

UNIVERSITA' POLITECNICA DELLE MARCHE

FACOLTA' DI INGEGNERIA

Corso di Laurea Triennale in Ingegneria Meccanica

STUDIO DEL COMPORTAMENTO MECCANICO DI COMPONENTI IN MATERIALE METALLICO OTTENUTI MEDIANTE PROCESSO DI FUSIONE LASER A LETTO DI POLVERE

STUDY OF THE MECHANICAL BEHAVIOR OF METALLIC MATERIAL COMPONENTS OBTAINED BY LASER POWDER BED FUSION PROCESS

Relatore:

Tesi di Laurea di:

Prof. Michela Simoncini

Davide D'Ostilio

Correlatore:

Dott. Ing. Tommaso Mancia

Alla mia famiglia che mi ha sempre sostenuto

A me che non ho mai mollato

SOMMARIO

Sommario	3
INTRODUZIONE	5
CAPITOLO 1 – ADDITIVE MANUFACTURING	6
1.1 Ciclo di fabbricazione	6
1.1.1 Creazione del modello tridimensionale	6
1.1.2 Conversione del file Parametrico in STL	6
1.1.3 Software di Slicing	7
1.1.4 Costruzione dell'oggetto	7
1.2 Tecnologie di Additive Manufacturing	7
1.2.1 Fused Deposition Modelig (FDM)	8
1.2.2 Stereolitografia (SLA)	9
1.2.3 Selective Laser Sintering (SLS)	9
1.2.4 Bound Metal Deposition (BMD)	10
1.2.5 Direct Energy Deposition (DED)	11
1.2.6 Laser Powder Bed Fusion	12
1.2.6.1 Introduzione alla tecnologia	12
1.2.6.2 Funzionamento tecnico	14
1.3 Leghe per metal additive manufacturing	15
1.4 Caratterizzazione delle polveri	16
1.5 Produzione delle polveri	
1.5.1 Atomizzazione a gas	
1.5.2 Atomizzazione ad acqua	19
1.5.3 Abrasione meccanica	20
1.5.4 Atomizzazione centrifuga	20
1.5.5 Atomizzazione al plasma	21
CAPITOLO 2 – MATERIALI E PROCEDURE	23
2.1 Metodologie operative	23
2.2 AISI 316L	23

2.2.1 Descrizione del materiale	23
2.2.2 Ambiti di applicazione	24
2.3 Prima additive	25
2.3.1 Stampante Prima Additive Print Sharp 250	25
2.3.2 Scheda tecnica AISI316L by Prima Additive	25
2.4 Provini	26
2.4.1 Dimensionamento provini	26
2.4.2 Parametri della stampa LPBF	27
2.4.3 Parametri utilizzati	
2.4.4 Orientamento di stampa e numerazione dei provini	
2.4.5 Provini realizzati e relative misurazioni	32
2.5 Prove di trazione	
2.5.1 Cenni di teoria	
2.5.2 Macchina di prova ed estensometro	
2.6 Strumenti di osservazione	
2.6.1 Microscopio stereoscopico	
2.6.2 Microscopio SEM	
CAPITOLO 3 – RISULTATI E DISCUSSIONE	41
3.1 Curve di trazione	41
3.2 Analisi microscopiche	
3.2.1 Immagini ottenute tramite stereomicroscopio	42
3.2.2 Immagini ottenute tramite SEM	
CAPITOLO 4 – CONCLUSIONI	56
SVILUPPI FUTURI	57
BIBLIOGRAFIA	57

INTRODUZIONE

A partire dagli anni '80 è stata sviluppata una nuova tecnologia di fabbricazione che risolve molte delle criticità legate ai sistemi tradizionali, stiamo parlando della manifattura additiva, meglio conosciuta come Stampa 3D. Questa tecnologia era inizialmente indicata con il nome Rapid Prototyping (RP) in quanto il loro scopo era quello di realizzare prototipi nel minor tempo possibile e a basso costo. Tuttavia, negli anni i miglioramenti di processo, hanno permesso di ottenere finiture e proprietà meccaniche sempre più vicine al prodotto finito; quindi, si è deciso di adottare il termine Additive Manufacturing (AM) che risultava più adeguato.

Ad oggi sotto questo nome troviamo una grande varietà di processi produttivi, anche molto diversi tra loro. A differenza dei processi sottrattivi, che partono da un blocco di materiale alla quale viene asportato il truciolo, la stampa 3D parte dal materiale grezzo (che sia esso in forma di polvere, pellet, filamento o resina) e lo deposita selettivamente sovrapponendo strati successivi. È degno di nota, infatti, l'impiego di diverse famiglie di materiali, esistono infatti stampanti che adoperano polimeri, metalli, ceramiche e resine. Tale tecnologia ci permette di ridurre i tempi di produzione per volumi medio piccoli, minimizzare gli scarti, realizzare forme troppo complesse per i sistemi sottrattivi e realizzare prototipi con il desiderato grado di riempimento. La stampa 3D trova applicazione in numerosi campi dove la rapidità e la flessibilità di processo sono essenziali, ad esempio i settori racing, aerospace, medico, gioielliero e molti altri. Sul mercato sono presenti diverse tipologie di stampante che impiegano materiali diversi e tecniche diverse per la realizzazione dei pezzi, ne vedremo i principali tipi di seguito.

La caratterizzazione delle proprietà meccaniche di provini stampati ci permette di prevedere il comportamento del materiale impiegato e la scelta dei giusti campi di applicazione. A tale proposito abbiamo sottoposto a trazione diversi provini, orientati in maniera differente rispetto agli assi del volume di stampa. Questo approccio permette di stabilire l'esistenza di anisotropie legate all'orientamento ed eventuali direzioni preferenziali. Abbiamo inoltre condotto diverse rilevazioni microscopiche del materiale stampato e delle superfici di frattura. Lo studio è stato eseguito su provini realizzati tramite la stampante Print Sharp 250 che sfrutta la tecnologia Laser Powder Bed Fusion.

CAPITOLO 1 – ADDITIVE MANUFACTURING

1.1 CICLO DI FABBRICAZIONE

1.1.1 Creazione del modello tridimensionale

La fabbricazione additiva parte innanzitutto dalla realizzazione di un modello CAD [fig. 1] (Computer Aided Design), quindi un file tridimensionale che sia una fedele rappresentazione dell'oggetto da realizzare. Durante la realizzazione di un file CAD, bisogna avere ben chiaro il funzionamento della tecnologia additiva scelta; ogni macchina ha i suoi limiti ed è buona norma disegnare conseguentemente ad essi. Alcuni dei processi di stampa tendono a restituire oggetti leggermente deformati rispetto al file originario; quindi, in fase di progettazione bisogna compensare tali fenomeni (Causati, per alcuni processi, dalla contrazione termica del materiale in fase di raffreddamento). Nella progettazione meccanica si utilizzano software di modellazione di tipo parametrico, ovvero in grado di esprimere ogni lavorazione attraverso parametri che generano forme e vincoli.



Figura 1 - Esempio di file CAD

Figura 2 - Esempio di file STL

1.1.2 Conversione del file Parametrico in STL

La stragrande maggioranza dei software di slicing (Approfonditi nel paragrafo successivo) accetta in input esclusivamente file in formato STL [fig. 2] (STereo Lithography); anche se ultimamente stanno prendendo piede slicer che accettano file STP (Un formato parametrico molto più diffuso). Il file STL è essenzialmente un solido la cui superficie è stata discretizzata in triangoli che possono essere più o meno fitti. È un formato molto semplice da generare e processare ma al contempo estremamente difficile da modificare.

1.1.3 Software di Slicing

Successivamente si ricorre all'utilizzo di uno slicer, ovvero un software in grado di tradurre il modello tridimensionale in movimenti che la macchina eseguirà per realizzare il nostro oggetto. Non solo, lo slicer svolge molteplici funzioni tra cui:

- Disposizione del pezzo all'interno del volume di stampa
- Impostazione dei parametri caratteristici (Ad esempio altezza dello strato, temperatura di stampa, tempo di cura degli strati, velocità del laser e molti altri)
- Posizionamento strategico di materiale di supporto
- Gestione delle procedure preliminari alla stampa (Come spurghi o posizionamento degli assi)
- Gestione delle diverse testine ove presenti
- Stabilisce dei vincoli allo spostamento, alla velocità e all'accelerazione degli assi

1.1.4 Costruzione dell'oggetto

Una volta scelti tutti i parametri viene generato il file che verrà interpretato dalla macchina. Quest'ultima, dopo alcune fasi preliminari, inizierà la realizzazione dell'oggetto grezzo che, a seconda della tecnologia additiva in uso, potrebbe aver bisogno di lavorazioni successive dette post processing tra cui:

- Rimozione dei supporti
- Esposizione ad ultravioletti
- Sabbiatura
- Verniciatura
- Rivestimento
- Trattamenti termici

1.2 TECNOLOGIE DI ADDITIVE MANUFACTURING

Le fasi del processo di additive manufacturing sono le stesse per tutte le tecnologie disponibili; tuttavia, la tecnica di realizzazione varia considerevolmente a seconda della macchina utilizzata. Di seguito vengono riportate le principali tecnologie disponibili sul mercato:

1.2.1 Fused Deposition Modeling (FDM)

La tecnologia FDM [fig. 3] è la più diffusa in campo consumer grazie alla semplicità di funzionamento e all'assenza di problemi di sicurezza legati alla macchina. La lavorazione, infatti, avviene all'interno della stampante e non c'è alcun contatto con l'operatore.

