



**UNIVERSITA' POLITECNICA DELLE MARCHE**  
**FACOLTA' DI INGEGNERIA**

---

Corso di Laurea Triennale in Ingegneria Meccanica

**Analisi degli effetti del processo di laser powder bed fusion applicato ad acciai  
con diverso contenuto di carbonio.**

**Analysis of the effects of the laser powder bed fusion process applied to steels  
with different carbon content.**

Relatore: Chiar.ma

**Prof.ssa Eleonora Santecchia**

Tesi di Laurea di:

**Erika Di Domenico**

Correlatore: Chiar.mo

**Dott. Alberto Santoni**

**A.A. 2023 / 2024**

# Abstract

In questo lavoro di tesi si presentano dei campioni in acciaio con diverso contenuto di carbonio e gli effetti dovuti al loro processo di realizzazione, nello specifico si tratta di campioni in C67 e 316L realizzati tramite Laser Powder Bed Fusion (L-PBF).

Analizzando la porosità, la microstruttura e la durezza si effettua uno studio globale dei campioni, consentendo il confronto dei diversi risultati ottenuti nei due acciai.

L'obiettivo dell'elaborato è mettere in luce i vantaggi o gli svantaggi dovuti a processi di Additive Manufacturing. Innovativa è l'analisi eseguita sui campioni in C67 realizzati con processi AM in quanto comunemente prodotti mediante processi di laminazione, trafilatura ed estrusione.

In this thesis work, steel samples with different carbon content and the effects due to their manufacturing process are presented, specifically these are C67 and 316L samples made using Laser Powder Bed Fusion (L-PBF).

By analyzing the porosity, microstructure and hardness, a global study of the samples is carried out, allowing the comparison of the different results obtained in the two steels.

The objective of the paper is to highlight the advantages or disadvantages due to Additive Manufacturing processes. The analysis performed on C67 samples made with AM processes is innovative as they are commonly produced through rolling, drawing and extrusion processes.

# Indice

<b>1. Introduzione</b>	<b>8</b>
<b>2. Stato dell'arte</b>	<b>9</b>
<b>2.1 Additive Manufacturing (AM)</b>	<b>9</b>
2.1.1 Cenni storici	9
2.1.2 Vantaggi	9
2.1.3 Tipologie di processi AM	9
<b>2.2 Laser Powder Bed Fusion (L-PBF)</b>	<b>10</b>
2.2.1 Difetti dovuti alla L-PBF	12
<b>2.3 Strutture reticolari</b>	<b>13</b>
2.3.1 Classificazioni strutture reticolari	14
2.3.2 Le geometrie reticolari graduate	16
<b>2.4 Acciaio inossidabile austenitico 316L</b>	<b>17</b>
2.4.1 Acciaio 316L prodotto tramite tecnologie AM	18
2.4.2 Comparazione tra campioni realizzati con processi tradizionali e Additive manufacturing	23
<b>2.5 Acciaio C67 (AISI 1070)</b>	<b>26</b>
<b>3. Materiale e procedure sperimentali</b>	<b>30</b>
<b>3.1 Materiali</b>	<b>30</b>
<b>3.2 Procedure sperimentali per campioni in acciaio C67</b>	<b>31</b>
3.2.1 Workflow della metallografia	31
3.2.2 Caratterizzazione dei vuoti	35
3.2.3 Microdurezze	37
3.2.4 Microscopio elettronico a scansione (SEM)	43
<b>4. Risultati e discussione</b>	<b>45</b>
<b>4.1 Risultati ottenuti dall'analisi dei campioni in C67</b>	<b>45</b>
4.1.1 Risultati dalla caratterizzazione dei vuoti	45
4.1.2 Risultati dalle prove di microdurezza	46
4.1.3 Micrografie al SEM e al MO post-attacco chimico	50
<b>4.2 Campione in 316L</b>	<b>53</b>
4.2.1 Risultati dalle prove di microdurezza	53
4.2.2 Micrografie al MO	55
<b>5. Conclusioni</b>	<b>57</b>
<b>6. Riferimenti bibliografici</b>	<b>58</b>

## Indice figure

<b>Figura 1.</b> Schema del processo di Laser Powder Bed Fusion [7]. _____	11
<b>Figura 2.</b> Rappresentazione processo fusione-solidificazione, zona di depressione e zona di denudazione del materiale _____	12
<b>Figura 3.</b> Strutture reticolari realizzate tramite SLM [11]. _____	13
<b>Figura 4.</b> Classificazione in base alla forma: (a) regolare, (b) conforme), (c) deformata [13]. __	15
<b>Figura 5.</b> Geometria della cella unitaria: (a) SC, (b) BCC, (c)RBCC, (d) OT, (e) GA, (f) WG [13]. _____	15
<b>Figura 6.</b> Cella unitaria basata su: (a) G7 unit cell, (b) IWP unit cell [19] _____	16
<b>Figura 7.</b> (a) single ring, (b)triply arranged octagonal rings [20]. _____	17
<b>Figura 8.</b> Relazione tra parametri di processo, strutture e proprietà [21]. _____	17
<b>Figura 9.</b> (a) struttura a grani equiassiali, (b) struttura eterogenea [24]. _____	18
<b>Figura 10.</b> (a) Pozze di fusione, (b) Struttura insolita nella zona di confine [24]. _____	19
<b>Figura 11.</b> (a) composizione sul bordo, (b) composizione all'interno della cella [24]. _____	19
<b>Figura 12.</b> Immagine al MO in assenza di rifusione [25]. _____	20
<b>Figura 13.</b> Immagine al SEM struttura dendritica con pori [25]. _____	20
<b>Figura 14.</b> Immagine al SEM post- rifusione in assenza di pori [25]. _____	21
<b>Figura 15.</b> Strati di rifusione visibili in relazione al fattore di spaziatura. _____	21
<b>Figura 16.</b> (a) 41,81 J/mm <sup>3</sup> , (b) 104,52 J/mm <sup>3</sup> , (c) 209,03 J/mm <sup>3</sup> [26]. _____	22
<b>Figura 17.</b> (a) 316L lavorato tradizionalmente, (b) 316L lavorato con SLM, (c) 316L post-HT1, (d) 316L post-HT2 _____	24
<b>Figura 18.</b> (a);(b) Campione lavorato tradizionalmente, (c);(d) Campione SLM, (e);(f) post-HT1, (g);(h) Post-HT2 [27]. _____	24
<b>Figura 19.</b> Microstruttura al SEM acciaio AISI 1070 [29]. _____	26
<b>Figura 20.</b> Campione ASR al SEM e spettro ED dopo attacco chimico. _____	27
<b>Figura 21.</b> Campione SAE40 al SEM e spettro ED dopo attacco chimico. _____	28
<b>Figura 22.</b> Campione EC al SEM e spettro ED dopo attacco chimico. _____	28
<b>Figura 23.</b> Campione ETC al SEM e spettro ED dopo attacco chimico. _____	28
<b>Figura 24.</b> Valori di durezza per i campioni di acciaio AISI 1070 temprati in oli di semi di cotone e SAE40 e non temprati (SR) [30]. _____	29
<b>Figura 25.</b> Lappatrice. _____	31
<b>Figura 26.</b> Microscopio ottico. _____	32
<b>Figura 27.</b> Lucidatrice. _____	32

<b>Figura 28.</b> Immagini al MO: a) campione DR con ingrandimento 10x1,25;b) campione DR con ingrandimento 20x1,25; c) campione C con ingrandimento 10x1,25; d) campione C con ingrandimento 20x1,25; e) campione UL con ingrandimento 10x1,25; f) campione UL con ingrandimento 20x1,25.	33
<b>Figura 29.</b> Cappa utilizzata per eseguire gli attacchi chimici.	34
<b>Figura 30.</b> Impostazione scala.	35
<b>Figura 31.</b> Crop immagine.	35
<b>Figura 32.</b> Binary e Make Binary.	36
<b>Figura 33.</b> Analyze particles ed estrapolazione dei valori.	36
<b>Figura 34.</b> Tabella del file Excel contenente i valori estrapolati in precedenza e la somma delle aree di ogni vuoto, l'area dell'immagine e la percentuale dei vuoti sull'area totale.	37
<b>Figura 35.</b> Microdurometro Remet HX-1000.	38
<b>Figura 36.</b> Tabella Excel con esempi di calcolo della durezza HV sul campione UL.	38
<b>Figura 37.</b> Microdurometro Qness 60 A.	39
<b>Figura 38.</b> Campione DR inglobato con resina trasparente.	39
<b>Figura 39.</b> Tavola con portacampioni.	40
<b>Figura 40.</b> Schema impronte in serie.	40
<b>Figura 41.</b> Impronte sul campione DR: a) impronta n. 5 retta di sinistra; b) impronta n. 7 retta centrale; c) impronta n.7 retta di destra.	41
<b>Figura 42.</b> Impronte sul campione C: a) impronta n.5 a sinistra; b) impronta n.5 al centro; c) impronta n.5 a destra.	42
<b>Figura 43.</b> Microscopio elettronico a scansione.	43
<b>Figura 44.</b> Immagine al SEM del campione C.	44
<b>Figura 45.</b> Report campione C, misure rispettivamente prese: a sinistra, al centro e a destra della superficie.	47
<b>Figura 46.</b> Report campione DR, misure rispettivamente prese: a sinistra, al centro e a destra della superficie.	48
<b>Figura 47.</b> Andamento durezza dei campioni UL, C, DR.	49
<b>Figura 48.</b> Acquisizione al MO con ingrandimento al 50x1,25.	50
<b>Figura 49.</b> Acquisizione al MO con ingrandimento 50x1,25.	50
<b>Figura 50.</b> Acquisizione al MO con ingrandimento 50x1,88.	51
<b>Figura 51.</b> Acquisizione al MO con ingrandimento 20x1.	51
<b>Figura 52.</b> Immagine al SEM a 2 $\mu$ m.	52
<b>Figura 53.</b> Immagine al SEM a 2 $\mu$ m.	52

<b>Figura 54.</b> Immagine al SEM a 200 nm. _____	52
<b>Figura 55.</b> Immagine al Mo sul piano XY con ingrandimento 10x0,8. _____	55
<b>Figura 56.</b> Immagine al MO sul piano XY con ingrandimento 20x0,8. _____	55
<b>Figura 57.</b> Immagine al MO sul piano YZ con ingrandimento 10x0,8. _____	56
<b>Figura 58.</b> Immagine al MO sul piano YZ con ingrandimento 10x0,8. _____	56

## Indice tabelle

<b>Tabella 1.</b> <i>Composizione 316L.</i>	23
<b>Tabella 2.</b> <i>Composizione AISI 1070.</i>	26
<b>Tabella 3.</b> <i>Parametri di stampa C67.</i>	30
<b>Tabella 4.</b> <i>Parametri di stampa 316L.</i>	30
<b>Tabella 5.</b> <i>Risultati analisi dei vuoti campione C.</i>	45
<b>Tabella 6.</b> <i>Risultati analisi dei vuoti campione DR.</i>	45
<b>Tabella 7.</b> <i>Risultati analisi dei vuoti campione UL.</i>	45
<b>Tabella 8.</b> <i>Valori di microdurezza rispettivamente a sinistra, al centro e a destra del piatto di stampa UL.</i>	46
<b>Tabella 9.</b> <i>Valori di microdurezza Vickers sul piano YZ del campione 316L.</i>	53
<b>Tabella 10.</b> <i>Valori di microdurezza Vickers sul piano XY del campione 316L.</i>	54

# 1. Introduzione

Alla base di questo studio vi è l'analisi di provini in acciaio C67 (AISI 1070) e il confronto con campioni in acciaio inossidabile austenitico 316L, i cui dati sono stati acquisiti da un'analisi esterna.

Sono stati analizzati tre cubetti, fabbricati in tre differenti posizioni sulla piastra di fabbricazione (upper left, central, down right), per verificare se il posizionamento avesse degli effetti sulla microstruttura, la porosità e la durezza. Per ciascun componente è stata caratterizzata solamente la direzione di crescita YZ.

Scelta una superficie di lavoro su tutti i campioni, viene sottoposta al workflow della metallografia: inglobatura, assottigliamento meccanico, lucidatura e attacco chimico.

Successivamente, vengono eseguite la caratterizzazione dei vuoti, tramite il programma ImageJ, le prove di microdurezza Vickers, eseguite da due macchinari differenti: il modello "Remet HX-1000" e il modello "Qness 60A", e l'osservazione al SEM.

La tesi è articolata in cinque capitoli: nel primo capitolo si ha un'introduzione a ciò di cui tratterà la tesi stessa; nel secondo capitolo si ha lo stato dell'arte nel quale grazie ad una ricerca bibliografica si crea una letteratura a cui fare riferimento; nel terzo capitolo si espongono i materiali soggetti allo studio e le procedure utilizzate per svolgere l'analisi, nel quarto capitolo si discutono i risultati ottenuti ed infine del quinto capitolo si hanno le conclusioni in merito.

L'obiettivo di questa tesi di laurea è quello di fornire un'analisi di campioni in acciaio C67 realizzati per le prime volte tramite Additive Manufacturing valutandone gli effetti e mettendo poi in relazione i risultati a campioni in 316L, abbondantemente studiati nel tempo in ambito AM.



## **2. Stato dell'arte**

### **2.1 Additive Manufacturing (AM)**

#### **2.1.1 Cenni storici**

L'Additive manufacturing ha origine nel 1980, quando Kodama del Nagoya Municipal Industrial Research Institute, sviluppò una tecnica di produzione detta "fetta per fetta". Nel 1984, un gruppo di ricercatori francesi ideò un primo brevetto e solo qualche anno dopo, nel 1986, Chuck Hull, considerato il fondatore del 3D Systems, ottenne il primo brevetto commerciale per una tecnica chiamata "Stereolitografia" da cui si svilupparono tutte le altre tecniche AM [1].

#### **2.1.2 Vantaggi**

La procedura generale di tutti i processi AM è quella di depositare strati successivi di materiale con il fine di completare l'oggetto 3D [2]. Di conseguenza, si vanno ad eliminare molte fasi dal processo di sviluppo del prodotto, riducendo il tempo di prototipazione e consentendo di testare un maggior numero di prodotti per poi mandare sul mercato il migliore ed il più affidabile.

L'Additive Manufacturing, non essendo un processo per asportazione ma additivo, riduce notevolmente gli scarti di lavorazione utilizzando solo il materiale strettamente necessario e in alcuni casi riciclando quello in eccesso.

Grazie ai processi additivi, si ottimizzano i prodotti in base al loro utilizzo effettivo, si eliminano problemi di assemblaggio, evitando la produzione delle parti da diversi fornitori e creando tutti i componenti necessari da consolidare in un unico prodotto, e si riducono gli errori tramite un sistema di controllo che verifica il pezzo strato per strato.

Il prodotto finale può possedere geometrie molto complesse, tolleranze e finiture elevate e grazie a strutture reticolari un peso minore [3].

#### **2.1.3 Tipologie di processi AM**

I processi AM più utilizzati e più conosciuti sono:

- l'estrusione, metodo utilizzato nella Fused Deposition Modeling (FDM) per creare prodotti finali che possiedono elevata porosità, flessibilità nelle geometrie e bassi costi;
- la laminazione a strati;
- la fotopolimerizzazione, nella SLA è un processo che impiega la luce UV per polimerizzare strato per strato una resina liquida ad una elevata velocità di elaborazione, realizzando prodotti con forme molto complesse e con finiture superficiali e tolleranze geometriche e dimensionali

ottime. I macchinari e i polimeri hanno costi elevati; invece, nella DLP (Digital Light Processing) il processo avviene attraverso una sorgente luminosa come un videoproiettore che in un solo passaggio proietta l'intera superficie del layer di stampa, producendo modelli ad alta definizione con un tempo ridotto;

- il getto di materiale, adoperato nella Sheet Lamination è un processo economico e veloce, in cui si assemblano fogli di metallo tramite colle, saldature ad ultrasuoni o brasature, per poi rimuovere, a fine processo, il legante; Nel Material Jetting e nel Binder Jetting il getto di materiale è costituito da polimeri che vengono fusi e depositati sotto forma di goccioline creando la geometria richiesta con uno scarso livello di definizione superficiale;
- la fusione a letto di polvere in tecnologie che appaiono in diverse forme a seconda della sorgente utilizzata, che può essere un laser o un fascio di elettroni, consiste nel fondere strato dopo strato il materiale;
- Infine, la deposizione ad energia diretta è una tecnica in cui una testa laser o un fascio elettronico fonde le particelle metalliche depositate nella regione di costruzione tramite ugelli [2].

Tra le varie tipologie descritte, nel prossimo paragrafo si pone particolare attenzione sulla Laser Powder Bed Fusion, basata sulla fusione a letto di polvere.

## **2.2 Laser Powder Bed Fusion (L-PBF)**

La "Laser Powder Bed Fusion" (L-PBF) è un processo brevettato da "EOS" nel 1994 come SLM (Selective Laser Melting).

La L-PBF consente la produzione di componenti molto sottili e leggeri, caratteristiche fondamentali per industrie come quella aeronautica e spaziale, e la realizzazione di componenti complessi con cavità interne impossibili da realizzare con metodi di fabbricazione tradizionali.

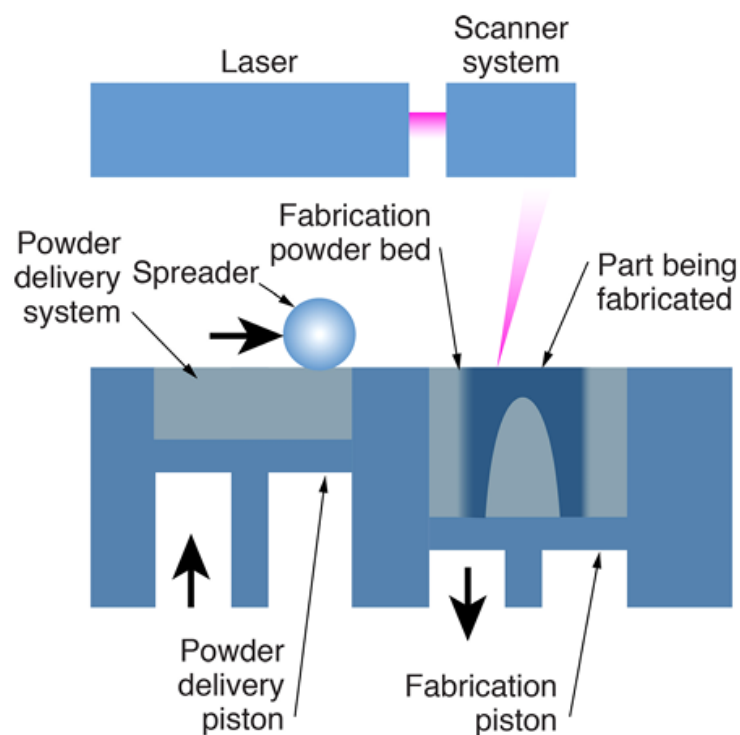
Metalli e leghe come acciaio inossidabile, cromo cobalto, alluminio, titanio e inconel sono i materiali utilizzati maggiormente [4].

La realizzazione di un prodotto ha inizio dalla creazione tramite un software CAD di un modello 3D che viene tagliato in più strati con uno spessore, compreso tra i 20 e i 60 micron, tramite uno slicer [5]; in seguito, vengono impostati i parametri di lavorazione: i parametri del laser, tra cui la potenza del laser, la velocità di scansione e la dimensione del fascio, le proprietà della polvere, solitamente rappresentate dalla dimensione media delle particelle, lo spessore dello strato, la distanza di riempimento, la densità di energia e la strategia di scansione.

L'intero processo avviene all'interno di una camera chiusa, solitamente riempita con un gas inerte, come Argon o Azoto a seconda della reattività della polvere metallica utilizzata, e posta in condizioni di sovrappressione in modo da ridurre al minimo la contaminazione da ossigeno.

