



**UNIVERSITÀ POLITECNICA DELLE MARCHE  
FACOLTÀ DI INGEGNERIA**

---

**Corso di Laurea Triennale in Ingegneria Meccanica**

**Confronto di strutture reticolari in acciaio 316L e acciaio duplex fabbricate  
tramite il processo di fusione a letto di polvere con laser**

**Comparison of 316L steel and duplex steel lattice structures fabricated using the  
laser powder bed fusion process**

**Relatore: Prof.  
Santecchia Eleonora**

**Tesi di Laurea di:  
Andreucci Nicola**

**Correlatore: Dott.ssa  
Gatto Maria Laura**



Alla mia famiglia e  
a tutti i miei amici che mi hanno  
sostenuto per raggiungere questo traguardo.

# INDICE

## - INTRODUZIONE

## - CAPITOLO 1. ADDITIVE MANUFACTURING

1.1 Caratteristiche generali

1.2 fusione a letto di polvere con laser (LPBF)

## - CAPITOLO 2. ACCIAI INOSSIDABILI

2.1 Acciai inossidabili Austenitici

2.2 Acciai inossidabili Bifasici

2.3 Acciaio 316l e duplex a confronto

## - CAPITOLO 3. PROCEDURE SPERIMENTALI

3.1 Inglobatura

3.2 Assottigliamento Metallico e Lucidatura

3.2 Attacco elettrochimico

3.3 Microscopio ottico

3.4 SEM

## - CAPITOLO 4. RISULTATI SPERIMENTALI

## - CONCLUSIONI

## - SITOGRAFIA E BIBLIOGRAFIA

## - RINGRAZIAMENTI

# INTRODUZIONE

L'obiettivo di questa tesi è analizzare e confrontare due strutture reticolari dette "scaffolds", una realizzata in acciaio 316l e l'altra in acciaio duplex, con la finalità di realizzare protesi biomediche permanenti garantendo la rigenerazione del tessuto. La particolarità di queste strutture è la loro composizione "graded dense out" ovvero presentano una graduazione dello strat, in particolare, essi presenteranno uno strat maggiore all'esterno e minore all'interno. I campioni sono stati fabbricati per additive manufacturing con la tecnica fusione a letto di polvere con laser (LPBF). L'acciaio 316l appartiene alla classe degli inossidabili austenitici, in quanto presenta una struttura completamente austenitica, dall'altra parte avremo che il duplex è anch'esso inossidabile ma in questo caso sarà bifasico ovvero composto da austenite e ferrite. Lo scopo finale è quello di riuscire ad osservare questi due campioni al microscopio ottico e al microscopio elettronico e di osservare le differenti microstrutture.

La prima fase è quella della preparazione dei campioni dove attraverso una inglobatrice a caldo si è potuto inglobare i provini per poi successivamente eseguire assottigliamento meccanico mediante delle carte abrasive di carburi di silicio, per poi infine lucidarli.

La seconda fase è la realizzazione dell'incastellatura per garantire il passaggio di corrente durante l'attacco elettrochimico, tramite una vite autofilettante, dopodiché si è effettuato l'attacco per esaltare e rendere visibili bordi di grano, seconde fasi ed eventuali pozze di fusione caratteristiche della fusione a letto di polvere con laser.

La terza fase è l'osservazione dei campioni al microscopio ottico invertito, dove si è osservata la microstruttura dei due campioni attaccati precedentemente.

Infine, si sono osservati ulteriori due scaffold nelle condizioni "come prodotta" al microscopio a scansione SEM, attraverso la tecnologia di spettroscopia a dispersione di energia (EDS). Una volta preparati i due stub relativi ai due differenti campioni si sono acquisite le immagini degli scaffold a basso ingrandimento per poi tramite il software "ImageJ" si è determinato le varie

dimensioni dello strat e calcolato i valori medi, deviazione standard per ogni immagine così da ottenere un quadro ampio ed esaustivo della situazione.

La tesi si sviluppa in quattro capitoli, necessari per definire l'intero contesto in cui si è lavorato.

Nel primo capitolo si discutono le tematiche relative all'additive manufacturing, affrontando inizialmente l'argomento in maniera generale, parlando delle varie tecniche e comparandola alle tradizionali tecnologie. Si è poi concentrata l'attenzione sulla tecnica di fusione a letto di polvere con laser (LPBF) con cui sono stati processati i campioni analizzati, un processo particolare che sfrutta l'energia termica di un laser per fondere e solidificare una regione di un letto di polvere, posizionata su un piano mobile in direzione verticale.

Il secondo capitolo tratta gli acciai inossidabili evidenziando le loro caratteristiche come proprietà meccaniche e microstruttura per poi mettere in rilievo le caratteristiche dei bifasici e austenitici facendo particolare riferimento al 316l e al duplex.

Nel terzo capitolo si parla delle varie procedure sperimentali in particolare, inglobatura tramite utilizzo di resine sintetiche utilizzando una inglobatrice a caldo per poi passare all'assottigliamento meccanico con carte abrasive ai carburi di silicio, lucidatura e attacco elettrochimico. Si analizzano poi le varie tecniche di acquisizione di immagini ovvero il microscopio ottico, il suo principio di funzionamento e le sue caratteristiche principali per poi passare al microscopio elettronico a scansione SEM con il quale sono state acquisite immagini degli scaffolds.

Nel quarto e ultimo capitolo, vengono presentati i risultati ottenuti durante l'analisi dei campioni, discutendo e argomentando gli stessi.

# **CAPITOLO 1.**

## **ADDITIVE MANUFACTURING**

### **1.1 CARATTERISTICHE GENERALI**

L'additive manufacturing è una famiglia di processi basati sulla stratificazione progressiva di materiale, su livelli sovrapposti lungo "l'asse Z" (verso l'alto), al fine di ottenere un oggetto tridimensionale. I singoli strati di materiale vengono generati con diversi metodi, in base della tecnologia utilizzata.

Tali tecnologie sono state applicate con successo in diversi settori industriali, per la produzione di oggetti e attrezzature come componenti per il settore automotive, strumentazione da laboratorio e come nel nostro caso di strutture per l'uso biomedico. L'AM (Additive Manufacturing) è destinato ad affiancare e/o sostituire le tradizionali tecnologie che riguardano la manifattura sottrattiva [1].

Per manifattura sottrattiva si intende un processo di lavorazione controllata e di asportazione di materiale partendo da semplici blocchi solidi di plastica o metallo che vengono lavorati per asportazione di truciolo e attraverso tecniche di taglio, foratura, piegatura, rettifica e molto altro. Tutte queste lavorazioni vengono eseguite manualmente o attraverso macchine a controllo numerico.

Sebbene esistano differenze fondamentali, la produzione sottrattiva e quella additiva non si escludono a vicenda. Infatti, sono spesso utilizzati fianco a fianco e in fasi diverse dello sviluppo del prodotto e della produzione.

Ad esempio, il processo di prototipazione si basa spesso su strumenti additivi e sottrattivi. I primi modelli e prototipi sono generalmente più economici e veloci da produrre con processi di produzione additiva. Le tecnologie additive sono generalmente più adatte anche a pezzi piccoli e a progetti molto complessi.

Quando le fasi successive del processo di sviluppo richiedono lotti più grandi, i processi sottrattivi diventano più competitivi [2].

L'additive racchiude tre concetti che identificano e contraddistinguono questa tecnologia e che prendono il nome di: rapid prototyping, rapid tooling e rapid manufacturing.

Le tecniche Rapid Prototyping (RP) sono processi dove i componenti vengono costruiti gradualmente in strati, fino a ottenere la geometria finale. Il modo in cui vengono prodotti gli strati, tuttavia, e i materiali in cui le parti possono essere costruite, variano in modo significativo tra i diversi processi.

Come riportato in figura 1.1, il punto di partenza per il processo RP è in genere un modello CAD 3D, preparato ed esportato per soddisfare i requisiti richiesti. I dati ottenuti vengono poi riformattati in un file stl. A questo punto il modello virtuale viene sottoposto allo slicing, ovvero viene diviso in tante sezioni con lo spessore degli strati che andranno poi stampati durante il processo; in questo step vengono determinati anche quali sono i parametri di processo, quali sono i costi e i tempi di produzione. Una volta validate tutte queste considerazioni, avviene il processo di stampa 3D o manifattura additiva e la macchina inizia la fabbricazione del pezzo in esame. Una volta ultimata la fabbricazione del prodotto, i passi successivi sono quelli di rimuovere i supporti, ripulire il componente ed eventualmente sottoporlo ad un post trattamento, con il fine di migliorare le caratteristiche meccaniche ed estetiche dell'oggetto in esame, in funzione dell'applicazione finale per cui è stato progettato. Terminata la fase di post-processing il prodotto è completo e pronto per essere messo in opera [3].

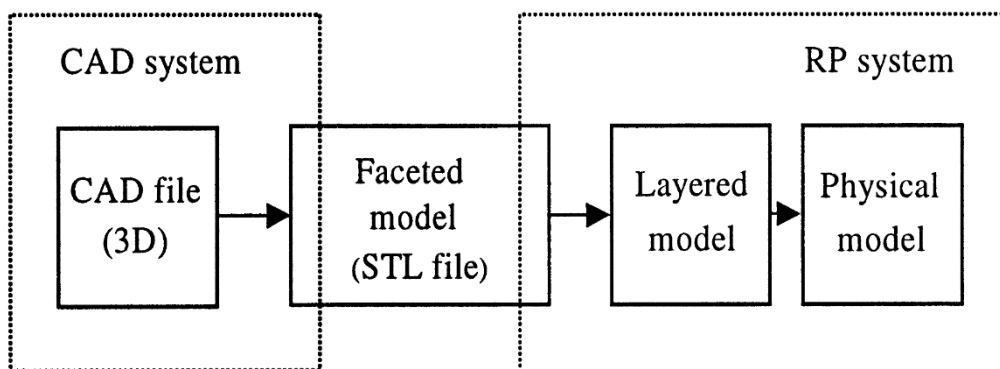


Figura 1.1 trasferimento dati Cad – RP.

Rapid Tooling (RT) è un'estensione naturale di RP. Ha avuto origine dalla necessità di valutare i modelli RP in termini di prestazioni. Per consentire la convalida delle prestazioni, tali modelli (prototipi) devono essere prodotti utilizzando lo stesso materiale e lo stesso processo di produzione che verranno utilizzati nella produzione su larga scala. Pertanto, i processi RT completano le opzioni RP essendo in grado di fornire quantità più elevate di modelli in una più ampia varietà di materiali.

Il Rapid manufacturing è il termine con il quale indichiamo la produzione rapida di prodotti personalizzati, secondo le esigenze del cliente [4].

Le tecnologie additive sono suddivise in tre macroaree, basate sulle caratteristiche della materia prima:

- POLVERI: tecniche basate sulla sinterizzazione o fusione delle polveri o sulla deposizione di un legante chimico su un letto di polvere omogeneo
- SOLIDI: tecniche che prevedono l'incollaggio stratificato di fogli o l'estrusione di un materiale solido o semi solido
- LIQUIDI: tecniche di fotopolimerizzazione tramite lampade UV o di stampaggio a getto [1].

