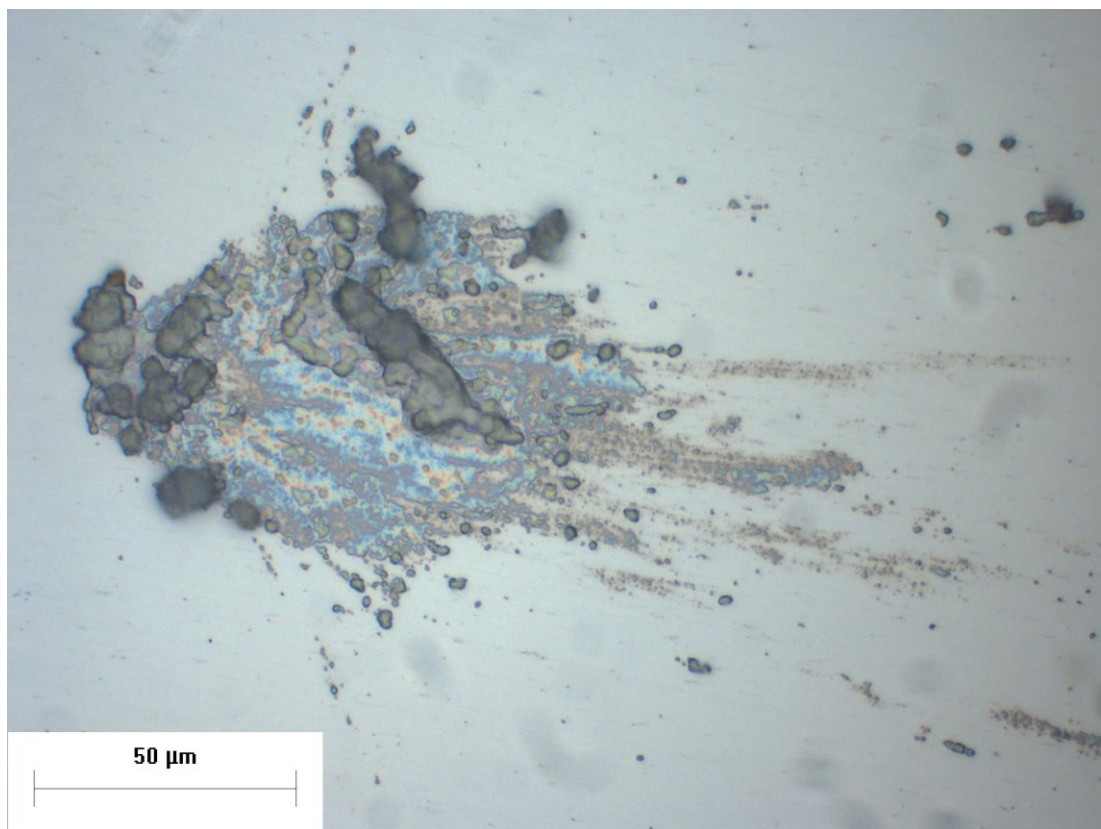


figura 4.11: macchia nella zona centrale del provino.

Da una prima analisi strutturale si è potuto notare come nelle zone inferiori del campione sono presenti maggiori quantità di “buchi” (come in figura 4.7). Questi particolari sono causati probabilmente da una più rapida velocità di raffreddamento, essendo stata la parte bassa del campione a contatto con la base di appoggio, che al momento della deposizione del materiale era fredda.

Non essendo le informazioni raccolte necessarie, si è deciso di proseguire con un attacco elettrolitico. Con questa procedura è possibile osservare e studiare, oltre alle imperfezioni visualizzabili con il microscopio ottico, i bordi di grano, i geminati, le linee di flusso ed i precipitati grossolani. Gli attacchi chimici ed elettrochimici permettono di mettere in risalto dettagli della microstruttura del materiale attaccando selettivamente le discontinuità.

