

POLITECNICO DI TORINO

Collegio di Ingegneria Meccanica e Aerospaziale

**Corso di Laurea Magistrale
in Ingegneria Meccanica**

Tesi di Laurea Magistrale

Sviluppo di Acciaio AISI 316L tramite il processo additivo di Direct Energy Deposition



Relatori

Prof.ssa Mariangela Lombardi

Dott.ssa Erica Librera

Dott. Giulio Marchese

Candidato

Chiara Iervoglini

Aprile 2019

*A Maria Giuseppina Di Cianni,
e il suo sorriso.*

Indice

Introduzione	1
1. Tecnologie di Additive Manufacturing	3
1.1. Tecnologie di Additive Manufacturing metallico	5
1.1.1. Laser Powder Bed Fusion	
1.1.2. Electron Beam Melting	
1.2. Direct Energy Deposition	8
1.2.1. Parametri di processo fondamentali	
1.2.2. Caratteristiche del pozzetto di fusione	
1.3. Microstruttura e caratteristiche dei pezzi prodotti per DED	19
1.3.1. Ottimizzazione dei parametri di processo	
2. Acciai inossidabili	23
2.1. Acciaio AISI 316L per tecnologie convenzionali	26
2.2. Acciaio AISI 316L per tecnologie additive di DED	28
3. Materiali e procedure sperimentali	33
3.1. Acciaio 316L di tipo commerciale	33
3.2. Macchina DED e le sue parti	33
3.3. Caratterizzazione powder feeder	38
3.4. Campioni	39
3.4.1. Single Scan Tracks	
3.4.2. Single Layers	

3.4.3. Thin Walls	
3.4.4. Massive Cubes	
3.5. Caratterizzazione	59
3.5.1. Diffrazione laser	
3.5.2. Preparazione metallografica	
3.5.3. Stereomicroscopio	
3.5.4. Microscopio ottico	
3.5.5. Microscopio elettronico a scansione (SEM)	
4. Analisi e discussione dei risultati	62
4.1. Polvere della lega AISI 316L	62
4.1.1. Distribuzione granulometrica	
4.1.2. Caratterizzazione polveri	
4.2. Single Scan Tracks, Single Layers, Thin Walls	74
4.2.1. Effetto dei parametri di processo sulle dimensioni dei melt-pools di SST	
4.2.2. Effetto dei parametri di processo sulla deposizione di SL	
4.2.3. Effetto dei parametri di processo sulla deposizione di TW	
4.3. Massive Cubes	86
4.3.1. Valutazione dello scostamento tra Δz teorico e reale	
4.3.2. Analisi difetti	
4.3.3. Analisi microstrutturale	
Conclusioni	106
Bibliografia	107

Introduzione

Con l'espressione "Additive Manufacturing" (AM) si intende un insieme di moderni processi produttivi basati sulla tecnologia additiva che prevede, in opposizione alle comuni tecniche sottrattive, la stratificazione progressiva di materiale, al fine di ottenere un oggetto tridimensionale. La fabbricazione additiva nasce negli anni '80 con il nome di *Rapid Prototyping* [1] poiché era destinata alla realizzazione di prototipi ma, nell'ultimo decennio, sono comparsi sul mercato oggetti di struttura trabecolare, realizzati in AM con una vasta gamma di materiali (metalli, polimeri, ceramici, compositi, ecc.), che dimostrano quanto sia diversificata tale tecnologia nelle destinazioni d'uso [2]. La produzione additiva consente una grande libertà nell'ideazione del pezzo, estendendo indefinitamente la gamma di geometrie e complessità realizzabili, in un'ottica di prototipazione rapida o di piccole serie. Ad accrescere l'interesse del mondo scientifico verso AM, contribuiscono studi recenti che ne evidenziano le potenzialità in merito alla riduzione dell'impatto ambientale, nonché dei passaggi e dei costi per la produzione di componenti con forma complessa [3].

Il presente lavoro di tesi si concentra sull'applicazione di questo tipo di tecnologie ai materiali metallici, sebbene il numero di tali leghe utilizzate in campo additivo risulti al momento limitato, anche se in continuo aumento. In particolare, le principali leghe metalliche commerciali processate attraverso le tecniche di AM risultano essere: Ti-6Al-4V, Al-Si-Mg, IN625, IN718, Stellite, 316 & 316L, PH 17-4, CoCr, Alumina [4]. Dopo un'attenta indagine, desunta da fonti bibliografiche, per la parte applicativa del lavoro di tesi è stato individuato l'acciaio AISI 316L, in quanto lega di ferro facilmente processabile tramite le tecnologie additive. Questo aspetto si deve all'ottima resistenza alla corrosione (per la presenza del 2-3% di molibdeno e basso contenuto di carbonio, < 0,08%), la buona lavorabilità e saldabilità in numerose applicazioni. È una lega molto apprezzata in campo

industriale per la sua elevata resistenza agli agenti chimici, e largamente impiegata in campo *automotive* nonostante si registrino costi elevati, dovuti ad alcuni elementi di lega pregiati (come Ni, Cr, Ti, Nb, Ta).

La tesi riporta il lavoro svolto in collaborazione con Prima Industrie S.p.A., azienda leader nella produzione di macchine per il taglio laser, che con il progetto *Borealis* di ricerca e innovazione dell'Unione Europea ("Horizon 2020") ha realizzato il prototipo di macchina per Direct Energy Deposition impiegata durante il lavoro. La Direct Energy Deposition è una tecnologia additiva che si basa sulla deposizione di polvere metallica, attraverso un ugello, e sulla sua simultanea fusione, tramite un fascio laser focalizzato. La polvere viene trasportata dal distributore esterno all'ugello tramite un gas inerte (Argon o Azoto), e il fascio laser fonde le particelle generando una pozza di metallo fuso (*melt pool*) sul substrato. La testa di deposizione viene spostata lungo il piano x-y, strato per strato per mezzo di una macchina a controllo numerico (CNC) ed il processo si ripete fino a formare la geometria desiderata [5].

Obiettivo della tesi è valutare l'influenza dei parametri di processo sulle caratteristiche microstrutturali e geometriche dei campioni realizzati, ottenendo campioni massivi con un basso grado di difettosità. L'identificazione dei parametri di processo viene effettuata tramite l'analisi metallografica di campioni depositati con diversi parametri: Single Scans, Single Layers, Thin Walls. Successivamente, i migliori parametri di processo sono stati usati per la realizzazione di Massive Cubes. L'analisi microstrutturale ha permesso di distinguere il livello di difettosità dei campioni come la porosità e la formazione di alcuni tipi di ossidi.

Capitolo 1

Tecnologie di Additive Manufacturing

In contrasto con i metodi di produzione convenzionali e sottrattivi, le tecnologie di Additive Manufacturing si basano sulla realizzazione di componenti tridimensionali a partire dal modello CAD 3D, mediante la sovrapposizione di più strati. Le origini della produzione additiva risalgono al 1984, in cui Charles De Hull brevettò il primo schema di fabbricazione additiva per una nuova tecnologia: SLA (Stereolitografia). Nel 1987 nacque la *Prototipazione rapida* come vera e propria realtà commerciale, con uno scopo ben preciso: realizzare prototipi funzionali e tecnici in tempi ridotti, rispettando le esigenze del consumatore. Nei primi anni '90 le nuove tecnologie ebbero le prime applicazioni: anime in sabbia per fonderia (*Rapid Casting*) e inserti per stampi (*Rapid Tooling*). Solo con l'avvento del nuovo millennio (2000), l'Additive Manufacturing iniziò a rappresentare un processo di produzione rivoluzionario su scala industriale per realizzare componenti definitivi, e non più solamente prototipi da pre-serie [6] (Fig.1).

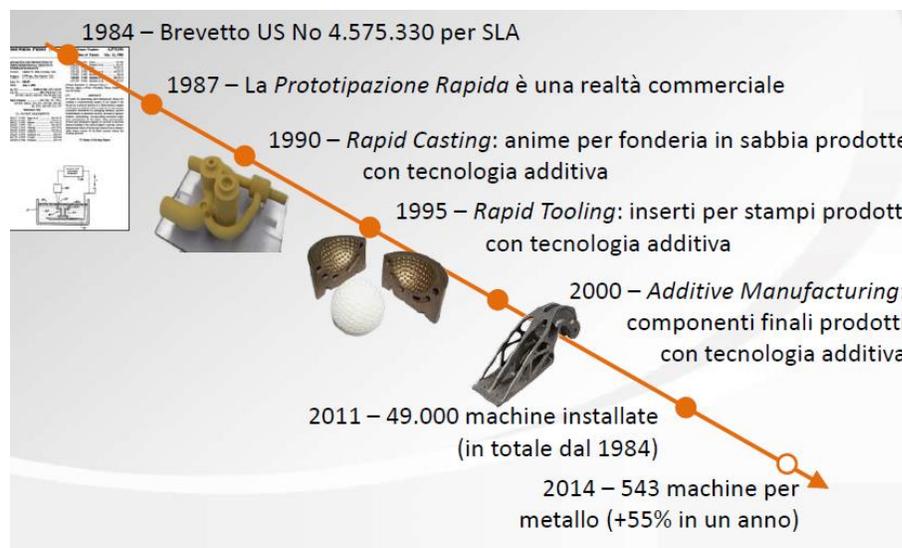


Figura 1. - Evoluzione storica di AM. [6]

Le nuove tecnologie offrono numerosi vantaggi, tra i quali la realizzazione di oggetti dal *design* complesso con l'ausilio di una sola macchina, senza l'utilizzo di stampi. Questo avviene in totale contrapposizione alle lavorazioni tradizionali (come asportazione di truciolo), in cui si ricorre ad opportuni dispositivi per mantenere fermo il pezzo [7]. Il ciclo di produzione assume una breve durata in quanto si realizzano componenti per strati ed in un solo passaggio, riducendo le operazioni di assemblaggio di post-processing. Si ha maggiore libertà di progettazione per creare strutture alleggerite e fortemente personalizzabili, con il minimo intervento da parte dell'operatore durante il processo. Questi aspetti giustificano lo sviluppo delle tecnologie in numerosi settori (biomedicale, aerospaziale, automotive, utensileria e beni di consumo), nonostante presentino anche alcuni limiti. Infatti, i processi AM possono realizzare oggetti di dimensioni ridotte, dati i ristretti volumi di lavoro delle macchine, e per produzioni in serie e non di massa. Si rintracciano sul mercato pochi materiali processabili con queste tecnologie ed il loro costo elevato è dovuto specialmente ai processi di atomizzazione [8].

Tra le molte tecnologie AM disponibili, attualmente alcune di esse sono in grado di produrre parti metalliche che soddisfano pienamente i requisiti delle applicazioni industriali: Laser Powder Bed Fusion (LPBF), Electron Beam Melting (EBM) e Direct Energy Deposition (DED) [7]. Infatti, a partire dal 2012 si è verificato un forte aumento delle vendite di sistemi AM per soddisfare tali richieste (Fig.2) [8].

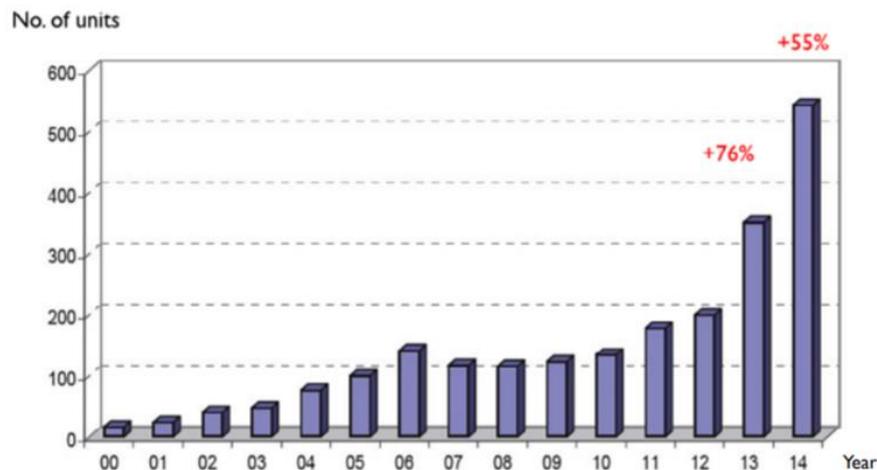


Figura 2. Vendita sistemi AM dal 2000 al 2014 [8].

Il processo AM è tradizionalmente a “circuitto aperto”, tuttavia esistono macchine integrate con opportuni sistemi di controllo, in grado di monitorare il processo e garantire una qualità migliore delle parti. Si tratta di un monitoraggio non distruttivo della pozza fusoria, ad esempio attraverso una termocamera ad infrarossi per tenere sotto controllo la temperatura della regione. Tali dati ottenuti dal monitoraggio possono essere utilizzati per regolare i parametri di processo AM a bordo macchina in tempo reale [9].

1.1. Tecnologie di Additive Manufacturing per metalli

Le tecnologie di Additive Manufacturing per metalli sono volte alla realizzazione di stampi, prototipi o componenti, ed il materiale di partenza si presenta allo stato solido o pulviscolare. Infatti, le varie tecniche possono essere classificate in base allo stato di aggregazione della materia prima. [7] Se il materiale di partenza è a base solida si tratta di deposizione a filo e la tecnologia prende il nome di Electron Beam Additive Manufacturing (EBAM), se il materiale di partenza è a base pulviscolare si hanno diverse varianti: a letto di polvere e a spruzzo di polvere. Le tecnologie a letto di polvere metalliche sono Laser Powder Bed Fusion (LPBF) ed Electron Beam Melting (EBM), la tecnologia a spruzzo di polvere è Direct Energy Deposition (DED). Inoltre, rientra anche la 3D-Printing (3DP) tra le tecnologie a base pulviscolare [6] (Fig.3).

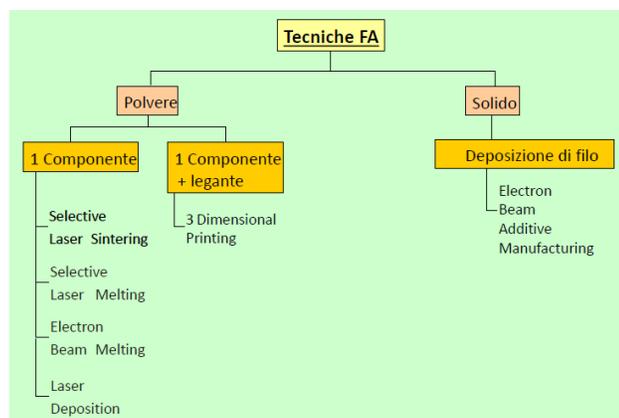


Figura 3. Tecniche FA per metalli [6].

Il presente lavoro di tesi si concentra sull’utilizzo della tecnica di Direct Energy Deposition (DED) per l’ottimizzazione dei parametri di processo della deposizione della lega di 316L.

1.1.1. Laser Powder Bed Fusion

Il processo di Selective Laser Melting (ufficialmente chiamato Laser Powder Bed Fusion) prevede la fusione delle particelle di polvere tramite una fonte energetica a fascio laser, direzionata perpendicolarmente sul letto di polvere da un sistema di specchi [10]. Questi ultimi permettono la deflessione del fascio e la scansione del singolo strato in base alla corrispondente sezione trasversale calcolata dal modello CAD 3D [11]. La polvere viene caricata sulla piattaforma di costruzione tramite apposite tramogge e la stesura dello strato di polvere nella camera di lavoro avviene per mezzo di un sistema di livellaggio, in grado di spingere la polvere in eccesso in un contenitore adiacente che serve per recuperare la polvere. Inoltre, un sistema elevatore permette di abbassare il letto di polvere di una quantità Δs , pari allo spessore dello strato, ed il movimento del sistema di livellaggio permette la stesura di un nuovo strato di polvere per la fusione selettiva mediante fascio laser (Fig. 4). La tecnologia prevede la produzione di parti complesse mediante il consolidamento di strati consecutivi di polvere. [11]

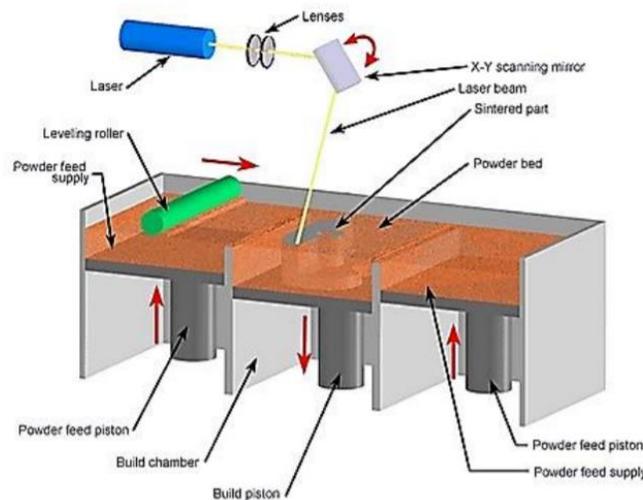


Figura 4. Schematizzazione di una tipica macchina per Laser Powder Bed Fusion [47].

Tipicamente questi processi avvengono in atmosfera protetta con gas inerte (come Argon), in modo da evitare possibili ossidazioni degli strati superficiali del materiale durante la fusione e la solidificazione degli strati di polvere. La piastra di costruzione può essere riscaldata, generalmente fino a 200 [°C] in modo da eliminare eventuale umidità della polvere ed effettuare una distensione del materiale per ridurre le tensioni residue. Per questo tipo di tecnologie sono utilizzati alcuni tipi di materiali, tra i quali si ricordano le leghe di Al, leghe di Co-Cr, leghe di Nichel.

1.1.2. *Electron Beam Melting*

L' Electron Beam Melting è una tecnologia di produzione additiva sviluppata da ARCAM in Svezia [12] e consiste in un processo a letto di polvere in cui la polvere viene caricata tramite apposite tramogge (Fig.5). Anche in questo caso, il sistema di livellamento stende la polvere in modo da generare uno strato di polvere con un determinato spessore ed un fascio elettronico provoca la fusione della sezione di interesse. Il fascio presenta una densità abbastanza alta da poter agire in maniera adeguata su una vasta gamma di metalli e leghe [12] e viene opportunamente direzionato da lenti elettromagnetiche, in grado di distribuire l'energia sull'intera regione di lavoro (lenti rappresentate in Fig. 5 con colori diversi). Per ottimizzare il processo fusorio ed evitare fenomeni di *scattering*, nella camera di lavoro si realizzano condizioni di vuoto spinto, intorno a $3 \cdot 10^{-5}$ [Pa]. Questo aspetto permette di ridurre i fenomeni ossidativi, realizzando componenti con buone proprietà meccaniche anche se a minor grado di finitura superficiale rispetto ad altre tecniche come il LPBF.

Contrariamente a quanto accade per LPBF, il processo realizza microstrutture grossolane dato che la camera viene mantenuta per tutto il processo a temperature relativamente alte, che dipendono dal materiale, generando una microstruttura più grossolana rispetto al LPBF [6], e quindi buona duttilità. Il letto di polvere, inoltre, viene mantenuto compatto in quanto la camera di lavoro è pre-riscaldata fino a temperature diverse a seconda del materiale (circa 700 [°C] per Ti64, 1100 [°C] per TiAl, 1000 [°C] per superleghe), realizzando parti

sostanzialmente con ridotte tensioni residue. In questo modo, per alcune applicazioni si può anche evitare i post trattamenti termici dopo la produzione della parte.