Il prodotto viene realizzato al di sopra di una piattaforma che riscaldata riduce il gradiente di temperatura e quindi le tensioni termiche che porterebbero alla deformazione del componente o anche al distacco di parte di esso dalla piattaforma di costruzione [6].

Tuttavia, per evitare fenomeni di warping e distorsione a temperature elevate, il pezzo viene fissato tramite dei supporti, sulla piattaforma, rimossi mediante metodi di taglio a fine processo [5].



**Figura 1.** Schema del processo di Laser Powder Bed Fusion [7].

Tramite un rullo viene applicato un sottile strato di polvere metallica e la fonte di calore, il laser, con una dimensione dello spot che varia tra 50-200  $\mu\text{m}$  circa, effettua una scansione selettiva della sezione e fonde tra loro le particelle metalliche. Completato il primo strato, la piattaforma si abbassa e consente la formazione di un ulteriore strato, il processo si ripete incessantemente finché la struttura non è completata.

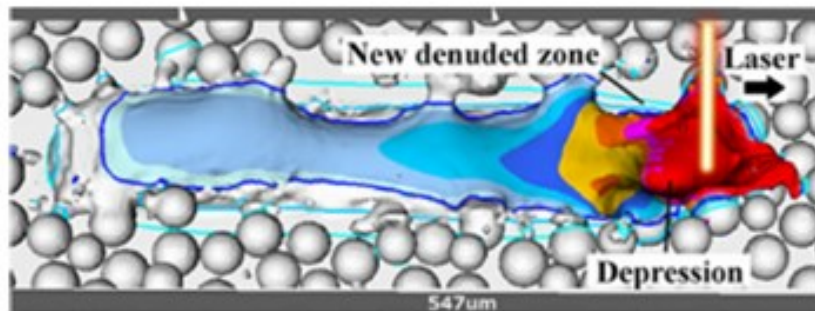
In conclusione, la stampante viene fatta raffreddare e viene eliminata la polvere non fusa per ottenere il pezzo nella sua completezza [5,8].

### 2.2.1 Difetti dovuti alla L-PBF

La fusione della polvere metallica causa la formazione di microsaldature che possono provocare difetti come ossidi e inclusioni [7].

Un ulteriore difetto è causato dall'alta velocità di scansione; il laser e il letto di polvere vengono a contatto per un tempo molto breve ma sufficiente a riscaldare e fondere le particelle di polvere lungo la traiettoria percorsa del laser. La quantità di energia trasferita in questo passaggio va a determinare la dimensione e la forma del melt-pool, al cui interno si sviluppa un flusso fluido convettivo che prende il nome di "Flusso di Marangoni" [6].

Il flusso di Marangoni però non è l'unico fenomeno che coinvolge i moti all'interno del melt-pool. Infatti, nella zona sottostante il passaggio del laser si riscontrano temperature molto elevate che possono facilmente raggiungere la temperatura di evaporazione della lega e la pressione generata dal vapore va quindi ad aggiungere delle nuove forze sulla superficie liquida che portano ad una zona di depressione [9]. Questo meccanismo può portare alla formazione di zone di denudazione del materiale.



**Figura 2.** Rappresentazione processo fusione-solidificazione, zona di depressione e zona di denudazione del materiale

I componenti L-PBF sono caratterizzati da intense tensioni residue, ereditate dal raffreddamento rapido dopo la fusione delle polveri (velocità di raffreddamento intorno a  $10^6$  °C/s) [10]: quando il laser effettua una scansione, lo strato solido, sottostante allo strato liquido, viene raggiunto dal calore e tende quindi ad espandersi ma non avendo spazio per farlo si ritrova sottoposto ad uno stato tensionale di compressione. Al contrario, durante la fase di raffreddamento il substrato tende a ridursi ma è limitato dagli strati adiacenti, creando quindi tensioni di trazione lungo la superficie superiore. L'intero meccanismo fusione-solidificazione va così ad influenzare la struttura del materiale con il rischio di far comparire porosità [6]. Ne consegue che eventuali disomogeneità nel letto di polvere si protrarrebbero anche nel prodotto finale. Quindi, per evitare porosità indesiderate, la densità di impaccamento della polvere dev'essere sufficientemente elevata da fornire la quantità richiesta di

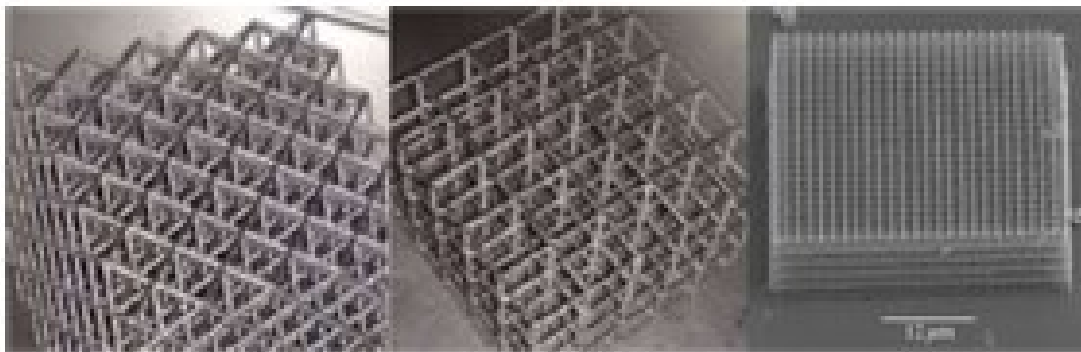
metallo per fondere lo strato e, per garantire un componente uniforme, la polvere deve distribuirsi in maniera consistente e coerente sulla piattaforma. Queste due proprietà, densità di impaccamento e flusso di polvere, dipendono dalla dimensione e dalla forma delle particelle.

In relazione alla polvere non fusa, a seconda delle sue condizioni, può essere riciclata ed utilizzata successivamente per la realizzazione di un nuovo prodotto con il rischio di potenziali difetti e possibili guasti prematuri. Sebbene non esista un approccio standard per determinare se una polvere è adatta per il riutilizzo, esistono numerose tecniche analitiche per stabilirlo [4].

### 2.3 Strutture reticolari

Il termine "lightweighting" (alleggerimento) può riferirsi a svariate pratiche ingegneristiche: la sostituzione dei materiali tradizionalmente usati con materiali più leggeri, la riduzione della quantità effettiva di materiale usato, l'ottimizzazione del design di una parte o di un insieme, oppure ad una combinazione di queste pratiche. Il lightweighting permette di ottenere un prodotto con peso ridotto pur mantenendo i requisiti funzionali richiesti [11].

Per il lightweighting le strutture cellulari, o reticolari, sono un'opzione molto valida grazie all'alta resistenza e rigidità specifiche fornite dalla loro struttura porosa. Una struttura cellulare è un solido costituito dall'assemblaggio di montanti che formano gli spigoli e le facce delle singole unità dette celle [12]. La dimensione tipica di una cella unitaria è compresa tra 0,1 e 10 mm [13].



**Figura 3.** Strutture reticolari realizzate tramite SLM [11].

Con l'avvento dell'Additive Manufacturing, in particolare delle tecnologie powder-bed-fusion, come SLM o EBM, si è dimostrato di poter produrre parti metalliche complesse, come strutture reticolari, con prestazioni meccaniche simili alle controparti realizzate con tecniche tradizionali. Tuttavia, esistono alcuni svantaggi, come la dimensione minima degli elementi che è vincolata dalla dimensione dello spot del fascio laser, i difetti microstrutturali e metallurgici ereditati dal processo di fabbricazione che possono essere difficili da valutare, e il potenziale di distorsione termica dei

componenti a causa delle tensioni residue derivanti dal rapido raffreddamento durante la fabbricazione. Inoltre, tutti i parametri di lavorazione nelle tecnologie SLM influenzano in modo significativo i risultati della produzione, si ha quindi la necessità di ottimizzarli [11].

### **2.3.1 Classificazioni strutture reticolari**

In letteratura si hanno diverse classificazioni delle strutture reticolari.

Tang et al. [14] basano la loro classificazione su tre categorie:

1. Sull'organizzazione e sulla geometria delle celle unitarie:
  - Strutture cellulari disordinate, in cui le unità reticolari sono di dimensioni e forme diverse e distribuite in modo casuale;
  - Strutture periodiche, in cui si ha la semplice ripetizione nello spazio di un singolo oggetto;
  - Strutture pseudoperiodiche che possono avere la forma modificata nello spazio;
2. Sulla configurazione geometrica di ciascuna unità cellulare, considerando le strutture in schiuma, le strutture reticolari 2D e le strutture reticolari 3D;
3. Sui criteri di deformazione, distinguendo le strutture cellulari dominate dalla flessione o dall'allungamento.

Tamburrino et al. [15] hanno classificato le strutture reticolari in base alla disposizione nello spazio delle celle unitarie:

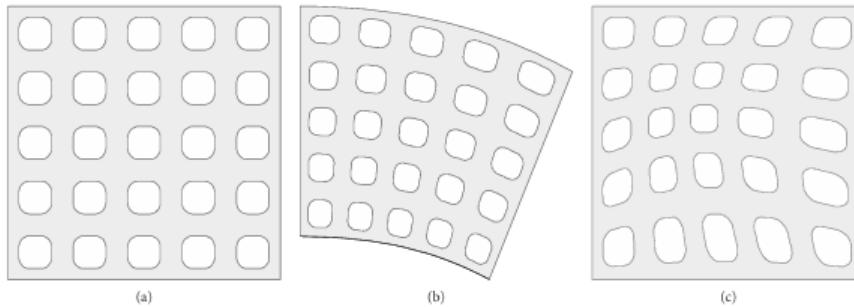
- stocastiche, come le schiume aperte e chiuse;
- non stocastiche, caratterizzate da un'organizzazione controllata delle loro celle unitarie. La disposizione delle celle unitarie può essere sia bidimensionale, sia tridimensionale.

Invece, Savio et al. [13] hanno proposto uno schema di classificazione basato sulla geometria dei materiali cellulari secondo quattro criteri principali: la forma della struttura, la topologia della cella, la geometria della cella unitaria, la dimensione degli elementi della cella.

A livello di forma della struttura, i materiali cellulari possono essere suddivisi in:

- Strutture regolari, consistono in una semplice ripetizione della cella unitaria nell'intero volume di progetto;
- Strutture pseudocasuali, si ottengono mantenendo la topologia e variando sia le dimensioni, sia la geometria. Questi materiali cellulari possono essere ulteriormente suddivisi in strutture deformate e conformi. Le strutture deformate sono realizzate deformando la cella unitaria, mantenendo la topologia originale. Nelle strutture conformi, la geometria e le dimensioni di ciascuna cella sono diverse per adattarsi (cioè conformarsi) alla forma esterna del modello.

Rispetto ai normali materiali cellulari, quelli conformi non presentano mai cellule interrotte o incomplete; questa caratteristica elimina la debolezza ai confini e fornisce rigidità e resistenza all'intero modello;

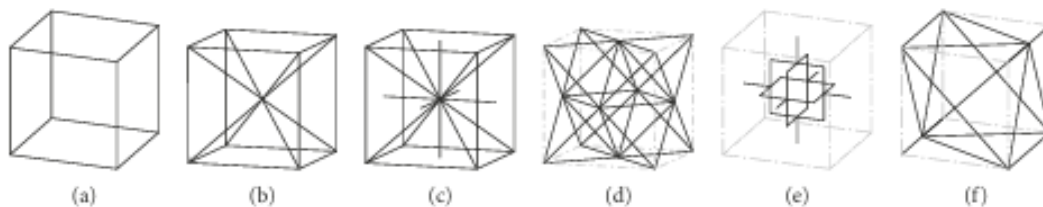


**Figura 4.** Classificazione in base alla forma: (a) regolare, (b) conforme), (c) deformata [13].

- Strutture casuali, presentano un'organizzazione delle celle e una variazione della geometria e della dimensione di esse casuale.

Per quanto riguarda la topologia della cella, un elemento è definito materiale cellulare aperto se presenta solo cellule con una struttura porosa aperta, il che significa che i pori sono accessibili da un fluido. Al contrario se i pori non sono accessibili l'elemento è detto materiale cellulare chiuso, questa struttura offre una maggiore rigidità ma ostacola lo scambio di fluidi impedendo lo svuotamento del materiale. Se un modello presenta parti con celle aperte e parti con celle chiuse allora viene definito materiale cellulare con topologia a celle ibride.

A livello di geometria della cella unitaria, si hanno cubica semplice (SC), cubica a corpo centrato (BCC), la cubica a corpo centrato rinforzato (RBCC), la cella a traliccio otetto (OT), le celle Gibson-Ashby (GA), le celle Wallach-Gibson (WG) e la classe di forme delle superfici minime tripla periodica (TPMS).



**Figura 5.** Geometria della cella unitaria: (a) SC, (b) BCC, (c)RBCC, (d) OT, (e) GA, (f) WG [13].

Infine, ponendo attenzione sulla dimensione degli elementi della cella, se tutti gli elementi hanno lo stesso spessore, si può parlare di cella omogenea; diversamente se lo spessore è diverso viene definita eterogenea. Nel caso in cui lo spessore varia gradualmente si tratta di materiale cellulare a gradiente.

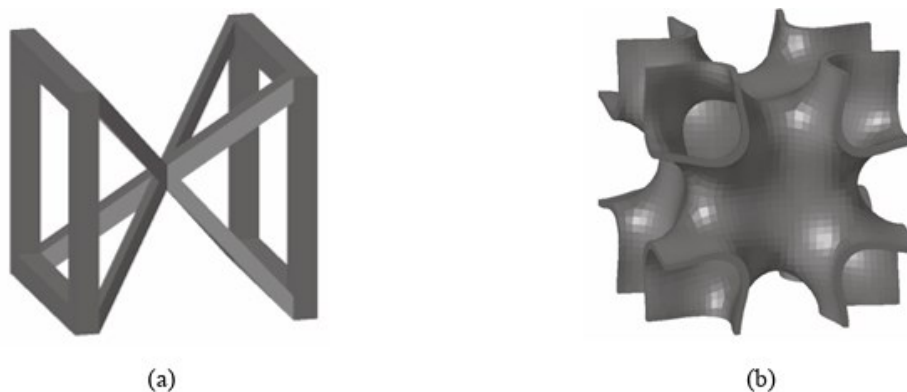
### 2.3.2 Le geometrie reticolari graduate

Le Functionally Graded Lattice Structures (FGLS) sono strutture progettate utilizzando reticoli con una distribuzione variabile della porosità in virtù della variazione delle frazioni di volume di ciascuna cella unitaria. Questo design graduato, rispetto alle strutture reticolari tradizionali, consente il raggiungimento di proprietà funzionali avanzate. Il potenziale delle FGLS di variare le loro proprietà meccaniche in tutto il volume consente la progettazione di impianti biomedici come dispositivi in grado di eguagliare le caratteristiche di una struttura graduata come l'osso umano, consentendo funzionalità come la crescita ossea attraverso la rete porosa interconnessa [16,17].

Proprio per questa ragione, uno degli obiettivi della ricerca in campo biomeccanico è la progettazione di scaffold che promuovano la rigenerazione ossea e l'osteointegrazione perché a differenza di molti altri tessuti che possono rigenerarsi da soli, la capacità dell'osso di autoripararsi da difetti massicci è limitata [18].

Per sviluppare queste strutture sono solitamente utilizzate celle unitarie di tipo BCC, ma è necessaria una metodologia in grado di mantenere una connettività regolare tra celle unitarie di densità variabile [16].

Distefano et al. [19] hanno confrontato le prestazioni di strutture, derivanti dalla cella unitaria di tipo BCC, basate su puntoni (G7) e su tripla superficie minima periodica (TPMS), dimostrando che le seconde presentano proprietà meccaniche superiori rispetto alle prime.

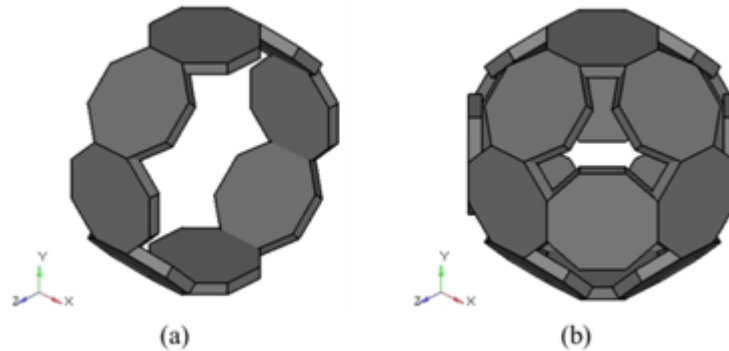


**Figura 6.** Cella unitaria basata su: (a) G7 unit cell, (b) IWP unit cell [19]

Successivamente Distefano et al. [20] hanno proposto una nuova struttura reticolare costituita da otto ottagoni con le stesse dimensioni disposti ad anello, denominata Triply Arranged Octagonal Rings



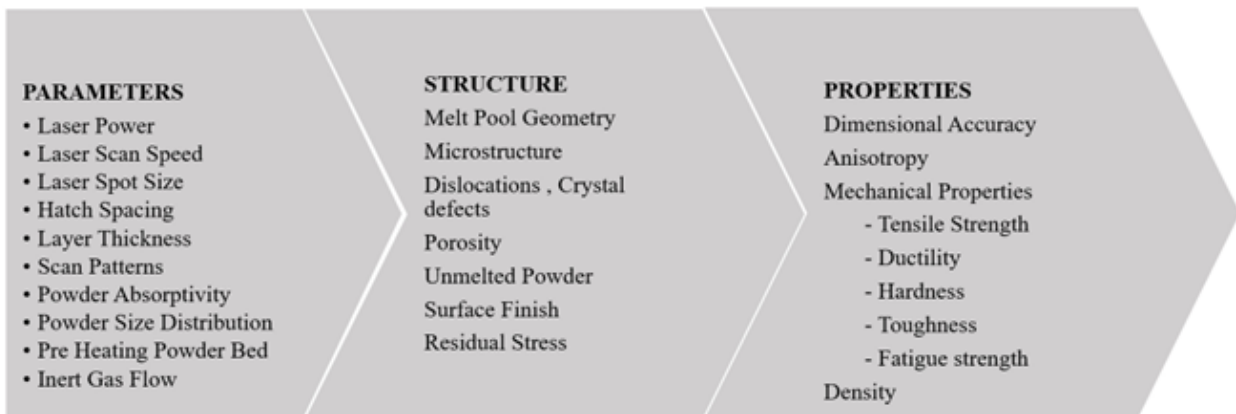
(TAOR), prodotta tramite tecnologia EBM. L'obiettivo della cella TAOR è quello di trovare un buon compromesso tra bassa rigidità (rilevante sull'osteointegrazione) ed elevata resistenza meccanica. I risultati dimostrano che la struttura reticolare è idonea come sostituto osseo.



**Figura 7.** (a) single ring, (b) triply arranged octagonal rings [20].

## 2.4 Acciaio inossidabile austenitico 316L

Nei Processi AM, in particolare L-PBF, se i parametri di processo vengono scelti correttamente e ben ottimizzati, le proprietà meccaniche e le strutture di componenti in acciaio inossidabile austenitico possono essere paragonabili a quelle dei componenti preparati con tecniche convenzionali, in accordo con quanto viene detto da N. Ahmed et al. [21] e mostrato in **Figura 8**.



**Figura 8.** Relazione tra parametri di processo, strutture e proprietà [21].

Nello specifico, l'acciaio 316L è un acciaio inossidabile austenitico ampiamente utilizzato per la produzione chimica, la costruzione di navi a vapore, bulloni ad alta temperatura e reattori nucleari grazie alla sua eccellente resistenza alla corrosione, alle adeguate proprietà meccaniche ad alta temperatura, alla buona capacità di lavorazione della fabbricazione e della saldatura [22].

L'acciaio inossidabile 316L è stato a lungo utilizzato anche in applicazioni biomediche (come impianti ortopedici e protesi), quindi oltre ad un'adeguata resistenza meccanica, è necessaria un'elevata resistenza all'usura per ottenere la biocompatibilità sugli impianti ortopedici [23].