In generale gli attacchi chimici sono costituiti da un solvente (alcol metilico o etilico, acqua distillata etc.) e da uno o più acidi.

Lo scopo è quello di “attaccare” alcuni siti preferenziali (ad esempio il confine di grano) in modo da creare un contrasto superficiale che permetta alla luce riflessa di evidenziare la morfologia dell'elemento in questione.

La soluzione usata è quella composta da 10 grammi di acido ossalico e da 100 mL di H₂O.

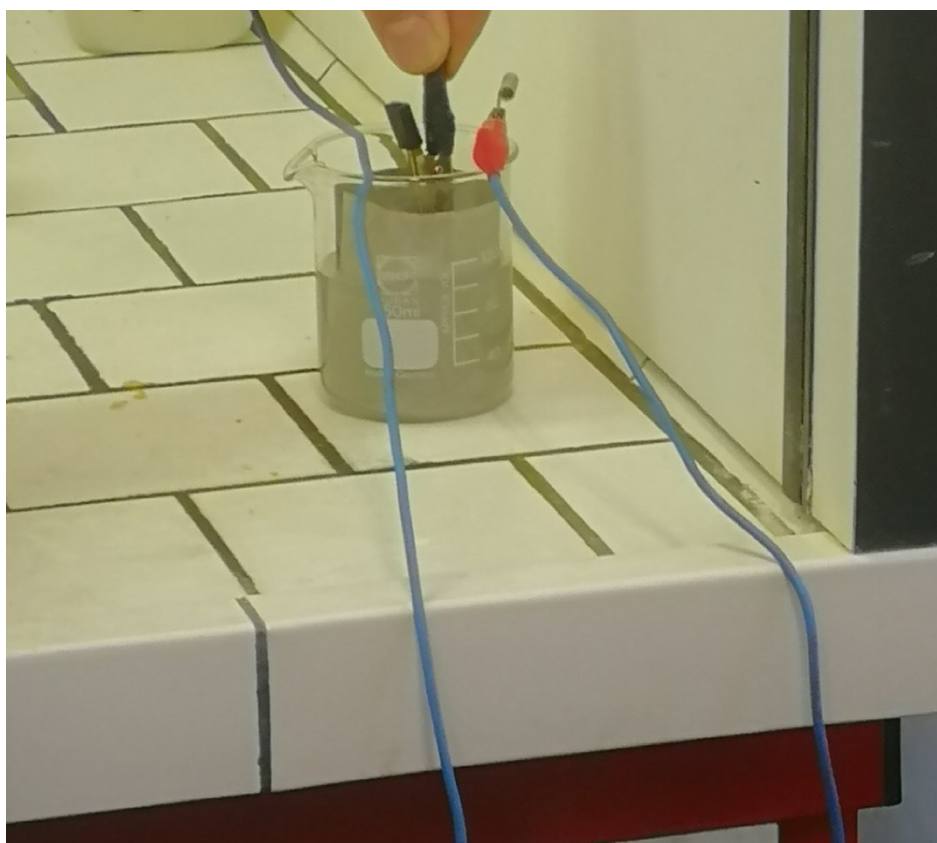


figura 4.12: settaggio per attacco elettrolitico.

Il campione è stato mantenuto all'interno della soluzione elettrolitica per 50 secondi ed una volta finito l'attacco, è stato pulito con acqua ed alcol per asportare le impurezze depositatesi durante il processo.

Ora il pezzo è pronto per essere visualizzato correttamente al microscopio ottico. Visto che la fase di inglobatura del pezzo non è stata eseguita nei modi ottimali e grazie anche alla forma problematica del campione (conica), è stato necessario rompere il guscio di resina (figura 4.13); ciò non ha influito sul raccoglimento dei dati.



figura 4.13: analisi al MO del campione post attacco elettrolitico.

