



UNIVERSITÀ POLITECNICA DELLE MARCHE

FACOLTÀ DI INGEGNERIA

ANCONA

Corso di Laurea Triennale in Ingegneria Meccanica

TESI DI LAUREA

**COMPARAZIONE DELLE PROPRIETÀ MICROSTRUTTURALI DI
COMPONENTI IN ACCIAIO 316L PRODOTTI CON DIVERSE
TECNOLOGIE DI ADDITIVE MANUFACTURING**

**COMPARISON OF MICROSTRUCTURAL PROPERTIES OF 316L
STEEL COMPONENTS PRODUCED BY DIFFERENT ADDITIVE
MANUFACTURING TECHNOLOGIES**

RELATORE:

Prof.ssa Eleonora Santecchia

LAUREANDO:

Roberto Vinciguerra

A.A. 2020/2021

INDICE

INTRODUZIONE	3
1. Tecnologie di fabbricazione additiva	
1.1 Introduzione all'Additive Manufacturing	6
1.2 Vantaggi e svantaggi	8
1.3 Materiali e relative applicazioni	9
1.4 Trattamenti di post-processing	13
2. Additive Manufacturing di materiali metallici	
2.1 Tecnologia Powder Bed Fusion	16
2.1.1 Macchina L-PBF	17
2.1.2 Materiali e proprietà	20
2.2 Tecnologia Direct Energy Deposition	21
2.2.1 Macchina DED	22
2.2.2 Materiali	23
2.2.3 Vantaggi e svantaggi	24
2.2.4 Proprietà e parametri di processo	25
3. Additive Manufacturing dell'acciaio inox AISI 316L	
3.1 Acciaio inox AISI 316L	28
3.2 Proprietà strutturali dei campioni di 316L prodotti per L-PBF	30
3.3 Proprietà strutturali dei campioni di 316L prodotti per DED	42
4. Procedure sperimentali	
4.1 Motivazioni del lavoro svolto	54
4.2 Prova di durezza Vickers	55
4.3 Macchine, strumenti utilizzati e procedura sperimentale	57

5. Risultati e discussione	72
CONCLUSIONI	80
BIBLIOGRAFIA	82

Introduzione

I processi di manifattura additiva o Additive Manufacturing rappresentano ad oggi una realtà in continua evoluzione. Tali tecnologie consentono infatti la fabbricazione di oggetti a partire da modelli 3D computerizzati, aggiungendo materiale strato per strato. Per illustrare meglio il concetto di Additive Manufacturing, è stata recentemente pubblicata una norma di validità mondiale, elaborata congiuntamente dagli enti normatori di vari Paesi. Secondo questo documento è possibile definire le tecnologie additive come quei processi che aggregano materiali al fine di creare oggetti partendo dai loro modelli matematici tridimensionali, solitamente per sovrapposizione di layer e procedendo quindi in maniera opposta a quanto avviene nei processi sottrattivi o ad asportazione di truciolo.

Le tecnologie additive sono utilizzate, oltre che in ambito ingegneristico e meccanico, anche in ambito medico e biomedico per la produzione di protesi con un elevato grado di adattabilità e personalizzazione. Per questo motivo rivestono ad oggi una posizione di assoluto rilievo per l'industria manifatturiera. La possibilità di realizzare oggetti di forma molto prossima a quella finale, ecosostenibili, con buone proprietà strutturali e ridotti tempi di produzione, favorisce sempre più lo sviluppo di queste tecnologie. Le tecnologie additive, nell'ambito dei metalli e delle materie plastiche, stanno infatti prepotentemente uscendo dalla dimensione della prototipazione e della produzione in piccole serie, andandosi ad affiancare agli attuali processi industriali che utilizzano macchine utensili.

I processi di stampa 3D sono molto diffusi anche in Italia, grazie al coordinamento dell'AITA (Associazione Italiana Tecnologie Additive) che ogni anno promuove

convegni ed eventi in molte città per avvicinare le imprese a questa tipologia di produzione.

Questa tesi di Laurea si pone l'obiettivo di approfondire gli aspetti principali dell'Additive Manufacturing di materiali metallici, con particolare attenzione alle tecnologie Laser Powder Bed Fusion (L-PBF) e Direct Energy Deposition (DED), nonché di studiare e confrontare le proprietà meccaniche e microstrutturali di una serie di campioni di acciaio inox 316L realizzati additivamente con le due tecnologie sopra citate. Questo acciaio, infatti, si presta molto bene ai processi additivi, trovando numerose applicazioni nei settori aerospaziale, navale, automobilistico ed energetico. L'interesse per lo studio dei materiali metallici nato durante i Corsi di Metallurgia e Metodologie Metallografiche e la volontà di approfondire gli aspetti principali delle tecniche di stampa 3D, innovative e in continua evoluzione, sono stati fattori determinanti nella scelta dell'argomento di questa Tesi.

La tesi di Laurea è suddivisa in due parti principali: la prima è costituita da una serie di studi e approfondimenti sulle tecnologie di manifattura additiva ed in particolare sulle tecniche L-PBF e DED, mentre la seconda è composta dalle prove sperimentali effettuate nel laboratorio di metallurgia sui campioni di acciaio 316L. In particolare, è stata effettuata la preparazione metallografica di un campione di acciaio inox 316L realizzato additivamente per DED, osservandone in seguito al microscopio ottico la microstruttura e gli effetti dell'attacco chimico. Al termine dello studio sono state eseguite diverse prove di micro-durezza Vickers e i risultati sono stati confrontati con quelli ottenuti da campioni realizzati per L-PBF e con quelli di campioni trattati termicamente o variando alcuni parametri di processo, come la velocità di scansione della macchina DED.

Il primo capitolo della Tesi fornisce un'introduzione generale ai processi di stampa 3D, con la presentazione di brevi cenni storici sull'argomento, un'analisi dei vantaggi e degli svantaggi legati a queste tecnologie e infine una panoramica sui materiali e sui trattamenti di post-processing più comunemente impiegati.

Il secondo capitolo della Tesi descrive in dettaglio le tecnologie Powder Bed Fusion (PBF) e Direct Energy Deposition (DED), i relativi processi di stampa, i materiali impiegati e i principali parametri di processo.

Nel terzo capitolo, dopo una breve presentazione dell'acciaio inossidabile 316L, sono descritte le proprietà meccaniche e strutturali dei campioni di acciaio 316L prodotti con le due tecnologie sopra citate. In particolare, sono riportati gli effetti principali dei trattamenti termici sull'acciaio, i risultati delle prove di durezza e dei test di impatto e di graffiatura ottenuti in precedenti studi. È stato inoltre analizzato l'effetto dei parametri di processo e dei fenomeni di corrosione sulle proprietà meccaniche e microstrutturali dell'acciaio.

Il quarto capitolo della Tesi è interamente dedicato alla presentazione degli studi e delle prove svolte in laboratorio, con particolare attenzione ai processi di taglio, inglobatura, lucidatura e attacco chimico dei campioni, alla descrizione delle macchine utilizzate, alle osservazioni al microscopio ottico della superficie dei campioni e alle prove di micro-durezza Vickers effettuate.

Il quinto e ultimo capitolo, infine, è dedicato alla presentazione dei risultati ottenuti dalle prove di laboratorio e alla descrizione dei dati ricavati dalle prove di micro-durezza.

1. Tecnologie di fabbricazione additiva

1.1 Introduzione all'Additive Manufacturing

L'Additive Manufacturing è un insieme di tecnologie di produzione additiva che consente la realizzazione di componenti attraverso la deposizione di strati successivi di materiale. Si contrappone alle tradizionali tecniche di manifattura sottrattiva che consistono in una serie di processi nei quali avviene la rimozione di materiale a partire da un blocco grezzo, con formazione di truciolo e scarti. L'avvento delle tecnologie di produzione additiva risale al 1983 quando l'ingegnere Chuck Hull ebbe l'idea di utilizzare l'energia di raggi ultravioletti per indurire vernici, proprio come in un processo di laccatura. Nel giro di tre anni egli coniò il termine "stereolitografia" per indicare una tecnologia in grado di realizzare oggetti solidi a partire da successivi strati induriti di un polimero liquido fotosensibile alla luce ultravioletta. Nel 1986 iniziò poi l'era della prototipazione rapida in seguito alla fondazione, sempre da parte dell'ingegnere, della 3D Systems.

A partire dagli Anni '90 il concetto di produzione additiva si estese e furono introdotte nuove tecnologie, come ad esempio la Selective Laser Sintering (SLS) o la Fused Deposition Modeling (FDM). Con il passare del tempo, però, ogni casa costruttrice che sviluppava una nuova tecnologia assegnava un proprio nome di riconoscimento alla tecnologia stessa. Nel giro di alcuni anni si arrivò quindi ad avere sul mercato una serie di tecnologie pressoché identiche con nomi differenti. Fu così che l'American Society for Testing and Materials (ASTM), organismo di normazione statunitense, decise di suddividere le varie tecnologie di fabbricazione additiva nelle seguenti macro-famiglie di processi:

- Vat Polymerization (polimerizzazione in vasca)
- Material Extrusion (estrusione di materiale)
- Material Jetting (tecnologia a getto di materiale)
- Binder Jetting (tecnologia a getto di legante)
- Powder Bed Fusion (fusione su letto di polvere)
- Direct Energy Deposition (deposizione diretta di energia)
- Sheet Lamination (laminazione di fogli)

Sebbene tutte queste tecnologie abbiano delle peculiarità, al giorno d'oggi quelle più diffuse e che rivestono un ruolo di primo piano sono la Powder Bed Fusion e la Direct Energy Deposition. La prima utilizza l'energia emessa da un laser o da un fascio di elettroni per fondere selettivamente uno strato di un letto di polvere, mentre la seconda utilizza una fonte di energia per aggiungere strati di materiale uno sopra l'altro.

In ogni caso la prototipazione rapida inizia con la realizzazione di un disegno CAD 3D che sarà poi convertito in un file di formato STL tramite opportuni software. Le macchine per la produzione additiva, infatti, sono in grado di leggere e interpretare file di questo tipo e li utilizzano per suddividere virtualmente l'oggetto da produrre in una serie di strati sottilissimi. In seguito, avviene la realizzazione dell'oggetto e degli eventuali supporti che permettono al componente di non collassare su sé stesso durante la produzione.

Spesso le parti realizzate con tecnologie additive possono subire ulteriori trattamenti di post-processing, come ad esempio trattamenti chimici o termici, ma anche lavorazioni di finitura alle macchine utensili volte a migliorare le proprietà superficiali e la rugosità.

1.2 Vantaggi e svantaggi

Le tecnologie di produzione additiva presentano una serie di vantaggi rispetto alle tecnologie di tipo tradizionale. In primo luogo, consentono di produrre componenti geometricamente complessi o che presentano dettagli difficili da realizzare con le tecnologie tradizionali, eliminando quindi anche il problema dei sottosquadri. È possibile ottenere, inoltre, componenti con elevata stabilità e ottime proprietà meccaniche in un unico processo, abbattendo i costi di assemblaggio ed evitando la saldatura delle parti che, per certi aspetti, tende a indebolire il componente finale. Queste tecnologie consentono anche di alleggerire le strutture da realizzare, rendendole particolarmente adatte nel campo della medicina per la produzione di protesi, e di abbattere i costi riuscendo così ad utilizzare, a parità di peso, metalli o leghe più performanti. Un ulteriore vantaggio dell'additive manufacturing, soprattutto nelle applicazioni con polveri metalliche, è rappresentato dall'assenza di trucioli e materiali di scarto, con la possibilità di riciclare la polvere non utilizzata durante il processo additivo, con evidente risparmio di materiale.

Nonostante negli ultimi anni ci sia stata una crescita esponenziale dell'utilizzo di tecnologie additive per la produzione di componenti nei settori automotive e aerospaziale, queste tecnologie presentano degli inconvenienti che continuano a pesare sul loro sviluppo. Spesso, infatti, le grandi imprese preferiscono unire i benefici derivanti dalla produzione additiva con quelli tipici delle tecnologie tradizionali, ovvero quelle sottrattive. In un certo senso, le tecnologie additive da sole non riescono ancora a garantire la finitura superficiale e le proprietà meccaniche fornite dalle tecniche tradizionali. Indubbiamente però la produzione additiva comporta tutta una serie di vantaggi in termini di semplicità del processo e di minor spreco di materiale,

come descritto in precedenza. I costi relativi all'acquisto e alla gestione delle macchine, così come quelli relativi alla produzione dei componenti, tuttavia, sono ancora piuttosto elevati e ciò non fa altro che rallentare lo sviluppo di questa famiglia di tecnologie. Molti processi, inoltre, richiedono macchine ad atmosfera controllata, per evitare fenomeni di ossidazione, o addirittura condizioni di vuoto nel caso della tecnologia EBM, per impedire l'interferenza del fascio elettronico con le molecole d'aria. In ogni caso, al termine di un processo, sarà necessario sottoporre le parti prodotte ad una serie di trattamenti di post-processing che allungano di diverse ore il tempo complessivo della produzione e di cui si parlerà in un paragrafo a parte.

1.3 Materiali e relative applicazioni

Le tecnologie di produzione additiva consentono l'utilizzo di molti materiali differenti per la realizzazione di componenti e, al giorno d'oggi, i produttori continuano a spendere ingenti risorse per implementare l'utilizzo di materiali sempre più performanti. I materiali comunemente adottati nei processi di additive manufacturing possono essere suddivisi in due grandi famiglie: quella dei polimeri e quella dei metalli. I polimeri garantiscono costi inferiori sia in termini di acquisto del materiale stesso sia in termini di tecnologia di stampa, mentre i metalli o le leghe metalliche offrono sicuramente migliori proprietà meccaniche.

Tra i materiali più comunemente utilizzati per la realizzazione di componenti con le tecnologie additive troviamo il PLA, un polimero derivato dall'amido che presenta una buona stabilità termica, buone caratteristiche meccaniche e un basso ritiro con la

temperatura. È molto flessibile e, per questo, è adatto per essere impiegato in innumerevoli applicazioni.

Un altro materiale plastico molto diffuso è il polietilene ad alta densità (HDPE) che presenta un'elevata resistenza agli agenti chimici e alle radiazioni, il che lo rende ideale in applicazioni per l'industria chimica, elettrica o per applicazioni in ambito aerospaziale. Tra gli altri materiali impiegati troviamo, infine, il PET che presenta una buona trasparenza e lucidità e per questo è usato soprattutto per la produzione di piccoli componenti elettronici, giocattoli e altri accessori. Non mancano tuttavia applicazioni, prevalentemente ad alte temperature, nelle quali è preferibile utilizzare il nylon che, nonostante la sua sensibilità all'umidità, può essere stampato anche a temperature superiori di 250°C senza la necessità di impiegare un piano di stampa preriscaldato. Per la creazione di supporti utili alla produzione di componenti con geometria complessa, invece, viene spesso impiegato il PVA, un elemento chimico idrosolubile e resistente agli idrocarburi che, dopo la realizzazione dell'oggetto solido, viene rimosso tramite una semplice immersione del corpo solido in acqua.

Per quanto concerne i materiali metallici, i più comuni sono sicuramente gli acciai inossidabili, da cui è possibile ottenere polveri di varia granulometria e che possono essere impiegate in moltissime applicazioni differenti. Per impieghi particolari, invece, sono molto diffuse le leghe metalliche, ognuna delle quali è adatta per una specifica applicazione.

In particolare, le leghe di alluminio sono molto leggere e, per questo, adatte in tutte le applicazioni che richiedono un compromesso fra buone capacità termiche e un peso piuttosto contenuto.

Le leghe di titanio presentano elevate proprietà meccaniche, bassa densità e buona resistenza alla corrosione e, per questo motivo, trovano impiego soprattutto nel settore aerospaziale, ma anche in alcune applicazioni biomediche.

Le leghe a base nichel e le superleghe cobalto-cromo, infine, offrono migliori proprietà meccaniche e ottima resistenza all'ossidazione ad elevate temperature.

Le prime sono spesso impiegate in ambito energetico, ad esempio per la realizzazione di turbine di impianti a gas, adatte a lavorare fino a temperature di circa 1200°C, mentre le altre trovano impiego soprattutto nelle applicazioni ingegneristiche, come ad esempio la produzione di componenti per i motori degli aerei.

I materiali metallici possono essere acquistati generalmente sottoforma di polveri di forma pressoché sferica e di dimensioni variabili tra i 20 e i 150 μm circa, oppure sottoforma di fili metallici di vario diametro. Le polveri vengono prodotte tramite lunghi e costosi processi di atomizzazione. Il processo di atomizzazione a gas consiste nel portare a fusione il metallo o la lega desiderata per poi spingerla attraverso un apposito ugello utilizzando la pressione di un gas inerte come l'Argon o l'Azoto.

In questo modo, il metallo fuso si solidificherà sottoforma di particelle sferiche che saranno raccolte in fondo alla camera di lavorazione. Questo metodo è particolarmente adatto per leghe di nichel, cromo, cobalto e ferro e, meno frequentemente, per leghe di alluminio o platino. In Figura 1 a pagina seguente è mostrato uno schema semplificato del processo di atomizzazione a gas.

In presenza di metalli reattivi o con elevati punti di fusione, come il titanio o le superleghe di tipo Inconel, invece, si predilige il processo di atomizzazione al plasma.

In questo caso si parte da un filo metallico della lega desiderata che viene inserito nella parte superiore dell'atomizzatore e viene fuso in particelle sferiche tramite l'energia fornita da torce al plasma coassiali all'ugello. Il tutto si svolge sempre in una camera ad atmosfera controllata in cui è stato inserito un gas inerte, come mostrato in Figura 2. Con questo processo è possibile ottenere particelle di forma sferica, con elevata purezza e bassa rugosità. Al giorno d'oggi è meno diffuso rispetto alla classica atomizzazione a gas, anche a causa dell'impiego di fili metallici come materiali di partenza e non metalli fusi.

