

UNIVERSITA' POLITECNICA DELLE MARCHE FACOLTA' DI INGEGNERIA

Corso di Laurea Triennale in Ingegneria Meccanica

Caratterizzazione di strutture auxetiche in acciaio realizzate tramite additive manufacturing

Characterization of auxetic steel structures fabricated by additive manufacturing

Relatore: **Prof. Eleonora Santecchia** Tesi di Laurea di: Alessandro Farotti

Correlatore: **Prof. Maria Laura Gatto**

A.A. 2023 / 2024

Indice

Introduzione	3
Capitolo 1: La fabbricazione additiva	5
1. 2 Storia della fabbricazione additiva	5
1. 3 Vantaggi e svantaggi della fabbricazione additiva	6
1. 4 Fusione laser a letto di polvere (Laser Powder Bed Fusion)	7
1. 4. 2 Parametri del processo LPBF	9
1. 4. 3 Microstruttura	
1. 4. 4 Difetti	13
Capitolo 2: L'acciaio inossidabile 316L	16
2. 1 Definizione di acciaio	
2. 2 Acciaio inossidabile	
2. 3 AISI 316L	
2. 3. 1 Microstruttura AISI 316L in LPBF	
2. 3. 2 Proprietà meccaniche AISI 316L in LPBF	
2.3.3 Prove quasi-statiche e prove dinamiche	
Capitolo 3: I metamateriali	
3. 1 Definizione di metamateriale	
3. 2 Storia dei metamateriali	
3. 3 Metamateriali meccanici	
3. 3. 1 Classificazione dei metamateriali meccanici	
3. 4 Metamateriali auxetici	
3. 4. 1 Meccanismo di deformazione	
3. 4. 2 Caratteristiche e impieghi	
3. 4. 3 Classificazione delle strutture auxetiche	
3. 4. 4 Struttura re-entrant honeycomb	

3. 4. 5 Struttura anti-tetra-chirale	
Capitolo 4: Procedure sperimentali	39
4. 1 Preparazione campioni	
4. 2 Lucidatura	
4. 3 Attacchi chimici	
4. 4 Microscopio Ottico (MO)	47
4. 5 Prove di microdurezza	
Capitolo 5: Risultati sperimentali	52
5. 1 Porosità	52
5. 2 Microstruttura	56
5. 3 Risultati delle prove di microdurezza	60
Conclusioni	67
Bibliografia	69
Dingraziamonti	73

Introduzione

L'additive manufacturing (AM) è una tecnica di produzione che si è sviluppata così tanto negli ultimi anni da rappresentare una valida alternativa alle tecniche di produzione tradizionali. Rispetto ai processi di produzione sottrattiva, l'AM consente di realizzare oggetti con geometrie molto complesse e con pareti sottili, riducendo il numero di utensili utilizzati, il numero di risorse umane, i tempi di produzione e gli scarti; in questo modo si riesce a fabbricare componenti con costi ridotti. Per quanto riguarda la produzione di componenti metallici tramite l'AM, una delle tecniche maggiormente utilizzate risulta essere la fusione laser a letto di polvere (LPBF). Tale tecnica ha trovato impiego in moltissimi settori, come quello aerospaziale, biomedico e automobilistico.

L'obiettivo di questo elaborato è di effettuare una caratterizzazione microstrutturale completa di componenti metallici a struttura auxetica realizzati in AM. In particolare, i campioni studiati sono stati fabbricati in AISI 316L tramite LPBF, caratterizzati da una struttura anti-tetra-chirale. Durante il corso delle fasi sperimentali si sono studiate le porosità presenti e calcolate la densità di tali campioni. In aggiunta, è stata analizzata la microstruttura dei campioni 316L, calcolata la durezza attraverso un microdurometro e, infine, confrontati tra di loro campioni as-built con campioni che hanno subito prove di compressione sia quasi-statica, mediante una pressa idraulica, che dinamica, mediante una split-Hopkinson pressure bar. Per effettuare le varie osservazione al fine della caratterizzazione microstrutturale è stato impiegato un Microscopio Ottico.

Nel primo capitolo dell'elaborato si fornisce una panoramica generale circa l'additive manufacturing. Successivamente, si espone una discussione riguardante il metodo Laser Powder Bed Fusion, trattando i materiali utilizzati e i corrispettivi impieghi, i parametri di processo, la microstruttura ottenibile e i difetti riscontrabili.

Nel secondo capitolo si presenta l'acciaio inossidabile austenitico 316L, utilizzato per la realizzazione dei campioni (tramite LPBF) che sono stati studiati in laboratorio. Si espone una trattazione circa le caratteristiche microstrutturali di questo materiale e le sue proprietà

meccaniche. Infine, si analizzano le differenze tra le prove di compressione quasi-statiche e dinamiche a cui sono stati sottoposti i campioni studiati.

Nel terzo capitolo si fornisce un quadro generale riguardante i metamateriali concentrandosi maggiormente sui metamateriali meccanici. Successivamente, si analizzano nel dettaglio i metamateriali a struttura auxetica, soffermandosi sulle caratteristiche di quelli a struttura reentrant-honeycomb e di quelli a struttura anti-tetra-chirale, ovvero la struttura che possiedono i campioni studiati di AISI 316L.

Nel quarto capitolo dell'elaborato si illustrano le procedure sperimentali svolte in laboratorio necessarie per effettuare una caratterizzazione completa dei campioni di AISI 316L. In particolare, si sono descritte la preparazione metallografica effettuata, le osservazioni al Microscopio Ottico e le prove di microdurezza.

Per concludere, il quinto capitolo si concentra sul presentare e discutere i risultati ottenuti a seguito delle procedure sperimentali effettuate sui campioni 316L a struttura anti-tetrachirale realizzati in LPBF. In particolare, si argomentano le informazioni raccolte dall'analisi dei vuoti, dall'osservazione della microstruttura e dalle prove di microdurezza.

Capitolo 1: La fabbricazione additiva

L'obbiettivo di questo capitolo è quello di fornire un quadro generale riguardo la fabbricazione additiva (additive manufacturing), per poi concentrarsi maggiormente sul metodo di fabbricazione additiva "fusione laser a letto di polvere" (Laser Powder Bed Fusion).

1. 1 Definizione della fabbricazione additiva (Additive Manufacturing)

Per fabbricazione additiva (AM) si intende un processo produttivo nato per creare oggetti tridimensionali aggiungendo materiale strato su strato fino al raggiungimento della forma desiderata, mediante stampa 3D [4]. Tale processo si discosta radicalmente dai più tradizionali processi di produzione sottrattiva, in cui si parte da un blocco di materiale e si opera rimuovendo gradualmente parte di esso per ottenete la forma prefissata. I sistemi di fabbricazione additiva, o più comunemente chiamati stampa 3D, stanno prendendo sempre più piede nel mondo della produzione, tanto da poter ormai affermare che hanno letteralmente rivoluzionato l'industria manifatturiera.

1. 2 Storia della fabbricazione additiva

Sebbene oggigiorno si pensi che la stampa 3D sia un'invenzione relativamente recente e innovativa, in realtà, questa tecnologia ha origini che risalgono già agli anni '70 del secolo scorso. Le primissime idee riguardanti tale tecnologia apparvero ancora prima, nel lontano 1945, frutto dell'immaginazione di uno scrittore di fantascienza, Murray Leinster, il quale descrisse all'interno della sua opera "Things Pass By" un processo di creazione di oggetti estrudendo la plastica dal vuoto per mezzo di un braccio meccanico che seguiva disegni scansionati tramite fotocellule [1]. Questa sua intuizione non si discostò così tanto dalla realtà, infatti, nel 1971, Johannes F. Gottwald brevettò il "Liquid Metal Recorder", uno strumento in grado di fondere metallo. Esso distribuiva in maniera ordinata, seguendo un disegno prestabilito, le particelle di metallo che, una volta asciugato, formava un oggetto metallico. Esso rappresenta il primo dispositivo per la prototipazione rapida [1,2]. Nonostante ciò, bisognerà aspettare gli anni '80 affinché vengano gettate le basi fondanti

della manifattura additiva, grazie alla registrazione di brevetti della stereofotografia, della sinterizzazione laser e della moderazione a deposizione fusa. L'innovazione più rivoluzionaria che nacque in quegli anni fu quella di creare modelli 3D attraverso dati digitali, idea nata per accorciare i tempi di produzione. Questo permise l'arrivo della prima stampante 3D in grado di trasmettere dati da un file all'estrusore, il quale realizza oggetti stratificando il materiale [1]. Nel corso degli anni numerosissime furono le idee nate per migliorare questa tecnologia, sia per quanto riguarda il processo di base che, di conseguenza, per i materiali utilizzati. Una data fondamentale fu il 1995, anno in cui il Fraunhofer Institute di Aachen, in Germania, ideò un sistema di fabbricazione additiva che utilizzava il metallo in polvere [1]. Siamo arrivati così di fronte alla "fusione laser a letto di polvere" (LPBF). I diversi nomi successivamente utilizzati per descrivere tale processo sono semplicemente dovuti a cause storiche. Infatti, nel corso degli anni ogni fornitore di macchine per stampa 3D ha creato il proprio nome per lo stesso processo e lo ha mantenuto fino ad oggi. Termini come sinterizzazione laser diretta dei metalli (DMLS), fusione laser diretta dei metalli (DMLM), fusione laser selettiva (SLM), sono semplicemente nomi di marchi che fanno riferimento alla tecnologia standardizzata citata precedentemente, LPBF [3]. Una delle prime applicazioni che ha ricoperto la stampa 3D a livello industriale fu quella riguardante la realizzazione rapida di prototipi al fine di verificare con velocità le prestazioni dei vari modelli da testare e così migliorare la fase di progetto. Oggi tale tecnologia è arrivata ad assumere un ruolo fondamentale all'interno di imprese rivestendo un ruolo fondamentale anche per quanto riguarda la produzione di parti finali funzionanti, importanza che è destinata a crescere sempre di più nel tempo.

1. 3 Vantaggi e svantaggi della fabbricazione additiva

L'AM sta avendo un impatto notevole su vari settori industriali perché in moltissimi casi la fabbricazione additiva si sta rivelando più utile rispetto ai metodi di produzione tradizione (sottrattiva).

Elenchiamo qui di seguito i principali vantaggi dell'Additive Manufacturing [7]:

- Consente la fabbricazione di parti estremamente complesse e con pareti sottili a costi contenuti.
- Non presenta la necessità di utilizzare strumenti costosi come punzoni o matrici.

- Realizzazioni di parti complesse in un'unica fase eliminando così passaggi convenzionali come il cambio utensile.
- Riduce il numero di pezzi perché non è più necessario alcun assemblaggio.
- Riduzione al minimo degli scarti di produzione.
- La materia prima utilizzata è flessibile ed economicamente vantaggiosa, perché quella inutilizzata durante il processo può essere successivamente riutilizzata.
- Necessità di minori risorse umane per l'elevata automazione.

Purtroppo, sono presenti anche alcuni problemi legati a questo tipo di tecnologia di fabbricazione. Elenchiamo qui di seguito i principali svantaggi [10]:

- Finitura superficiale scarsa.
- Numero limitato di materiali utilizzabili e a costi elevati.
- Attrezzature costose.
- Volume di produzione abbastanza limitato.

1. 4 Fusione laser a letto di polvere (Laser Powder Bed Fusion)

Oggigiorno esistono diverse tecnologie di produzione additiva e sono state classificate dall'Organizzazione internazionale per la standardizzazione (ISO/ASTM 52900) [5]:

- Fotopolimerizzazione in vasca.
- Estrusione di materiale.
- Laminazione a foglio.
- Fusione a letto di polvere.
- Getto di legante.
- Getto di materiale.
- Deposizione di energia diretta.

Tra le tecniche di produzione additiva sopra citate, la fusione a letto di polvere resta quella maggiormente utilizzata per la realizzazione di parti e il metodo più comunemente utilizzato è il Laser Power Bed Fusion (LPBF). Già il nome stesso ci suggerisce che, come fonte di energia viene utilizzato un laser ad alta potenza (da 100W a 1,5 kW), il quale è usato per fondere strato per strato polveri metalliche stese in un letto sottile. In particolare, il layout di una macchina LPBF comprende solitamente una sorgente laser, un sistema di controllo informatico, un sistema automatico che eroga la polvere metallica, una piastra di costruzione

e parti complementari come rulli o raschiatori, sistema di protezione a gas inerte, ecc. [6]. La messa a fuoco e il movimento del fascio laser sono gestiti da un sistema di deviazione del fascio formato da specchi di Galvano e lenti di focalizzazione a campo piano [7].