Il processo parte da un filamento di materiale termoplastico che viene spinto da una ruota dentata fino ad una testina riscaldata (detta hotend). Tale testina è montata su delle guide lineari, potendo quindi muoversi lungo due direzioni ortogonali. Il materiale fuso viene depositato sopra un piatto riscaldato, che, una volta completato lo strato, si sposta verso il basso, garantendo la tridimensionalità dell'oggetto.

I polimeri più utilizzati sono il PLA (Acido polilattico), il PET-G (PoliEtilene Tereftalato Glicolemodificato), l'ABS (Acrilonitrile Butadiene Stirene) ed il TPU (PoliUretano Termoplastico). Ognuno dei quali possiede caratteristiche meccaniche differenti e campi di applicazione specifici.

Tra i principali punti di forza di questa tecnica vi sono, la realizzazione di componenti definitivi, la quasi totale assenza di post-produzione e la facilità nella rimozione di supporti che possono anche essere realizzati in materiale idrosolubile.

Tuttavia, tra i limiti possiamo ritrovare, la ridotta velocità di stampa, essendo legata al volume di materiale estruso, la mediocre finitura superficiale delle parti stampate e l'impossibilità di sfruttare a pieno il volume di stampa, data l'impossibilità di sovrapporre i pezzi.



Figura 3 - Schema funzionamento stampante FDM

1.2.2 Stereolitografia (SLA)

Anche la Stereolitografia [fig. 4] è estremamente diffusa, specialmente in campo professionale grazie alla finitura eccellente e alla fedele rappresentazione dei dettagli del modello. La stampa SLA trova applicazione in ambiti di precisione come la gioielleria, l'odontoiatria, il modellismo e l'istruzione.

La stampante è costituita da una vasca con fondo trasparente che viene riempita di una resina liquida fotosensibile. Al disotto della resina si trova un display, in grado di irradiare di ultravioletti la porzione di resina da solidificare. Il piatto di stampa, sulla quale aderisce la resina indurita, si sposta verso l'alto ad ogni layer, formando l'oggetto nella sua interezza.

Oltre all'ottima finitura la stampa SLA può contare sulla simultaneità di stampa: stampare molteplici oggetti identici richiede lo stesso tempo di una singola copia dello stesso oggetto. È inoltre un processo versatile in quanto si può scegliere tra una moltitudine di materiali con ottime proprietà meccaniche, termiche ed ottiche; che possono essere miscelati con additivi liquidi o particelle solide per migliorare le proprietà meccaniche ed estetiche.



Figura 4 - Schema funzionamento stampante SLA

1.2.3 Selective Laser Sintering (SLS)

La sinterizzazione laser selettiva [fig. 5] è la tecnologia di stampa 3D più diffusa per le applicazioni industriali. Consiste nella fusione di materiale plastico sottoforma di piccole particelle, tramite un laser ad alta potenza. La presenza di materiale non solidificato

nell'intorno del pezzo stampato e la bassa contrazione termica del materiale eliminano quasi del tutto la necessità di materiale di supporto.

La stampante è costituita dal volume di stampa che inizialmente è vuoto e da una vasca nella quale si trova il materiale. Un rullo trasporta il materiale dalla vasca al volume di stampa, depositandolo in sottili strati. Successivamente il laser fonde materiale nella zona interessata e a solidificazione avvenuta, il piatto di stampa si sposta verso il basso, per poter accogliere un nuovo strato di polvere.

I vantaggi di questo processo sono la possibilità di riempire completamente il volume di stampa, ottenendo quindi buoni volumi di produzione, e le ottime proprietà meccaniche delle componenti stampate; paragonabili ai processi di stampaggio ad iniezione.



Figura 5 - Schema funzionamento stampante SLS

1.2.4 Bound Metal Deposition (BMD)

La BMD è una delle tecnologie di metal additive manufacturing più recenti, basata sull'estrusione di particolari bacchette appositamente realizzate. Tali bacchette sono composte da polvere metallica agglomerata da un legante polimerico.

Il processo di stampa [fig. 6] è, per il primo step, molto simile alla stampa FDM: un ugello viene portato alla temperatura di fusione del polimero e la bacchetta viene estrusa per formare il pezzo. Successivamente, il piatto di stampa viene rimosso ed inserito nel debinder, ovvero una stazione nella quale gli oggetti stampati vengono immersi in un fluido, che ha lo scopo di rimuovere chimicamente il legante. Il terzo ed ultimo passaggio avviene nella fornace, dove

le stampe vengono sottoposte a sinterizzazione, ovvero un processo che le porta ad alte temperature, purché inferiori a quelle di fusione del metallo scelto.

I grani di polvere si saldano tra loro, restituendo una superficie granulare e con buone caratteristiche meccaniche. Tuttavia, non raggiungendo la completa fusione del materiale, le caratteristiche meccaniche saranno inferiori ai processi di fonderia; inoltre, questo processo restituisce parti porose in quanto le zone precedentemente occupate del polimero rimangono vuote.

Questa tecnologia presenta numerosi vantaggi, tra cui la sicurezza del processo, perché l'operatore non viene esposto a polveri metalliche sottili che sono estremamente dannose; inoltre, l'intero processo ha un costo ridotto rispetto agli altri sistemi di stampa metallica.



Figura 6 - Schema di realizzazione di un componente tramite tecnologia BMD

1.2.5 Direct Energy Deposition (DED)

La stampa DED è una tipologia di metal additive manufacturing, si basa sull'impiego di un particolare ugello montato su una testa multiasse. Questo ugello eroga contemporaneamente un fascio laser, del gas inerte e la polvere metallica. La polvere viene trasportata attraverso l'ugello usando il gas inerte che permette al materiale di essere soffiato nel percorso del fascio laser. Il materiale viene depositato solo dove necessario; viene prima parzialmente fuso dal fascio e poi fuso completamente quando entra in contatto con il bagno di saldatura.

Questo processo è utilizzabile sia per aggiungere materiale a componenti esistenti, sia per crearne di nuovi. Una particolarità di questa tecnologia è anche quella di stampare materiali diversi in sequenza, cosa non consentita dalle tecnologie a letto di polvere. Data la presenza

della testa di deposizione multiasse [fig. 7], la stampa DED non richiede l'ausilio di materiale di supporto

Ulteriori vantaggi possono essere riscontrati nell'elevata velocità di stampa, l'elevata densità del materiale e proprietà meccaniche paragonabili a quelle ottenute per processi di fonderia e asportazione di truciolo

Non è però una tecnologia esente da difetti, infatti il processo è costoso se comparato ad alcune tecnologie più recenti e produce prodotti dalla bassa risoluzione e scarsa finitura superficiale, rendendo necessario rilavorare le parti ottenute.



Figura 7 - Testa di deposizione tecnologia DED

1.2.6 Laser Powder Bed Fusion

1.2.6.1 Introduzione alla tecnologia

La stampa Laser Powder Bed fusion (L-PBF) è una delle più diffuse tra le tecnologie di metal additive manufacturing; nasce da un'evoluzione dalla Direct Metal Laser Sintering (DMLS), una tecnica introdotta nel 1994 dall'azienda EOS. Oggi le tecnologie a letto di polvere sono commercialmente mature e rendono possibile la realizzazione di geometrie complesse con materiali estremamente sofisticati. La L-PBF offre una serie di vantaggi, sia produttivi, che economici, che ambientali:

- Possibilità di creare prototipi rapidi e di alta qualità
- Possibilità di produrre pezzi in serie in maniera economicamente vantaggiosa
- Caratteristiche meccaniche superiori alle tecnologie a sinterizzazione
- Possibilità di stampare alcune geometrie senza bisogno di materiale di supporto

- Oggetti realizzati in un singolo processo
- Possibilità di riciclare parte del materiale non fuso diminuendo l'impatto ambientale ed abbassando i costi di processo

Ma anche diversi svantaggi:

- Variabilità delle proprietà, causata dalla complessità dei cicli termici che avvengono nel processo
- Presenza di stress residui
- Anisotropia
- Minore affidabilità rispetto ad altri sistemi additivi
- Mediocre qualità superficiale



Figura 8 - Componente realizzato tramite L-PBF con relativi supporti



Figura 9 - Visuale ravvicinata del fascio laser di una stampante L-PBF

1.2.6.2 Funzionamento tecnico

In maniera similare alla tecnologia SLS, la Powder Bed Fusion [fig. 10] utilizza una sorgente di calore, che sia essa laser o fascio di elettroni. La base della stampante è composta da tre volumi, il primo è detto Build Volume ed è generato dal movimento verticale di un pistone idraulico detto Build Piston, sulla quale viene fissato il piatto di stampa. Il secondo è detto Supply Volume ed è generato dal movimento verticale di un secondo pistone detto Supply Piston; il terzo invece è detto Collector. Il Recoater è lo strumento che sposta la polvere metallica tra i tre volumi. In base al tipo di polvere e alla forma dell'oggetto da stampare si può scegliere tra recoater morbido, recoater a spazzola, recoater duro o recoater senza contatto.