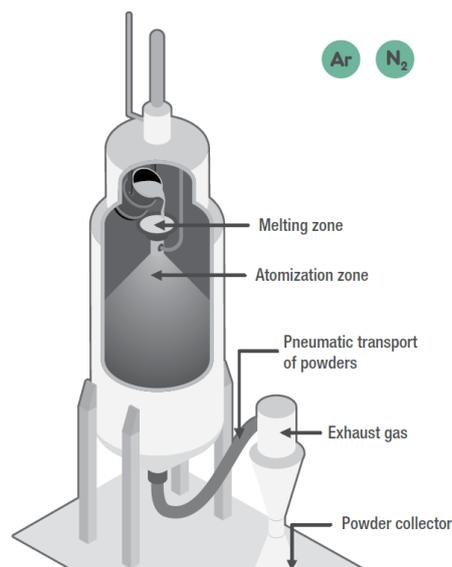


Fig. 1 Schema generale del processo di atomizzazione a gas

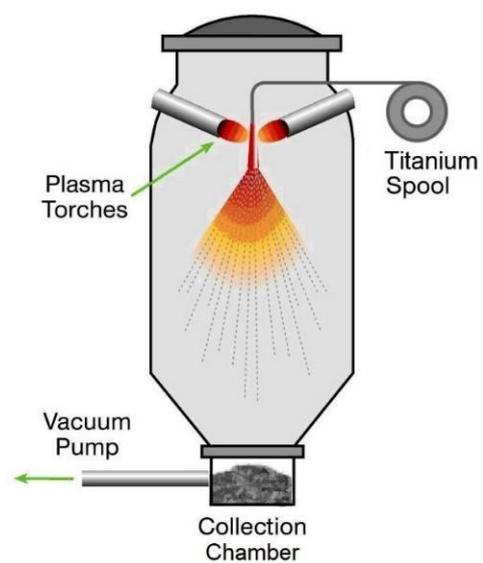


Fig. 2 Schema generale del processo di atomizzazione al plasma

1.4 Trattamenti di post-processing

Molte tecnologie additive presentano la necessità di creare una serie di supporti per prevenire il collasso della struttura durante la sua realizzazione. Tali supporti saranno poi eliminati al termine della lavorazione tramite un processo meccanico oppure chimico, ad esempio immergendo l'oggetto solido in un liquido all'interno del quale solo i supporti solubili si scioglieranno.

Uno dei trattamenti più comunemente utilizzati è la pallinatura che consiste nel colpire le superfici del pezzo con un violento getto di microsferine in vetro, acciaio o ghisa, generato grazie all'azione di aria compressa. Ciò provoca una compressione superficiale del pezzo e una deformazione plastica localizzata che si propaga fino ad alcuni decimi di millimetro all'interno del materiale in questione, migliorando la distribuzione delle tensioni residue e aumentando la resistenza a fatica del pezzo.



Fig. 3 *Aspetto esteriore di un oggetto sottoposto ad un trattamento di pallinatura*

Alla fine del trattamento, a causa delle micro-cavità che si sono formate, si ha come effetto secondario anche un affievolimento della quantità di luce riflessa dal materiale e, per questo, il pezzo sembrerà satinato, come visibile in Figura 3.

I componenti che possono essere sottoposti a questo tipo di processo sono prevalentemente organi metallici, così come parti in alluminio o titanio, anche se il

campo in cui la pallinatura riveste un ruolo principale è sicuramente quello aerospaziale o automobilistico.

Un altro trattamento di post-processing molto utilizzato è la sabbiatura, processo simile alla pallinatura dal punto di vista delle macchine utilizzate, ma che ha uno scopo ben diverso. Questo processo meccanico, infatti, consente di ripulire le superfici del pezzo da vernici o strati di finitura non uniforme tramite l'abrasione provocata da un getto di sabbia e aria. In Figura 4 è mostrato lo schema semplificato di una macchina impiegata per il processo di sabbiatura.

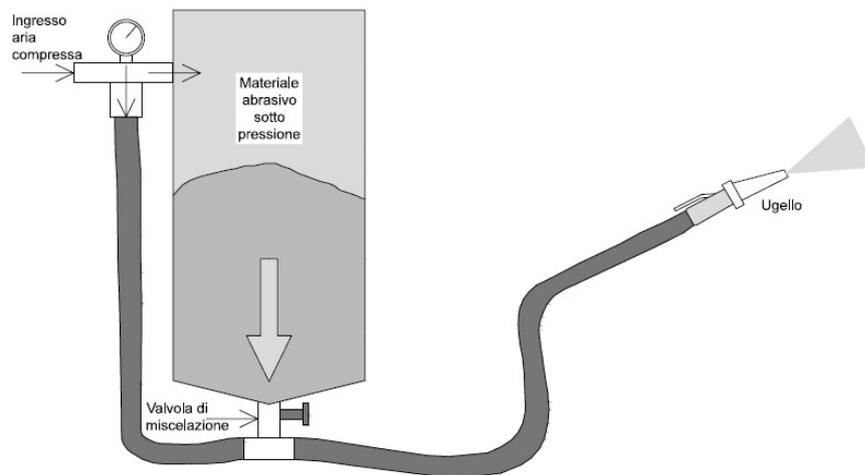


Fig. 4 Schema semplificato di una macchina impiegata per il processo di sabbiatura

Nel caso di una produzione di massa, questo trattamento è sostituito da una serie di processi noti come Mass Finishing, che hanno lo stesso scopo della sabbiatura, ma utilizzano un sistema vibrante per rimuovere le impurità e granelli di sabbia come materiale abrasivo per la lucidatura.

Tra i trattamenti di tipo prevalentemente estetico, invece, troviamo la semplice verniciatura o la più complessa elettro-placcatura, anche conosciuta come galvanostegia e utilizzata prevalentemente in ambito industriale per ricoprire un oggetto in metallo non prezioso con un sottile strato di un metallo più prezioso, nobile o passivabile. Questo processo, oltre ad essere usato per scopi decorativi, viene molto spesso impiegato per proteggere le strutture metalliche dalla corrosione tramite elementi passivanti. Alcune applicazioni comuni di questo trattamento sono la nichelatura e la doratura elettrolitica, oltre alla zincatura e cromatura, particolarmente utilizzate su materiali ferrosi, come gli acciai dolci.

2. Additive Manufacturing di materiali metallici

L'Additive Manufacturing di materiali metallici, anche nota come Metal Additive Manufacturing (MAM) rappresenta un insieme di tecnologie di produzione additiva che utilizza materiali metallici per la realizzazione di parti layer-by-layer. A livello generale, il panorama della fabbricazione additiva dei metalli è caratterizzato da due tecnologie principali: la Powder Bed Fusion (PBF) e la Direct Energy Deposition (DED), che saranno analizzate in dettaglio nei prossimi paragrafi.

2.1 Tecnologia Powder Bed Fusion

La tecnica PBF (Powder Bed Fusion) è una tecnologia di produzione additiva che sfrutta l'energia emessa da un fascio laser o da un fascio di elettroni per fondere selettivamente uno strato di un letto di polvere. Questa tecnologia prevede l'impiego di un sistema di lenti e di uno scanner che ha il compito di indirizzare il fascio laser sulla superficie di lavoro. A seconda della natura delle polveri utilizzate per la realizzazione del pezzo, la tecnica PBF si suddivide in Selective Laser Sintering (SLS) e in Selective Laser Melting (SLM). Nel primo caso si utilizzano principalmente polveri di materiali plastici o sintetici (es. nylon), mentre nella tecnologia SLM si utilizzano polveri metalliche. Le più utilizzate sono le polveri di acciai inossidabili, di leghe di titanio o alluminio e talvolta, per specifiche applicazioni, le polveri di tungsteno. Questa tecnica consente la realizzazione di componenti di geometria complessa, con una riduzione del costo e del peso delle parti, una riduzione dell'uso di utensili e un minor spreco di materiale [6].

In questa tesi ci soffermeremo sulla tecnologia L-PBF, ovvero quella che sfrutta l'energia emessa da un fascio laser per fondere gli strati di polvere. Lo schema generale del funzionamento di una macchina L-PBF è mostrato in Figura 5 a pag. seguente.

2.1.1 Macchina L-PBF

La macchina L-PBF è composta da due camere distinte e a temperatura controllata: la prima contiene la polvere scelta per la realizzazione del pezzo, mentre nella seconda è presente una piattaforma mobile assialmente in direzione verticale su cui verranno depositati gli strati di polvere. Un apposito strumento, in genere un rullo, ha il compito di prelevare una piccola quantità di polvere dalla prima camera della macchina e trasportarla sulla piattaforma presente nella seconda camera. Ciò consente di formare uno strato omogeneo di polvere con uno spessore variabile in base alla tipologia e alla potenza del laser impiegato e alle proprietà finali che ci si aspetta dall'oggetto. In seguito, il laser viene attivato e, attraverso un sistema di lenti e uno scanner, fonde la polvere in specifiche posizioni per formare il primo layer.

Successivamente, la piattaforma mobile si abbassa di una quantità pari allo spessore dello strato di polvere realizzato e il processo continua fino al completamento dell'oggetto.

La piastra di costruzione ha anche l'importante compito di dissipare il calore che si crea durante il processo e in alcuni casi può essere precedentemente riscaldata fino a circa 200°C. Ciò consente di ridurre il gradiente termico con il pezzo in costruzione ed evitare la formazione di elevate tensioni residue e la conseguente deformazione dell'oggetto in fase di realizzazione [2].

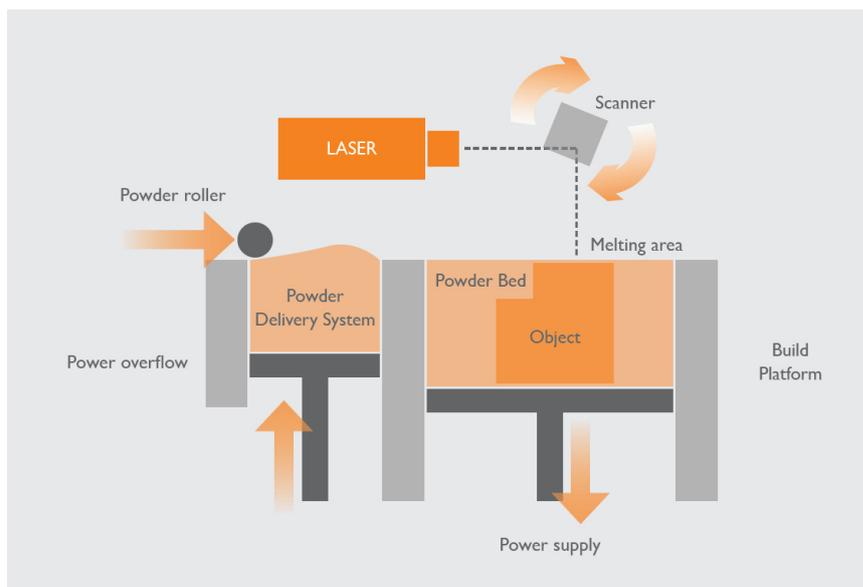


Fig. 5 Schema generale del funzionamento di una macchina L-PBF

Temperature del substrato superiori a 200°C possono essere talvolta utilizzate qualora non si preveda di eseguire nessun altro trattamento termico post-fabbricazione. In questo caso, però, bisogna tenere bene a mente che la durezza, la resistenza a snervamento e la resistenza massima a trazione diminuiranno all'aumentare della temperatura del substrato.

In particolare, per campioni di acciaio inox 316L è stato osservato che quando tale temperatura è pari a 350°C la resistenza massima a trazione è pari a 596 ± 5 MPa, la resistenza a snervamento è di 489 ± 3 MPa, l'allungamento massimo a trazione è pari al $48\% \pm 3\%$ e l'energia massima d'impatto assorbita in una prova Charpy è di 123 ± 20 J [9]. Un aumento della temperatura del substrato, infine, porta anche ad un aumento della lunghezza dei grani lungo la direzione z di costruzione dei provini [9]. Al fine di sfruttare al meglio l'area di lavoro è anche possibile la costruzione di più pezzi all'interno dello stesso letto di polvere, come mostrato in Figura 6 a pagina seguente.



Fig. 6 Serie di componenti realizzati per L-PBF all'interno di uno stesso letto di polvere

Il processo L-PBF, inoltre, viene solitamente condotto in una camera in cui viene insufflato gas inerte, come azoto o argon, al fine di prevenire l'ossidazione del materiale [2]. Quando la costruzione del pezzo è completata, è necessario rimuovere la polvere in eccesso e provvedere alla separazione dell'oggetto dal substrato, come mostrato in Figura 7.



Fig. 7 Fase di rimozione della polvere metallica in eccesso alla fine del processo L-PBF

In alcuni casi è possibile anche effettuare un trattamento termico aggiuntivo, volto a distendere le tensioni residue che si sono formate durante il processo.

2.1.2 Materiali e proprietà

La tecnologia L-PBF consente di ottenere componenti con geometria complessa, garantendo al tempo stesso elevate proprietà meccaniche. Questi motivi hanno spinto i produttori di polveri metalliche ad indirizzarsi verso materiali come l'alluminio e il titanio, con le diverse leghe e tipologie, perfetti per realizzare componenti resistenti e leggeri. In tutte le applicazioni in cui è necessario garantire una buona resistenza alla corrosione chimica o dovuta a fattori ambientali, invece, si ricorre agli acciai o alle leghe a base nichel. I materiali più comunemente utilizzati sono l'acciaio inox AISI 316L, la lega di titanio Ti6Al4V, le superleghe con struttura austenitica e a base nichel-cromo, anche conosciute come superleghe Inconel, le leghe cobalto-cromo e gli acciai Maraging.

Al termine del processo di fabbricazione additiva, la polvere in eccesso può essere riutilizzata per un nuovo processo di costruzione, dopo aver effettuato un'operazione di setacciatura volta a eliminare le particelle più grandi, generate dall'aggregazione di più particelle per effetto dell'interazione con il fascio laser.

Le proprietà finali dei componenti prodotti, in termini di densità, microstruttura e proprietà meccaniche (come resistenza a snervamento e a trazione, resistenza a fatica, durezza, ecc.) dipendono da molti fattori, principalmente dalla tipologia di polvere utilizzata e dai parametri di processo.

Una polvere con particelle di forma sferica viene in genere preferita in processi di questo tipo, in quanto garantisce una maggior scorrevolezza, una maggiore uniformità del layer di costruzione e, quindi, un miglior assorbimento dell'energia del laser. Per queste ragioni, nella preparazione delle polveri, si utilizza spesso un processo di atomizzazione a gas che consente di ottenere le proprietà sopra citate.

È di primaria importanza, infine, verificare la composizione chimica della polvere che si desidera utilizzare, al fine di evitare, con le elevate temperature che si raggiungono nel processo, la precipitazione di carburi indesiderati o la formazione di cricche o altri difetti che potrebbero compromettere l'integrità del pezzo finito.

2.2 Tecnologia Direct Energy Deposition

La tecnica DED (Direct Energy Deposition) è una tecnologia di produzione additiva che sfrutta una fonte di energia ad alta densità per aggiungere selettivamente strati di materiale metallico uno sopra l'altro e realizzare un oggetto tridimensionale. In genere, questa tecnica utilizza l'energia emessa da un fascio laser, anche se non mancano applicazioni nelle quali può essere conveniente utilizzare un fascio di elettroni o un arco elettrico. Questa tecnologia, inizialmente impiegata soprattutto per la riparazione o la correzione di difetti in pezzi precedentemente realizzati, come ad esempio pale di turbine o inserti di utensili per stampaggio a iniezione, è al giorno d'oggi utilizzata anche per la realizzazione di oggetti ex-novo.

2.2.1 Macchina DED

La macchina DED ha una struttura alquanto complessa: è formata da un ugello montato su di un braccio robotico multi-asse (in genere 4 o 5 assi), orientabile in tutte le direzioni e da una piattaforma di costruzione, anch'essa mobile.

Dall'estremità dell'ugello fuoriescono simultaneamente il fascio laser e il materiale scelto per il processo, che può essere sottoforma di filo metallico o più semplicemente di polvere. Durante la deposizione di materiale, le particelle di polvere (o il filo) vengono parzialmente fuse ancor prima di raggiungere il piano di appoggio o lo strato precedentemente realizzato, per poi fondersi completamente una volta a contatto con il bagno di fusione.

Nella maggior parte dei casi l'oggetto resta in una posizione fissa, mentre il braccio meccanico si muove trascinando con sé l'ugello e depositando nuovo materiale. Nulla vieta, però, di invertire la tecnica utilizzando delle piattaforme più complesse in grado di muoversi nelle tre dimensioni mentre l'ugello resta fermo. In Figura 8 è mostrata una sezione dell'ugello di deposizione di una macchina DED, mentre in Figura 9 a pagina seguente è possibile osservare la macchina al lavoro.

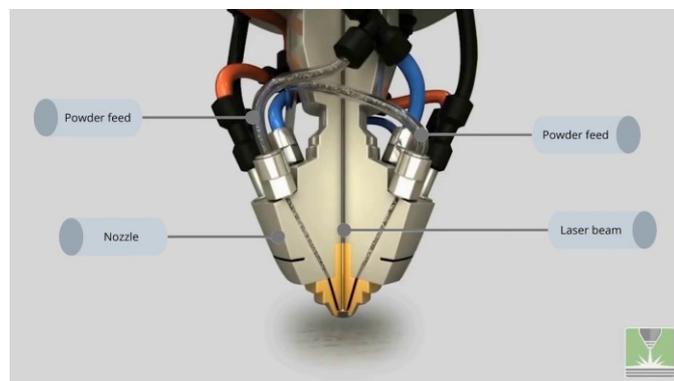


Fig. 8 Vista in sezione dell'ugello di deposizione di una macchina DED



Fig. 9 *Macchina DED in funzione*

L'intero processo avviene in un ambiente ad atmosfera controllata, in genere una camera sigillata ermeticamente e riempita con un gas inerte (es. Argon). Ciò consente di controllare le proprietà del materiale e proteggere il pezzo in costruzione da fenomeni di ossidazione. Nel caso si utilizzi un fascio di elettroni come fonte energetica, invece, sarà necessario svolgere l'intero processo in condizioni di vuoto, per evitare che gli elettroni interagiscano o vengano deviati dalle molecole d'aria.

2.2.2 *Materiali*

Quasi tutti i metalli saldabili possono essere stampati in 3D con la tecnologia DED, ma i più comuni sono l'alluminio, il titanio e leghe di titanio, acciai inossidabili, acciai maraging e superleghe a base nichel-cromo. Sono da escludere, invece, le polveri caratterizzate da un'elevata riflettività e/o un'elevata conducibilità termica, poiché potrebbero riflettere il fascio laser o non sopportare le elevate temperature che si raggiungono nel processo, provocando quindi difetti nei componenti. Tutti questi materiali possono essere impiegati sia sotto forma di filamenti, generalmente di diametro prossimo a 1 mm, che sotto forma di polveri, con particelle di dimensioni

comprese tra 50 e 150 μm e di forma quanto più possibile sferica. Le polveri metalliche sono realizzate in genere tramite un processo di atomizzazione a gas che, seppur costoso, consente di ottenere particelle di forma più sferica e prodotti di qualità superiore rispetto a quelli realizzati con polveri atomizzate ad acqua [12].

2.2.3 Vantaggi e svantaggi

La tecnologia DED offre una serie di vantaggi rispetto alle altre tecniche additive, in particolare:

- consente la realizzazione di oggetti di grandi dimensioni;
- è ideale per la riparazione di parti metalliche funzionali precedentemente realizzate;
- la capacità di controllare la microstruttura del pezzo in costruzione semplicemente a partire dai parametri di processo o dalla tipologia di polvere metallica impiegata;
- un minor spreco di materiale rispetto alla tecnica SLM, poiché viene depositata solo la quantità di materiale necessaria e non c'è il problema del riciclo della polvere metallica in eccesso;
- la realizzazione di oggetti ad elevata densità, buone proprietà meccaniche e di forma molto prossima a quella finale, con evidenti risparmi nei processi di post-elaborazione;
- la capacità di produzione ibrida, combinando le tecniche di manifattura tradizionali (sottrattive) con quelle additive.