Figura 1. 1. Schema di una macchina LPBF [8].

Possiamo suddividere il processo di produzione di un oggetto tramite LPBF in sei diverse fasi:

- Progettazione di un modello 3D della parte da produrre tramite un software CAD e successiva suddivisione nel numero di strati richiesto con definizione dello spessore di strato.
- Introduzione della camera di costruzione in un'atmosfera protettiva, principalmente di azoto e argon, in modo da ridurre al minimo il rischio di ossidazione superficiale.
- Posizionamento e livellamento di un substrato sulla piastra di costruzione; questo rappresenta il livello base sul quale verranno depositati i successivi strati.
- Fusione selettiva del letto di polvere da parte del raggio laser, in base al modello del software CAD.
- Abbassamento della piastra di costruzione mobile e ripetizione della fase di stesura dello strato di polvere e della fase di fusione selettiva numerose volte fino al completamento della parte 3D.

Il metodo di produzione additiva LPBF si basa sulla fusione selettiva della polvere metallica. Il termine "fusione" indica che il materiale utilizzato fonde completamente durante il processo, a differenza dei metodi basati sulla sinterizzazione, in cui, per definizione, non si raggiunge mai il punto di fusione. Il termine "selettiva", invece, sta a specificare che solo determinate parti del letto di polvere interagiscono con il raggio laser. Sebbene l'LPBF sia, tra i vari metodi di AM che realizzano oggetti in metallo, quello con il processo più lento, resta tra i più utilizzati. Infatti, come verificato da Debroy et al. [9] a seguito di esperimenti su diversi materiali in tutti i vari processi, risulta il metodo più versatile.

Questa tecnologia ha riscontrato parecchio successo nel mondo della fabbricazione e ad oggi viene impiegata per numerose applicazioni industriali in campi come quello aerospaziale, biomedicale e automobilistico.

1.4.1 Materiali e impieghi

L'LPBF utilizza, come già osservato nella precedente sezione, polveri di metallo. Trai i materiali più utilizzati dobbiamo sicuramente citare l'acciaio e il ferro. Dopo di essi troviamo l'alluminio e le sue leghe, utilizzati per realizzare strutture di ogni tipo, soprattutto per quanto riguarda automobili, il settore dell'aviazione e quello delle armi. Questo è dovuto soprattutto alle loro eccellenti proprietà come l'elevata resistenza, la bassa densità e la buona resistenza alla corrosione. Un altro materiale estremamente utilizzato sono le leghe di titanio. Esse presentano come principali caratteristiche: basso modulo di Young, elevata resistenza, bassa densità, elevata resistenza all'usura e alla corrosione e resistenza alle alte temperature. Date le proprietà sopra citate, si rivelano essere un'ottima scelta in settori biomedici, aerospaziali e automobilistici. Infine, non possiamo non citare il magnesio. Le leghe a base di magnesio sono preferite ad altri materiali in applicazioni dove un peso contenuto gioca un ruolo molto importante. Infatti, il magnesio presenta una leggerezza maggiore di titanio e alluminio. Questo lo rende un'ottima scelta nel settore automobilistico e nell'aviazione [7]. Metalli preziosi come oro argento e platino sono anch'essi utilizzati a volte, ma il loro impiego è ristretto quasi esclusivamente al settore della gioielleria.

1. 4. 2 Parametri del processo LPBF

L'LPBF è un metodo di fabbricazione additiva molto complesso perché numerosi sono i parametri che entrano in gioco durante tale processo. Essi influenzano enormemente la qualità del pezzo prodotto. È necessaria, quindi, una giusta combinazioni di tali parametri al fine di ottenere oggetti completamente densi e con le adeguate proprietà meccaniche, anche se non sempre ogni parametro risulta essere facilmente controllabile. Nei sistemi LPBF di oggi esistono oltre cento parametri di processo, i quali possono essere classificati in cinque categorie, come riportato in Figura 1. 2.



Figura 1. 2. Classificazione dei parametri di processo in LPBF [11].

I parametri di processo principali sono i seguenti:

- *Potenza laser (P):* indica la quantità di energia assorbita dal letto di polvere e determina, quindi, il gradiente di temperatura sul materiale; influenzando direttamente la fusione, da essa dipenderà la densità, la qualità superficiale e le proprietà meccaniche del materiale. Tipicamente i valori vanno da 100 W a 1,5 kW.
- Velocità di scansione (v): indica la velocità con la quale si muove il raggio laser sul letto di polvere, determinando la velocità del processo stesso; influenza la microstruttura della parte e la qualità superficiale e le proprietà meccaniche. Tipicamente i valori vanno da 220 mm/s a 3000 mm/s.
- Spaziatura di scansione (h): è anche chiamata distanza di tratteggio e indica la distanza tra le linee di scansione consecutive; per ottenere un forte legame tra le tracce di scansione adiacenti e, quindi, una solidificazione densa, bisogna avere una certa sovrapposizione tra le linee di scansione, ovvero una scelta bassa di tale parametro. Al contrario, una spaziatura di scansione eccessivamente piccola corrisponde a tempi di produzione troppo lunghi e alla creazione di difetti superficiali, risulta, quindi, necessario un compromesso. Tipicamente la spaziatura

di scansione è selezionata in modo da essere compresa tra la metà e l'intera larghezza del punto laser.



 Strategia di scansione: indica il percorso eseguito dal raggio laser sul letto di polvere. Al fine di ottenere pezzi densi e con la minor quantità di difetti possibile sono state sperimentati nel corso degli anni diverse strategie di scansione. In Figura 1.4 troviamo alcuni esempi.



Figura 1. 4. Esempi di diverse strategie di scansione [7].

 Spessore dello strato (d): indica l'altezza di ogni singolo strato realizzato ed è legato al movimento verso il basso che compie la piastra di costruzione; influenza la finitura superficiale e le proprietà meccaniche del pezzo. Uno spessore di strato basso permette al laser di penetrare efficacemente nel letto di povere, garantendo la fusione completa, senza il rischio di ottenere vuoti grandi che influenzerebbero in maniera negativa la densità e la qualità superficiale del pezzo. Bisogna cercare di trovare un compromesso tra quella che sarà la velocità di costruzione e la qualità finale del componente. Tipicamente questo parametro varia tra 20 μm e 80 μm [11].

I parametri di processo sopra elencati dipendono fortemente tra loro e per ottenere componenti di alta qualità è opportuno scegliere una giusta combinazione di essi. Definendo con P la potenza del laser (W), con v la velocità di scansione (mm/s), con h la spaziatura di scansione (mm) e con d lo spessore dello strato (mm), è possibile definire la densità di energia volumetrica (*VED*) con la seguente equazione:

$$VED = \frac{P}{v h d}$$

La *VED* risulta essere dipendente dai parametri di processo; quindi, una diversa combinazione di essi influenza fortemente questa misura. La densità di energia volumetrica è un valore fondamentale per legare i vari parametri di processo con la densità, le proprietà meccaniche e le proprietà geometriche del pezzo.

1.4.3 Microstruttura

La microstruttura dei pezzi realizzati tramite tecnologia LPBF è fortemente legata ai cicli termici subiti dal materiale di costruzione. Essa dipende principalmente dai seguenti parametri:

- Gradiente di temperatura (G).
- Tasso di solidificazione (R).
- Velocita di raffreddamento.
- Sotto-raffreddamento.
- Parametri di processi (P, v, h, d).

È stato osservato che aumentando il rapporto G/R si combatte la formazione di strutture dendritiche per favorire la formazione di microstrutture a grani fini e cellulari. Inoltre, una maggiore velocità di raffreddamento favorisce un maggiore sotto-raffreddamento, che porta alla formazione di grani più fini [7]. Infine, si è visto che anche il tipo di laser e la modalità con cui viene utilizzato influisce sulla microstruttura finale del pezzo. In generale, durante

l'LPBF, rispetto ad altri metodi di fabbricazione additiva, si ha la formazione di un pool di fusione di dimensioni ridotte e questo porta alla formazione di grani più raffinati.



Figura 1. 5. Effetto del gradiente di temperatura G e del tasso di solidificazione R sulla microstruttura [12].

1.4.4 Difetti

Il processo LPBF, come tutti i metodi di fabbricazione additiva, presenta numerosi vantaggi, ma non è sicuramente privo di difetti. Come detto in precedenza, la riuscita di costruzione di componenti di alta qualità con buone prestazioni meccaniche è dovuto ad un'accurata scelta dei diversi parametri di processo. Un'errata combinazione di tali parametri può portare alla formazione di numerosi difetti. Tra i più comuni troviamo:

 Balling: è forse il più grave difetto superficiale dei processi LPBF e consiste nell'accumulo di particelle fuse in fase liquida che, a causa della tensione superficiale e delle forze capillari, si restringono in sfere per minimizzare l'energia superficiale. Questo difetto dipende dalla velocità di scansione, dalla viscosità e dalla densità dei materiali utilizzati; inoltre, porta a una maggiore rugosità superficiale, una densità ridotta e, in casi estremi, ad un'ostruzione al processo di deposizione.



Figura 1. 6. Illustrazione schematica effetto Balling [13].

- *Porosità*: i pori che si sviluppano a seguito di un processo LPBF possono essere di tre tipi:
 - Pori di fusione: si formano quando la densità di energia laser è insufficiente e si ottiene una scarsa adesione tra i vari strati. Dipendono fortemente dai parametri di processo.
 - Pori di gas: si formano a causa di bolle di gas intrappolate all' interno della massa di polvere.



Figura 1. 7. Nel pannello (a) è riportato un poro di gas, il pannello (b) illustra un poro di fusione [14].

Ossidazione: è uno dei difetti inevitabili di questo processo; nonostante l'utilizzo di camere protettive a gas inerte è possibile che una piccola quantità di ossigeno indesiderato sia presente durante la fabbricazione. Possono formarsi substrati di ossido anche prima della fusione. Se questi sono dell'ordine del nanometro evaporano facilmente durante l'azione del laser, mentre se i film di ossido sono dell'ordine del micrometro non possono essere completamente vaporizzati. L'ossido che rimane intrappolato durante la formazione dei vari strati porta alla formazione di inclusioni di ossido, che favoriscono altri difetti metallurgici come il balling [14].



Figura 1. 8. Micrografie ottiche a diversi ingrandimenti che mostrano la presenza di ossidi [14].

Capitolo 2: L'acciaio inossidabile 316L

L'obbiettivo di questo capitolo è quello di fare un quadro generale sul componente di studio AISI 316L e di analizzare le caratteristiche meccaniche e fisiche di questo materiale prodotto tramite LPBF.

2.1 Definizione di acciaio

Per acciaio si intende una lega composta principalmente da due elementi: il ferro e il carbonio. La percentuale di carbonio presente nell'acciaio varia tra lo 0,002% e il 2,1%, rispetto al peso totale. Gli altri elementi che possiamo troviamo nell'acciaio sono il manganese, il fosforo, lo zolfo, il silicio, l'azoto, il rame, l'alluminio e l'ossigeno [15]. Cambiando la percentuale di questi elementi cambiano anche le caratteristiche principali dell'acciaio come la durezza, la resistenza alla corrosione, la resistenza alla trazione, la duttilità, ecc. Esistono varie tipologie di acciaio, ognuno con caratteristiche meccaniche e fisiche differente, che sono state classificate dall'American Iron & Steel Institute (AISI) in quattro categorie [16]:

- Acciaio al carbonio.
- Acciaio legato.
- Acciaio per utensili.
- Acciaio inox.

2. 2 Acciaio inossidabile

L'acciaio inossidabile è una lega ferro-carbonio alla quale si aggiunge un contenuto di cromo che deve essere almeno pari al 10,5% e può arrivare fino al 30%. La sua scoperta la si deve ad Harry Brearley il quale, mentre sperimentava acciai per canne di armi da fuoco, scoprì che un suo provino di acciaio che conteneva circa il 13% di cromo e circa lo 0,25% di carbonio non arrugginiva quando veniva esposto all'atmosfera [17]. L'acciaio inossidabile è ossidabile, benché il nome possa suggerire il contrario. La sua protezione è dovuta, in realtà, dalla sua capacità di creare un film di ossido superficiale di pochi micron, detto film passivo, che si forma a contatto con l'ossigeno presente nell'aria (CrO_2), il quale funge da protezione verso il materiale sottostante dagli agenti corrosivi esterni. Questa sua proprietà è data dalla presenza del cromo che passiva. In aggiunta questo film di ossido è in grando di rinnovarsi e ricostruirsi quando viene lacerato. Oltre a questa fondamentale caratteristica, essi presentano numerose proprietà secondarie, che rendono questo materiale estremamente utilizzato e versatile. Per aumentare la resistenza alla corrosione possono essere aggiunti altri leganti come ad esempio nichel, molibdeno, rame, titanio, ecc.; purché si continui a parlare di acciaio l'importante è che gli elementi leganti non superino il 50%.