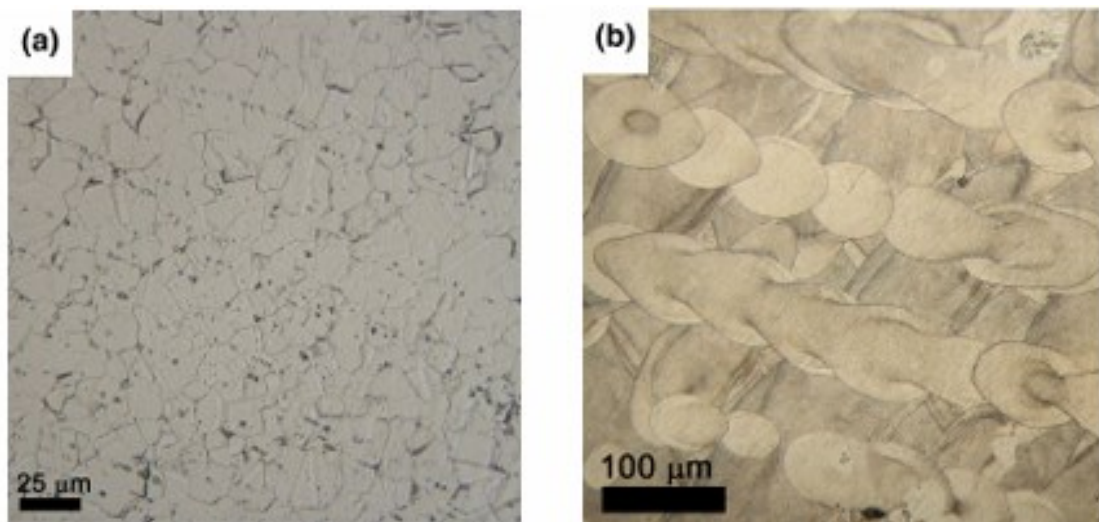
#### 2.4.1 Acciaio 316L prodotto tramite tecnologie AM

Si riportano alcuni studi effettuati su campioni in acciaio 316L realizzati tramite tecniche di PBF-L.

Dischi di 5 mm, sezionati da barre cilindriche con diametro nominale di 25mm, sono stati prodotti in PBF-L attraverso un sistema Renishaw AM 250, con potenza laser pari a 200 W da Jason R. Trelewicz et al. [24].

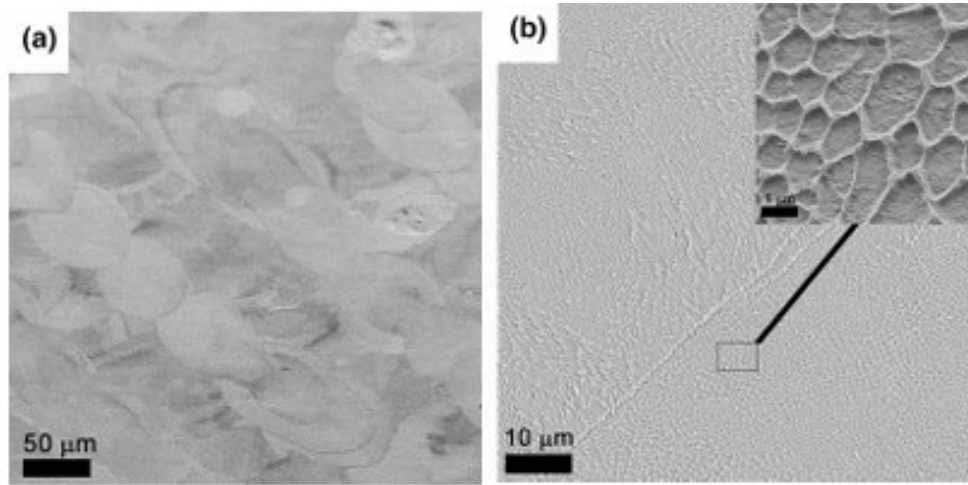
Tutti i campioni lucidati sono stati immersi nel reagente Vilella, per 20-30 minuti, per consentire l'osservazione della microstruttura. Rimosso il reagente sono stati sottoposti a pulizia ultrasonica in propanolo e acqua distillata.

Utilizzando la microscopia ottica è possibile osservare una struttura a grani equiassiali a seguito di un'immersione in Vilella per 30 minuti, e una struttura eterogenea dopo un'immersione di 25 minuti (come mostrato in **Figura 9**).



**Figura 9.** (a) struttura a grani equiassiali, (b) struttura eterogenea [24].

Si notano anche bacini di fusione allineati che grazie al SEM possono essere evidenziati, e tramite un ingrandimento nella zona di intersezione tra due bacini appare un'insolita struttura illustrata in **Figura 10(b)**, conseguenza di un'immersione presso le regioni di confine.

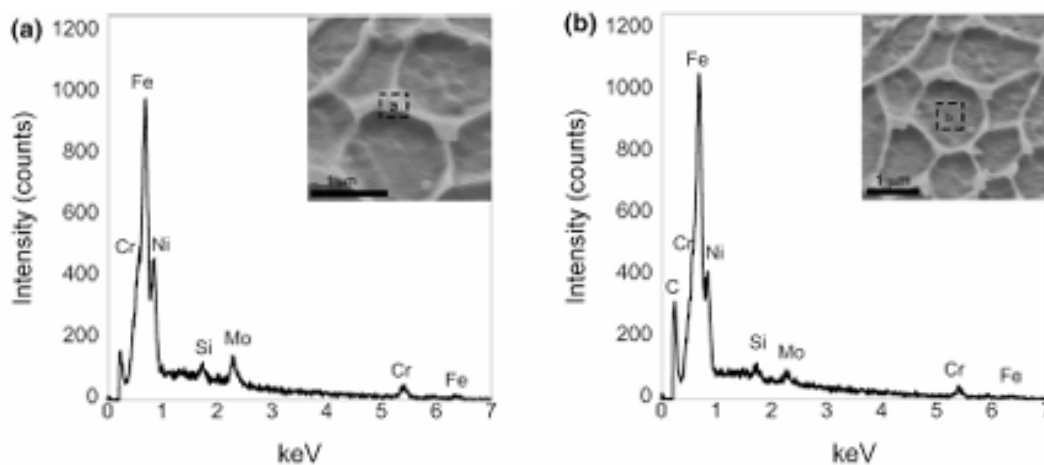


**Figura 10.** (a) Pozze di fusione, (b) Struttura insolita nella zona di confine [24].

Inoltre, un'analisi eseguita tramite EDS sulla composizione della microstruttura di confine riporta un evidente arricchimento di Mo (c.a. 50 % in più), un leggero aumento di Ni e una riduzione di C e Ka in relazione alla percentuale presente all'interno della cella.

La variazione della composizione, in particolare l'aumento del Mo, ha portato alla luce la presenza di grani allungati vicino ai bordi visibili grazie ad immagini TEM.

Un'ulteriore conseguenza dovuta alla variazione della composizione si ha sulla resistenza alla corrosione.

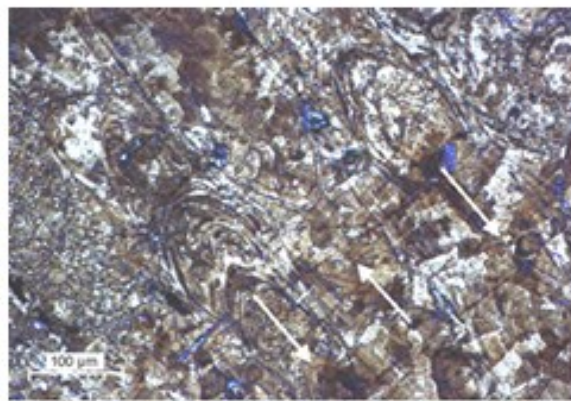


**Figura 11.** (a) composizione sul bordo, (b) composizione all'interno della cella [24].

In una ricerca sull'acciaio 316L, E. Yasaa e J-P. Krutha [25], riportano gli effetti dovuti alla rifusione laser.

Tramite una macchina Concept Laser M3 Linear che impiega un laser Nd: YAG in modalità continua con una potenza di uscita di 105 W viene analizzata la polvere di acciaio 316L, dimostrando che la rifusione laser migliora la qualità della superficie e riduce la porosità. La rugosità, infatti, diminuisce da 12  $\mu\text{m}$  fino a 1,5  $\mu\text{m}$  e la porosità dallo 0,77% allo 0,036%.

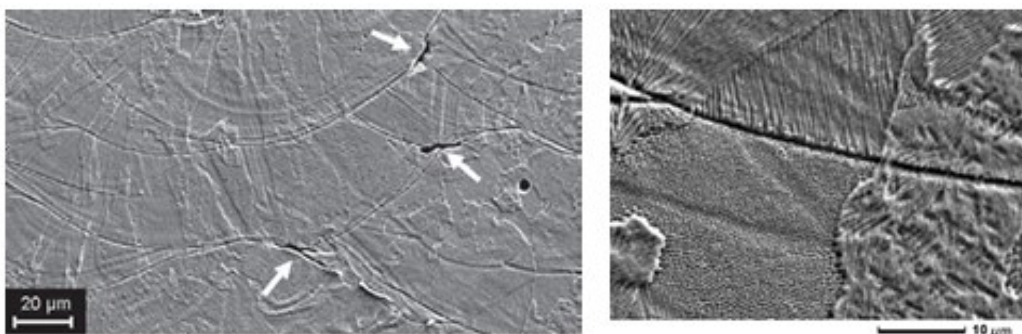
Al microscopio ottico un campione SLM senza rifusione presenta tracce di scansione chiaramente visibili (110-120  $\mu\text{m}$ ) che si sovrappongono saldandosi tra loro, **Figura 12**.



**Figura 12.** Immagine al MO in assenza di rifusione [25].

Analogamente, si ottengono gli stessi risultati nello studio eseguito da Cherry, J. et al [26], i quali utilizzano una macchina Renishaw AM 250, con diametro dello spot di 70  $\mu\text{m}$  e potenza laser di 180 W, per produrre una matrice 3x3 di cubi di acciaio 316L da 10x10x10  $\text{mm}^3$ .

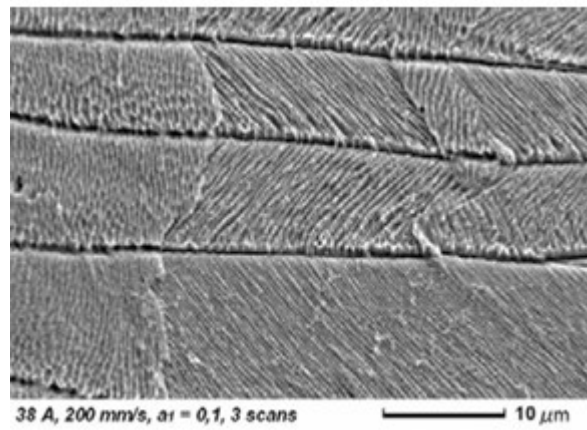
Al SEM invece, è visibile una struttura dendritica fine, a seguito di una rapida solidificazione causata da velocità di raffreddamento elevate, e la presenza di pori in prossimità dei bordi, **Figura 13**.



**Figura 13.** Immagine al SEM struttura dendritica con pori [25].

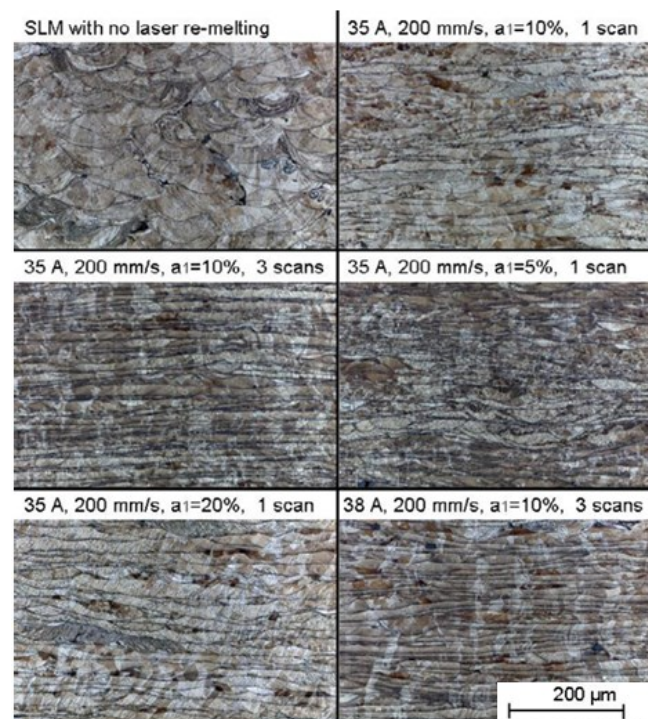
Eseguita una rifusione tramite un laser con una potenza di 100 W, una dimensione dello spot di 180  $\mu\text{m}$  e una distanza di scansione di 20  $\mu\text{m}$ , sul campione si effettuano tre scansioni dopo la creazione

di ogni strato SLM ottenendo una struttura lamellare interna che fa apparire gli strati più uniformi e lisci e comporta una migliore densità da cui ne conseguono migliori proprietà meccaniche (**Figura 14**).



**Figura 14.** Immagine al SEM post- rifusione in assenza di pori [25].

Gli strati della rifusione laser sono ben visibili come linee scure orizzontali a seconda del fattore di spaziatura di scansione (diminuisce al crescere del fattore, come in **Figura 15**).

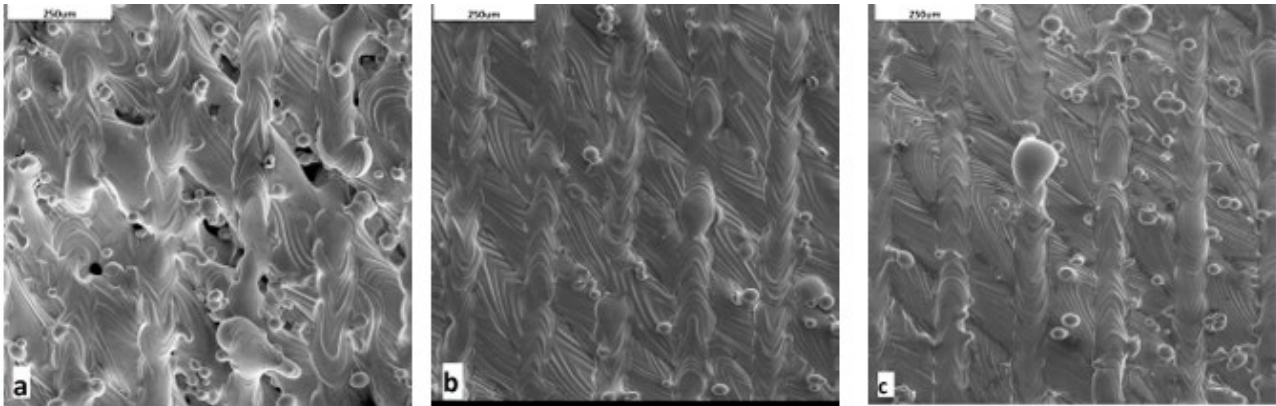


**Figura 15.** Strati di rifusione visibili in relazione al fattore di spaziatura.

Un interessante fenomeno riscontrato su campioni in acciaio 316L è l'effetto Balling, esaminato da Cherry, J et al. [26], che consiste nella formazione di goccioline durante la fusione del metallo provocando una scarsa finitura superficiale.



Nello specifico, dati tre campioni, a cui sono stati applicati tre diverse densità di energia laser 41,81 J/mm<sup>3</sup>, 104,52 J/mm<sup>3</sup> e 209,03 J/mm<sup>3</sup>, la visibilità dell'effetto si riscontra maggiormente nel primo ed ultimo campione, attribuita ad un cambiamento di composizione, ovvero una riduzione di zolfo quindi un aumento della tensione superficiale.



**Figura 16.** (a) 41,81 J/mm<sup>3</sup>, (b) 104,52 J/mm<sup>3</sup>, (c) 209,03 J/mm<sup>3</sup> [26].

L'aumento della densità da 41,81 J/mm<sup>3</sup> a 104,52 J/mm<sup>3</sup> ha ridotto la porosità dal 8,84% allo 0,38% mentre l'aumento della densità da 104,52 J/mm<sup>3</sup> a 209,03 J/mm<sup>3</sup>, ha causato la vaporizzazione di elementi a basso punto di fusione creando pori e aumentando la porosità dallo 0,38% al 6,51%.

N. Ahmed et al. [21] affermano che l'acciaio inossidabile 316L è uno dei materiali in cui c'è stato un successo significativo nel raggiungere una densità quasi completa utilizzando il processo di L-PBF.

Come indicato dall'equazione (1) la densità di energia (E) è correlata ai parametri primari di processo.

$$E = \frac{P}{vht} \quad (1)$$

Dove E, P, v, h, t sono rispettivamente la densità di energia, la potenza del laser, la velocità di scansione, la spaziatura del tratteggio e lo spessore dello strato.

## 2.4.2 Comparazione tra campioni realizzati con processi tradizionali e Additive manufacturing

Una ricerca condotta da Decheng Kong et al. [27] su campioni cubici di acciaio inossidabile 316L confronta la struttura di un campione lavorato tradizionalmente e tramite SLM.

Le composizioni chimiche del 316L lavorato tradizionalmente e della polvere di 316L utilizzata per la produzione con SLM sono state elencate in **Tabella 1**.

**Tabella 1.** Composizione 316L.

<i>Material</i>	<i>Ni</i>	<i>Cr</i>	<i>Mo</i>	<i>C</i>	<i>Mn</i>	<i>Si</i>	<i>P</i>	<i>S</i>	<i>N</i>	<i>Fe</i>
Tradizionale	11,14	17,25	2,08	0,016	1,23	0,38	0,035	0,003	0,054	Balance
SLM	11,08	17,36	2,02	0,013	1,19	0,36	0,032	0,002	0,052	Balance

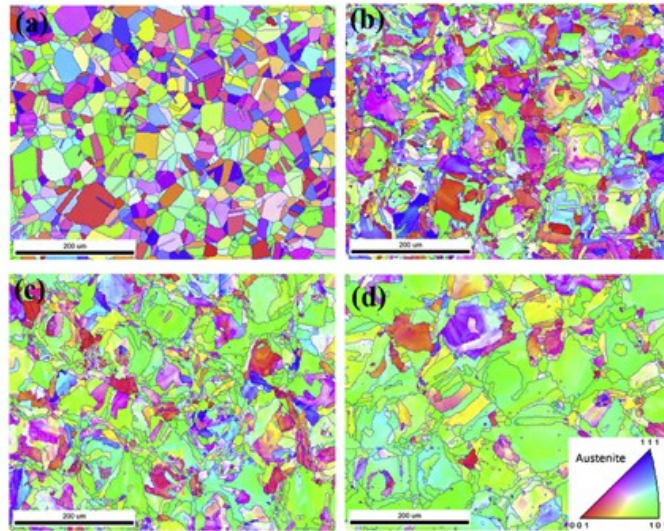
Per la produzione SLM è stata utilizzata una macchina EOS M290, dotata di un laser a fibra 400WYb: YAG, lunghezza d'onda pari a 1070 nm, velocità di scansione di 1083 mm/s e dimensione dello spot di 80 mm. Lo spessore di ogni strato realizzato è di 25 mm, scansionati da un laser continuo secondo uno schema a zig-zag.

Impostati ed ottimizzati questi parametri, in forno, in presenza di Argon, sono state applicate due condizioni di trattamento termico (HT) ai campioni per studiarne il diverso effetto sulle microstrutture:

- HT<sub>1</sub>: la temperatura sale a 650 °C e mantenuta per 30 minuti, poi si procede con il raffreddamento;
- HT<sub>2</sub>: la temperatura sale fino a 1050 °C rispetto la temperatura ambiente, viene mantenuta per 30 minuti ed effettuato il raffreddamento.