Poiché la tecnologia di produzione additiva può formare parti complesse con una buona risoluzione e abbreviare i tempi di produzione, è un metodo di produzione adatto per impianti ortopedici con una struttura irregolare e complicata. Per soddisfare le esigenze del modulo elastico, della resistenza e delle caratteristiche di fatica dell'impianto, sarà sufficiente modificare alcuni parametri della lavorazione. Al giorno d'oggi, la tecnologia di produzione additiva applicata alla produzione di impianti metallici è principalmente la fusione a letto di polvere (PBF) Power Bed Fusion.

## 1.2 FUSIONE A LETTO DI POLVERE CON LASER (LPBF)

La tecnologia Powder Bed Fusion (PBF) sfrutta l'energia termica di una sorgente per fondere e far solidificare una regione di un letto di polvere, posizionato su un piano in grado di muoversi in direzione verticale. A seconda del tipo di energia termica utilizzata, il PBF può essere suddiviso in fusione o sinterizzazione tramite laser ed electron beam melting (EBM).

La tecnologia PBF con laser, comprende la sinterizzazione laser selettiva (SLS), la fusione laser selettiva (SLM). Come semplice metodo di elaborazione, SLS è privo della struttura di supporto ed è adattabile a molti tipi di materiali, è ampiamente usato nella lavorazione di polimeri e polveri metalliche. Tuttavia, per i metalli, l'SLS è superato da SLM da due aspetti:

- Qualità della superficie; la qualità superficiale di SLM è molto migliore di quella di SLS.
- L'SLM può elaborare una gamma più ampia di materiali metallici, come titanio puro, leghe di titanio, leghe di cobalto-cromo, acciaio inossidabile e altri metalli, nel nostro caso corrisponde alla tecnica (LPBF).

Quindi, SLM è più ampiamente usato negli impianti metallici. Un altro metodo utilizzato nella lavorazione dei materiali metallici è l'EBM. Condivide lo stesso principio di stampaggio con SLM, ma usano diverse fonti di energia.

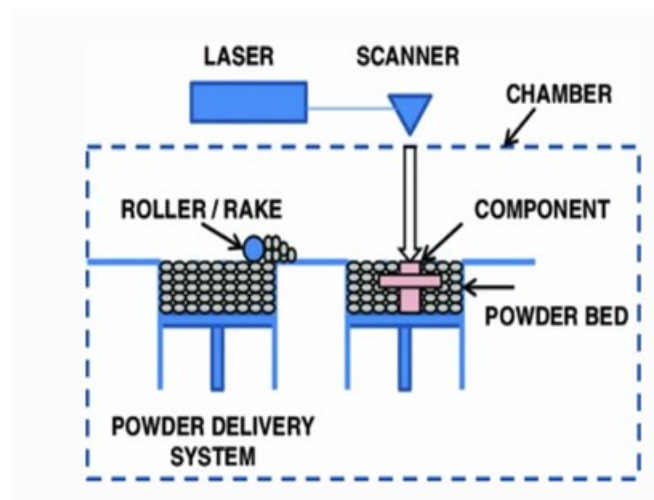


Figura 1.2 sistema a letto di polvere.

La Figura 1.2 è uno schema di un sistema generico a letto di polvere con laser (LPBF). I vantaggi di questo sistema includono la sua capacità di produrre caratteristiche ad alta risoluzione, passaggi interni e mantenere il controllo dimensionale [5].

Il numero di materiali disponibili è ancora limitato rispetto ad altri processi di subtractive manufacturing, LPBF utilizza vari metalli come cromo cobalto, leghe di nichel, titanio, alluminio, acciaio inossidabile e rame, inoltre questa tecnologia può essere utilizzata per la produzione di parti in applicazioni cosmetiche, componenti dentali, impianti chirurgici.

Il processo condivide caratteristiche con molte altre tecnologie di produzione additiva a strati: un programma utilizza i dati del modello 3D e li suddivide matematicamente in sezioni trasversali 2D; ogni sezione fungerà da modello che consente alla macchina LPBF di sapere dove creare con precisione perimetri e campitura. I dati vengono trasferiti all'apparecchiatura e successivamente, un "recoater" diffonde uno strato spesso 25-120 $\mu$ m di metallo in polvere uniforme sulla solida piastra di costruzione metallica. Un laser disegna quindi una sezione trasversale 2D sul materiale in polvere, fondendo il substrato in un solido; una volta completato uno strato, la piastra di base viene abbassata abbastanza da fare spazio allo strato successivo. La macchina continua a creare un livello su livello che costruisce dal basso verso l'alto, poi le strutture di supporto vengono aggiunte alla parte per fornire un rinforzo per gli sbalzi e per evitare che l'espansione termica influisca negativamente sulla precisione dimensionale. Dopo la stampa, la polvere non fusa viene aspirata dalla camera e la piastra di costruzione viene rimossa dalla macchina. Successivamente, i componenti in genere subiscono un processo di riduzione delle sollecitazioni e trattamento termico per rimuovere le tensioni termiche residue e migliorare le proprietà del materiale [6].

## CAPITOLO 2

### ACCIAI INOSSIDABILI

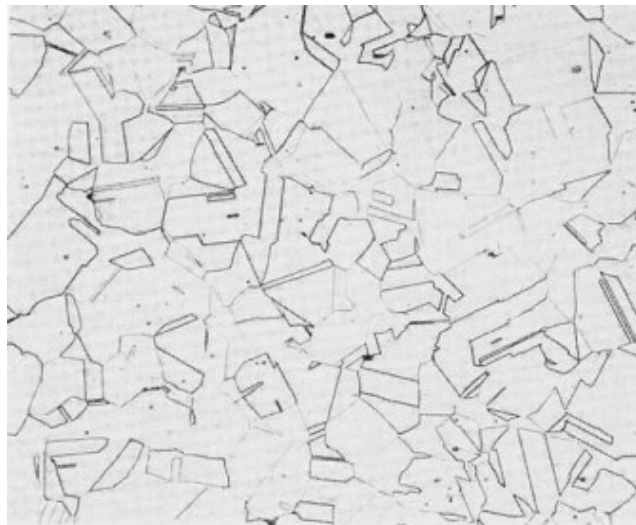
#### 2.1 ACCIAI INOSSIDABILI AUSTENITICI

Gli acciai inossidabili sono leghe Fe-Cr o Fe-Cr-Ni, la cui caratteristica principale è la resistenza alla corrosione. La resistenza alla corrosione è dovuta essenzialmente alla formazione di una sottile pellicola superficiale di ossido di cromo che protegge il metallo sottostante da ulteriori reazioni chimiche. Gli acciai inox presentano una eccellente resistenza alla corrosione, resistenza al calore, buona tenacità a bassa temperatura.

Gli acciai inossidabili si dividono in:

- Acciai inossidabili Martensitici
- Acciai inossidabili Ferritici
- Acciai inossidabili Austenitici
- Acciai inossidabili duplex

Gli acciai inox austenitici (316l), come si può notare dalla figura 2.1, hanno struttura completamente austenitica e quindi amagnetica, contengono Cr (17 ÷ 25%) e Ni (7 ÷ 25%), la percentuale di carbonio è molto bassa, non superiore al 0.15% e a volte anche molto più basso < 0,03%. Possono essere presenti elementi stabilizzanti come il niobio, il titanio e il tantalio. Le caratteristiche meccaniche di questi acciai non possono essere migliorate con i trattamenti termici ma solo tramite incrudimento a freddo. Sono i più usati sia per impieghi a bassa temperatura che ad alta temperatura in ambienti molto aggressivi e in cui è importante la sicurezza come per i recipienti a pressione contenenti fluidi pericolosi o aggressivi o negli impianti nucleari. I trattamenti termici che si effettuano su questo tipo di acciai sono limitati e il più usato è la solubilizzazione, il cui scopo è quello di solubilizzare i carburi, riscaldando a temperature > 1000 °C in tempi brevi per non influire su proprietà meccaniche [7].



**Figura 2.1 micrografia acciaio inox austenitico.**

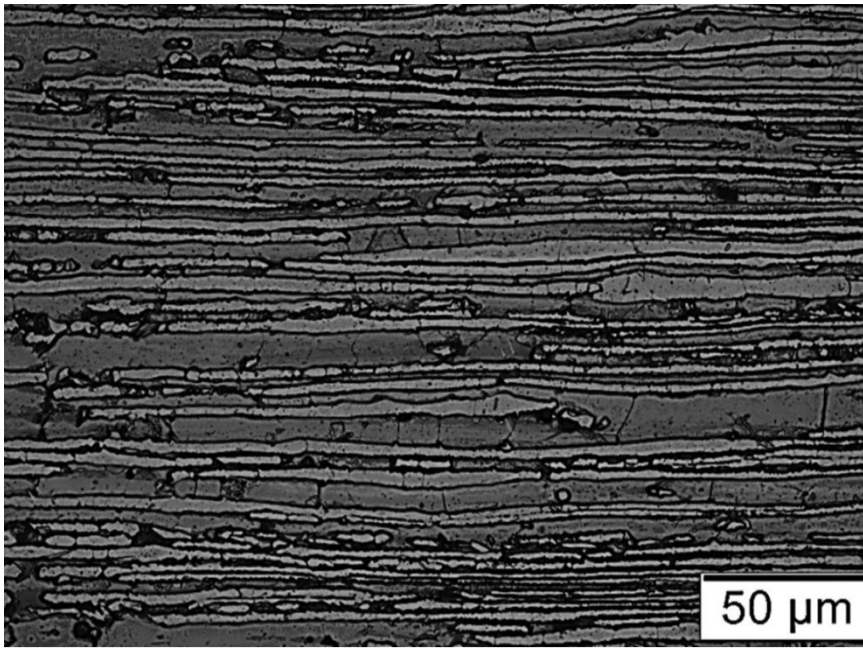
L' acciaio inox austenitico vanta delle seguenti proprietà meccaniche:

- Elevata resistenza alla corrosione rispetto all'acciaio al cromo privo di nichel (soprattutto alla rottura da tensocorrosione);
- L'acciaio austenitico è ampiamente amagnetico (non ferromagnetico);
- Limite di snervamento basso (200–300 N/mm<sup>2</sup>) Elevata resistenza alla trazione (700–1300 N/mm<sup>2</sup>)
- Elevato coefficiente di dilatazione termica ( $16,0 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ )
- Densità, 1.4401 (V4A, AISI 316L): 8,0 g/cm<sup>3</sup>
- Buona saldabilità

Le proprietà degli acciai austenitici possono essere migliorate con un particolare metodo che consiste in un processo di diffusione a base di gas a bassa pressione, che genera una superficie molto resistente all'usura sull'acciaio inossidabile, senza compromettere la resistenza alla corrosione. . Rispetto ai rivestimenti tradizionali, questo sistema esclude il pericolo di cricche o di distacco dello strato.

Così, ad esempio, la durezza superficiale di un acciaio non trattato può essere aumentata da 200 HV a oltre 1300 HV, nonostante questo notevole aumento della durezza superficiale, questo metodo non influisce negativamente sulla resistenza alla corrosione [8 , 9].