Come accennato prima, l'attacco chimico ha migliorato la visibilità di dettagli che prima non erano notabili, ora infatti si ha una nuova gamma di immagini, molto diverse da quelle mostrate nelle figure 4.7 – 4.11.

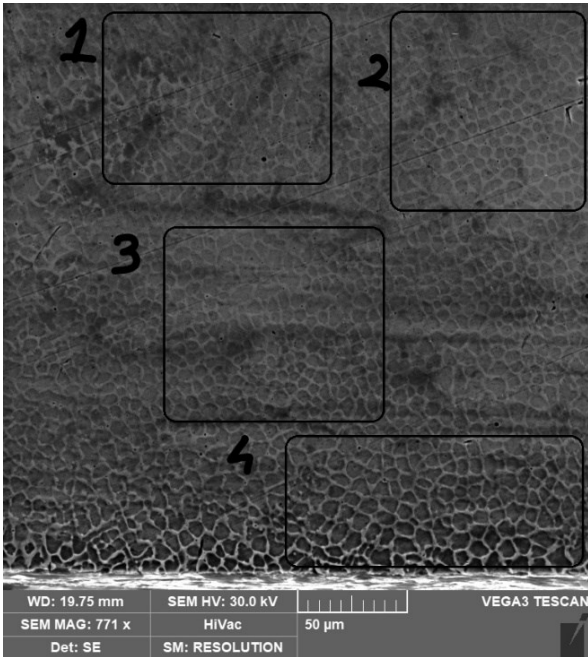


IMMAGINE 1

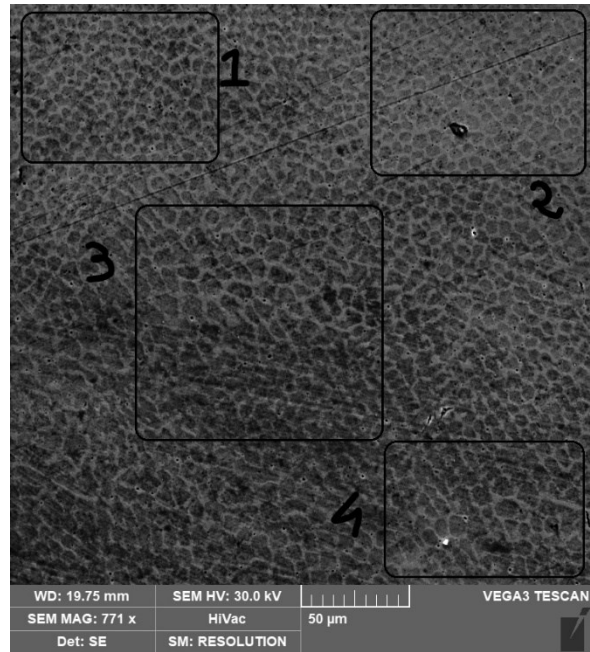


IMMAGINE 2

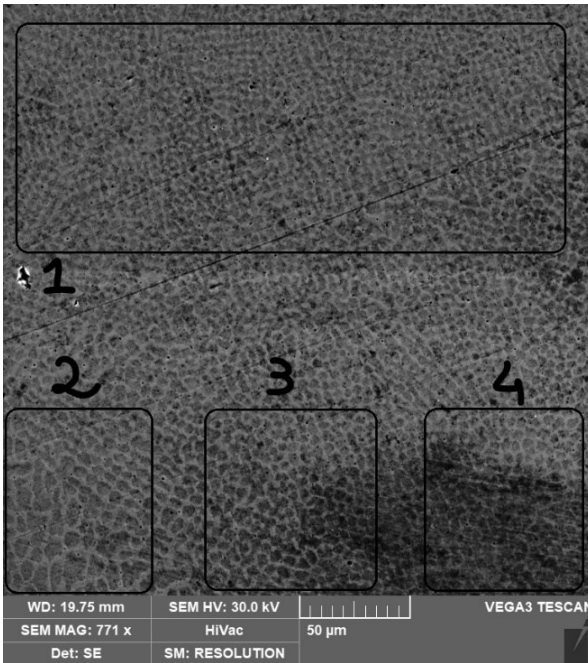


IMMAGINE 3

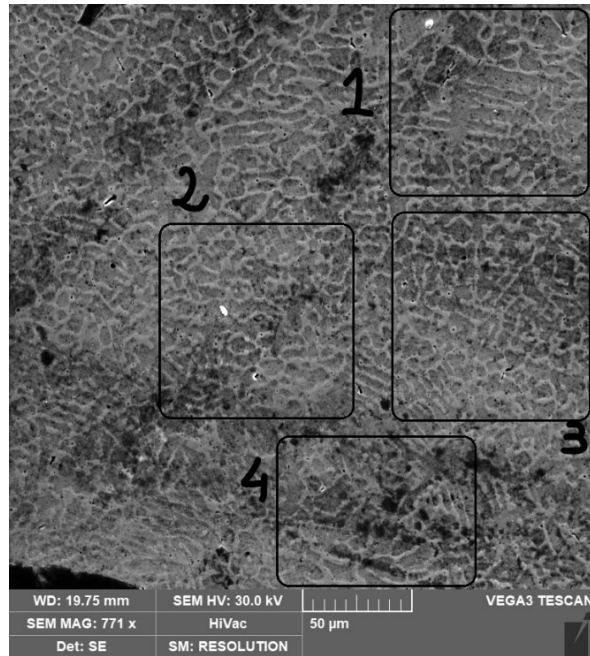


IMMAGINE 4

Queste quattro microstrutture sono state scelte, tra le tante catturate durante l'attività di tirocinio, in quanto sono quelle che meglio rappresentano la struttura granulare del campioncino di acciaio 316L. Sono state individuate e numerate delle zone; su di esse sono stati fatti dei calcoli che si andranno ad illustrare di seguito.

Inizialmente sono state individuate delle aree in base al tipo di dendriti che ne facevano parte.

Successivamente, tramite il software ImageJ, è stato possibile misurare per ogni zona il valore del diametro medio dei grani con il metodo intercetta lineare di Heyn: questo metodo è stato inventato per semplificare il calcolo della dimensione media dei grani.