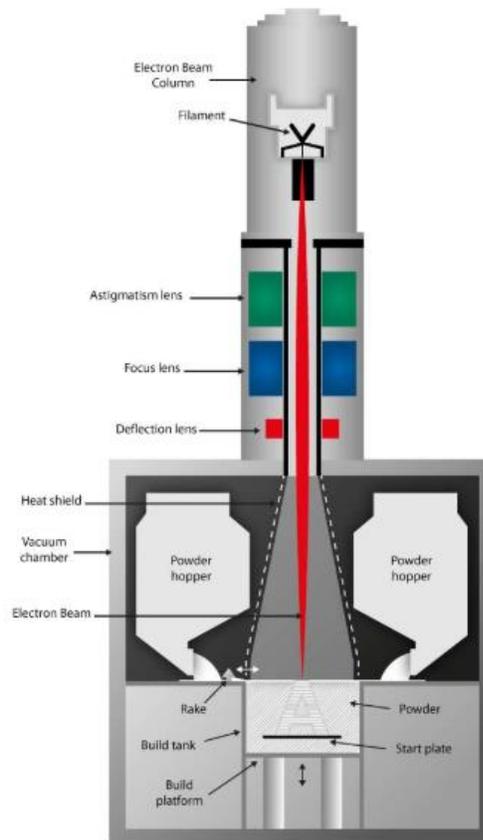


Figura 5. Schematizzazione di una tipica macchina di Electron Beam Melting [47].

1.2. Directed Energy Deposition

Dopo aver trattato gli aspetti salienti delle tecnologie a letto di polvere, si descrive la tecnologia di interesse per il presente lavoro di tesi, la Direct Energy Deposition (DED), studiata ancor prima della fusione selettiva laser date le applicazioni nel campo di *laser cladding*.

La tecnologia di Direct Energy Deposition (DED) assume diverse denominazioni ugualmente valide, come Net Engineered Laser Shaping (LENS), Directed Light Fabrication (DLF), Direct Metal Deposition (DMD), Rivestimento Laser 3D, Generazione laser, Deposizione metallica basata su laser (LBMD), Produzione laser a mano libera (LFF), Laser

Direct Casting, LaserCast, Laser Consolidation, LasForm. Essa prevede la realizzazione di parti 3D mediante la simultanea deposizione di materiale allo stato pulviscolare e fusione dello stesso tramite fascio laser. Sebbene il processo possa trattare i polimeri, i ceramici ed i compositi a matrice metallica, è prevalentemente utilizzato per polveri metalliche. Pertanto, questa tecnologia viene spesso definita Direct Metal Deposition (DMD). Fin dagli anni '90 sono comparse le prime macchine di questo tipo, con precise funzionalità: riparazione di parti danneggiate, rivestimenti superficiali. Con lo sviluppo della tecnologia, si è passati alla creazione di nuovi componenti con elevata flessibilità progettuale, stampando materiali diversi in sequenza. Infatti, questo tipo di processo permette la gestione di materiali diversi senza ricadere nella problematica di *cross contamination*, molto frequente nelle tecniche a letto di polvere [6].

Il processo si basa sul movimento della testa di deposizione in grado di realizzare una traccia di materiale rapidamente solidificata, tramite un sistema ad ugello coassiale o laterale montato su un braccio a più assi. Le linee adiacenti di materiale depositato formano gli strati, da cui avranno origine i componenti massivi, layer dopo layer (Fig.6).

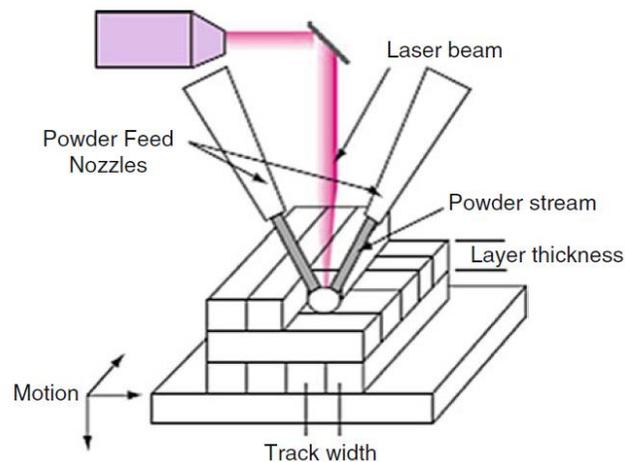


Figura 6. Schematizzazione di un tipico processo di Direct Energy Deposition a più ugelli [10].

Thompson et al. [10] definiscono la portata di polvere Q come la media della massa di particelle rilasciata dall'ugello nell'unità di tempo (variabile tra 1 e 10 [g/min]). In

particolare, la fornitura di polvere in uscita dallo stesso ugello può essere quantificata tramite il valore di *efficienza della polvere* P_e

$$P_e = \frac{A_c * S * \rho_p}{F}, [1]$$

Equazione 1

dove A_c è l'area dello scan, F la quantità di polvere inviata, S è la velocità di scansione e ρ_p è la densità della polvere. L'efficienza rappresenta il rapporto in peso tra la quantità di polvere effettivamente depositata e la quantità alimentata dal sistema, in un certo intervallo di tempo. Il suo valore dipende dalla geometria dell'ugello, dall'angolo con cui la polvere viene depositata e dalle dimensioni delle particelle in uscita. Thompson et al. [10] mostrano nel loro studio come una bassa efficienza (circa 0,1) comporti grandi quantità di polvere metallica di scarto, che si cerca di riciclare. Per questa ragione si attrezzano le macchine di opportuni sistemi in grado di recuperarne una parte, nonostante l'aumento dei costi di produzione.

L'alimentazione della polvere nella zona di interazione tra substrato e fascio laser però può avvenire in diversi modi (*coassiale ad anello continuo*, *coassiale a 4 ugelli*, *laterale a singolo ugello*), e a tal proposito Gibson et al. [10] le descrivono nel loro libro in modo dettagliato (Fig.7). Nel caso *coassiale ad anello continuo* la polvere viene introdotta in modo toroidale attorno al fascio laser, focalizzato in un punto, insieme al gas di protezione. I due principali vantaggi risiedono nella buona efficienza della polvere e protezione ai fenomeni ossidativi degli strati superficiali. L'alimentazione *coassiale a 4 ugelli* coinvolge 4 teste di ugelli separate tra loro che circondano il fascio laser focalizzato su quello che è il pool di fusione. In questo caso, il vantaggio risiede nella possibilità di realizzare elevate altezze di costruzione per componenti 3D complessi e la possibilità di alternare regioni spesse ad alcune più sottili.

L'alimentazione *laterale a singolo ugello* avviene mediante l'ugello puntato verso la regione di interazione tra laser e substrato, quindi presenta una grande semplicità dell'apparecchio

ed un costo inferiore. Inoltre, ha il vantaggio di aumentare l'efficienza di cattura della polvere rispetto al caso *coassiale multi-ugello* e la capacità di depositare il materiale in luoghi ristretti. Lo svantaggio principale, invece, è di avere la geometria del pool di fusione dipendente dalla direzione di deposizione.

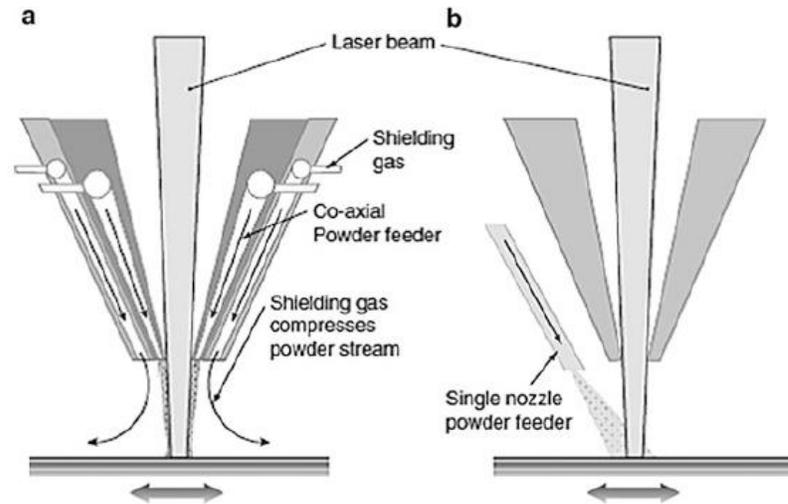


Figura 7 - (a) Alimentazione coassiale ad anello continuo, (b) alimentazione laterale a singolo ugello [10].

Inoltre, le macchine sono dotate di opportune piastre di costruzione, solitamente dello stesso tipo di materiale di quello depositato, che possono muoversi tramite CNC rispetto alla testa oppure rimanere fissate, a seconda del tipo di macchina. La camera di lavoro mantiene temperature intorno ai 200 [°C], e si aggiunge gas inerte (tipicamente Azoto o Argon), in caso di materiali particolarmente reattivi. La protezione esercitata dal gas sugli strati superficiali permette di limitare i fenomeni ossidativi superficiali e problemi di delaminazione [6].

Al fine di ottenere i materiali densi bisogna ottimizzare i parametri di processo. Essi vengono monitorati e controllati per garantire una buona qualità delle parti e la resa del componente che si intende realizzare. I parametri in questione sono: *laser power*[W], *scanning speed* [mm/min], *powder feed rate*[rpm], *hatching distance*[mm], *beam diameter* [mm] e sono fortemente variabili in base al tipo di metallo studiato ed in base alle macchine (ad esempio numero di ugelli, design di ugelli).

1.2.1. Parametri di processo

Si attribuisce grande importanza ai parametri di processo in quanto influiscono sulla qualità e sulle proprietà meccaniche del componente finale. Dato il numero di fasi in cui si articola il processo (deposizione, fusione, ritiri da solidificazione, ecc.), risulta complesso trovare un compromesso tra tutti i fenomeni legati ad esso e definire in maniera univoca un set di parametri ottimale. Per questa ragione si adotta il procedimento “*try and error*”, secondo il quale si esegue una serie di tentativi con combinazione di parametri differenti in modo da ottenere sempre una combinazione migliore della precedente. I parametri più importanti sono (Fig.8) [13]:

- Potenza laser (Laser Power LP)
- Diametro spot laser (Diameter D)
- Velocità relativa laser/ substrato (Scanning Speed SS)
- Strategia di scansione laser (Scanning Pattern SP)
- Distanza tra due tracce consecutive (Hatch Distance HD)
- Sovrapposizione tra tracce adiacenti (Overlapping O)

Tali parametri sono variabili in funzione del tipo di macchina utilizzata, delle condizioni in cui opera e delle caratteristiche che si vogliono ottenere sul pezzo lavorato.

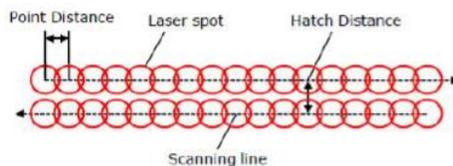


Figura 8 . Parametri di processo [13].

La *potenza del laser* [W] è un valore compreso solitamente nel range di 100-5000 [W] [9] per questo tipo di processo. Potenze ridotte permettono una maggiore precisione ma bassa velocità produttiva, in quanto determinano la fusione di regioni ristrette volta per volta lavorando a velocità più basse. Viceversa, potenze elevate consentono una maggiore rapidità nella fase produttiva trattandosi di zone fuse più estese e lavorando a velocità più

elevate, ma un minore controllo dei ritiri termici. I ritiri sono causa di porosità e quindi perdita delle proprietà meccaniche del componente finale.

Il *diametro dello spot laser* (dell'ordine del [mm]) [14] dipende dalla catena ottica e determina l'area di lavoro interessata, quindi l'estensione e la profondità del bagno fuso (Fig.9). Il diametro di uscita del fascio laser è fortemente connesso alla potenza del laser e da questi due parametri dipende la densità di potenza trasmessa al pezzo.

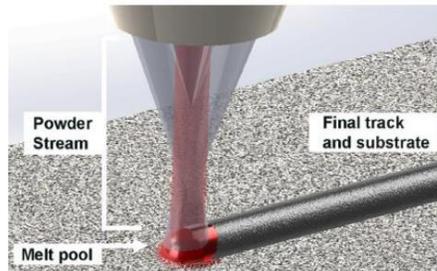


Figura 9. Bagno fuso durante la deposizione [14].

$$\text{Irradianza (I) o Densità di potenza} = \frac{P}{A_{spot}} = \frac{P}{\pi \frac{D^2}{4}} \left[\frac{W}{mm^2} \right], [15]$$

Equazione 2.

dove P è la potenza del laser [W], D è il diametro dello spot del laser [mm].

La *velocità di scansione* relativa laser/substrato (dell'ordine di 1-20 mm/s) [9] determina il tempo impiegato per la produzione diretta di un componente. In questo tipo di tecnologia, l'aumento della velocità di avanzamento comporta i medesimi effetti di un abbassamento di potenza del fascio laser. Infatti, il valore energetico in ingresso nel substrato diminuisce a causa del tempo ridotto di permanenza del laser, il melt-pool di fusione si restringe ed il raffreddamento diventa più rapido. Per tale ragione, in caso di aumento della velocità di scansione, viene suggerito di modificare il parametro impostato della potenza del laser [10].

La *strategia di scansione laser* rappresenta il parametro di processo utile per definire il percorso controllato del laser durante la deposizione. Le diverse strategie hanno effetti differenti sull'impatto del fascio sulla polvere, sulla temperatura raggiunta, sul

trasferimento di calore, sul ritiro della parte a seguito della solidificazione [16]. Shamsei et al. [17] descrivono nel loro studio l'importanza di sovrapporre strati con diversa orientazione, in modo da ridurre le tensioni interne residue del componente finale e migliorarne le prestazioni meccaniche. In generale, essi si concentrano sui quattro schemi di deposizione più comuni (modelli unidirezionali, modelli bidirezionali, modelli a spirale in ingresso e uscita, modelli a zig-zag), impiegati nelle tecnologie additive (Fig.10).

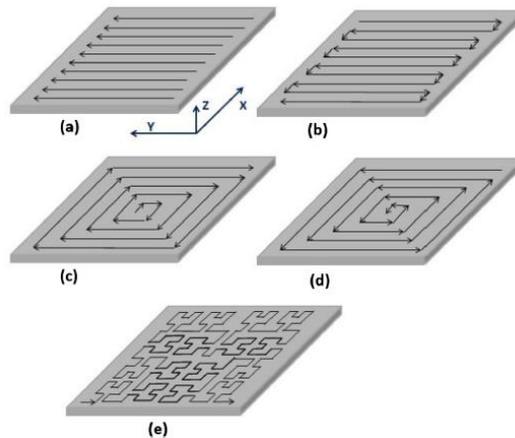


Figura 10. strategie di scansione differenti: (a) monodirezionali, (b)bidirezionali, (c) spirale in uscita, (d)spirale in ingresso, (e) zig-zag [17]

Il modello monodirezionale rappresenta la strategia di deposizione più comunemente utilizzata per la sua facilità di implementazione. Il percorso di scansione laser non dipende dalla forma della parte fabbricata e quindi è possibile realizzare una grande varietà di geometrie. I modelli a spirale dipendono dal punto di partenza della deposizione e possono ridurre il livello di distorsione del componente fino ad un terzo di quello indotto dal modello bidirezionale. I modelli a zig-zag e a spirale hanno i vantaggi di fornire maggiore precisione geometrica ed un minor consumo energetico. Tuttavia, Shamsei et al. [17] descrivono come i percorsi dotati di angoli quadrati (come zig-zag) possono comportare la formazione di difetti interni, contrariamente ai percorsi ad arco (come a spirale) che permettono la produzione di parti con qualità superiore.

La *hatching distance* rappresenta la distanza tra due tracce consecutive parallele e rappresenta un parametro fondamentale per definire il grado di densità del componente

finale. Il suo valore è strettamente legato al diametro dello spot del laser e, quindi, la larghezza L della traccia depositata. Infatti, un loro aumento determina una riduzione di HD, un incremento della sovrapposizione delle pozze fusorie (*overlapping*) e minore porosità negli strati superficiali [16]. Servendosi di alcuni dei parametri fino ad ora descritti, è possibile ricavare la densità energetica E_A ,

$$\text{Densità energetica} = \frac{P}{U \cdot SP} \left[\frac{J}{\text{mm}^2} \right], [10]$$

Equazione 3

dove P è la potenza del laser [W], U la velocità di scansione [mm/s], SP è la distanza tra le due passate consecutive parallele [mm]. In questo modello semplificato, l'energia applicata aumenta al crescere della potenza del laser e diminuisce al crescere della velocità e della distanza [10].

L'*overlapping* è espresso in termini percentuali e indica la sovrapposizione di tracce consecutive (Fig.11). Il suo valore, se adeguatamente impostato, permette di ottenere una buona uniformità negli strati depositati. Infatti, il suo valore incide anche sullo spessore dello strato e sulle lavorazioni di finitura che si intende fare a livello superficiale, qualora non si ottenga l'omogeneità richiesta [18]. Si deve cercare di mantenere la percentuale di *overlap* ad un valore medio, in quanto se basso potrebbe comportare porosità in corrispondenza delle zone concave, se alto un accumulo di materiale eccessivo.

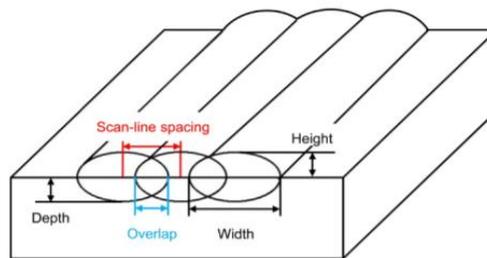


Figura 11. Schema semplificato della sovrapposizione delle varie deposizioni [18].

Si definisce l'*Energia specifica* come un parametro utile per quantificare il rilascio di energia per unità di materiale,

$$E = \frac{P}{2*r_b*V_{beam}} \left[\frac{J}{mm^2} \right], [9]$$

Equazione 4.

dove P è la potenza del laser [W], r_b è il raggio del fascio laser [mm], V_{beam} è la velocità trasversale del fascio[mm/s]. Il valore energetico risulta utile per definire lo spessore del layer che si intende depositare e può essere espresso anche in termini volumici [J/mm³], sostituendo l'area dello spot laser al raggio.

È possibile stimare il *tempo di interazione laser-particelle*,

$$t_e = \frac{2*r_b}{V_{beam}}, [9]$$

Equazione 5.

dove r_b è il raggio del fascio laser [mm], V_{beam} è la velocità trasversale del fascio [mm/s]. Il tempo di esposizione (compreso solitamente tra 0,2 e 8 [ms]) rappresenta l'intervallo in cui le particelle subiscono un innalzamento repentino della temperatura, e arrivano a fondersi o evaporare a causa dell'eccessiva potenza trasferita [9].