Una sorgente, situata nella zona posteriore della macchina, genera un laser ad alta intensità, che viene guidato da una fibra ottica fin sopra al piatto di stampa. A questo punto viene concentrato da una lente focale e guidato da uno specchio che indirizza il fascio di luce secondo un percorso prestabilito dal software CAM. In particolare, il laser scansiona dapprima la zona interna di ogni layer (denominata riempimento) e successivamente traccia la zona perimetrale, al fine di ottenere una finitura migliore nelle superfici verticali. È presente poi un chiller a liquido che evita l'eccessivo aumento delle temperature della sorgente e delle componenti ottiche.

Inizialmente il build piston è situato nella parte alta, in maniera da coincidere con il piano superiore del volume. Al contrario il supply piston è posizionato nella parte inferiore del volume, perché contiene la polvere che verrà portata a fusione. Tutta la zona di stampa viene riempita con un gas inerte, solitamente Azoto o Argon, in maniera da evitare fenomeni ossidativi.

Iniziato il processo di stampa, il build piston si sposta verso il basso, di una distanza pari all'altezza di un singolo strato; mentre il supply piston si solleva di una distanza leggermente maggiore del necessario, per avere la certezza che la polvere ricopra l'intero volume di stampa correttamente. A questo punto il recoater sposta il materiale sul volume di stampa, lasciando uno strato planare e scaricando l'eccesso nel collector. A fine stampa la polvere accumulata nel collector verrà setacciata e recuperata. A processo ultimato il componente, eventualmente connesso a strutture di supporto, risulta saldato al piatto di stampa e circondato dalla polvere non solidificata che verrà anch'essa recuperata. In seguito, avviene la rimozione dei supporti, e l'eventuale post-produzione, al fine di migliorare la qualità superficiale. Dopo ogni stampa è necessario eseguire la rettifica del piatto di stampa, per ristabilirne la planarità e la rugosità corrette.



Figura 10 - Schema funzionamento L-PBF

1.3 LEGHE PER METAL ADDITIVE MANUFACTURING

I processi metallurgici per la produzione di polveri metalliche sono utili per la trasformazione di una vasta gamma di materiali sia a scopo produttivo che di ricerca. Le leghe utilizzate possono essere a base di:

• Cobalto-Cromo: Le leghe a base di cobalto sono tra le più utilizzate nei processi di additive manufacturing, sono considerate polveri all round. Riescono infatti a combinare eccellenti resistenze all'usura meccanica, specialmente ad alte temperature, con una buona resistenza alla corrosione. Solitamente presentano alliganti come, carbonio, tungsteno e molibdeno. Un esempio di lega cobalto cromo è la CoCr realizzata da Prima Additive

- Nichel: Le leghe a base di nichel sono progettate per resistere alla corrosione e alla fatica piuttosto che all'usura, in particolare ad agenti chimici aggressivi. La presenza di cromo e molibdeno come alliganti aumenta ulteriormente la resistenza a fenomeni corrosivi come il pitting. Possono essere impiegate ad altissime temperature, fino a 1200°C, con ottimo controllo dell'ossidazione. Alcuni esempi sono le leghe In625 e In718
- Ferro: Le leghe di ferro sono sviluppate specificamente per resistere ai fenomeni abrasivi ad alte e basse temperature. Offrono anche elevate resistenze alla corrosione e allo strisciamento metallo-metallo. Le leghe a base di acciaio presentano anche un ottimo rapporto costo/prestazioni, buone durezze e duttilità. Presentano ottime proprietà termiche e si prestano a subire trattamenti termici. Alcuni esempi sono le leghe 316L, M300 e 17-4PH
- Titanio: Le leghe di titanio vedono il loro principale campo di applicazione nell'ambiente aeronautico, infatti, oltre il 50% del totale prodotto trova impiego in questo settore. Recentemente la loro alta biocompatibilità e leggerezza hanno promosso il loro utilizzo nel settore biomedico per la realizzazione di protesi e impianti. Un tipico esempio di lega di titanio è il Ti-6AI-4V
- Alluminio: Le leghe di alluminio offrono elevate conducibilità termiche ed elettriche ed un elevata resistenza alla corrosione. Raggiungono buoni livelli di durezza e tensione massima mantenendo un peso estremamente ridotto. Sono particolarmente adatte al post processing e presentano una buona finitura superficiale. Un esempio di queste leghe è l'AlSi10Mg.
- Rame: Le leghe a base di rame sono le migliori per conducibilità termica ed elettrica, in combinazione con buone proprietà meccaniche. Un esempio è la lega CuSn10

1.4 CARATTERIZZAZIONE DELLE POLVERI

Di seguito sono elencate le caratteristiche che dovrebbero essere prese in considerazione durante la scelta della polvere. Ogni proprietà ha un importante impatto sul prodotto finale:

Morfologia: La morfologia [fig. 11] è solitamente studiata tramite microscopio SEM
o tomografia computerizzata. La forma delle particelle metalliche è strettamente legata
al loro metodo di produzione; questa caratteristica contribuisce direttamente alla
scorrevolezza della polvere, che aumenta all'aumentare della sfericità di quest'ultima.
Alcuni esempi di forme particellari sono: Sferica, tondeggiante, angolare, dendritica,
a fiocchi, cilindrica, cubica e ad ago.



Figura 11 - Forme particellari

- Densità: Si divide in densità reale, densità apparente e densità battuta. La prima è misurata come grammi di polvere/volume reale escludendo i vuoti tra le particelle. Mentre la seconda è misurata conteggiando anche gli spazi vuoti; quindi, è sempre minore della densità reale. La terza invece è la densità raggiunta da un campione in seguito ad una compattazione meccanica.
- Distribuzione dimensionale: La taglia delle particelle viene analizzata tramite diffrazione laser o per setacciamento. La distribuzione dimensionale influenza l'energia necessaria alla fusione e la densità apparente della polvere. Inoltre, si riflette sull'altezza minima del layer, che deve essere superiore alla massima dimensione delle particelle utilizzate.
- Conducibilità termica: Influenza le dinamiche di solidificazione delle polveri.
- Scorrevolezza: Essa è definita come la velocità con cui una polvere metallica scorre per gravità da un contenitore attraverso un ugello, avente dimensioni e finitura ben definite. La scorrevolezza è inversamente proporzionale all'irregolarità delle particelle, all'attrito interparticellare e alla percentuale di umidità; è inversamente proporzionale alla dimensione delle particelle ed alla densità apparente. Scarse proprietà di scorrevolezza comportano un'alimentazione lenta ed un riempimento irregolare del volume di stampa.

Un parametro legato alla scorrevolezza è l'indice Carr, che misura la compressibilità di una polvere. È infatti dipendente dalla densità apparente e dalla densità battuta, secondo la formula:

$$CI[\%] = 100(1 - \frac{\rho_b}{\rho_t})$$

Dove ρ_b è la densità apparente e ρ_t è la densità battuta.

1.5 PRODUZIONE DELLE POLVERI

La produzione di polveri adatte all'additive manufacturing può avvenire tramite diverse tecniche che si differenziano per caratteristiche della polvere prodotta e costo di produzione:

1.5.1 Atomizzazione a gas

Il termine "atomizzazione a gas" racchiude una serie di processi in cui un getto di gas inerte ad alta pressione si infrange contro un flusso di metallo fuso, generando particelle di polvere metallica. Questa famiglia di processi è la più diffusa, inquanto altamente cost effective e a buona produttività.

Le polveri prodotte da questi processi presentano un discreto grado di sfericità [fig. 14], una stretta distribuzione delle dimensioni delle particelle [fig. 13] e bassi contenuti di ossigeno per getti atomizzati con gas inerte.

La scelta del gas condiziona alcune delle proprietà del prodotto stampato, in particolare utilizzando Argon si ottengono microstrutture uniformi e grani fini. Tali caratteristiche si riflettono in una migliore consistenza delle proprietà meccaniche, maggiore elongazione e più alta velocità di incrudimento. Al contrario utilizzando Azoto si ottengono grani di dimensione maggiore che comportano una minore consistenza dei risultati ma una tensione massima generalmente superiore.