## 2.2 ACCIAI INOSSIDABILI BIFASICI ( DUPLEX )



**Figura 2.2 Micrografia Acciaio Duplex.**

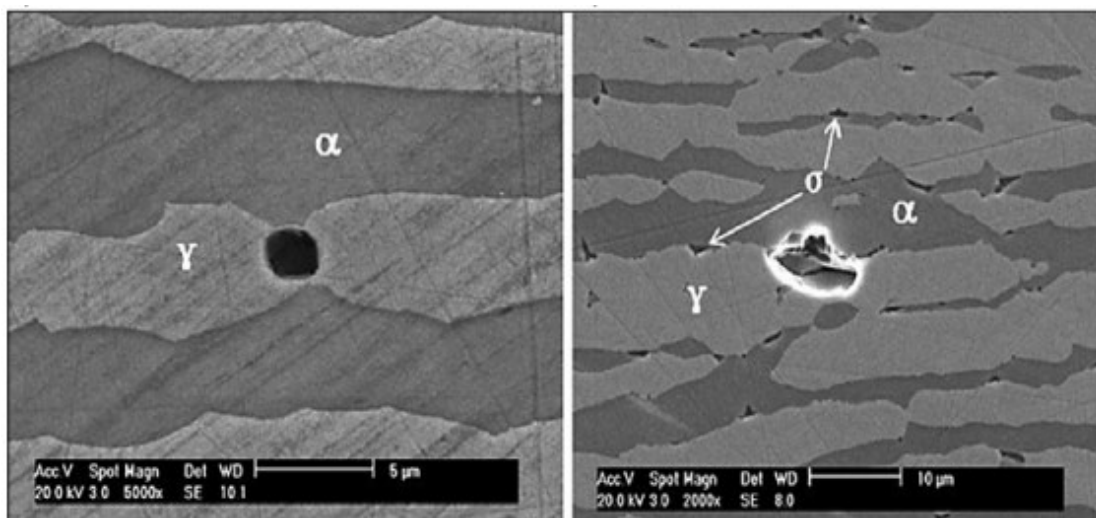
Appartengono a questa classe gli inossidabili che, a temperatura ambiente, come illustrato in figura 2.2, hanno struttura bifasica, cioè austenitico-ferritica. Sono una famiglia di acciai aventi una combinazione di eccellente resistenza alla corrosione e proprietà meccaniche.

Offrono alta tenacità e migliore saldabilità degli acciai inossidabili ferritici, presentano maggiore difficoltà nelle lavorazioni a caldo, ma sono meno sensibili degli austenitici ai fenomeni di corrosione sotto tensione. Quindi sono materiali per applicazioni in cui queste proprietà sono desiderate come nelle, industrie alimentari, industrie chimiche e nucleari.

Nessun acciaio duplex è unificato, nonostante il loro sempre più vasto impiego dovuto all'eccellente resistenza alla corrosione, non inferiore a quelli austenitici ed il prezzo inferiore, per il minor contenuto di Nichel. Il Carbonio è presente in quantità  $< 0,03\%$ .

Il pitting è un fenomeno localizzato che porta alla formazione di piccoli pozzetti o fori sulla superficie metallica. Viene manifestato dal difetto superficiale che porta alla formazione di cavità profonde nel metallo, vedi figura 2.3,

allo stesso tempo, l'altra superficie rimane priva di difetti. I DSS (Duplex Stainless Steel) sono molto sensibili alla corrosione puntiforme, che dipende in gran parte dalla composizione chimica dei materiali, dalle concentrazioni di cloruro, dal pH e dalla temperatura dei mezzi di corrosione. La resistenza della corrosione della puntinatura è misurata dentro termini di resistenza di Pitting Numero equivalente Valore (PREN). La caratteristica PREN (Pitting Resistance Equivalent Number) corrisponde a percentuali di  $\%Cr + 3,3 \% Mo + 16\%N$ . Se  $PREN > 40$  si hanno degli acciai super duplex [7, 10].



(a)

(b)

**Figura 2.3 Micrografia SEM dopo attacco di corrosione**  
a) pozzo metastabile formato sulla soluzione campione temprato e  
b) fossa metastabile formata sul campione invecchiato per 10 min.

## 2.3 ACCIAIO 316L E DUPLEX A CONFRONTO

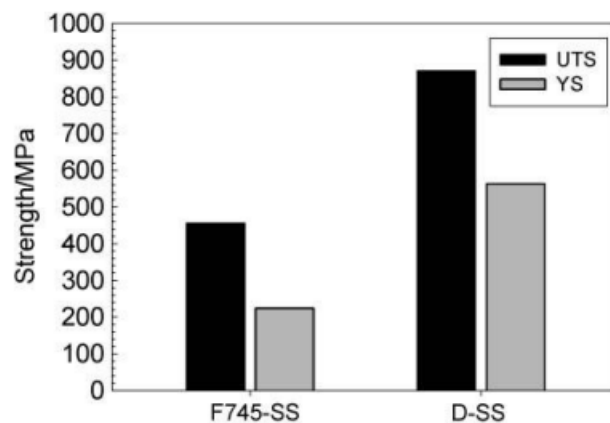
### PROPRIETA' MECCANICHE

Gli impianti chirurgici sono sottoposti a carichi dinamici imposto dai movimenti del corpo e il suo peso, quindi dobbiamo anche analizzare e confrontare le varie proprietà meccaniche dei due materiali come ad esempio:

- Resistenza alla compressione
- Resistenza all'usura
- Resistenza alla trazione
- Durezza

Come riportato nella figura 2.4 possiamo osservare i valori del carico a rottura e di snervamento dei due acciai: F745-SS che corrisponde all'acciaio 316l e il D-SS all'acciaio duplex. La valorizzazione della resistenza meccanica può essere attribuita alla dimensione del grano più piccola, che di solito lo ha il duplex. La resistenza alla trazione e YS sono direttamente correlati alla resistenza a fatica.

I valori più alti di questi parametri ottenuti per i duplex portano a dedurre che questo materiale ha maggior resistenza a fatica del 316l e, di conseguenza, un minor rischio di guasti meccanici durante l'impiego [11].



**Figura 2.4 Confronto Carico di rottura finale (UTS) e carico di snervamento (YS)**

D'altra parte, gli allungamenti di entrambi gli acciai inossidabili sono del 21% per D-SS e 32% per F745-SS. Il maggiore allungamento del 316l è una conseguenza della struttura completamente austenitica, che conferisce maggiore duttilità.

Nel caso di D-SS, la presenza di ferrite nella microstruttura riduce la sua duttilità anche se aumenta la resistenza meccanica.

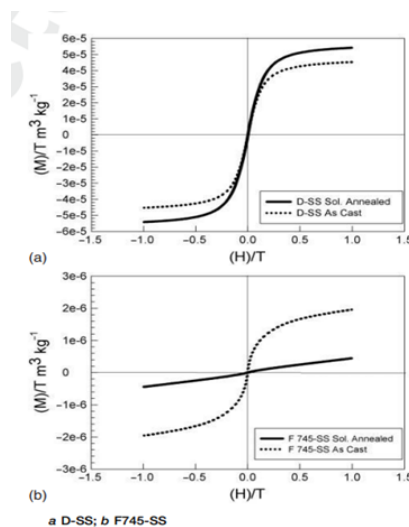
In conformità con la resistenza meccanica, la durezza di D-SS è anche superiore a quella di F745-SS perché, gli elementi di lega promuovono l'indurimento della soluzione solida.

I valori riportati dalla prova di durezza sono: 282,5 HV 30 per il D-SS e 198.3 HV30 per la F745-SS.

### PROPRIETA' MAGNETICHE

Un'altra caratteristica di confronto per questi due acciai, è la loro rispettiva parte magnetica, poiché l'esposizione del dispositivo realizzato con uno dei due materiali ai campi magnetici, come nel caso di analisi tramite risonanza magnetica (MRI), potrebbe generare diversi problemi, come ad esempio surriscaldamento indesiderato in una specifica parte sensibile.

Le proprietà magnetiche dei due materiali vengono analizzate tramite analisi di curve di isteresi, vedi figura 2.5, che mostrano l'evoluzione della magnetizzazione per unità di massa in funzione del campo magnetico [11].



**Figura 2.5 Curve Isteresi a) Duplex b) 316l.**

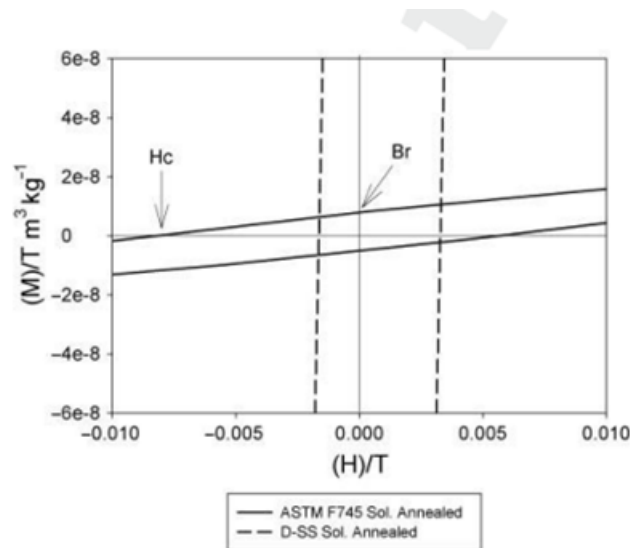
Dalla figura 2.6, si può osservare che, l'acciaio Duplex ha una  $M$  (valore di magnetizzazione), significativamente più alta a causa della presenza di ferrite.

Nel caso del 316l, la magnetizzazione è di un ordine di grandezza più piccolo, come conseguenza della struttura completamente austenitica. Pertanto, la forza indotta nel duplex è maggiore rispetto al 316l, aumentando così il rischio di spostamento del dispositivo medico prima dell'eventuale esposizione ai campi magnetici.

Dalla figura 2.6, si può osservare che, anche se i valori di entrambi i parametri, per i due materiali, sono piccoli,  $Br$  (magnetizzazione residua del materiale)

per il duplex è notevolmente superiore a quella per il 316l, il che implica che questo materiale ha una magnetizzazione residua maggiore.

Dall'altra parte,  $H_c$  (intensità del campo magnetico applicato necessario per ridurre la magnetizzazione a zero, dopo la magnetizzazione del campione è stata condotta a saturazione) è maggiore per il 316l, indicando che questo materiale è più soggetto al riscaldamento quando esposto a un campo magnetico [11].



**Figura 2.6** Curve ottenute grazie ad una analisi della coercività dei due materiali.

## CAPITOLO 3

### PROCEDURE SPERIMENTALI

#### 3.1 INGLOBATURA

Il campione, una volta tagliato da apposite troncatrici, viene sottoposto ad un processo di inglobatura per andare a facilitare poi le fasi successive, come assottigliamento meccanico e lucidatura. L'inglobatura consiste nell'incapsulare il provino in un composto di resine sintetiche (le quali possono essere conduttive nel caso poi di osservazioni al microscopio a scansione SEM), in modo da creare un oggetto tutt'uno con il campione stesso.