Bertoli et al. [19] nel loro studio descrivono un metodo con cui è possibile osservare il processo di interazione: la registrazione video ad alta velocità, ossia uno strumento in grado di studiare fenomeni fisici che altrimenti rimarrebbero sconosciuti. Infatti, diventa possibile rilevare l'assorbimento energetico del laser da parte del materiale depositato e l'interazione laser-polvere durante lo stadio iniziale di fusione. Inoltre, le registrazioni permettono di osservare nel dettaglio la dinamica di trascinamento delle particelle nel *melt-pool*, causa di probabili porosità. Anche Thompson et al. [9] si servono di immagini ad alta risoluzione

per analizzare l'intervallo di tempo in cui le particelle sono prossime alla fusione, prima di essere parte integrante del bagno fuso. Terminato questo intervallo, le particelle fondono istantaneamente, raggiungendo in meno di 10^{-4} secondi la temperatura della zona termicamente alterata circostante. Questo aspetto è influito dalla grandezza delle polveri, in quanto più sono fini più risulta rapida la fase di surriscaldamento e solidificazione della parte, e si evitano ostruzioni nella fuoriuscita dall'ugello (Fig.12).

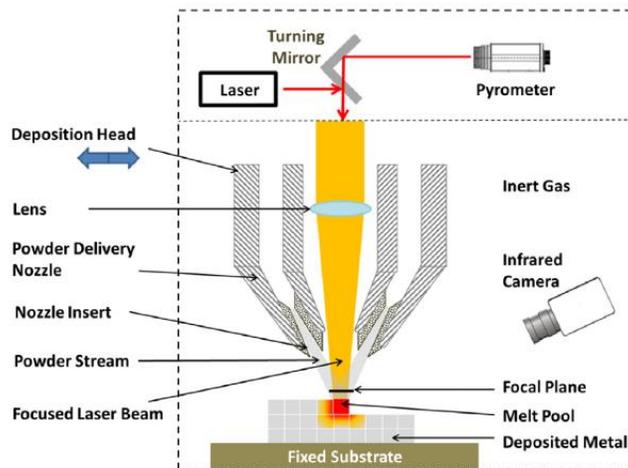


Figura 12. Formazione del melt-pool, con monitoraggio termico [9]

1.2.2. Caratteristiche del pozzetto di fusione

Il pozzetto di fusione è la regione in prossimità dell'interfaccia laser/materiale, con una caratteristica forma a gocciolina semi-sferica, che si muove alla velocità di scansione del laser sul substrato (Fig.13). Il bagno di metallo fuso è l'origine del componente finito ed è per questa ragione che la sua morfologia, temperatura e comportamento sotto effetto fusorio sono di fondamentale importanza per la qualità del pezzo. Infatti, incide sulle tolleranze dimensionali, sulla microstruttura ed eventuali stress residui rimasti nel pezzo massivo in fase di solidificazione [9]. Il bagno fuso descritto non differisce molto da quello generato per saldatura laser, con l'unica differenza che il flusso continuo di polveri iniettato complica l'analisi delle temperature e provoca instabilità per gli spruzzi di polvere. Le

particelle, infatti, interferiscono con il laser incidente, limitandone la sua azione sulla parte da fondere.

Griffith et al. [20] dimostrano nel loro studio come particelle di piccole dimensioni di Inconel625 (-325 mesh) permettano di ottenere lavorazioni con un bagno fuso più stabile. Invece, particelle di dimensioni maggiori (da -80 a +325 mesh) provochino un'elevata instabilità della superficie libera del bagno fuso. L'agitazione della superficie del pool di fusione è stata attribuita al movimento delle particelle più grandi e quindi movimenti di oscillazione lungo la superficie libera [9].

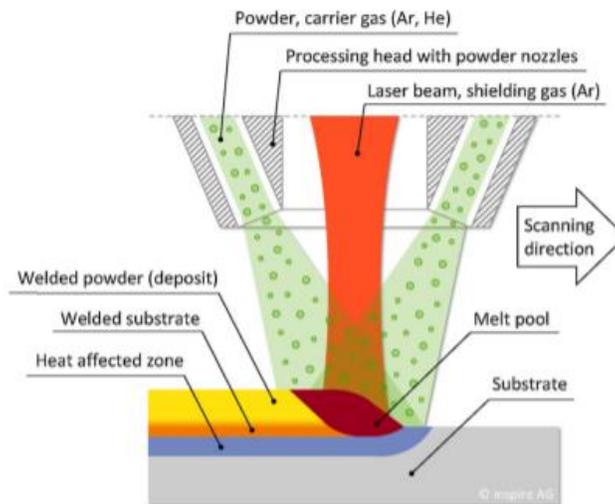


Figura 13. Melt pool e zona termicamente alterata [45].

Il bagno fusorio rappresenta una regione ad alto gradiente termico, con variazioni rilevanti in prossimità dell'incidenza del fascio laser e variazioni più lineari lungo il bordo di uscita. Infatti, nell'intorno del fascio laser si rileva un netto incremento della temperatura per effetto del cambiamento di fase in atto, contrariamente alle regioni più esterne in cui la parte appena fusa incontra quella solida circostante. Le variazioni di temperatura sono dovute al trasferimento di calore che avviene per conduzione lungo la zona termicamente alterata (ZTA), regione in prossimità della deposizione che risente dell'elevata temperatura raggiunta durante il processo sottoforma di variazioni di microstruttura e di proprietà

meccaniche. Il calore si disperde nel substrato e causa talvolta fenomeni di rifusione per valori molto alti di potenza del laser_[9] (Fig.14). Il monitoraggio della velocità di raffreddamento permette di controllare la microstruttura finale (granulometria e orientamento) e ridurre al minimo distorsioni e stress residui, fortemente correlati al fenomeno.

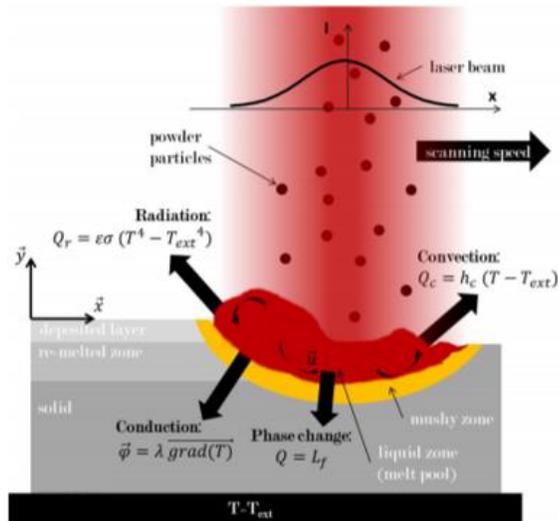


Figura 14. Trasferimento di calore e variazione temperatura nel melt-pool [22]

1.3. Microstruttura e caratteristiche dei pezzi prodotti per DED

Un gran numero di variabili e parametri di processo entrano in gioco per la definizione della microstruttura finale del componente, quindi diventa difficile fare previsioni a riguardo. Tuttavia, Shamsei et al. [17] nel loro studio hanno definito due variabili R e G legate alle variazioni microstrutturali, definite come:

$$R = \frac{\text{velocità di raffreddamento}}{\text{gradiente termico}}, [17]$$

$G = \text{gradiente di temperatura nell'interfaccia (solido - liquido)}, [17]$

Equazioni 6

Il loro rapporto G/R influenza la forma dell'interfaccia solido-liquido mentre il loro prodotto $G \times R$ (velocità di raffreddamento) influenza le dimensioni microstrutturali. L'aumento di $G \times R$ rende la microstruttura più fine, promuovendo la transizione da morfologia colonnare a quella equiassica. Al contrario, un aumento del rapporto G/R comporta la formazione di strutture colonnari.

Pinkerton et al. [21] hanno descritto nel loro studio come la microstruttura possa essere influenzata anche dal tipo di atomizzazione eseguita inizialmente sulla polvere. Infatti, particelle realizzate con raffreddamento ad acqua assumono forme irregolari, sfaccettate ma per questo più inclini all'assorbimento energetico del laser. Di conseguenza, si raggiungono temperature maggiori nel pool di fusione ed il raffreddamento prevede intervalli di tempo più lunghi. La microstruttura ottenuta risulta di tipo dendritico e molto più fine di quella che si sarebbe ottenuta con polvere atomizzata a gas.

La distribuzione dinamica della temperatura nel componente in fase di solidificazione determina tensioni residue. Si definisce *stress residuo* "lo stress in un corpo a riposo ed in equilibrio, dopo aver raggiunto una temperatura uniforme ed in assenza di forzanti esterne e di massa." Tensioni di questo tipo spesso sono accompagnate da una forte anisotropia interna e possono causare dei bruschi crolli delle proprietà, come resistenza a trazione e a fatica [17]. Il controllo dello stress termico deve essere effettuato per gestire le variazioni microstrutturali, indotte dal riscaldamento non uniforme della parte, e a tal proposito diversi studi hanno permesso ciò. Benoit de La Batut et al. [22] hanno eseguito un modello matematico per determinare le condizioni di processo DED e poterlo monitorare e controllare online. Inoltre, Fergani et al. [23] hanno presentato il primo modello analitico di previsione delle tensioni residue nei processi AM. Generalmente il rimedio più efficace è rappresentato dalla riduzione dei gradienti termici locali mediante una ottimizzazione dei parametri di processo [17], trattata nel dettaglio nel Paragrafo 2.2.1. È possibile variare la potenza del laser e la velocità di scansione trasversale (Fig. 15), preriscaldare il substrato, selezionare un'adeguata strategia di scansione laser

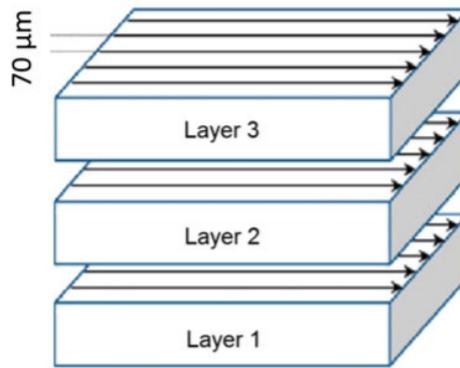


Figura 15. Esempio di strategia di scansione di AISI 316L. [23]

1.3.1. Ottimizzazione dei parametri di processo

L'ottimizzazione dei parametri di processo ha una diretta conseguenza sul livello di porosità nel componente che si intende realizzare. Infatti, solitamente si possono rintracciare pori di forma circolare (dovuti a gas rimasto intrappolato) e di forma irregolare (dovuti a parametri di processo non ottimali). Per tale ragione, valori adeguati di Potenza del laser, Velocità di scansione, Hatchind Distance (distanza tra passate adiacenti) e Z- step (distanza tra layer successivi) diventano necessari per controllare questo fenomeno e non perdere le proprietà meccaniche finali. Inoltre, l'ottimizzazione dei parametri ha un forte impatto sulla microstruttura, nonostante la morfologia del grano sia indubbiamente influenzata dal tipo di materiale trattato. Energie inferiori dovute ad un'attenuazione del raggio laser determinano grani equiassici più fini, contrariamente alle energie superiori che producono grani colonnari e microstrutture più grossolane. Una variazione microstrutturale comporta una variazione del comportamento meccanico, quindi è importante ottimizzare il processo DED in modo da realizzare componenti con il minor numero di difetti e migliori prestazioni [17].

Si agisce, ad esempio, sulla *riduzione delle dimensioni* in quanto il processo è influenzato da molti parametri che interagiscono tra loro, quindi si cerca di ridurre la dimensione dei modelli di processo. Si dividono, infatti, i parametri adimensionalizzati in gruppi più ristretti e si cerca di analizzarli per determinare il loro ruolo sul processo DED. A tal

proposito, si possono ottimizzare coppie di parametri tramite *mappe di processo* facili da implementare, come è stato effettuato nel presente lavoro (Fig.16) in cui si è scelto di indicare con il colore verde il livello di accettabilità alta, arancione il livello medio e rosso il livello alto. Esse permettono di analizzare le sezioni dei campioni al variare della Potenza del laser [W] e della Velocità di rotazione del powder feeder [rpm], e separare i risultati ottenuti tramite opportune colorazioni (rossa-arancio-verde). Le mappe di processo sono state sviluppate per fare previsioni sulla dimensione del pozzetto di fusione, per qualsiasi combinazione di variabili di processo DED. Le previsioni vengono raccolte in un singolo diagramma e si sviluppano analisi transitorie per tenere conto degli aspetti dinamici.

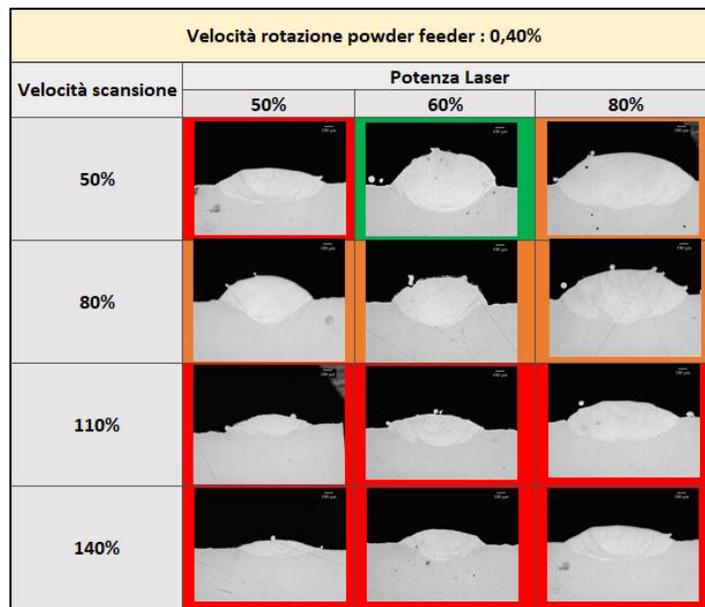


Figura 16. Esempio di mappa di processo di SST di AISI 316L per ottimizzazione dei parametri di processo nel presente lavoro di tesi.

Capitolo 2

Acciai inossidabili

Gli acciai inossidabili sono leghe ferrose con contenuti di cromo $\geq 10,5\%$ e di carbonio $\leq 1,2\%$ [24], caratterizzate da buone proprietà meccaniche e ottime resistenze ai fenomeni corrosivi [25]. La percentuale di cromo si mantiene alta per renderli inossidabili, contrariamente alla percentuale di carbonio mantenuta bassa per la forte tendenza a formare carburi di cromo. In particolare, per questo tipo di acciai si parla di “strato passivato”, ossia uno strato superficiale sottile e trasparente in grado di resistere alla corrosione, se posto a contatto con l’ossigeno di aria o acqua [24]. Gli acciai, se posti in un ambiente ossidante, innescano un processo di auto-passivazione mediante la reazione tra cromo superficiale (in percentuale $\geq 10,5\%$, secondo norma EN 10020 [25]) e ossigeno

Altre importanti proprietà sono rappresentate da una buona resistenza al calore, basso costo di manutenzione, buon rapporto resistenza/peso e facilità nella fabbricazione.

Gli acciai inossidabili si dividono in cinque grandi famiglie (Fig.17):

- Austenitici
- Ferritici
- Martensitici
- Austeno-ferritici (*duplex o bifasici*)
- Indurenti per precipitazione o PH (*Precipitation Hardening*)

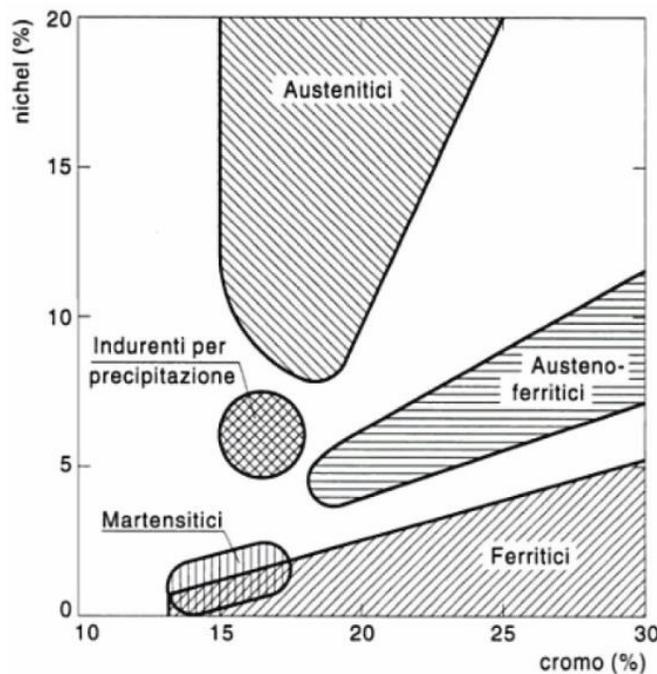


Figura 17. Classificazione degli acciai inox [46]

Gli acciai *austenitici* sono costituiti da ferro, cromo e nichel, con carbonio $< 0,1\%$, e sono i più conosciuti e diffusi. Infatti, essi rappresentano gli acciai inossidabili utilizzati a livello mondiale per una percentuale superiore al 65% [24]. Per questo tipo di materiale ci sono diversi tipi di impiego: lavorazioni di deformazione plastica a freddo (imbutitura, saldabilità), lavorazioni per asportazione di truciolo [25]. Essi possono subire leggere variazioni a livello composizionale per migliorare alcune caratteristiche: l'aggiunta di Cr-Ni aumenta la resistenza termica, l'aggiunta di N aumenta la resistenza anche a basse temperature, l'aggiunta di C migliora le proprietà meccaniche, l'aggiunta di Mo aumenta la resistenza alla corrosione, l'aggiunta di Ti evita la corrosione intergranulare dopo la saldatura [24].

Gli acciai *ferritici* sono leghe ferro-cromo, con carbonio $< 0,1\%$ [24] e cromo variabile tra 16-28%. Essi hanno la particolarità di non poter migliorare le proprietà meccaniche per mezzo di trattamenti termici. Sono acciai saldabili (puntatura e rullatura), sono largamente impiegati per deformazioni plastiche a caldo e a freddo, possono essere lavorati nelle macchine utensili [25]. Anche per questo tipo di acciai possono essere aggiunti elementi di

lega: ad esempio Cr e Mo per migliorare la resistenza alla corrosione, o il Ti per migliorare la saldabilità.

Gli acciai *martensitici* sono acciai al solo cromo (compreso tra 11-18%), con piccole percentuali di nichel. Essi possono essere temprati e aumentare il valore di carico di rottura, carico di snervamento e durezza post trattamento termico_[25]. Galietti et al. [26] li descrivono come acciai aventi buona resistenza alla corrosione e proprietà meccaniche elevate, data la presenza di martensite a temperatura ambiente. Gli acciai martensitici sono largamente impiegati in applicazioni di tipo strutturale e per deformazioni plastiche (specialmente a caldo). In particolare, su questo tipo di acciai vengono eseguite prove termiche a fatica per valutare il loro comportamento. Si tratta di test molto dispendiosi in termini di tempo e basati sul monitoraggio della temperatura superficiale e variazione di fase del segnale termografico.