È stato dimostrato, inoltre, che la tecnologia DED è circa dieci volte più veloce e cinque volte meno costosa delle tecniche PBF quando si tratta di realizzare oggetti di medie dimensioni.

I limiti della tecnologia DED, al contrario, riguardano la scarsa finitura superficiale dei pezzi prodotti, l'elevato costo di macchine e di sistemi, nonché la necessità di realizzare strutture di supporto aggiuntive. Ciò di fatto limita la produzione di parti con geometrie molto complesse. In generale, quindi, la tecnica DED risulta ancora oggi svantaggiata rispetto alle altre tecnologie additive, come la PBF, in modo particolare quando si tratta di produrre pezzi di dimensioni ridotte o con elementi geometrici particolari. I processi DED, inoltre, richiedono trattamenti di post-processing volti alla rimozione dei supporti, al miglioramento della finitura superficiale e per quanto possibile alla riduzione degli stress residui.

La tecnologia DED è stata applicata con successo negli ultimi anni in vari settori, tra cui l'aerospaziale, l'automobilistico, il navale e nelle industrie energetiche. È in fase di studio l'utilizzo della tecnica DED anche per la realizzazione di parti strutturali in titanio adatte per aerei commerciali.

2.2.4 Proprietà e parametri di processo

In generale, le proprietà e le caratteristiche finali del componente dipendono fortemente dalla qualità delle polveri utilizzate, dalla loro composizione chimica, dalla loro morfologia, dalla percentuale di porosità presente, ma anche dai parametri di processo.

La potenza del fascio laser, ad esempio, ha un enorme impatto sulla presenza di difetti e sulla loro distribuzione nel prodotto finito e deve essere sufficientemente elevata da promuovere la fusione localizzata della polvere. Solitamente si opera con potenze comprese tra 100 e 5000 W, mentre la velocità relativa tra il substrato ed il fascio laser varia nel range 1-20 mm/s [11].

Per quanto riguarda la velocità di scansione, invece, essa è inversamente proporzionale alla quantità di energia che incide sul materiale. Se la velocità di scansione è elevata, l'energia che raggiungerà le polveri sarà inferiore e di conseguenza la zona di fusione avrà dimensioni ridotte e sarà soggetta ad un raffreddamento più rapido. Al contrario, se tale velocità è bassa, allora il tempo di permanenza del fascio laser su di una specifica porzione del pezzo sarà più elevato, con evidenti ripercussioni sulla struttura dell'oggetto finito.

Un altro parametro da non sottovalutare è la distanza tra i centri di due pozze di fusione contigue, noto come "hatching distance". Questo parametro, infatti, influisce sul grado di sovrapposizione di due o più zone fuse adiacenti e, indirettamente, sulla porosità del pezzo da realizzare.

È stato osservato che la porosità varia linearmente con la distanza tra due linee di scansione e che, in particolare, aumenta all'aumentare dell'hatching distance, poiché si ottiene un grado di sovrapposizione delle zone di fusione molto basso e, per questo, alcune particelle di polvere potrebbero non essere interessate dal processo di fusione. Anche la strategia di scansione influisce sulle proprietà delle parti da realizzare; risulta utile, infatti, variare l'angolo tra le direzioni di scansione tra strati adiacenti per minimizzare le tensioni residue.

Prima di iniziare il processo DED è molto importante impostare la distanza tra l'ugello ed il substrato. Se questa distanza è troppo grande c'è il rischio di un'eccessiva dispersione di energia prima della deposizione del materiale, mentre una distanza troppo piccola non garantisce la creazione della corretta geometria del bagno di fusione. La distanza ottimale tra l'ugello laser ed il substrato è, in genere, prossima a 10 mm [13].

Come per la tecnologia L-PBF, anche nella DED le dimensioni, la temperatura iniziale e la conducibilità termica del substrato rivestono un ruolo importante su quelle che saranno le proprietà finali del prodotto. In particolare, l'utilizzo di un substrato più sottile permette un raffreddamento più rapido e, di conseguenza, una microstruttura più fine. È buona prassi anche riscaldare il substrato fino ad una temperatura di alcune decine di gradi inferiore a quella di fusione, consentendo una diminuzione delle distorsioni termiche e riducendo il rischio di formazione di cricche.

3. Additive Manufacturing dell'acciaio inox AISI 316L

In questo capitolo sono illustrate le principali caratteristiche dell'acciaio inossidabile AISI 316L, descrivendo in particolar modo le proprietà strutturali dei campioni di questo acciaio prodotti per Laser Powder Bed Fusion e per Direct Energy Deposition.

3.1 Acciaio inox AISI 316L

L'AISI 316L è una lega di acciaio inossidabile austenitica composta da un tenore di cromo compreso tra il 16% e il 18%, di nichel tra il 10% e il 13% e di molibdeno tra il 2% e il 2,5%. Si differenzia dall'AISI 316 tradizionale per il fatto di avere un più basso tenore di carbonio ($< 0,03\%$ in peso), il che riduce il rischio di precipitazione di carburi di cromo nell'intervallo di temperatura 450-850°C e, quindi, la corrosione. Altri elementi possono essere presenti all'interno della lega al fine di migliorare le proprietà meccaniche della stessa. In particolare, possono essere aggiunti manganese fino al 2% in peso e silicio fino all'1% in peso.

Le proprietà fondamentali di questa lega sono le seguenti:

- ottima resistenza alla corrosione;
- è facilmente lavorabile, forgiabile e saldabile;
- è soggetta a incrudimento se lavorata a freddo;
- non si magnetizza in seguito a ricottura;
- ha un ottimo coefficiente igienico, il che ne consente l'impiego anche a contatto con cibi (es. pentole da cucina).

I campi di applicazione dell'AISI 316L sono molto vasti: si va dalla produzione di pentole e lattine per bibite, alla produzione di autoclavi industriali, scambiatori di calore e serbatoi per gas liquefatti, fino all'utilizzo in applicazioni per industrie energetiche. La loro resistenza a gran parte degli aggressivi chimici, inoltre, li rende molto apprezzati nell'industria chimica [1]. Lo sviluppo della tecnica additiva L-PBF ha creato nuove opportunità di impiego per l'acciaio 316L anche nell'industria automobilistica e aerospaziale.

Una delle poche limitazioni di questa lega è che a basse temperature la resistenza alla corrosione diminuisce e, se a contatto con ioni alogenuri disciolti in soluzioni acquose, è soggetta alla corrosione per vaiolatura (o pitting) e alla tensocorrosione. L'AISI 316L non è temprabile e l'unico trattamento termico applicabile a questa lega è la solubilizzazione del carbonio a 1050 °C, che favorisce la diffusione di quest'ultimo in maniera omogenea all'interno dei grani cristallini.

Segue un rapido raffreddamento per evitare la permanenza nell'intervallo di temperatura 450°- 800°C in cui potrebbe avvenire la precipitazione di carburi di cromo. Questi carburi si depositano ai bordi dei grani cristallini, provocando un impoverimento locale del cromo libero che, se scende al di sotto del 12% in peso, genera la distruzione del film passivo di protezione e l'insorgenza di corrosione intergranulare.

3.2 Proprietà strutturali dei campioni di 316L prodotti per L-PBF

Tra gli acciai inossidabili, l'AISI 316L è sicuramente uno di quelli che si presta meglio alla realizzazione di componenti con le tecniche di manifattura additiva, in particolare con la tecnologia L-PBF. L'elevato gradiente termico coinvolto in questo processo si traduce tipicamente in una microstruttura colonnare con cellule di dislocazione che influenzano significativamente le proprietà meccaniche e l'integrità strutturale del componente [1][2].

È stato dimostrato, inoltre, che le proprietà meccaniche possono essere variate localmente, modificando alcuni parametri di processo come la potenza del laser, la velocità di scansione, lo spessore dello strato di polvere, ecc.

Va notato, però, che questi studi si sono concentrati principalmente sul comportamento del materiale a temperatura ambiente. La stabilità termica delle cellule di dislocazione e le risposte meccaniche associate a temperature elevate rimangono ancora poco conosciute [1].

A temperature di ricottura elevate ($T > 1000^{\circ}\text{C}$), in particolare, si è osservato che le cellule di dislocazione si destrutturano completamente [3]. L'esposizione prolungata dell'acciaio 316L a temperature comprese tra 550°C e 900°C , al contrario, non solo degrada le proprietà meccaniche del materiale, ma riduce anche la sua resistenza alla corrosione, rimuovendo cromo e molibdeno dalla matrice. La velocità di nucleazione dei carburi di cromo, specialmente Cr_{23}C_6 , raggiunge il suo massimo valore nell'intervallo 600°C - 750°C per gran parte degli acciai inox austenitici per poi diminuire a temperature più alte o più basse [1].

Ciò provoca la sensibilizzazione dell'acciaio, ovvero una significativa riduzione del tenore di cromo nella matrice, in prossimità dei bordi di grano, il che lo rende suscettibile alla corrosione intergranulare e alla tensocorrosione.

In particolare, per evitare il rischio di corrosione intergranulare occorre limitare il contenuto di carbonio nella lega, evitare trattamenti termici che tendano a favorire il processo, preferire polveri metalliche a granulometria fine ed evitare lavorazioni a freddo prima dei trattamenti termici. Qualora possibile, è consigliabile aggiungere alla lega piccole quantità di titanio e di niobio. In questo modo si favorisce la formazione di carburi di titanio e di niobio al posto di quelli di cromo, dal momento che questi due elementi sono più affini al carbonio rispetto al cromo.

Un altro aspetto da tenere in considerazione è la precipitazione della fase σ , una fase intermetallica che provoca l'impoverimento locale di cromo e molibdeno nella matrice e la formazione di micro-fessure [4]. Tale precipitazione, tuttavia, avviene generalmente molto più lentamente di quella dei carburi di cromo, in un processo che può richiedere diverse centinaia di ore. Rispetto alla condizione di solubilizzazione, però, la lavorazione a freddo dell'acciaio prima dell'invecchiamento termico accelera la precipitazione della fase σ a causa della presenza di un maggior numero di siti di nucleazione e di dislocazioni [1].

Recenti studi effettuati sull'acciaio 316L prodotto per Additive Manufacturing hanno mostrato che la morfologia delle strutture cellulari nei campioni trattati termicamente a 500°C fino a 400 ore non era molto diversa da quella dell'acciaio prima del trattamento termico, come visibile nella Figura 10 a pagina seguente [1].

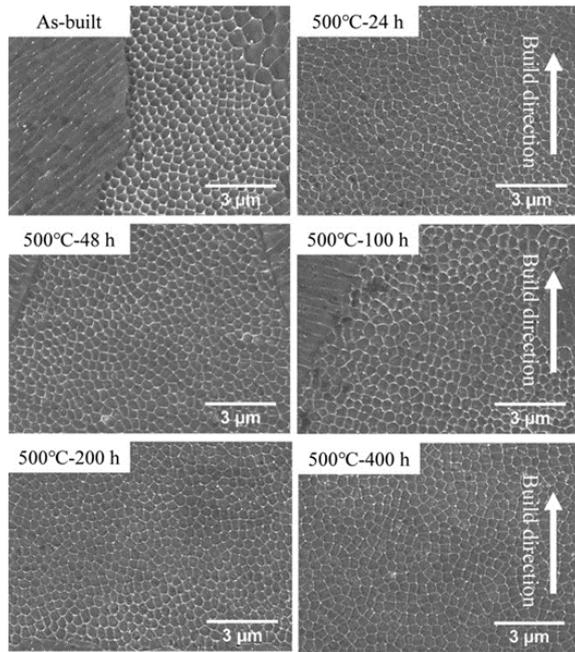


Fig. 10 Microstruttura AISI 316L dopo trattamento termico a 500°C

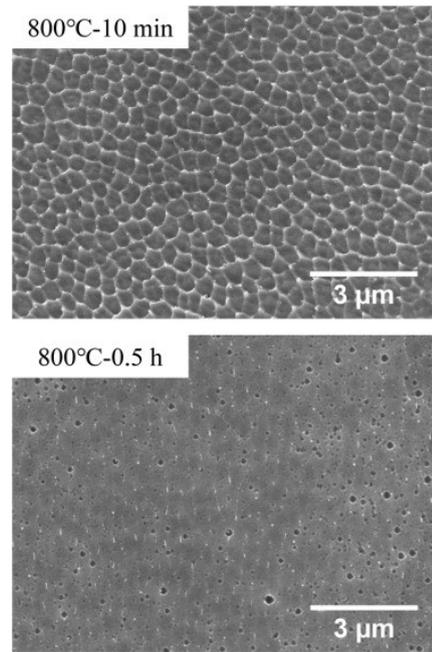


Fig. 11 Microstruttura AISI 316L dopo trattamento termico a 800°C

Le dimensioni delle celle del 316L dopo l'invecchiamento termico, infatti, erano tutte prossime a $0,39 \mu\text{m}$, valore del tutto simile a quello delle celle del materiale in condizioni "as-built". Anche i risultati delle prove di durezza hanno confermato che i trattamenti isotermitici a 500°C non hanno influenzato la risposta meccanica del materiale, dal momento che la variazione di durezza riscontrata prima e dopo il trattamento termico è stata molto contenuta (da 231 HV a 229 HV) [1]. Anche dalle prove effettuate a 600°C per 100 ore non si sono osservate grosse differenze nelle dimensioni medie delle celle e in termini di durezza. I campioni trattati termicamente a 700°C per 100 ore, tuttavia, hanno mostrato un aumento della dimensione media delle celle a circa $0,48 \mu\text{m}$ e una diminuzione di durezza a 221 HV. È stata osservata, inoltre, la precipitazione di carburi di cromo solo lungo i bordi di grano ad elevato angolo (HAGB), proprio come avviene nei campioni di 316L prodotti con tecniche di fabbricazione tradizionali.

Questa osservazione ha suggerito che sia i bordi di grano ad angolo basso sia i confini dei “melt pool” non possedevano energia sufficiente a supportare la nucleazione dei carburi e che il basso contenuto di carbonio nella lega ne ha limitato la precipitazione [1].

Dalle prove effettuate a 800°C si è osservato che, dopo soli 30 minuti, la struttura cellulare di dislocazione era già distrutta ed era possibile osservare particelle di fase σ nei bordi dei grani (Fig. 11).

La prova di durezza Vickers ha mostrato che i provini erano stati fortemente indeboliti nei trattamenti a 800°C. La durezza è diminuita a 218 HV in soli 10 minuti di trattamento ed è ulteriormente scesa a 201 HV dopo 30 minuti. Questi studi hanno permesso di concludere che l’AISI 316L prodotto per L-PBF offre una buona stabilità termica nell’intervallo 500°- 600°C [1]. È bene ricordare, inoltre, che le dimensioni e la densità delle particelle di fase σ aumentano con la durata del processo di invecchiamento.

Dalle prove eseguite, si è osservato che dopo 10 ore a 800°C le particelle di fase σ occupavano una frazione in volume dell’1,1% e avevano una dimensione (espressa in termini di area) di circa $0,75 \mu\text{m}^2$, ma dopo 100 ore di trattamento alla stessa temperatura la frazione in volume della fase σ è salita al 4,2% e la dimensione delle particelle a circa $6 \mu\text{m}^2$ [1].

È stato osservato, infine, che nonostante nei primi minuti di un trattamento termico a 800°C l’acciaio 316L abbia mostrato una rapida riduzione di durezza, dovuta ad una diversa organizzazione delle strutture cellulari, dopo 100 ore di trattamento la durezza era leggermente aumentata (221 HV).

Si ritiene quindi che la precipitazione della fase σ e di altri precipitati fini abbia avuto un'influenza benefica sulla resistenza alle alte temperature nei processi di lunga durata [1].

Le prove di trazione eseguite sui campioni di acciaio 316L realizzato per L-PBF sono state svolte aggiungendo alla polvere del 316L una miscela di particelle di TiC e di TiB₂. L'aggiunta di tali particelle ha determinato un affinamento della microstruttura dell'acciaio ed un significativo miglioramento della resistenza allo snervamento dell'acciaio da 20°C fino a circa 700°C, rispetto ad un acciaio 316L di riferimento [5]. I test di trazione effettuati hanno mostrato un'elevata duttilità e una resistenza moderata a temperatura ambiente, ma sia la duttilità che la resistenza alla trazione finale sono diminuite significativamente a temperature maggiori di 200°C.

Le prove effettuate su campioni di 316L ricotti hanno rilevato che la struttura cellulare era stabile dopo 5 ore a 500°C, ma la resistenza allo snervamento della lega ha iniziato a diminuire dopo una ricottura di 5 ore a 600°C. Dopo una ricottura di 5 ore a 800°C, invece, è stata osservata la scomparsa della struttura cellulare e i test di trazione hanno mostrato valori di resistenza allo snervamento nettamente inferiori [5].

Prove sperimentali hanno dimostrato inoltre che la direzione di costruzione dei provini di acciaio 316L per additive manufacturing influenza la resistenza a trazione dei provini stessi, ma anche la loro suscettibilità alla tensocorrosione [6]. I provini verticali, prima di qualsiasi trattamento termico, hanno infatti mostrato densità di fessurazione più elevate rispetto a quelli orizzontali, a causa delle maggiori sollecitazioni residue superficiali.

Nei campioni orizzontali, invece, il fenomeno della corrosione si è sviluppato prevalentemente in una direzione preferenziale, ovvero lungo la superficie del provino che in fase di costruzione era stata a contatto con il supporto.

Ciò è stato confermato anche nel caso di successivi trattamenti termici fino a 900°C, ma questa tendenza sparisce dopo la ricristallizzazione a 1250°C [6]. I provini verticali, al contrario, hanno mostrato cerchi di corrosione localizzati e distribuiti in modo casuale [6].

La tensocorrosione, in particolare, si manifesta in presenza di una tensione di trazione (applicata o residua) e di un ambiente chimico specifico. Nel caso dell'acciaio 316L, gli ioni cloruro, tipicamente presenti nei sali marini, sono particolarmente aggressivi.

A causa della scarsa finitura superficiale, della porosità e delle elevate sollecitazioni residue, la tensocorrosione può quindi rappresentare un problema per i campioni realizzati con la tecnica L-PBF. È probabile, inoltre, che le elevate tensioni residue nei provini di 316L L-PBF siano sufficienti per avviare il processo di tensocorrosione anche senza alcuna sollecitazione applicata dall'esterno. È stato riportato, infatti, che le tensioni residue di trazione nel caso in esame possono raggiungere anche i 350 Mpa nella direzione di costruzione (a seconda del modello di stampa e della direzione di costruzione del componente) [6].

È stato osservato che i provini stampati orizzontalmente avevano una maggiore tendenza a piegarsi rispetto a quelli verticali, e che la superficie più suscettibile a questo fenomeno fosse quella fissata alle strutture di supporto. Questa flessione è probabilmente il risultato della presenza di elevate sollecitazioni di trazione residue causate da un forte gradiente termico in direzione longitudinale.

Quando le strutture di supporto sono state rimosse, infatti, all'interno dei campioni si è verificato un parziale rilassamento di queste sollecitazioni longitudinali, provocando la curvatura dei provini [6].