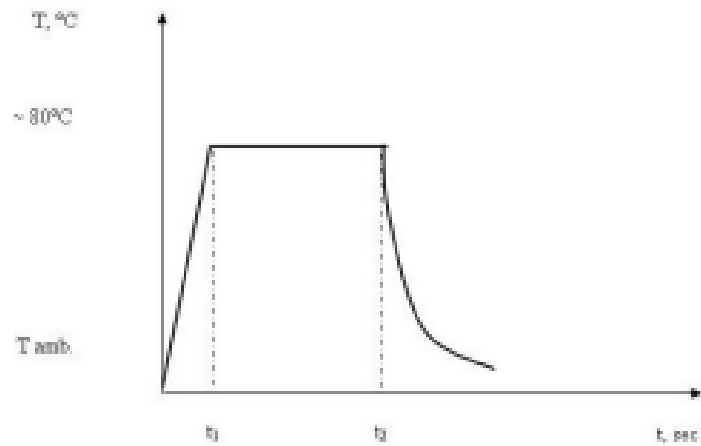
**Figura 3.1 Inglobatrice Struers**

In figura 3.1 è riportata una inglobatrice metallica Struers. Il processo di inglobatura avviene in diverse fasi, con riferimento a figura 3.2:

Nella prima fase, una volta introdotto il campione e la resina all'interno cilindro e dopo aver avvitato l'apposito tappo, avremo che da 0 a  $t_1$ , la resina ed il provino vengono scaldati fino alla temperatura ottimale ( $150^{\circ}\text{C}$ ) per la fusione della resina (termoplastica) o la sua polimerizzazione (termoindurente).

Il riscaldamento avviene in circa 2 minuti ed in questa fase la pressione non subisce variazioni, successivamente, la temperatura rimane a 150°C e la pressione aumenta fino a 25 KN. Il processo dura ca. 5-8 minuti ( $t_2 - t_1$ ) a seconda della quantità di resina introdotta.

Una volta avvenuta la composizione tra il provino e la resina, si raffredda il composto fino alla temperatura ambiente facendo scorrere acqua corrente su bobine avvolte attorno alla camera nella quale sono alloggiati campione e resina.



**Figura 3.2 Grafico Fasi Inglobatura**



**Figura 3.3 Provino acciaio 316l Dense-out inglobato**

### 3.2 ASSOTTIGLIAMENTO METALLICO E LUCIDATURA

L'assottigliamento metallico è processo che prevede l'utilizzo di carte abrasive ai carburi di silicio, con lo scopo di rimuovere uno strato della superficie "grezza" dal provino, che poi sarà osservata al microscopio ottico elettronico.

Le carte sono classificate secondo una normativa internazionale assegnandone un numero che indica la densità media dei carburi di silicio (mesh).

Il processo di assottigliamento meccanico prevede l'utilizzo di una lappatrice, vedi figura 3.4, dove si utilizzeranno diversi tipi di carte: si inizia generalmente con una carta 1200 con lo scopo di asportare più materiale, essendo una carta più "grossolana"; una volta che la superficie "grezza" viene rimossa, il provino viene controllato al microscopio ottico invertito per verificare che tutte le strigliature siano nella stessa direzione. Dopo di che, si passa ad una carta 2000 più "fina", ruotando di 90° il campione dalla sua posizione precedente e si ripete poi l'osservazione al microscopio per poi passare ed ultimare il processo con una 4000. Durante questo procedimento ci sarà un continuo flusso di acqua tramite un ugello, onde evitare fenomeni di riscaldamento indesiderati dovuti all'attrito.



Figura 3.4 Lappatrice



Figura 3.5 Lucidatrice metallica

La lucidatura meccanica è un processo del tutto analogo al precedente, la sola differenza consiste nell'utilizzo di una amalgama contenente particelle di diamante sintetico ed un panno, tale da produrre solchi nell'ordine pari a 3-1-0,25  $\mu\text{m}$ , così da ottenere una superficie perfettamente lucida a specchio, (figura 3.5) Questa fase è di fondamentale importanza per le osservazioni al MO, in quanto consente di ottenere superfici metalliche pronte ad essere attaccate chimicamente e quindi esenti da imperfezioni dovute alla preparazione metallografia [12].

### 3.3 ATTACCO ELETTROCHIMICO

Gli attacchi elettrochimici, come anche quelli chimici, permettono di mettere in risalto dettagli della microstruttura del materiale come, ad esempio, bordi di grano e seconde fasi attaccando selettivamente le discontinuità in modo da creare un contrasto superficiale che permetta alla luce riflessa di evidenziare i dettagli desiderati.

Gli attacchi elettrochimici differiscono da quelli chimici per l'impiego di una cella elettrolitica immersa nella soluzione chimica, in cui l'anodo è il campione e il catodo sarà la piastra immersa nella soluzione.

La figura 3.6, mostra un tipico andamento tensione-corrente di un attacco elettrochimico.

All'aumentare della temperatura, la resistenza del bagno chimico decresce con annessa diminuzione del potenziale elettrico, quindi, sarà necessario raggiungere condizioni ottimali di attacco, come nella zona II di plateau. Inoltre, la viscosità della soluzione diminuisce rendendo l'attacco particolarmente veloce e violento rendendolo particolarmente incontrollabile [13].

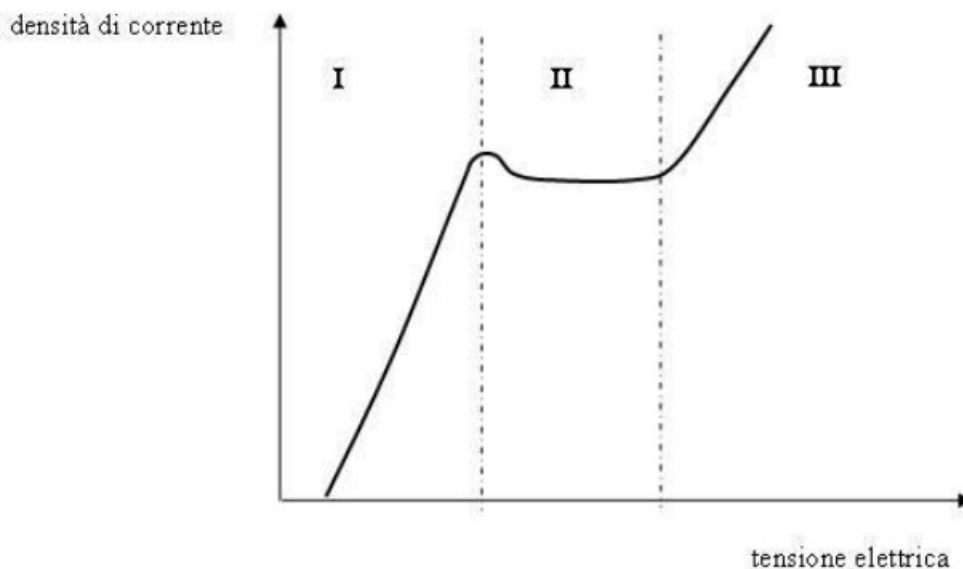


Figura 3.6 Curva densità corrente - tensione

Il processo dell'attacco elettrochimico effettuato nei due provini di acciaio inox (316l e duplex) è stato il seguente: innanzitutto si è dovuto costruire una “incastellatura” forando il campione inglobato e introducendo all'interno del foro una vite autofilettante così da permettere il passaggio di corrente, vedi figura 3.7a, essendo la resina materiale non conduttiva. Per verificare che la vite fosse a contatto con il campione e che quindi garantisse la trasmissione elettrica si è utilizzato un tester.

La seconda fase è la preparazione della soluzione; in questo caso si è utilizzata una soluzione formata da 10g di  $H_2C_2O_4$  (acido ossalico) in stato solido (polvere) e 100ml di acqua demineralizzata. La soluzione omogenea è stata ottenuta grazie all'utilizzo di un miscelatore magnetico (figura 3.7b).

La terza fase consiste nel montaggio del circuito, collegando il cavo relativo all'anodo alla vite posta sul campione e il catodo nella lamina posto all'interno del becher contenente la soluzione, collegati a loro volta ad un generatore di tensione. L'ultima fase è proprio l'esecuzione dell'attacco, effettuato immergendo il campione all'interno del becher per circa 60 secondi dall'inizio del passaggio di corrente.

Un'operazione importante, una volta terminato l'attacco, è quella di pulizia del campione; occorre pulire il provino (ad esempio con l'etanolo) e cercare di eliminare totalmente l'acido presente sulla superficie. Esso risulterebbe un pericolo durante l'osservazione al microscopio elettronico invertito, in quanto una sola goccia potrebbe danneggiare la lente del microscopio.



(a)



(b)

**Figura 3.7 a) Campione con vite b) Miscelatore magnetico**

### 3.4 MICROSCOPIO OTTICO

Se con l'occhio umano si arriva a vedere poco sotto la grandezza di un capello, con il microscopio ottico è possibile arrivare fino a 1 micron. L'equazione matematica su cui si basa l'ottica geometrica e che permette di costruire l'immagine di qualsiasi microscopio è l'equazione delle lenti (Equazione 1)

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

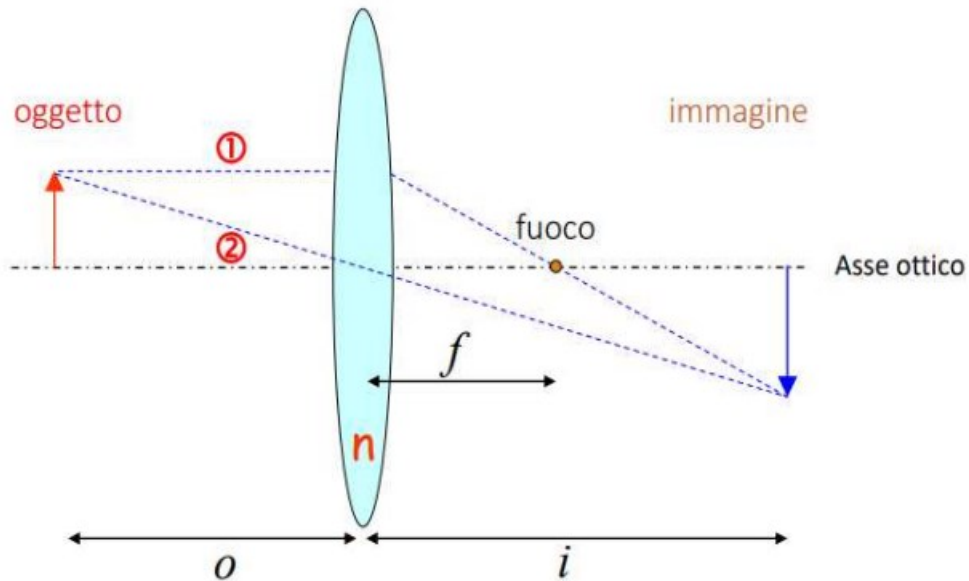


Figura 3.8 Equazione delle lenti

Con riferimento alla Figura 3.8 se si fissa il fuoco, e si allontana l'oggetto dalla lente, il rapporto  $1/o$  diminuisce chiaramente, e in contrapposizione, il rapporto  $1/i$  aumenta: ciò significa che l'immagine si avvicina. Se uso una lente più forte, ovvero con un fuoco minore, mantenendo l'oggetto nella medesima posizione, il rapporto  $1/f$  aumenta, e in contrapposizione deve aumentare il rapporto fra  $1/i$ : ciò fa sì che l'immagine reale sia più piccola.