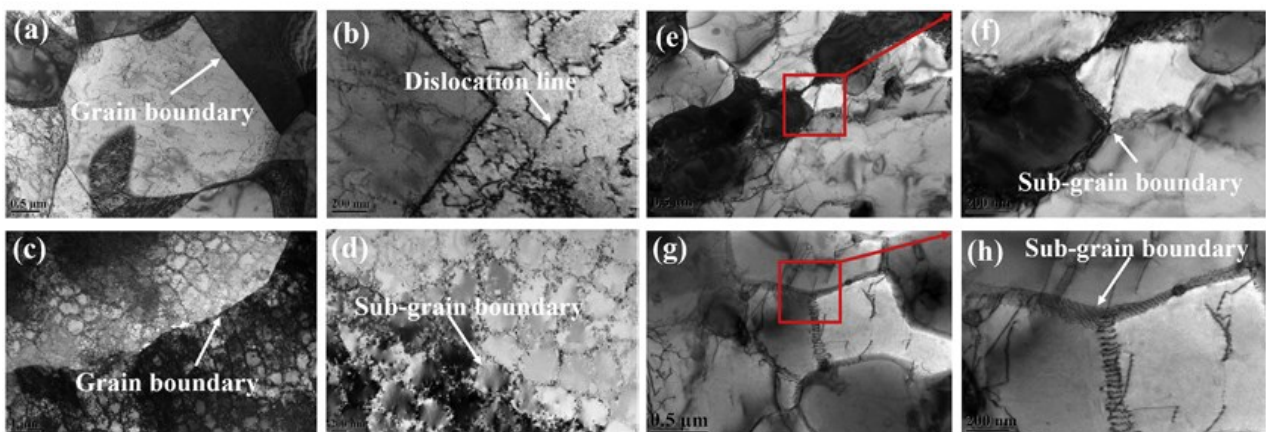
In **Figura 17** con l'utilizzo di EBSD, si può osservare come le dimensioni dei grani e le morfologie dei bordi di grano del 316L lavorato tradizionalmente siano più regolari rispetto al 316L realizzato tramite SLM che, tuttavia, possiede dimensioni più piccole attribuite al gradiente termico dovute alla scansione laser rapida, come sottolineato anche da N. Ahmed et al. [21].

Da notare è l'aumento della dimensione dei grani che si ha tra il trattamento HT<sub>1</sub> e HT<sub>2</sub> dovuto alla ricristallizzazione a temperature elevate. Inoltre, nel post-trattamento termico i grani hanno un potenziale di vaiolatura più elevato, mostrando quindi una buona resistenza a corrosione.



**Figura 17.** (a) 316L lavorato tradizionalmente, (b) 316L lavorato con SLM, (c) 316L post-HT<sub>1</sub>, (d) 316L post-HT<sub>2</sub>

Tramite immagini TEM, **Figura 18**, si osservano, nella zona centrale dei grani del campione lavorato tradizionalmente, numerose linee di dislocazione, mentre nel campione SLM la presenza di molti sotto-grani in cui le linee di dislocazione si trovano in prossimità dei bordi di grano ma queste possono migrare o scomparire dopo il trattamento termico.



**Figura 18.** (a);(b) Campione lavorato tradizionalmente, (c);(d) Campione SLM, (e);(f) post-HT<sub>1</sub>, (g);(h) Post-HT<sub>2</sub> [27].

Uno studio effettuato da F. Bartolomeu et al. [23] sull'influenza di tre diverse tecnologie di lavorazione (SLM, pressatura a caldo e fusione convenzionale) sulla microstruttura, sul comportamento meccanico e all'usura del 316L mostra che le migliori proprietà meccaniche sono



state ottenute per i campioni prodotti mediante fusione laser selettiva, rispetto a quelle ottenute con la pressatura a caldo e la fusione convenzionale. I risultati hanno riportato, in media, una maggiore resistenza e una minore duttilità rispetto ai campioni fusi.

Xiaohui Chen et al. [22] hanno esaminato la fabbricazione tramite GMA-AM (produzione additiva ad arco che utilizza l'arco metallico a gas (GMA) o l'arco di tungsteno a gas (GTA) per fondere polveri metalliche) di campioni di 316L.

I risultati mostrano: un gran numero di dendriti austenitici ben allineati e orientati verticalmente che formano grandi grani colonnari al centro e alcuni dendriti che invece formano piccoli grani colonnari vicino ai bordi; una microstruttura costituita da fasi  $\delta$ ,  $\gamma$  e  $\sigma$ ; proprietà di trazione paragonabili a quelle del 316L realizzato con tecnologie tradizionali, superando i requisiti del settore.

## 2.5 Acciaio C67 (AISI 1070)

L'acciaio C67 viene classificato negli acciai strutturali ottenuti, nella maggior parte dei casi, attraverso processi meccanici che provocano deformazioni elastiche o plastiche, come la laminazione, la trafilatura e l'estrusione [28].

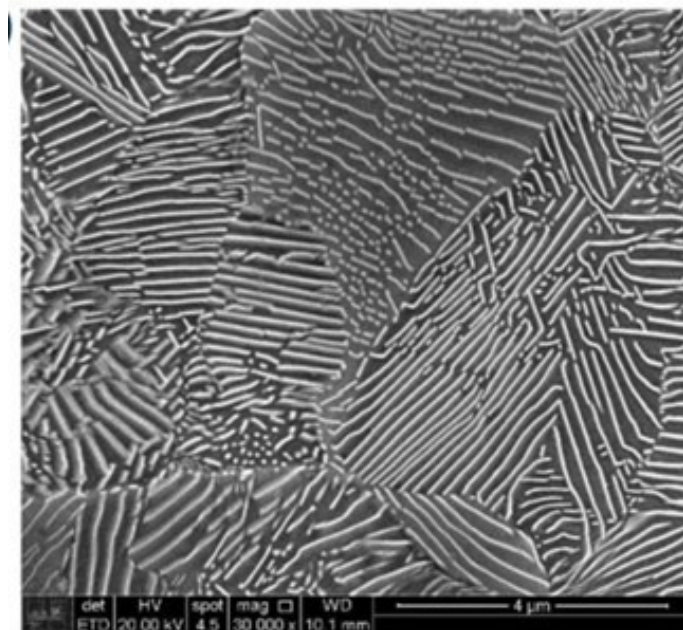
Nello studio portato a termine da Mohammad Masoumi et al. [29] viene esaminato l'acciaio perlitico AISI 1070 avente la seguente composizione chimica mostrata nella **Tabella 2**.

**Tabella 2.** Composizione AISI 1070.

<i>Material</i>	<i>C</i>	<i>Mn</i>	<i>Si</i>	<i>P</i>	<i>S</i>
AISI 1070	0,71	0,68	0,65	0,02	0,03

L'acciaio AISI 1070 è caratterizzato da una particolare microstruttura perlitica e possiede una combinazione di resistenza, tenacità e affidabilità senza precedenti.

Per la caratterizzazione microstrutturale sono stati utilizzati microscopi elettronici a scansione ad alta risoluzione, da cui si ricava una microstruttura completamente perlitica con struttura alternata di ferrite e cementite. Le lamelle di cementite hanno uno spessore di ~100 nm con distanze interlamellari di circa 500 nm intervallate all'interno della matrice ferritica.

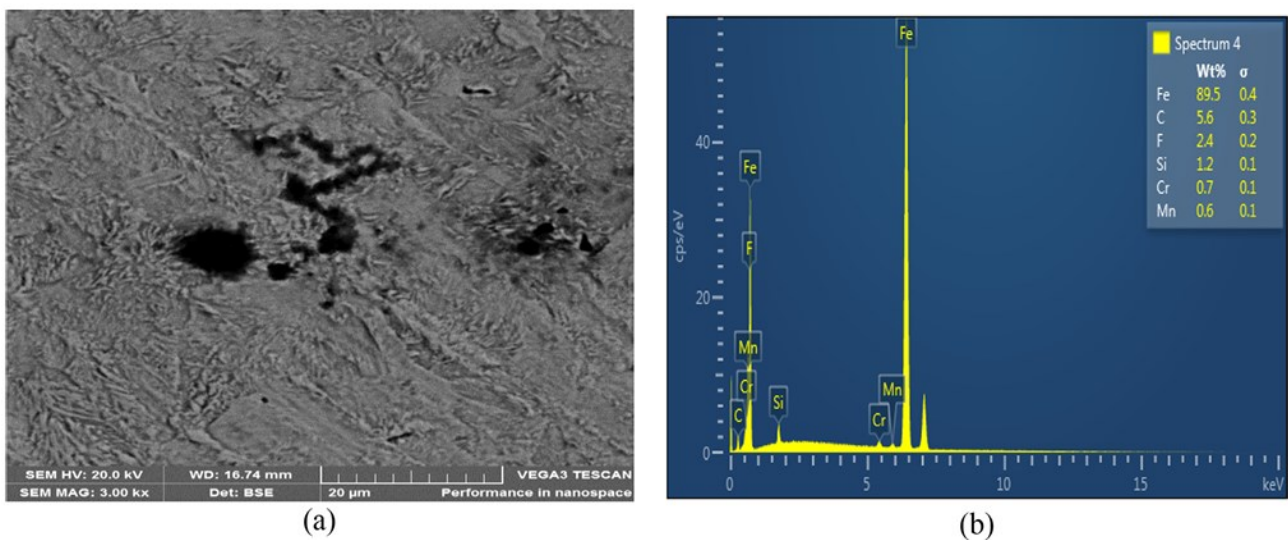


**Figura 19.** Microstruttura al SEM acciaio AISI 1070 [29].

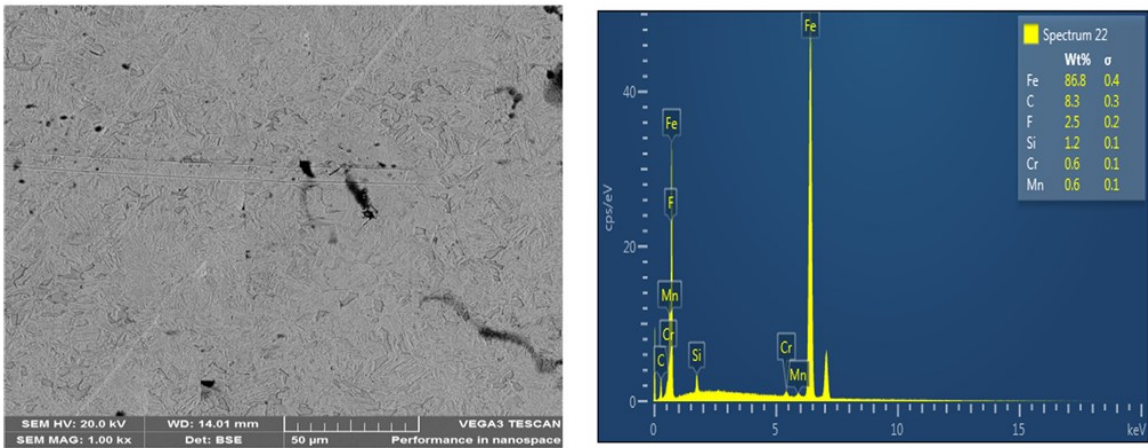
Nello studio condotto da R.M. Dodo et al. [30] la microstruttura dell'acciaio viene studiata sia in caso di tempra, eseguita con cinque diversi mezzi di tempra (olio di semi di cotone epossidato EC, olio di semi di cotone epossidato-transesterificato ETC, olio di semi di cotone transesterificato TC, olio di semi di cotone fresco FC e SAE40), sia dell'acciaio originale.

L'acciaio originale è costituito da bainite inferiore mentre i campioni temprati contengono martensite e austenite. Il campione temprato da ETC rivela un grande volume di struttura martensitica seguito da un campione temprato in EC e poi TC. Mentre, rispetto ai campioni temprati in oli modificati, il campione temprato SAE40 ha mostrato un contenuto di martensite inferiore. È possibile che gli oli modificati forniscano una velocità di raffreddamento più elevata rispetto a SAE40.

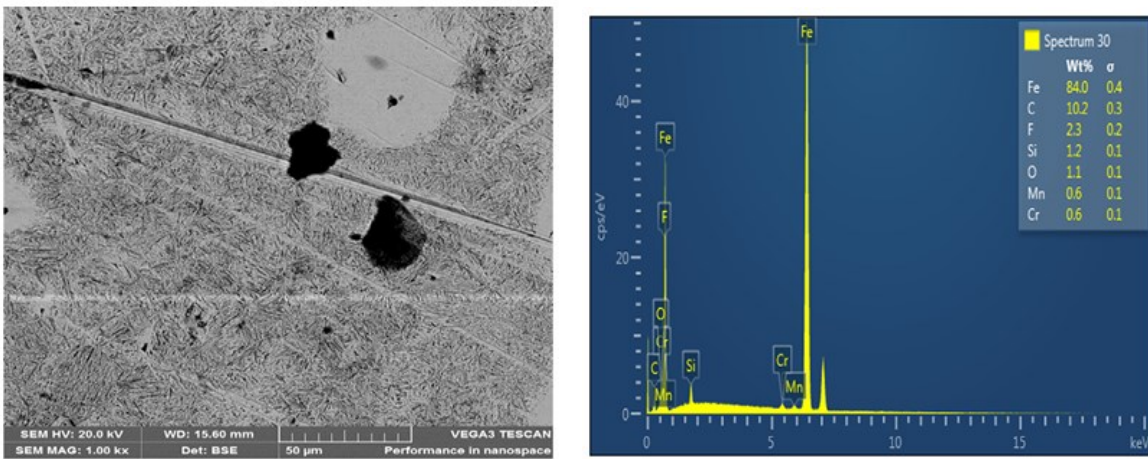
Dopo aver eseguito un attacco chimico con il Nital al 2% su tutti i campioni, al microscopio elettronico a scansione e con un'analisi della composizione chimica si ottengono i risultati riportati in **Figura 20**, **Figura 21**, **Figura 22**, **Figura 23**.



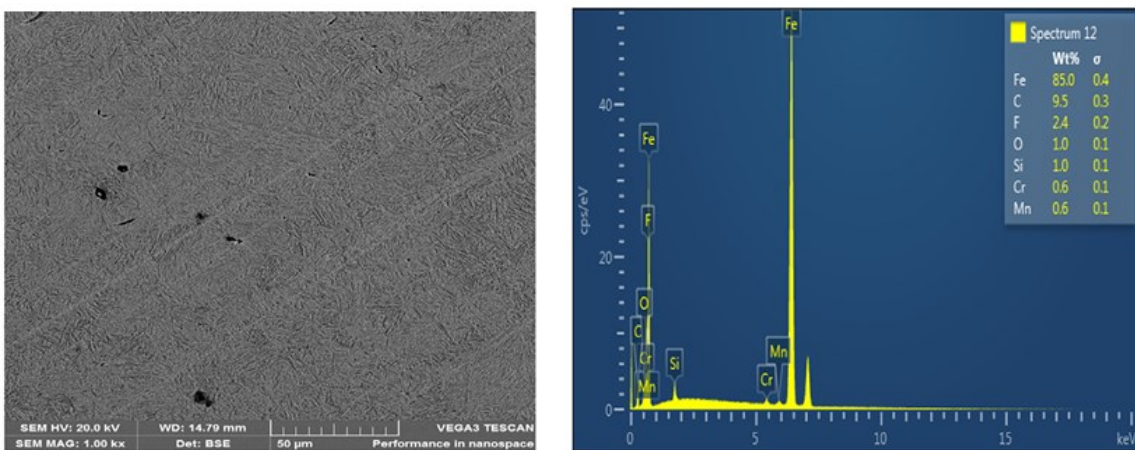
**Figura 20.** Campione ASR al SEM e spettro ED dopo attacco chimico.



**Figura 21.** Campione SAE40 al SEM e spettro ED dopo attacco chimico.

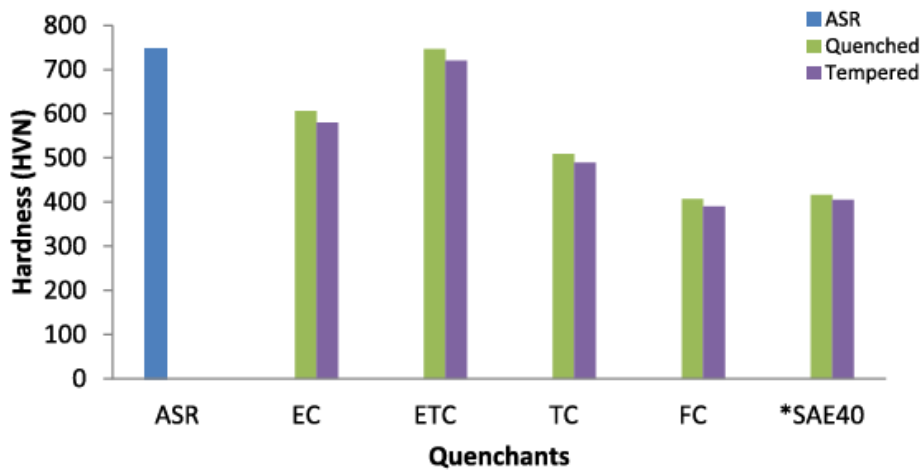


**Figura 22.** Campione EC al SEM e spettro ED dopo attacco chimico.



**Figura 23.** Campione ETC al SEM e spettro ED dopo attacco chimico.

L'influenza della struttura si vede nella durezza sviluppata con il campione temprato in ETC che raggiunge la durezza massima, visibile in **Figura 24**.



**Figura 24.** Valori di durezza per i campioni di acciaio AISI 1070 temprati in oli di semi di cotone e SAE40 e non temprati (SR) [30].

I valori di durezza sono stati determinati utilizzando una macchina di durezza Vickers con l'applicazione di un carico statico di 0,3 kgf mantenuto per 15 minuti. Inoltre, dalla **Figura 20** si può notare come avvenga un leggero calo di durezza dopo il trattamento di rinvenimento. Infatti, dopo il rinvenimento si rileva una maggiore precipitazione di cementite stabile in ferrite supersatura fine e bainite inferiore, a causa della decomposizione della martensite e dell'austenite trattenuta.

## 3. Materiale e procedure sperimentali

### 3.1 Materiali

Nello studio svolto in questa tesi si analizzano provini in acciaio C67 (AISI 1070), i risultati ottenuti vengono poi confrontati con campioni in acciaio inossidabile austenitico 316L, i cui dati sono stati acquisiti da un'analisi esterna.

Sono stati analizzati tre cubetti, fabbricati in tre differenti posizioni sulla piastra di fabbricazione (upper left, central, down right), per verificare se il posizionamento avesse degli effetti sulla microstruttura, la porosità e la durezza. Per ciascun componente è stata caratterizzata solamente la direzione di crescita YZ.

I parametri di stampa noti per la realizzazione del provino sono: potenza del laser, velocità di scansione e densità di energia (E), come riportato in **Tabella 3**.

**Tabella 3.** Parametri di stampa C67.

$P[W]$	$v [mm/s]$	$E [J/mm^2]$
230	600	7,67

Per fabbricare i campioni creep in 316L con la tecnologia L-PBF è stata utilizzata un'apparecchiatura Print Sharp 250 (Prima Additive) utilizzando i seguenti parametri di processo riportati in **Tabella 4**.

**Tabella 4.** Parametri di stampa 316L.

$P[W]$	$v [mm/s]$	$t [\mu m]$	$h[mm]$
140	800	30	0,01

Dove P, v, t, h sono rispettivamente potenza laser, velocità di scansione, spessore dello strato e distanza del tratteggio.

La piastra di costruzione è stata preriscaldata fino a 60 °C e il processo L-PBF è stato eseguito in atmosfera con un gas inerte, l'azoto.