Figura 12 – Processo di atomizzazione a gas

Figura 13 - Distribuzione della dimensione particellare



Figura 14- Immagine SEM di una polvere realizzata tramite atomizzazione a gas

1.5.2 Atomizzazione ad acqua

L'atomizzazione ad acqua [fig. 15] si effettua partendo da un crogiolo contenente metallo fuso che viene fatto passare attraverso un ugello ed immediatamente investito da un getto di acqua ad alta energia. Questa tecnologia è la più economica tra quelle impiegate a livello industriale, l'intero processo è fino a tre volte meno costoso rispetto ai processi a gas inerte; inoltre, si ottengono produttività superiori e minor consumo energetico. Tuttavia, si ottengono polveri di forma irregolare, con alta presenza di impurità e con un'ampia distribuzione delle dimensioni delle particelle.

È possibile eliminare i fenomeni ossidativi legati alla presenza di ossigeno eseguendo l'intero processo in atmosfera controllata con un gas inerte.



Figura 15 – Processo di atomizzazione ad acqua

1.5.3 Abrasione meccanica

Le tecniche di abrasione meccanica [fig. 16] sono ancora in fase di sperimentazione; tuttavia, promettono la realizzazione di polveri metalliche in maniera estremamente economica. Una ruota abrasiva, realizzata in ossido di alluminio, viene messa in rotazione e fatta avanzare nella direzione di un blocco di materiale metallico, ad una velocità costante.

Viene generato e raccolto dello sfrido di abrasione che presenta al suo interno variabili quantità di materiale abrasivo ed altre impurità. Infatti, viene sottoposto a setacciatura al fine di rimuovere le particelle metalliche filiformi e le impurità di dimensione maggiore. La polvere setacciata subisce un lavaggio in acetone, per rimuovere le inclusioni rimanenti, per poi essere riscaldato tra i 75°C ed i 100°C per rimuovere i residui volatili.

I processi per abrasione meccanica producono polveri con un ampio spettro di granulometrie, da 10 a 150 μ m e forme variabili, tra cui: particelle filiformi, particelle a scaglia e particelle sferiche. Tale variabilità nella qualità delle polveri le rende utilizzabili esclusivamente in processi di stampa DED.



Figura 16 – Produzione di polveri per abrasione meccanica

1.5.4 Atomizzazione centrifuga

Nell'atomizzazione centrifuga [fig. 17] si ricorre ad un crogiolo posto sulla sommità di un disco rotante; il materiale fuso entra in contatto con il disco e per forza centrifuga vengono proiettate particelle lungo la direzione radiale. Le particelle ottenute per atomizzazione centrifuga sono altamente sferiche e di dimensione consistente. Tale processo ha la capacità di variare la dimensione della polvere ottenuta variando la velocità di rotazione del disco ed il diametro dello stesso.

Questa tecnica può essere combinata con l'atomizzazione a gas al fine di ottenere particelle di dimensione inferiore ai $10 \ \mu m$.



Figura 17 – Produzione di polveri per atomizzazione centrifuga

1.5.5 Atomizzazione al plasma

Questa tecnica è tra le più moderne disponibili sul mercato e permette di produrre polveri ad elevata purezza, ottima scorrevolezza e bassa porosità. Il processo [fig. 18] parte da un filo metallico che viene estruso attraverso delle torce al plasma che ne comportano la fusione immediata e la precipitazione sottoforma di particelle sferiche. La granulometria [fig. 19] ottenuta per atomizzazione al plasma è piuttosto stretta, ottenendo particelle di dimensioni comprese tra 40 e 100 μ m.

I materiali atomizzabili attraverso questa tecnica sono limitati dalla duttilità del materiale scelto, in quanto è necessario partire da un filo metallico. È inoltre un processo particolarmente adatto alla lavorazione di metalli reattivi ed altofondenti come nickel e titanio, date le temperature raggiunte dal plasma.

Poiché l'energia cinetica convertita in energia termica è molto maggiore di quella del gas pressurizzato, il consumo di argon può essere notevolmente ridotto, il che significa costi operativi inferiori.



Figura 18- Processo di atomizzazione al plasma

Figura 19 - Immagine SEM di una polvere atomizzata al plasma



Figura 20- Distribuzione della dimensione particellare di una polvere atomizzata al plasma

CAPITOLO 2 – MATERIALI E PROCEDURE

2.1 METODOLOGIE OPERATIVE

Il primo passo è la progettazione tramite software CAD dei provini, un aspetto critico per ottenere risultati accurati e significativi. I provini devono essere progettati in conformità con la norma UNI citata nel capitolo 2.4.1. Il secondo passo è la disposizione dei provini nel volume di stampa, abbiamo scelto di variare l'angolazione rispetto alla direzione di spostamento del recoater, come illustrato nel paragrafo 2.2.4. Una volta stampati sono state eseguite delle misurazioni per stabilire la sezione resistente. In seguito, abbiamo sottoposto i provini a test di trazione con la macchina MTS 810 e tracciato le curve di stress ingegneristico rielaborando i dati forniti dalla strumentazione di prova. I campioni testati sono stati osservati tramite microscopio SEM e stereomicroscopio per analizzarne la superficie esterna e le superfici di frattura formatesi dopo le prove di trazione.

2.2 AISI 316L

2.2.1 Descrizione del materiale

Il materiale utilizzato per i test è l'AISI 316L sottoforma di polvere; è un acciaio austenitico, quindi, la sua struttura cristallina è di tipo cubico a facce centrate. Per polvere si intende un solido diviso in particelle con diametro inferiore a 1000 µm. In particolare, per i processi PBF è preferibile una granulometria compresa tra i 15 ed i 45 µm. Per i processi a fascio di elettroni è possibile salire di diametro, dai 45 ai 100 µm, con conseguente riduzione della pericolosità nei confronti dell'operatore. Nella nomenclatura AISI, la serie 300 indica gli acciai alto legati, mentre la lettera "L" (low carbon) indica una ridotta presenza di carbonio, inferiore allo 0,03%. La bassa percentuale di carbonio è determinante per far fronte a problemi di corrosione intercristallina, che tendono a sorgere nei processi di saldatura. Infatti, durante la saldatura si sviluppano temperature fino agli 850°C che sono in grado di causare la precipitazione dei carbonio, gli alliganti tipici di queste leghe sono:

 Cromo: In percentuali superiori al 12% (tipicamente 16-18%) rende l'acciaio inossidabile, inoltre aumenta la resistenza all'usura ed all'attacco di agenti chimici; riduce invece la fragilità a freddo

- Nichel: (tipicamente 10-14%) In combinazione con molibdeno e cromo aumenta la temprabilità, riduce la sensibilità al surriscaldamento ed accresce durezza e resistenza meccanica
- Molibdeno: (tipicamente 2-3%) Riduce fortemente la fragilità di rinvenimento, aumenta la resistenza meccanica a caldo oltre che la tenacità e la durezza

L'elenco completo degli elementi di lega è presente nella tabella riportata di seguito [tab. 1]

	С	Mn	Si	Р	S	Cr	Мо	Ni	Ν
Min	0	0	0	0	0	16	2	10	0
Max	0.03	2.0	0.75	0.045	0.03	18	3	14	0.10

Tabella 1 - Range percentuale di alliganti dell'acciaio AISI 316L

2.2.2 Ambiti di applicazione

Nell'industria questo materiale trova vasta applicazione, è comune trovarlo in ambiti tra cui:

- Settore alimentare: nelle pentole, posate e superfici e attrezzature per la trasformazione di alimenti
- Settore medico: in strumenti come stetoscopi, bisturi e forbici.
- Settori industriali: in particolare in applicazioni dove la saldatura riveste un ruolo primario, come serbatoi in pressione,
- Settore elettronico: Condensatori e semiconduttori
- Settore civile: Sistemi ad acqua calda, scambiatori di calore, telai di veicoli e finiture architettoniche per esterni
- Ambienti marini: la presenza del molibdeno lo rende particolarmente adatto per realizzare cavi, tubature, dadi e viti utilizzati in ambito navale
- Settore automotive: in particolare per applicazioni congiunte con l'ottimizzazione agli elementi finiti come gli scarichi di un'autovettura da gara

2.3 PRIMA ADDITIVE

2.3.1 Stampante Prima Additive Print Sharp 250

Print Sharp 250 è una macchina di medio volume per applicazioni Powder Bed Fusion, sviluppata sia per la produzione industriale di componenti complessi sia per scopi di prototipazione. La stampante è disponibile in tre configurazioni: a laser singolo, doppio o quadruplo, dalla potenza di 500 W. È inoltre dotata di un sistema automatico per la rimozione della camera di stampa, in maniera da poter rimuovere la camera con le parti stampate e poter reinserire una camera con polvere fresca, aumentando l'efficienza produttiva. La macchina opera in atmosfera controllata, grazie alla presenza di un sistema ad argon o azoto che azzera il rischio di fenomeni ossidativi durante il processo di stampa. È presente anche un'unità filtrante per il ricircolo del gas all'interno dell'area di lavoro, essa mantiene un elevato grado di pulizia della macchina, riducendo al minimo la sostituzione delle parti soggette a usura. Nella [tab. 2] vengono elencate le caratteristiche tecniche della stampante.