Il rischio di tensocorrosione può essere ridotto attraverso una riduzione della tensione di trazione residua nei componenti L-PBF, utilizzando trattamenti termici di post-fabbricazione. Dopo un trattamento termico di 2 ore a 750°C e successivo raffreddamento in forno, si è osservato che la suscettibilità alla tensocorrosione era diminuita per i provini verticali, ma era aumentata per quelli orizzontali [6]. È stato suggerito quindi che la struttura cellulare, in determinate situazioni, possa migliorare la resistenza alla corrosione degli acciai inox austenitici L-PBF. La segregazione di Mo e Cr sulle pareti delle celle si traduce, infatti, in una parete cellulare più resistente ai fenomeni di corrosione [6]. Dopo il trattamento termico, le sollecitazioni di trazione residue nella direzione di costruzione del provino sono diminuite da 242 MPa a 229 MPa per i campioni orizzontali, mentre per i campioni stampati verticalmente sono diminuite drasticamente da 349 MPa a 119 MPa [6].

Rispetto alle generazioni del passato, le nuove macchine SLM si sono evolute verso laser più potenti con lo scopo di ottimizzare la produttività. In realtà possono essere seguite due strade distinte se si vuole aumentare la produttività: utilizzare un insieme di laser standard che lavorano in parallelo, oppure ricorrere ad un laser ad elevata potenza (HP-SLM). In quest'ultimo caso, la produttività è aumentata grazie alla fusione di strati di polvere più spessi, utilizzando un laser di potenza fino a 1 kW e con un raggio del fascio laser di 700 μm .

L'uso di laser di potenza superiore, però, può aumentare il gradiente termico a cui è sottoposto il pezzo in costruzione e, quindi, la suscettibilità alla fessurazione.

La forma del fascio laser ad alta potenza, inoltre, potrebbe differire da quella dei più comuni laser a "bassa potenza" (400 W e raggio del fascio laser di 70 μm), influenzando la distribuzione dell'apporto di calore, nonché la forma e le dimensioni delle pozze di fusione [8].

Dall'analisi della microstruttura dei campioni realizzati con laser a bassa potenza (LP) e quelli con laser a elevata potenza (HP), si può vedere che per i provini LP le pozze di fusione sono di forma semicilindrica. È stato osservato che i grani crescono su diversi strati che hanno una larghezza di 30-50 μm e una lunghezza di circa 100 μm . Per i provini HP, invece, le pozze di fusione sono apparse molto più larghe e meno profonde, mentre i grani hanno mostrato una larghezza media di 100 μm e una lunghezza poco inferiore a un 1 mm nella direzione di costruzione [8].

I campioni LP hanno anche mostrato i valori di durezza più elevati con una media di 241 ± 6 HV che si riducono a 212 ± 15 HV dopo l'applicazione di un trattamento termico di pressatura isostatica a caldo (HIP) volto a ridurre la porosità ed eliminare le crepe o fessure che si sono formate durante la lavorazione SLM. Nei campioni HP si può osservare una tendenza simile, dal momento che la durezza varia da 213 ± 12 HV a 174 ± 6 HV dopo il trattamento di pressatura isostatica a caldo [8]. I campioni LP hanno mostrato, inoltre, valori più elevati di allungamento a trazione, resistenza massima a trazione e resistenza a snervamento, rispetto ai campioni HP, come visibile in Figura 12 a pagina seguente.

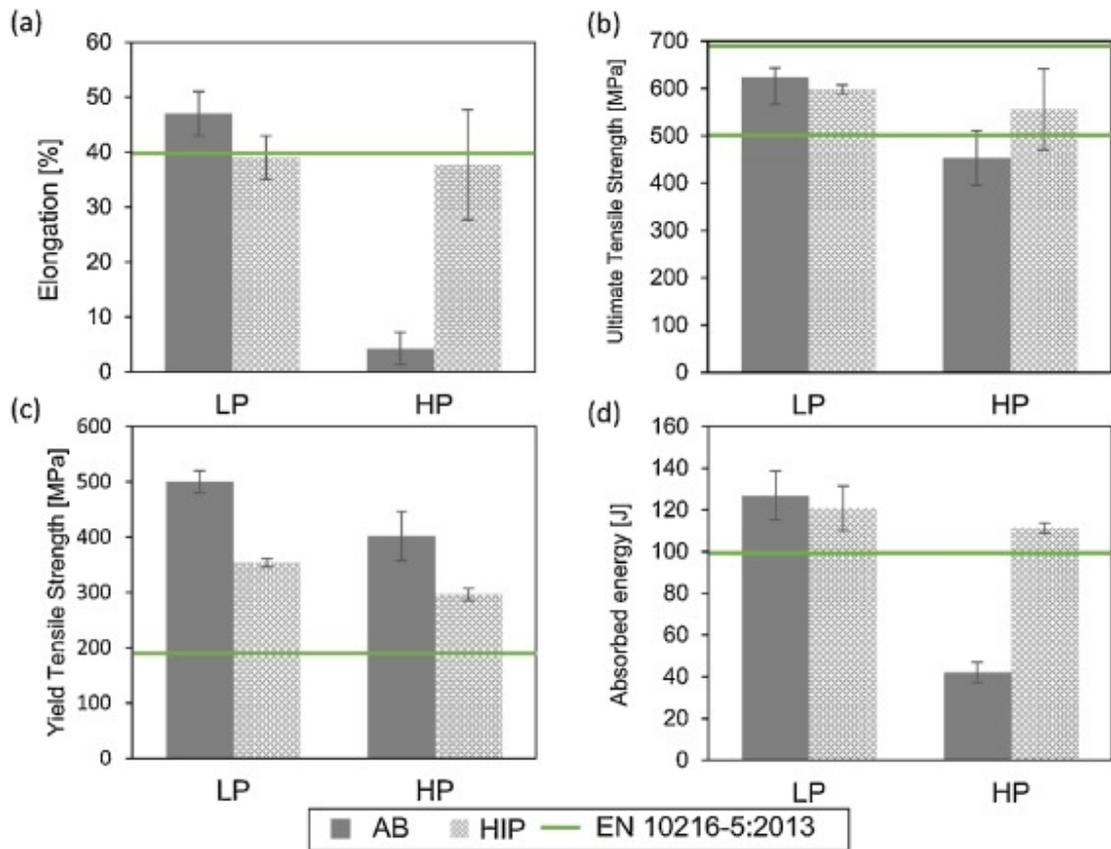


Fig. 12 Proprietà meccaniche dei campioni costruiti con LP e HP, in condizioni “as-built” e dopo trattamento HIP: (a) mostra l’allungamento percentuale a trazione, (b) la resistenza ultima a trazione, (c) la resistenza a snervamento e (d) l’energia assorbita nel test Charpy con intaglio a V. I valori sono confrontati con la norma di riferimento.

Le prove di impatto Charpy eseguite su campioni con intaglio a V, infine, hanno suggerito che l’energia media assorbita dai provini LP nell’impatto non variasse significativamente in seguito al trattamento termico HIP, attestandosi a 120 ± 10 J.

I campioni HP sottoposti al trattamento HIP hanno mostrato valori di poco inferiori, con una media di 111 ± 3 J, mentre quelli non sottoposti ad alcun trattamento hanno mostrato un valore dell’energia di impatto decisamente inferiore allo standard [8].

Tutte le proprietà sopra descritte sono riassunte in Fig. 12.

È quindi di fondamentale importanza, in un processo additivo SLM trovare la giusta potenza del laser che assicuri la corretta fusione delle polveri e che eviti la permanenza di particelle di polvere non fuse.

Un altro fattore da considerare è il tempo in cui il laser rimane in un punto prima di spostarsi al punto successivo del letto di polvere, ovvero la velocità di scansione. Ciò influisce sulla quantità di energia in ingresso in una particolare regione del letto di polvere e sul grado di consolidamento della stessa. La densità di energia, in particolare la densità di energia volumetrica (VED), è in grado di combinare i precedenti parametri in un'unica espressione che consente di studiare la correlazione tra i parametri di processo sopra descritti con l'integrità microstrutturale e le prestazioni del pezzo finito.

La VED rappresenta quindi la quantità di energia del laser che è stata erogata per unità di volume di polvere: aumentare questo parametro significa fornire più energia alla polvere metallica e, di conseguenza, garantire una maggiore fusione tra le particelle [10].

Dai test effettuati è stato osservato che i campioni stampati con una VED di 20,41 J/mm³ mostrano una distribuzione casuale dei pori sulla superficie del campione. Le dimensioni dei pori superficiali, inoltre, erano relativamente grandi e ben visibili, come macchie nere sulla superficie del campione lucidato (Fig. 13a). Un aumento della VED a 28,57 J/mm³ ha ridotto la frazione in volume e la dimensione dei pori, come visibile in Fig. 13b. La frazione volumetrica e la dimensione dei pori più bassa è stata ottenuta con una VED pari a 111,11 J/mm³ (Fig. 13d). Per valori di VED ancora più elevati, invece, è stato osservato un repentino aumento sia della frazione in volume che della dimensione dei pori superficiali, come mostrato in Fig. 13e [10].

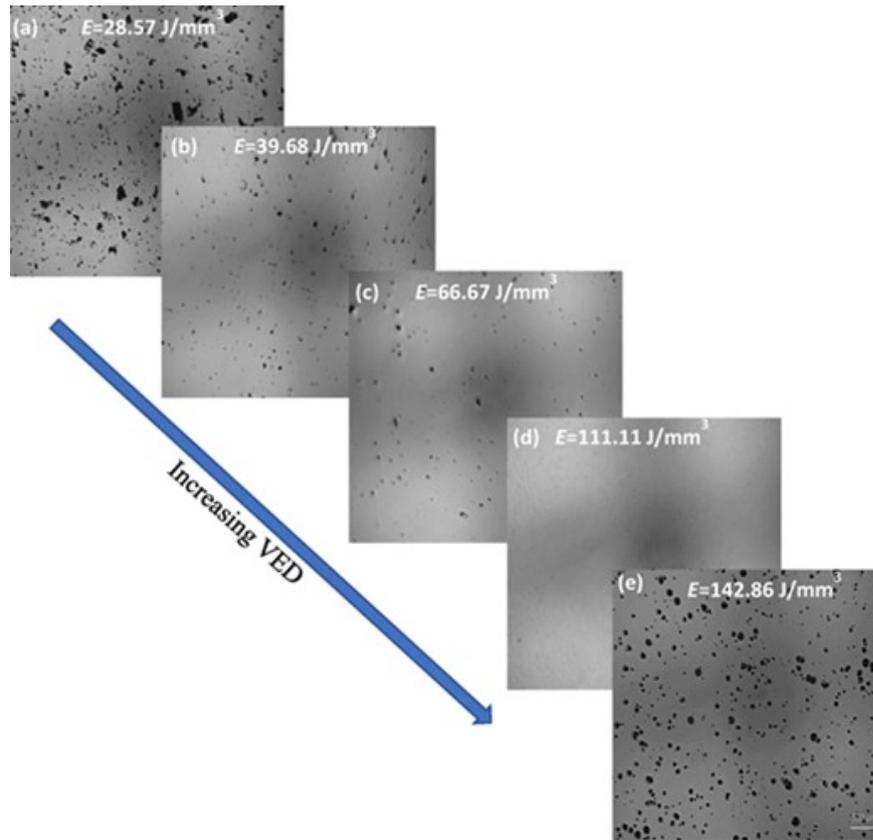


Fig. 13 *Variazione della frazione volumetrica e della dimensione dei pori all'aumentare della VED*

I campioni di acciaio 316L ottenuti per L-PBF sono stati oggetto anche di specifiche prove di micro-durezza e prove di graffio. Il test di micro-indentazione è stato eseguito con un penetratore diamantato di tipo Vickers, applicando un carico massimo di 500 N con una velocità di carico/scarico pari a 1 N/min e un tempo di permanenza di 10 s.

La profondità di penetrazione è risultata pari a circa 2 μm e la prova è stata eseguita per un totale di 5 volte, calcolando successivamente il valore medio di durezza [7].

Per eseguire il test di graffiatura, invece, è stato utilizzato un penetratore diamantato di tipo Rockwell applicando carichi di 1 N, 5 N e 10 N. Questo test ha prodotto un graffio lineare costante di lunghezza 1 mm con una velocità di 5 mm/min.

Con un carico applicato pari ad 1 N non è comparsa alcuna transizione nel campione analizzato (Fig. 14). Quando il carico viene aumentato a 5 N è possibile osservare alcuni cambiamenti sulla superficie del graffio. In particolare, nel punto iniziale del graffio alcune particelle, probabilmente quelle fuse solo parzialmente nel processo L-PBF, tendono ad aderire nella direzione del graffio, proprio come se una parte residua del carico applicato venisse trasferita ai bordi di confine della superficie del graffio (Fig. 14). Al carico massimo di 10 N, invece, la forza applicata risulta sufficiente a penetrare nella superficie ed è possibile osservare un deterioramento della stessa in prossimità dei confini del graffio (Fig. 14) [7].

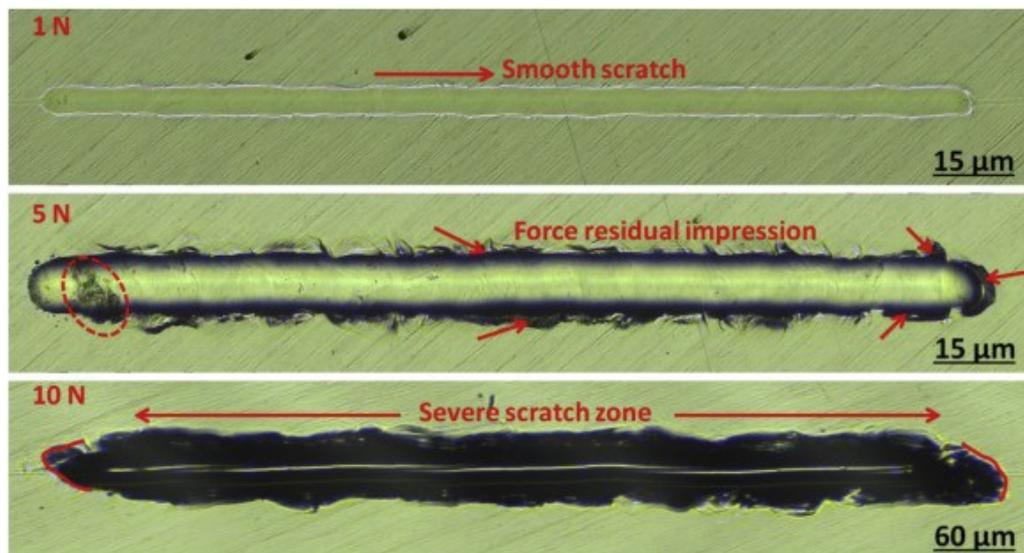


Fig. 14 Immagini al microscopio ottico dei test antigraffio effettuati a diversi carichi: 1 N, 5 N e 10 N

Per completare lo studio in questione sono stati eseguiti dei test di attrito e di usura utilizzando una sfera di acciaio di 4 mm di diametro libera di scorrere sui campioni a circa 0,4 m/s. Questi test sono stati effettuati a temperatura ambiente e con un'umidità relativa del 40%.

Applicando tre carichi diversi (1 N, 5 N e 10 N), sono stati calcolati i tre diversi valori medi del coefficiente d'attrito che sono rispettivamente $0,13 \pm 0,02$, $0,21 \pm 0,05$ e $0,29 \pm 0,09$ [7]. Confrontando questi valori con quelli ottenuti sui provini di acciaio 316L realizzati con tecniche tradizionali, ovvero tecniche di tipo sottrattivo, si osserva che con un carico di 10 N il campione prodotto in modo convenzionale mostra un attrito e un tasso di usura superiori del 30% e del 20% rispetto ad un campione L-PBF.

Il valore di durezza nel campione fabbricato convenzionalmente, inoltre, è più basso a causa della presenza di numerosi difetti o pori nell'area di penetrazione. D'altra parte, l'uso della rotazione della scansione nel processo di produzione additiva ha aiutato a ottenere campioni privi di difetti e con densità superiore al 99% [7].

3.3 Proprietà strutturali dei campioni di 316L prodotti per DED

L'acciaio inossidabile 316L è sicuramente un ottimo candidato per la realizzazione di componenti tramite varie tecniche additive, in particolare L-PBF e DED. Nonostante abbia un'ottima resistenza alla corrosione e buone proprietà meccaniche, i suoi valori di durezza e la sua vulnerabilità all'usura non sempre però lo rendono adatto per specifiche applicazioni [13]. In alcuni casi, infatti, si è reso necessario rafforzare la matrice metallica del 316L con carburi o nanoparticelle per migliorare i valori di durezza. L'arricchimento dell'acciaio con carburi di tungsteno ha permesso non solo di migliorare la resistenza all'usura e i valori di durezza, ma anche di mantenere elevati tali valori dopo processi termici ad alta temperatura [13].

Nel corso degli anni i campioni di AISI 316L sono stati oggetto di numerosi studi scientifici, al fine di analizzare le proprietà meccaniche e strutturali di questa lega, ma

anche per capire in che modo un trattamento termico possa influire sulle tensioni residue dei provini realizzati per DED. È stato osservato in primo luogo che la microstruttura dei campioni in condizioni “as-built”, ovvero prima di qualunque trattamento termico, era fortemente correlata alla storia termica a cui il materiale era stato sottoposto durante la produzione additiva. In particolare, la rapidità di variazione della temperatura durante la deposizione degli strati di materiale ha influito sui meccanismi di solidificazione e, di conseguenza, sulla morfologia e sulle dimensioni dei grani [14].

Recenti studi hanno permesso di confrontare la microstruttura di campioni di 316L prodotti per DED in condizioni as-built, con altri campioni sottoposti a trattamenti termici a 600°C e 800°C per 2 ore e successivo raffreddamento in aria. Nonostante nei provini trattati termicamente a 800°C si sia osservata una riduzione di durezza, in generale i trattamenti termici hanno favorito la riduzione delle tensioni residue dovute al processo DED, ma anche una maggiore uniformità della microstruttura [14].

In queste analisi è stata utilizzata una polvere di 316L atomizzata a gas, con particelle di dimensioni comprese tra 50 e 150 μm e forma pressoché sferica, come osservabile nella Figura 15 a pagina seguente. Tutti i campioni sono stati realizzati con la stessa macchina DED e con gli stessi parametri di processo (potenza e diametro del fascio laser, velocità di deposizione e spessore degli strati). Per poter eseguire anche prove di trazione e test di impatto oltre ad una semplice analisi della microstruttura, si è pensato di realizzare due diverse tipologie di campioni: provini di forma cubica con lato di 20 mm per analisi strutturali e barre di 12 x 12 x 93 mm³ adatte alle prove di trazione.