Un concetto importante da definire è l'ingrandimento angolare ( $I$ ), ovvero il rapporto fra dimensione dell'immagine e dimensione dell'oggetto. Il microscopio ottico utilizza una composizione di lenti inserite in un tubo ottico. La prima lente è chiamata lente obiettivo e viene posta davanti l'oggetto in prossimità del fuoco [14,15,16].

La seconda lente viene chiamata lente oculare, e viene posta a una distanza tale per cui il fuoco coincida con l'immagine dell'oggetto. Lo schema è riportato in Figura 3.9.

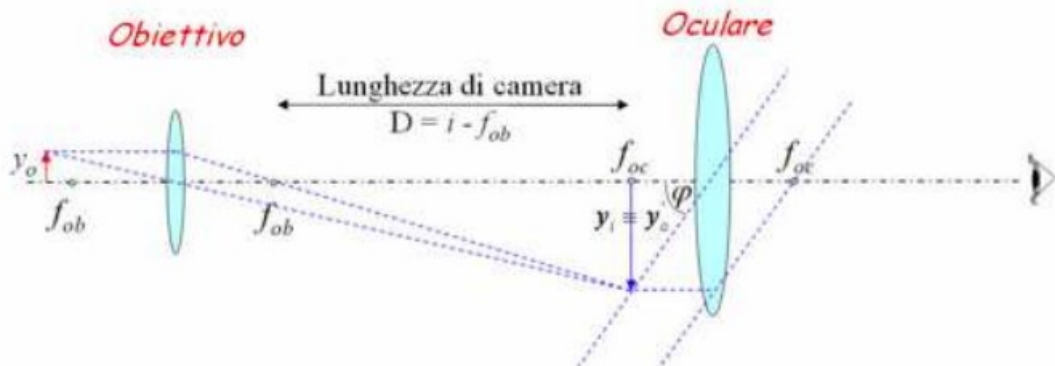


Figura 3.9 Schema lenti

L'immagine creata dalla prima lente, diventa così l'oggetto della seconda lente. L'ingrandimento del microscopio è il prodotto dell'ingrandimento fra le 2 lenti.

Un importante parametro utilizzato per classificare gli obiettivi dei microscopi è l'apertura numerica. Essa è la misura della capacità di un microscopio di risolvere i dettagli del campione mentre si lavora a una distanza fissa di un oggetto. Viene indicata con NA e è direttamente proporzionale all'indice di rifrazione "n" del mezzo utilizzato tra l'obiettivo e il vetrino protettivo e al "sin $\alpha$ ", dove  $\alpha$  è uguale alla metà dell'angolo di apertura dell'obiettivo. Il fattore che ha maggiore influenza è sicuramente l'indice di rifrazione del mezzo in cui è immersa la lente, utile per poter raggiungere valori di aperture numeriche superiori a 1.

Con l'obiettivo di aumentare questo parametro e il potere di risoluzione, viene aggiunto un condensatore (un'altra lente) che permette di raccogliere raggi di luce che sono il risultato di angoli di diffrazione maggiori. La somma degli angoli di apertura della lente obiettivo e della lente condensatrice viene definita apertura di lavoro.

Un aspetto di fondamentale importanza nel caso della microscopia è cercare di aumentare il potere risolutivo dell'occhio umano, ovvero la possibilità di vedere in un'immagine alcuni dettagli che corrispondono a determinate strutture dell'oggetto.

In un caso ideale, la lente perfetta è quella avente tutti raggi parassiali e a cui i fasci che provengono da un punto dell'oggetto convergono tutti su un punto dell'immagine.

Di conseguenza, aumentando l'apertura si dovrebbe avere sempre maggior risoluzione. In realtà aumentando l'apertura si entra nel problema dell'astigmatismo che genera delle aberrazioni che intaccano la risoluzione dell'immagine.

Queste aberrazioni possono essere di diverso tipo:

- Aberrazione sferiche: la sfera non è una superficie ideale per una lente, i raggi che passano lontani dall'asse vengono infatti focalizzati a una distanza diversa rispetto quelli centrali, ciò influenza la nitidezza della nostra immagine.
- Aberrazioni cromatiche: dipendono dalla proprietà intrinseca del vetro che ha diversi indici di rifrazione a diverse lunghezze d'onda, si accentuano all'aumentare dell'apertura numerica e lo fanno molto più rapidamente dell'aumento della risoluzione.

Il dispositivo che ci permette di andare a correggere le aberrazioni prende il nome di obiettivo.

L'obbiettivo è il componente più complesso di un microscopio ottico ed è il primo elemento che la luce incontra mentre procede dal campione all'immagine.

Gli obiettivi, come mostra la figura 3.10, si dividono in:

- Obiettivi Acromatici: è il tipo più comune e meno costoso. Le aberrazioni cromatiche sono corrette per due lunghezze e le aberrazioni sferiche sono corrette per una lunghezza d'onda. Hanno una buona distanza di lavoro, NA moderata, e sono adeguati per la maggior parte delle applicazioni.
- Obiettivi Semiapocromatici: in questo caso le aberrazioni cromatiche e sferiche sono entrambe corrette per due lunghezze d'onda, la correzione più alta permette NA maggiori rispetto agli acromatici inoltre la correzione maggiore, si ottiene attraverso l'uso di fluorite, che ha un rapporto indice di rifrazione/dispersione non ottenibile con il vetro.

- Obiettivi Apocromatici: rappresentano le lenti per microscopi più sofisticati disponibili e il loro prezzo elevato riflette il loro design sofisticato e l'attento assemblaggio richiesto nella loro fabbricazione, essi eliminano quasi l'aberrazione cromatica, e vengono corretti sfericamente per due o tre lunghezze d'onda [14, 15, 16].

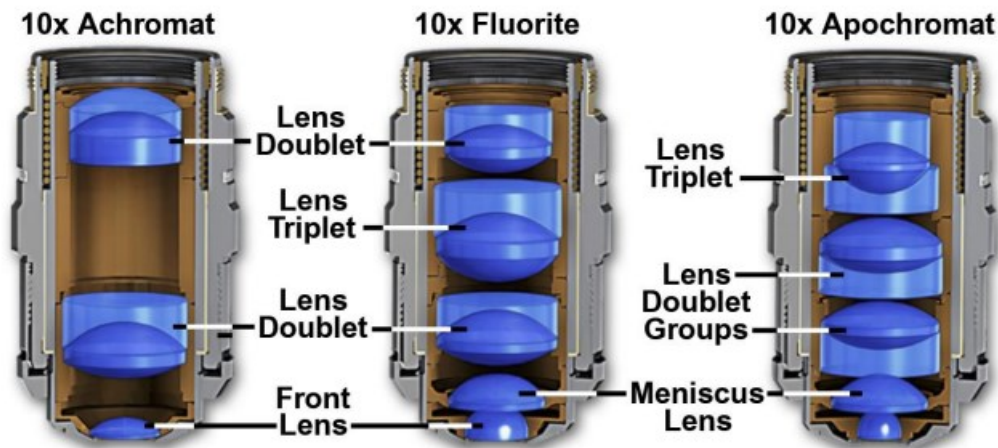


Figura 3.10 Obiettivi Cromatici, Semiapocromatici e Apocromatici

Altri due parametri fondamentali del microscopio ottico sono la profondità di campo e il contrasto.

La profondità di campo rappresenta la distanza fra due piani, al di sopra ed al di sotto del campione da osservare, messi contemporaneamente a fuoco dall'obiettivo. Se il campione da esaminare ha un certo spessore e l'obiettivo ha una profondità di campo ridotta, si potranno avere delle difficoltà nella messa a fuoco. La profondità di campo è inversamente proporzionale alla NA dell'obiettivo, (equazione 2) [18].

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

Per poter osservare bene l'immagine di un campione è necessario avere un sufficiente contrasto tra aree adiacenti dello stesso. [16]

$$C = \frac{I_s - I_b}{I_b} \quad (3)$$

Dove  $I_s$  = intensità dell'immagine  $I_b$  = intensità dello sfondo

L'ultimo elemento da definire per avere una descrizione chiara ed esaustiva del microscopio ottico è l'oculare.

Gli oculari sono un gruppo di lenti (gruppo ottico) posto all'estremità di un microscopio. L'oculare ha la funzione di ingrandire l'immagine che si forma nel piano focale dell'obiettivo, per questo è posizionato in modo che il suo asse e quello dell'obiettivo coincidano, e in modo che il suo fuoco coincida con il fuoco dell'obiettivo.

Esso è composto da una a tre lenti ed è anche dotato di un meccanismo, detto arresto di campo, che rimuove la luce riflessa e l'aberrazione non necessarie [16,17].

Possiamo avere diversi tipi di lenti in base della struttura e dell'applicazione dell'oculare stesso, figura 3.11:

- **Huygen:** consiste di due lenti piano-convesse. Questo tipo di lente viene utilizzato per bassi ingrandimenti ed è caratterizzato dal fermo di campo situato nel tubo dell'obiettivo.
- **Ramsden:** costituito da due lenti piano-convesse con convessità rivolte l'una opposta all'altra.
- **Periplanare:** corregge l'aberrazione cromatica dell'ingrandimento e altre proprietà per consentire un'osservazione chiara.

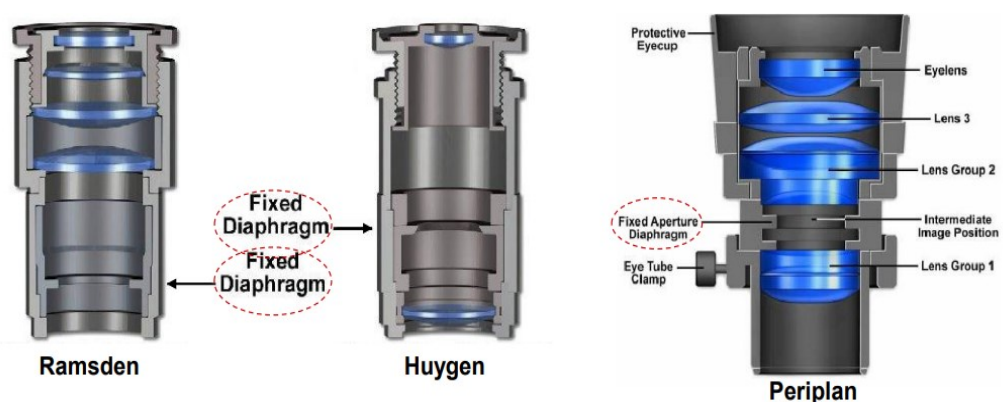


Figura 3.11 Oculari

### 3.5 MICROSCOPIO A SCANSIONE ELETTRONICA (SEM)

Il microscopio SEM è dotato di un sistema di generazione di elettroni che interagisce con il campione chiamato cannone elettronico.