Gli acciai *duplex* sono leghe ferro-cromo-nichel, a struttura bifasica costituita da austenite e ferrite. La morfologia delle singole fasi, il rapporto tra di esse ed il bilanciamento tra elementi austenitizzanti (principalmente Ni, Mn, N) e ferritizzanti (Cr, Mo) determina il comportamento di lega.[27]. Sono acciai ad alta resistenza alla corrosione e stress-corrosion e presentano proprietà meccaniche superiori a quelle dei ferritici e austenitici. Essi presentano, infatti, carichi di rottura, carichi di snervamento e resistenza a fatica abbastanza elevati.

Gli acciai *indurenti per precipitazione* sono acciai con buona resistenza alla corrosione. In particolare, essi sono in grado di aumentare le proprietà meccaniche mediante trattamenti termici di invecchiamento, ossia precipitazione di seconde fasi all'interno della matrice metallica. In questo modo è possibile distorcere il reticolo cristallino di partenza e ostacolare lo scorrimento di dislocazioni_[25].

2.1 Acciaio AISI 316L per tecnologia tradizionali

L'acciaio inossidabile AISI 316L è un acciaio inossidabile di tipo austenitico, con una percentuale di cromo $\leq 18\%$, nichel $\leq 14\%$ e molibdeno $\leq 3\%$ che permette la formazione di carburi di molibdeno. Sono presenti altri elementi di lega in misura inferiore. Si tratta di un acciaio a basso tenore di carbonio (solitamente $< 0,08\%$) ma possono rintracciarsi anche acciai inox dolci (con $C < 0,03\%$) (Tabella 1).

Composizione chimica tipica %							
EN	ASTM	C	N	Cr	Ni	Mo	Altri
14.404	316L	0,02	\	17,2	10,1	2,1	\

Tabella 1. Composizione chimica 316L [29]

La presenza delle fasi austenitica e ferritica (seppur molto ridotta) nell'acciaio 316L è confermata dallo studio condotto da Feng et al. [28], in cui viene analizzata la microstruttura della saldatura basata principalmente su austenite e δ -ferrite (Fig. 18).

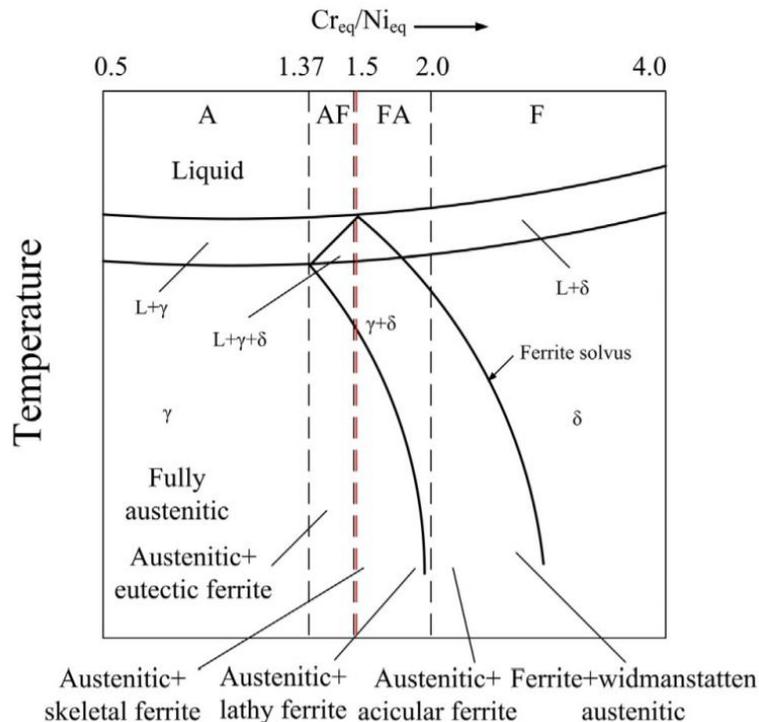


Figura 18. Composti chimici dipendenti dalle modalità di solidificazione in acciaio austenitico [28]

La presenza della doppia fase dipende dalla modalità di solidificazione della saldatura e, come dimostra il grafico di Fig. 28, dal rapporto tra il numero di $[Cr]_{eq}$ e $[Ni]_{eq}$. Essi sono calcolati a partire dalla composizione chimica del metallo e tramite essi è possibile utilizzare il diagramma di Schaeffler. Dopo essere entrati nel diagramma, è possibile determinare il contenuto ridotto di fase ferritica (compresa tra 0% in peso e 5% in peso) (Fig.19).

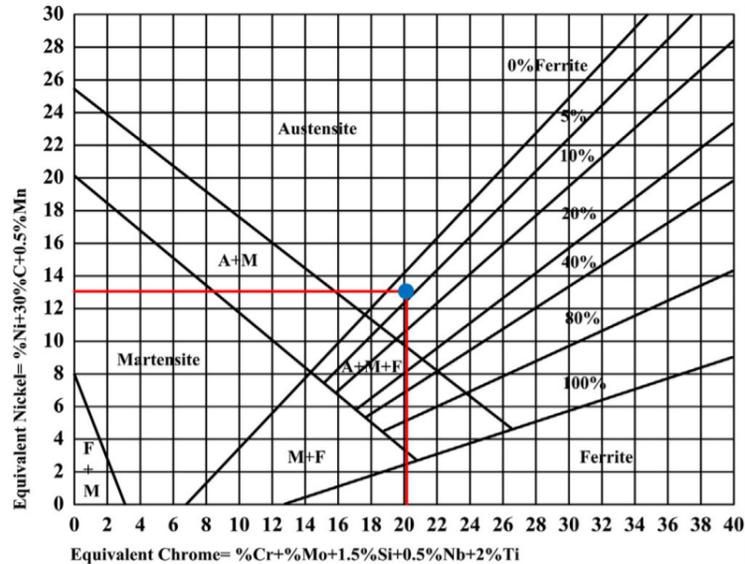


Figura 19. Diagramma di Schaeffler di AISI 316L [28].

L'acciaio 316L può essere stabilizzato mediante l'aggiunta di elementi di lega, come (Ni, Cr, Ti, Nb, Ta) per evitare corrosioni, anche se l'aggiunta di elementi pregiati lo rende uno tra i più costosi acciai di uso comune [29]. Si tratta di un acciaio con precise caratteristiche meccaniche: elevata durezza e tenacità, elevata resistenza a corrosione, ed alta lavorabilità. Presenta un basso carico di resistenza a rottura e resistenza a trazione anche alle alte temperature e questo determina l'ampia gamma di sue applicazioni: campo aerospaziale, medicale, energetico e marino [30] (Tabella 2).

Tabella 2. Proprietà meccaniche valori tipici a 20°. [29]

Proprietà Meccaniche Valori tipici a 20°C					
		Tensione di snervamento	Tensione di rottura	Allungamento	Durezza
EN	ASTM	Rp02 [MPa]	Rm [MPa]	A5%	HB
14.404	316L	280/290	570/590	55	165

L'acciaio 316L e gli altri acciai inox austenitici solitamente sono trattati in modo tale che la loro struttura sia interamente austenitica, quindi in assenza di seconde fasi. La fase austenitica però è metastabile e può dar vita a *carburi di cromo* (addensati solitamente a bordo grano) e *martensite*. I carburi di cromo ostacolano lo scorrimento delle dislocazioni e possono ridurre la duttilità, contrariamente alla martensite che può far accrescere le proprietà meccaniche. Talvolta, possono formarsi anche *ferrite* in piccole quantità o *fasi intermetalliche* (come ad esempio la fase sigma σ , 50% di Cr e 50% di Fe), che provocano l'infragilimento dell'acciaio e la perdita di resistenza alla corrosione. La presenza di elementi alliganti però non sempre costituisce un aspetto negativo, anzi essi possono svolgere un'azione stabilizzante. Ad esempio il Nichel, se utilizzato in quantità opportune, può stabilizzare la fase austenitica oppure determinare un fenomeno di ripassivazione. Il Cromo è l'elemento fondamentale per la formazione dello strato di ossido resistente alle alte temperature e il Molibdeno, se combinato con il Cromo, può stabilizzare lo strato inerte in presenza di cloruri. [31].

Generalmente l'acciaio 316L è impiegato per la realizzazione di parti mediante tecnologie convenzionali come fusione, forgiatura, estrusione che non permettono la costruzione di parti di geometria complessa con costi moderati. Inoltre, il componente deve essere ulteriormente finito a seguito delle lavorazioni, e quindi si aggiungono costi ulteriori. Quest'ultimo aspetto, unito alla grande diffusione del suo impiego e buona disponibilità in forma pulviscolare per tecnologie additive hanno determinato il suo inserimento nel settore di Additive Manufacturing. Infatti, ci sono state diverse pubblicazioni scientifiche concentrate sullo studio della microstruttura, dei parametri di processo ottimali, delle proprietà meccaniche di componenti di acciaio 316L realizzati mediante tecnologia Direct Energy Deposition [30].

2.2. Acciaio AISI 316L per tecnologie additive di DED

La tecnologia additiva ha permesso di rivoluzionare la produzione di prodotti metallici in piccoli lotti, riducendo il tempo e le spese associate alle procedure e attrezzature intermedie.

Si tratta di tecnologie che possono essere implementate per eseguire operazioni di riparazione, che altrimenti richiederebbero la fabbricazione di pezzi di ricambio o stampi. Tecnologie come la Direct Energy Deposition, inoltre, permettono di realizzare parti metalliche complesse e migliorare la competitività di imprese manifatturiere. L'acciaio inossidabile, in generale, ha elevate proprietà meccaniche, ottima saldabilità e migliori prestazioni ad alte temperature di altri acciai, e questo lo rende particolarmente adatto per la deposizione diretta in campo sperimentale [32].

Diversi studi sono stati effettuati su componenti realizzati per deposizione diretta di 316L in grado di spiegare come l'ottimizzazione di parametri di processo permetta di ottenere una bassa percentuale di porosità e una morfologia particolare. Ad esempio, Zhang et al. [32] descrivono strutture dendritiche crescenti a partire dal substrato e una forte anisotropia delle proprietà meccaniche. Quest'ultima è dovuta ad una microstruttura diversa a seconda dei layer, equiassica negli strati superficiali del pezzo massivo, e più grossolana nelle regioni di interfaccia tra uno strato e l'altro a causa di un diverso *cooling rate*, come descritto da Majumdar et al. [33]. La variazione della velocità di scansione (2 [mm/s] e 10 [mm/s]) ha un effetto impattante sulle proprietà meccaniche e sulla forma geometrica che si ricava [32], infatti per valori più bassi le strutture dendritiche appaiono più grossolane, per valori più elevati diventano più fini (Fig. 20).

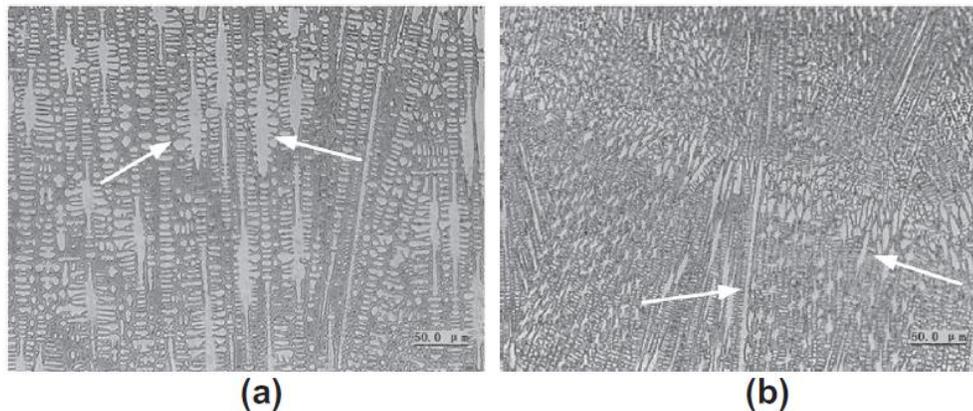


Figura 20. Micrografie di 316L con tecnologia DED a diverse velocità di scansione: (a) 2 mm/s, (b) 10 mm/s che mostrano rilevanti variazioni microstrutturali [32].

A livello microstrutturale, invece, Zietala et al. [34] hanno studiato il diagramma di Schaeffler che ha permesso di rilevare la presenza di una doppia fase (Fig.21).

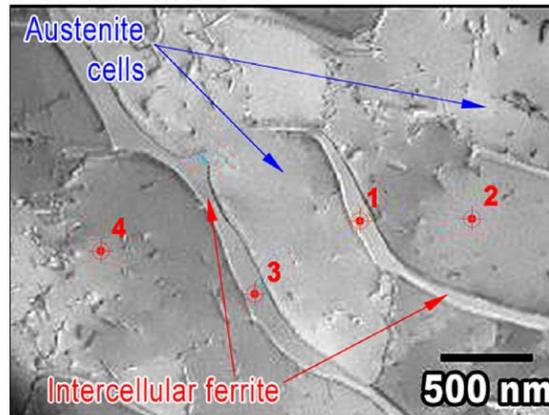


Figura 21. Austenite e ferrite in 316L per DED [34]

In particolare, una fase intermetallica δ ferritica ai bordi di grano ed una fase austenitica all'interno di essi ed è proprio la ferrite a fare la differenza. Infatti, quest'ultima si rintraccia in contenuti estremamente ridotti nei campioni di 316L prodotti con le tecnologie convenzionali, contrariamente ai campioni realizzati con tecnologie additive. La ferrite in questo caso permette di migliorare le proprietà meccaniche e anti-corrosive. Inoltre, Yadollahi et al. [35] hanno analizzato l'influenza del Δt tra una deposizione e l'altra di acciaio 316L sull'evoluzione microstrutturale, proprietà meccaniche e andamento delle temperature. In particolare, intervalli di tempo più lunghi implicano velocità di raffreddamento più elevate e quindi microstrutture più fini, maggiore resistenza a rottura, maggiore durezza HV e minore allungamento a rottura. Intervalli più ristretti, invece, determinano microstrutture più grossolane, resistenza a rotture inferiore, durezza inferiore HV e maggiore allungamento a rottura (Fig. 22).

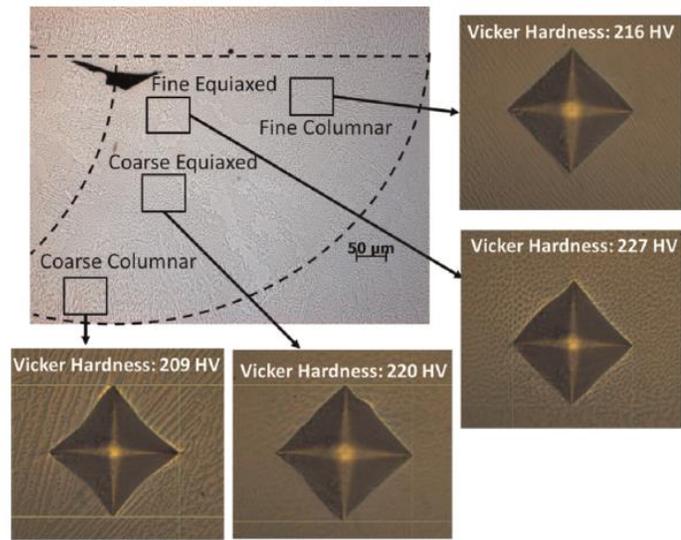


Figura 22. Variazioni microstrutturali (grani fini, grossolani), (equiassici, colonnari) in un melt-pool dello stesso layer [35].

Capitolo 3

Materiali e procedure sperimentali

3.1. Acciaio 316L di tipo commerciale

Si tratta di un acciaio inossidabile austenitico prodotto mediante atomizzazione a gas con tecnologia EHS e presenta le seguenti caratteristiche [36]:

- Buona resistenza alla corrosione
- Ottima tenacità, mantenuta anche alle temperature criogeniche
- Materiale non magnetico

La composizione chimica della lega AISI 316L è mostrata in Tabella 3 [36].

Tabella 3. Composizione chimica lega AISI 316L secondo la scheda tecnica n. [36].

<i>Fe</i>	<i>Cr</i>	<i>Ni</i>	<i>Mo</i>	<i>Mn</i>	<i>Co</i>	<i>Si</i>	<i>P</i>	<i>S, C</i>	<i>O</i>	<i>N</i>
<i>Bilanciato</i>	16-18	12-14	2-3	< 2	< 0,099	< 0,75	< 0,045	< 0,03	< 0,3	< 0,1

3.2. Macchina DED e le sue parti

Un certo numero di aziende ha sviluppato macchine DED che usano il laser ed alimentatori di polvere diversi tra loro e, sebbene l'approccio generale sia lo stesso, le differenze tra queste macchine includono variazioni importanti nei parametri di processo. Ad esempio, la potenza del laser, le dimensioni spot laser, il tipo di laser, il metodo di consegna polvere,

il metodo di erogazione del gas inerte, lo schema di controllo dei feedstock ed il tipo di controllo del movimento effettuato dalla macchina CNC in questione [10].

I campioni analizzati nel presente lavoro di tesi sono stati realizzati mediante un prototipo di macchina DED, realizzato da Prima Industrie S.p.A. nell'ambito del progetto Borealis (Fig.23).



Figura 23. Prototipo di macchina per Direct Energy Deposition

Il prototipo è integrato da alcune parti commerciali: la testa di deposizione, il sistema di alimentazione della polvere (*powder feeder*), il laser commerciale YLS-3000 ed un sistema di controllo computerizzato, realizzato da Prima Electro. I parametri macchina, infatti, sono impostati a bordo macchina tramite un pannello di controllo (Fig. 24), che regola la movimentazione della testa di deposizione ed i vari comandi. Infatti, è possibile gestire l'apertura e la chiusura dello *shutter*, l'accensione e spegnimento del laser, l'avvio del percorso utensile. Quest'ultimo si basa sui vari parametri di processo, opportunamente stabiliti dal file di testo caricato (*Part Program*).

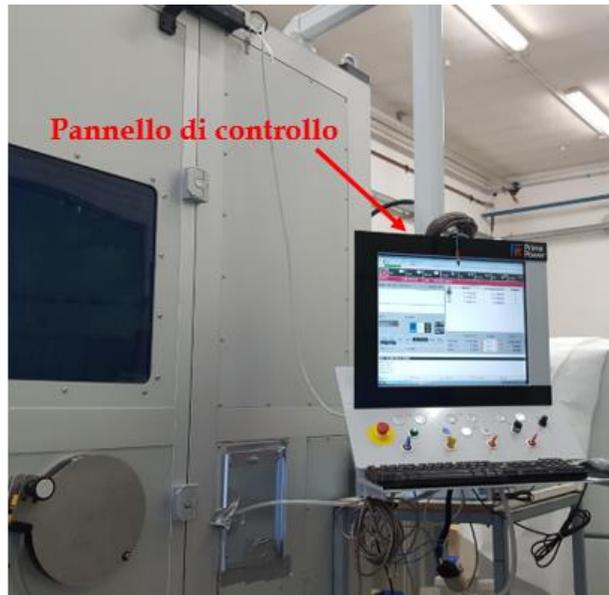


Figura 24. Pannello di controllo a bordo macchina.