Si disegna un segmento sulla microstruttura e poi si va a contare il numero di volte che questa linea intercetta i grani; in seguito, si dividerà il valore della lunghezza del segmento per il numero di grani intercettati. È stato utilizzato il metodo N, ovvero quando la linea attraversa tutto il grano si conta come 1 mentre quando la linea termina dentro un grano o è tangente ad esso si conta come 0,5.

Con i valori dei diametri medi è stato possibile calcolare poi la deviazione standard sfruttando il programma di calcolo Excel. Di seguito verranno illustrati in tabella i valori dei diametri medi nelle quattro immagini e le rispettive deviazioni standard.

| immag. | diametro medio | dev. standard |
|--------|----------------|---------------|
| 1 | 6,859 | 1,156514208 |
| 2 | 7,205 | 1,476927696 |
| 3 | 5,634 | 1,257363173 |
| 4 | 7,855 | 2,487821883 |

Tab. 4.1: valori dei diametri medi e relative deviazioni standard.

È interessante notare come i valori dei diametri medi non siano per niente simili tra loro, questo conferma come la struttura subisce diverse velocità di raffreddamento: dove i diametri saranno più piccoli avremo valori più elevati, il contrario per diametri dal valore maggiore.

La deviazione standard non è poi così elevata, già ad occhio si può constatare una buona uniformità della dimensione del grano. Non si può dire lo stesso per la quarta immagine dove il valore della deviazione standard è maggiore più del doppio di alcune altre deviazioni.