#### LA COLONNA DEL SEM

Tale strumento sfrutta l'energia di un fascio di elettroni generato a partire da un filamento di tungsteno e viene successivamente focalizzato per mezzo di lenti elettromagnetiche, che sono particolarmente efficaci per elettroni ad alta energia.

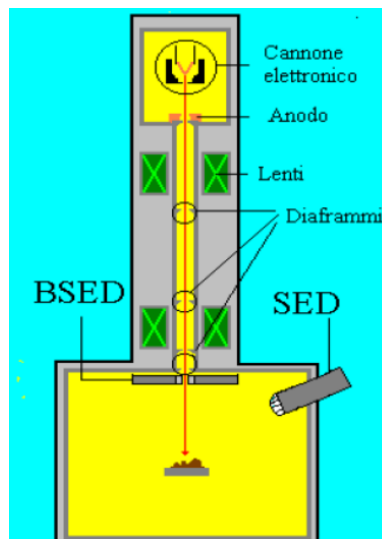
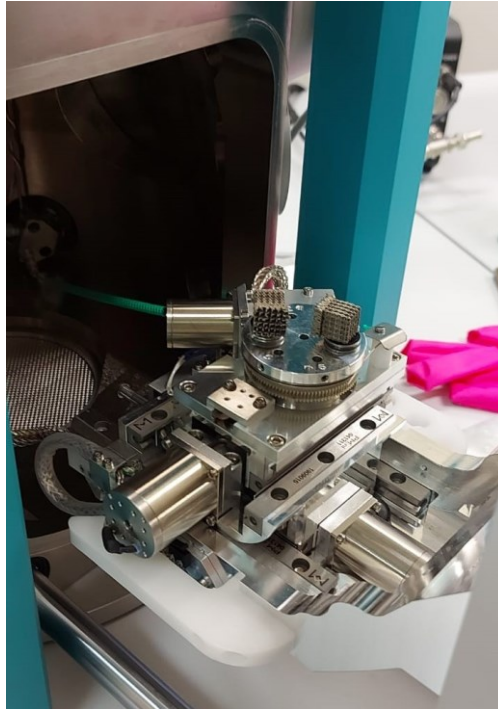


Figura 3.12 Colonna SEM

Come mostrato in figura 3.12, il fascio di elettroni, passa attraverso lenti elettroniche e diaframmi al fine di controllare il percorso degli elettroni, di focalizzarli e di collimarli mentre le bobine di scansione muovono il fascio nell'area di scansione. Successivamente vi è una serie di rilevatori di elettroni secondari e retro diffusi (SED e BSED) che raccolgono il segnale e sono responsabili della formazione dell'immagine. In fondo a tutto il sistema, all'interno di una camera in vuoto, viene posto il campione da osservare il quale non deve subire deformazioni e deve essere appositamente preparato per essere osservato al SEM. L'intero sistema non può funzionare in aria perché gli elettroni verrebbero diffusi dalle particelle che costituiscono l'aria e non si riuscirebbe a poter lavorare con gli elettroni lavorati dalla sorgente. Si dovrà quindi lavorare in un sistema in vuoto. La figura 3.13, rappresenta il supporto dove vengono posizionati gli stub collegati con i campioni.



**Figura 3.13** campioni scaffold posizionati all'interno del SEM

Per andare a convogliare gli elettroni, si deve lavorare sul fatto che essi sono dotati di carica negativa, in particolare utilizzando lenti elettromagnetiche, preferite a quelle elettrostatiche in quanto generano minori aberrazioni. La lente elettromagnetica è caratterizzata da avvolgimenti di rame attorno a un altro metallo, tipicamente un acciaio dolce e facendo passare corrente attraverso questi avvolgimenti si genera il fascio magnetico.

Le immagini, come mostra figure 3.14, sono state acquisite utilizzando la spettroscopia a dispersione d'energia (EDS) con rivelatore elettroni secondari (SE). La spettroscopia EDS è un metodo che sfrutta l'emissione di raggi X generati da un fascio di elettroni accelerato incidente sul campione.

La radiazione X è emessa dal campione quando interagisce con un fascio di elettroni e lo spettro della radiazione si divide in discreta e continua. La radiazione continua è generata da una perdita di energia. Il fascio di elettroni subisce una decelerazione a causa dell'interazione con il campo di Coulomb.

La perdita di energia viene emessa sotto forma di fotone secondo la relazione (equazione 4)

$$\Delta E = h \cdot \nu \quad (4)$$

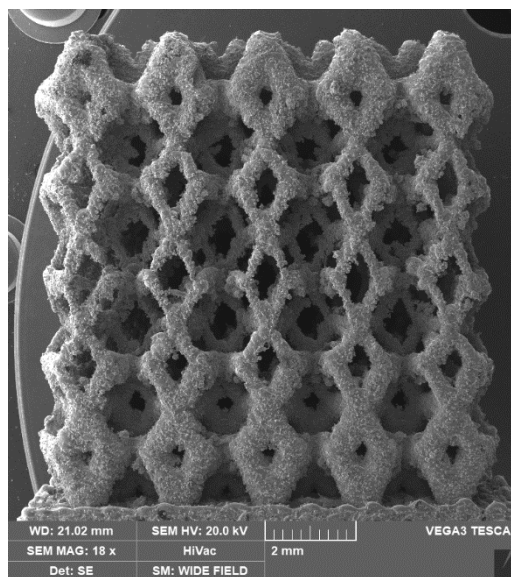
Dove  $h$  = Costante di Plank

$\nu$  = frequenza della radiazione elettromagnetica.

Le interazioni tra elettrone e campione vengono lette da appositi rivelatori. Gli elettroni secondari (SE) sono elettroni delle shell esterne degli atomi del campione debolmente legati, che ricevono sufficiente energia cinetica durante l'urto anelastico con gli elettroni del fascio, tale da essere espulsi dall'atomo e messi in movimento.

La rivelazione degli elettroni secondari permette un'osservazione ad alta risoluzione del campione. Il ristretto volume di interazione permette di rilevare anche i più piccoli dettagli con risoluzione fino a 5 nm.

La profondità di campo dell'osservazione con gli elettroni secondari è molto elevata, permettendo di mettere a fuoco superfici fortemente rugose e tridimensionali. Ciò permette l'osservazione di campioni massivi tridimensionali sia ad alti che a bassi ingrandimenti, creando immagini con una forte tridimensionalità [19, 20, 21].



**Figura 3.14 Immagine SEM scaffold 316l**

## **CAPITOLO 4**

### **RISULTATI SPERIMENTALI**

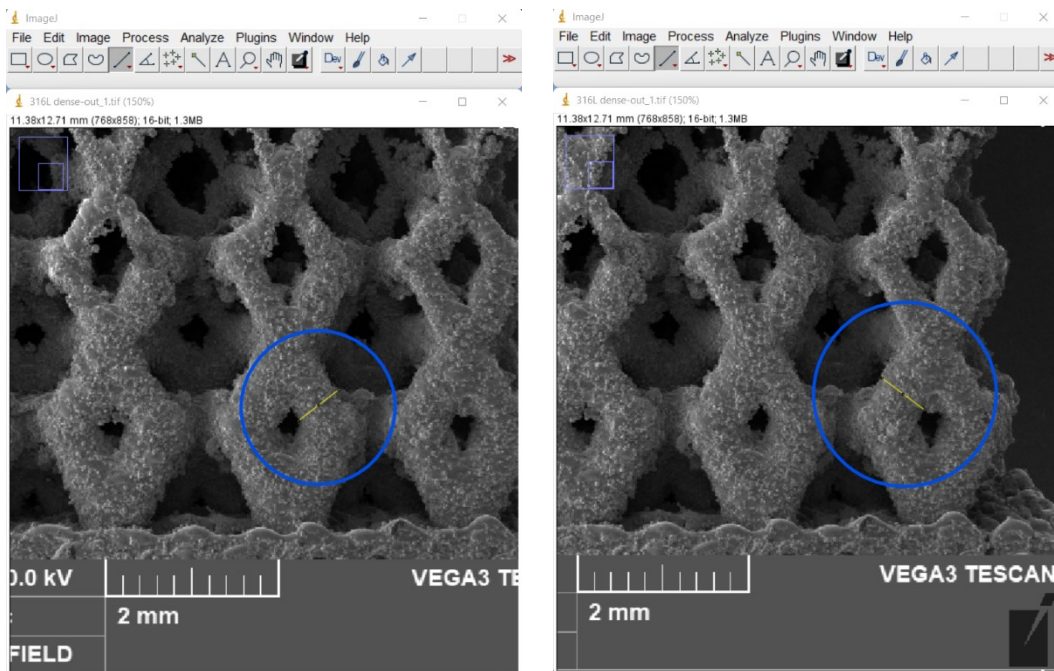
L'obiettivo di questa tesi è di definire le caratteristiche meccaniche dei due acciai, osservando le microstrutture di essi al microscopio ottico, per la realizzazione di strutture reticolari in ambito biomedico e di analizzare la struttura superficiale degli scaffold.

I campioni analizzati, come riportato nei capitoli precedenti, sono due scaffolds con struttura graduale “graded dense out”, pertanto, presentano idealmente, uno strut esterno di 0,75 mm che si va a ridurre di 0.25 mm ad ogni strut, verso l'interno. Lo strut più sottile sarà situato al centro della struttura e avrà uno spessore di 0.25 mm. Gli scaffolds sono uno di acciaio inossidabile 316l e l'altro di acciaio duplex ottenuti per additive manufacturing tramite la tecnica fusione a letto di polvere con laser.

Tramite il software ImageJ, è stato possibile misurare lo spessore di ogni strut (spessore di ogni singola “cella”) e osservare quanto la tecnica LPBF sia stata più o meno precisa nella realizzazione dei campioni. Successivamente, tramite Excel si sono determinati media e deviazione standard così da ottenere un quadro complessivo quantitativo sulla struttura dello scaffold, in stato “as built”.

Dopo aver impostato la scala nel software, con riferimento al marker presente nella microscopia, sono state effettuate 2 misurazioni, vedi figura 4.1, per ogni “cella” degli scaffold, così da ottenere più dati e quindi un risultato più esaustivo.

La misura A è stata effettuata tracciando un segmento lungo quanto lo spessore, nel lato alto a destra, invece la misura B, è stata effettuata tracciando un ulteriore segmento nel lato opposto al precedente.



**Figura 4.1 Immagine ImageJ Misura A - Misura B**

Dai primi risultati ottenuti, si notano valori degli spessori abbastanza concordanti, ottenendo valori di deviazione standard poco rilevanti.

Da questo, si deduce che nella struttura ci sono particelle che andranno a contaminare il campione, polveri non fuse dal laser rimaste attaccate al provino; quest'ultime andranno a ridurre i valori di porosità del materiale, requisito fondamentale, causa della finalità dei campioni.

Nelle tabelle 4.1 – 4.2. sono state riportati i valori degli spessori di ogni “cella” per i due scaffold.