Gli acciai inossidabili possono essere classificati in varie tipologie [18]:

- Acciaio inox austenitico.
- Acciaio inox martensitico.
- Acciaio inox duplex.
- Acciaio inox ferritico.

Acciai inox austenitici	Acciai inox martensitici	Acciai inox duplex	Acciai inox ferritici
applicazioni domestiche	coltelleria	applicazioni marine e navali	vasellame
finiture architettoniche	utensileria inossidabile	recipienti resistenti alla corrosione	elettrodomestici
impianti food and beverage	ingranaggi	tiranti	rivestimenti per edilizia
serbatoi per gas liquefatti	strumenti chirurgici		pannelleria
scambiatori di calore	alberi per pompe		sistemi di scarico nell'automotive
apparecchi di controllo dell'inquinamento e di estrazione di fumi	valvole		catene per nastri trasportatori
autoclavi	dischi freno		Scambiatori di calore

Tabella 2. 1. Esempi di principali impieghi dei diversi tipi di acciai inossidabili [17, 18].



Figura 2. 1. Diagramma Schaeffler [21].

2. 3 AISI 316L

Gli AISI 316L sono una sottoclasse degli AISI 316, i quali, insieme agli AISI 304, sono tra gli acciai inossidabili austenitici più utilizzati. Il loro nome deriva dal fatto che contenendo nickel e cromo in determinate percentuali riescono a conservare la struttura austenitica anche a temperatura ambiente. La composizione standard dell'acciaio inox austenitico comprende il 18% di Cr e 1'8% di Ni e un basso contenuto di C, al massimo pari allo 0,08%. Possono essere aggiunti anche altri elementi per migliorare determinate proprietà di questi acciai come, ad esempio, molibdeno, titanio e niobio. Data la presenza di molti componenti pregiati, questo tipo di acciai sono fra i più costosi. Le loro caratteristiche principali, come è evidenziato in [17] sono:

- Ottima resistenza alla corrosione.
- Facilità di ripulitura.
- Elevata lavorabilità, forgiabilità e saldabilità.
- Incrudibile se lavorato a freddo.
- Non si magnetizza in condizioni di totale ricottura.

Inoltre, dato che l'austenite risulta essere paramagnetica, essi possono essere facilmente riconosciuti utilizzando magneti permanenti calibrati. Come già detto, un particolare acciaio inox austenitico è rappresentato dal famosissimo AISI 316L. Quest'ultimo è composto principalmente da cromo, nichel e molibdeno, ed è caratterizzato da un bassissimo contenuto di carbonio (0,03%), indicato con la lettera L. La presenza di Mo è fondamentale perché migliora di gran lunga la sua resistenza alla corrosione e al pitting. Questo lo rende molto più performante verso gli alogenuri e l'acqua marina, rispetto ad altri acciai inox austenitici. Inoltre, il basso contenuto di C lo rende insensibile alla corrosione intercristallina [19].

Tabella 2. 2. Composizione chimica dell'AISI 316L [20]

C%(max)	Si%(max)	Mn%(max)	P%(max)	S%(max)	Cr%(max)	N%(max)	Ni%(max)	Mo%(max)
0,03	1,00	2,00	0,045	0,030	16,5-18,5	0,11	10,0-13,0	2,0-2,5

L'acciaio inox AISI 316L è un materiale estremamente studiato nel mondo dell'additive manufacturing e numerose ricerche sono state condotte sulla fabbricazione di campioni 316L mediante LPBF. Oggi si è riuscito a ottimizzare al meglio i vari parametri di processo per ridurre al minimo la presenza di porosità, che peggiora le proprietà meccaniche del pezzo, arrivando a fabbricare campioni 316L densi oltre il 99%.

2. 3. 1 Microstruttura AISI 316L in LPBF

Spesso i campioni AISI 316L realizzati mediante LPBF richiedono cicli di trattamento termico, successivi alla fabbricazione, per aumentare proprietà come la resistenza e la duttilità. Nello studiare la microstruttura di componenti in AISI 316L fabbricati mediante LPBF distinguiamo, quindi, i campioni as-built (AP), quelli che hanno subito un processo termico di ricottura (AHT) e quelli che hanno subito un processo termico di ricottura a seguito di una pressatura isostatica a caldo (HIP+AHT). Misurando la densità dei vari tipi di campioni, come riportato in [22], si ottengono i risultati di Figura 2. 2.



Figura 2. 2. Densità relative da micrografie ottiche [22].

Da questa analisi si evince che tutti i tre campioni 316L sono stati fabbricati raggiungendo una densità relativa maggiore del 99%. Tuttavia, quello che ha raggiunto il miglior risultato è il campione che ha subito una pressatura isostatica a caldo e una ricottura. Analizzando questi campioni al SEM si è visto come i campioni AP e quelli AHT (ricottura a 900°C per 2 ore) presentano grani con forma molto simile, ovvero colonnari e allungati, con la differenza maggiore che nel caso AHT sono diventati evidenti i precipitati (indicati sulla Figura 2. 4 dalle frecce rosse). Il campione HIP+AHT è quello che ha riscontrato maggiori cambiamenti microstrutturali rispetto a quello AP. Come si nota in Figura 2. 5, sono presenti grani a forma di poligono e anche qui sono ben presenti i precipitati, distribuiti ora in maniera più omogenea [22].



Figura 2. 3. (a) Immagini di microscopia elettronica a scansione del campione 316L stampato asbuilt a un ingrandimento inferiore, (b) a un ingrandimento più alto (BD indica la direzione di costruzione) [22].



Figura 2. 4. (a) Immagini di microscopia elettronica a scansione del campione 316L trattato termicamente a basso ingrandimento, (b) ad alto ingrandimento [22].



Figura 2. 5. (a) Le immagini di microscopia elettronica a scansione del campione 316L dopo la pressatura isostatica a caldo e il trattamento termico di ricottura a un ingrandimento inferiore, (b) ingrandimento più elevato [22].

2. 3. 2 Proprietà meccaniche AISI 316L in LPBF

Analizziamo la resistenza alla trazione e la duttilità dei tre campioni di AISI 316L fabbricati in LPBF descritti in precedenza, AP, AHT e HIP+AHT. Nella Figura 2. 6 sono presenti i vari grafici tensione-deformazione ricavati dalle prove di trazione sui tre tipi di campioni (BD indica il piano contenete la direzione di costruzione, TD è la direzione trasversale). Dai risultati ottenuti si evince che lungo il TD si ottengono resistenze alla trazione leggermente superiori rispetto al BD, di circa un 2-3%. I risultati migliori sono stati ottenuti con il campione HIP+AHT. Per quanto riguarda la duttilità, invece, nel caso del campione trattato termicamente AHT si riscontra un aumento del 45% rispetto al campione AP, che non ha



ricevuto trattamenti termici; nel caso del campione HIP+AHT essa aumenta del 130% rispetto a AP [22].

Figura 2. 6. (a) Le curve tensione-deformazione del campione as-built (AP), (b) il campione AHT,
(c) il campione HIP + AHT. Le curve stress-deformazione di ciascuna condizione sono confrontate in (d) lungo la BD e in (e) lungo la TD [22].

2.3.3 Prove quasi-statiche e prove dinamiche

Oltre alla prova di trazione, una prova utile che si può condurre su campioni in AISI 316L realizzati tramite LPBF per determinare le proprietà meccaniche, risulta essere la prova di compressione. In particolare, grazie a questo test si riesce a studiare la capacità di assorbimento di energia dei vari campioni utilizzati. Durante la prova il provino metallico viene posizionati tra due piastre piane e parallele, quella superiore e quella inferiore. La piastra inferiore generalmente è fissa avendo gradi di libertà vincolati in ogni direzione, mentre la piastra superiore è mobile ed esercita una forza con una determinata velocità in direzione opposta all'asse z, che prende il nome di asse di compressione [36]. La prova procede fino a quando il materiale non si rompe o non subisce una deformazione permanente. Durante il test si registrano i dati in tempo reale della forza applicata e della deformazione del materiale ottenendo il grafico tensione-deformazione della prova di compressione. A seconda della velocità di deformazione $\dot{\varepsilon}$ applicata esistono due tipi di prove di compressione: prova di compressione quasi statica (ideale) e la prova di compressione dinamica (reale). Durante la prima il carico viene applicato in maniere estremamente lenta e costante al provino raggiungendo velocità di deformazione addirittura dell'ordine di $10^{-3} s^{-1}$; durante la seconda, invece, il provino è sottoposto non più ad un carico lento e controllato, bensì ad un carico d'urto, quindi ad una elevata velocità di deformazione, cercando di simulare, così, sollecitazioni di compressione reali. Le prove quasi-statiche sono fondamentali per ottenere un quadro generale delle proprietà del campione analizzato, mentre le prove dinamiche sono altrettanto importanti perché grazie ad esse si riesce a capire se il materiale testato è adatto o meno ad applicazioni pratiche. Per quanto riguarda la prova di compressione dinamica, nel 1949 è stata sviluppata una particolare macchina di compressione da parte di Bertram Hopkinson, detta split-Hopkinson pressure bar (SHPB), pensata con il fine di determinare le proprietà dinamiche dei materiali.



Figura 2. 7. Rappresentazione schematica della SHPB [37].

Come si vede dalla Figura 2. 7 la SHPB è costituita da una pistola ad aria compressa, un percussore, una barra incidente e una barra trasmittente. Sulla barra trasmittente e incidente sono montati una coppia di estensimetri, in modo da essere diametralmente opposti, collegati ad un sistema di acquisizione dati tramite un amplificatore di segnale [37]. Quello che si verifica quando dei campioni metallici come quelli di AISI 316L vengono deformati a freddo è il cosiddetto effetto di incrudimento. Per spiegare brevemente questo fenomeno si inizia con il dire che qualsiasi campione metallico presenta a livello microstrutturale delle irregolarità del reticolo cristallino chiamate dislocazioni. Aumentando la tensione impressa sul campione e superato il punto di snervamento, esso inizia a deformarsi plasticamente. La presenza delle dislocazioni all'inizio favorisce lo scorrimento dei piani cristallini a seguito della tensione impressa, ma poi questo movimento delle dislocazioni fa si che via via se ne creino delle nuove. L'aumento del numero delle dislocazioni diventa un ostacolo al movimento dei piani cristallini e quindi alla deformazione del materiale. Il risultato è l'ottenimento di un metallo più resistente. Per un'analisi di campioni metallici sottoposti a prove dinamiche di compressione risulta estremamente utile l'utilizzo di un modello che fu proposto negli anni '80, il modello di Johnson-Cook. Questo modello riguarda materiali soggetti a grandi deformazioni, ad alte velocità di deformazione e a temperature elevate. Il Johnson-Cook tramite un'unica legge riesce ad esprimere gli effetti che l'incrudimento, la velocità di deformazione e la temperatura hanno sulla relazione tensione-deformazione.

$$\sigma = (A + B\varepsilon^n) \left(1 + C \ln \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right) (1 - T^{*m})$$

Dove:

- $(A + B\varepsilon^n)$: termine legato all'effetto dell'incrudimento *n* sulla tensione σ .
- $\left(1 + C \ln \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right)$: termine legato all'effetto della velocità di deformazione $\dot{\varepsilon}$ sulla tensione σ .
- $(1 T^{*m})$: termine legato all'effetto dell'incremento della temperatura T^{*m} sulla tensione σ .

Capitolo 3: I metamateriali

L'obbiettivo di questo capitolo è spiegare il concetto di metamateriale, fare una panoramica generale sui metamateriali meccanici e analizzare nel dettaglio le strutture auxetiche.

3. 1 Definizione di metamateriale

I metamateriali sono materiali creati artificialmente con proprietà fisiche speciali che non si riscontrano nei materiali esistenti in natura e nei singoli materiali che li costituiscono. Le loro caratteristiche uniche derivano dalla loro geometria microstrutturale, piuttosto che dalla loro composizione materiale [23]. I metamateriali sono costituiti da celle elementari a disposizione periodica o non periodica con dimensioni tali da essere molto più piccole della lunghezza d'onda della radiazione con cui interagiscono [26]. Hanno dimostrato di essere in grado di manipolare le onde elettromagnetiche, ottenendo vantaggi di gran lunga superiori di quello che risulta ottenibile con i materiali convenzionali [27].