Un altro calcolo che si è potuto effettuare, sempre grazie al software ImageJ subordinato all'utilizzo del programma Excel, è quello relativo alla velocità di raffreddamento dalla spaziatura delle strutture cellulari; sono state prese le diverse zone di cui si sono misurati i diametri medi e per ciascuna sono stati disegnati almeno cinque triangoli con lo scopo di unire i centri di diversi "cerchi". Per ogni zona poi si è calcolata la media di tutte le lunghezze (i lati di tutti i triangoli). La formula utilizzata per il calcolo della velocità di raffreddamento (o cooling rate) è la seguente:

$$\lambda = 80\dot{T} - 0,33 \quad (4.1)$$

Dove:

- λ è il PCAS (primary cellular arm spacing, la media dei lati dei triangoli in ogni particolare zona).
- \dot{T} è il cooling rate.

Una volta ricavata la formula per la velocità di raffreddamento dall'equazione 4.1 è stato possibile calcolarla. I risultati sono riportati nella tabella seguente:

| Immagine | Zona | \dot{T} |
|----------|------|-----------|
| 1 | 1 | 0,118857 |
| | 2 | 0,101643 |
| | 3 | 0,106988 |
| | 4 | 0,113107 |
| 2 | 1 | 0,08806 |
| | 2 | 0,086137 |
| | 3 | 0,132649 |
| | 4 | 0,113107 |
| 3 | 1 | 0,081286 |
| | 2 | 0,110476 |
| | 3 | 0,085821 |
| | 4 | 0,075982 |
| 4 | 1 | 0,154911 |
| | 2 | 0,124399 |
| | 3 | 0,139101 |
| | 4 | 0,139613 |

Tab 4.2: valori del cooling rate per ogni zona individuata.

Si può notare, analizzando contemporaneamente le zone scelte ed i valori del cooling rate, che il valore \dot{T} è direttamente proporzionale alla grandezza del dendrito, più precisamente alla distanza tra i centri dei "cerchi". Esaminando i dati raccolti è possibile dire che, ad esempio, la struttura nell'immagine n°3 ha subito una più rapida velocità di raffreddamento rendendo così i dendriti più piccoli rispetto a quelli nell'immagine 4, il cui gradiente di raffreddamento non è stato del tutto costante, andando a creare delle notevoli ramificazioni.

Come discusso precedentemente nel capitolo 2, la struttura ottenuta tramite tecnologia DED è differente rispetto a quella ottenuta tramite metodi tradizionali; la struttura anisotropa è facilmente individuabile nelle 4 immagini ricavate dal microscopio ottico: nelle prime due, anche se con piccole differenze, le grandezze dei dendriti sono pressoché simili, questo testimonia il valore più o meno fisso del cooling rate e del valore basso della deviazione standard. Nella terza e quarta immagine si hanno rispettivamente una dimensione del grano molto più ridotta rispetto alle prime due (ma anche rispetto alla quarta immagine) e ramificazioni dovute alla non costante velocità di raffreddamento, causando così anche una crescita delle particelle.

CONCLUSIONI

L'obiettivo della tesi è quello di comprendere se vi sono differenze a livello microstrutturale (e quindi anche sotto l'aspetto meccanico) tra campioni di una stessa lega, ovvero l'acciaio inossidabile 316L, processati tramite tecniche tradizionali, come l'asportazione di truciolo tramite frese o torni, e campioni creati tramite la tecnologia della Directed Energy Deposition.

Una volta effettuati i calcoli necessari, si è potuti arrivare ad una panoramica abbastanza chiara della situazione.

Le immagini n°1, 2, 3 e 4 (post attacco chimico) mostrano già un'anisotropia della microstruttura con presenza di grani piccoli, grandi e ramificati. Nello specifico sono stati calcolati i diametri medi prima nelle varie zone di un'immagine e successivamente è stata fatta la media tra questi per avere un parametro generale per ognuna di esse.