A	316 dense out				
	misura 1 [mm]	misura 2 [mm]	misura 3 [mm]	misura 4 [mm]	misura 5 [mm]
<b>0.75</b>	0.75	0.74	0.68	0.65	0.7
<b>0.5</b>	0.57	0.55	0.55	0.52	0.47
<b>0.25</b>	0.22	0.33	0.27	0.31	0.45
<b>0.5</b>	0.45	0.4	0.43	0.45	0.48
<b>0.75</b>	0.6	0.65	0.7	0.65	0.7

A	inox duplex dense out				
	misura 1 [mm]	misura 2 [mm]	misura 3 [mm]	misura 4 [mm]	misura 5 [mm]
<b>0.75</b>	0.8	0.73	0.72	0.82	0.83
<b>0.5</b>	0.51	0.53	0.63	0.66	0.58
<b>0.25</b>	0.4	0.38	0.29	0.35	0.45
<b>0.5</b>	0.45	0.52	0.5	0.61	0.64
<b>0.75</b>	0.8	0.73	0.68	0.72	0.8

Tabella 4.1 a) Misura A acciaio 316l dense out  
b) Misura A acciaio duplex dense out

B	316l dense out				
	misura 1 [mm]	misura 2 [mm]	misura 3 [mm]	misura 4 [mm]	misura 5 [mm]
<b>0.75</b>	0.63	0.7	0.62	0.67	0.79
<b>0.5</b>	0.6	0.47	0.49	0.41	0.55
<b>0.25</b>	0.21	0.35	0.45	0.28	0.39
<b>0.5</b>	0.45	0.54	0.68	0.58	0.39
<b>0.75</b>	0.64	0.69	0.82	0.77	0.81

B	inox duplex dense out				
	misura 1 [mm]	misura 2 [mm]	misura 3 [mm]	misura 4 [mm]	misura 5 [mm]
<b>0.75</b>	0.89	0.91	0.74	0.68	0.73
<b>0.5</b>	0.62	0.54	0.57	0.5	0.42
<b>0.25</b>	0.27	0.33	0.42	0.46	0.24
<b>0.5</b>	0.64	0.55	0.59	0.64	0.63
<b>0.75</b>	0.81	0.87	0.75	0.77	0.9

Tabella 4.2 a) Misura B acciaio 316l dense out  
b) Misura B acciaio duplex dense out

Nelle 4.3 e 4.4 sono invece riportati i rispettivi valori della media e deviazione standard relativi alla prima e alla seconda misurazione, per ogni scaffold analizzato.

Acciaio 316l dense out A	MEDIA	DEVIAZIONE STANDARD
	[mm]	[mm]
	0.704	0.003
	0.532	0.016
	0.316	0.036
	0.442	0.010
	0.660	0.011

Acciaio duplex Dense out A	MEDIA	DEVIAZIONE STANDARD
	[mm]	[mm]
	0.780	0.026
	0.582	0.031
	0.374	0.030
	0.544	0.039
	0.746	0.026

**Tabella 4.3 Valori dev. Standard e media**  
**a) Misura A acciaio 316l dense out**  
**b) Misura A acciaio duplex dense out**

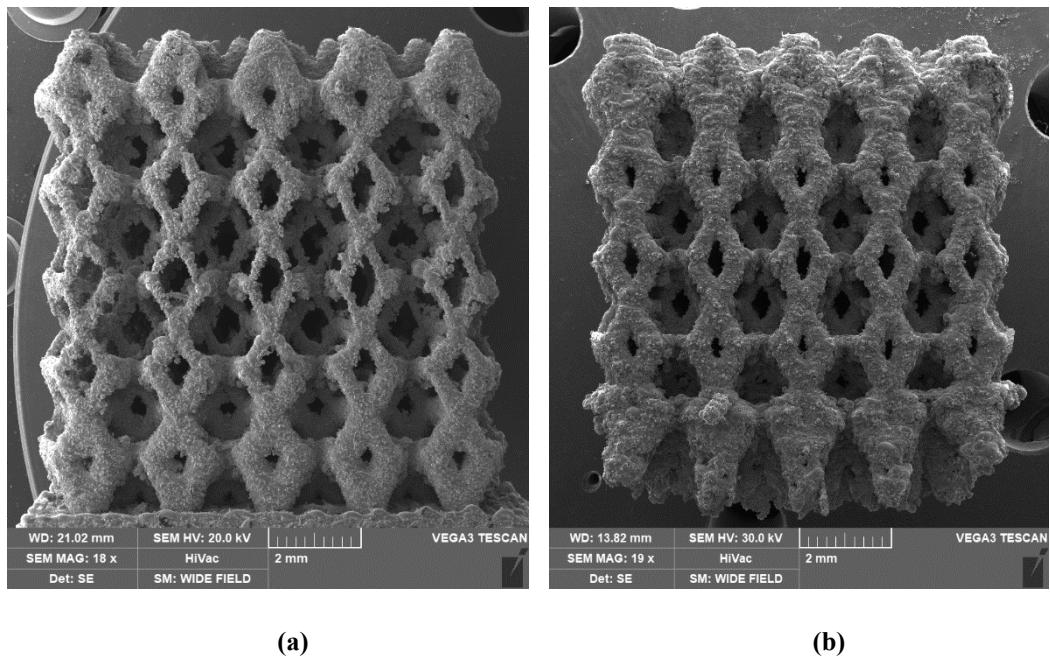
Acciaio 316l Dense out B	MEDIA	DEVIAZIONE STANDARD
	[mm]	[mm]
	0.682	0.029
	0.504	0.016
	0.336	0.021
	0.528	0.042
	0.746	0.021

Acciaio duplex Dense out B	MEDIA	DEVIAZIONE STANDARD
	[mm]	[mm]
	0.790	0.05
	0.530	0.04
	0.344	0.05
	0.610	0.02
	0.820	0.03

**Tabella 4.4 Valori dev. Standard e media**  
**a) Misura B acciaio 316l dense out**  
**b) Misura B acciaio duplex dense out**

Confrontando le due misure, dello stesso materiale, dalle tabelle 4.3 e 4.4 si notano valori seppur discordanti, ma di poca rilevanza, di deviazione standard. Da questo posso dedurre che, il processo di fusione a letto di polvere con laser con il quale sono stati prodotti i campioni, mi garantisce una precisione abbastanza accurata garantendo una struttura dello scaffold porosa.

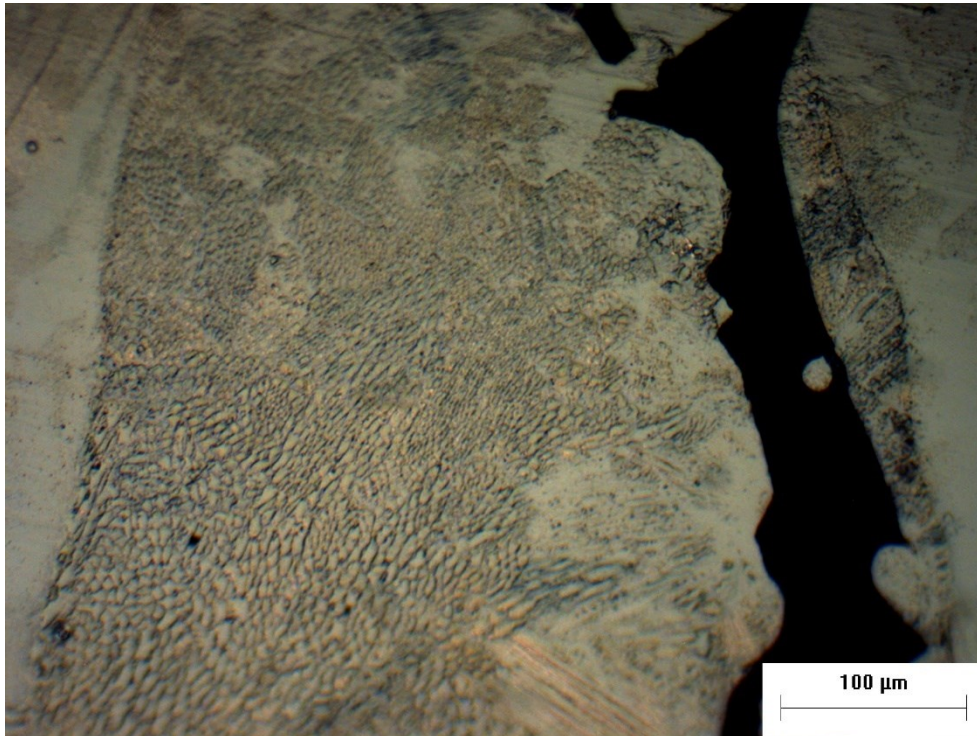
Di seguito sono riportate le immagini utilizzate per l'analisi sopra riportata, acquisite con il microscopio SEM tramite spettroscopia a dispersione d'energia (EDS) con rivelatore elettroni secondari (SE).



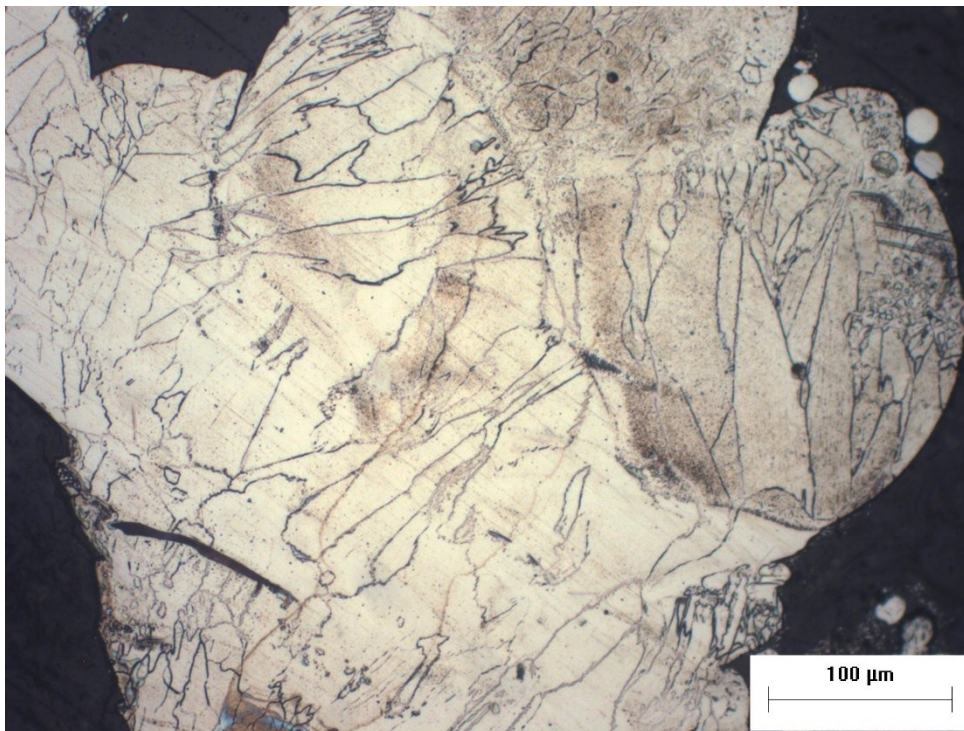
**Figura 4.2 Immagini scaffolds acquisite SEM**