Figura 3 1. Spazio delle proprietà elettromagnetiche dei materiali, caratterizzati da permittività elettrica ε e permeabilità magnetica μ [29].

3. 2 Storia dei metamateriali

La prima intuizione riguardante i metamateriali risale al 1967, quando il fisico sovietico Victor Veselago pubblicò "The Electrodynamics of Substances With Simultaneously Negative Values Of ε And μ (tradotto in inglese nel 1968), un articolo sulle proprietà di un materiale dotato di permittività e permeabilità negative, tra cui l'indice di rifrazione [24]. Bisognerà, però, aspettare diversi anni prima che vengano condotti veri esperimenti che dimostrino la veridicità di quello che Veselago avesse teorizzato. Nel 2000 il fisico inglese John Pendry, insieme a David Smith, un ricercatore all'Università di San Diego, e un suo collega Willie Padilla riuscirono a realizzare un metamateriale con un indice di rifrazione negativo, cosa mai sperimentata prima, neanche in natura. L'anno seguente lo stesso Smith, insieme ai suoi colleghi, eseguirono un secondo esperimento, in cui confermarono una delle congetture di Veselago, ovvero l'inversione della legge di Snell [25]. A seguito di tali scoperte iniziò a crescere esponenzialmente interesse nella comunità scientifica circa la possibilità che i metamateriali aumentino le proprietà dei materiali convenzionali. Molti ricercatori stanno continuando, ancora oggi, a studiare questi nuovi tipi di materiali al fine di migliorali per svariati tipi di applicazioni. Le numerose ricerche svolte sui metamateriali sono state condotte nel campo dell'ottica, dell'acustica e della meccanica. Le recenti innovazioni nel campo della fabbricazione additiva hanno dato una grande spinta alla progettazione e alla realizzazione di metamateriali.



Figura 3. 2. Metamateriale proposto da David Smith [27].

3.3 Metamateriali meccanici

I metamateriali si possono dividere in quattro categorie principali:

- 1. Metamateriali ottici.
- 2. Metamateriali acustici.
- 3. Metamateriali meccanici.
- 4. Metamateriali termici.

Concentriamoci sullo studiare nel dettaglio i metamateriali meccanici. Essi costituiscono un ramo della ricerca dei metamateriali che sfruttano il movimento, la deformazione, le sollecitazioni e l'energia meccanica [27]; presentano proprietà meccaniche controintuitive, che non sono riscontrabili in natura, dipendenti dalla loro struttura interna. Quella dei metamateriali meccanici è una branca relativamente nuova della ricerca sui metamateriali, infatti, a differenza dei metamateriali ottici e acustici, quelli meccanici si sono sviluppati in maniera minore. In questo settore sono comparsi recentemente i metamateriali intelligenti, di cui fanno parte anche quelli meccanici. I metamateriali intelligenti o programmabili sono un gruppo di metamateriali i quali, attraverso l'utilizzo del pensiero programmabile, riescono ad ottenere proprietà meccaniche controllabili e programmabili [28]. Essi riescono a rispondere in maniera intelligente ai diversi stimoli che ricevono dall'esterno come, ad esempio, la temperatura, i campi elettrici, i campi magnetici e i carichi meccanici. Lo sviluppo di questa nuova proprietà legata ai metamateriali rappresenta un miglioramento straordinario, il quale risolve la limitazione principale dei metamateriali: il fatto di possedere una struttura e proprietà fisse. In questo modo i metamateriali non sono più passivi, ma diventano attivi rispondendo in modo intelligenti agli stimoli esterni, mutando le proprie proprietà fisiche in maniera ottimale all'ambiente circostante. Le proprietà tipiche dei metamateriali meccanici, che li distinguono da materiali più tradizionali, sono [23]:

- Coefficienti di Poisson pari a zero o negativi.
- Modulo di taglio tendente a zero.
- Rigidità negativa.
- Comprimibilità negativa.
- Comportamento non lineare.

3. 3. 1 Classificazione dei metamateriali meccanici

I vari metamateriali meccanici sono tipicamente associati a quattro costanti elastiche:

 Modulo di Young E (o modulo di elasticità): indica la capacità che ha un materiale di allungarsi o accorciarsi a seguito dell'azione di un carico, rappresenta anche la pendenza della parte lineare della curva tensione-deformazione nella regione elastica.

Per definire il modulo di Young si tratta la deformazione dei solidi. Si definiscono due grandezze, il carico specifico σ e la deformazione specifica ε . Il carico specifico è il rapporto tra la forza a cui è sottoposto il corpo solido considerato *F* e la sezione normale alla forza *S*

$$\sigma = \frac{F}{S}$$

La deformazione specifica è il rapporto tra l'allungamento lineare del solido Δl e la sua lunghezza a riposo l

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l}$$

Si definisce ora il modulo di Young come il rapporto tra il carico specifico e la deformazione specifica

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon}$$

• *Modulo di taglio G (o modulo di elasticità tangenziale)*: è una misura della rigidità di un materiale [30] e indica come un materiale reagisce a deformazioni tangenziali.

Per definire il modulo di taglio trattiamo il caso in cui un corpo solido è soggetto a taglio, ovvero quando su di esso agiscono due forze esterne uguali e contrarie disposte su due piani paralleli. Si definiscono due grandezze: lo sforzo di taglio τ e

la deformazione di taglio γ . Lo sforzo di taglio è definito come il rapporto tra la forza di taglio F_{τ} e la superficie su cui agiscono le forze *A*

$$\tau = \frac{F_{\tau}}{A}$$

Un corpo soggetto a sforzo di taglio si deforma spostando uno rispetto all'altro i due piani di applicazione della forza di un valore a. Definiamo, quindi, la deformazione di taglio come il rapporto tra a e la distanza tra le superfici di applicazione delle forze h

$$\gamma = \frac{a}{h}$$

Si definisce ora il modulo di taglio come il rapporto tra lo sforzo di taglio e la deformazione di taglio

$$G = \frac{\tau}{\gamma}$$

 Modulo di massa K (o modulo di compressibilità): è una misura della compressibilità di un materiale.

Il modulo di massa *K* è definito come l'incremento di pressione necessario a causare un incremento di densità secondo la relazione sottostante

$$K = \rho \frac{\partial p}{\partial \rho}$$

Dove p è la pressione e ρ è la densità.

• *Coefficiente di Poisson v (o coefficiente di contrazione trasversale)*: è una misura dell'elasticità di un solido elastico e indica il grado in cui un materiale si restringe o

si dilata trasversalmente a seguito di una sollecitazione monodirezionale longitudinale; è un parametro adimensionale.

Il coefficiente di Poisson v è definito come il rapporto tra la deformazione laterale $\varepsilon_{laterale}$ e quella longitudinale $\varepsilon_{longitudinale}$

$$v = -\frac{\varepsilon_{laterale}}{\varepsilon_{longitudinale}}$$

Una tipica classificazione dei metamateriali meccanici è data dalla suddivisione in tre gruppi generali in base alle loro costanti elastiche. In Figura 3. 3 è riportato un diagramma schematico che classifica i metamateriali meccanici.



Figura 3. 3. Classificazioni dei metamateriali meccanici secondo le costanti elastiche [23].

3. 4 Metamateriali auxetici

I metamateriali auxetici (AMM) appartengono alla terza categoria di metamateriali meccanici, riportata in Figura 3. 3, associata al coefficiente di Poisson. Come riportato in [31] il termine "materiale auxetico" è stato definito per la prima volta dal professore Ken Evans dell'Università di Exeter nel 1991 e con esso indica un materiale avente coefficiente di Poisson negativo. Il termine auxetico deriva da "auxetikos", parola greca che significa "che tende a espandersi". Infatti, i materiali che hanno un coefficiente di Poisson negativo quando sono sottoposti a uno sforzo di trazione, si dilatano trasversalmente alla direzione di trazione (Figura 3. 4); al contrario, quando sono sottoposti a uno sforzo di compressione, si chiudono provocando una strizione del campione; infine, se sottoposti a pura flessione nel piano presentano una curvatura sinclastica (tendono a formare superfici a cupola). Quanto appena descritto è un comportamento controintuitivo, infatti, quello che ci si aspetta in natura quando un oggetto viene tirato, ad esempio, è osservare una sua contrazione laterale (coefficiente di Poisson positivo).



Figura 3. 4. Rappresentazione del coefficiente di Poisson positivo, nullo e negativo [31].

In natura ci sono vari esempi di materiali con proprietà auxetiche quali: particolari rocce e minerali, alcune pelli, la grafite pirolitica, ecc. Quest'ultimi sono stati oggetto di studio di numerosi ricercatori che cercano continuamente di ricreare artificialmente materiali con questa particolare caratteristica, i sopracitati AMM. Quello che si cerca di ottenere con gli

AMM sono materiali auxetici che abbiano proprietà meccaniche controllabili, cosa che non è ottenibile con i materiali auxetici che si trovano in natura. La struttura interna dei metamateriali auxetici è costituita dalla ripetizione di celle elementari che possono essere di diverse forme e geometrie. Quindi, esistono vari "modelli auxetici" i quali possono essere descritti tramite dei modelli matematici; infatti, partendo dalla geometria delle celle elementari si possono calcolare, tramite formule trigonometriche, lo spostamento e la rotazione delle pareti delle varie celle a seconda del carico a cui sono sottoposte. In questo modo, è possibile prevedere il comportamento auxetico della struttura considerata a seconda degli stimoli che riceve [32].

3. 4. 1 Meccanismo di deformazione

Analizziamo più nel dettaglio il meccanismo di deformazione dei metamateriali auxetici. Per comprendere come faccia fisicamente un materiale quando è sottoposto a un carico di trazione ad espandere lateralmente, ovvero nella direzione perpendicolare a quella del carico, è utile avvalersi della schematizzazione in Figura 3. 5.



Figura 3. 5. Meccanismo di deformazione della struttura a seguito di una forza che tende a stirarla [32].

Nell'illustrazione si ha una struttura triangolare sottoposta a una forza che agisce verticalmente. A seguito dell'azione del carico la struttura reagisce espandendosi orizzontalmente, quindi in direzione perpendicolare alla forza. Estendendo il ragionamento a una struttura complessa, realizzata da celle fondamentali ripetute in maniera periodica, vediamo come questa si deforma a seguito di un carico che tende a stirarla. In Figura 3. 6 è illustrato il confronto tra un materiale auxetico e uno non auxetico durante la deformazione.



Figura 3. 6. Confronto tra un materiale tradizione e un materiale auxetico [33].

Come si nota, le celle fondamentali che costituiscono la struttura verde rispondono al carico di trazione verticale allungandosi nella direzione del carico e contraendosi nella direzione trasversale (coefficiente di Poisson positivo); la struttura rossa, invece, caratterizzata da una geometria auxetica, riesce ad allungarsi in entrambe le direzioni (coefficiente di Poisson negativo). La condizione limite nella struttura rossa la si raggiunge quando, con il procedere della deformazione, le varie parti rientranti tendono tutte a raddrizzarsi; da questa configurazione in poi il comportamento auxetico non risulta più visibile. È possibile modificare il coefficiente di Poisson di queste strutture variando, ad esempio, la lunghezza e gli angoli dei diversi arti.

3. 4. 2 Caratteristiche e impieghi

I metamateriali auxetici si comportano in modo differente rispetto ai materiali tradizionali offrendo proprietà fisiche molto superiori. Elenchiamo qui di seguito le principali caratteristiche degli AMM [31]:

- Resistenza all'indentazione elevata.
- Tenacità elevata.
- Permeabilità variabile.
- Resistenza a taglio.
- Ottime proprietà di smorzamento e assorbimento acustico.

Date le ottime proprietà sopra citate gli AMM sono impiegati in numerosissimi settori industriali e il loro utilizzo è destinato a crescere sempre di più nel tempo. Al momento, le

organizzazioni che maggiormente studiano ed utilizzano metamateriali auxetici sono: NASA, Yamaha, Toyota Mitsubishi, Allied Signal Inc BFC e l'Office of Naval Research degli Stati Uniti, come riportato in [31]. I maggiori impieghi di questi particolari materiali riguardano [31,32]:

- Industrie automobilistiche: paraurti, cuscinetti, cintura di sicurezza ausiliaria, ecc.
- Industrie tessili: fibre, tessuti, ecc.
- Accessori sportivi e kit di protezione.
- Industrie biomediche: stent, cerotti, protesi, patch, ecc.
- Industrie aerospaziali: protezioni termiche, assorbitori si suono e vibrazioni, palette per motori a turbina, estremità fusoliere aerei, profili alari, ecc.
- Settore della difesa: giubbetti antiproiettile, elmetti, ecc.
- Sensori e attuatori.