## 3.2 Procedure sperimentali per campioni in acciaio C67

### 3.2.1 Workflow della metallografia

Scelta una faccia di tutti i campioni, questa viene sottoposta al workflow della Metallografia:

- Inglobatura: in questo caso l'inglobatura non si effettua per consentire in futuro l'analisi anche delle restanti facce.
- Assottigliamento meccanico: grazie ad una lappatrice, **Figura 25**, la superficie della faccia selezionata subisce una preparazione per la lucidatura mediante acqua e carte abrasive al SiC aventi diversa densità media dei carburi di silicio per *inch*<sup>2</sup>.

Nello specifico, i campioni in questione vengono lavorati con carte aventi granulometria crescente nell'ordine: 600, 1200, 2400 e 4000; mentre la superficie dei supporti e gli spigoli vengono leggermente levigati con una carta avente granulometria pari a 320.

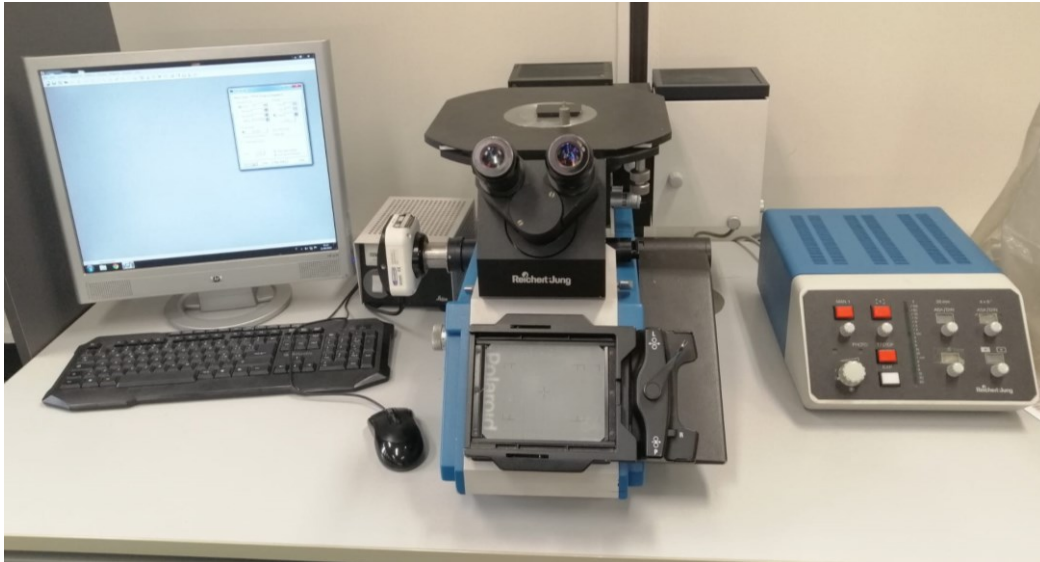


**Figura 25.** Lappatrice.

Durante l'utilizzo di una carta abrasiva, di fondamentale importanza è imprimere al campione una pressione omogenea, mantenendolo sempre orientato nello stesso verso e ruotandolo di 90° quando si passa alla successiva.



L'andamento della superficie lavorata si osserva al Microscopio Ottico (**Figura 26**) e si stabilisce se proseguire con la lucidatura;



**Figura 26.** Microscopio ottico.

- Lucidatura: la superficie viene ulteriormente lavorata mediante un panno abrasivo e pasta diamantata (con particelle di diamante sintetico calibrate), lubrificando con olio ed etanolo, in modo da ottenere una superficie perfettamente lucida ed esente da imperfezioni.



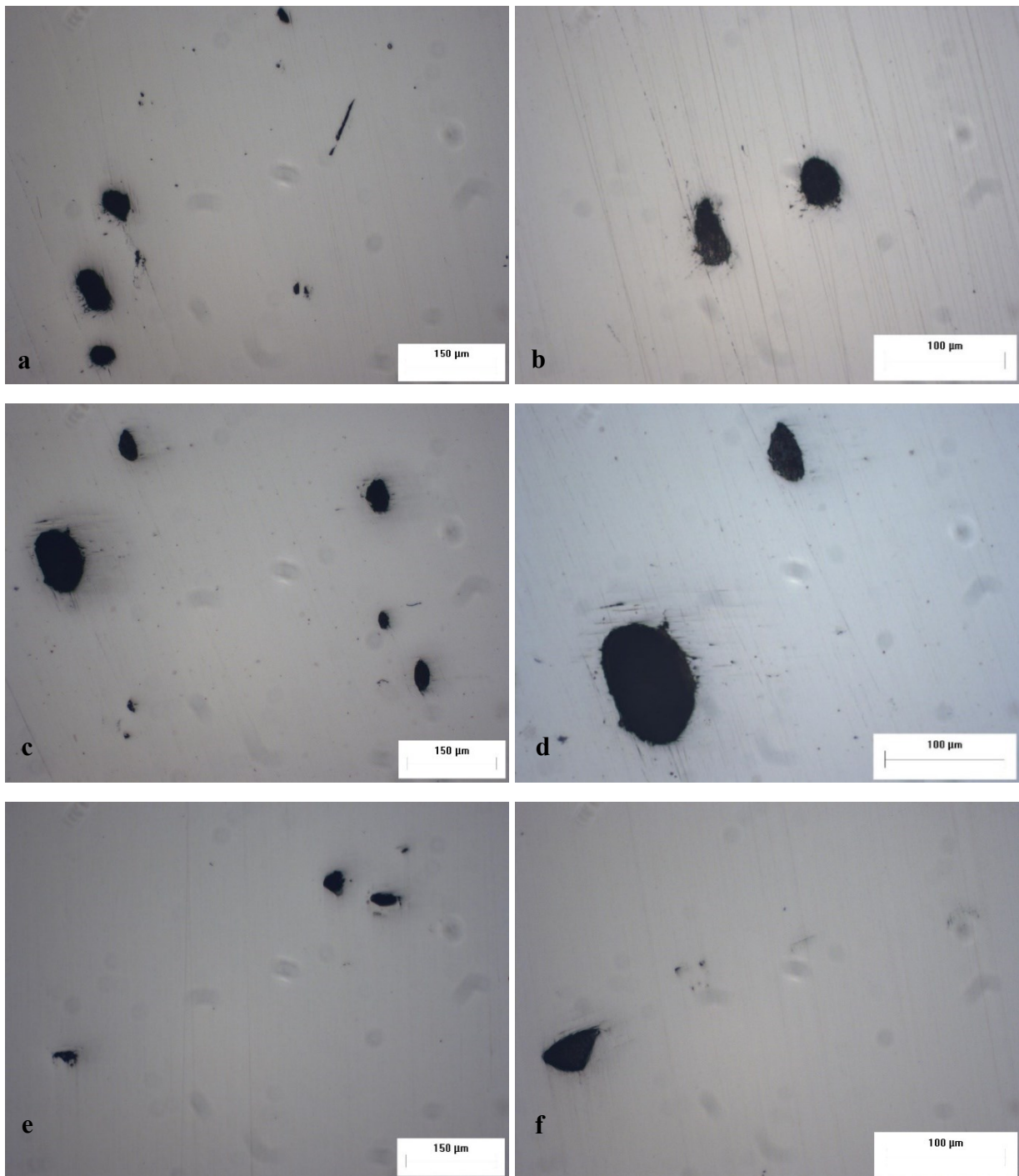
**Figura 27.** Lucidatrice.

- Acquisizioni post-lucidatura: dopo aver lucidato il campione, al MO si effettuano circa 22 acquisizioni nelle zone di maggior interesse, impostando due ingrandimenti: 10x1,25 e 20x1,25 e regolando la messa a fuoco, il contrasto e la luminosità;



Successivamente, vengono inseriti i marker, generalmente in basso a destra, che indicano il valore di ingrandimento in  $\mu\text{m}$  utilizzato per ogni acquisizione.

Alcuni esempi sono riportati in **Figura 28**.



**Figura 28.** Immagini al MO: a) campione DR con ingrandimento 10x1,25; b) campione DR con ingrandimento 20x1,25; c) campione C con ingrandimento 10x1,25; d) campione C con ingrandimento 20x1,25; e) campione UL con ingrandimento 10x1,25; f) campione UL con ingrandimento 20x1,25.

- Attacco chimico: all'interno di una cappa e indossando i dispositivi di sicurezza (DPI) si sperimentano diversi attacchi chimici sulle superfici dei campioni per tentare di trovare quello adatto che evidenzia la microstruttura dell'acciaio.

Ciò avviene grazie all'effetto della corrosione selettiva operata dai reattivi sulle zone superficiali dotate di maggiore energia.



**Figura 29.** Cappa utilizzata per eseguire gli attacchi chimici.

In particolare, si utilizzano le seguenti miscele per effettuare numerosi attacchi chimici: Nital al 4% per 13 secondi; Nital al 2% per 5 secondi; Nital al 1% per 10, 12 e 20 secondi; miscela nitrica, cloridrica ed acetica per 13 e poi 57 secondi; Ossalico per 1 minuto e 15 secondi; ed infine, un pre-attacco di 2 secondi con 59 millilitri di etanolo e 1 millilitro di  $HNO_3$  (Nital) con lo scopo di evidenziare l'eventuale presenza di perlite, ferrite e cementite, seguito da un attacco con una miscela composta da 10 grammi di  $Na_2S_2O_5$  (Metabisolfito di sodio) e 200 grammi di acqua distillata per 7 secondi, per mettere in risalto la martensite.

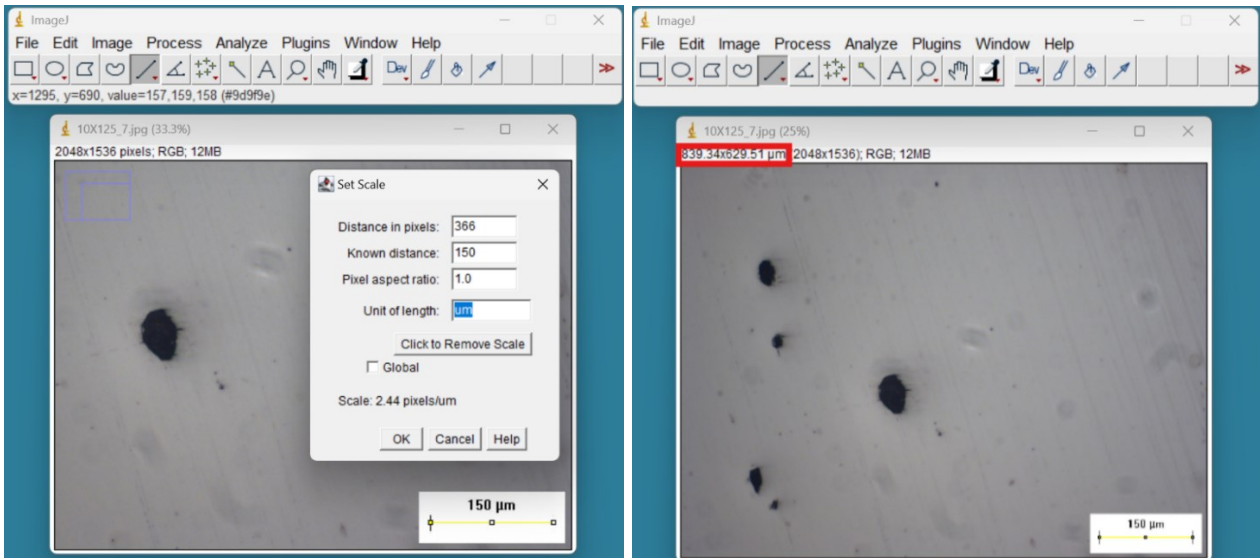
- Acquisizioni post-attacco chimico: effettuate sempre al microscopio ottico al fine di osservare la microstruttura.

### 3.2.2 Caratterizzazione dei vuoti

Per ciascun componente, upper left (UL), central (C), down right (DR), viene eseguita la caratterizzazione dei vuoti tramite il programma ImageJ.

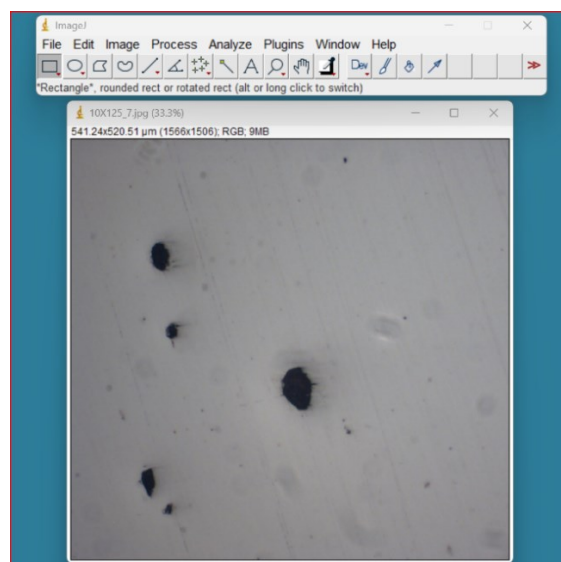
Prendendo come esempio l'immagine numero 7 del campione C, la procedura di caratterizzazione consiste nel:

- aprire l'immagine ed impostare la scala per avere le dimensioni in  $\mu\text{m}$  in alto a sinistra;



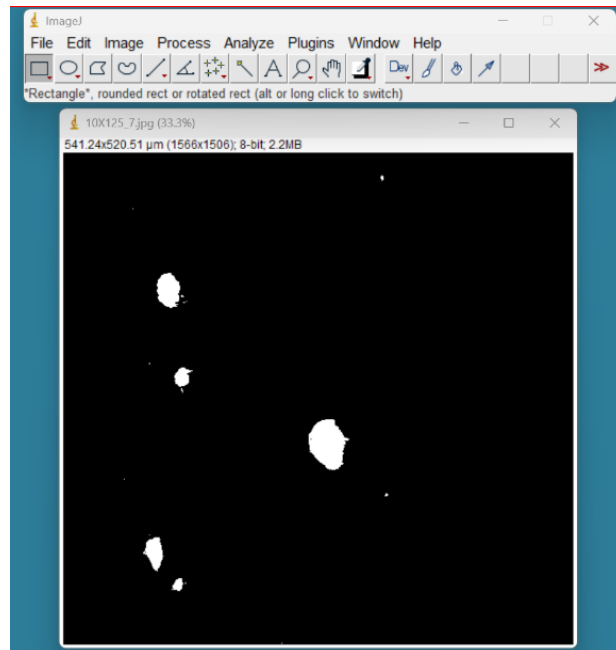
**Figura 30.** Impostazione scala.

- tagliare l'immagine tramite il comando "Crop" presente su Image per eliminare il marker ed evidenziare le zone di maggior interesse;



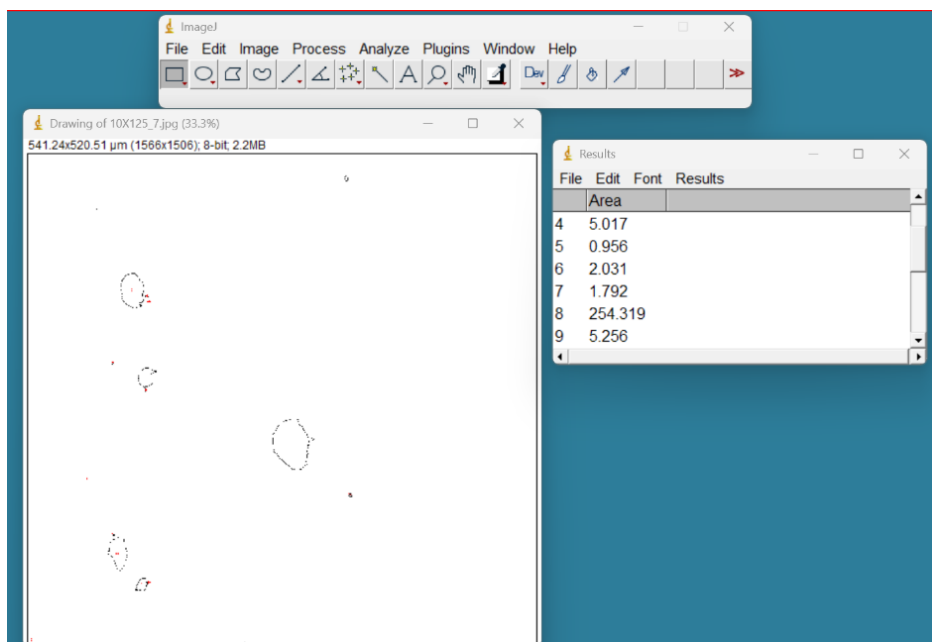
**Figura 31.** Crop immagine.

- evidenziare i vuoti cliccando su Process tramite il comando “Binary” e poi “Make Binary”;



**Figura 32.** Binary e Make Binary.

- analizzare i vuoti con il comando “Analyze Particles” che comporta l’apertura di una finestra da cui si prelevano i valori del numero identificativo e dell’area dei vuoti espressa in  $\mu\text{m}^2$ .



**Figura 33.** Analyze particles ed estrapolazione dei valori.

- Inserire i valori in un file Excel che consente il calcolo della somma delle aree di ogni vuoto, dell'area dell'immagine e della percentuale dei vuoti sull'area totale.

IMMAGINE N°7 10X1.25	
n°vuoto	area(um)
1	22,296
2	0,702
3	1028,936
4	7,373
5	1,404
6	2,984
7	2,633
8	373,759
9	7,724
10	2293,468
11	1,404
12	12,991
13	2,633
14	695,379
15	164,145
16	2,107
17	0,527
<b>Σ aree vuoti(um)</b>	<b>4620,465</b>
<b>area immagine(um)</b>	<b>407548,586</b>
<b>% vuoti</b>	<b>1,1337213</b>

**Figura 34.** Tabella del file Excel contenente i valori estrapolati in precedenza e la somma delle aree di ogni vuoto, l'area dell'immagine e la percentuale dei vuoti sull'area totale.

La procedura viene ripetuta su tutte le immagini acquisite in precedenza al Microscopio Ottico, con ingrandimento 10x1,25, con lo scopo di ottenere il valore medio della percentuale dei vuoti di ogni campione.

### 3.2.3 Microdurezze

Le prove di microdurezza Vickers sono eseguite tramite due macchinari differenti: il modello "Remet HX-1000" e il modello "Qness 60A".

Con il primo macchinario (**Figura 35.** Microdurometro Remet HX-1000.) viene eseguita la prova sul campione UL: per non permettere spostamenti, il campione viene stretto in una morsa, posizionata su un piatto mobile che viene sollevato manualmente al di sotto di una lente fino ad ottenere una buona messa a fuoco. Successivamente il piatto viene spostato sotto al penetratore di diamante (piramide retta, base quadrata, angolo al vertice: 136°) e si applica un carico (F) pari a 300 gf che lo fa penetrare nella superficie del campione (liscia, piana e sgrassata), lasciando un totale di 50 impronte quadrate con diagonale media (d) ciascuna, distanziate l'una dall'altra di mezzo millimetro e allineate lungo

tre rette posizionate a sinistra, al centro e a destra sulla superficie; il carico viene applicato per 10 secondi.



**Figura 35.** Microdurometro Remet HX-1000.

Grazie alla misura della diagonale media si calcola la durezza HV, come indicato dall'equazione (2), tramite un file Excel, come mostrato in figura 36:

$$HV = \frac{2F \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{d^2} \quad (2)$$

Dove F e d sono rispettivamente il carico applicato e la diagonale media.

<b>CALCOLO MICRODUREZZA</b>			
<b>Carico applicato</b>	<b>300</b>	<b>gf</b>	
<b>Diagonale</b>	<b>HV</b>	<b>MPa</b>	<b>GPa</b>
157	359	3519	3,52
156	367	3596	3,60
152	385	3779	3,78
149	398	3906	3,91

**Figura 36.** Tabella Excel con esempi di calcolo della durezza HV sul campione UL.

Tutti gli spostamenti del campione da una posizione all'altra sono eseguiti manualmente come l'avviamento di ogni singola impronta e la misura della diagonale media.