Caratteristica	Valore
Potenza laser	500 W, Laser singolo infrarosso
Diametro focale laser	70 - 100 μm
Volume di stampa	258x258x330 mm
Velocità posizionamento laser	10 m/s
Velocità di costruzione	$12-30 \ cm^3/h$
Altezza strato	0.02 mm - 0.1 mm
Larghezza strato (singola passata)	0.1 mm
Temperatura massima piattaforma	200°C
Range operativo di temperatura esterna	15 – 30°C
Consumo Gas	6 L/m
Software CAM	Materialise Magics

 Tabella 2 - Caratteristiche tecniche Print Sharp 250

2.3.2 Scheda tecnica AISI316L by Prima Additive

Le caratteristiche tecniche del materiale fornito da Prima Additive sono elencate nella [Tab.

3]

Caratteristica	Unità	Valore		
Distribuzione dimensionale	mm	10-45		
Densità	g/cm^3	7.9		
Accuratezza dimensionale	mm	≤ 0.1		
parti				
Spessore strato suggerita	μm	30		
Rugosità	Ra (µm)	As-built: 11±5		
		Post sabbiatura: 5±2		
Tensione massima	σm (MPa)	720±40 (XY) / 690±30 (Z)		
Snervamento	σ0,2 (MPa)	670±30 (XY) / 630±50 (Z)		
Modulo di elasticità	E (GPa)	185 (XY) / 180 (Z)		
Elongazione	A (%)	30±5		
Durezza	HRB	87±3		

Tabella 3 - Scheda tecnica AISI316L Prima Additive

2.4 PROVINI

2.4.1 Dimensionamento provini

I provini studiati sono stati realizzati secondo la norma ASTM E8/E8M – 22, in particolare abbiamo scelto il provino di dimensioni standard e tipologia "Sheet-Type 12.5 mm".

Di seguito si riporta la messa in tavola del provino [fig. 21] e la tabella [tab. 4] contenente le dimensioni nominali del provino



Figura 21 - Messa in tavola provino

L	200 mm
А	57 mm
В	50 mm
W	12.5 mm
С	20 mm
G	50 mm
R	12.5 mm
Т	3 mm

Tabella 4 - Dimensioni nominali dei provini

2.4.2 Parametri della stampa LPBF

Le variabili operative hanno un'influenza sulla microstruttura, densità, proprietà meccaniche e rugosità dell'acciaio stampato. Di seguito si elencano i principali parametri disponibili e una descrizione dei loro effetti:

- Potenza di scansione: Questo parametro è determinante per le proprietà meccaniche dei pezzi prodotti, infatti si possono ottenere proprietà scadenti, sia per potenze troppo basse, dove si ottiene una fusione insufficiente; sia per potenze troppo alte, dove si ottiene una fusione eccessiva. La potenza può influenzare anche la microstruttura, a bassi livelli si formano pori irregolari e di grandi dimensioni nella superficie del materiale; ad alti livelli, invece, si formano pori regolari di piccola taglia, a causa della vaporizzazione di particelle di polvere. La potenza di scansione ha anche effetto sulla rugosità delle superfici stampate, essa infatti tende a diminuire all'aumentare della potenza.
- Velocità di scansione: La velocità di scansione è inversamente proporzionale alla densità energetica; infatti, all'aumentare della velocità abbiamo la formazione di pori grandi ed irregolari, mentre diminuendola troppo otteniamo pori di piccola taglia e regolari. Inoltre, si osserva che ad alte velocità diminuisce la densità delle parti stampate, che al contrario aumenta al diminuire della velocità di scansione. Si nota anche che velocità troppo alte portano alla formazione di stress residui e degradazione delle proprietà meccaniche.
- Spaziatura: La spaziatura, o hatch spacing [fig. 22], è il parametro che regola la distanza tra pozze di fusione adiacenti. Aumentando questo parametro, aumenta il

numero di particelle non fuse; si formano infatti lunghe zone vuote all'interno della superficie, riempite di polvere metallica. È possibile diminuire la porosità dei pezzi metallici diminuendo la spaziatura, perché aumenta la percentuale di sovrapposizione delle tracce di fusione adiacenti.

• Spessore strato: Questo parametro influenza primariamente la microstruttura. Aumentando lo spessore strato si ottiene una microstruttura più grossolana a causa della bassa velocità di raffreddamento della zona fusa. Un importante considerazione da fare è che diminuendo lo spessore dello strato si tende a favorire la distorsione dei prodotti ottenuti. Anche le proprietà meccaniche decrescono leggermente al diminuire dello spessore, tuttavia si ottiene una riduzione dei tempi di stampa e dell'energia consumata.



Figura 22 - Parametri geometrici

• Densità energetica: La densità energetica è una combinazione di potenza del laser e velocità di scansione, ed è definita come la quantità di energia irradiata dal laser per unità di area. Una corretta densità energetica è determinante per l'ottenimento di buone durezze, duttilità ed elevate tensioni massime. Possiamo apprezzare l'influenza di questo parametro sulla densità relativa dei componenti realizzati [fig. 23]



Figura 23 - Rapporto tra densità energetica e densità relativa del pezzo stampato

Strategia di scansione: La generazione di gradienti termici non uniformi porta alla formazione di difetti come porosità, stress residui e finitura superficiale scadente. Per far fronte a queste problematiche si sono sviluppate diverse strategie di scansione [fig. 24]. È possibile agire sia sui pattern del singolo strato, sia su pattern di strati sovrapposti, così da creare una rete di passate. È possibile, inoltre, eseguire più passate su un singolo layer, in maniera da rifondere parzialmente il materiale, eliminando difetti superficiali ed ossidi. Queste tecniche aumentano considerevolmente la densità quando non è possibile farlo agendo sugli altri parametri; tuttavia, utilizzando questa strategia si incorre in un aumento dei consumi energetici e del tempo di stampa.

Un particolare esempio di strategia di scansione è stato brevettato dalla EOS sotto il nome di "layer 67"; consiste nel ruotare la direzione di scansione di 67° rispetto allo strato precedente, ed essendo 67 un numero primo non si avrà mai la perfetta coincidenza di due strati sovrapposti.





I- Alternate hatches, single pass of the laser beam



III- One direction hatches, double pass of the laser beam

II- Alternate hatches, double pass of the laser beam



IV- Cross hatches, single pass of the laser beam

Figura 24 - Strategie di scansione

2.4.3 Parametri utilizzati

Ai fini della realizzazione dei provini da sottoporre a trazione abbiamo impostato tramite slicer i parametri di stampa riportati di seguito [tab. 5]:

Spessore strato	0.030 mm
Fattore di sovra quantità	3.03
Potenza laser riempimento	90 W
Potenza laser contorno	80 W
Potenza laser materiale di supporto	120 W
Temperatura substrato	60°C

Tabella 5 - Parametri di stampa

2.4.4 Orientamento di stampa e numerazione dei provini

L'orientamento e la disposizione dei pezzi di stampa sono aspetti fondamentali nelle tecniche a letto di polvere. Infatti, bisogna adottare alcune strategie al fine di massimizzare le possibilità di successo. Uno degli aspetti da considerare riguarda la sequenza con la quale il recoater incontra gli oggetti solidificati, è infatti buona norma disporre i pezzi stampati in modo da permettergli di incontrare un oggetto alla volta. Altrettanto importante è evitare che ci siano spigoli dell'oggetto in direzione parallela al recoater, in maniera da minimizzare eventuali impatti tra le due componenti. Nei test condotti quest'ultimo requisito non è stato rispettato, inquanto la strategia di test implica intrinsecamente superfici degli oggetti parallele alle superfici del recoater. Nelle immagini seguenti [fig. 25,26] è visibile l'intero volume di stampa in trasparenza, i provini in grigio, il recoater in blu e la direzione di spostamento di quest'ultimo in rosso.



Figura 25 - Visuale prospettica del volume di stampa in scala



Figura 26 - Visuale dall'alto del volume di stampa

I provini sono stati numerati col seguente schema [tab. 6]:

"C"	Angolo rispetto al	۰۰_۰۰	"D"	Angolo rispetto al	۰۰_۰۰	Esemplare del
	piano di stampa			recoater		provino (A, B, C)

Tabella 6 - Numerazione provini

2.4.5 Provini realizzati e relative misurazioni

Sono stati realizzati nove provini metallici, nelle immagini seguenti [fig. 27] vengono riportati tre provini, uno per ogni angolazione di stampa; rispettivamente C0-D0-C; C0-D45-C; C0-D90-C. La dicitura C0 indica l'angolo rispetto al piano di costruzione, che è rimasto invariato per tutti i provini stampati; tale dicitura verrà pertanto omessa al fine di rendere più immediata la fruizione della tesi.