3. 4. 3 Classificazione delle strutture auxetiche

Nel corso degli anni sono state elaborati e studiati numerosi tipi di strutture auxetiche, ognuna caratterizzata da geometrie diverse dalle altre. Cambiando la forma delle celle fondamentali cambia anche il processo di deformazione che segue la struttura e le corrispettive proprietà meccaniche. Per questo motivo sono state classifiche le strutture auxetiche in base al loro meccanismo di deformazione, come riportato in Figura 3. 7.



Figura 3. 7. Classificazione delle strutture auxetiche in base al meccanismo di deformazione [31].

3. 4. 4 Struttura re-entrant honeycomb

Analizziamo più nel dettaglio una tipologia di struttura auxetica estremamente conosciuta, ovvero quella re-entrant, in particolare la cosiddetta struttura re-entrant honeycomb (a nido d'ape rientrante), riportata in Figura 3. 8.



Figura 3. 8. Illustrazione di (a) schema strutture auxetica re-entrant honeycomb 2D, (b) struttura re-entrant honeycomb 3D proposta da Evans, (c) Rappresentazione della cella unitaria [33].

Nelle strutture rientranti, quando esse vengono sottoposte a un carico di trazione, i lati rientranti tendono ad allungarsi e i vari vertici tendono a spostarsi esternamente. La caratteristica fondamentali di questa struttura è quella di possedere coefficienti di Poisson negativi in tutte e tre le direzioni principali. Per quanto riguarda le proprietà meccaniche, esse risultano essere identiche lungo gli assi x e y, mentre differiscono lungo l'asse z. Questo fa sì che per avere una descrizione completa del comportamento di questa struttura auxetica basta analizzare le sue proprietà solamente lungo due direzioni, di cui una deve ovviamente essere la z. La progettazione della struttura auxetica re-entrant honeycomb 3D raffigurata in Figura 3. 8-(b) deve necessariamente partire dalla sua rappresentazione 2D, raffigurata in Figura 3. 8-(a). I parametri che è necessario scegliere del modello 2D sono: la lunghezza degli arti verticali *H*, la lunghezza degli arti rientranti *L* e l'angolo di rientro θ , raffigurati in Figura 3. 9.


Figura 3. 9. Parametri di progetto struttura re-entrant honeycomb [33].

Successivamente, per passare dalla rappresentazione 2D al modello finale 3D, è necessario scegliere la forma e la dimensione della sezione trasversale degli arti della cella unitaria auxetica.

3. 4. 5 Struttura anti-tetra-chirale

Analizziamo in questo paragrafo un'altra struttura auxetica estremamente conosciuta, la struttura anti-tetra-chirale. Per struttura chirale si intende una struttura formata da un nucleo cilindrico, chiamato nodo, circondato da nervature collegate tangenzialmente, la quale non è sovrapponibile alla sua parte specchiata. La cella fondamentale di una struttura chirale si ottiene collegando le varie nervature ai nodi centrali. Quando questa struttura viene sottoposta a un carico la sua risposta corrisponde all'avvolgimento o allo srotolamento delle nervature attorno ai vari nodi a causa della rotazione dei nodi stessi. In Figura 3. 10 è rappresentato il principio di deformazione appena descritto.



Figura 3. 10. Principio di deformazione delle celle chirali [31].

Le strutture chirali possono avere numerose disposizioni geometriche, dipendenti, ad esempio, dal numero di nervature che si legano ai vari nodi, che variano da 6 (prendendo il nome di esa-chirale), a 3 (prendendo il nome di tri-chirale). Un'ulteriore distinzione riguarda il collegamento delle celle elementari. Se il collegamento avviene con nodi sui lati opposti dei legamenti (nervature) parliamo di sistema chirale (Figura 3. 11), se, invece, il collegamento avviene con nodi sullo stesso lato dei legamenti parliamo di sistemi anti-chirali (Figura 3. 12). Nei sistemi anti-chirali si recupera la simmetria riflettente.



Figura 3. 11. Esempi di strutture chirali [31].



Figura 3. 12. Esempi di strutture anti-chirali [31].

La struttura di interesse in questa discussione riguarda la struttura anti-tetra-chirale, la quale verrà analizzata più nel dettaglio all'interno del Capitolo 5 grazie a esperimenti condotti su campioni di AISI 316L fabbricati tramite LPBF con questa struttura. Visto quanto detto riguardante la possibile classificazione delle varie configurazioni geometriche delle strutture chirali, è facile comprendere come l'anti-tetra-chirale possieda collegamenti dei nodi con legamenti sullo stesso lato ed ogni nodo possieda 4 nervature tangenziali (Figura 3. 13).



Figura 3. 13. Struttura anti-tetra-chirale [34].

Questa struttura riesce a mantenere un comportamento auxetico per una vasta gamma di deformazioni. Rispetto ad altre strutture auxetiche più semplici, l'anti-tetra-chirale presenta proprietà meccaniche superiori. Inoltre, una caratteristica unica di queste strutture è quella di avere gap di banda di frequenza sintonizzati variando i parametri che definiscono la topologia reticolare [35]. Per la progettazione di strutture del genere numerosi sono i parametri che è necessario scegliere, ovvero: lunghezza della nervatura orizzontale e verticale L, lo spessore della parete della cella t, l'offset delle nervature b, il raggio esterno del cilindro R_1 , il raggio interno del cilindro r_1 , parametri che sono rappresentati in Figura 3. 14.



Figura 3. 14. Illustrazione della struttura anti-tetra-chirale (a) della vista frontale, (b) della vista isometrica e (c) della modalità wireframe dei legamenti dritti [36].

Capitolo 4: Procedure sperimentali

All'interno di questo capitolo vengono descritte le varie procedure sperimentali effettuate su tre campioni di AISI 316L stampati in LPBF a struttura anti-tetra-chirale, con il fine di osservare e studiare i vari difetti, analizzare la microstruttura e compiere prove di microdurezza.

4. 1 Preparazione campioni

Il materiale di studio scelto è stato l'AISI 316L fabbricato in additive manufacturing, in particolare stampato tramite LPBF, a struttura anti-tetra-chirale. Sono stati effettuati tre processi di stampa così da ottenere tre oggetti con la medesima struttura sopra citata. Una volta stampati, sono stati eseguiti i seguenti processi:

Taglio: il processo di taglio è fondamentale perché consente di prelevare dagli oggetti
a disposizione dei campioni con le dimensioni adeguate e con le superfici in vista
che si interessano studiare. Tale processo può essere effettuato mediante tecniche di
vario tipo, come: taglio con mola abrasiva, taglio con sega, elettroerosione, fresatura,
ecc. In particolare, su due dei tre campioni stampati non è stata effettuata alcuna
operazione di taglio, perché la superficie di interesse è risultata essere la xy; al
contrario, il terzo campione è stato tagliato grazie all'ausilio di una troncatrice di
precisione (Figura 4. 1), per mettere in evidenzia e poter studiare la superficie yz.



Figura 4.1. Troncatrice di precisione.

- Prova di compressione: solamente uno dei due campioni xy è stato sottoposto a una prova di compressione dinamica effettuata a temperatura ambiente mediante SHPB (Figura 2. 7).
- 3. Inglobatura: la fase di inglobatura è fondamentale perché consente di maneggiare bene i campioni nelle fasi sperimentali successive. Questa procedura avviene all'interno di particolari macchinari che possono utilizzare due tipi di resine: resine termoindurenti (polimerizzanti a freddo) o resine termoplastiche (polimerizzanti a caldo). Nel caso di campioni di AISI 316L si è scelto di utilizzare il processo di inglobatura a caldo, il quale, una volta inserito il provino insieme alla resina termoplastica in granuli nel cilindro della pressa presente nell'inglobatrice, procede seguendo tre fasi: una prima fase in cui la temperatura aumenta a pressione più o meno costante fino al raggiungimento della temperatura di fusione della resina, una seconda fase in cui viene mantenuta la stessa temperatura raggiunta combinata ad un aumento di pressione e, dopo essere avvenuta la compattazione, una terza fase in cui si raffredda il campione inglobato. In particolare, si è seguito questo processo in due dei tre campioni disponibili: il campione *xy* deformato dinamicamente e il campione *yz*.



Figura 4. 2. Inglobatrice.

Riassumendo, al termine di questi processi si sono ottenuti tre campioni, di cui due inglobati, che sono:

- Campione *xy* compresso dinamicamente (inglobato).
- Campione *xy* as-built.
- Campione *yz* (inglobato).



Figura 4. 3. Campione xy compresso dinamicamente e inglobato.



Figura 4. 4. Campione xy as-built.



Figura 4. 5. Campione yz inglobato.

4.2 Lucidatura

Il processo di lucidatura è una fase estremamente importante perché consente di rendere le superfici di interesse dei vari campioni adeguate ad un'analisi al Microscopio Ottico (MO) o ad attacchi chimici. In entrambi i casi, prima di procedere, occorre che si ottengano delle superfici perfettamente lucidate a specchio e prive di graffi. Il processo di lucidatura si articola in due fasi differenti:

1. Assottigliamento meccanico: questa prima fase consiste nel preparare la superficie dei campioni attraverso le lappatrici (Figura 4. 6). Queste macchine sono dotate di fogli di carta abrasiva al carburo di silicio SiC. Ogni carta è classificata secondo normativa con un numero, il quale indica la densità media per $inch^2$ (mesh) dei carburi di silicio. Le carte maggiormente presenti in commercio sono le seguenti: 180, 320, 600, 1200, 2400, 4000 grit [38]. Un numero più basso presente nelle carte sta ad indicare una minore densità di SiC, che corrisponde a una maggiore grandezza media dei singoli carburi. Queste carte, durante il loro utilizzo, produrranno sul campione solchi più spessi, a differenza di carte abrasive con un numero più alto, le quali lasceranno sul campione solchi più superficiali, che possono arrivare a $6 \mu m$ di diametro di profondità. Il procedimento di assottigliamento meccanico consiste nel posizionare sulla lappatrice una prima carta abrasiva (si procede in ordine crescente partendo da quelle con numero più basso), fissarla con un disco metallico, azionare la macchina che mette in rotazione il foglio abrasivo e aprire il rubinetto che permette di lubrificare in maniera costante con dell'acqua. Fatto ciò, si posiziona il campione sulla carta abrasiva rotante, ricordandosi di mantenerlo sempre lungo la stessa orientazione. Una volta prodotti solchi unidirezionali sul campione si sostituisce la carta abrasiva con una caratterizzata da una maggiore densità di SiC, si posiziona il campione ruotato di 90° rispetto all'orientazione precedente e lo si mantiene sempre lungo la stessa direzione. Il metodo procede sostituendo di volta in volta la carta abrasiva, fino a quando, osservando al MO il campione, non è più possibile osservare i solchi prodotti sulla superficie. Il procedimento di assottigliamento meccanico è stato eseguito sui tre campioni di AISI 316L a struttura anti-tetra-chirali, utilizzando le seguenti carte abrasive: 1200, 2400 e 4000 grit.



Figura 4. 6. Lappatrice.

2. *Lucidatura meccanica*: una volta terminato l'assottigliamento meccanico si procede con la lucidatura meccanica. Durante questo processo, che risulta simile al precedente, si utilizza, non più una serie di carte abrasive, ma un panno con l'aggiunta di una pasta diamantata, che può avere varie granulometrie. Quest'ultima contiene particelle di diamante sintetico che possono lasciare solchi di diametro di profondità da 3 a $0,25 \ \mu m$ [38]. In questo caso, la lubrificazione corrisponde ad una miscela di acqua e oli. La lucidatura meccanica termina con l'ottenimento di una superficie perfettamente lucidata a specchio ed esente da graffi. Anche in questo caso si sono sottoposti tutti i tre campioni a tale processo.



Figura 4. 7. Macchina per la lucidatura meccanica.

Al termine della fase di lucidatura si riescono ad ottenere superfici metalliche prive di possibili difetti dovuti alla preparazione metallografica e, quindi, pronte per essere direttamente osservate al Microscopio Ottico, per poi essere attaccate chimicamente o sottoposte a prove di durezza.



Figura 4.8. Campione xy as-built pre-lucidatura.



Figura 4.9. Campione xy as built post-lucidatura.