La differenza in grandezza dei grani all'interno della singola immagine non si è notata più di tanto (eccetto per l'immagine n°4). I valori ottenuti delle deviazioni standard ci indicano una ridotta variabilità dei diametri calcolati, che tradotto significa una maggiore uniformità dei dendriti.

Solo per la quarta immagine si è ottenuto un valore della deviazione standard anomalo, indice del fatto che questa zona del provino ha subito velocità di raffreddamento differenti, non costanti come lo erano per le altre zone esaminate.

Se è stato detto che all'interno della stessa immagine c'è stata, più o meno, una costanza della grandezza del grano non è possibile dirlo quando si confrontano le immagini tra di loro. Analizzando la tabella 4.1 si evince che tra la zona con il minor valore di diametro medio e quella con il valore più alto c'è una differenza di più di 2 μm , un valore decisamente alto e che conferma la teoria per cui un pezzo realizzato tramite tecnologia DED ha valori di anisotropia più elevati rispetto a quelli ottenuti con altri metodi.

Un altro valore correlato alla dimensione del grano è quello del cooling rate (cioè la velocità di raffreddamento). Se la velocità di raffreddamento è alta si otterrà una struttura dendritica fine, con grani di piccole dimensioni, mentre se si avrà una lenta velocità di raffreddamento allora si avranno delle particelle con diametri più rilevanti.

In tabella 4.2 sono riportate le misure della velocità di raffreddamento per le diverse zone delle quattro immagini. È possibile notare come il valore della velocità di raffreddamento è direttamente proporzionale alla dimensione del grano; più precisamente alla distanza tra i centri di due dendriti consecutivi.

grazie ai dati ottenuti durante l'attività di tirocinio è stato possibile dimostrare (durante lo sviluppo della tesi) e confermare quello che la letteratura riguardo la tecnologia DED aveva già dedotto.

SITOGRAFIA

1. <https://www.ilprogettistaindustriale.it/additive-manufacturing-tra-prototipi-e-produzione-di-massa/>
2. <https://www.objectsmag.it/storia-completa-della-stampa-3d/>
3. <https://www.synthesieng.it/servizi/prototipazione-rapida/stereolitografia/>
4. <https://it.3dsystems.com/quickparts/learning-center/what-is-stl-file>
5. <https://www.binarioprint.it/progettazione-stampa-3d-quali-sono-le-regole-di-modellazione/>
6. <https://www.italia3dprint.it/slicer/>
7. [http://www.factoryofknowledge.net/web/fok/contents.nsf/\(\\$linkacross\)/AA6025B5BCE6EC98C1258234002DB7EE/\\$file/5.Scheda%20Stampa3D.pdf?openelement#:~:text=I%20vantaggi%20rispetto%20ad%20altri%20processi%20di%20produ%2D%20zione%20additiva,scarti%20\(ritagli%20di%20lamiera\).](http://www.factoryofknowledge.net/web/fok/contents.nsf/($linkacross)/AA6025B5BCE6EC98C1258234002DB7EE/$file/5.Scheda%20Stampa3D.pdf?openelement#:~:text=I%20vantaggi%20rispetto%20ad%20altri%20processi%20di%20produ%2D%20zione%20additiva,scarti%20(ritagli%20di%20lamiera).)
8. <https://3d4growth.com/materiali-stampa-3d#Materiali-per-stampa-3D-quali-sono-caratteristiche-comparazione>
9. <https://www.replicatore.it/technologies/inkjet-polvere-e-binder/>
10. <http://www.addmelab.polimi.it/stampare-in-metallo/la-tecnologia-ded/>
11. <https://docplayer.it/162011890-Politecnico-di-torino.html>
12. <http://docplayer.it/160909548-Politecnico-di-torino-caratterizzazione-di-campioni-in-acciaio-aisi-316l-prodotti-tramite-tecnologia-direct-energy-deposition.html>
13. <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S2214860415000329#sec0050>
14. <https://www.lboro.ac.uk/research/amrg/about/the7categoriesofadditivemanufacturing/directedenergydeposition/>
15. <https://www.weerg.com/it/blog/quali-sono-i-4-tipi-di-acciaio>
16. <https://www.ilprogettistaindustriale.it/lacciaio-nella-stampa-3d-industriale-formulazioni-e-applicazioni/>
17. <https://www.sidermariotti.it/acciaio-inox/austenitici/316l.html>
18. <https://www.langleyalloys.com/it/products/lineari-316o/#:~:text=Descrizione%3A,ricotto%20e%20lavorato%20a%20caldo.&text=La%20lega%20316L%20%C3%A8%20resistente,corrosione%20nelle%20atmosfere%20marine%20inquinat>