Le prove di microdurezza sui campioni rimanenti, DR e C, sono realizzate con il secondo macchinario, modello “Qness 60A” (**Figura 37**. Microdurometro Qness 60 A.).

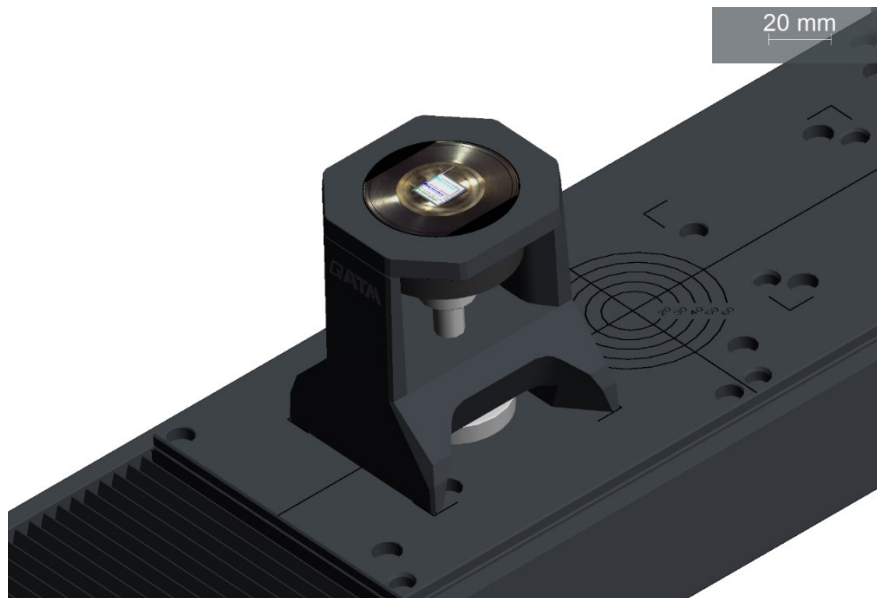


**Figura 37.** Microdurometro Qness 60 A.

Il campione C viene indentato sul piano di lavoro senza l'utilizzo di un portacampione mentre il campione DR viene inglobato a caldo tra i 130 e i 160 °C per un tempo compreso tra i 7 e i 12 minuti con una resina trasparente termoplastica, acrilica-transottica per consentire l'inserimento nel portacampione posizionato sul piano di lavoro.



**Figura 38.** Campione DR inglobato con resina trasparente.

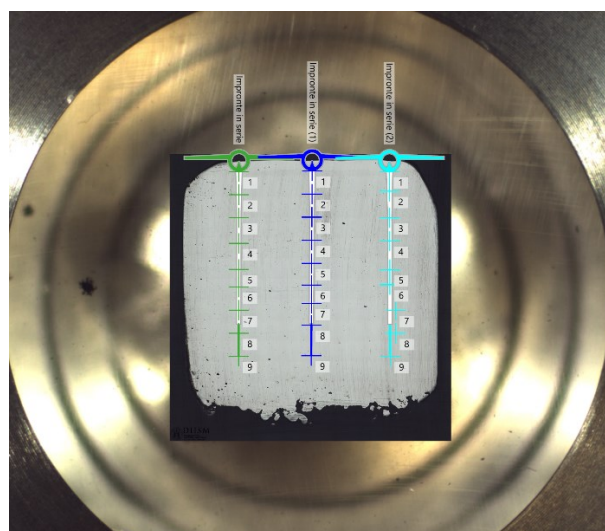


**Figura 39.** Tavola con portacampioni.

Posizionato un campione per volta, la torretta, che può possedere fino a otto lenti o diamanti per la penetrazione, si abbassa tramite un cursore fino ad arrivare alla giusta distanza dal campione e si posiziona su di esso dapprima con la lente desiderata e poi con il penetratore.

La messa a fuoco e la regolazione di luminosità sono stabilite grazie ad un sistema automatico.

La posizione delle impronte, la distanza una dall'altra e il numero vengono definite grazie ad uno schema realizzato in modalità automatica dalla macchina tramite il comando “Impronte in serie”, creando come in precedenza tre rette posizionate a sinistra, al centro e a destra della superficie per produrre un totale di circa 30 impronte (**Figura 40**).



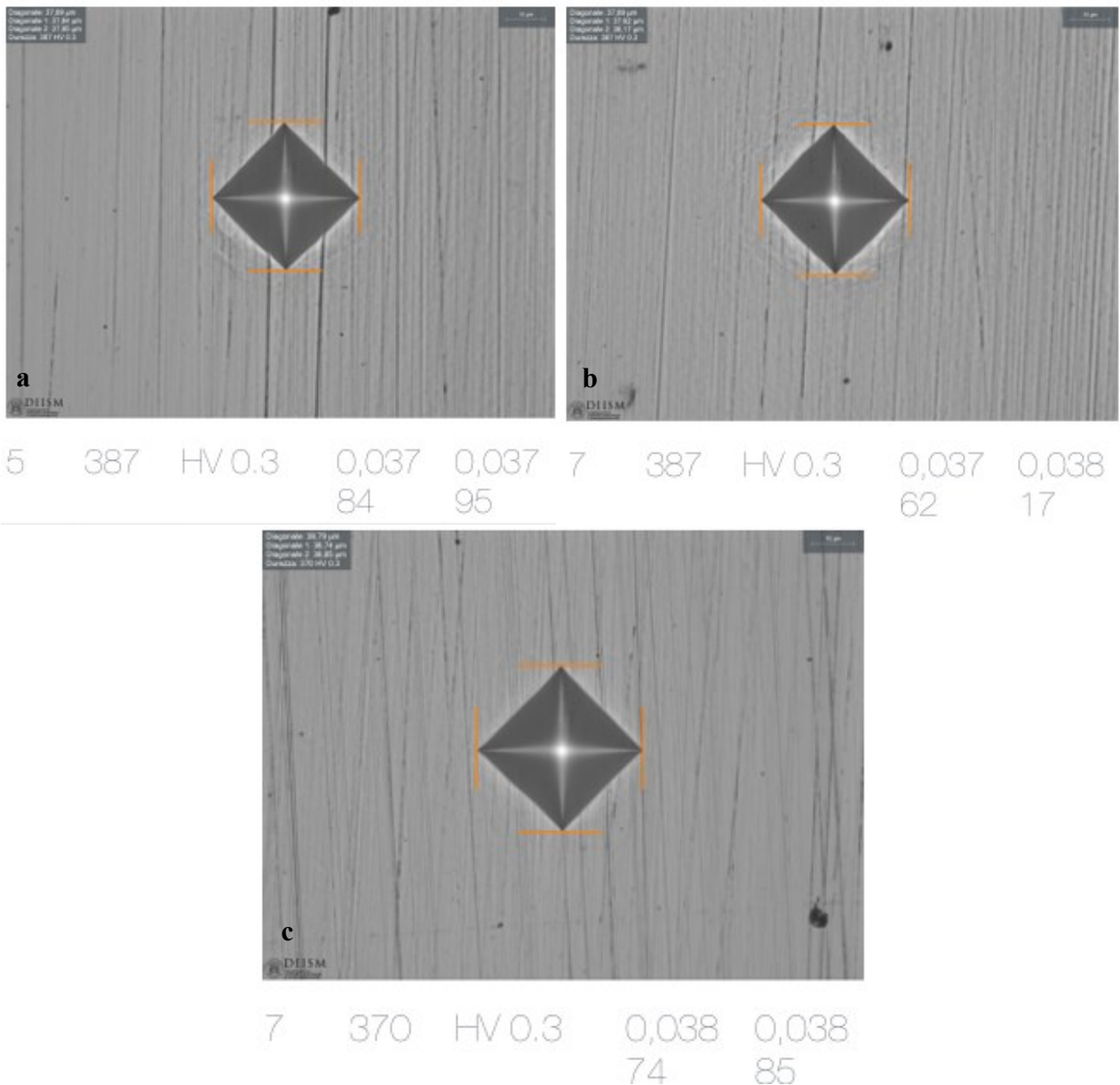
**Figura 40.** Schema impronte in serie.

Le impronte vengono fatte in modo da evitare zone in cui si presentano vuoti che andrebbero ad alterare i risultati.

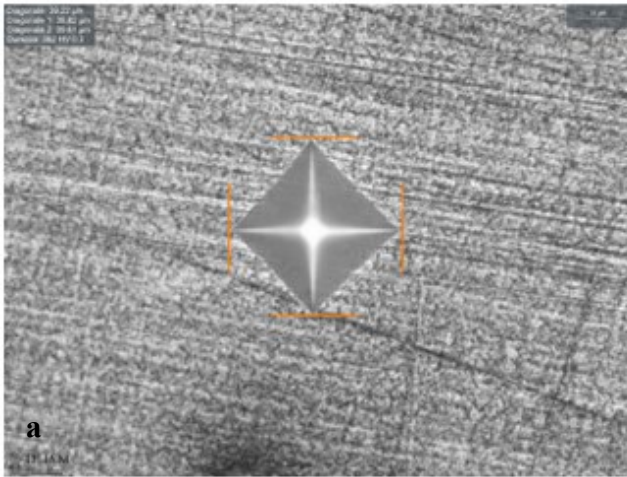


Impostati il carico pari a 300 gf e il tempo di permanenza di 10 secondi la macchina viene avviata e automaticamente esegue tutte le impronte e le conseguenti misurazioni di microdurezze HV, fornendo un report completo.

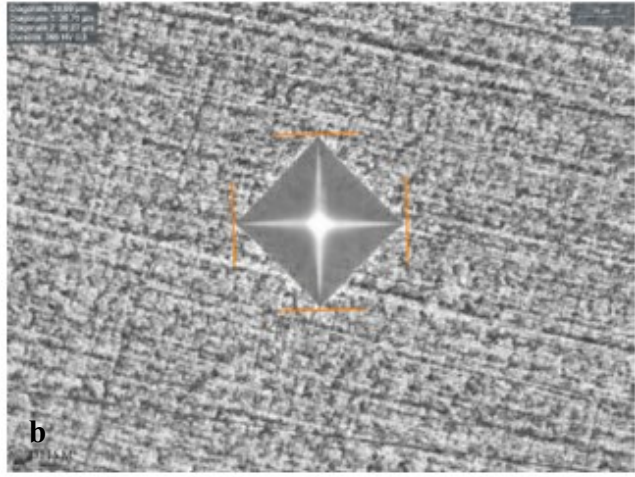
Di seguito, in **Figura 41** e in **Figura 42**, sono riportate le immagini di impronte eseguite sul campione DR e sul campione C estrapolate dal report.



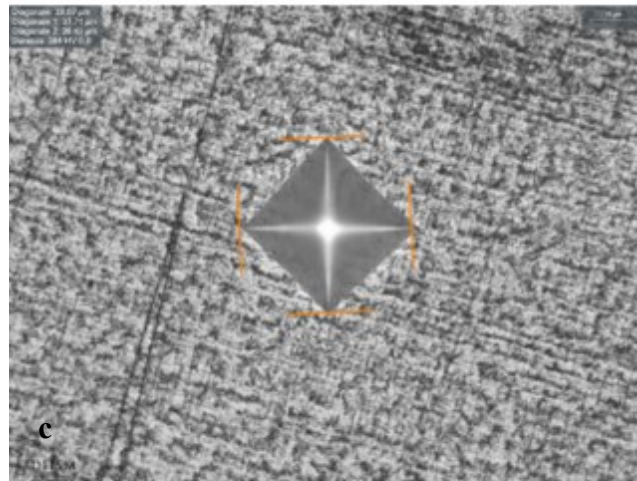
**Figura 41.** Impronte sul campione DR: a) impronta n. 5 retta di sinistra; b) impronta n. 7 retta centrale; c) impronta n. 7 retta di destra.



5 362 HV 0.3 0,038 0,039  
82 61



5 366 HV 0.3 0,038 0,039  
71 27

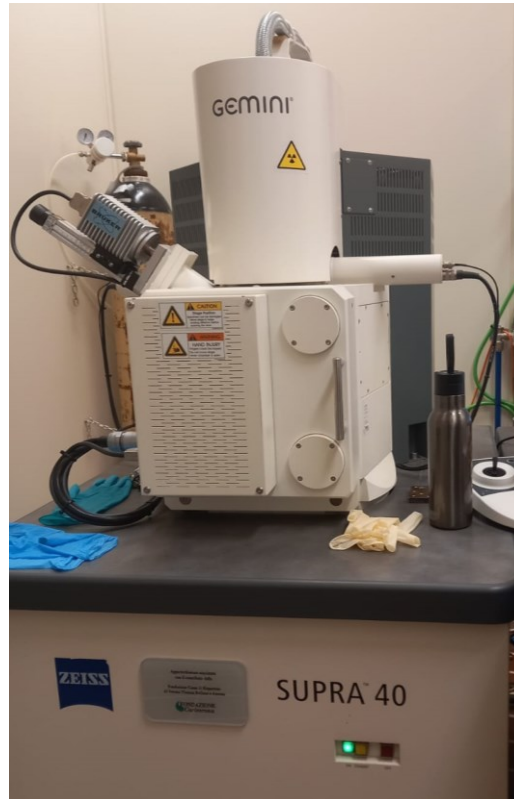


5 384 HV 0.3 0,037 0,038  
71 43

**Figura 42.** Impronte sul campione C: a) impronta n.5 a sinistra; b) impronta n.5 al centro; c) impronta n.5 a destra.

### 3.2.4 Microscopio elettronico a scansione (SEM)

L'osservazione della microstruttura nel dettaglio è consentita grazie all'utilizzo del microscopio elettronico a scansione (SEM, **Figura 43**) a cui viene sottoposto il campione C dopo un attacco chimico mediante Nital all'1% per 20 secondi.



**Figura 43.** Microscopio elettronico a scansione.

I campioni SEM sono collegati ad un supporto chiamato stub, la parte interessata del campione deve essere in cima allo stub e il collegamento tra lo stub e il campione dev'essere di tipo elettrico, realizzato tramite adesivi conduttivi, in modo che la carica non si accumuli.

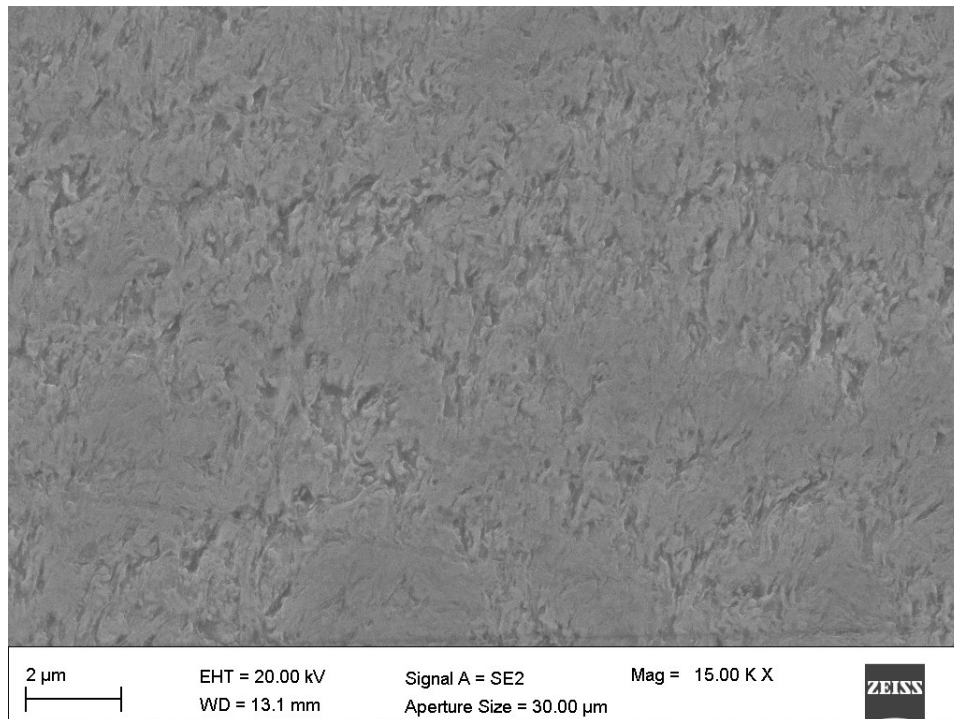
Il SEM è costituito da: un cannone elettronico che genera il fascio di elettroni che interagisce con il campione; lenti elettroniche, diaframmi e lenti di scansione; un sistema per ottenere il vuoto, necessario per consentire la generazione ed il movimento degli elettroni del fascio incidente e la raccolta di quelli emessi dal campione.

Si hanno due tipologie di segnali: elettroni retrodiffusi (BSE), risultato di collisioni elastiche di elettroni del fascio con atomi del materiale, che si traducono in un cambiamento nella traiettoria degli elettroni, essi forniscono informazioni sia morfologiche che compositive; elettroni secondari (SE), 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, essi forniscono informazioni morfologiche; nel campione C non si notava alcuna differenza al cambio di segnale.

In seguito, la generazione dell'immagine avviene tramite scansione della superficie del campione. Il processo di scansione prosegue fino a ricoprire completamente la zona del campione suddivisa in linee e pixel generando un singolo frame della zona scansionata.

Viene riportata di seguito un esempio di acquisizione del campione C (**Figura 44**).



**Figura 44.** Immagine al SEM del campione C.

## 4. Risultati e discussione

### 4.1 Risultati ottenuti dall'analisi dei campioni in C67

#### 4.1.1 Risultati dalla caratterizzazione dei vuoti

I risultati ottenuti dall'analisi dei vuoti hanno riscontrato una maggior percentuale media di vuoti nel campione C, andando a decrescere rispettivamente in DR e in UL (**Tabella 5**, **Tabella 6**, **Tabella 7**).

**Tabella 5.** Risultati analisi dei vuoti campione C.

<i>Campione</i>	<i>% media dei vuoti</i>
C67 5-DOE 2 YZ-C	1,5669

**Tabella 6.** Risultati analisi dei vuoti campione DR.

<i>Campione</i>	<i>% media dei vuoti</i>
C67 5-DOE 2 YZ-DR	0,7330

**Tabella 7.** Risultati analisi dei vuoti campione UL.

<i>Campione</i>	<i>% media dei vuoti</i>
C67 5-DOE 2 YZ-UL	0,3338

Con questi risultati i campioni possono essere definiti con porosità elevata come si può vedere in **Figura 28** da alcune immagini prese al MO.

L'elevata percentuale di porosità può influenzare la resistenza meccanica e molte altre proprietà dell'acciaio.

#### 4.1.2 Risultati dalle prove di microdurezza

Le prove di microdurezza eseguite sul campione UL tramite il microdurometro “Remet HX-1000”, riportate sul file Excel, possono essere riassunte nella **Tabella 8**.

**Tabella 8.** Valori di microdurezza rispettivamente a sinistra, al centro e a destra del piatto di stampa UL.

<i>N.</i>	<i>Diagonale</i>	<i>Value HV</i>	<i>N.</i>	<i>Diagonale</i>	<i>Value HV</i>	<i>N.</i>	<i>Diagonale</i>	<i>Value HV</i>
1	159	354	1	162	341	1	164	329
2	160	347	2	160	349	2	165	326
3	156	364	3	163	333	3	166	324
4	158	355	4	160	343	4	170	307
5	162	339	5	166	322	5	164	331
6	162	337	6	159	351	6	163	335
7	160	346	7	162	335	7	165	327
8	160	346	8	163	335	8	167	318
9	159	352	9	161	341	9	164	331
10	160	348	10	158	358	10	161	341
11	155	369	11	160	343	11	162	341
12	152	383	12	158	358	12	158	354
13	149	399	13	155	370	13	155	370
14	149	398	14	152	388	14	151	388
15	152	385	15	150	396	15	154	376
16	156	367	16	160	349	16	168	315
17	157	359	17	160	346			
<i>Mean value 361,647</i>			<i>Mean value 350,471</i>			<i>Mean value 338,313</i>		

Nel campione in questione, in riferimento ai valori medi riportati, si nota una durezza maggiore nelle impronte eseguite a sinistra del campione che decresce spostandosi verso il bordo destro della superficie.