4.3 Attacchi chimici

Dopo avere lucidato i tre campioni metallici di acciaio austenitico, si è proseguito con una procedura sperimentale in grado di mettere in risalto la microstruttura dei vari campioni, si tratta della fase dedicata agli attacchi chimici. Questa fase avviene solo successivamente al processo di lucidatura, perché necessita di una superficie perfettamente liscia e priva di graffi per rivelare la vera microstruttura del campione. Osservando al Microscopio Ottico una superficie metallica attaccata chimicamente si possono riuscire a vedere chiaramente i seguenti dettagli: bordi di grano, l'orientamento e la dimensione dei grani, seconde fasi, geminati, strutture allotropiche, ecc. Gli attacchi che si possono compiere sui campioni possono essere di due tipi:

• Attacco elettrochimico: durante gli attacchi elettrochimici si utilizza una cella elettrolitica, la quale è composta da due elettrodi, l'anodo (polo positivo), rappresentato dal campione, e il catodo (polo negativo), e una soluzione contenente una bassa quantità di azoto liquido (N_2) per mantenere temperature basse. Nella cella avviene una reazione di ossidoriduzione (ossidazione all'anodo e riduzione al catodo), la quale, non essendo spontanea, necessita della presenza di un generatore di tensione. In Figura 4. 10 è raffigurato l'andamento del grafico tensione-corrente durante un attacco elettrochimico.



Figura 4. 10. Andamento grafico tensione-corrente durante attacco elettrochimico [38].

Come si nota chiaramente dal suo andamento, il grafico può essere diviso in tre differenti zone, che sono: la zona I, detta zona di etching, la zona II, detta polishing e la zona III, detta pitting. Delle tre zone, quella ottimale per raggiungere un corretto "attacco" delle varie discontinuità della superficie del campione, risulta essere la zona II caratterizzata dalla presenza di un plateau. Infatti, se ci fermiamo durante l'attacco chimico ai valori di tensione-corrente delle zone I e II, il campione risulterà essere rispettivamente sotto-attaccato e sovra-attaccato. In particolare, durante la fase degli attacchi chimici sono stati eseguiti attacchi elettrochimici sul campione yz, che indichiamo con (1), e sul campione xy deformato dinamicamente, che indichiamo con (2). Trattandosi di attacchi elettrochimici i campioni devono essere attraversati da corrente elettrica; quindi, prima di procedere con l'attacco, la resina dell'inglobatura è stata forata fino al raggiungimento dei campioni metallici per creare la sede di alloggiamento di viti metalliche che entrano, così, a contatto con i campioni. Collegando i morsetti al catodo e all'anodo (attraverso la vite montata sul campione) e attivando il generatore di tensione, si ottiene un corretto passaggio di corrente. Per entrambi i campioni si è utilizzato come acido l' $H_2C_2O_4$, ovvero l'acido ossalico. Per quanto riguarda il campione (1), esso è stato tenuto sotto reazione per circa 2' 10" totali, mentre il campione (2) per circa 1' 5" totali. Terminati gli attacchi, a seguito di un'attenta osservazione al Microscopio Ottico, si è notato che i dettagli della microstruttura di entrambi i campioni non erano ancora ben visibili. Allora si è deciso, una volta lucidati entrambi i campioni, di effettuare un attacco chimico.



Figura 4. 11. Attacco elettrochimico.

• Attacco chimico: gli attacchi chimici sono caratterizzati semplicemente dall'utilizzo di un acido e di un solvente. Anche in questo caso è importante mantenere a contatto l'acido con il campione metallico per un periodo di tempo adeguato, in modo che la superficie non risulti né sotto-attaccata, né sovra-attaccata. In particolare, si sono effettuati gli attacchi chimici nuovamente sui campioni (1) e (2). In questo caso si è utilizzato una soluzione composta da 15 ml di HCl, 10 ml di HNO₃ e 10 ml di $C_2H_4O_2$ (acido acetico). Per quanto riguarda il campione (1), esso è stato mantenuto sotto acido per circa 1', mentre il campione (2) per circa 25''.



Figura 4. 12. Attacco chimico.

4. 4 Microscopio Ottico (MO)

L'osservazione dei campioni metallici al Microscopio Ottico (MO) è una fase sperimentale estremamente importante per la caratterizzazione microstrutturale di campioni metallici. Il MO è uno strumento che sfrutta due sistemi di lenti che raccolgono la luce trasmessa o riflessa dal campione. Esso è composto principalmente da: l'obiettivo (i Microscopi Ottici presentano solitamente più obiettivi a vari ingrandimenti), che ingrandisce e risolve l'immagine correggendo le varie aberrazioni, e l'oculare, che serve a dare il minimo ingrandimento necessario per far vedere all'occhio umano i vari dettagli dell'immagine [38]. La sorgente di luce utilizzata per illuminare il campione ha lunghezze d'onda λ che coprono lo spettro visibile, ovvero, dai 380 *nm* ai 780 *nm*. Da ciò capiamo che il MO ha un limite

fisico di ingrandimento, che risulta essere compreso tra i 1000 e i 2000x, dovuto al fenomeno della diffrazione; ovvero, non è possibile osservare dettagli più piccoli della lunghezza d'onda della radiazione impiegata, che è la luce visibile. Si può definire, così, la minima distanza risolvibile dal Microscopio Ottico r_{min} attraverso la formula:

$$r_{min} = \frac{0,61\lambda}{NA}$$

Dove *NA* rappresenta l'apertura numerica, definita come il prodotto tra l'indice di rifrazione *n* del materiale tra la lente e il campione e il seno del semiangolo dei raggi di luce più obliqui sin α che entrano nella lente dell'obiettivo, ovvero

$$NA = \sin \alpha$$

L'osservazione al MO può essere eseguita in due momenti differenti lungo le varie procedure sperimentali, a seconda di cosa si vuole osservare della superficie dei campioni preparata. Infatti, l'osservazione al MO dopo lucidatura è utile per osservare i difetti strutturali del campione, come, ad esempio, la presenza di porosità, mentre l'osservazione al MO dopo attacco chimico ci permette di analizzare al meglio la microstruttura del campione. Per quanto riguarda i campioni di AISI 316L a struttura anti-tetra-chirale stampati in LPBF, tutti e tre sono stati osservati al Microscopio Ottico a vari ingrandimenti. In particolare, il campione xy deformato dinamicamente e il campione xy as-built sono stati osservati al MO dopo lucidatura e successivamente dopo attacco chimico, mentre il campione yz è stato osservato al MO solamente dopo attacco chimico. Trattandosi di campioni realizzati in additive manufacturing l'osservazione al MO dopo lucidatura risulta fondamentale per analizzare le porosità presenti e, tramite un'analisi dei vuoti, effettuare un calcolo circa la densità dei campioni prodotti.



Figura 4.13. Rappresentazione di un Microscopio Ottico [39].

4. 5 Prove di microdurezza

Al termine della fase di lucidatura, oltre agli attacchi chimici e all'osservazione al Microscopio Ottico, si possono effettuare le prove di durezza, anch'esse utili alla caratterizzazione di provini metallici. Per determinare la durezza di un materiale si usano dei macchinari appositi dotati di un penetratore di materiale estremamente duro. La macchina, applicando una determinata forza di prova, fa in modo che il penetratore deformi in modo permanente la superficie del campione lasciando un'impronta. Grazie al calcolo delle dimensioni dell'impronta si riesce a risalire al valore della durezza. Tali prove possono essere di due tipi [38]:

- *Prove di macrodurezza*: l'impronta lasciata dal penetratore sulla superficie del campione è di dimensioni tali da renderla generalmente visibile ad occhio nudo. La forza di prova può variare da un minimo di 1*N* ad un massimo di 30*kN*.
- *Prove di microdurezza*: l'impronta lasciata dal penetratore sulla superficie del campione interessa un volume di materiale talmente piccolo da essere visibile solamente con l'ausilio di un microscopio. La forza di prova è generalmente inferiore a 1*N*.

Le prove di durezza possono, a loro volta, essere classificate a seconda della forma e del materiale del penetratore e possono prendere i seguenti nomi: prova Brinell, prova Vickers, prova Rockwell, prova Knoop. A seconda della prova eseguita si ha un tempo di mantenimento del penetratore sulla superficie da rispettare e un range di forze di prova da poter applicare. Per quando riguarda i campioni di AISI 316L, trattandosi di oggetti a

struttura anti-tetra-chirale con sezioni disponibili di pochi millimetri, si è scelto di eseguire prove di microdurezza, per la precisione prove di tipo Vickers. Questa prova è caratterizzata da un penetratore a forma di piramide retta a base quadrata realizzato in diamante. La durezza Vickers *HV* risulta essere proporzionale al rapporto tra la forza di prova *F* e la superficie dell'impronta d^2 , secondo la formula

$$HV = 0,189 \frac{F}{d^2}$$

dove *d* rappresenta la media delle lunghezze delle due diagonali misurate. In particolare, sono stati sottoposti a tali prove il campione xy deformato dinamicamente e il campione xy, sia as-built, che successivamente sottoposto a compressione quasi-statica, con l'utilizzo di una pressa idraulica. Questa scelta è stata molto utile sia per fare un confronto tra le durezze dell'as-built e dei campioni deformati, che per un confronto tra i due campioni deformati in maniera differente. Durante queste prove Vickers si è utilizzata come forza di prova 25gf (grammi-forza) e un tempo di mantenimento del penetratore pari a 10s per ogni test. In Figura 4. 14 è riportato il macchinario utilizzato per compiere tali prove di microdurezza.



Figura 4. 14. Macchinario per prove di microdurezza.



Figura 4.15. Set-up prove di microdurezza su campione xy deformato dinamicamente.

Capitolo 5: Risultati sperimentali

All'interno di questo capitolo verranno illustrati e discussi i risultati ottenuti a seguito delle varie procedure sperimentali svolte in laboratorio sui tre campioni in AISI 316L stampati in LPBF.

5.1 Porosità

I tre campioni di AISI 316L a struttura anti-tetra-chirale stampati in LPBF, presentati del capitolo precedente, sono stati osservati nel dettaglio mediante un Microscopio Ottico. In particolare, il campione *xy* deformato dinamicamente e il campione *xy* as-built sono stati osservati al MO subito dopo il processo di lucidatura. Queste osservazioni rappresentano i primi risultati sperimentali ottenuti a seguito delle varie procedure sperimentali e sono di particolare importanza perché permettono di capire qual è la qualità raggiunta dai campioni realizzati in additive manufacturing e di analizzare i vari difetti che possiedono. Riportiamo qui di seguito alcune immagini significative ricavate da tali osservazioni al MO.



Figura 5. 1. Campione *xy* deformato dinamicamente osservato al MO con ingrandimento 2,5x1,88.



Figura 5. 2. Campione *xy* deformato dinamicamente osservato al MO con ingrandimento 20x1,88.



Figura 5. 3. Campione xy as-built osservato al MO con ingrandimento 2,5x1,88.



Figura 5. 4. Campione xy as-built osservato al MO con ingrandimento 20x1.

Osservando le immagini sopra riportate, si nota che i campioni *xy* 316L, stampati in LPBF, presentano numerosi vuoti di medie ma anche di grandi dimensioni. La presenza di vuoti è giustificata dal fatto che questi campioni sono stati realizzati in additive manufacturing e tale difetto è pressoché inevitabile. Le porosità che si sono potute osservare con gli ingrandimenti sopra riportati sono caratterizzate dall'avere forma irregolare; questa caratteristica è tipica dei pori di fusione, a differenza dei pori di gas, che sono caratterizzati da una forma regolare. Come già spiegato nel paragrafo riguardante la struttura auxetica anti-tetra-chirale, questo particolare tipo di struttura, quando è soggetto ad un carico di trazione o compressione, risponde in modo tale che i nodi cilindrici ruotino e le nervature tangenti si arrotolino o srotolino attorno ad essi. Nel fare ciò capiamo come i vari legamenti risultano essere sempre sollecitati a flessione. Questo è quello che accade al campione di AISI 316L sottoposta a prova di compressione dinamica. Approssimiamo ora le varie nervature tangenti ad una trave omogenea e consideriamo come sollecitazione il caso della flessione retta, caso raffigurato in Figura 5. 5.



Figura 5. 5. Trave soggetta a flessione retta [40].