19. https://www.acciaiterni.it/wp-content/uploads/2019/05/316-316L_032019_web.pdf
20. <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0921509316310917>

BIBLIOGRAFIA

1. Dispense del corso di Metallurgia A-L a.a. 2019/2020
2. Dispense del corso di Tecnologia Meccanica a.a. 2019/2020
3. Dispense del corso di Metodologie Metallografiche a.a. 2019/2020
4. <https://webthesis.biblio.polito.it/9587/1/tesi.pdf>
5. <https://webthesis.biblio.polito.it/8764/1/tesi.pdf>
6. <https://webthesis.biblio.polito.it/8693/1/tesi.pdf>

RINGRAZIAMENTI

Arrivati alla conclusione di questa tesi, mi piacerebbe poter ringraziare a cuore aperto tutti coloro che hanno contribuito nel corso di questi anni a farmi diventare la persona che sono oggi e che mi hanno sostenuto durante il percorso universitario.

Prima di tutti ringrazio la professoressa Santecchia per avermi dato l'opportunità di studiare al suo fianco argomenti che, con molta probabilità, mi accompagneranno anche nel prossimo percorso di studi; la ringrazio inoltre per la grande pazienza e professionalità con cui si è posta nei miei confronti, rendendomi il tutto più semplice ed interessante.

Ringrazio la mia famiglia, sono sempre stati interessati alla mia carriera universitaria e non ed hanno saputo "distaccarsi" quando incombevano ardue scelte, scelte che ho dovuto prendere da solo e che hanno forgiato la mia mentalità. Non c'è cosa più bella che potessi chiedere a loro, mi hanno fatto diventare un uomo e per questo ne sono grato. Grazie ancora.

Vorrei ringraziare Letizia che è stata al mio fianco dal primo esame fino all'ultimo, ha assorbito le mie ansie rendendole anche sue. Ha studiato con me, mi ha consigliato e soprattutto mi ha sopportato e continua a farlo in questo momento della mia vita così importante. Sei fondamentale.

Ringrazio i miei compagni di corso: Bianca, Alberto, Diego, Bisu, Cioxe, Checco, Gabri, Samu, Gallo e Sofia; siete delle persone fantastiche e mi ritengo fortunato ad avervi incontrato. Il percorso universitario senza di voi sarebbe stato più difficile da affrontare. Questo traguardo è anche merito. Un ringraziamento speciale a te Federico (Cioxe) che abbiamo avuto l'occasione di affrontare insieme l'Erasmus, sicuramente uno dei periodi più belli e significativi della mia vita in cui ho potuto conoscerti. Sei una persona meravigliosa.

Ultimi ma non per importanza ringrazio i miei amici di Camerano, quelli con cui ho trascorso e trascorrerò gli anni più belli della mia vita. Siete costantemente nei miei pensieri e farei di tutto per ognuno di voi: Biagio, Budi, Marchio, Dag, Cecco, Balla, Manu, Ange, Morich, Ali, Ele, Gaia, Iris, Sara ed Elena; nei periodi più bui mi bastava stare con voi per riassetare la mente. Un semplice ringraziamento come questo non è nulla in confronto a quello che mi avete dato in tutti questi anni. Siete unici ed insostituibili.