Figura 27 - Provini realizzati

A stampa ultimata abbiamo misurato tutti i nove provini nella zona del tratto utile. Sono state prese in considerazione lo spessore (T) e la larghezza (W) al fine di ricavare la sezione media. Abbiamo eseguito tre misurazioni di T e W per ogni provino, variando la zona di misura lungo la dimensione maggiore del provino (L). Abbiamo successivamente calcolato le tre sezioni e fatto la media. Nella tabella seguente [tab. 7] vengono riportate tutte le misurazioni rilevate:

	T1	T2	Т3	W1	W2	W3	T medio	W medio	Sezione media
C0_D0_A	3,05	3,07	3,11	12,52	12,52	12,5	3 <i>,</i> 077	12,513	38,499
CO_DO_B	3,05	3,095	3,09	12,47	12,48	12,5	3 <i>,</i> 078	12,482	38,423
C0_D0_C	3,13	3,14	3,11	12,45	12,47	12,44	3,127	12,453	38,937
C0_D45_A	3,02	3,03	3,05	12,49	12,5	12,51	3,033	12,500	37,917
C0_D45_B	2,96	2,955	3	12,46	12,5	12,5	2,972	12,487	37,106
C0_D45_C	3,03	2,97	3	12,5	12,5	12,5	3,000	12,497	37,490
C0_D90_A	2.94	2,95	2,93	12,4	12,46	12,49	2,940	12,450	36,603
C0_D90_B	2,98	2,97	2,97	12,5	12,49	12,5	2,973	12,495	37,152
C0_D90_C	2,98	2,985	2,995	12,44	12,45	12,45	2,987	12,447	37,174

Tabella 7 - Misurazioni provini

2.5 PROVE DI TRAZIONE

2.5.1 Cenni di teoria

La prova di trazione statica a temperatura ambiente è regolata dalla norma UNI EN 10002/1, e consiste nel sottoporre un provino di geometria nota ad un carico di trazione, caratterizzato da una certa velocità d'incremento. La prova è definita distruttiva in quanto essa si conclude con la rottura della provetta nella zona denominata "tratto utile" ovvero la porzione di provino con la sezione minore. È la metodologia di prova più importante in quanto ci permette di misurare alcune proprietà meccaniche fondamentali sulla base delle quali vengono disegnati, scelti ed impiegati i materiali corretti nel campo dell'ingegneria.

Al provino è collegato un estensometro che misura la deformazione del tratto utile. Attraverso una cella di carico, la macchina traduce istante per istante la forza in differenza di potenziale, generando un segnale interpretabile da un computer. I dati di estensione e forza vengono rielaborati e viene generato un grafico tensione-deformazione che serve appunto a caratterizzare il materiale.



Figura 28 - Grafico di una prova di trazione

Nella figura [fig. 28] possiamo distinguere diversi tratti:

• Tratto O-A: Viene detto regime elastico, in questo tratto il provino si deforma linearmente rispetto alla tensione. Nel tratto elastico tutta l'energia fornita viene immagazzinata dal pezzo e restituita alla cessazione del carico. Il provino non subisce alcuna deformazione permanente e ritorna alla forma originaria. Nel tratto O-A vale la legge di Hooke:

$$\frac{\Delta L}{L_0} = \frac{F_i}{E \times S_0}$$

Dove:

 ΔL è l'allungamento

 L_0 è la lunghezza iniziale del tratto utile

 S_0 è la sezione trasversale del provino

E è il modulo di elasticità

 F_i è la forza applicata dalla macchina nel regime elastico

- Punto A: In prossimità di A cessa la proporzionalità tra carico e deformazione, il carico in quel punto viene definito "carico al limite di proporzionalità".
- Tratto A-C: In questo tratto iniziano a subentrare deformazioni permanenti che si fanno tanto più ampie quanto più ci si avvicina a C. In particolare, il punto B corrisponde al "carico al limite di elasticità" ovvero il limite al di sotto del quale le deformazioni permanenti sono minime. Inoltre, il coefficiente angolare in questo tratto è minore rispetto al tratto O-A.
- Tratto C-D: Quando il carico raggiunge il punto C, denominato "carico di snervamento", entriamo nel regime denominato elastico; in questo campo le deformazioni aumentano senza un conseguente aumento del carico. Inoltre, in questo tratto abbiamo la coesistenza di deformazioni plastiche ed elastiche; al cessare del carico si avranno deformazioni residue permanenti associate al contributo plastico.
- Tratto D-E: Si nota un aumento della tensione dovuto all'incrudimento del materiale; fenomeno secondo il quale la mobilità delle dislocazioni (difetti della struttura cristallina del metallo) diminuisce al crescere della deformazione plastica. Nel loro movimento le dislocazioni vengono ostacolate dai bordi di grano (i solidi metallici sono costituiti da un insieme di porzioni reticolari diversamente orientate chiamate grani) e si assiste quindi ad un aumento della forza misurata dalla macchina.

Possiamo definire la tensione massima $[\sigma_m]$ come il rapporto tra forza massima raggiunta $[F_m]$ e sezione iniziale del provino $[S_0]$:

$$\sigma_m = \frac{F_m}{S_0}$$

• Tratto E-F: In questo campo assistiamo al fenomeno della strizione, ovvero una brusca diminuzione della sezione resistente del provino che comporta una diminuzione della tensione e la conseguente rottura del provino.

Possiamo definire il coefficiente percentuale di strizione come rapporto tra la differenza delle aree della sezione utile iniziale $[S_0]$ e della sezione minima $[S_u]$ dopo rottura, e la sezione utile iniziale $[S_0]$:

$$Z = 100 \times \frac{S_0 - S_u}{S_0} \, [\%]$$

2.5.2 Macchina di prova ed estensometro

La macchina utilizzata per la trazione dei provini è una MTS 810 [fig. 29]. È uno strumento atto allo svolgimento di una vasta gamma di prove meccaniche tra cui:

- Test di trazione
- Test di compressione
- Test di flessione
- Test di taglio
- Test di fatica
- Test di torsione

Può montare una gamma di celle di carico, che vanno da 25 a 500 kN, la configurazione da noi usata è dotata di una cella da 250kN, adeguata alle esigenze di prova. Il macchinario può analizzare elementi meccanici di diversa geometria e materiale. In particolare, data la scarsa sensibilità per basse forze della cella di carico utilizzata, la macchina è più adatta a materiali performanti come metalli, materiali compositi, superleghe ed alluminio. Il sistema è equipaggiato con un'unità di acquisizione dati gestita da PC per monitorare carico, deformazione e spostamento in tempo reale. Per la misura delle deformazioni abbiamo applicato un estensometro MTS [fig. 30] ancorato al tratto utile del provino.



Figura 29 - Macchina MTS 810



Figura 30 - Provino in fase di test ed estensometro

2.6 STRUMENTI DI OSSERVAZIONE

2.6.1 Microscopio stereoscopico

Anche detto stereomicroscopio, prende il nome dalla sua caratteristica principale, ovvero conservare la tridimensionalità del campione osservato. La struttura ottica dello stereomicroscopio comprende un obiettivo primario condiviso e due set di obiettivi intermedi o obiettivi zoom. Due fasci di luce vengono separati dagli obiettivi intermedi ad un angolo di circa 12-15°, chiamato angolo stereoscopico, e attraversano quindi le lenti ottiche corrispondenti.

Oltre alla visione tridimensionale ci sono altre differenze con i microscopi ottici tradizionali: per prima cosa l'ingrandimento dello stereoscopio è variabile gradualmente, ad esempio tra 1x e 35x, mentre nei modelli ottici abbiamo a disposizione tre o quattro ingrandimenti fissi. Secondo, la luce utilizzata da questi apparecchi, viene riflessa sul campione, quando nei microscopi ottici essa viene fatta passare attraverso di esso; ciò consente di osservare oggetti spessi, impossibili da attraversare con la luce. Terzo, lo stereomicroscopio presenta una profondità di campo ristretta, ma la lunga distanza tra l'ottica ed il provino, consente un'interazione meccanica agevole con il campione.



Figura 31 - Stereomicroscopio Leica EZ4 D

Lo stereomicroscopio utilizzato [fig. 31] è un Leica EZ4 D, uno strumento didattico dotato di illuminazione led integrata e fotocamera per acquisizioni digitali da 3Mp

2.6.2 Microscopio SEM

Il microscopio elettronico a scansione (SEM) agisce similmente ad un microscopio ottico; tuttavia, utilizza un fascio di elettroni come sorgente luminosa a bassa lunghezza d'onda. Gli elettroni vengono prodotti da un filamento di tungsteno ed accelerati da una differenza di potenziale modulabile. L'immagine che si ottiene è data dalla scansione che il fascio elettronico, focalizzato da lenti elettromagnetiche, esegue sulla superficie del campione da analizzare; l'interazione elettroni - campione genera altri elettroni, a loro volta rilevati da un detector, che produce il segnale.