Durante il processo di deposizione sono state utilizzate due differenti strategie, caratterizzate da un diverso angolo di rotazione tra gli strati (60° e 90°). I campioni così realizzati sono stati identificati tramite un codice a tre campi basato sui seguenti criteri: il primo campo indica la forma del campione (lettera C = forma cubica, lettera B = campione a barra), il secondo campo mostra la strategia di deposizione (0060 = rotazione angolo di 60° , 0090 = rotazione angolo di 90°) e l'ultimo campo identifica il trattamento termico utilizzato (AB = as-built, 600 = trattamento a 600°C , 800 = trattamento a 800°C) [14].

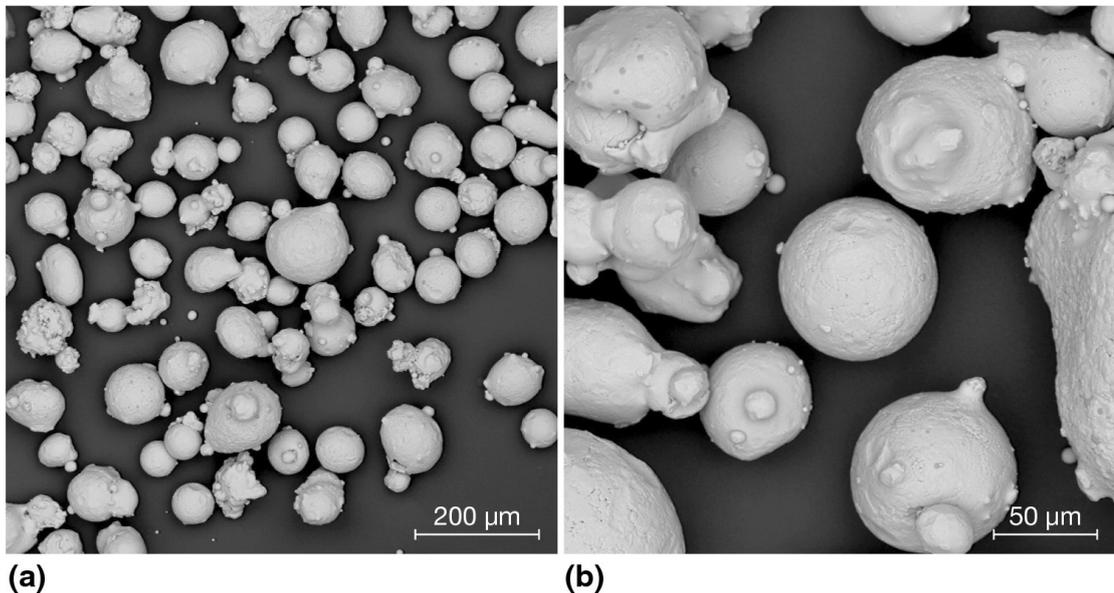


Fig. 15 Micrografia SEM di polvere atomizzata a gas di acciaio AISI 316L

Ad esempio, con il codice C-0090-800 identifichiamo il campione di forma cubica realizzato con strategia di deposizione a 90° e trattato termicamente a 800°C . L'effetto dei trattamenti termici sui valori di durezza è riassunto in Figura 16 a pagina seguente.

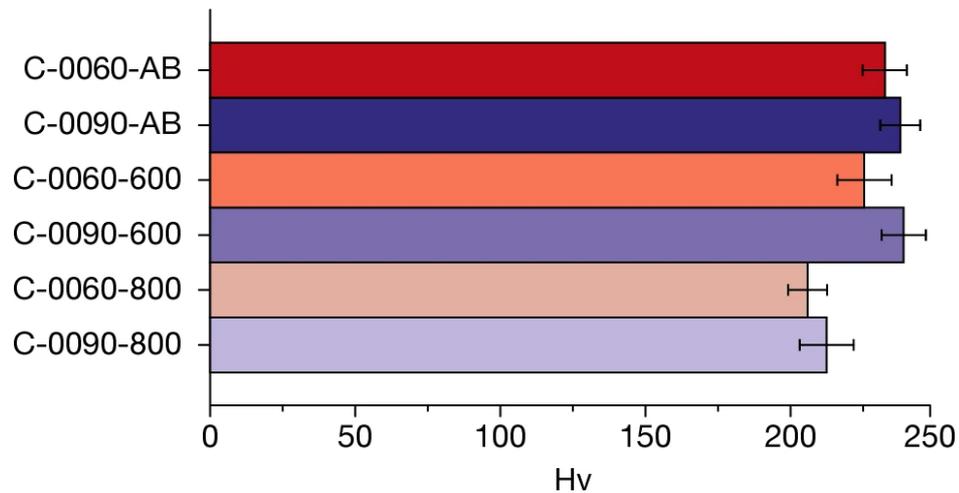


Fig. 16 Valori di durezza Vickers dei campioni cubici di acciaio 316L realizzati con diverse strategie

È possibile osservare che il trattamento a 600°C non ha influenzato in maniera significativa i valori di durezza, mentre quello a 800°C ha provocato una riduzione di tali valori. Ciò è dovuto probabilmente all'evoluzione della microstruttura ed in particolare al parziale ingrossamento dei grani. È stato notato, inoltre, che tutti i campioni costruiti con strategia di deposizione a 90° hanno mostrato un valore di durezza sempre superiore, seppur di poco, rispetto a quelli realizzati con strategia di deposizione a 60° [14].

Per ciò che riguarda le prove di trazione, invece, sono stati utilizzati i campioni a forma di barra. Le prove hanno mostrato che il trattamento termico a 600°C non ha influenzato le prestazioni di trazione della lega, in particolare la resistenza a snervamento è rimasta pressoché costante (522 ± 7 MPa) e si è osservato un lieve aumento della resistenza ultima a trazione. I campioni sottoposti al trattamento termico di 800°C, invece, presentano una resistenza allo snervamento nettamente inferiore

rispetto agli altri provini, ma anche un allungamento a trazione superiore [14]. Queste proprietà sono riassunte nel diagramma sforzo-deformazione in Figura 17.

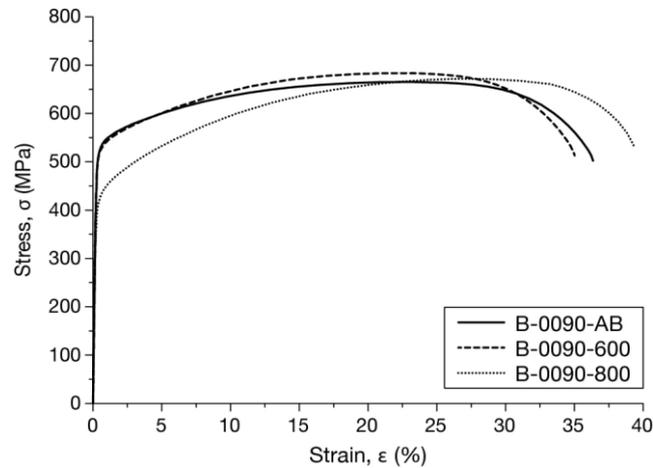


Fig. 17 Effetto dei trattamenti termici sullo stress residuo e sulle proprietà dell'AISI 316L lavorato per DED

Il trattamento termico a 600°C, quindi, è stato sufficiente per consentire una riduzione parziale delle tensioni residue nei provini e mantenere proprietà meccaniche molto elevate. Il trattamento a 800°C, al contrario, consente una quasi totale riduzione delle tensioni residue, ma provoca anche una riduzione della resistenza allo snervamento del 20% e un aumento dell'8% dell'allungamento a trazione. Da questi studi è stato possibile concludere che il primo trattamento termico è più adatto per tutte le applicazioni in cui è richiesta un'elevata resistenza, mentre il secondo quando è necessario costruire geometrie complesse e le tensioni residue potrebbero comportare effetti dannosi [14].

Come per i campioni di 316L prodotti per L-PBF, anche i provini realizzati per DED sono stati sottoposti ad un processo di pressatura isostatica a caldo (HIP) per studiare quali benefici questo trattamento è in grado di conferire alla lega.

Il trattamento è stato effettuato ad una temperatura di 1200°C per 2 ore e con una pressione di 138 MPa. I campioni così lavorati sono poi stati mantenuti allo stato ricotto e confrontati con quelli as-built [17]. È stato osservato che il trattamento HIP ha comportato un aumento del 6% dell'allungamento massimo a trazione rispetto al valore dei campioni as-built. La resistenza a snervamento, invece, è drasticamente diminuita dopo il trattamento, arrivando a valori medi dell'ordine dei 270 MPa. La resistenza ultima a trazione, infine, è lievemente aumentata, raggiungendo valori medi di 600 MPa, che corrispondono ad un incremento del 9% rispetto alla condizione as-built [17]. Queste proprietà sono riassunte nel grafico a barre di Figura 18.

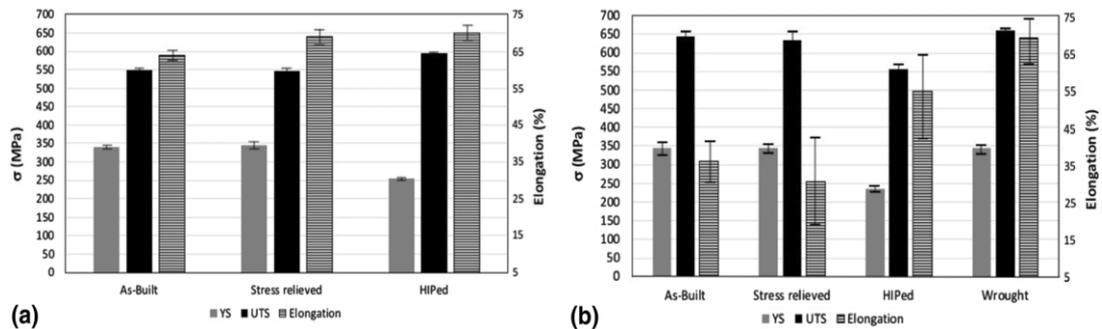


Fig. 18 Valori di resistenza a snervamento, resistenza ultima a trazione e allungamento, a seconda del trattamento termico in provini di 316L: (a) costruiti ex-novo, (b) riparati o ricostruiti

Se prendiamo in considerazione campioni riparati o ricostruiti tramite tecnologia DED e non più campioni realizzati ex-novo, gli effetti dei trattamenti termici o del processo di pressatura isostatica a caldo sono differenti da quanto descritto sopra. In particolare, il trattamento termico a 600°C non comporta variazioni significative dei valori di resistenza a snervamento o a trazione, ma una lieve riduzione dell'allungamento rispetto alla condizione as-built.

Il trattamento di pressatura isostatica a caldo nei campioni ricostruiti o riparati comporta, invece, una significativa riduzione della resistenza a trazione e a snervamento (13,5% e 31% rispettivamente) e un decisivo aumento del valore di allungamento massimo a trazione rispetto ai provini as-built (Fig. 18) [17].

Dal confronto tra i campioni di acciaio 316L prodotti per DED e quelli realizzati per L-PBF si è notato che i primi hanno una resistenza a snervamento inferiore, a causa della microstruttura a grani più fini e che l'allungamento totale a trazione è del 3,2% superiore rispetto ai campioni L-PBF [16].

È stato osservato, inoltre, che sebbene i campioni di 316L prodotti con la tecnologia DED abbiano una migliore resistenza alla corrosione per vaiolatura rispetto ai corrispettivi campioni realizzati con tecniche di manifattura tradizionali (sottrattive), tale valore di resistenza è comunque inferiore di quello che si avrebbe nei campioni di 316L prodotti per SLM [19]. In generale, infatti, i materiali lavorati per SLM mostrano una granulometria inferiore ed il processo in sé induce valori di stress residuo di trazione inferiori rispetto alla tecnologia DED [19].

I campioni di acciaio AISI 316L prodotti per DED sono stati oggetto anche di studi di tribologia, al fine di analizzare il tasso di usura specifico e i coefficienti di attrito. Il diagramma a barre di Figura 19 dimostra che i provini in condizioni as-built presentano il tasso di usura specifico minimo, a causa dell'elevata micro-durezza e della struttura a grani fini. All'aumentare della temperatura del trattamento termico, invece, è possibile osservare un aumento del tasso di usura specifico, dovuto alle dimensioni maggiori dei grani e alla più elevata densità di dislocazione (Fig. 19) [15]. Anche la riduzione della frazione volumetrica della fase ferritica che si ottiene con i trattamenti

termici a medio-alte temperature porta ad una modifica delle proprietà dei campioni, soprattutto in termini di micro-durezza, che diminuisce in quanto la ferrite è più dura dell'austenite. È stato osservato, infatti, che la frazione volumetrica della ferrite in un campione as-built di AISI 316L è pari al 7%, valore che si riduce al 4,38% in seguito ad un trattamento termico a 800°C e allo 0,83% dopo un trattamento a 1000°C [15]. Al contrario, è stato osservato che il coefficiente di attrito aumenta con l'aumentare della temperatura del trattamento termico e ciò è confermato dal fatto che i provini mostrano una struttura a grani grossi (Fig. 19) [15].

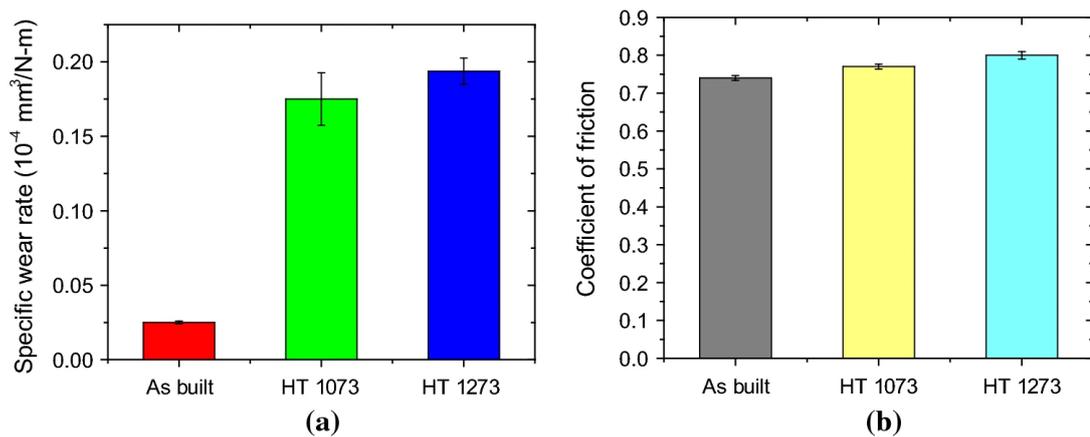


Fig. 19 Valori (a) del tasso di usura specifico e (b) del coefficiente di attrito in campioni AISI 316L DED in diverse condizioni di trattamento termico

Recenti studi hanno analizzato gli effetti dell'altezza di costruzione dei campioni di 316L DED sulle proprietà meccaniche e di corrosione dell'acciaio. È stato possibile concludere che vicino al fondo della costruzione, in prossimità del substrato, i provini mostrano una microstruttura a grani colonnari impilati l'uno sull'altro. Nelle zone di fusione, invece, i grani sono equiassiali e di dimensioni molto fini a causa dei rapidi processi di raffreddamento.

Allontanandosi dal substrato e all'aumentare dell'altezza di costruzione, infine, è possibile osservare grani colonnari più grandi e per lo più paralleli alla direzione di costruzione degli strati [19]. Nonostante queste differenze nella morfologia dei grani, non sono state osservate significative variazioni dei valori di resistenza ultima a trazione e resistenza a snervamento al variare dell'altezza di costruzione [19]. È importante sottolineare però che la duttilità della struttura è risultata inferiore alle aspettative sia in prossimità del substrato, a causa della formazione di una struttura duplex dovuta alle elevate temperature e ai legami che l'acciaio 316L forma con il materiale del substrato (in genere un acciaio dolce), sia negli strati superiori, a causa dei minori cicli di riscaldamento e fusione rispetto al resto della microstruttura [19].

Sebbene al giorno d'oggi l'acciaio AISI 316L sia utilizzato in molte applicazioni differenti, ci sono alcuni aspetti legati alle proprietà meccaniche e alla microstruttura di questo materiale ancora poco studiati. Un recente studio, ad esempio, ha esaminato gli effetti dell'utilizzo di polvere metallica riciclata sul comportamento meccanico dei campioni DED [20]. La Figura 20 mostra la morfologia della polvere AISI 316L “fresca”, ovvero mai utilizzata in altri processi, e di quella riciclata.

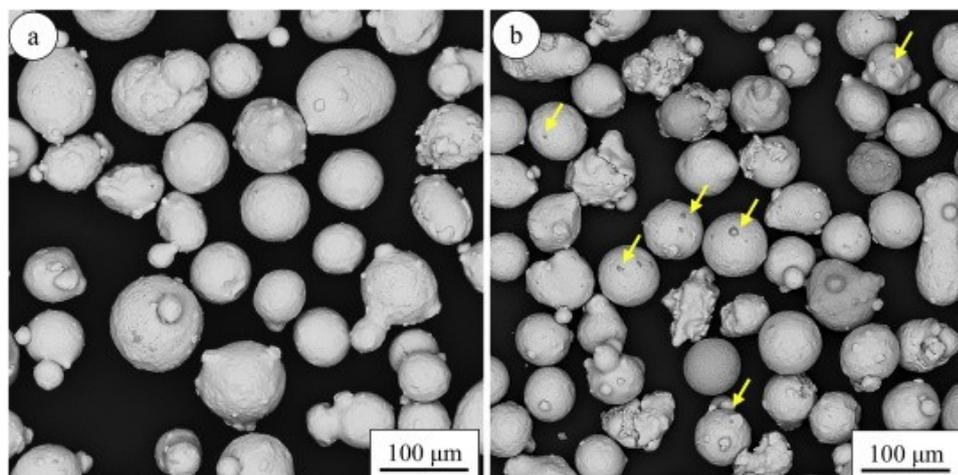


Fig. 20 Confronto immagini SEM della polvere AISI 316L (a) fresca e (b) riciclata

Entrambe le polveri metalliche sono costituite da particelle per lo più sferiche e circa il 50% di esse presenta una superficie liscia. La restante parte, invece, presenta alcuni difetti tipici delle polveri atomizzate a gas. Oltre alle particelle sferiche, in entrambi i casi è possibile osservare anche una piccola quantità di particelle di forma allungata e irregolare. La polvere riciclata, tuttavia, mostra la presenza di zone in cui il materiale fuso nel processo additivo si è solidificato in maniera irregolare e aderisce su altre particelle.

Ulteriori analisi hanno confermato che il riciclaggio delle polveri di 316L non ha alcuna influenza sulla porosità, sulla microstruttura e sul contenuto di inclusioni [20]. Nei campioni realizzati con polveri riciclate sono state osservate, però, alcune inclusioni sferiche, con una frazione volumetrica del 2,4%. In seguito all'analisi EDS eseguita sulle superfici levigate dei campioni è stato possibile conoscere la natura di queste inclusioni. Si tratta prevalentemente di ossidi di silicio e manganese, prodotti della ri-ossidazione che ha luogo quando le polveri metalliche vengono riutilizzate in un altro processo additivo [20].