Lo stesso fenomeno avviene nel campione DR, mentre nel campione C il valore medio maggiore di durezza si ha al centro e il minore a destra della superficie.

I risultati di microdurezza ottenuti dalle prove sui campioni C e DR si hanno direttamente nei report ottenuti dal microdurometro “Qness 60A”, riportati in **Figura 45** e **Figura 46**.

**Test points:**

No.	Value	Method	X pos. [mm]	Y pos. [mm]	d1 [mm]	d2 [mm]	Description
1	351	HV 0.3	0,80	0,00	0,03982	0,03981	
2	360	HV 0.3	2,48	0,00	0,03915	0,03946	
3	358	HV 0.3	3,31	0,00	0,03976	0,03910	
4	383	HV 0.3	4,15	0,00	0,03773	0,03852	
5	362	HV 0.3	4,99	0,00	0,03882	0,03961	
6	361	HV 0.3	5,83	0,00	0,03903	0,03948	
7	387	HV 0.3	6,66	0,00	0,03711	0,03876	
8	384	HV 0.3	7,50	0,00	0,03787	0,03820	

**Statistics:**

Mean value	Range	Hardness min.	Hardness max.	Standard dev.	Results OK
368,25	36	351	387	14,04	8

**Test points:**

No.	Value	Method	X pos. [mm]	Y pos. [mm]	d1 [mm]	d2 [mm]	Description
1	386	HV 0.3	0,80	0,00	0,03791	0,03802	
2	364	HV 0.3	1,64	0,00	0,03884	0,03933	
3	367	HV 0.3	2,48	0,00	0,03873	0,03917	
4	370	HV 0.3	3,31	0,00	0,03895	0,03863	
5	366	HV 0.3	4,15	0,00	0,03871	0,03927	
6	373	HV 0.3	4,99	0,00	0,03831	0,03893	
7	372	HV 0.3	5,83	0,00	0,03814	0,03921	
8	363	HV 0.3	6,66	0,00	0,03971	0,03860	
9	382	HV 0.3	7,50	0,00	0,03831	0,03798	

**Statistics:**

Mean value	Range	Hardness min.	Hardness max.	Standard dev.	Results OK
371,44	23	363	386	7,94	9

**Test points:**

No.	Value	Method	X pos. [mm]	Y pos. [mm]	d1 [mm]	d2 [mm]	Description
1	361	HV 0.3	0,80	0,00	0,03865	0,03992	
2	351	HV 0.3	1,64	0,00	0,04010	0,03953	
3	339	HV 0.3	2,48	0,00	0,04058	0,04047	
4	342	HV 0.3	3,31	0,00	0,03992	0,04080	
5	384	HV 0.3	4,15	0,00	0,03771	0,03843	
6	346	HV 0.3	4,99	0,00	0,03930	0,04091	
7	355	HV 0.3	5,83	-0,29	0,03944	0,03970	
8	352	HV 0.3	6,66	0,00	0,03914	0,04032	
9	339	HV 0.3	7,50	0,00	0,04062	0,04045	

**Statistics:**

Mean value	Range	Hardness min.	Hardness max.	Standard dev.	Results OK
352,11	45	339	384	14,09	9

**Figura 45.** Report campione C, misure rispettivamente prese: a sinistra, al centro e a destra della superficie.

**Test points:**

No.	Value	Method	X pos. [mm]	Y pos. [mm]	d1 [mm]	d2 [mm]	Description
1	443	HV 0.3	0,40	0,00	0,03538	0,03550	
2	428	HV 0.3	1,56	-0,10	0,03604	0,03605	
3	385	HV 0.3	2,73	-0,05	0,03796	0,03807	
4	319	HV 0.3	3,69	0,05	0,04145	0,04207	
5	387	HV 0.3	4,75	0,10	0,03784	0,03795	
6	399	HV 0.3	5,81	-0,10	0,03716	0,03750	
7	409	HV 0.3	6,98	0,00	0,03709	0,03664	
8	431	HV 0.3	7,94	-0,05	0,03593	0,03593	
9	453	HV 0.3	8,85	0,10	0,03483	0,03527	

**Statistics:**

Mean value	Range	Hardness min.	Hardness max.	Standard dev.	Results OK
406	134	319	453	40,49	9

**Test points:**

No.	Value	Method	X pos. [mm]	Y pos. [mm]	d1 [mm]	d2 [mm]	Description
1	398	HV 0.3	0,01	0,00	0,03717	0,03761	
2	412	HV 0.3	0,01	-0,73	0,03653	0,03698	
3	393	HV 0.3	0,00	-1,43	0,03763	0,03763	
4	373	HV 0.3	0,00	-1,94	0,03862	0,03862	
5	384	HV 0.3	0,00	-2,52	0,03806	0,03806	
6	386	HV 0.3	0,00	-3,32	0,03795	0,03795	
7	387	HV 0.3	0,00	-3,93	0,03762	0,03817	
8	356	HV 0.3	0,03	-4,40	0,03982	0,03927	
9	385	HV 0.3	0,09	-5,02	0,03796	0,03807	
10	376	HV 0.3	0,04	-5,61	0,03851	0,03840	
11	397	HV 0.3	0,08	-6,30	0,03730	0,03752	
12	389	HV 0.3	0,12	-6,80	0,03751	0,03808	
13	427	HV 0.3	0,08	-7,48	0,03604	0,03615	
14	445	HV 0.3	0,03	-8,12	0,03548	0,03526	

**Statistics:**

Mean value	Range	Hardness min.	Hardness max.	Standard dev.	Results OK
393,43	89	356	445	22,47	14

**Test points:**

No.	Value	Method	X pos. [mm]	Y pos. [mm]	d1 [mm]	d2 [mm]	Description
1	397	HV 0.3	-0,16	-0,68	0,03741	0,03741	
2	394	HV 0.3	-0,28	-1,14	0,03739	0,03772	
3	381	HV 0.3	-0,29	-1,83	0,03829	0,03818	
4	362	HV 0.3	-0,29	-2,68	0,03927	0,03916	
5	369	HV 0.3	-0,29	-3,53	0,03872	0,03895	
6	352	HV 0.3	-0,30	-4,47	0,03971	0,03982	
7	370	HV 0.3	-0,26	-5,50	0,03874	0,03885	
8	383	HV 0.3	-0,26	-6,05	0,03828	0,03795	
9	397	HV 0.3	-0,26	-6,65	0,03739	0,03750	
10	422	HV 0.3	-0,26	-7,34	0,03627	0,03638	
11	409	HV 0.3	-0,23	-7,87	0,03660	0,03716	
12	427	HV 0.3	-0,36	-8,63	0,03604	0,03614	

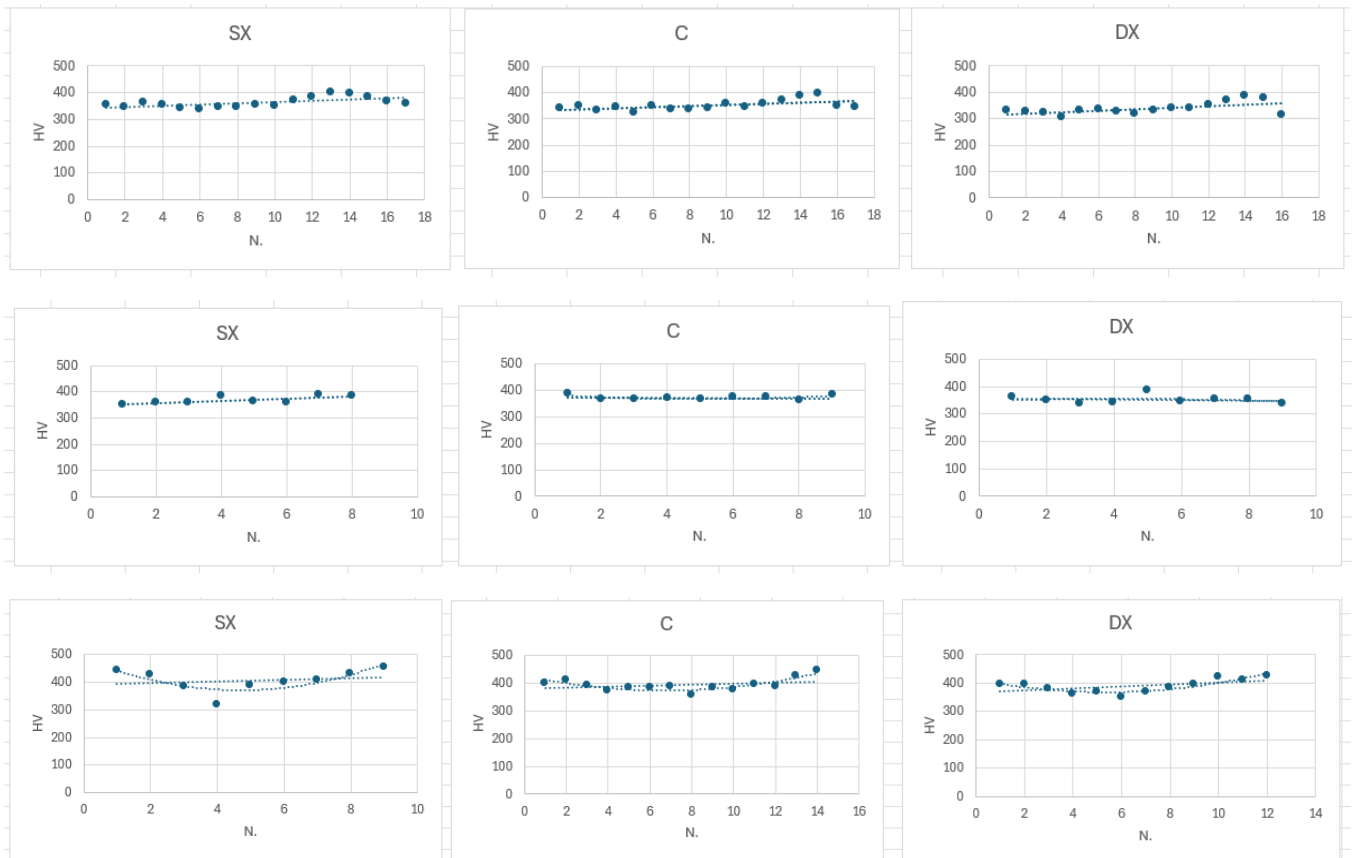
**Statistics:**

Mean value	Range	Hardness min.	Hardness max.	Standard dev.	Results OK
388,58	75	352	427	23,44	12

**Figura 46.** Report campione DR, misure rispettivamente prese: a sinistra, al centro e a destra della superficie.



Per studiare al meglio anche l'andamento della durezza dallo spigolo superiore della superficie alla zona dei supporti, sono riportati di seguito dei grafici, tre per ogni campione, realizzati tramite Excel con il Metodo dei minimi quadrati utilizzando sia una linea di tendenza lineare che una polinomiale del secondo ordine e riportando sull'asse delle y i valori di durezza e sull'asse delle x il numero di impronte eseguite.



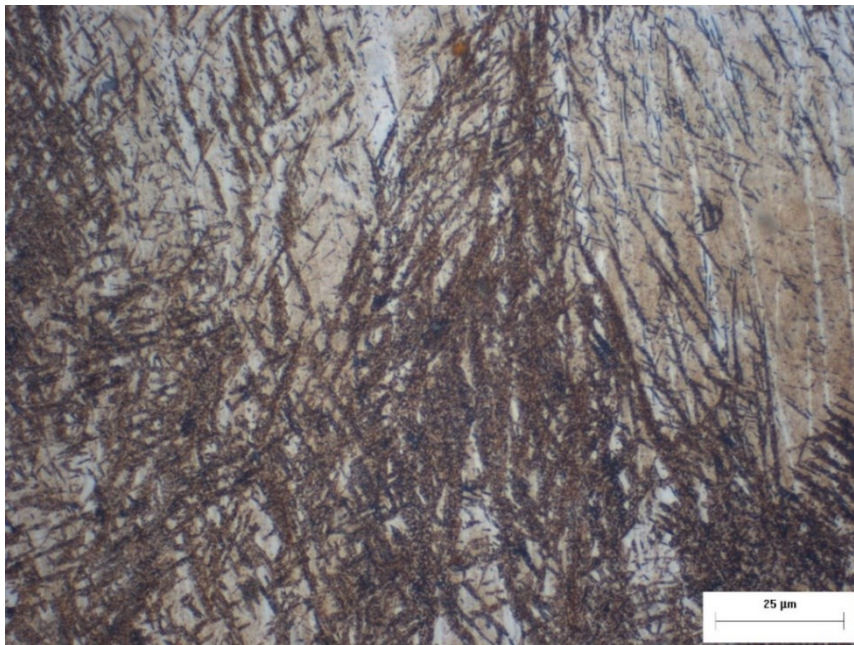
**Figura 47.** Andamento durezza dei campioni UL, C, DR.

Dalla **Figura 47** si nota un leggero aumento di durezza avvicinandosi sempre più ai supporti, ma con valori che rimangono in media in un range che oscilla tra i 350 e i 400 HV.

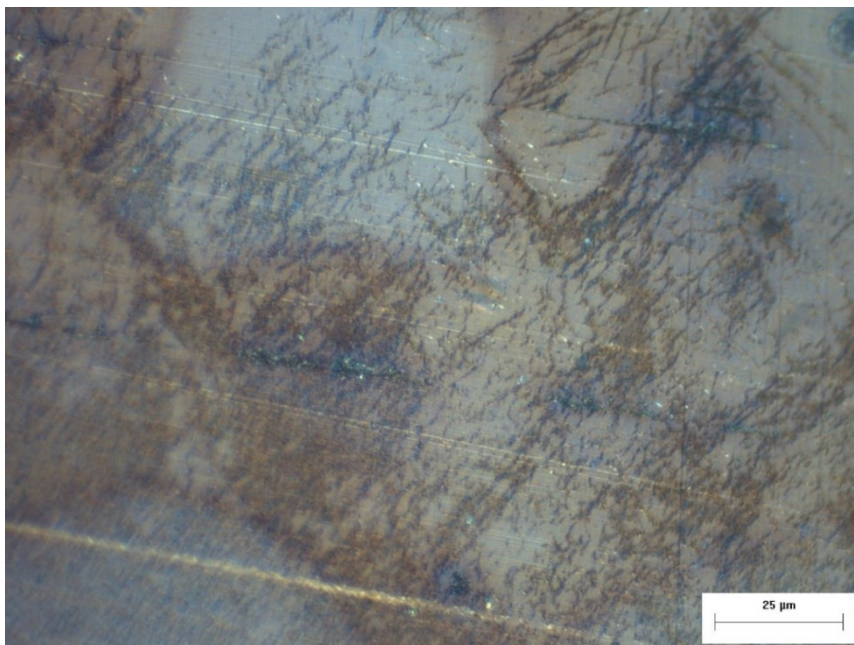
### 4.1.3 Micrografie al SEM e al MO post-attacco chimico

Il campione DR, dopo un pre-attacco di 2 secondi con 59 millilitri di etanolo e 1 millilitro di  $HNO_3$  (Nital) e un attacco di 7 secondi con una miscela composta da 10 grammi di  $Na_2S_2O_5$  (Metabisolfito di sodio) e 200 grammi di acqua distillata, viene osservato al microscopio ottico.

La **Figura 48** e la **Figura 49** suggeriscono la presenza di strutture dendritiche di dimensioni variabili e sono caratterizzate da zone più scure che indicano la presenza di martensite e zone più chiare che segnalano la presenza di perlite.



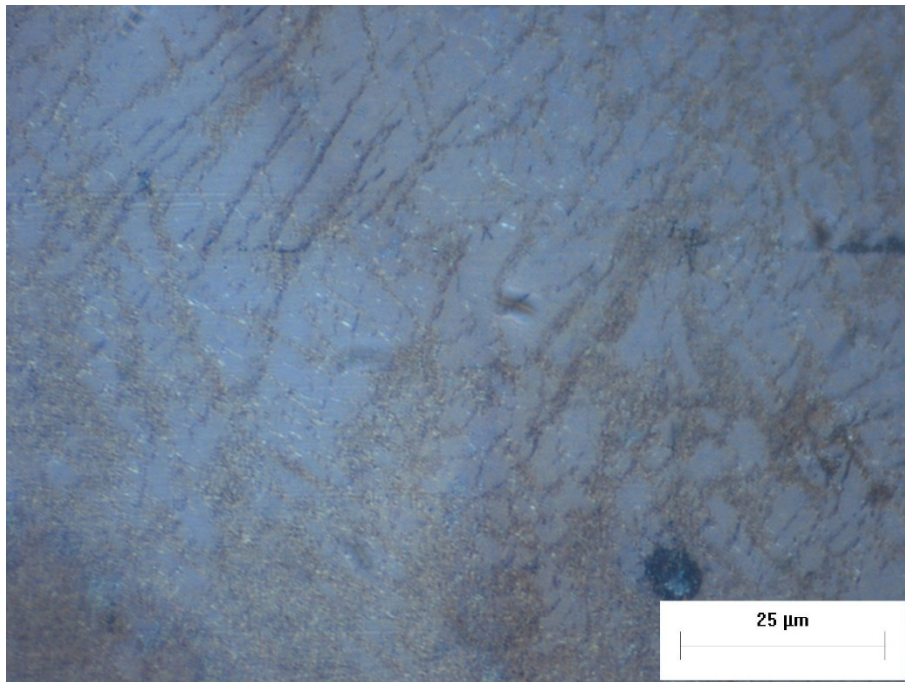
**Figura 48.** Acquisizione al MO con ingrandimento al 50x1,25.



**Figura 49.** Acquisizione al MO con ingrandimento 50x1,25.

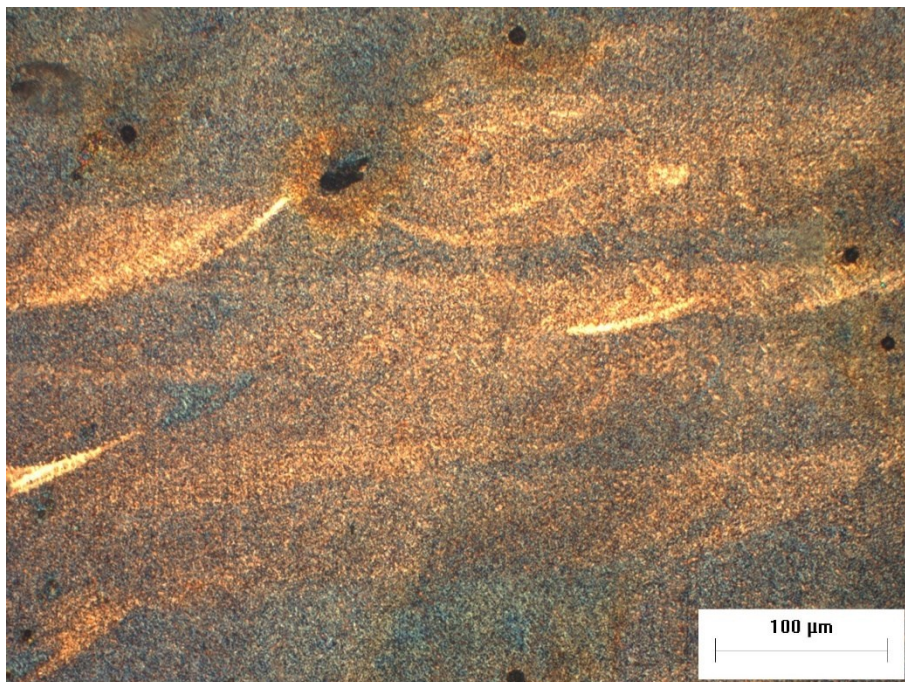


Vengono eseguite ulteriori acquisizioni come quella in **Figura 50** con un ingrandimento pari a 50x1,88.