La testa di deposizione è costituita a sua volta da diversi componenti: il blocco centrale (*mainfold block*, Fig 25-a), un sistema di tubi di trasporto della polvere mediante *carrier gas*, un sistema di ugelli coassiale ad anello discontinuo (Fig. 25-b). In aggiunta è presente un sistema di tubi in cui circola acqua, per evitare eccessive sollecitazioni termiche interne agli ugelli dovute al processo stesso. Nel prototipo sono presenti quattro ugelli distinti, disposti in modo coassiale rispetto al fascio laser. Quest'ultimo viene fatto passare attraverso lo *shutter* e la lente di collimazione, dopo aver raggiunto l'energia necessaria segnalata da una opportuna spia luminosa lampeggiante. Il fascio collimato incide su uno specchio a 45° e attraversa la lente di focalizzazione per arrivare al substrato. Inoltre, tra il condotto di erogazione della polvere e la zona interessata dal fascio laser, si aggiunge solitamente un canale previsto per il gas di protezione, *shielding gas* (azoto o argon). Nel caso di studio, è stato aggiunto un dispositivo (*diffuser*) per schermare la superficie appena depositata da ossidazioni, in modo localizzato mediante azoto.

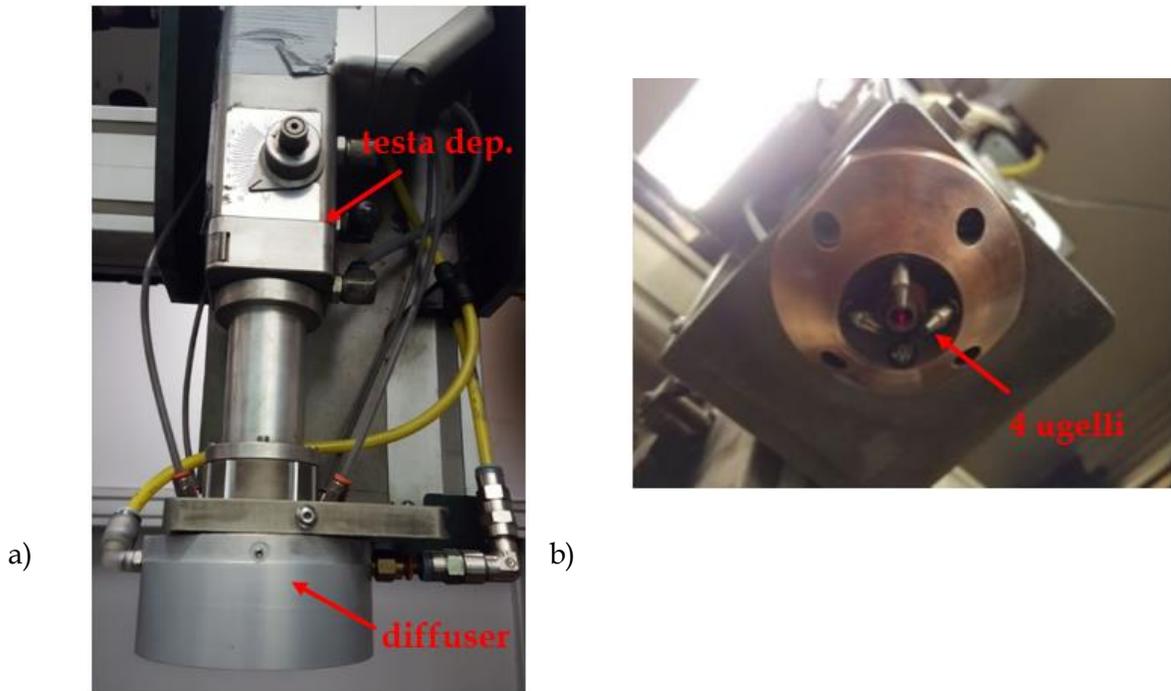


Figura 25. (a) Mainfold block, (b) sistema a 4 ugelli di deposizione.

Il sistema di alimentazione (powder feeder) è un sistema commerciale impiegato per la gestione delle polveri, come si mostra in Fig.26-a. Le polveri provengono dal powder feeder e sono direttamente collegate ai condotti di adduzione, in cui vengono mescolate con il *carrier gas* (azoto). Il flusso del gas deve essere tenuto sotto controllo, in modo da ottimizzare la fase di trasporto delle polveri con cui entra in contatto. Infatti, deve esserci un perfetto miscelamento della polvere metallica con il gas per garantirne una distribuzione uniforme [37]. Inoltre, in Fig. 26-a è mostrato il pannello di gestione degli RPM (giri al minuto) con cui i sistemi rotanti (Fig. 26-b) spingono la polvere negli opportuni canali. Tramite il pannello, si può scegliere manualmente il valore degli RPM (0-24), oppure si sceglie di operare in modalità automatica. È possibile anche comandare dei cicli di *Purge* a cui sottoporre il sistema, ossia la pressurizzazione della nuova polvere tramite il gas inerte per un minuto, in modo da ridurre al minimo la presenza di ossigeno residuo al suo interno.

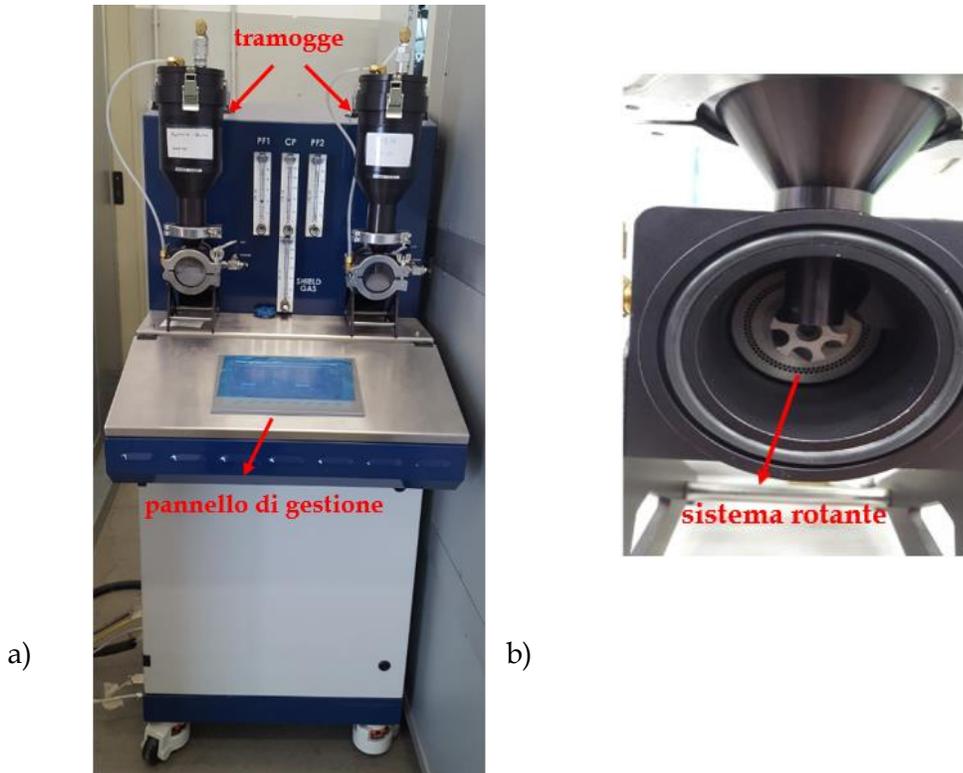


Figura 26. (a) powder feeder, (b) sistema rotante

Il laser YLS-3000 adottato è in fibra e drogato agli ioni di itterbio, in grado di erogare potenze fino a 3000 [W]. Esso è collegato ad un *chiller*, utile per regolare opportunamente la temperatura. Dal pannello di controllo a bordo macchina è possibile regolare i vari parametri del laser e, solo dopo aver raggiunto determinati valori, si procede all'apertura dello *shutter* e alla fase di azionamento dello stesso. (Fig.27).



Figura 27. Laser in fibra YLS-3000).

3.3. Caratterizzazione power feeder

Per la deposizione dei campioni di acciaio è utile definire l'influenza che si può ottenere sulla portata di polvere da parte della portata di gas di trasporto e velocità di rotazione del powder feeder. Per tale motivo, è stata eseguita la caratterizzazione del powder feeder, tecnica basata sul rilascio di polvere all'interno di bustine di plastica (del peso di 2 g ciascuna) per diversi set di parametri. Infatti, sono stati scelti diversi valori di portata del *carrier gas* (0,3%-0,5%-0,7%-0,9%) e velocità di rotazione del powder feeder (0,2%-0,4%-0,6%-0,8%-1%-1,2%-1,4%) con cui effettuare le prove, della durata di 120 s. A seguito delle misurazioni delle stesse bustine mediante bilancia, i risultati sono stati raccolti in Tabella 4.

Tabella 4. Caratterizzazione powder feeder.

Portata gas Rot. powder feeder	0,3%	0,5%	0,7%	0,9%
0,2%	0,25%	0,05%	0,3%	0,3%
0,4%	0,45%	0,5%	0,55%	0,5%
0,6%	0,8%	0,8%	0,85%	0,7%
0,8%	1,05%	1,1%	1,1%	1%
1%	1,4%	1,4%	1,3%	1,3%
1,2%	1,6%	1,7%	1,6%	1,5%
1,4%	1,85%	2,1%	1,9%	1,7%

Si è scelto di mantenere la portata del gas ad un valore costante di 0,3% in modo da garantire la stabilità del flusso, come attesta il grafico di Fig. 28.

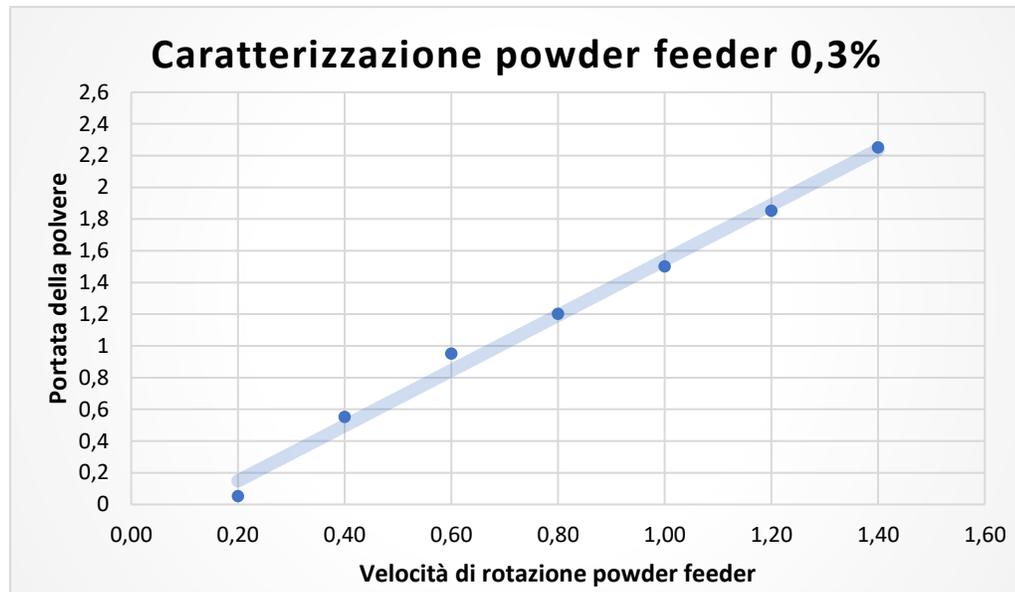


Figura 28. Caratterizzazione powder feeder per 0,3%.

3.4. Campioni

I campioni sono stati costruiti su piastrine in acciaio opportunamente vincolate su un supporto per le piastrine dei campioni (Fig.29-b), a sua volta fissato in un contenitore che definisce l'area di lavoro (Fig. 29-a).

a)



b)



Figura 29. (a) Contenitore, (b) Supporto piastrine campioni.

I parametri di processo che sono stati considerati per la deposizione dei vari campioni sono:

- Potenza del fascio laser;
- Velocità di scansione;
- Velocità di rotazione del powder feeder;
- Portata di gas di trasporto per la polvere;
- Distanza tra le passate consecutive (a partire dai Single Layers);
- Distanza tra gli strati successivi (a partire dai Thin Walls);

Inoltre, le prime prove sono state eseguite in assenza di gas di copertura (*shielding gas*) ma, dopo aver osservato la qualità di deposizione “on top” e la presenza di ossidazione superficiale, è stato deciso di ricorrere ad esso (portata del gas al 3%).

Si riporta di seguito in Fig.30 uno schema per descrivere i vari step utilizzati durante le prove ed il processo di ottimizzazione dei parametri, analizzati nel dettaglio nei prossimi Paragrafi.

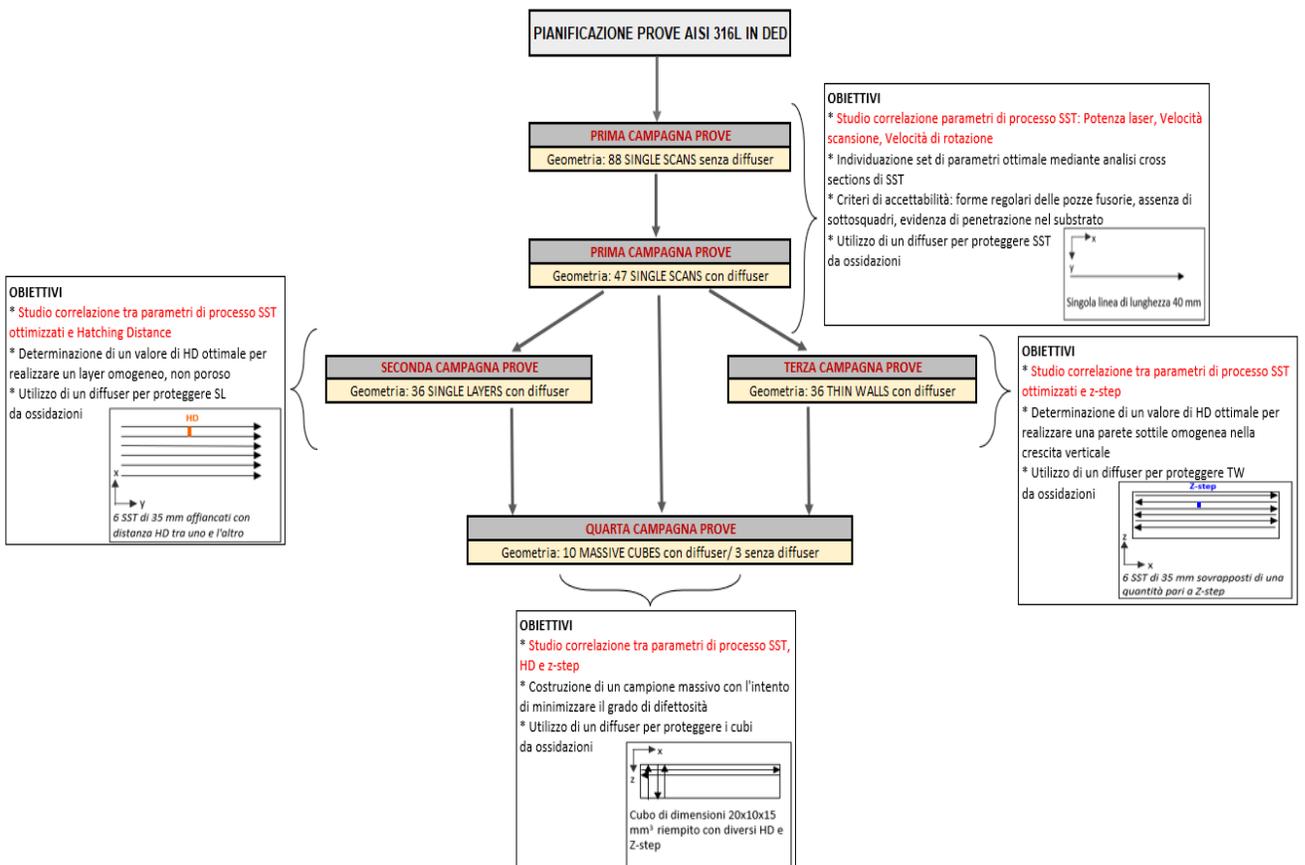


Figura 30. Schema pianificazione prove.

3.4.1. Single Scan Tracks (SST)

La prima campagna prove è stata eseguita per depositare una geometria molto semplice, denominata *Single Scan Tracks*, basata su un'unica linea di lunghezza di 40 [mm]. I campioni sono stati realizzati seguendo una disposizione differente a seconda della piastrina, come mostrato in Fig. 31 in cui si possono osservare alcuni SST.

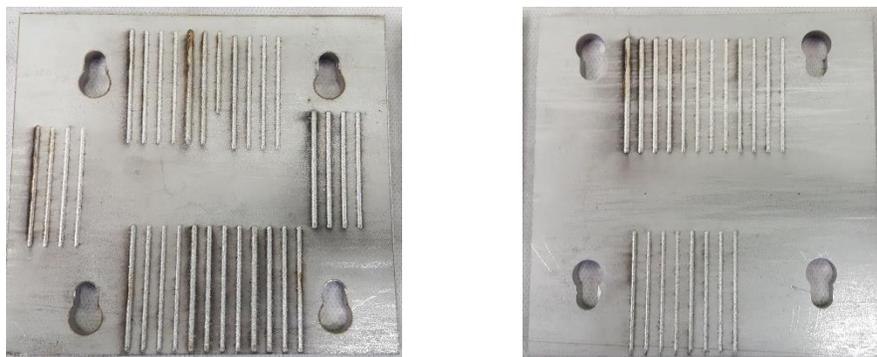


Figura 31. Single Scan Tracks di AISI 316L su piastrine di acciaio.

I parametri utilizzati sono riassunti in Tabella 5, in cui è possibile osservare una suddivisione basata sull'utilizzo o meno del gas di copertura (azoto). Inizialmente, i parametri sono stati scelti in base a valori consigliati dal fornitore della testa di deposizione ed inseriti sulla scheda tecnica.

Tabella 5. Parametri di processo SST.

NUMERO PROVE	GEOMETRIA	POTENZA LASER	VELOCITÀ SCANSIONE	VELOCITÀ POWDER FEEDER	PORTATA DI GAS
88	PRIMA CAMPAGNA PROVE SST (senza diffuser)	30%-50%-60%-80%	50%-80%-110%-140%	0,4%-0,6%-0,8%-1%	0,55% - 0,3%
47	PRIMA CAMPAGNA PROVE SST (con diffuser)	50%-60%-80%	50%-80%-110%-140%	0,4%-0,6%-0,8%-1%	0,3%

Sono stati depositati i primi 88 SST senza gas di copertura (TIPOLOGIA PROVA: A) e si mostrano in Tabella 6 i parametri di processo utilizzati.

Tabella 6. SST senza gas di copertura.