A causa dell'affinità di questi elementi con l'ossigeno, la formazione degli ossidi non può essere evitata del tutto, ma può essere contenuta svolgendo il processo DED in ambiente con atmosfera controllata e in cui è presente un gas inerte. In questo modo si riduce al minimo la quantità di ossigeno che entra in contatto con le zone di fusione durante il processo [20]. Per valutare gli effetti dell'utilizzo di polveri riciclate sulle prestazioni meccaniche della lega AISI 316L, invece, sono state eseguite prove di trazione su campioni realizzati sia con polveri fresche che riciclate. Come si può vedere in Figura 21, i campioni prodotti con differenti tipologie di polveri mostrano molte differenze nella curva sforzo-deformazione.

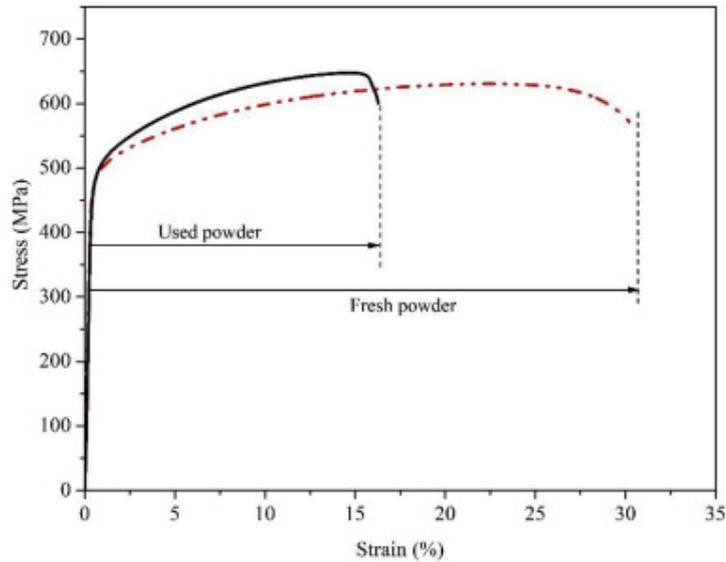


Fig. 21 Curve sforzo-deformazione nei provini di acciaio AISI 316L DED realizzati con polveri fresche e riciclate

In particolare, i campioni realizzati con polveri fresche mostrano un valore dell'allungamento a trazione maggiore del 50% rispetto a quello dei campioni prodotti con polveri riciclate [20]. Questi ultimi campioni, inoltre, mostrano un improvviso calo della curva sforzo-deformazione subito dopo aver raggiunto il carico finale a rottura. Ciò è dovuto in particolar modo alla presenza di ossidi di silicio e manganese grossolani, di dimensioni comprese tra i 7 e i 15 μm [20].

Per quanto riguarda le altre proprietà meccaniche, invece, come resistenza ultima a trazione e resistenza allo snervamento, non si osservano variazioni significative tra i valori riferiti ai campioni prodotti con polveri fresche o riciclate. L'unica eccezione è data dall'allungamento massimo a trazione. Dalle prove di trazione, infatti, risultano i seguenti dati [20]:

- **Resistenza allo snervamento** = $469,6 \pm 3,4$ MPa per campioni con polvere fresca e $458,4 \pm 29,9$ MPa per quelli con polvere riciclata;

- **Resistenza ultima a trazione** = $628,2 \pm 6,6$ MPa per i campioni con polvere fresca e $651,6 \pm 43,9$ MPa per quelli con polvere riciclata;
- **Modulo di elasticità** = $177,2 \pm 6,9$ GPa per i campioni con polvere fresca e $200,3 \pm 3,3$ GPa per quelli con polvere riciclata;
- **Allungamento massimo a trazione (%)** = $31,2 \pm 2,2$ per i campioni con polvere fresca e $16,2 \pm 2,1$ per quelli con polvere riciclata.

Negli ultimi anni si sono diffuse numerose tecniche di prototipazione ibrida (HAM, Hybrid Additive Manufacturing), come ad esempio quella che combina la tecnologia DED con il processo di rifusione laser (LR) che consente di rifondere la superficie ruvida del componente e di migliorare la planarità delle superfici e le proprietà del materiale [18]. Il processo di rifusione laser è di per sé un trattamento superficiale semplice, a basso costo e altamente ripetibile che è in grado di produrre una microstruttura raffinata con proprietà superficiali notevolmente migliorate.

Questo processo può essere applicato con successo su diversi materiali metallici, soprattutto leghe di titanio o acciai inox [18]. La rifusione laser è caratterizzata da un'elevata velocità di raffreddamento delle superfici trattate, il che permette di ridurre la precipitazione della fase σ e allo stesso tempo di stabilizzare la ferrite. Ciò consente anche di migliorare la micro-durezza dei campioni e la loro resistenza alla corrosione per vaiolatura rispetto ai classici provini DED [18]. L'aumento della potenza del fascio laser, al contrario, è in grado di eliminare la fase σ , ma riduce anche la frazione volumetrica di ferrite e la micro-durezza della superficie [18].

4. Procedure sperimentali

Questo capitolo è interamente dedicato alla presentazione del lavoro svolto in laboratorio. Saranno presentati gli obiettivi e le motivazioni del lavoro, saranno descritte le macchine e gli strumenti utilizzati, con particolare attenzione alle procedure sperimentali che hanno portato allo studio e all'analisi di una serie di campioni di acciaio inox 316L realizzati con la tecnologia Direct Energy Deposition.

4.1 Motivazioni del lavoro svolto

L'obiettivo dell'attività di laboratorio è quello di analizzare le proprietà microstrutturali di un campione di acciaio inossidabile 316L realizzato con la tecnologia additiva DED, per poi confrontare i risultati ottenuti con quelli relativi ad altri campioni di acciaio inox 316L prodotti con differenti parametri di processo oppure con campioni trattati termicamente. L'attività di laboratorio è stata suddivisa in più parti:

- preparazione metallografica del campione (taglio, inglobatura, levigatura, lucidatura e attacco chimico);
- osservazione al microscopio ottico;
- esecuzione di prove di micro-durezza;
- analisi e confronto dei risultati ottenuti.

4.2 *Prova di durezza Vickers*

In questo paragrafo saranno descritte le principali caratteristiche della prova di durezza Vickers, utilizzata nelle prove sperimentali di laboratorio per studiare la variazione di durezza nei campioni di acciaio inox 316L sia nella direzione di costruzione sia nella direzione ad essa ortogonale.

La prova di durezza Vickers consiste nel premere con un certo carico F (detto carico di prova ed espresso in Newton) 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 poi nel misurare la diagonale media d dell'impronta lasciata sulla superficie dopo la rimozione del carico F. In particolare, si misurano le diagonali d_1 e d_2 e poi si procede al calcolo della media aritmetica tra i due valori espressa in mm. Il valore di durezza Vickers è proporzionale al rapporto tra il carico di prova F e la superficie dell'impronta lasciata espressa in mm^2 , secondo le relazioni:

$$HV = 1,8544 * \frac{F}{d^2} \quad ; \quad HV = 0,1891 * \frac{F}{d^2}$$

in cui HV è il valore di durezza secondo la scala Vickers, d è la diagonale media d'impronta espressa in mm e F è il carico di prova, misurato nel primo caso in kgf e nel secondo caso in Newton.

Il metodo Vickers estende e perfeziona il metodo di durezza Brinell in quanto ha un campo di applicazione pressoché illimitato sia per i valori di durezza che per lo spessore del pezzo in prova.

Nella prova Vickers, inoltre, non è necessario cambiare il penetratore a seconda del materiale di cui è costituito il pezzo da analizzare, ma è sufficiente variare il carico di prova F in base alle caratteristiche che si desidera studiare. In termini di carico, invece, la prova Vickers ha un campo di applicazione molto più ristretto (da 0,1 a 10 N) rispetto alla prova Brinell, che consente carichi tra 10 e 30.000 N circa.

La prova di durezza deve essere eseguita su una superficie liscia, esente da imperfezioni o alterazioni strutturali dovute a incrudimento e libera, per quanto possibile, da fenomeni di ossidazione. La finitura superficiale del pezzo in esame deve essere tale da permettere una misurazione accurata delle diagonali di impronta e, come per qualsiasi altra prova di durezza, è necessario avere complanarità tra le due facce del campione, ovvero tra quella appoggiata sul piatto dello strumento e quella su cui andrà a spingere il penetratore. La non complanarità delle facce del campione, infatti, potrebbe provocare una distorsione dell'impronta lasciata dal penetratore, compromettendo anche i rispettivi valori di durezza calcolati a partire dalla misura delle diagonali dell'impronta.

Il carico di prova viene applicato in maniera graduale, in un tempo generalmente compreso tra 2 e 10 secondi, poi viene mantenuto costante per tutta la durata della prova, di norma 10 oppure 15 secondi e poi rimosso, sempre in maniera graduale.

Lo spessore minimo del campione di prova deve rispettare la relazione:

$$s \geq 1,5d$$

in cui s è lo spessore del campione e d è la diagonale media dell'impronta lasciata sulla superficie.

La distanza tra due impronte consecutive o tra un'impronta e il bordo del campione, invece, deve essere almeno pari alla grandezza $4d$, dove d è la diagonale maggiore dell'impronta, ovvero il valore più grande tra d_1 e d_2 .

I risultati di una prova di durezza Vickers sono spesso riassunti nella forma:

$$n \text{ HV } b/c$$

in cui n rappresenta il numero di punti di durezza espressi dal durometro al termine della prova, mentre b è un numero che si riferisce al carico di prova impiegato e che si ottiene dalla relazione:

$$F [N] = b * g, \quad \text{dove } g = 9,81 \text{ m/s}^2$$

Il termine c , infine, esprime il tempo di permanenza del carico ed è espresso in secondi. Può essere omesso se tale tempo è convenzionale, cioè conforme a quanto previsto dalle normative e quindi tra 10 e 15 secondi, mentre deve essere necessariamente indicato in tutti gli altri casi.

4.3 Macchine, strumenti utilizzati e procedura sperimentale

Questo paragrafo si pone l'obiettivo di descrivere le macchine e gli strumenti utilizzati per gli studi di laboratorio e di mostrare la procedura sperimentale seguita per ottenere i risultati che saranno illustrati nel capitolo successivo.

La prima macchina impiegata nella preparazione del campione è stata una troncatrice metallografica Remet modello Tr-60, particolarmente adatta per eseguire tagli su acciai inox.

Questa macchina è costituita da una morsa con cui è possibile bloccare il campione da tagliare, una mola da taglio e un sistema di raffreddamento a sua volta composto da una pompa e due ugelli da cui fuoriescono i getti di acqua.

La macchina presenta anche una pulsantiera di comando che permette di attivare e disattivare la mola da taglio e uno schermo trasparente di protezione in policarbonato che isola la zona di lavoro durante l'operazione di taglio. In Tabella 1 sono riportate alcune caratteristiche tecniche di questa macchina.

La prima operazione eseguita è stata il posizionamento del campione da tagliare nella morsa della macchina e, dopo averlo bloccato correttamente, è stato chiuso lo schermo protettivo trasparente ed è stata attivata la mola da taglio. Agendo su un'apposita leva, il campione è stato tagliato completamente lungo la direzione di costruzione. Una volta disattivata la macchina, il campione è stato prelevato dalla morsa e preparato per il processo di inglobatura. In Figura 22 a pagina seguente è mostrata la troncatrice utilizzata per il processo di taglio, mentre in Figura 23 è riportata una foto del campione in questione scattata subito dopo il processo di taglio.

Diametro max. troncabile (mm)	60
Potenza motore (kW)	1,1
Velocità mola da taglio (giri/min)	2850
Portata pompa (litri/min)	20
Capacità vasca (litri)	20
Peso (kg)	100
Dimensioni LxPxH (mm)	625x730x550

Tab. 1 Caratteristiche tecniche troncatrice metallografica Remet Tr-60 inox



Fig. 22 Troncatrice metallografica Remet Tr-60 utilizzata per il taglio del campione di acciaio inox 316L



Fig. 23 Immagine del campione da analizzare subito dopo essere stato tagliato

La fase successiva dello studio prevede l'inglobatura del campione per renderlo più facilmente maneggiabile nella successiva fase di lucidatura. Il processo di inglobatura a caldo è stato svolto con un'inglobatrice Struers LaboPress-1, mostrata in Figura 24. Per eseguire il processo è stata utilizzata una resina fenolica nera, mostrata nella Figura 25 insieme ad alcune indicazioni sul suo corretto utilizzo.



Fig. 24 Inglobatrice Struers LaboPress-1

Dopo aver posizionato il campione da inglobare sul piatto della macchina come mostrato in Figura 23, è stato azionato il comando che permette al pistone di scendere verso il basso e creare lo spazio che sarà poi riempito dalla resina. A questo punto sono stati inseriti tre misurini di resina fenolica nera all'interno della camera della macchina e, dopo aver controllato che il campione fosse completamente ricoperto dalla resina, la camera è stata chiusa per poter avviare il processo.



Fig. 25 (a) Resina fenolica nera utilizzata nel processo di inglobatura, (b) indicazioni sul corretto utilizzo della resina

La temperatura è stata impostata a 150°C, come previsto dalle indicazioni specifiche della resina. In seguito, è stato impostato un timer a 7 minuti ed è stata attivata la macchina, riportando il pistone verso l'alto e mettendo in pressione la camera fino al raggiungimento di una forza di circa 25 kN. Nei primi minuti del processo si è reso necessario mantenere costante la forza di 25 kN manualmente, agendo sui comandi che regolano l'altezza del pistone all'interno della camera.

Trascorsi i 7 minuti previsti, è stata disattivata la fonte di calore della macchina ed è stato aperto l'apposito rubinetto dell'acqua che consente il progressivo raffreddamento del campione. Dopo circa cinque minuti di raffreddamento, è stato chiuso il rubinetto dell'acqua ed è stata annullata la pressione all'interno della camera, facendo scendere il pistone verso il basso.

Infine, la camera è stata riaperta e, spostando il pistone verso l'alto, è stato possibile prelevare il campione, pronto per la successiva fase di lucidatura.

Il processo di lucidatura del campione è stato svolto in due fasi distinte: la prima manuale/meccanica, la seconda automatica. Le macchine impiegate per questo processo sono state rispettivamente una lucidatrice Struers LaboPol-21 e una Struers Tegramin-20, mostrate di seguito nelle Figure 26 e 27.



Fig. 26 Lucidatrice Struers LaboPol-21



Fig. 27 Lucidatrice Struers Tegramin-20

Per il processo di lucidatura manuale sono state utilizzate delle carte abrasive al carburo di silicio con granulometria 180, 320, 600, 1200, 2500 e 4000 (particelle di carburo di silicio per ogni pollice quadrato di carta). Dopo aver posizionato correttamente il foglio di carta abrasiva di granulometria 180 sulla macchina ed averlo bloccato, è stata attivata la lucidatrice ed è stato aperto il rubinetto dell'acqua. A questo punto il campione precedentemente inglobato è stato appoggiato sulla superficie della carta abrasiva e mantenuto in posizione per alcuni minuti. Successivamente si è passati alla carta abrasiva di granulometria 320, ripetendo lo stesso processo con l'accortezza di ruotare il campione di 90° ad ogni nuovo cambio di carta. Così facendo, il campione è stato lucidato fino alla carta di granulometria 4000. Al termine del processo, la superficie del campione presentava ancora delle imperfezioni e, per questo, si è reso necessario tornare indietro alla carta 2500 e ripetere le ultime due operazioni. Alla fine, si è ottenuta una superficie pressoché priva di graffi visibili ad occhio nudo, pronta per essere lavorata con la seconda macchina. Alcune carte abrasive utilizzate nel processo sono visibili in Figura 26.

La macchina automatica Tegramin-20 consente di completare la fase di lucidatura del campione e realizzare una superficie a specchio pronta per l'attacco chimico o elettrochimico e le successive osservazioni e analisi al microscopio ottico. Dopo aver aperto i rubinetti dell'acqua e dell'aria, è stata accesa la macchina e, dal display della stessa, è stato selezionato il materiale di cui è composto il campione da lucidare, ossia acciaio inossidabile. A questo punto, sono stati posizionati sul piano della macchina la prima carta ed il campione. Il dosaggio e la fuoriuscita di lubrificante sono stati gestiti in automatico dalla macchina stessa, così come la durata del processo.

Il processo è stato ripetuto per un totale di tre volte, utilizzando carte differenti e con tempi compresi tra 3 e 5 minuti circa, ottenendo ad ogni passaggio una superficie sempre più lucida. Alla fine di ogni passaggio, il campione è stato lavato con acqua e poi asciugato, così come sono state pulite le carte e lasciate asciugare in aria. Al termine della lucidatura il campione presentava una superficie priva di graffi o difetti visibili ad occhio nudo. In Figura 28 è mostrata una delle carte utilizzate nella fase di lucidatura del campione con la macchina automatica.



Fig. 28 Carta utilizzata per il processo di lucidatura automatica del campione

La fase successiva è stata caratterizzata da un'osservazione preliminare al microscopio ottico presente in laboratorio, prima di effettuare l'attacco chimico. Con il microscopio ottico è stato possibile osservare l'intera superficie del campione, variando alcuni parametri come l'ingrandimento, la messa a fuoco o la luminosità dell'immagine. In seguito, sono state salvate a computer all'incirca 15 micrografie differenti che mostrano varie zone della superficie del campione, al variare dei parametri sopra citati. Alla fine, sono stati osservati anche i graffi e le impurità che non erano visibili a occhio nudo, valutando l'efficienza delle operazioni di lucidatura eseguite in precedenza. La Figura 29 mostra il campione al termine delle fasi di lucidatura, mentre la Figura 30 il microscopio ottico utilizzato per le osservazioni.



Fig. 29 *Superficie del campione al termine delle fasi di lucidatura manuale e automatica*



Fig. 30 *Microscopio ottico invertito utilizzato per le osservazioni del campione*

Al termine delle osservazioni preliminari al microscopio ottico, è stato effettuato un attacco elettrochimico sul campione utilizzando una soluzione composta da 15 ml di HCl, 10 ml di HNO₃ e 1 ml di acido acetico. Mantenendo il campione in posizione orizzontale con l'ausilio di un paio di pinze, sono state versate alcune gocce della

soluzione sulla superficie e, dopo pochi secondi, l'azione dell'attacco è stata bloccata con alcol etilico. Il campione è stato poi sciacquato con acqua, asciugato con aria compressa e pulito delicatamente con un batuffolo di cotone. A questo punto sono state effettuate nuove osservazioni al microscopio ottico al fine di studiare meglio la microstruttura del campione, resa più visibile dall'attacco chimico.

La fase successiva dello studio comprende le prove di micro-durezza, effettuate sia sul campione di acciaio inox 316L DED descritto in precedenza, sia su un secondo campione di acciaio 316L DED V400 y-z. Per eseguire le prove in questione è stato utilizzato un micro-durometro Remet HX – 1000, dotato di un indentatore Vickers e mostrato in Figura 31.