- a) 316l dense out
- b) Duplex dense out

Per ottenere un quadro completo, si sono osservati le due strutture al microscopio ottico. Una volta eseguiti tutti i procedimenti operativi illustrati nel capitolo 3, si sono ottenute le immagini di seguito riportate:



**Figura 4.3 Acciaio 316l dense out 20x1**



**Figura 4.4 Acciaio duplex dense out 20x1**

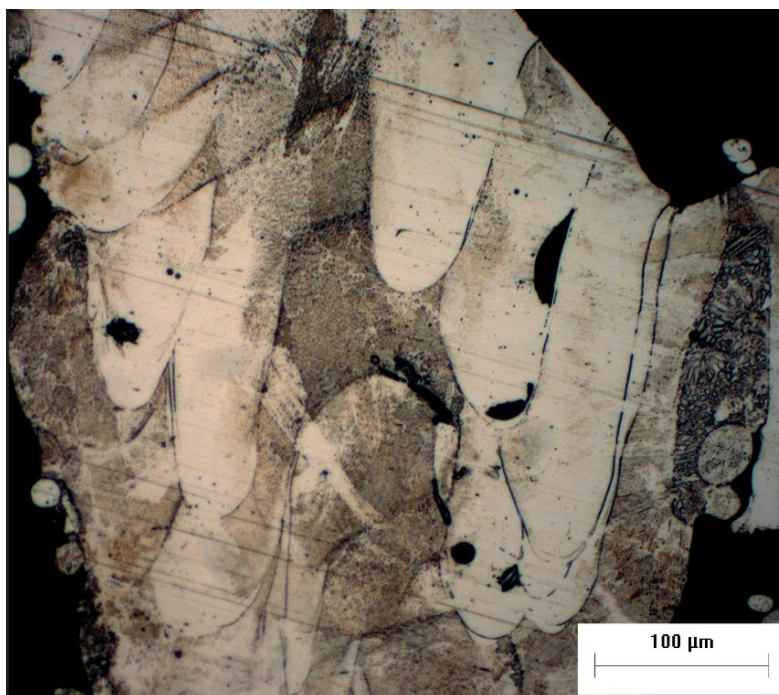
Osservando la figura 4.3 e la figura 4.4, si notano bordi di grano ben distinti in particolare, nella figura 4.4 non si riesce distinguere visivamente le due fasi presenti, austenite e ferrite, in quanto non ci sono diversità di colore. L'unico modo è concentrarsi sulla forma dei grani.

Nella figura 4.3 è riportata la microstruttura dell'acciaio 316L. Egli presenta una struttura completamente austenitica, pertanto i grani che si visualizzano saranno sicuramente austenitici.

Come si può notare, essi hanno una forma leggermente allungata, data dal raffreddamento durante il processo LPBF con il quale è stato realizzato il campione.

La figura 4.4 rappresenta la microstruttura dell'acciaio duplex, esso è un acciaio inox bifasico, ovvero sono presenti due fasi austenite e ferrite. Concentrandosi sulla forma dei grani, possiamo notare (nella parte centrale e sinistra della foto) grani più allungati e invece (nella parte destra) più tondeggianti. Confrontando le due immagini, posso dedurre che i primi saranno austenitici invece gli altri saranno ferritici.

Anche in questo caso la forma dei grani è influenzata dalla velocità di raffreddamento durante il processo di fusione a letto di polvere con laser.



**Figura 4.5** Pozze di fusione acciaio 316l

Da questa immagine, possiamo notare delle forme tondeggianti, esse sono una specifica dei campioni ottenuti per fusione a letto di polvere con laser e prendono il nome di pozze di fusione.

La melt pool, o pozza di fusione corrisponde alla zona in cui ha luogo l'azione del laser, che fonde la polvere metallica localmente (Figura 4.5); di solito la zona di interazione laser-polvere ha una forma sferica e il laser si muove sulla superficie del letto di polvere ad una velocità pari alla velocità di scansione definita nel pacchetto parametri.

Essa si trova al di sopra di una zona termicamente alterata ed essendoci la formazione del solido è molto importante modellare opportunamente la sua forma, la temperatura, al fine di garantire la qualità del campione una volta solidificato [22].

## CONCLUSIONI

L'obiettivo di questo lavoro di tesi e di tirocinio è stato analizzare due strutture reticolari dense out dette "scaffold", tramite un'analisi metallografica, una in acciaio inossidabile 316l e l'altra di acciaio inossidabile duplex, entrambe prodotte per additive manufacturing tramite la tecnica fusione a letto di polvere con laser (LPBF). La finalità di questo studio è quella di stabilire quale delle due strutture è più adatta per la costruzione di protesi permanenti in campo biomedico.

Inoltre, si è effettuata un'analisi sulla struttura degli scaffold, tramite il software ImageJ per verificare la precisione, con riferimento alla dimensione dei pori, della realizzazione degli stessi tramite LPBF.

Analizzando le proprietà meccaniche delle due strutture, possiamo quindi concludere che per quanto riguarda la durezza e la resistenza meccanica i valori corrispondenti all'acciaio duplex sono notevolmente superiori rispetto al 316l grazie alla presenza degli elementi di lega e si può dedurre facilmente che questo acciaio sarà sicuramente più resistente.

Lo svantaggio è che essendo molto resistente, esso assorbirà, durante l'impiego, tutta la tensione non permettendo così la completa guarigione del paziente.

Dall'altra parte, analizzando le proprietà magnetiche, è risultato che il valore di  $H_c$  (intensità del campo magnetico applicato necessario per ridurre la magnetizzazione a zero, dopo la magnetizzazione del campione è stata condotta a saturazione) è maggiore per il 316l, indicando che questo materiale è più soggetto al riscaldamento quando esposto a un campo magnetico.

Dall'analisi effettuata tramite ImageJ, i dati ottenuti come si può notare dalle tabelle 4.1 - 4.2, i valori riportati non sono tutti uguali e questo mi genera un valore di deviazione standard, tabelle 4.3 - 4.4.

Questi valori avranno sicuramente un contributo dato dall'errore di misura, ma soprattutto saranno dovuti alle irregolarità presenti nella struttura degli scaffold come ad esempio, particelle di contaminazione, polveri non fuse attaccate alla struttura, che andranno poi ad influenzare la porosità della struttura, caratteristica fondamentale per garantire la penetrazione delle cellule e quindi la rigenerazione del tessuto osseo.

## SITOGRAFIA E BIBLIOGRAFIA

- 1) [Additive manufacturing 2020\\_21 \(univpm.it\)](#) ( password: tm2020\_21)
- 2) [Produzione sottrattiva o additiva? Alla scoperta di questi processi! \(3dz.it\)](#)
- 3) [The rapid prototyping technologies | Emerald Insight](#)
- 4) [Rapid tooling: the state of the art - ScienceDirect](#)
- 5) [Metal Additive Manufacturing: A Review | SpringerLink](#)
- 6) [Laser Powder Bed Fusion - Metal - MIT Technology Roadmapping](#)
- 7) Appunti metallurgia [Presentazione di PowerPoint \(univpm.it\)](#)
- 8) [Acciaio Austenitico - Edeltahl härten \(edelstahl-haerten.de\)](#)
- 9) [Borinox - Edeltahl härten \(edelstahl-haerten.de\)](#)
- 10) [9700a098-46dd-3144-bcce-0d9be584da7f \(infona.pl\)](#)
- 11) <https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1179/1743284715Y.0000000017>

- 12) Appunti metallurgia [Diapositiva 1 \(univpm.it\)](#)
  
- 13) Appunti metodologie 2020/2021 [Presentazione standard di PowerPoint \(univpm.it\)](#)
  
- 14) Appunti metodologie 2020/2021 [Diapositiva 1 \(univpm.it\)](#)
  
- 15) [Il microscopio elettronico: caratteristiche e descrizione dello strumento \(microbiologiaitalia.it\)](#)
  
- 16) Appunti metodologie 2020/2021 [Diapositiva 1 \(univpm.it\)](#)
  
- 17) [Microscopio: Oculari - Didattica delle Scienze \(didascienze.it\)](#)
  
- 18) [Slide 1 \(univr.it\)](#)
  
- 19) [Che cos'è il SEM? Spieghiamo la tecnologia del Microscopio elettronico a scansione | Microscopia Elettronica da banco](#)
  
- 20) Appunti metodologie 2020/2021 [Presentazione standard di PowerPoint \(univpm.it\)](#)
  
- 21) [Spettroscopia EDX - Wikipedia](#)
  
- 22) [tesi.pdf \(polito.it\)](#)

## RINGRAZIAMENTI

Per concludere, vorrei poter dedicare un momento a ringraziare tutte le persone che in questi anni mi sono state vicine e mi hanno accompagnato verso questo grande traguardo.

In primis vorrei ringraziare la professoressa Eleonora Santecchia, nonché mia relatrice di tesi, per la pazienza e il tempo che mi ha dedicato, ma soprattutto per la grande passione che mi ha trasmesso riguardo questa branca dell'ingegneria.

Inoltre, vorrei ringraziare la Dott.ssa Maria Laura Gatto, la mia correlatrice di tesi e tutor durante il periodo di tirocinio, per la sua professionalità e per avermi coinvolto durante i processi operativi previsti.

Vorrei poi ringraziare la mia famiglia, durante il mio percorso di studi mi avete sempre sostenuto, soprattutto avete avuto molta pazienza per i molteplici stati d'animo che mi hanno pervaso durante questo percorso, avete sempre appoggiato le mie scelte seppure sbagliate dandomi la possibilità di seguirle. Vi sarò per sempre molto grato per avermi dato questa possibilità.

Vorrei poi ringraziare te Arianna, che seppure da pochi mesi, mi hai dato sempre un consiglio al momento giusto e mi hai sicuramente sostenuto negli ultimi esami e spronato per dare il meglio di me.

Vorrei poi ringraziare te Manfri, amico da sempre, per i tuoi consigli, per le giornate a “studiare” in uni, per la tua leggerezza e per avermi sempre sostenuto in ogni singolo momento di crisi e di panico.

Ci tengo a ringraziare i miei compagni di corso Amir, Davide e Tiziano per il sostegno reciproco, per i momenti di crisi preesame e per la spensieratezza che ci contraddistingueva durante le lezioni, il vostro aiuto è risultato fondamentale per il raggiungimento di questo traguardo.

Vorrei poi ringraziare gli amici di una vita, che reputo la mia seconda famiglia, Ele Vlad Riccardo Sofi Marti Tacca Fina Jenni Bianca Menga Herbi Gianmarco siete e sarete sempre dei punti di riferimento per me.

Vorrei poi ringraziare tutti i miei amici di Camerano e Ancona non citati sopra, ognuno di voi mi ha lasciato un qualcosa che conserverò durante la mia vita.

Per concludere vorrei ringraziare me stesso, per la tenacità e la testardaggine che ho dimostrato per superare tutti i momenti difficili che ci sono stati durante questi anni. È stato un percorso lungo e complicato, ma sono sempre stato pronto a rimboccarmi le maniche, nonostante tutto, sono molto fiero di me stesso per aver raggiunto questo grande traguardo.