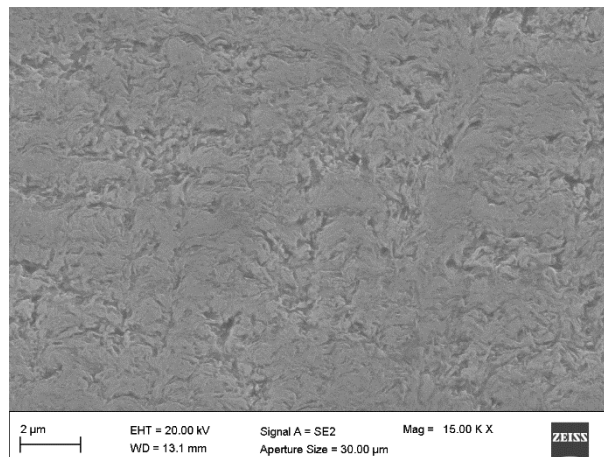
**Figura 50.** Acquisizione al MO con ingrandimento 50x1,88.

Invece, per quanto riguarda le pozze di fusione sono leggermente visibili in **Figura 51**.

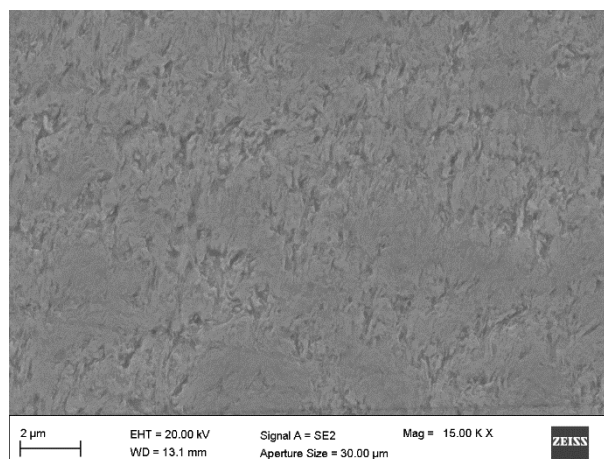


**Figura 51.** Acquisizione al MO con ingrandimento 20x1.

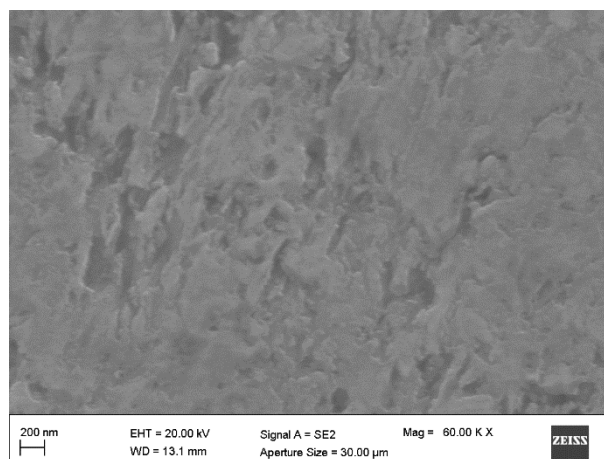
Diversamente, il campione C sottoposto ad un attacco chimico mediante Nital all'1% per 20 secondi, mostra una microstruttura al SEM poco chiara, probabilmente si è in presenza di strutture dendritiche e grani colonnari ma le pozze di fusione sono poco visibili (**Figura 52**, **Figura 53**, **Figura 54**).



**Figura 52.** Immagine al SEM a 2 μm.



**Figura 53.** Immagine al SEM a 2 μm.



**Figura 54.** Immagine al SEM a 200 nm.

## 4.2 Campione in 316L

### 4.2.1 Risultati dalle prove di microdurezza

Le prove di microdurezza Vickers sul campione in 316L sono state eseguite con il microdurometro modello “Remet HX-1000” applicando un carico di 500 gf sia sul piano YZ sia sul piano XY. Nelle seguenti tabelle sono riportati i valori assunti dalle prove (**Tabella 9**, **Tabella 10**).

**Tabella 9.** Valori di microdurezza Vickers sul pianoYZ del campione 316L.

<i>N.</i>	<i>Diagonale</i>	<i>Value HV</i>	<i>N.</i>	<i>Diagonale</i>	<i>Value HV</i>	<i>N.</i>	<i>Diagonale</i>	<i>Value HV</i>
1	237	264	1	245	247	1	247	243
2	235	269	2	274	198	2	244	249
3	235	269	3	235	269	3	244	249
4	300	165	4	240	258	4	250	237
5	257	225	5	241	255	5	247	243
6	249	239	6	238	262	6	243	251
7	310	154	7	241	255	7	241	255
8	247	243	8	243	251	8	244	249
9	244	249	9	243	251	9	243	251
10	241	255	10	242	253	10	243	251
11	235	269	11	244	249	11	247	243
12	250	237	12	253	232	12	240	258
13	240	258	13	246	245	13	251	235
14	240	258	14	242	253	14	248	241
15	239,5	259	15	237	264	15	239	260
16	243	251	16	235	269	16	256	226
17	243	251	17	237	264	17	249	239
18	242	253	18	242	253	18	251	235
19	237	264	19	231	278	19	251	235
20	239	260				20	246	245
21	240	258						
22	244	249						
23	238	262						
24	233	273						
25	239	260						

**Tabella 10.** Valori di microdurezza Vickers sul piano XY del campione 316L.

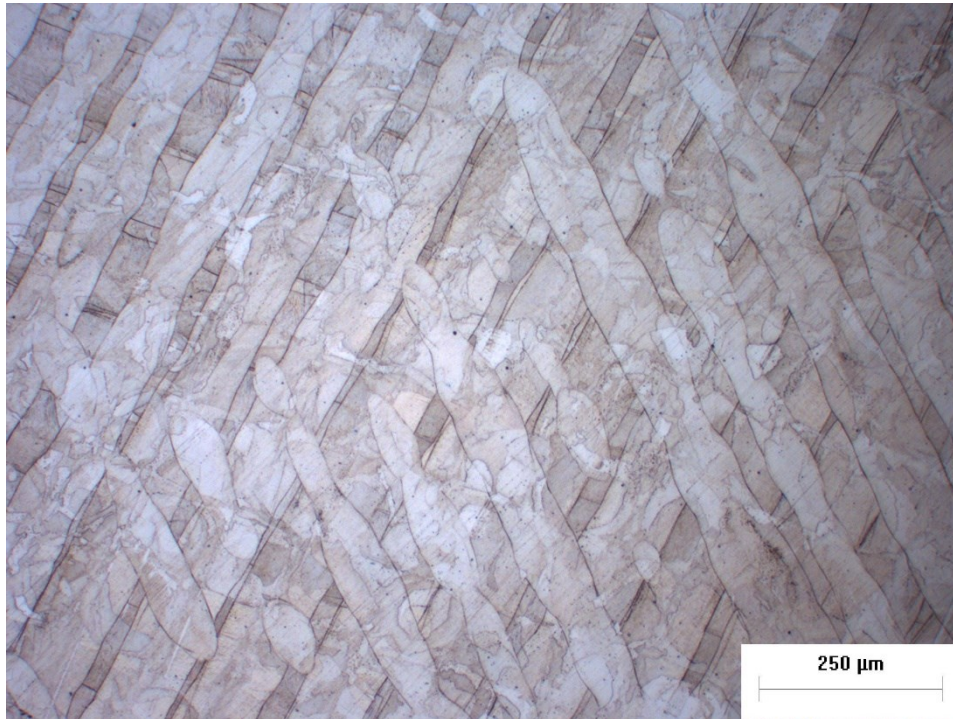
<i>N.</i>	<i>Diagonale</i>	<i>Value HV</i>	<i>N.</i>	<i>Diagonale</i>	<i>Value HV</i>	<i>N.</i>	<i>Diagonale</i>	<i>Value HV</i>
1	174	490	1	246	245	1	241	255
2	247	243	2	244	249	2	243	251
3	244	249	3	240	258	3	242	253
4	240	258	4	246	245	4	244	249
5	243	251	5	244	249	5	247	243
6	243	251	6	246	245	6	242	253
7	240	258	7	249	239	7	250	237
8	242	253	8	242	253	8	245	247
9	245	247	9	246	245	9	245	247
10	237	264	10	247	243	10	247	243
11	246	245	11	242	253	11	246	245
12	241	255	12	242	253	12	245	247
13	239	260	13	249	239	13	247	243
14	242	253	14	247	243	14	241	255
15	244	249	15	242	253	15	239	260
16	245	247	16	244	249	16	246	245
17	238	262	17	243	251	17	242	253
18	241	255	18	268	207	18	246	245
19	246	245	19	238	262	19	243	251
20	241	255	20	247	243	20	237	264

Il campione ha in media sul piano YZ una durezza pari a 248,4 HV e sul piano XY pari a 253,4 HV.



#### 4.2.2 Micrografie al MO

La microstruttura del campione in 316L vista al microscopio ottico sul piano XY è caratterizzata da una struttura eterogenea (**Figura 55** e **Figura 56**).



**Figura 55.** Immagine al Mo sul piano XY con ingrandimento 10x0,8.



**Figura 56.** Immagine al MO sul piano XY con ingrandimento 20x0,8.



Invece, dalle micrografie sul piano YZ sono ben visibili le pozze di fusione (**Figura 57** e **Figura 58**).



**Figura 57.** Immagine al MO sul piano YZ con ingrandimento 10x0,8.



**Figura 58.** Immagine al MO sul piano YZ con ingrandimento 10x0,8.

## 5. Conclusioni

La presente tesi si focalizza sullo studio di provini in acciaio C67, si tratta di tre diversi provini fabbricati in diverse posizioni della stessa piastra di fabbricazione.

Dai risultati si evince un'elevata porosità nei campioni che va ad influenzare la resistenza meccanica ma anche le proprietà fisico-chimiche come la densità; un range di durezza che oscilla tra i 350 HV e i 400 HV con il raggiungimento di picchi in prossimità dei supporti; ed una microstruttura caratterizzata da dendriti e da martensite.

Inoltre, all'interno della tesi vengono riportati risultati ottenuti, in un'analisi esterna su un campione in 316L, anch'esso realizzato tramite L-PBF, da prove di microdurezza Vickers e micrografie della microstruttura.

Da questa analisi si desumono valori di durezza che variano in un range tra i 240 HV e i 260 HV e una microstruttura caratterizzata da grani equiasiali e una struttura eterogenea con pozze di fusione evidenti.

In un resoconto finale di tutti i risultati si può dedurre che i campioni in C67 possiedono una durezza Vickers molto maggiore rispetto al campione in 316L, nonostante quest'ultimo sia sottoposto ad un carico pari a 500 gf; quindi, superiore al carico a cui sono sottoposti i campioni in C67, pari a 300 gf. In merito alla microstruttura, nei campioni in C67 sono presenti grani allungati e pozze di fusione poco visibili mentre nell'acciaio in 316L si osservano pozze di fusione ben delineate.

## 6. Riferimenti bibliografici

- [1] 3Dnatives: quali sono le tecnologie di stampa 3D
- [2] PROCESSI DI PRODUZIONI POLVERI PER ADDITIVE MANUFACTURING: RICERCA E SVILUPPO S. Galvagno, C. Borriello, S. Portofino, G. Pandolfi, P. Iovane (ENEA) dicembre 2019 Report Ricerca di Sistema Elettrico Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico – ENEA
- [3] PRIMAADDITIVE: Vantaggi dell'additive manufacturing del metallo
- [4] Alfatest strumentazione scientifica: caratterizzazione della dimensione e della forma delle particelle delle polveri metalliche nell'additive manufacturing, limitazioni commerciali.
- [5] 3Dnatives: Laser Powder Bed Fusion (LPBF): tutto quello che c'è da sapere, pubblicato il 5 settembre 2021 da Nunzia A.
- [6] Tesi di Laurea Magistrale Aspetti metodologici per la qualifica del processo di fusione laser selettiva a letto di polvere per componenti metallici Relatori Prof. L. Iuliano, Ing. F. Calignano, Ing. M. Galati, Candidato Federico Giuffrida.
- [7] King WE, Anderson AT, Ferencz RM, Hodge NE, Kamath C, Khairallah SA, Rubenchik AM. Laser powder bed fusion additive manufacturing of metals; physics, computational, and materials challenges. Appl Phys Rev. 2015; 2:041304
- [8] Alfatest strumentazione scientifica: Soluzioni per la caratterizzazione di polveri metalliche
- [9] Khairallah, Saad A., et al. "Laser powder-bed fusion additive manufacturing: Physics of complex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter, and denudation zones." Acta Materialia 108 (2016): 36-45.
- [10] Article Tailoring of the Microstructure of Laser Powder Bed Fused Inconel 718 Using Solution Annealing and Aging Treatments Emilio Bassini \*, Giulio Marchese and Alberta Aversa
- [11] TESI DI LAUREA IN: METODI AVANZATI PER LA STAMPA 3D ED IL REVERSE ENGINEERING Strutture Reticolari realizzate via Additive Manufacturing per il Lightweighting Relatore: Prof. Ing. Fulvio LAVECCHIA Correlatori: Chiar.mo Prof. Ing. Luigi Maria Galantucci Prof.ssa Ing. Sabina Luisa Campanelli Laureando: Dott. Giorgio Giustizieri
- [12] L.J. Gibson, M.F. Ashby, Cellular Solids: Structure and Properties, Cambridge University Press, 1999.

- [13] Gianpaolo Savio, Stefano Rosso, Roberto Meneghello, Gianmaria Concheri, "Geometric Modeling of Cellular Materials for Additive Manufacturing in Biomedical Field: A Review", *Applied Bionics and Biomechanics*, vol. 2018
- [14] Y.Tang, A. Kurtz, and Y.F. Zhao, "Bidirectional evolutionary structural optimization (BESO) based design method for lattice structure to be fabricated by additive manufacturing," *Computer-Aided Design*, vol. 69, pp. 91–101, 2015.
- [15] Tamburrino, F., Graziosi, S., & Bordegoni, M. (2018). The design process of additively manufactured mesoscale lattice structures: A review. *Journal of Computing and Information Science in Engineering*, 18(4).
- [16] Archak Goel, Sam Anand "Design of Functionally Graded Lattice Structures using B-splines for Additive Manufacturing"; Center for Global Design and Manufacturing Department of Mechanical & Materials Engineering, University of Cincinnati, Cincinnati, OH 45221, USA.
- [17] Effect of density grading on the mechanical behaviour of advanced functionally graded lattice structures Fabio. Di stefano, Gabriella Epasto \* Department of Engineering, University of Messina, Contrada di Dio, Vill. Sant'Agata, 98166, Messina, Italy.
- [18] Porous scaffolds for bone regeneration Naghmeh Abbasi a,b,\*\*, Stephen Hamlet a,b, Robert M. Love a, Nam-Trung Nguyen c,\* a School of Dentistry and Oral Health, Griffith University, Gold Coast Campus, Southport, Queensland, 4215, Australia b Menzies Health Institute Queensland, Griffith University, Gold Coast Campus, Southport, Queensland, 4215, Australia c Queensland Micro- and Nanotechnology Centre, Griffith University, Nathan Campus, 170 Kessels Road, Queensland, 4111, Brisbane, Australia.
- [19] Mechanical and morphological characterization of BCC - derived unit cells for biomedical devices Fabio Distefanoa \*, Eugenio Guglielminoa, Rosalia Mineob, c, Gabriella Epastoa a Department of Engineering, University of Messina, Contrada di Dio, Vill. Sant'Agata, 98166 Messina, Italy. bMt Ortho srl, via fossa lupo sn, Aci Sant'Antonio, 95025 Catania, Italy. c Department of Civil Engineering and Architecture, University of Catania, Via S. Sofia 64, 95125 Catania.
- [20] Mechanical behaviour of a novel biomimetic lattice structure for bone scaffold Fabio Distefano a a, Rosalia Mineo b, Gabriella Epasto a, \* Department of Engineering, University of Messina, Contrada di Dio, Vill. Sant'Agata, 98166, Messina, Italy b Mt Ortho srl, via fossa lupo sn, Aci Sant'Antonio, 95025, Catania, Italy.

[21] “Process parameter selection and optimization of laser powder bed fusion for 316L stainless steel: A review” N. Ahmed, I. Barsoum, G. Haidemenopoulos d, R.K. Abu Al-Rub.

[22] Microstructure and mechanical properties of the austenitic stainless steel 316L fabricated by gas metal arc additive manufacturing panel Xiaohui Chen, Jia Li, Xu Cheng, Bei He, Huaming Wang, Zheng Huang National Engineering Laboratory of Additive Manufacturing for Large Metallic Components and Engineering Research Center, Ministry of Education on Laser Direct Manufacturing for Large Metallic Components, School of Materials Science and Engineering, Beihang University, 37 Xueyuan Road, Beijing, China Received 9 January 2017, Revised 24 April 2017, Accepted 6 May 2017, Available online 8 May 2017, Version of Record 1 September 2017.

[23]” 316L stainless steel mechanical and tribological behavior—A comparison between selective laser melting, hot pressing and conventional casting F. Bartolomeu, M. Buciumeanu, E. Pinto, N. Alves, O. Carvalho, F.S. Silva, G. Miranda Centre for Micro-Electro Mechanical Systems (CMEMS-UMinho), University of Minho, Campus de Azurém, 4800-058 Guimarães, Portugal Cross-Border Faculty of Humanities, Economics and Engineering, “Dunărea de Jos” University of Galați, Domnească 47, 800008 Galati, Romania Centre for Rapid and Sustainable Product Development—Polytechnic Institute of Leiria, Rua General Norton de Matos, Apartado 4133, 2411-901 Leiria, Portugal Received 25 July 2016, Revised 17 May 2017, Accepted 21 May 2017, Available online 23 May 2017, Version of Record 29 May 2017.

[24] “Microstructure and Corrosion Resistance of Laser Additively Manufactured 316L Stainless Steel” JASON R. TRELEWICZ ,1,3 GARY P. HALADA,1 OLIVIA K. DONALDSON,1 and GUHA MANOGHARAN2 1. —Department of Materials Science and Engineering, Stony Brook University, Stony Brook, NY, USA. 2.—Department of Mechanical and Industrial Engineering, Youngstown State University, Youngstown, OH, USA 3.

[25] “Microstructural investigation of Selective Laser Melting 316L stainless steel parts exposed to laser re-melting” E. Yasaa\* and J-P. Krutha aCatholic University of Leuven, Dept. of Mech. Eng., Celestijnenlaan 300B, Box: 2420, Heverlee 3001 Belgium.

[26] Cherry, J., Davies, H., Mehmood, S., Lavery, N., Brown, S. & Sienz, J. (2014). Investigation into the effect of process parameters on microstructural and physical properties of 316L stainless steel parts by selective laser melting. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology.

[27] “Heat treatment effect on the microstructure and corrosion behavior of 316L stainless steel fabricated by selective laser melting for proton exchange membrane fuel cells” Decheng Kong a,

Xiaoqing Ni b, Chaofang Dong a,\*, Liang Zhang b, Cheng Man a, Jizheng Yao a, Kui Xiao a, Xiaogang Li a a Corrosion and Protection Center, Key Laboratory for Corrosion and Protection (MOE), University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China b Shanghai Engineering Research Center of 3D Printing Materials, Shanghai Research Institute of Materials, Shanghai 200437, China.

[28] Magnetic Barkhausen emission in lightly deformed AISI 1070 steel J. Capo' Sa'ncheza, n, M.F. de Camposb, L.R. Padovese.

[29] High-pressure phase transformations and lattice distortions in industrial AISI 1070 steel: Insights from Debye-Scherrer ring integration Mohammad Masoumi Miloslav B' ere' s c a, Saeed Rahmati, Hamilton FG. de Abreu.

[30] Mechanical properties and microstructures data of AISI 1070 steel quenched in epoxidize d transesterifie d cottonsee d oil R.M. Dodo a, \*, T. Ause a, E.T. Dauda a, U. Shehu a, J.O. Gaminana a, A.P.I. Popoola b, E. Mudiare.