Dopo aver posizionato e fissato correttamente il primo campione sulla macchina, sono stati impostati i parametri di processo, ovvero il valore del carico da applicare per la prova di micro-durezza e il tempo di permanenza di tale carico sulla superficie del campione. Nel caso specifico, è stato impiegato un carico di 500 gf per un tempo di 10 secondi. Osservando la superficie del campione, si è deciso di effettuare diverse prove di micro-durezza, suddivise in gruppi di tre indentazioni distanti 2 mm tra di loro e dal gruppo successivo.

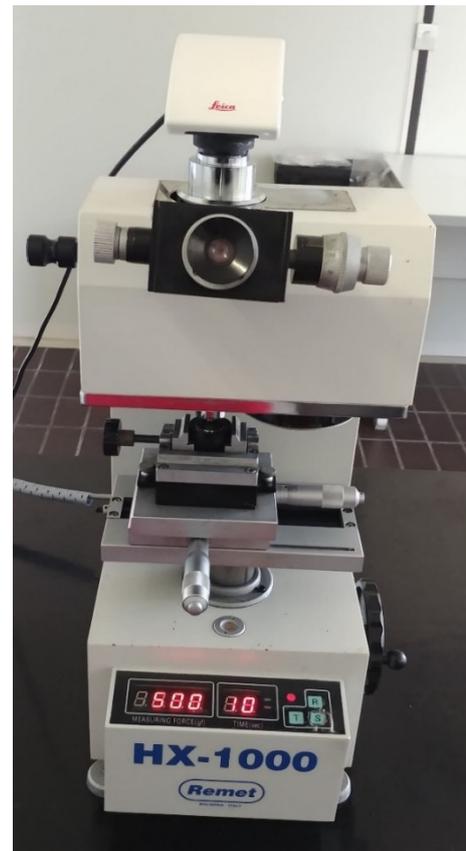


Fig. 31 Micro-durometro Remet HX-1000 con indentatore di tipo Vickers

In Figura 32, invece, è mostrato il campione di acciaio inox 316L DED V600 TQ y-z montato sulla macchina e pronto per essere spostato sotto la punta dell'indentatore.

Le prove di micro-durezza sono state effettuate progressivamente seguendo il verso di costruzione del campione, procedendo dal basso verso l'alto. Nell'eseguire ciascuna prova, inoltre, è stata verificata la presenza di una distanza minima dai bordi del campione di circa 2 mm. A questo punto è stata regolata manualmente la messa a fuoco dell'immagine ingrandita del campione, facendo sì che la superficie dello stesso venisse a trovarsi alla giusta distanza dalla punta dell'indentatore.

In seguito, il campione ed il supporto sono stati traslati fino alla posizione dell'indentatore ed è stata avviata la prova di micro-durezza. In questa fase è di cruciale importanza fare attenzione a non toccare il campione, la macchina o il piano di lavoro, per non provocare vibrazioni o urti che potrebbero danneggiare la punta dell'indentatore e allo stesso tempo fornire valori di durezza non attendibili.



Fig. 32 Campione di acciaio inox 316L DED V600 TQ y-z montato sul micro-durometro e pronto per le prove di micro-durezza

Trascorso il tempo necessario per lo svolgimento della prova, dopo essersi accertati che l'indentatore non fosse più a contatto con la superficie del campione, è stato possibile spostare nuovamente il supporto con il campione sotto l'obiettivo per osservare al computer l'immagine ingrandita dell'impronta lasciata dalla prova di micro-durezza, come mostrato nella Figura 33.



Fig. 33 Immagine ingrandita dell'impronta lasciata sulla superficie del campione dall'indentatore Vickers, con le diagonali evidenziate in blu e indicate con L_1 e L_2

Tramite un comune software di analisi di immagine, sono poi state misurate le dimensioni delle due diagonali di impronta L_1 e L_2 e poi calcolato il valore medio tra le due. Da questo valore è stata calcolata la durezza del campione nel punto analizzato, utilizzando un foglio di calcolo Excel precedentemente preparato con tutte le formule del caso e ricordando che il valore di durezza Vickers è direttamente proporzionale al valore del carico applicato per lo svolgimento della prova e inversamente proporzionale al quadrato della diagonale media d'impronta. Valgono, infatti, le seguenti relazioni:

$$HV = 1,8544 * \frac{F}{d^2} ; \quad d = \frac{d_1+d_2}{2}$$

in cui HV rappresenta il valore di durezza secondo la scala Vickers (Hardness Vickers), F è il valore del carico applicato dal penetratore durante la prova di micro-durezza misurato in kgf, d₁ e d₂ sono le misure delle due diagonali d'impronta lasciate dal penetratore e d è il valore medio tra le due, espresso in mm.

A questo punto, si è andati avanti con le misurazioni, spostando il campione di 2 mm e ripetendo la stessa procedura. Al termine delle prove di micro-durezza, il campione di acciaio inox 316L DED V600 TQ y-z è stato smontato dalla macchina e le stesse prove di micro-durezza sono state eseguite sul campione 316L DED V400 TQ y-z. In Figura 34 sono mostrati i due campioni analizzati, prima e dopo le prove di micro-durezza.



Fig. 34 a Campione di acciaio inox 316L DED V600 TQ y-z prima della prova di micro-durezza

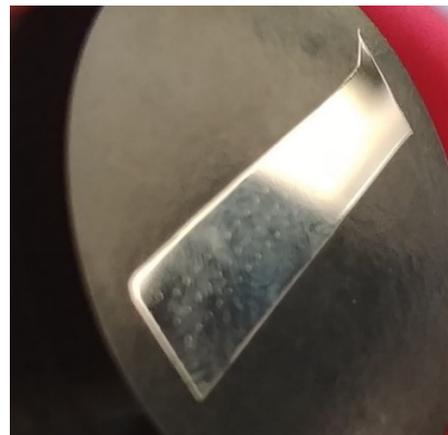


Fig. 34 b Campione di acciaio inox 316L DED V600 TQ y-z dopo la prova di micro-durezza effettuata con un carico di 500 gf applicato per 10 secondi



Fig. 34 c Campione di acciaio inox 316L DED V400 TQ y-z prima della prova di micro-durezza



Fig. 34 d Campione di acciaio inox 316L DED V400 TQ y-z dopo la prova di micro-durezza effettuata con un carico di 500 gf applicato per 10 secondi

Al fine di valutare gli effetti della direzione di costruzione dei provini o di eventuali trattamenti termici di post-processing sui valori di durezza, sono state effettuate altre prove di micro-durezza anche su un campione di acciaio inox 316L DED V400 x-y e su un altro campione 316L DED V400 z-y TT, mostrato in Figura 35.

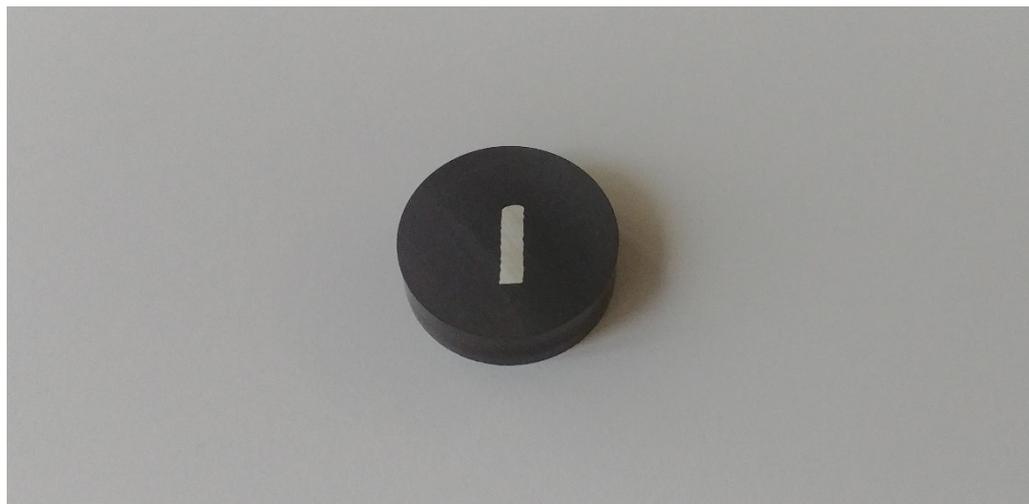


Fig. 35 Campione di acciaio inox 316L DED V400 z-y TT, trattato termicamente

Al termine di tutte le prove di micro-durezza sono stati analizzati i dati da esse ottenuti, utilizzando un foglio di calcolo Excel in cui si sono calcolate la media aritmetica dei valori di durezza per ogni gruppo di prove effettuate a 2 mm di distanza tra di loro, la deviazione standard associata alla misura e la deviazione dal valore medio. In questo modo è stato possibile studiare la variazione di durezza dei campioni sia nel verso di costruzione degli stessi, sia in direzione ortogonale, valutando quindi un valore medio di durezza nelle vicinanze del bordo destro, del bordo sinistro e nella zona centrale dei campioni. I risultati di tutte queste prove di micro-durezza saranno meglio descritti e analizzati nel capitolo successivo.

5. Risultati e discussione

Questo capitolo si pone l'obiettivo di presentare i risultati sperimentali ottenuti dalle prove di micro-durezza effettuate sui vari campioni di acciaio inox 316L e di evidenziarne i principali aspetti in comune o le principali differenze. Il primo campione sottoposto alle prove di micro-durezza Vickers è stato il 316L DED V600 TQ y-z. Dopo aver osservato la superficie del provino, si è deciso di realizzare una serie di prove di micro-durezza suddivise in gruppi da tre e distribuite per tutta la lunghezza del campione stesso. È stato impiegato un carico pari a 500 gf, che equivale a circa 4,9 N, per una durata di 10 secondi. Tutte le prove sono state effettuate seguendo la direzione di costruzione del campione, a 2 mm di distanza tra di loro e ad almeno 1 mm di distanza dai bordi della superficie del provino. Al termine delle prove di micro-durezza è stato realizzato un foglio di calcolo Excel in cui sono riportati i valori delle diagonali medie d'impronta, i rispettivi valori di durezza, il valor medio per ogni gruppo di prove effettuate, la deviazione standard associata alle misure e la deviazione dalla media. I risultati ottenuti sono mostrati in Tabella 2.

È possibile affermare che i risultati di micro-durezza ottenuti per questo campione risultano coerenti con quanto previsto da studi passati, con valori compresi tra 157 HV e 179 HV. La media complessiva tra tutti i valori ottenuti su questo campione, non presente in tabella, è di 165 HV, con una deviazione standard di 9,15. In Figura 36 è mostrato un grafico che riassume i valori medi di micro-durezza ottenuti per ogni singolo gruppo di prove, composto da tre misurazioni.

n.	Valori di micro-durezza (HV)			Valore medio di durezza (HV)	Deviazione standard	Deviazione dalla media
1	160,51	187,99	188,01	178,8	15,87	9,2
2	173,57	176,48	168,53	172,9	4,03	2,3
3	159,07	164,15	158,41	160,5	3,14	1,8
4	154,94	175,97	177,94	169,6	12,75	7,4
5	174,82	178,30	164,14	172,4	7,38	4,3
6	159,40	174,59	172,55	168,8	8,24	4,8
7	164,51	170,96	173,33	169,6	4,56	2,6
8	160,72	164,62	157,82	161,1	3,41	2,0
9	159,61	144,65	178,43	160,9	16,92	9,8
10	168,34	153,38	159,61	160,4	7,51	4,3
11	169,33	167,79	169,00	168,7	0,81	0,5
12	172,10	162,96	150,60	161,9	10,79	6,2
13	158,41	156,65	179,13	164,7	12,50	7,2
14	161,26	170,10	155,96	162,4	7,14	4,1
15	158,59	164,62	156,13	159,8	4,37	2,5
16	159,16	171,54	148,57	159,8	11,50	6,6
17	156,13	161,53	160,30	159,3	2,83	1,6
18	170,53	156,75	159,89	162,4	7,22	4,2
19	163,99	160,82	173,79	166,2	6,76	3,9
20	143,42	161,83	165,04	156,8	11,66	6,7
21	166,96	164,94	156,45	162,8	5,57	3,2

Tab. 2 Risultati sperimentali delle prove di micro-durezza sul campione 316L DED V600 TQ y-z

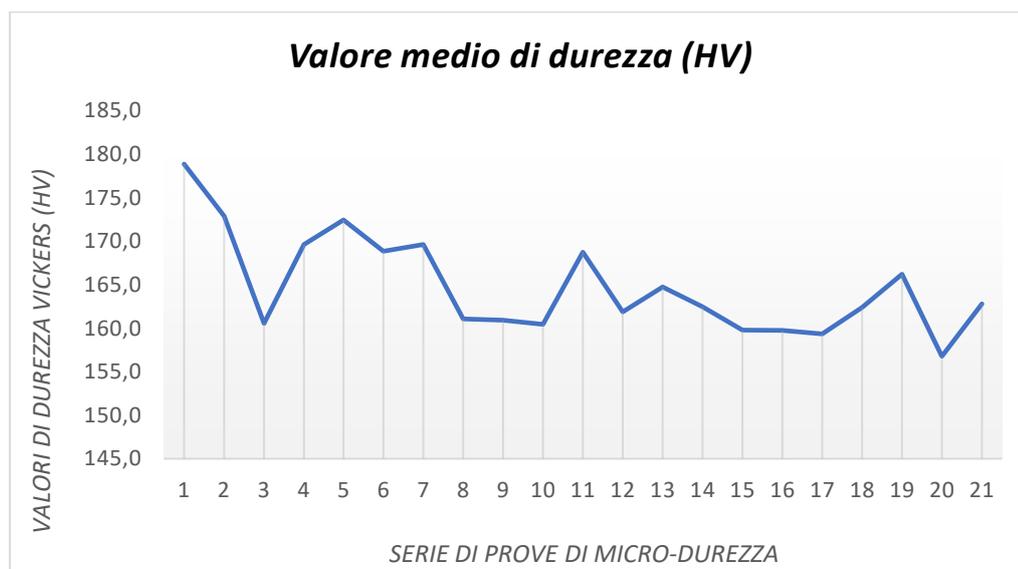


Fig. 36 Grafico che mostra la variazione del valore medio di durezza per ogni gruppo di prove, al variare dell'altezza di costruzione del provino 316L DED V600 TQ y-z

Le successive prove di micro-durezza sono state eseguite sul campione 316L DED V400 TQ y-z, che differisce dal precedente solo per la più bassa velocità di scansione con cui è stato ottenuto. I parametri legati alle prove di micro-durezza, ovvero il carico e il tempo di permanenza dello stesso sulla superficie del provino, sono rimasti gli stessi (500 gf per 10 secondi). Come in precedenza, le singole prove sono state suddivise in gruppi da tre ed effettuate a 2 mm di distanza tra di loro e ad almeno 1 mm dai bordi del campione. Al termine delle prove, i risultati sono stati analizzati e riassunti in un foglio di calcolo Excel, mostrato in Tabella 3. Dalla tabella è possibile notare come i valori di micro-durezza risultino più elevati rispetto al precedente campione e tutti compresi tra 177 HV e 207 HV. I primi gruppi di misurazioni, inoltre, hanno evidenziato valori leggermente più alti di quelli ottenuti in prossimità del centro del campione e nella zona finale.

n.	Valori di micro-durezza (HV)			Valore medio di durezza (HV)	Deviazione standard	Deviazione dalla media
1	188,64	203,63	231,01	207,8	21,48	12,4
2	203,18	186,86	193,88	194,6	8,18	4,7
3	200,76	196,47	191,57	196,3	4,60	2,7
4	181,38	199,10	195,23	191,9	9,31	5,4
5	184,22	188,85	191,10	188,1	3,51	2,0
6	181,24	189,68	183,70	184,9	4,34	2,5
7	180,32	197,36	194,56	190,7	9,14	5,3
8	179,74	190,99	184,11	184,9	5,67	3,3
9	189,81	186,87	189,56	188,7	1,63	0,9
10	211,17	182,26	187,78	193,7	15,35	8,9
11	189,55	188,75	203,75	194,0	8,44	4,9
12	187,24	189,57	172,18	183,0	9,44	5,4
13	177,25	176,90	176,06	176,7	0,61	0,4
14	207,87	174,10	170,33	184,1	20,67	11,9

Tab. 3 Risultati sperimentali delle prove di micro-durezza sul campione 316L DED V400 TQ y-z

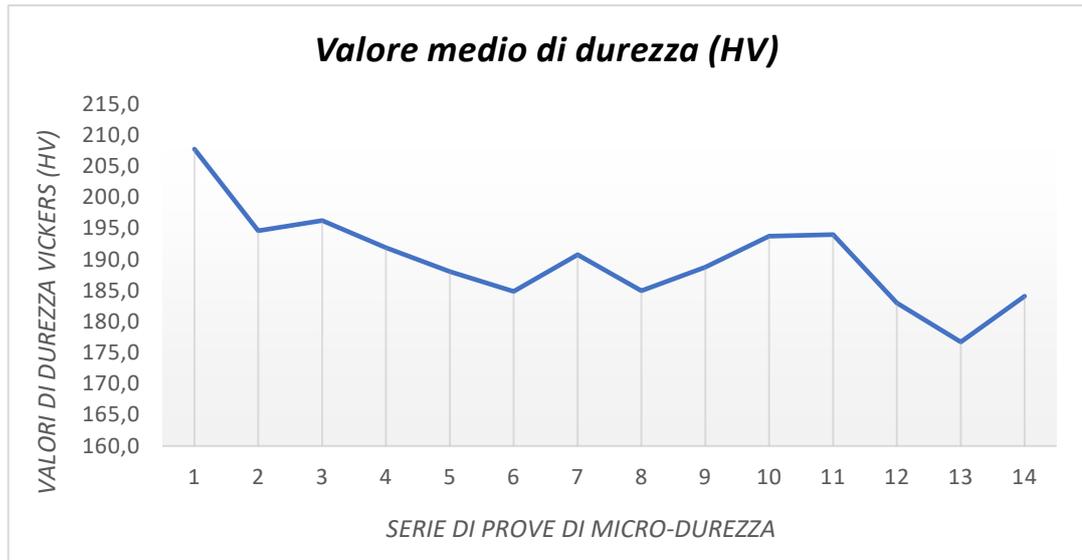


Fig. 37 Grafico che mostra la variazione del valore medio di durezza per ogni gruppo di prove, al variare dell'altezza di costruzione del provino 316L DED V400 TQ y-z

Analizzando più nel dettaglio questi risultati si osserva anche che le misurazioni effettuate in prossimità dei bordi superiore e inferiore del provino, ovvero quelle dei gruppi n.1 e n.14, presentano un'elevata deviazione standard. Ciò è del tutto coerente con le immagini delle impronte lasciate dal penetratore Vickers che mostrano in questi casi delle forme alquanto irregolari. In generale, il valor medio tra tutte le misurazioni effettuate si attesta a 190 HV, con una deviazione standard di 11,34. In Figura 37 è mostrato il grafico che riassume i risultati sopra descritti.

Come descritto nel capitolo precedente, al fine di studiare l'effetto della direzione di costruzione del campione o di eventuali trattamenti termici sui valori di micro-durezza, si è deciso di ripetere le prove sperimentali anche su un'altra serie di campioni.