CODICE PROVA	N° PROVA	TIPOLOGIA PROVA	POTENZA LASER	VELOCITA' SCANSIONE	VELOCITA' POWDER FEEDER	PORTATA GAS
1SST-ER	1	A	30,00%	50,00%	0,40%	0,50%
2SST-ER	2	A	30,00%	80,00%	0,40%	0,50%
3SST-ER	3	A	30,00%	110,00%	0,40%	0,50%
4SST-ER	4	A	30,00%	140,00%	0,40%	0,50%
5SST-ER	5	A	50,00%	60,00%	0,40%	0,50%
6SST-ER	6	A	50,00%	90,00%	0,40%	0,50%
7SST-ER	7	A	50,00%	120,00%	0,40%	0,50%
8SST-ER	8	A	50,00%	150,00%	0,40%	0,50%
9SST-ER	9	A	50,00%	50,00%	0,40%	0,50%
10SST-ER	10	A	50,00%	80,00%	0,40%	0,50%
11SST-ER	11	A	50,00%	110,00%	0,40%	0,50%
12SST-ER	12	A	50,00%	140,00%	0,40%	0,50%
13SST-ER	13	A	60,00%	50,00%	0,40%	0,50%
14SST-ER	14	A	60,00%	80,00%	0,40%	0,50%
15SST-ER	15	A	60,00%	110,00%	0,40%	0,50%
16SST-ER	16	A	60,00%	140,00%	0,40%	0,50%
17SST-ER	17	A	80,00%	50,00%	0,40%	0,50%
18SST-ER	18	A	80,00%	80,00%	0,40%	0,50%
19SST-ER	19	A	80,00%	110,00%	0,40%	0,50%
20SST-ER	20	A	80,00%	140,00%	0,40%	0,50%
21SST-ER	21	A	30,00%	50,00%	1,00%	0,50%
22SST-ER	22	A	30,00%	80,00%	1,00%	0,50%
23SST-ER	23	A	30,00%	110,00%	1,00%	0,50%
24SST-ER	24	A	30,00%	140,00%	1,00%	0,50%
25SST-ER	25	A	50,00%	50,00%	1,00%	0,50%
26SST-ER	26	A	50,00%	80,00%	1,00%	0,50%
27SST-ER	27	A	50,00%	110,00%	1,00%	0,50%
28SST-ER	28	A	50,00%	140,00%	1,00%	0,50%
29SST-ER	29	A	50,00%	50,00%	0,80%	0,50%
30SST-ER	30	A	50,00%	80,00%	0,80%	0,50%
31SST-ER	31	A	50,00%	110,00%	0,80%	0,50%
32SST-ER	32	A	50,00%	140,00%	0,80%	0,50%
33SST-ER	33	A	30,00%	50,00%	0,80%	0,50%
34SST-ER	34	A	30,00%	80,00%	0,80%	0,50%
35SST-ER	35	A	30,00%	110,00%	0,80%	0,50%
36SST-ER	36	A	30,00%	140,00%	0,80%	0,50%
37SST-ER	37	A	60,00%	50,00%	0,80%	0,50%

Materiali e procedure sperimentali

38SST-ER	38	A	60,00%	80,00%	0,80%	0,50%
39SST-ER	39	A	60,00%	110,00%	0,80%	0,50%
40SST-ER	40	A	60,00%	140,00%	0,80%	0,50%
41SST-ER	41	A	80,00%	50,00%	0,80%	0,50%
42SST-ER	42	A	80,00%	80,00%	0,80%	0,50%
43SST-ER	43	A	80,00%	110,00%	0,80%	0,50%
44SST-ER	44	A	80,00%	140,00%	0,80%	0,50%
45SST-ER	45	A	60,00%	50,00%	1,00%	0,50%
46SST-ER	46	A	60,00%	80,00%	1,00%	0,50%
47SST-ER	47	A	60,00%	110,00%	1,00%	0,50%
48SST-ER	48	A	60,00%	140,00%	1,00%	0,50%
49SST-ER	49	A	80,00%	50,00%	1,00%	0,50%
50SST-ER	50	A	80,00%	80,00%	1,00%	0,50%
51SST-ER	51	A	80,00%	110,00%	1,00%	0,50%
52SST-ER	52	A	80,00%	140,00%	1,00%	0,50%
53SST-ER	53	A	30,00%	50,00%	0,80%	0,30%
54SST-ER	54	A	30,00%	80,00%	0,80%	0,30%
55SST-ER	55	A	30,00%	110,00%	0,80%	0,30%
56SST-ER	56	A	30,00%	140,00%	0,80%	0,30%
57SST-ER	57	A	50,00%	50,00%	0,80%	0,30%
58SST-ER	58	A	50,00%	80,00%	0,80%	0,30%
59SST-ER	59	A	50,00%	110,00%	0,80%	0,30%
60SST-ER	60	A	50,00%	140,00%	0,80%	0,30%
61SST-ER	61	A	60,00%	50,00%	0,80%	0,30%
62SST-ER	62	A	60,00%	80,00%	0,80%	0,30%
63SST-ER	63	A	60,00%	110,00%	0,80%	0,30%
64SST-ER	64	A	60,00%	140,00%	0,80%	0,30%
65SST-ER	65	A	80,00%	50,00%	0,80%	0,30%
66SST-ER	66	A	80,00%	80,00%	0,80%	0,30%
67SST-ER	67	A	80,00%	110,00%	0,80%	0,30%
68SST-ER	68	A	80,00%	140,00%	0,80%	0,30%
69SST-ER	69	A	80,00%	50,00%	1,00%	0,30%
70SST-ER	70	A	80,00%	80,00%	1,00%	0,30%
71SST-ER	71	A	80,00%	110,00%	1,00%	0,30%
72SST-ER	72	A	80,00%	140,00%	1,00%	0,30%
73SST-ER	73	A	30,00%	50,00%	1,00%	0,30%
74SST-ER	74	A	30,00%	80,00%	1,00%	0,30%
75SST-ER	75	A	30,00%	110,00%	1,00%	0,30%
76SST-ER	76	A	30,00%	140,00%	1,00%	0,30%
77SST-ER	77	A	50,00%	50,00%	1,00%	0,30%
78SST-ER	78	A	50,00%	80,00%	1,00%	0,30%
79SST-ER	79	A	50,00%	110,00%	1,00%	0,30%
80SST-ER	80	A	50,00%	140,00%	1,00%	0,30%
81SST-ER	81	A	60,00%	50,00%	1,00%	0,30%

82SST-ER	82	A	60,00%	80,00%	1,00%	0,30%
83SST-ER	83	A	60,00%	110,00%	1,00%	0,30%
84SST-ER	84	A	60,00%	140,00%	1,00%	0,30%
85SST-ER	85	A	60,00%	50,00%	0,80%	0,20%
86SST-ER	86	A	60,00%	80,00%	0,80%	0,20%
87SST-ER	87	A	60,00%	110,00%	0,80%	0,20%
88SST-ER	88	A	60,00%	140,00%	0,80%	0,20%

In seguito, sono stati depositati 47 SST con gas di copertura (TIPOLOGIA PROVA: B), ed i relativi parametri di processo sono illustrati in Tabella 7.

Tabella 7. SST con gas di copertura.

CODICE PROVA	N° PROVA	TIPOLOGIA PROVA	POTENZA LASER	VELOCITA' SCANSIONE	VELOCITA' POWDER FEEDER	PORTATA GAS
89SST-ER	89	B	50,00%	50,00%	0,40%	0,30%
90SST-ER	90	B	50,00%	80,00%	0,40%	0,30%
91SST-ER	91	B	50,00%	110,00%	0,40%	0,30%
92SST-ER	92	B	50,00%	140,00%	0,40%	0,30%
93SST-ER	93	B	50,00%	50,00%	0,60%	0,30%
94SST-ER	94	B	50,00%	80,00%	0,60%	0,30%
95SST-ER	95	B	50,00%	110,00%	0,60%	0,30%
96SST-ER	96	B	50,00%	140,00%	0,60%	0,30%
97SST-ER	97	B	50,00%	50,00%	0,80%	0,30%
98SST-ER	98	B	50,00%	80,00%	0,80%	0,30%
99SST-ER	99	B	50,00%	110,00%	0,80%	0,30%
100SST-ER	100	B	50,00%	140,00%	0,80%	0,30%
101SST-ER	101	B	50,00%	50,00%	1,00%	0,30%
102SST-ER	102	B	50,00%	80,00%	1,00%	0,30%
103SST-ER	103	B	50,00%	110,00%	1,00%	0,30%
104SST-ER	104	B	50,00%	140,00%	1,00%	0,30%
105SST-ER	105	B	60,00%	50,00%	0,40%	0,30%
106SST-ER	106	B	60,00%	80,00%	0,40%	0,30%
107SST-ER	107	B	60,00%	110,00%	0,40%	0,30%
108SST-ER	108	B	60,00%	140,00%	0,40%	0,30%
109SST-ER	109	B	60,00%	50,00%	0,60%	0,30%
110SST-ER	110	B	60,00%	80,00%	0,60%	0,30%
111SST-ER	111	B	60,00%	110,00%	0,60%	0,30%
112SST-ER	112	B	60,00%	140,00%	0,60%	0,30%
113SST-ER	113	B	60,00%	50,00%	0,80%	0,30%
114SST-ER	114	B	60,00%	80,00%	0,80%	0,30%
115SST-ER	115	B	60,00%	110,00%	0,80%	0,30%
116SST-ER	116	B	60,00%	140,00%	0,80%	0,30%

117SST-ER	117	B	60,00%	50,00%	1,00%	0,30%
118SST-ER	118	B	60,00%	80,00%	1,00%	0,30%
119SST-ER	119	B	60,00%	110,00%	1,00%	0,30%
120SST-ER	120	B	60,00%	140,00%	1,00%	0,30%
121SST-ER	121	B	80,00%	50,00%	0,40%	0,30%
122SST-ER	122	B	80,00%	80,00%	0,40%	0,30%
123SST-ER	123	B	80,00%	110,00%	0,40%	0,30%
124SST-ER	124	B	80,00%	140,00%	0,40%	0,30%
125SST-ER	125	B	80,00%	50,00%	0,60%	0,30%
126SST-ER	126	B	80,00%	80,00%	0,60%	0,30%
127SST-ER	127	B	80,00%	110,00%	0,60%	0,30%
128SST-ER	128	B	80,00%	140,00%	0,60%	0,30%
129SST-ER	129	B	80,00%	50,00%	0,80%	0,30%
130SST-ER	130	B	80,00%	80,00%	0,80%	0,30%
131SST-ER	131	B	80,00%	110,00%	0,80%	0,30%
132SST-ER	132	B	80,00%	140,00%	0,80%	0,30%
133SST-ER	133	B	80,00%	50,00%	1,00%	0,30%
134SST-ER	134	B	80,00%	80,00%	1,00%	0,30%
135SST-ER	135	B	80,00%	110,00%	1,00%	0,30%
136SST-ER	136	B	80,00%	140,00%	1,00%	0,30%

3.4.2. Single Layers (SL)

Dopo aver eseguito la preparazione metallografica degli SST, sono state misurate alcune dimensioni dei melt-pool, ossia i valori di h (altezza complessiva di SST), g (altezza a partire dal substrato di SST) ed L (larghezza di SST) dalle immagini raccolte al microscopio ottico (Fig. 32).

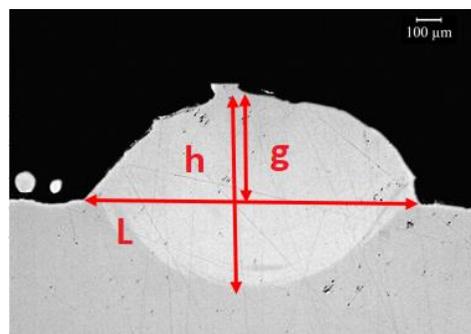


Figura 32. Dimensioni principali melt-pool.

Tramite le dimensioni è stato possibile stabilire la regolarità geometrica o meno delle pozze fusorie e l'adeguata penetrazione nel substrato. Inoltre, per questo livello di analisi, il valore più importante da tenere sotto controllo è il grado di difettosità (tramite *Imagej*) e, in base ai risultati ottenuti, si è proceduto alla selezione delle condizioni ottimali di processo.

Infatti, si è deciso di depositare i Single Layers con le sole potenze di 50% e 60%, velocità di scansione di 50% e 80% e velocità di rotazione del powder feeder di 0,40%, 0,60% e 0,80%. La portata del gas trasportatore è stata fissata pari a 0,30% e il gas di copertura pari al 3%. I Single Layers sono costituiti da Single Scan Tracks affiancati sul medesimo strato e, nel caso studio, sono stati scelti sei SST distanziati tra loro di un certo valore di *hatching distance* pari a $(0,45-0,65-0,85) * L$, dove L rappresenta la larghezza della singola traccia. Si riassume quanto appena descritto in Tabella 8.

Tabella 8. Parametri di processo SL.

N° PROVE	GEOMETRIA	POTENZA LASER	VELOCITÀ SCANSIONE	VELOCITÀ POWDER FEEDER	PORTATA DI GAS	HD	OVERLAP
36	SECONDA CAMPAGNA PROVE SL (con diffuser)	50% - 60%	50% - 80%	0,4% - 0,6% - 0,8%	0,3%	$(0,45-0,65-0,85) * L$	55%-35%-15%

Sono stati depositati 36 Single Layers, ed i relativi parametri di processo sono mostrati in Tabella 9.

Tabella 9. Single Layers con gas di copertura.

CODICE PROVA	N° PROVA	TIPOLOGIA PROVA	POTENZA LASER	VELOCITÀ SCANSIONE	ROT. POWDER FEEDER	PORTATA GAS	LARG. SST	HATCHING DISTANCE
1SL-ER	1	B	50,00%	50,00%	0,40%	0,30%	0,11%	0,05%
2SL-ER	2	B	50,00%	50,00%	0,40%	0,30%	0,11%	0,07%
3SL-ER	3	B	50,00%	50,00%	0,40%	0,30%	0,11%	0,10%
4SL-ER	4	B	50,00%	50,00%	0,60%	0,30%	0,13%	0,06%
5SL-ER	5	B	50,00%	50,00%	0,60%	0,30%	0,13%	0,08%
6SL-ER	6	B	50,00%	50,00%	0,60%	0,30%	0,13%	0,11%

7SL-ER	7	B	50,00%	50,00%	0,80%	0,30%	0,11%	0,05%
8SL-ER	8	B	50,00%	50,00%	0,80%	0,30%	0,11%	0,07%
9SL-ER	9	B	50,00%	50,00%	0,80%	0,30%	0,11%	0,10%
10SL-ER	10	B	50,00%	80,00%	0,40%	0,30%	0,11%	0,05%
11SL-ER	11	B	50,00%	80,00%	0,40%	0,30%	0,11%	0,07%
12SL-ER	12	B	50,00%	80,00%	0,40%	0,30%	0,11%	0,09%
13SL-ER	13	B	50,00%	80,00%	0,60%	0,30%	0,11%	0,05%
14SL-ER	14	B	50,00%	80,00%	0,60%	0,30%	0,11%	0,07%
15SL-ER	15	B	50,00%	80,00%	0,60%	0,30%	0,11%	0,09%
16SL-ER	16	B	50,00%	80,00%	0,80%	0,30%	0,11%	0,05%
17SL-ER	17	B	50,00%	80,00%	0,80%	0,30%	0,11%	0,07%
18SL-ER	18	B	50,00%	80,00%	0,80%	0,30%	0,11%	0,10%
19SL-ER	19	B	60,00%	50,00%	0,40%	0,30%	0,00%	0,13%
20SL-ER	20	B	60,00%	50,00%	0,40%	0,30%	0,00%	0,13%
21SL-ER	21	B	60,00%	50,00%	0,40%	0,30%	0,00%	0,13%
22SL-ER	22	B	60,00%	50,00%	0,60%	0,30%	0,00%	0,13%
23SL-ER	23	B	60,00%	50,00%	0,60%	0,30%	0,00%	0,13%
24SL-ER	24	B	60,00%	50,00%	0,60%	0,30%	0,00%	0,13%
25SL-ER	25	B	60,00%	50,00%	0,80%	0,30%	0,00%	0,13%
26SL-ER	26	B	60,00%	50,00%	0,80%	0,30%	0,00%	0,13%
27SL-ER	27	B	60,00%	50,00%	0,80%	0,30%	0,00%	0,13%
28SL-ER	28	B	60,00%	80,00%	0,40%	0,30%	0,00%	0,12%
29SL-ER	29	B	60,00%	80,00%	0,40%	0,30%	0,00%	0,12%
30SL-ER	30	B	60,00%	80,00%	0,40%	0,30%	0,00%	0,12%
31SL-ER	31	B	60,00%	80,00%	0,60%	0,30%	0,00%	0,12%
32SL-ER	32	B	60,00%	80,00%	0,60%	0,30%	0,00%	0,12%
33SL-ER	33	B	60,00%	80,00%	0,60%	0,30%	0,00%	0,12%
34SL-ER	34	B	60,00%	80,00%	0,80%	0,30%	0,00%	0,14%
35SL-ER	35	B	60,00%	80,00%	0,80%	0,30%	0,00%	0,14%
36SL-ER	36	B	60,00%	80,00%	0,80%	0,30%	0,00%	0,14%

3.4.3. Thin Walls (TW)

Analogamente a quanto fatto per i Single Layers, sono stati depositati i *Thin Walls* con gas di copertura, basati sulla sovrapposizione di sei tracce singole. I parametri di processo sono stati scelti in base ai valori ritenuti ottimali di g dalle immagini del microscopio ottico (Fig. 53).

Il valore di HD è stato imposto pari a zero ed è stato introdotto un nuovo parametro: la distanza tra strati successivi (z -step). Anche per questa campagna prove sono stati depositati

tre Thin Walls per ogni set di parametri, corrispondenti a tre diversi valori di *z-step* (ΔZ) (0,4-0,7-1) *g, dove g è pari all'altezza della singola traccia dal substrato. Si riassume quanto appena descritto in Tabella 10.

Tabella 10. Parametri di processo TW.

N° PROVE	GEOMETRIA	POTENZA LASER	VELOCITÀ SCANSIONE	VELOCITÀ POWDER FEEDER	PORTATA DI GAS	Z-STEP	OVERLAP
36	TERZA CAMPAGNA PROVE TW (con diffuser)	50% - 60%	50% - 80%	0,4% - 0,6% -0,8%	0,3%	(0,4-0,7-1) *g	(60%-30%-0%)

Sono stati depositati 36 Thin Walls, ed i relativi parametri di processo sono mostrati in Tabella 11.

Tabella 11. Thin Walls con gas di copertura.