Il microscopio opera in condizione di vuoto perché gli elettroni interagirebbero con l'aria. Può operare in condizioni di alto vuoto ovvero con pressioni sono dell'ordine di 10⁻³ Pa, questo consente immagini ad elevati ingrandimenti con un potere risolutivo di 1 nm. Si può operare anche in condizioni di basso vuoto, con valori di pressione che raggiungono al massimo 1 Pa. In questo modo le immagini risultano di minore qualità, ma il campione può essere osservato senza alcuna preparazione (chiamata doratura) necessaria a renderlo conduttivo qualora non lo fosse.

Una delle caratteristiche peculiari del SEM è la sua capacità di generare immagini con elevata profondità di campo consentendo di mettere a fuoco contemporaneamente dettagli tridimensionali senza perdere di risoluzione.

Per ottenere immagini di qualità è necessaria una buona messa a fuoco e una compensazione dell'astigmatismo, che si verifica quando gli elettroni percepiscono un campo magnetico non simmetrico.

È inoltre necessaria una riserva di gas (solitamente azoto) per la fase di ricompressione della camera, al fine di evitare l'ingresso di contaminanti trasportati dall'aria atmosferica.



Figura 32 - Microscopio SEM Zeiss Supra 40 con relativa riserva di azoto

Il microscopio utilizzato è uno Zeiss Supra 40 [fig. 32], uno strumento con una risoluzione massima di 1.5nm ed in grado di raggiungere ingrandimenti fino a 900'000X. Il macchinario è stato impiegato sia per l'osservazione della polvere metallica che per l'osservazione della superficie di frattura dei provini metallici. In aggiunta, questo microscopio è in grado di eseguire la spettrometria di massa del campione, utile per identificare eventuali impurità e per verificare la composizione dei provini. I risultati ottenuti sono riportati e discussi nel capitolo successivo.

CAPITOLO 3 – RISULTATI E DISCUSSIONE

3.1 CURVE DI TRAZIONE

Dopo aver portato a termine le prove di trazione nelle modalità descritte dal precedente capitolo, sono stati raccolti i dati relativi ad ogni provino riguardo tensione e deformazione; partendo da queste informazioni, sono stati ricavati grafici che caratterizzano il comportamento dei provini. Nei diagrammi seguenti vediamo i valori medi dei tre provini per ogni orientamento di stampa [fig. 33,34] e i parametri più significativi [tab. 8]. Le considerazioni sulle curve verranno esposte nel capitolo conclusivo.



Figura 33 - Grafico tensione - deformazione



Figura 34 - Grafico tensione - deformazione nel tratto elastico

	D0	D45	D90
[σmax]	614,6	568,4	585 <i>,</i> 4
E	157216	169156	195816
[ɛ max]	0,35	0,335	0,385
[σsn 0.2]	523,7	486.8	516,42

Tabella 8 - Caratteristiche meccaniche medie dei provini

3.2 ANALISI MICROSCOPICHE

In questo paragrafo si discute la finitura superficiale dei provini stampati e le caratteristiche della superficie di frattura dei provini sottoposti a trazione.

3.2.1 Immagini ottenute tramite stereomicroscopio

Tutte le acquisizioni con lo stereomicroscopio sono state eseguite con i provini giacenti sul piano del foglio e con la dimensione maggiore parallela alla dimensione maggiore del foglio

come mostrato nell'immagine di riferimento [fig. 35]. Le seguenti immagini [fig. 34,35,36] interessano la superficie superiore ingrandita di un fattore 8x.



Figura 35 - Riferimento 1



Figura 36 - Finitura faccia superiore provino D0 con ingrandimento 8x



Figura 37 - Finitura faccia superiore provino D45 con ingrandimento 8x



Figura 38 - Finitura faccia superiore provino D90 con ingrandimento 8x



Figura 39 – Riferimento 2

Sui provini notiamo chiaramente i bordi di confine del fascio laser, distanti mediamente 8 mm, rappresentati dai tratti obliqui visibili in rilievo e riportati in rosso nell'ultima immagine [fig. 39]. Ai fini di questo elaborato ci riferiremo a questi rilievi come "rilievi primari" per favorire la snellezza del testo. Grazie all'ingrandimento possiamo apprezzare anche dei rilievi meno marcati e di dimensione inferiore, disposti perpendicolarmente alla direzione di passaggio del laser; questi ultimi sono distanti mediamente 100 µm e sono stati evidenziati in blu nella figura di riferimento [fig. 39]. Nella presente tesi chiameremo questi rilievi come "rilievi secondari". In verde sono invece marcati i bordi esterni del provino, anch'essi in rilievo e presenti su tutti i provini. Ai fini di questo elaborato ci riferiremo a questi rilievi come "rilievi perimetrali"



Figura 40 - Finitura faccia superiore provino D0 con ingrandimento 30x

Nell'immagine ingrandita 30x possiamo apprezzare un rilievo primario nella zona centrale e abbiamo una visuale più chiara dei rilievi secondari e della loro morfologia regolare. Tra ognuno dei rilievi secondari possiamo notare degli avvallamenti; discuteremo le possibili origini di rilievi ed avvallamenti nel capitolo conclusivo.

3.2.2 Immagini ottenute tramite SEM

Nel seguente paragrafo vengono mostrate le immagini acquisite al SEM di tre campioni, uno per ogni orientamento. I sottoparagrafi sono specifici di ogni provino al fine di fornire una fruizione più agevole

3.2.2.1 Campione D0

Il primo campione, parte della serie D0, mostra nella prima immagine [fig. 41] le seguenti caratteristiche:

- Rilievi secondari sulla superficie superiore del provino, quindi perpendicolare alla superficie di frattura, indicati nella zona verde
- Delle zone nella superficie di frattura altamente omogenee e prive di fori macroscopici, evidenziate in rosso
- Delle zone che presentano fori sovrapposti, lungo la direzione dell'asse verticale di stampa

Con un ingrandimento di 200X [fig. 42] riusciamo ad osservare meglio il pattern di fori e la loro morfologia. Sono caratterizzati da dimensioni comprese tra i 30 ed i 130 μ m. Aumentando il fattore di ingrandimento di un ulteriore ordine di grandezza, 2500X [fig. 43] possiamo analizzare la superficie interna dei fori appena discussi; essi presentano pareti lisce e regolari, prive di porosità. Al contrario, in prossimità del foro e in generale in tutta la superficie di frattura, si osservano microporosità diffuse, di dimensioni estremamente ridotte. Ad ingrandimento di 10'000X [fig. 44] identifichiamo fasce longitudinali ben distinte, di spessore medo pari a 4 μ m; sono separate da creste di materiale e caratterizzate da finiture differenti. Alcune sono prevalentemente lisce, mentre la maggior parte di esse presentano una marcata porosità. Con l'ultimo ingrandimento, di 40'000X [fig. 45], possiamo osservare e misurare la trama delle microporosità. La forma è frastagliata ed irregolare, con dimensioni comprese tra i 200 nm e 1 μ m.



Figura 41 - Superficie di frattura provino D0 osservata al SEM con ingrandimento 55X



Figura 42 - Superficie di frattura provino D0 osservata al SEM con ingrandimento 200X



Figura 43 - Superficie di frattura provino D0 osservata al SEM con ingrandimento 2500X



Figura 44- Superficie di frattura provino D0 osservata al SEM con ingrandimento 10'000X



Figura 45- Superficie di frattura provino D0 osservata al SEM con ingrandimento 40'000X

3.2.2.2 Campione D45

Il secondo campione analizzato, facente parte della serie angolata 45° mostra proprietà similari al provino D0. I macro-fori sono presenti in numero significativamente inferiore nella zona interna del provino [fig. 46], mentre la loro abbondante presenza sulle superfici laterali del campione resta invariata. Nell'immagine ingrandita 200 volte possiamo misurare la distanza tra i fori sovrapposti, che si attesta tra i 120 e i 210 µm [fig. 47]. L'ultima immagine [fig. 48] mostra le stesse bande osservate nel provino D0; tuttavia, a differenza del campione precedente esse giacciono su piani diversi e sono caratterizzate da una morfologia a scalini.



Figura 46 - Superficie di frattura provino D45 osservata al SEM con ingrandimento 90X



Figura 47 - Superficie di frattura provino D45 osservata al SEM con ingrandimento 200X



Figura 48 - Superficie di frattura provino D45 osservata al SEM con ingrandimento 5'000X

3.2.2.3 Campione D90

L'ultimo campione analizzato si distingue dai precedenti per la quasi totale assenza di macrofori nella zona interna. L'unica area affetta da questa caratteristica, così come negli altri provini, è il bordo perimetrale visibile all'estrema sinistra della prima immagine [fig. 49]. In particolare, nella [fig. 50] è stato effettuato un ingrandimento della zona appena citata, nella quale oltre ai vuoti possiamo apprezzare delle particelle di polvere parzialmente fuse solidali alla superficie esterna del campione. Nell'ultima immagine [fig. 51] vediamo le stesse bande presenti nel campione D45 con una simile struttura a gradini.