Se applichiamo lo studio della trave soggetta a flessione retta alle varie nervature, si capisce che, considerando una sezione dei legamenti tangenti, le varie zone di essa non saranno tutte sollecitate allo stesso modo. Infatti, a seconda del verso della flessione e, quindi, alla rispettiva deformazione della trave, la zona superiore e la zona inferiore di ogni sezione saranno soggette una a trazione e una a compressione. In queste zone saranno concentrate le massime tensioni. Al contrario, se ci avviciniamo al baricentro della trave (che se supposta essere omogenea risiederà al centro della sezione) le tensioni diminuiranno sempre di più fino ad annullarsi in corrispondenza del cosiddetto "asse neutro", passante proprio per il baricentro. Raffigurando il diagramma delle tensioni a cui è soggetta una sezione della trave omogena sottoposta a flessione retta, otteniamo il tipico "diagramma a farfalla", riportato in Figura 5. 6.



Figura 5. 6. Diagramma a farfalla nel caso della flessione retta [40].

Tornando ora a considerare le immagini ricavate dall'osservazione al MO dei due campioni di AISI 316L *xy* si nota come, fortunatamente, la maggior parte dei vuoti presenti sono collocati nelle parti centrali delle nervature e dei nodi, cioè nelle cosiddette "sezioni neutre", dove ricordiamo essere presenti le minori tensioni nel caso della flessione. Quindi, anche se le porosità rendono meno resistenti i vari campioni, il fatto rassicurante è che sono posizionate lungo le zone meno sollecitate e quindi meno critiche. Grazie alle osservazioni al MO, oltre a capire e osservare se nelle parti più critiche del campione si siano generate porosità, si può effettuare un'analisi dei vuoti e stimare quale sia la densità che caratterizza questi campioni, a seguito del processo di stampa 3D mediante LPBF. Per arrivare a tale risultato, si sono analizzate numerose immagini a vari ingrandimenti di entrambi i campioni *xy* 316L e mediante un programma si sono calcolati il numero di vuoti presenti in ogni immagine, l'area considerata e l'area di ogni singolo vuoto. Importando i risultati ottenuti in un file Excel, grazie ai dati raccolti si sono calcolati, sia l'area totale dei vuoti, che la percentuale dei vuoti per ogni immagine. Ecco riportato qui di seguito un esempio di quanto calcolato.

2 A	NALISI DEI VUOT	I CAMPIONE I	DEFORMATO DINAMICA	MENTE					
3	IMMAGINE Nº1 20x1		IMMAGINE N°2 20	IMMAGINE Nº2 20x1_1		IMMAGINE Nº3 20x1_2		IMMAGINE Nº4 20x1_3	
1	n° vuoto	area (um)	n° vuoto	area (um)	n° vuoto	area (um)	n° vuoto	area (um)	
5	1	1.562,406	1	10,242	1	0,134	1	165,655	
6	2	1,068	2	3,682	2	0,671	2	871,142	
7	3	7,278	3	0,736	3	1.335,137	3	0,734	
3	4	1,402	4	2,276	4	0,134	4	0,134	
9	5	2,003	5	0,469	5	0,873	5	397,546	
0	6	344,664	6	0,536	6	1,074	6	0,334	
1	7	0,267	7	0,201	7	36,175	sommatoria aree vuoti (um)	1.435,545	
12	8	0,067	8	1,406	8	0,403	area immagine (um)	93.594,228	
13	9	3,806	9	3.032,355	9	3,624	% vuoti	1,53379651	
14	10	2,537	10	1,741	10	0,268			
15	11	0,334	11	4,017	11	0,470			
16	12	0,601	12	3,012	12	0,336			
17	13	92,609	13	0,268	13	0,067			
18	14	0.,200	14	0,067	14	4,094			
19	15	4,540	15	4,485	15	10,806			
20	16	1.321.569	16	0.067	16	117,923			
21	17	0.267	17	1.272	17	0.873			
22	18	7.612	18	0.067	18	0.805			
23	19	0.200	19	0.335	19	0.268			
24	20	1.402	20	0.937	sommatoria aree vuoti (um)	1.514.135			
25	21	41,464	21	147,139	area immagine (um)	51,390,298			
26	22	0.868	22	0.803	% vuoti	2.946344075			
7	23	0.467	sommatoria aree vuoti (um)	3 216 113		2,010011010			
27	20	1 202	area immagine (um)	64 197 262					
20	24	0.601	96 veloti	5 000735462					
20	25	0,524	70 VUOU	3,003733402					
21	20	0,334							
22	28	1,469							
13	29	24 304							
4	30	3 739							
25	31	0,200							
26	32	0,200							
37	33	0,334							
38	34	1 602							
19	35	8,279							
10 50	mmatoria aree vuoti (um)	3 441 030							
1 ar	es immodine (um)	82 659 486							
	ca miniagine (um)	4 162907902							

Figura 5. 7. Esempi di risultati ottenuti dall'analisi dei vuoti del campione xy deformato dinamicamente.

Una volta ottenuti questi risultati per le varie immagini raccolte dall'osservazione al MO dei due campioni xy, si è determinato, per ogni campione, la media percentuale dei vuoti. Confrontando i risultati, si è visto che entrambi i campioni sono stati prodotti con una media percentuali di vuoti di circa il 5%. In particolare, il campione deformato dinamicamente ha riscontrato una percentuale del 5,01% mentre il campione as-built del 4,85%.

5.2 Microstruttura

Le osservazioni dei campioni di AISI 316L al Microscopio Ottico sono state effettuate non solo per osservare e calcolare le porosità presenti all'interno dei campioni, ma anche per studiare la microstruttura degli stessi. Per fare ciò si sono osservati al MO il campione *xy* deformato dinamicamente e il campione *yz* una volta essere stati sottoposti ad attacchi chimici. Riportiamo qui di seguito alcune immagini caratteristiche ricavate.



Figura 5.8. Campione xy deformato dinamicamente osservato al MO dopo attacco chimico.



Figura 5.9. Campione yz osservato al MO dopo attacco chimico.

Come si nota chiaramente dalla Figura 5. 8 e dalla Figura 5. 9, durante il processo di stampa mediante Laser Powder Bed Fusion è stata utilizzata una strategia di scansione e dei parametri di processo differenti per quanto riguarda il bordo e l'interno dei campioni. In particolare, in Figura 5. 8 si sono evidenziate le differenti pozze di fusione lasciate dal laser, ovvero, quelle lungo il bordo e quelle nella parte interna del campione, rispettivamente in rosso e in verde. Trattandosi del campione xy, quindi con la superficie orientata perpendicolarmente alla direzione di avanzamento della piattaforma di costruzione, si nota chiaramente la differente strategia di scansione utilizzata dal laser nelle due zone. Invece, nella Figura 5. 9, siccome si è osservata la superficie yz, si riesce a notare la profondità delle varie pozze di fusione e non più il loro orientamento. Si può osservare come le pozze di fusione lungo il bordo, evidenziate in azzurro, presentino un'altezza molto minore rispetto a quelle evidenziate in viola nella parte interna. Questo ci suggerisce che lungo il bordo è stato deciso di utilizzare una bassa potenza del laser e un'elevata velocità di scansione, ottenendo così una bassa densità di energia volumetrica VED, al contrario della parte interna, dove è stata utilizzata un'elevata VED. Questa differente scelta dei parametri di processo ha portato anche all'ottenimento di una microstruttura differente tra il bordo e l'interno dei campioni.



Figura 5. 10. Campione yz osservato al MO dopo attacco chimico.

Dalla Figura 5. 10 si nota che dopo l'attacco chimico si sono riusciti ad osservare lungo il bordo la crescita dei grani epitassiale lungo i diversi strati, evidenziata dalle frecce verdi. Questo significata che, con l'avanzare della formazione degli strati, i grani hanno nucleato seguendo l'orientamento cristallografico dei grani dei substrati precedenti. Inoltre, a differenza della parte interna del campione, il bordo è caratterizzato dalla presenza di strutture dendritiche di diverse dimensioni e da strutture cellulari fini. In Figura 5. 10 si sono evidenziate in rosso delle strutture dendritiche che sono state tagliate trasversalmente, quindi con crescita ortogonale al piano di osservazione. Per visualizzare al meglio le strutture cellulari presenti sul bordo si è utilizzato un altro tipo di MO con un ingrandimento maggiore, come riportato in Figura 5. 11 ed evidenziato in blu.



Figura 5. 11. Osservazione al MO di strutture cellulari fini presenti sul bordo del campione *xy* deformato.

L'ottenimento di campioni caratterizzati da un bordo con microstruttura più fine e raffinata rispetto al centro è giustificato proprio dai parametri di processo utilizzati e descritti precedentemente, i quali hanno permesso di raggiungere velocità di raffreddamento molto elevate. Infine, grazie alle osservazioni al MO, si è potuto notare che ai bordi, a seguito della prova di compressione dinamica, è avvenuta una ricristallizzazione dinamica, cioè, una riorganizzazione dei grani cristallini a seguito di una deformazione plastica. Questo fenomeno è stato agevolato anche dalla presenza di elevate tensioni residue all'interno del campione, caratteristica tipica di oggetti metallici realizzati tramite LPBF. Quanto detto è illustrato in Figura 5. 12 ed evidenziato dalle frecce rosse.



Figura 5. 12. Ricristallizzazione a seguito di prova di compressione dinamica svolta sul campione xy.

5. 3 Risultati delle prove di microdurezza

Le prove di microdurezza sono state effettuate sul campione *xy* compresso dinamicamente e sul secondo campione *xy* prima e dopo la prova di compressione quasi-statica. Si discutono e confrontano qui di seguito i risultati ottenuti.

Nell'effettuare tali prove si è iniziato con il testare il campione compresso dinamicamente. Si sono effettuate numerose prove selezionando alcuni dei legamenti tangenti deformati maggiormente. In particolare, per ogni nervatura scelta, sono state effettuate 8 prove lungo il suo spessore e si è ripetuto il procedimento su 3 punti differenti della zona maggiormente deformata del legamento, come riportato dalle immagini sottostanti.



Figura 5. 13. Prove di microdurezza sul campione xy deformato dinamicamente.



Figura 5. 14. Prove di microdurezza sul campione xy deformato dinamicamente.

Raccogliendo i risultati delle durezze Vickers si sono ottenuti dei grafici raffiguranti l'andamento delle 8 prove effettuate lungo i vari spessori dei legamenti deformati. Si è notato come i grafici ottenuti fossero simili per tutte le serie di prove effettuate e presentavano un andamento come quello raffigurato nell'immagine sottostante.



Figura 5. 15. Andamento delle prove di microdurezza sul campione xy deformato dinamicamente.

Come si nota dal grafico, i picchi di durezza si riscontrano con le prove effettuate ai bordi del campione metallico (es. 1-2 e 7-8), raggiungendo valori intorno a 360-370 HV (in alcuni punti si sono superati anche i 400 HV), mentre lungo la zona centrale si riscontra una diminuzione di tali valori (es. 4-5-6), circa intorno ai 260-280 HV. Alla luce di questi risultati si è ipotizzato che l'aumento di durezza che si riscontra avvicinandosi ai bordi delle nervature fosse dovuta proprio alla differente microstruttura tra contorno e parte centrale, discussa precedentemente. Questa ipotesi è stata subito smentita quando si è testato il campione xy as-built. In questo caso sono state effettuate serie da 8 prove lungo gli spessori delle nervature, mentre serie da 6 prove attorno ai nodi, come illustrato nell'immagine qui di seguito.



Figura 5. 16. Prove di microdurezza sul campione xy as-built.

Come per il caso precedente si sono graficati i risultati ottenuti nella serie di prove e anche in questo caso le varie zone sottoposte a test hanno presentato gli stessi andamenti. Ne è stato riportato un esempio qui di seguito.



Figura 5. 17. Andamento delle prove di microdurezza sul campione xy as-built.

Come si nota dal grafico avvicinandosi alla zona dei bordi non si riscontrano più i picchi di durezza, poichè si sono calcolate durezze che vanno dai 230 ai 280 *HV* lungo lo spessore. Quindi, a differenza di quando ipotizzato, si è capito che l'aumento di durezza ai bordi delle

nervature del campione deformato dinamicamente non è dovuto tanto alla differente microstruttura che presentano i bordi rispetto alle zone interne, ma al fenomeno dell'incrudimento che si è verificato a seguito della deformazione plastica subìta dal campione. Come spiegato all'interno del Paragrafo 5.1, i legamenti tangenti, essendo stati sottoposti a flessione, hanno subito le maggiori deformazioni lungo i bordi (le zone maggiormente incrudite), mentre le aree che sono risultate meno stressate sono state proprio le parti centrali di ogni legamento (le zone meno incrudite). Per concludere, si è sottoposto a prove di microdurezza lo stesso campione *xy* appena discusso, questa volta dopo essere stato compresso in modo quasi-statico. In questo caso si è cercato di effettuare le varie serie da 8 prove lungo i legamenti che hanno presentato una deformazione molto simile a quelli testati del campione deformato dinamicamente. Ecco riportate le prove svolte.