Il primo è stato realizzato in direzione x-y e, per questo, è stato chiamato 316L DED V400 TQ x-y. Per questo campione è stato impiegato un carico di 25 gf, che equivale a circa 0,25 N, con un tempo di permanenza del carico sempre pari a 10 secondi.

Anche la strategia di realizzazione delle prove di micro-durezza e di acquisizione dei dati presenta delle differenze con le precedenti analisi. In questo caso, infatti, le prove sono state suddivise in gruppi da tre, distanti 1 mm tra di loro e 4 mm da quelle del gruppo successivo. La distanza di un millimetro è giustificata sia dal più basso carico applicato nelle prove, sia dalla geometria del provino stesso, molto più stretto dei precedenti. In ogni caso, è stato verificato che ci fosse almeno 1 mm di distanza anche tra una singola misura e il bordo della superficie del campione.

Per ciò che riguarda la strategia impiegata nell'acquisizione e nell'analisi dei dati di micro-durezza, questa volta sono stati calcolati i valori medi di durezza per tutte le misurazioni effettuate in prossimità del bordo sinistro, del bordo destro e nella zona centrale del campione. Al termine dello studio, quindi, si sono ottenuti soltanto tre valori medi di durezza, uno per ogni gruppo di nove misurazioni realizzate. In questo caso il valore medio ottenuto tra tutte le prove è risultato pari a 201 HV con una deviazione standard di 14,85. Tali risultati sono riassunti in Tabella 4, mentre in Figura 38 è mostrato un diagramma a barre che evidenzia i valori medi di durezza per ogni gruppo di misurazioni. Come è possibile vedere in Tabella 4, inoltre, le misurazioni effettuate nella zona centrale del campione mostrano valori di durezza leggermente inferiori a quelli ottenuti in prossimità del bordo destro o di quello sinistro.

n.	Valori di micro-durezza (HV)			Valore medio di durezza (HV)	Deviazione standard	Deviazione dalla media
1 (sx)	243,51	206,26	183,31	203,8	21,17	7,1
	176,14	228,91	201,52			
	195,32	206,01	193,53			
2 (ce)	178,71	206,01	195,28	196,8	11,51	3,8
	208,33	198,75	207,50			
	206,75	183,31	186,15			
3 (dx)	201,56	215,13	189,41	201,5	11,56	3,9
	205,09	200,80	202,33			
	214,09	178,32	206,79			

Tab. 4 Risultati sperimentali delle prove di micro-durezza sul campione 316L DED V400 TQ x-y

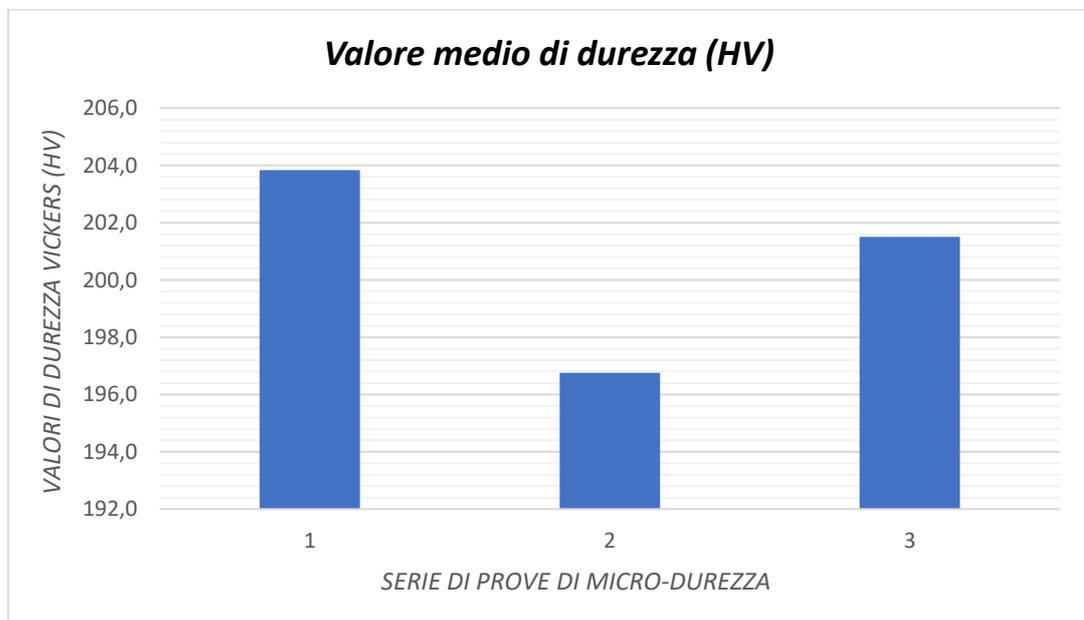


Fig. 38 Grafico a barre che mostra i valori medi di durezza per ogni gruppo costituito da nove misurazioni nella direzione ortogonale a quella di costruzione del provino 316L DED V400 TQ x-y

L'ultimo campione ad essere analizzato e sottoposto alle prove di micro-durezza è stato il 316L DED V400 TT y-z, precedentemente sottoposto ad un trattamento termico di omogeneizzazione a 1150°C per 2 ore, seguito da raffreddamento in aria. Per questo campione sono stati impiegati gli stessi parametri di processo degli altri campioni y-z non trattati, ovvero un carico di 500 gf applicato per 10 secondi e una suddivisione delle misurazioni in gruppi da tre. Ogni misurazione è stata effettuata a 2 mm dalla precedente e in modo tale che ogni gruppo di misure fosse a 2 mm dal gruppo precedente e ad almeno 1 mm dai bordi della superficie in esame. I risultati di queste misurazioni sono riassunti in Tabella 5.

n.	Valori di micro-durezza (HV)			Valore medio di durezza (HV)	Deviazione standard	Deviazione dalla media
1	185,47	204,92	182,03	190,8	12,34	7,1
2	184,70	203,01	194,21	194,0	9,16	5,3
3	184,24	188,40	194,84	189,2	5,34	3,1
4	190,08	199,83	186,99	192,3	6,70	3,9
5	182,60	172,11	203,91	186,2	16,20	9,4
6	176,91	191,66	196,98	188,5	10,40	6,0
7	195,69	187,57	167,63	183,6	14,44	8,3
8	183,70	174,10	181,52	179,8	5,03	2,9
9	175,84	199,24	175,97	183,7	13,47	7,8
10	185,97	187,58	171,48	181,7	8,87	5,1
11	187,77	188,51	230,17	202,2	24,27	14,0

Tab. 5 Risultati sperimentali delle prove di micro-durezza sul campione 316L DED V400 TT y-z

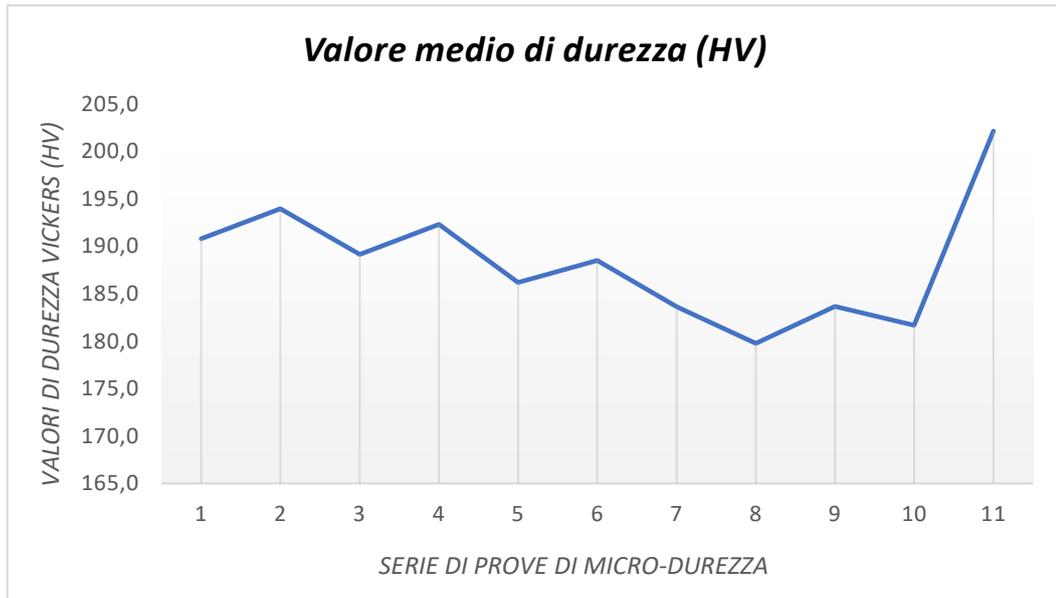


Fig. 39 Grafico che mostra la variazione del valore medio di durezza per ogni gruppo di prove, al variare dell'altezza di costruzione del provino 316L DED V400 TT y-z

Come mostrato in Tabella 5, i valori medi di durezza in questo caso variano tra 180 HV e 202 HV. In generale, effettuando la media complessiva tra tutte le misurazioni si ottiene un valore di 188 HV con una deviazione standard pari a 12,01. Anche in questo caso, come già descritto in precedenza, le misurazioni realizzate in prossimità dei bordi superiore e inferiore del campione mostrano valori di micro-durezza leggermente superiori e con una deviazione standard elevata, il che indica una maggiore incertezza legata alla misura stessa. In Figura 39 è mostrato il grafico che riassume l'andamento dei valori medi di durezza descritti in Tabella 5 al variare dell'altezza di costruzione del provino.

Conclusioni

In questa Tesi di Laurea è stato studiato l'effetto dei trattamenti termici e dei parametri di processo sulle proprietà meccaniche e microstrutturali di campioni di acciaio inox 316L prodotti additivamente con le tecnologie L-PBF e DED. In sintesi, come già descritto, i trattamenti termici fino a 500°C non influenzano in maniera significativa la microstruttura dei campioni, né tantomeno i valori medi di durezza. L'intervallo di temperatura 600-750°C, al contrario, è quello più critico per la precipitazione di carburi di cromo, specialmente Cr_{23}C_6 , e per questo motivo è necessario limitare quanto più possibile la presenza di carbonio nella matrice dell'acciaio. Trattamenti fino a 900°C riducono la resistenza alla corrosione dell'acciaio, mentre con temperature superiori a 1000°C le cellule di dislocazione si destrutturano completamente.

Dal confronto tra i campioni di acciaio 316L prodotti per DED e quelli realizzati per L-PBF, si è notato che i primi hanno una resistenza a snervamento inferiore, a causa della microstruttura a grani più fini e che l'allungamento totale a trazione è del 3,2% superiore rispetto ai campioni L-PBF [16]. È stato osservato, inoltre, che sebbene i campioni di 316L prodotti con la tecnologia DED abbiano una migliore resistenza alla corrosione per vaiolatura rispetto ai corrispettivi campioni realizzati con tecniche di manifattura tradizionali, tale valore di resistenza è comunque inferiore a quello che si avrebbe nei campioni prodotti per SLM [19].

Anche i parametri di processo, come la potenza del fascio laser o la velocità di scansione, influenzano le proprietà dei campioni in esame. Con laser a “bassa potenza”, infatti, si ottengono valori di durezza, allungamento massimo a trazione e

resistenza a snervamento maggiori rispetto a quelli ottenibili utilizzando un laser a maggiore potenza (1 kW). Questo laser, infatti, genera pozze di fusione più grandi ma meno profonde.

Per ciò che riguarda le prove di micro-durezza Vickers effettuate in laboratorio, invece, è stato osservato che il campione 316L DED V600 TQ y-z mostra valori inferiori rispetto al campione 316L DED V400 TQ y-z, ottenuto con una più bassa velocità di scansione. Il campione 316L DED V400 TT y-z, trattato termicamente a 1150°C per 2 ore e poi lasciato raffreddare in aria, ha mostrato valori dell'ordine di 188 HV, ovvero leggermente inferiori rispetto a quelli ottenuti sull'analogo campione non trattato. Sul campione 316L DED V400 TQ x-y, infine, sono stati ottenuti i valori di durezza più elevati, con una media di circa 200 HV.

Osservando tutti i valori ottenuti, si può affermare che le zone centrali dei campioni mostrano valori di micro-durezza leggermente inferiori, ma allo stesso tempo con una deviazione standard più bassa, ovvero con una più bassa incertezza legata alla misurazione. Al contrario, nelle zone dei campioni più vicine ai bordi, i valori ottenuti sono maggiori, ma anche meno accurati.

In conclusione, la scelta della migliore tecnologia additiva da impiegare in un processo di stampa 3D, con i relativi parametri di processo, dovrà essere effettuata in funzione delle proprietà fisiche e meccaniche che il prodotto finale dovrà avere.

In ogni caso, sarà possibile eseguire un trattamento termico di post-processing al fine di distendere le tensioni residue generate dalle elevate temperature che si raggiungono nei processi additivi.

Bibliografia

- [1] Houshang Yin, Miao Song, Pu Deng, Lin Li, Barton C. Prorok, Xiaoyuan Lou
Thermal stability and microstructural evolution of additively manufactured 316L stainless steel by laser powder bed fusion at 500–800 °C
Additive Manufacturing, Volume 41, May 2021, 101981
- [2] H. Fayazfar, M. Salaria, A. Rogalsky, D. Sarker, P. Russo, V. Paserin, E. Toyserkani
A critical review of powder-based additive manufacturing of ferrous alloys: process parameters, microstructure and mechanical properties
Materials & Design, Volume 144, 15 April 2018, Pages 98-128
- [3] OO Salman, C. Gammer, AK Chaubey, J. Eckert, S. Scudino
Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of 316L steel synthesized by selective laser melting
Materials Science and Engineering: A, Volume 748, 4 March 2019, Pages 205-212
- [4] A. Perron, C. Toffolon-Masclat, X. Ledoux, F. Buy, T. Guilbert, S. Urvoy, S. Bosonnet, B. Marini, F. Cortial, G. Texier, C. Harder, V. Vignal, Ph. Petit, J. Farré, E. Suzon
Understanding sigma-phase precipitation in a stabilized austenitic stainless steel (316Nb) through complementary CALPHAD-based and experimental investigations
Acta Materialia, Volume 79, 15 October 2014, Pages 16-29

- [5] Sebastien Dryepondt, Peeyush Nandwana, Patxi Fernandez-Zelaia, Fred List III
Microstructure and high temperature tensile properties of 316L fabricated by laser powder-bed fusion
Additive Manufacturing, Volume 37, January 2021, 101723
- [6] P. Dong, F. Vecchiato, Z. Yang, P. A. Hooper, M. R. Wenman
The effect of build direction and heat treatment on atmospheric stress corrosion cracking of laser powder bed fusion 316L austenitic stainless steel
Additive Manufacturing, Volume 40, April 2021, 101902
- [7] Ram Krishna Upadhyay, Arvind Kumar
Scratch and wear resistance of additive manufactured 316L stainless steel sample fabricated by laser powder bed fusion technique
Wear, Volumes 458–459, 15 October 2020, 203437
- [8] Maria L. Montero-Sistiaga, Miguel Godino-Martinez, Kurt Boschmans, Jean-Pierre Kruth, Jan Van Humbeeck, Kim Vanmeensel
Microstructure evolution of 316L produced by HP-SLM (high power selective laser melting)
Additive Manufacturing, Volume 23, October 2018, Pages 402-410
- [9] Aziz Chniouel, Pierre-François Giroux, Fernando Lomello, Pascal Aubry, Élodie Vasquez, Olivier Hercher & Hicham Maskrot
Influence of substrate temperature on microstructural and mechanical properties of 316L stainless steel consolidated by laser powder bed fusion

The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, Volume 111, Pages 3489–3503, 11 November 2020

- [10] Ali Eliasu, Aleksander Czekanski & Solomon Boakye-Yiadom

Effect of laser powder bed fusion parameters on the microstructural evolution and hardness of 316L stainless steel

The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, Volume 113, Pages 2651–2669, 23 February 2021

- [11] S. M. Thompson, L. Bian, N. Shamsaei, A. Yadollahi

An overview of Direct Laser Deposition for additive manufacturing, Part I: Transport phenomena, modeling and diagnostics

Additive Manufacturing, Vol. 8, pp. 36–62, 2015

- [12] Marcus A. Jackson, Aaron Kim, Jacob A. Manders, Dan J. Thoma, Frank E. Pfefferkorn

Production of mechanically-generated 316L stainless steel feedstock and its performance in directed energy deposition processing as compared to gas-atomized powder

CIRP, Journal of Manufacturing Science and Technology, Vol. 31, Pages 233-243, November 2020

- [13] Seifallah Fetni, Tommaso Maurizi Enrici, Tobia Niccolini, Hoang Son Tran, Olivier Dedry, Laurent Duchêne, Anne Mertens, Anne Marie Habraken

Thermal model for the directed energy deposition of composite coatings of 316L stainless steel enriched with tungsten carbides

Materials & Design, Volume 204, June 2021, 109661

- [14] Alberta Aversa, Gabriele Piscopo, Alessandro Salmi & Mariangela Lombardi
- Effect of Heat Treatments on Residual Stress and Properties of AISI 316L Steel Processed by Directed Energy Deposition**
- Journal of Materials Engineering and Performance, Volume 29, Pages 6002-6013, 2020
- [15] K. Benarji, Y. Ravi Kumar, A. N. Jinoop, C. P. Paul & K. S. Bindra
- Effect of Heat-Treatment on the Microstructure, Mechanical Properties and Corrosion Behaviour of SS 316 Structures Built by Laser Directed Energy Deposition Based Additive Manufacturing**
- Metals and Materials International, Volume 27, Pages 488-499, 2021
- [16] Kumaran M & Senthilkumar V
- Experimental characterization of stainless steel 316L alloy fabricated with combined powder bed fusion and directed energy deposition**
- Welding in the World, 2021
- [17] Louis Simoneau, Alexandre Bois-Brochu & Carl Blais
- Tensile Properties of Built and Rebuilt/Repaired Specimens of 316L Stainless Steel Using Directed Energy Deposition**
- Journal of Materials Engineering and Performance, Volume 29, Pages 6139-6146, 2020
- [18] Xiao-hui Chen, Bo Chen, Xu Cheng, Guo-chao Li & Zheng Huang
- Microstructure and properties of hybrid additive manufacturing 316L component by directed energy deposition and laser remelting**
- Journal of Iron and Steel Research International, Volume 27, Pages 842-848, 2020

[19] D. R. Feenstra, V. Cruz, X. Gao, A. Molotnikov, N. Birbilis

Effect of build height on the properties of large format stainless steel 316L fabricated via directed energy deposition

Additive Manufacturing, Volume 34, August 2020, 101205

[20] Abdollah Saboori, Alberta Aversa, Federico Bosio, Emilio Bassini, Erica Librera, Michele De Chirico, Sara Biamino, Daniele Ugues, Paolo Fino, Mariangela Lombardi

An investigation on the effect of powder recycling on the microstructure and mechanical properties of AISI 316L produced by Directed Energy Deposition

Materials Science and Engineering: A, Volume 766, 24 October 2019, 138360