Figura 49 - Superficie di frattura provino D90 osservata al SEM con ingrandimento 90X



Figura 50 - Superficie di frattura provino D90 osservata al SEM con ingrandimento 200X



Figura 51 - Superficie di frattura provino D90 osservata al SEM con ingrandimento 5'000X

3.2.2.4 Impurità

In uno dei campioni osservati è stata riscontrata un'impurità [fig. 52] di forma sferica e dimensioni comprese tra 6 ed 8 μ m. È stata inoltre eseguita una spettrometria di massa [fig. 53] per determinarne la composizione chimica. L'analisi elementale ha rilevato la presenza di ossigeno, alluminio, silicio e calcio.



Figura 52 - Impurità osservata al SEM



Figura 53 - Spettrometria dell'impurità

CAPITOLO 4 – CONCLUSIONI

Il presente lavoro di tesi ha avuto l'obbiettivo di caratterizzare dei provini, realizzati tramite tecnologia laser powder bed fusion, variandone l'angolo rispetto al recoater. Dalle prove condotte si evince che il materiale presenta un carattere lievemente anisotropo, in particolare sono emerse le seguenti caratteristiche:

- I provini D0 manifestano una tensione massima $[\sigma_m]$ superiore ai provini D90, a loro volta superiori ai D45
- I provini D90 esibiscono un comportamento più duttile raggiungendo deformazioni massime superiori e assorbendo di conseguenza più energia durante il processo
- Il modulo di elasticità [E] sembra crescere all'aumentare dell'angolo rispetto al recoater, possiamo infatti notare come i provini D0 manifestino un modulo di Young inferiore, mentre i provini D90 esibiscono valori ben superiori. I campioni D45 hanno dimostrato valori intermedi
- La tensione di snervamento si è dimostrata superiore nei provini D0 e D90, che presentano valori equiparabili, è apparsa invece significativamente inferiore nei provini D45

I dati ottenuti sono stati confrontati con le fonti [17] e [18] che mostrano proprietà meccaniche sovrapponibili a quelle da noi ricavate.

Dalle osservazioni microscopiche è emerso che la superficie superiore del provino è caratterizzata da un elevata rugosità. In particolare, si osservano rilievi primari (distanti mediamente 8 mm) causati dalle estremità del fascio laser e rilievi secondari (distanti mediamente 100 μ m). In merito a quest'ultimi l'ipotesi più probabile sulla loro natura è che il laser proceda per posizioni successive distanti mediamente 100 μ m ed ognuna di queste posizioni produca un avvallamento. Tale depressione è probabilmente generata dalla contrazione del materiale, a seguito dell'eliminazione degli spazi vuoti tra le particelle di polvere causata dalla solidificazione; i rilievi secondari sarebbero dunque le estremità delle depressioni appena citate.

Tramite le osservazioni al SEM si evince una superficie di frattura estremamente irregolare. In particolare, è emersa la presenza di macroporosità distribuite a fasce; è dunque possibile delimitare zone in cui esse sono più frequenti e zone nelle quali sono praticamente assenti. Inoltre, si nota anche una disparità della presenza di tali vuoti nei provini osservati; infatti, i campioni D0 sono i più colpiti da questo fenomeno mentre i campioni D90 ne sono quasi totalmente privi. Le macroporosità sono presenti lungo il perimetro di tutti i provini, in quantità molto elevate. L'ipotesi più probabile è che siano causate dai bordi del fascio laser dove per effetti ottici il raggio potrebbe essere più concentrato. Tale ipotesi è avvalorata dalla diffusa presenza dei vuoti lungo i perimetri laterali dei campioni, dato che il laser percorre selettivamente i bordi durante la fase finale di ogni layer. Dall'analisi SEM è emersa anche la presenza di microporosità diffuse su tutta la superficie di frattura, indistintamente dall'orientamento dei provini.

Si è inoltre osservata ed analizzata un'impurità presente in uno dei campioni; l'ipotesi più probabile sulla sua natura è che si tratti di feldspato di calcio, avente formula chimica: CaAl2Si2O8

SVILUPPI FUTURI

Sarebbe interessante sottoporre a trazione una quantità superiore di provini, al fine di ridurre le incertezze statistiche dovute alla bassa mole di dati. Inoltre, al fine di caratterizzare il materiale nella sua interezza si potrebbero eseguire test dinamici e test di fatica. Sarebbe altresì importante orientare i provini variando gli altri due angoli caratteristici, in modo da ottenere dati a 360° sulla natura del materiale stampato.

Dal punto di vista dell'osservazione invece sarebbe opportuno eseguire esami specifici come la tomografia computerizzata per stabilire con più certezza una correlazione tra i rilievi primari e le macroporosità rinvenute all'interno dei campioni.

BIBLIOGRAFIA

1. Università di Parma. [Online] https://smfi.unipr.it/it/node/3354.

2. Production, characterisation and utilisation of grinding swarf/feedstock for synthesis of metal matrix composite through powder metallurgy process. SINGH, A., SINHA, M.K., JAGOTA, V. 2021, Sādhanā.

3. Production of powders for metal additive manufacturing applications using surface grinding. Harish Singh Dhami, Priti Ranjan Panda, Koushik Viswanathan. 20222, Manufacturing Letters.

4. *Processes for production of high-purity metal powders*. Antony, Leo V. M. Reddy, Ramana G. 2003, JOM.

5. —. Antony, L.V.M., Reddy, R.G. 2003, The Journal of The Minerals.

6. *Politecnico di milano*. [Online] http://www.addmelab.polimi.it/stampare-in-metallo/la-tecnologia-ded/.

7. Modeling and analysis of the plasma primary atomization for controllable preparation of high-quality spherical metal powder. Qingbo Zhang, Deping Yu, Peng Zhang, Yuxin Shen, Jiaxin Liu, Yu Xiao. 2022, Journal of Materials Processing Technology.

8. *Metal AM*. [Online] www.metal-am.com/articles/metal-powder-characterisation-standards-and-test-methods-for-consistent-quality-in-3d-printin/.

9. Laser powder bed fusion: a state-of-the-art review of the technology, materials, properties & defects, and numerical modelling,. Sohini Chowdhury, N. Yadaiah, Chander Prakash, Seeram Ramakrishna, Saurav Dixit, Lovi Raj Gupta, Dharam Buddhi. 2022, Journal of Materials Research and Technology.

10. *Laboratorio interdipartimentale di microscopia elettronica*. [Online] https://limeacademy.uniroma3.it/blog/2019/03/03/microscopia-elettronica-a-scansione-sem/.

11. *Istituto per la Conservazione e la Valorizzazione dei Beni Culturali*. [Online] www.icvbc.cnr.it/Strumentazione/SEM-EDS.html.

12. Influence of laser absorption by water- and gas-atomised powder feedstock on Laser *Metal Deposition of AISI 431 stainless steel.* Andre Hatem, Christiane Schulz, Thomas Schlaefer, Jeff T. Boobhun, Nikki Stanford, Colin Hall. 2021, Additive Manufacturing.

13. *Effect of Process Parameters on Powder Bed Fusion Maraging Steel 300: A Review.* Rao, Bheemavarapu Subba e Rao, Thella Babu. 2022, Lasers in Manufacturing and Materials Processing.

14. *Atomization processes of metal powders for 3D printing*. Kazybek Kassym, Asma Perveen. 2020, Materials Today: Proceedings.

15. Atomization gases dependent mechanical properties in the laser powder bed fusion manufactured 304L stainless steel. Liyi Wang, Zhijian Tan, Shengxiang Wang, Weiqiang Liu, Jiazheng Hao, Xuekai Zhang, Sihao Deng, Chaoju Yu, Haibiao Zheng, Zhirong Zeng, Huaile Lu, Lunhua He, Jie Chen. 2023, ournal of Materials Processing Technology.

16. A comparative study of Ti-6Al-4V powders for additive manufacturing by gas atomization, plasma rotating electrode process and plasma atomization. G. Chen, S.Y. Zhao, P. Tan, J. Wang, C.S. Xiang, H.P. Tang. 2018, Powder Technology.

17. Effect of annealing on the mechanical and corrosion properties of 316L stainless steel manufactured by laser powder bed fusion. E. Ura-Bińczyk, A. Dobkowska, P. Bazarnik, J. Ciftci, A. Krawczyńska, W. Chromiński, T. Wejrzanowski, R. Molak, R. Sitek, T. Płociński, J. Jaroszewicz, J. Mizera. 2022.

18. A multi-scale experimental investigation for fatigue limit and fatigue crack initiation behavior of powder bed fusion-laser beam 316L stainless steel. Wen Zhu, Ziad Moumni, Jihong Zhu, Yahui Zhang, Shaoying Li, Weihong Zhang. 2023.

19. Primaadditive. [Online] www.primaadditive.com/it/materiali/powder-bed-fusion.