Figura 5. 18. Prove di microdurezza sul campione xy deformato in modo quasi-statico.



Figura 5. 19. Prove di microdurezza sul campione xy deformato in modo quasi-statico.

Come per i casi precedenti riportiamo l'andamento generale dei vari dati raccolti.



Figura 5. 20. Andamento delle prove di microdurezza sul campione xy deformato in modo quasistatico.

Come si nota dal grafico, anche in questo caso, per il maggiore incrudimento raggiunto nei bordi, i picchi maggiori di durezza si riscontrano nelle parti esterne dei legamenti, con durezze intorno ai 330-350 HV (solo in alcuni punti si sono raggiunti valori intorno ai 370 HV), mentre all'interno dei legamenti si misurano durezze intorno ai 280-290 HV.

Confrontando questi risultati con quelli ottenuti con il campione compresso dinamicamente si nota come, soprattutto per quanto riguarda i bordi dei legamenti, i valori di durezza, nel caso di compressione quasi-statica, risultano essere minori rispetto a quelli calcolati nel caso di compressione dinamica. Da ciò deduciamo che, a differenza di campioni bulk, nel caso di campioni reticolari, come quelli analizzati a struttura anti-tetra-chirale, la velocità di deformazione che caratterizza le due differenti prove di compressione, influisce maggiormente sull'incrudimento. Questo è dovuto al fatto che nei campioni reticolari le sezioni che sono sottoposte a carichi flessionali sono di grandezza decisamente minore rispetto ai campioni bulk. Quindi, un aumento della velocità di deformazione durante le prove di compressione fa crescere l'incrudimento molto di più di quanto non accadrebbe nei campioni bulk.

Conclusioni

Il Laser Powder Bed Fusion (LPBF) e, in generale, tutte le varie tecniche di additive manufacturing, sono delle tecnologie estremamente utili per la produzione di componenti metallici. In particolare, grazie alla LPBF è possibile fabbricare oggetti caratterizzati da una geometria molto complessa e con pareti sottili, riducendo di molto i tempi di produzione e, di conseguenza, i costi. Questo chiarisce come questo metodo di fabbricazione sia utile nel produrre oggetti metallici a struttura reticolare, come i metamateriali auxetici.

Riassumendo, in questo elaborato si sono studiati 3 campioni di AISI 316L realizzati attraverso LPBF a struttura anti-tetra-chirale. Si è effettuata una caratterizzazione microstrutturale di tali campioni attraverso varie procedure sperimentali e l'ausilio di diversi macchinari. In particolare, i campioni 316L sono stati sottoposti a una prova di compressione quasi-statica e ad una prova di compressione dinamica. Questo è stato utile per studiare le differenti risposte che hanno avuto i campioni alle due prove e per confrontarli con i campioni as-built. Le procedure sperimentali svolte riguardano la preparazione metallografica, la prova quasi-statica e la prova dinamica di compressione, l'osservazione dei campioni metallici al Microscopio Ottico, prima e dopo attacco chimico, e le prove di microdurezza.

Grazie ai risultati raccolti a seguito delle fasi sperimentali, riportati all'interno dell'ultimo capitolo, si è concluso che:

- Osservando i campioni 316L attraverso il Microscopio Ottico, subito dopo aver effettuato la lucidatura meccanica, si è individuata la presenza di porosità dovute al processo di fabbricazione additiva. Tali vuoti sono presenti maggiormente lungo le sezioni neutre dei campioni, quindi lungo le sezioni che, durante le prove di compressione quasi-statica e dinamica, risultano essere le meno sollecitate. Inoltre, tramite un calcolo dei vuoti si è riusciti a stimare la densità di tali campioni, che è risultata essere del 95% circa.
- Osservando i campioni 316L attraverso il Microscopio ottico, dopo avere effettuato degli attacchi chimici, è stato possibile analizzare la loro microstruttura. Si è notato che durante il processo di fabbricazione additiva è stata utilizzata una differente

strategia di scansione tra il bordo e la parte interna dei vari legamenti e nodi dei campioni. In particolare, lungo il bordo, a differenza delle parti centrali, sono state raggiunte velocità di raffreddamento maggiori che hanno permesso la formazione di una struttura più raffinata caratterizzata dalla presenza di strutture cellulari fini. Inoltre, si è osservata la presenza di strutture dendritiche lungo il bordo e la crescita epitassiale dei grani lungo i vari strati dei campioni. Infine, si è potuto notare che a seguito del processo di deformazione dinamico di uno dei campioni si è generata una ricristallizzazione dinamica dei grani, facilitata dalle numerose tensioni interne presenti all'interno del campione, tipiche di quelli realizzati in LPBF.

In conclusione, attraverso le prove di microdurezza Vickers si è notato come i campioni sottoposti a prove di compressione siano caratterizzati da un incremento di durezza soprattutto lungo i loro bordi, a causa dell'incrudimento per deformazione plastica. Infine, confrontando i due campioni deformati si è notato come quello sottoposto a prova dinamica abbia raggiunto valori di durezza maggiori rispetto a quello deformato con prova quasi-statica. Questo testimonia che, a differenza dei campioni bulk, per i campioni a struttura reticolare la velocità di deformazione con cui viene effettuata la prova ha un impatto maggiore sull'incrudimento del materiale.

Bibliografia

[1] https://www.protoreal.it/blog-articoli/la-storia-della-stampa-3d-in-9-pillole

[2] <u>https://university.elmec.com/pluginfile.php/566/mod_resource/content/1/Storia_della</u> <u>stampa 3D.pdf</u>

[3]http://it.insta3dp.com/info/selective-laser-melting-the-ultimate-guide-72001457.html

[4]https://www.roboze.com/it/risorse/introduzione-all-additive-manufacturing-definizionecome-funziona-applicazioni.html

[5]http://it.insta3dp.com/info/the-7-main-types-of-additive-manufacturing-f-71999819.html

[6] https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1002/adem.20150041

[7] Chowdhury, Sohini, et al. "Laser powder bed fusion: a state-of-the-art review of the technology, materials, properties & defects, and numerical modelling." *Journal of Materials Research and Technology* 20 (2022): 2109-2172.

[8] Qin, Yuchu, et al. "Automatic determination of part build orientation for laser powder bed fusion." *Virtual and Physical Prototyping* 16.1 (2021): 29-49.

[9] DebRoy, Tarasankar, et al. "Additive manufacturing of metallic components–process, structure and properties." *Progress in Materials Science* 92 (2018): 112-224.

[10]https://www.factoryofknowledge.net/web/fok/contents.nsf/(\$linkacross)/AA6025B5B CE6EC98C1258234002DB7EE/\$file/5.Scheda%20Stampa3D.pdf?openelement#:~:text=). -,Pro%20e%20contro.,scarti%20(ritagli%20di%20lamiera). [11] Taghian, Mohammad, et al. "Laser powder bed fusion of metallic components: Latest progress in productivity, quality, and cost perspectives." *Journal of Materials Research and Technology* 27 (2023): 6484-6500.

[12] Narasimharaju, Shubhavardhan Ramadurga, et al. "A comprehensive review on laser powder bed fusion of steels: Processing, microstructure, defects and control methods, mechanical properties, current challenges and future trends." *Journal of Manufacturing Processes* 75 (2022): 375-414.

[13] Zhang, Jinliang, et al. "A review of selective laser melting of aluminum alloys: Processing, microstructure, property and developing trends." *Journal of Materials Science* & *Technology* 35.2 (2019): 270-284.

[14] Buhairi, Minhalina & Foudzi, Farhana & Jamhari, Fathin & Bakar, Abu & Mohd Radzuan, Nabilah & Muhamad, Norhamidi & Mohamed, Intan Fadhlina & Azman, Abdul & Harun, W.S.W & Al-Furjan, M. (2022). Review on volumetric energy density: influence on morphology and mechanical properties of Ti6Al4V manufactured via laser powder bed fusion. Progress in Additive Manufacturing. 8. 10.1007/s40964-022-00328-0.

[15] https://www.metalfil.it/approfondimenti/acciaio/

[16]https://www.univiti.it/info-tecniche/posts/acciaio-definizione-caratteristiche-etipologie/

[17] https://www.polymaxacciai.it/pubpdf/acciaio_inox.pdf

[18] https://www.acciaiterni.it/mercato-e-prodotti/acciaio-inossidabile/proprieta/

[19] https://www.interacciai.it/prodotti/acciaio-inox/3161/

[20]https://tecnoacciai.it/wp-content/uploads/2017/11/acciai-inossidabili-resistenti-allacorrosione-AISI-316L.pdf

[21] https://it.quora.com/Perché-lacciaio-è-inossidabile

[22] Chadha, Kanwal, et al. "Effect of annealing heat treatment on the microstructural evolution and mechanical properties of hot isostatic pressed 316L stainless steel fabricated by laser powder bed fusion." *Metals* 10.6 (2020): 753.

[23] Yu, Xianglong, et al. "Mechanical metamaterials associated with stiffness, rigidity and compressibility: A brief review." *Progress in Materials Science* 94 (2018): 114-173.

[24] https://www.saperescienza.it/openaccess/invisibilita-dalla-magia-alla-tecnologia/

[25] LALATTA COSTERBOSA, Cecilia. "Metamateriali tra materia e microstruttura. Nuovi paradigmi per il design." (2019)

[26] https://www.treccani.it/enciclopedia/metamateriali_(XXI-Secolo)/

[27]<u>https://tesi.univpm.it/retrieve/2c353cff-bd64-4b56-90ef-</u> 7940e5cc64e3/Tesi%20magistrale%20Alessio%20Ranghiasci.pdf

[28] Liu, Chenyang, et al. "Programmable mechanical metamaterials: basic concepts, types, construction strategies—a review." *Frontiers in Materials* 11 (2024): 1361408

[29]https://www.google.com/url?sa=i&url=http%3A%2F%2Fsibaese.unisalento.it%2Findex.php%2Fithaca%2Farticle%2Fdownload%2F16096%2F13912& psig=AOvVaw36BDP8KCaSRH7p4Az4nBtN&ust=1717765462914000&source=images &cd=vfe&opi=89978449&ved=0CBQQjhxqFwoTCPjGxK2Fx4YDFQAAAAAdAAAAA BAE

[30]https://moodle2.units.it/pluginfile.php/308347/mod_resource/content/1/Tecnologia%2 0dei%20Materiali%202019-2020%20-%20Codan%20-%20Lezione%205.pdf
[31] Balan, Madhu, Johnney Mertens, and MVA Raju Bahubalendruni. "Auxetic mechanical metamaterials and their futuristic developments: A state-of-art review." *Materials Today Communications* 34 (2023): 105285.

[32] Tessari, Marco. "Studio del comportamento auxetico di materiali compositi laminati."(2013).

[33] http://biomimit.blogspot.com/2008/10/materiali-auxetici.html

[34] Günaydın, Kadir, et al. "In-plane compression behavior of anti-tetrachiral and re-entrant lattices." *Smart Materials and Structures* 28.11 (2019): 115028.

[35] Yu, Xianglong, et al. "Mechanical metamaterials associated with stiffness, rigidity and compressibility: A brief review." *Progress in Materials Science* 94 (2018): 114-173.

[36] Kai, Liu, et al. "Dynamic mechanical performances of enhanced anti-tetra-chiral structure with rolled cross-section ligaments under impact loading." *International Journal of Impact Engineering* 166 (2022): 104204.

[37] Raj, R. Edwin, Venkitanarayanan Parameswaran, and B. S. S. Daniel. "Comparison of quasi-static and dynamic compression behavior of closed-cell aluminum foam." *Materials Science and Engineering: A* 526.1-2 (2009): 11-15.

[38]https://learn.univpm.it/pluginfile.php/795661/mod_resource/content/1/Sett2_Lezione4 ______Metallografia_2022.pdf

[39] https://www.progettosani.it/come-funziona-un-microscopio/

[40] https://iisazmeccanica.wordpress.com/2016/10/05/flessione-retta/

Ringraziamenti

Intendo ringraziare la mia relatrice, la professoressa Eleonora Santecchia, la mia correlatrice, la dottoressa Maria Laura Gatto e il dottorando Gabriele Grima per la disponibilità e il supporto tecnico.

Un sincero ringraziamento va ai miei genitori e ai miei fratelli per il continuo supporto ricevuto.