CODICE PROVA	N° PROVA	TIPOLOGIA PROVA	POTENZA LASER	VELOCITÀ SCANSIONE	ROT. POWDER FEEDER	PORTATA GAS	ALT SST	Z-STEP
1SW-ER	1	B	50,00%	50,00%	0,40%	0,30%	0,03%	0,01%
2SW-ER	2	B	50,00%	50,00%	0,40%	0,30%	0,03%	0,02%
3SW-ER	3	B	50,00%	50,00%	0,40%	0,30%	0,03%	0,03%
4SW-ER	4	B	50,00%	50,00%	0,60%	0,30%	0,04%	0,01%
5SW-ER	5	B	50,00%	50,00%	0,60%	0,30%	0,04%	0,02%
6SW-ER	6	B	50,00%	50,00%	0,60%	0,30%	0,04%	0,04%
7SW-ER	7	B	50,00%	50,00%	0,80%	0,30%	0,06%	0,02%
8SW-ER	8	B	50,00%	50,00%	0,80%	0,30%	0,06%	0,04%
9SW-ER	9	B	50,00%	50,00%	0,80%	0,30%	0,06%	0,06%
10SW-ER	10	B	50,00%	80,00%	0,40%	0,30%	0,02%	0,01%
11SW-ER	11	B	50,00%	80,00%	0,40%	0,30%	0,02%	0,02%
12SW-ER	12	B	50,00%	80,00%	0,40%	0,30%	0,02%	0,02%
13SW-ER	13	B	50,00%	80,00%	0,60%	0,30%	0,03%	0,01%
14SW-ER	14	B	50,00%	80,00%	0,60%	0,30%	0,03%	0,02%
15SW-ER	15	B	50,00%	80,00%	0,60%	0,30%	0,03%	0,03%

Materiali e procedure sperimentali

16SW-ER	16	B	50,00%	80,00%	0,80%	0,30%	0,05%	0,02%
17SW-ER	17	B	50,00%	80,00%	0,80%	0,30%	0,05%	0,03%
18SW-ER	18	B	50,00%	80,00%	0,80%	0,30%	0,05%	0,05%
19SW-ER	19	B	60,00%	50,00%	0,40%	0,30%	0,04%	0,02%
20SW-ER	20	B	60,00%	50,00%	0,40%	0,30%	0,04%	0,03%
21SW-ER	21	B	60,00%	50,00%	0,40%	0,30%	0,04%	0,04%
22SW-ER	22	B	60,00%	50,00%	0,60%	0,30%	0,05%	0,02%
23SW-ER	23	B	60,00%	50,00%	0,60%	0,30%	0,05%	0,03%
24SW-ER	24	B	60,00%	50,00%	0,60%	0,30%	0,05%	0,05%
25SW-ER	25	B	60,00%	50,00%	0,80%	0,30%	0,07%	0,03%
26SW-ER	26	B	60,00%	50,00%	0,80%	0,30%	0,07%	0,05%
27SW-ER	27	B	60,00%	50,00%	0,80%	0,30%	0,07%	0,07%
28SW-ER	28	B	60,00%	80,00%	0,40%	0,30%	0,03%	0,01%
29SW-ER	29	B	60,00%	80,00%	0,40%	0,30%	0,03%	0,02%
30SW-ER	30	B	60,00%	80,00%	0,40%	0,30%	0,03%	0,03%
31SW-ER	31	B	60,00%	80,00%	0,60%	0,30%	0,03%	0,01%
32SW-ER	32	B	60,00%	80,00%	0,60%	0,30%	0,03%	0,02%
33SW-ER	33	B	60,00%	80,00%	0,60%	0,30%	0,03%	0,03%
34SW-ER	34	B	60,00%	80,00%	0,80%	0,30%	0,06%	0,02%
35SW-ER	35	B	60,00%	80,00%	0,80%	0,30%	0,06%	0,04%
36SW-ER	36	B	60,00%	80,00%	0,80%	0,30%	0,06%	0,06%
37SW-ER	37	B	50,00%	80,00%	0,40%	0,30%	0,10%	0,04%
38SW-ER	38	B	50,00%	80,00%	0,40%	0,30%	0,10%	0,07%
39SW-ER	39	B	50,00%	80,00%	0,40%	0,30%	0,10%	0,10%
40SW-ER	40	B	50,00%	80,00%	0,80%	0,30%	0,10%	0,04%
41SW-ER	41	B	50,00%	80,00%	0,80%	0,30%	0,10%	0,07%
42SW-ER	42	B	50,00%	80,00%	0,80%	0,30%	0,10%	0,10%

Si mostrano in Fig.33 le deposizioni dei Single Layers e dei Thin Walls sulle piattaforme di costruzione.



Figura 33. Deposizioni di SL e TW.

3.4.4. Massive Cubes

Dopo aver eseguito la preparazione metallografica dei vari campioni e aver osservato le sezioni trasversali al microscopio ottico, sono state realizzate diverse mappe di processo per individuare i valori di HD e ΔZ ottimali. Sulla base di questi valori, sono stati definiti i vari set di parametri per realizzare i primi componenti massivi di geometria cubica, di dimensioni $20 \times 10 \times 15 \text{ mm}^3$ e rotazione dei layer di 90° . Inoltre, è stata adottata una strategia di scansione bidirezionale e alternata strato per strato. (Fig. 34)

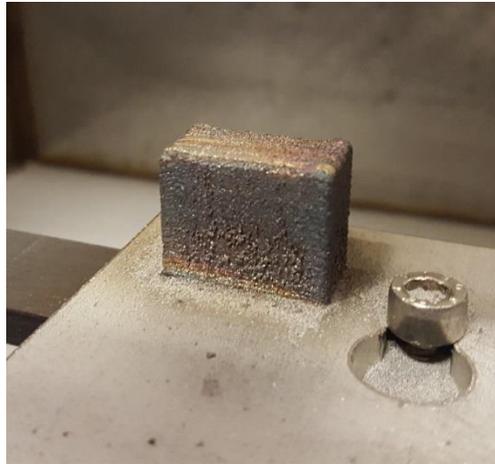


Figura 34. Deposizione di componente massivo cubico.

In particolare, il set di parametri impiegato è stato ulteriormente ristretto rispetto alle prove precedenti: la velocità di scansione pari al solo valore di 80% e la velocità di rotazione del powder feeder pari allo 0,6% e 0,8%. La portata di gas di trasporto è stata mantenuta pari allo 0,3% e solo alcuni cubi sono stati realizzati in assenza di gas di copertura. Si riassume quanto appena descritto in Tabella 12.

Tabella 12. Parametri di processo Cubes.

NUMERO PROVE	GEOMETRIA	POTENZA LASER	VELOCITÀ SCANSIONE	VELOCITÀ POWDER FEEDER	PORTATA DI GAS	HD	Z-STEP
10	QUARTA CAMPAGNA PROVE MC (con diffuser)	50% - 60%	80%	0,6% -0,8%	0,3%	(0,45-0,65-0,85) *L	(0,4-0,7-1) *g
3	QUARTA CAMPAGNA PROVE MC (no diffuser)	50% - 60%	80%	0,6% -0,8%	0,3%	(0,45-0,65-0,85) *L	(0,4-0,7-1) *g

Inizialmente, i cubi sono stati realizzati con gas di copertura ed alcuni di essi sono stati eseguiti con gli stessi parametri ma in assenza dello stesso per poter stabilire un confronto, discusso nel Capitolo 5. Infine, i cubi 12 e 13 sono stati realizzati con i parametri ritenuti ottimali dalle campagne prove passate, eseguite con un altro acciaio 316L di tipo commerciale.

Sono stati depositati 13 Cubi, ed i relativi parametri di processo sono mostrati in Tabella 13.

Tabella 13. Cubi massivi depositati.

CODICE PROVA	N° PROVA	TIPOLOGIA PROVA	POTENZA LASER	VELOCITA' SCANSIONE	ROT. POWDER FEEDER	PORTATA GAS	HD*L	Z- STEP*g
1CUBE-ER	1	B	50,00%	80,00%	0,80%	0,30%	0,09%	0,05%
2CUBE-ER	2	B	50,00%	80,00%	0,60%	0,30%	0,09%	0,03%
3CUBE-ER	3	B	50,00%	80,00%	0,60%	0,30%	0,07%	0,03%
4CUBE-ER	4	B	50,00%	80,00%	0,60%	0,30%	0,07%	0,05%
5CUBE-ER	5	B	60,00%	80,00%	0,60%	0,30%	0,08%	0,03%
6CUBE-ER	6	B	60,00%	80,00%	0,60%	0,30%	0,10%	0,03%
7CUBE-ER	7	B	60,00%	80,00%	0,80%	0,30%	0,09%	0,04%
8CUBE-ER	8	B	60,00%	80,00%	0,80%	0,30%	0,10%	0,06%
9CUBE-ER	9	B	50,00%	80,00%	0,70%	0,30%	0,15%	0,03%
13CUBE-ER	13	B	50,00%	80,00%	0,70%	0,30%	0,08%	0,03%
10CUBE-ER	10	A	60,00%	80,00%	0,80%	0,30%	0,09%	0,04%
11CUBE-ER	11	A	50,00%	80,00%	0,70%	0,30%	0,15%	0,03%
12CUBE-ER	12	A	50,00%	80,00%	0,70%	0,30%	0,08%	0,03%

Si riportano in Fig.35 alcuni cubi depositati su piattaforma di costruzione.



Figura 35. Alcune deposizioni di Massive Cubes.

3.5. Caratterizzazione

La fase di caratterizzazione è stata articolata nel seguente modo:

- Calcolo della distribuzione granulometrica della polvere mediante diffrazione laser.
- Taglio trasversale dei campioni depositati e preparazione dei campioni di polvere.
- Inglobatura e lucidatura dei campioni di polvere e dei campioni depositati.
- Analisi microscopiche dei campioni

Si riporta nei seguenti Paragrafi la descrizione di ognuna di esse.

3.5.1. Diffrazione laser

La diffrazione laser rappresenta una tecnica impiegata per il calcolo della distribuzione granulometrica di materiali, basata sull'azione di un fascio laser sulle singole particelle. Quest'ultime diffondono la luce secondo un angolo ed un'intensità variabile a seconda della dimensione della particella, infatti l'angolo di scattering aumenta al diminuire della dimensione, l'intensità diminuisce all'aumento della superficie della sezione trasversale. Il sistema presenta una serie di rilevatori in grado di catturare la luce diffusa dal materiale analizzato e viene confrontato lo scattering ricevuto con un modello ottico, mediante inversione matematica. Il risultato finale riguardo la granulometria della particella viene riportato come diametro della sfera di volume equivalente [38].

L'analisi è stata effettuata sulla polvere di AISI 316L, mediante il diffrattometro *Fritsch Model Analysette 22 Compact* (Fig.36)



Figura 36. Diffrattometro

3.5.2. Preparazione metallografica

La preparazione metallografica dei campioni prevede il taglio trasversale dei campioni, l'inglobatura e la lucidatura, necessarie per poter osservare il campione tramite microscopio ottico e microscopio elettronico a scansione. Si mostrano le opportune attrezzature (troncatrice, inglobatrice e lucidatrice) per eseguire le operazioni (Fig. 37) e si descrive di seguito ognuna di esse.



Figura 37. Attrezzature per la preparazione metallografica campioni.

La *troncatrice* rappresenta una macchina utensile impiegata per il taglio trasversale e longitudinale dei campioni da dover analizzare. È dotata di un motore endotermico in grado di far ruotare il disco ed esercitare l'effetto abrasivo sul materiale trattato.

Nel caso di studio, è stato utilizzato il modello commerciale di *Presi* (Fig.38-a), dotato di apposite morse per mantenere i campioni in posizione perpendicolare alla direzione di taglio (Fig.38-b).



Figura 38. (a) Troncatrice di Presi, (b) dispositivo di bloccaggio.

Per eseguire le operazioni di taglio trasversale dei campioni è stata utilizzata una lama di AlOx (allumina), prodotta da Presi e si mostra in Fig. 39 la sezione trasversale del campione massivo, prima di essere inglobato e lucidato.

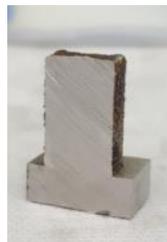


Figura 39. Sezione trasversale campione massivo.

La *pressa inglobatrice* è una macchina in grado di realizzare inclusioni di campioni o polvere con diversi tipi di resine [39]. Nel caso di studio, un campione di polvere F3055 e tutti i campioni depositati sono stati inglobati a caldo, servendosi del modello commerciale di pressa inglobatrice di Presi (Fig. 40). Essa è di tipo automatico per cui è stato necessario posizionare unicamente il campione e versare la resina acrilica di colore verde prodotta da Presi.



Figura 40. Inglobatrice di Presi

Si mostrano i vari campioni depositati (disposti in un opportuno contenitore, Fig. 41-a), il campione di polvere inglobato a caldo (Fig. 41-b) e inglobato a freddo (Fig. 41-c) utilizzato per effettuare le analisi di difettosità delle particelle di polvere.



Figura 41. (a) Campioni depositati - (b) Campione di polvere inglobato a caldo - (c) Campione di polvere inglobato a freddo.

La

lucidatrice è una macchina in grado di rimuovere residui del materiale, lasciati durante la fase di taglio dei campioni, dalla superficie che deve essere analizzata. Infatti, dopo essere stati inglobati, dai campioni si rileva una superficie non perfettamente piana e mediante questo sistema si eliminano le irregolarità presenti. La macchina è dotata di un sistema di trasmissione a motoriduttore, di un impianto di ricircolo dell'acqua con rubinetto e di una

vasca paraspruzzi in cui si fissa il disco rotante. Nel caso di studio, è stato impiegato il modello commerciale di lucidatrice di *Presi* (Fig. 42), dotata di un disco rotante ed un braccio robotizzato con opportuno supporto in cui inserire i campioni.



Figura 42. Lucidatrice Mecotech 234 di Presi.

In particolare, la fase di lucidatura ha previsto diverse fasi: inizialmente sono state impiegate delle carte abrasive di carburo di silicio con la rifinitura con panni e sospensioni diamantate fino all'utilizzo di paste con una dimensione di 1 [μm].

3.5.3. Stereomicroscopio

Per eseguire un'analisi preliminare dei campioni massivi è stato utilizzato lo *stereomicroscopio*, strumento in grado di osservare la luce riflessa e non la luce trasmessa, contrariamente agli altri microscopi. Esso è in grado di rilevare la forma tridimensionale del campione che si sta analizzando, in quanto è dotato di una coppia di obiettivi ed oculari che lavorano simultaneamente [40] e formano tra loro un certo angolo [1]. Solitamente gli ingrandimenti dello strumento possono variare da 8x a 90x, ma possono arrivare fino a 180x nel caso di strumenti per uso professionale. Nel caso di studio, è stato impiegato il modello *Leica EZ4W* (Fig. 43) e sono stati alcuni ingrandimenti (8x - 16x - 20x) a seconda del livello di risoluzione finale.



Figura 43. Modello Leica EZ4W di Stereomicroscopio.

Lo stereomicroscopio ha permesso di:

- Valutare la regolarità geometrica degli strati depositati
- Confrontare i valori di ΔZ (distanza tra layer successivi lungo z) teorici con quelli reali. Infatti, sono stati misurati gli spessori dei layer (mediante il programma *Imagej*) ed il loro valor medio è stato confrontato con quello teorico, come viene descritto nel Capitolo 5.

3.5.4. Microscopio ottico

La struttura del microscopio ottico si divide in una parte ottica (dispositivo di illuminazione, sistema ottico, oculare, obiettivo) ed una parte meccanica (sostegno, tavolino portaoggetti, tubo porta-lenti). Inoltre, due manopole posizionate in modo concentrico al lato dello strumento permettono la messa a fuoco del campione: la *macrometrica* serve per gli spostamenti più grossolani, la *micrometrica* per spostamenti di maggiore precisione [41].

In questo lavoro di tesi è stato impiegato il modello *Leica DMI 5000* (Fig. 44) per esperimenti con luce riflessa e trasmessa, dotato di tavolino manuale, torretta portaobiettivi

motorizzata, messa a fuoco motorizzata e una fotocamera Leica DFC295 [42]. Sono a disposizione diversi obiettivi, in grado di fornire ingrandimenti a 50x - 100x - 200x - 500x.



Figura 44. Modello Leica DMI 5000 di Microscopio ottico.

Il microscopio ottico ha permesso di:

- Misurare le dimensioni geometriche dei melt-pools degli SST (mediante il programma *Imagej*).
- Valutare la regolarità geometrica e la % di overlap dei SL e TW.
- Analizzare il livello di difettosità interna ed esterna alle particelle dei campioni di polvere.
- Analizzare il livello di difettosità dei campioni massivi.
- Osservare la microstruttura del campione di polvere inglobato a caldo.
- Osservare la microstruttura dei campioni massivi.

Per lo studio riguardo la difettosità, sono stati scelti gli ingrandimenti 50x e 100x.

L'analisi di tipo microstrutturale è avvenuta dopo aver eseguito l'attacco chimico dei campioni per 30-60 secondi, in grado di mettere in risalto le dendriti e le loro variazioni dimensionali. Questa operazione viene eseguita mediante la soluzione chimica *Kalling's*

N°2, a base di cloruro rameico (CuCl_2), acido cloridrico (HCl), etanolo ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$). L'analisi microstrutturale è stata condotta a diversi ingrandimenti (50x - 100x - 200x - 500x).

3.5.5. *Microscopio elettronico a scansione (SEM)*

I campioni sono stati analizzati al *microscopio elettronico a scansione (SEM)*, strumento in grado di sfruttare come sorgente un fascio elettronico. Il suo funzionamento prevede diversi tipi di rilevazioni, ottenute mediante un fascio di elettroni retro diffusi (BSE) ed un fascio di elettroni secondari (SE).

Si analizzano nel dettaglio i BSE e SE:

- La produzione dei *BSE* deriva da collisioni elastiche tra gli atomi e gli elettroni del fascio iniziale, generato dalla macchina. Si verifica una forte dipendenza dal numero atomico, in quanto atomi più grandi diffondono maggiormente rispetto ad atomi più piccoli. La variazione del segnale permette di distinguere le diverse fasi presenti ed ottenere immagini utili per valutare la composizione chimica e la cristallografia.
- La produzione dei *SE*, invece, deriva da interazioni di tipo anelastico tra fascio elettronico primario e la superficie del campione ed hanno un valore energetico inferiore rispetto ai BSE. I secondari sono utili per un'analisi di tipo morfologico della superficie.

Le immagini al SEM vengono raccolte a diversi ingrandimenti e permettono un maggiore potere risolutivo rispetto alle immagini del microscopio ottico, data la minor lunghezza d'onda degli elettroni rispetto ai fotoni. Inoltre, questo tipo di microscopio lavora con maggiore profondità di campo e raccoglie buone immagini, anche per le particelle di polvere.

Nel caso di studio, è stato utilizzato il modello *Phenom XL*, integrato con il sistema a spettroscopia EDS (Fig. 45).



Figura 45. Modello Phenom XL di Microscopio elettronico a scansione (SEM).

Il microscopio elettronico a scansione ha permesso di:

- Valutare la morfologia delle polveri e valutare la presenza di difetti lungo la cross section della polvere inglobata.
- Distinguere i tipi di difetti (pori o ossidi) presenti nei campioni massivi, soffermandosi sull'influenza dello *shielding gas* a parità di parametri di processo.

Per questo tipo di strumento sono stati scelti diversi ingrandimenti (500x - 1000x - 2000x - 5000 x).

Capitolo 4

Analisi e discussione dei risultati

Nel capitolo 4 si procede con l'analisi e la discussione dei risultati che sono stati ottenuti a seguito dello svolgimento delle attività sperimentali. In particolare, si riportano i dati suddivisi in tre parti a seconda dell'argomento trattato:

- Polvere della lega AISI 316L
- Campioni (Single Scan Tracks, Single Layers, Thin Walls)
- Campioni massivi (Massive Cubes)

4.1. Polvere della lega AISI 316L

4.1.1. Distribuzione granulometrica

La tecnica di *Diffrazione a raggio laser* ha permesso di rilevare la distribuzione granulometrica delle particelle di polvere della lega 316L. Dai valori di *Frequenza* e *Frequenza Cumulativa* sono stati ricavati i grafici di Fig. 46 e 47, che mostrano la frequenza in volume (in valore %) di una certa classe dimensionale delle particelle ed il suo valore cumulativo.

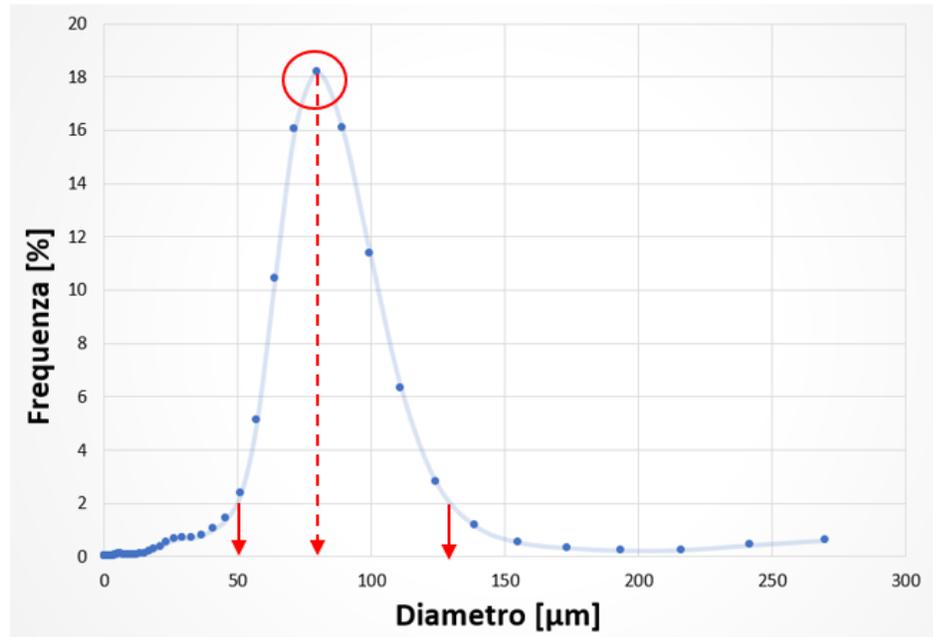


Figura 46. Distribuzione granulometrica della polvere (frequenza vs diametro).

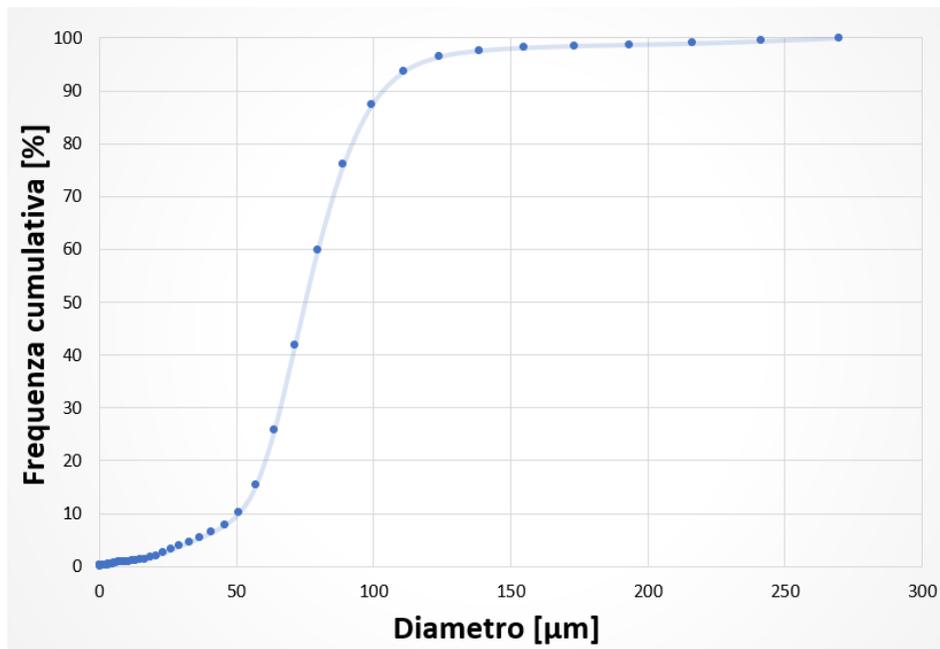


Figura 47. Grafico sulla frequenza cumulativa di un certo range dimensionale.

L'analisi della distribuzione granulometrica ha permesso di ricavare un d10 (54 [μm]), d50 (79 [μm]) e d90 (110 [μm]).

4.1.2. Caratterizzazione polveri

Per lo studio della morfologia delle particelle, un piccolo quantitativo di polvere nuova della lega 316L è stato analizzato al SEM (ingrandimenti 500x). Come viene mostrato in Fig. 48, la forma della maggior parte delle particelle risulta pressoché sferica, ad eccezione di alcune di forma più irregolare, e diverse particelle con satelliti generati dal processo di atomizzazione.

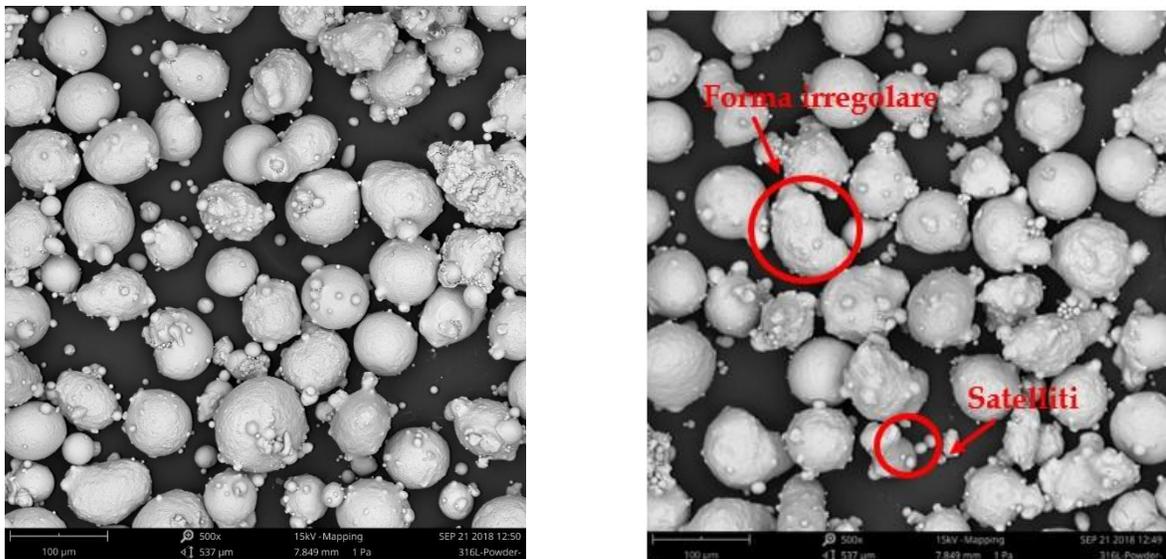


Figura 48. Immagini SEM della polvere a 500x.

Inoltre, sono state raccolte altre immagini al SEM ad ingrandimenti maggiori (1000x) che mostrano forme più allungate (Fig.49-a) e alcune particelle che non sono state fuse completamente (chiamate *shell*) (Fig. 49-b).

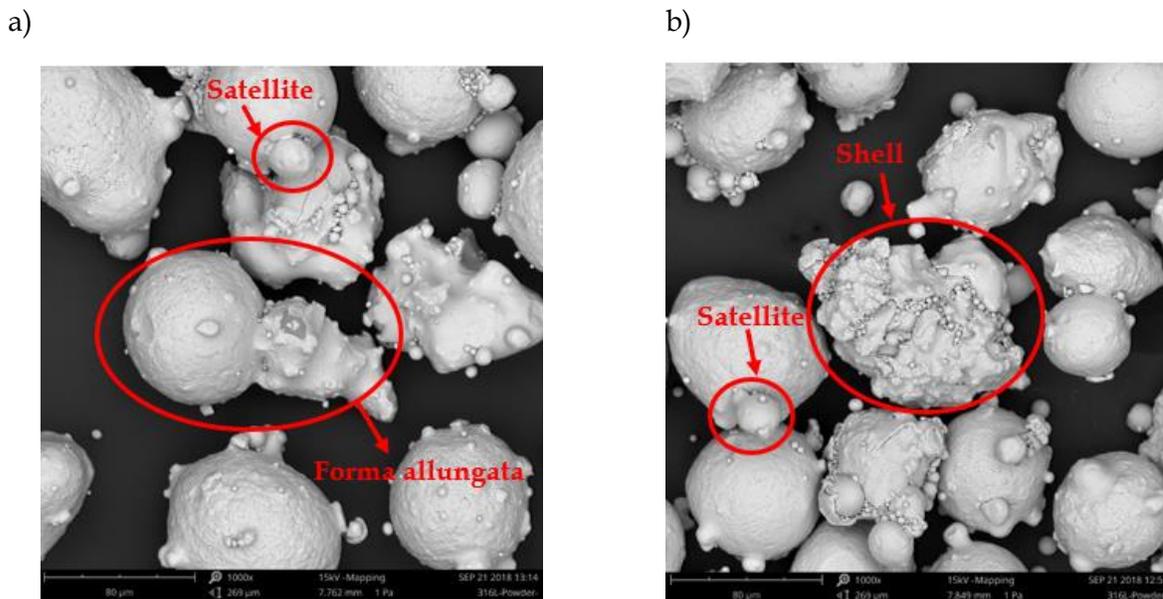


Figura 49. (a) Forme allungate - (b) Particelle non perfettamente fuse (shell) a 1000x.

Per la valutazione semi-quantitativa della composizione chimica delle particelle di polvere, sono state eseguite analisi EDS di tipo puntuale, in modo da ottenere la concentrazione atomica e in peso degli elementi chimici principali. Le analisi sono state condotte su tre particelle diverse (Fig. 50) e hanno determinato i risultati mostrati in Tabella 14.

Tabella 14. Risultati analisi EDS di tipo puntuale.

Nome Elemento	Numero Elemento	Simbolo Elemento	Conc. Atom 1 %	Conc. Peso 1 %	Conc. Atom 2 %	Conc. Peso 2 %	Conc. Atom 3 %	Conc. Peso 3 %
Ferro	26	Fe	66.63	66.81	67.31	67.53	66.90	67.06
Cromo	24	Cr	18.19	16.99	19.09	17.83	18.06	16.85
Nichel	28	Ni	11.82	12.46	9.90	10.43	11.55	12.17
Molibdeno	42	Mo	1.57	2.70	1.83	3.16	1.67	2.88
Silicio	14	Si	1.51	0.76	1.68	0.85	1.55	0.78
Manganese	25	Mn	0.28	0.28	0.20	0.20	0.26	0.26

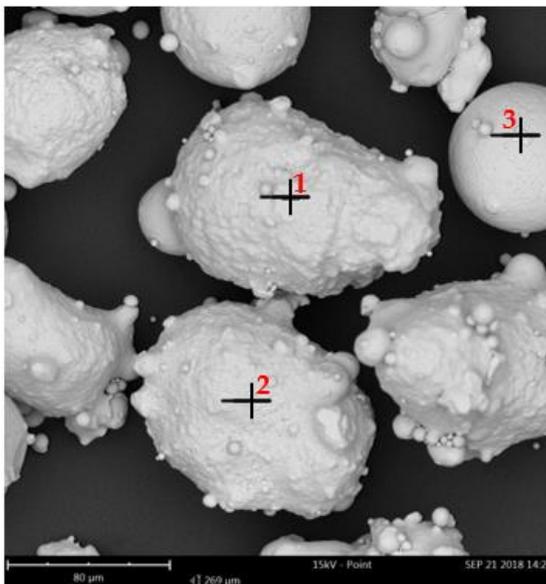


Figura 50. Immagine SEM delle particelle usate per l'analisi EDS di tipo puntuale.

In seguito, sono stati calcolati la media e la deviazione standard della concentrazione atomica e concentrazione in peso degli elementi per le tre particelle (Tabella 15), e sono stati confrontati con i dati tecnici forniti dal produttore commerciale di polvere della lega 316L (Tabella 1, Capitolo 4). Questo tipo di analisi serve per verificare che non ci sia presenza di particelle esterne alla lega.

Tabella 15. Valori medi di concentrazione atomica e concentrazione in peso.

Nome Elemento	Conc atomica media [%]	Conc in peso media [%]	Conc atomica dev. stand [%]	Conc in peso dev. stand. [%]
Ferro	66,95	67,13	0,34	0,37
Cromo	18,45	17,22	0,56	0,53
Nichel	11,09	11,69	1,04	1,10
Molibdeno	1,69	2,91	0,13	0,23
Silicio	1,58	0,80	0,09	0,05
Manganese	0,25	0,25	0,04	0,04

In seguito, l'analisi è stata condotta al SEM per rilevare alcuni particolari dalle immagini raccolte a più alti ingrandimenti (2000x e 5000x, Fig. 51): sulla superficie esterna delle particelle sono stati individuati, infatti, difetti di colore grigio più scuro e tramite analisi EDS di linea è stato così possibile stabilire che si tratta di superficie ossidata.

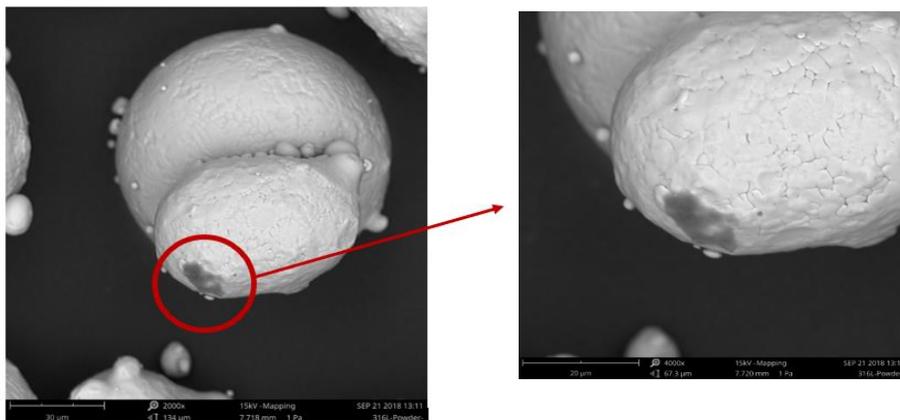
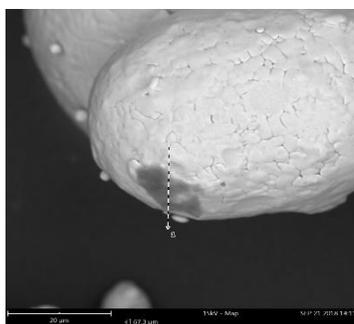


Figura 51. Immagini al SEM a 2000x e 5000x

L'analisi è stata condotta secondo la linea rappresentata nella seguente immagine e ha determinato i risultati mostrati in Tabella 16. L'analisi EDS di linea (In Fig. 52) mostra gli elementi chimici che costituiscono l'ossido.

Tabella 16. Risultati analisi EDS di linea.



Nome elemento	Num. elemento	Simbolo elemento	Conc. atom %	Conc. in peso %
Ferro	26	Fe	52.31	66.17
Ossigeno	8	O	29.04	10.52
Cromo	24	Cr	14.63	17.23
Molibdeno	42	Mo	2.17	4.73
Silicio	14	Si	1.57	1.00
Manganese	25	Mn	0.28	0.34

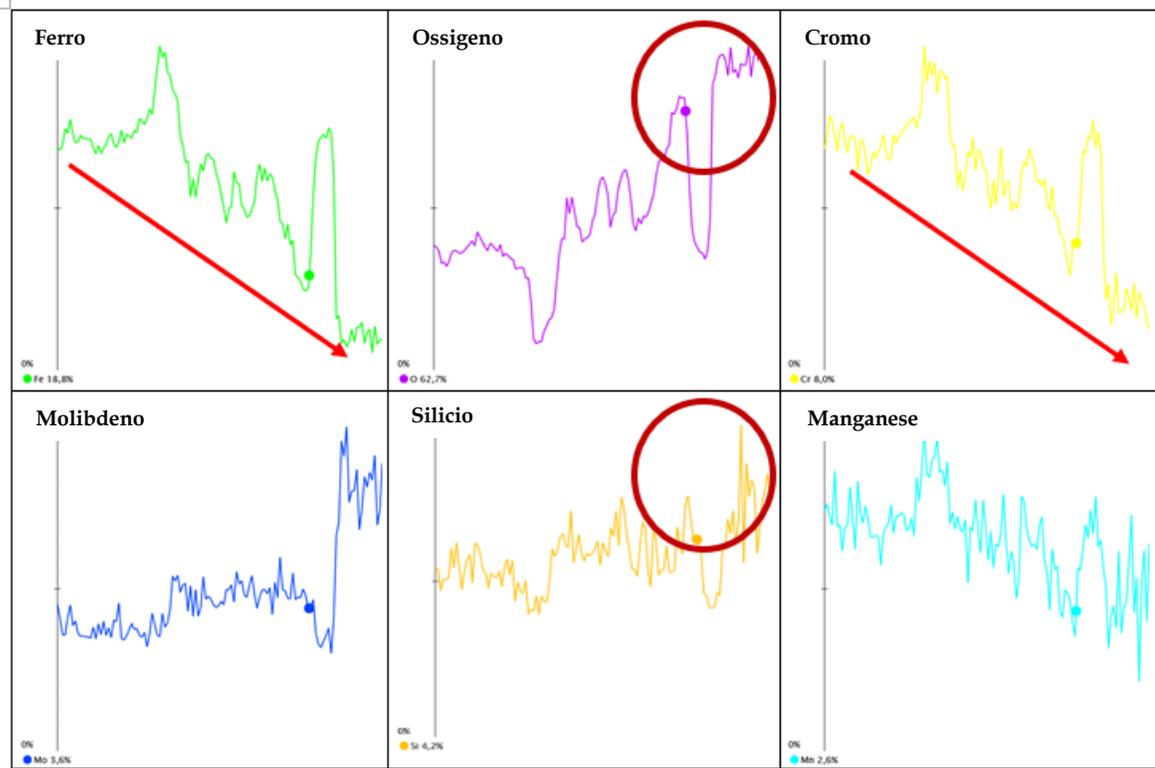


Figura 52. Risultati analisi EDS di linea con andamenti dei vari elementi.

Lo studio si è concentrato su alcuni andamenti: infatti, sono stati evidenziati in rosso dei picchi di Ossigeno e Silicio ed evidenti crolli di Ferro e Cromo, in corrispondenza della superficie ossidata (zona più scura nella graduata scala di grigio dell'analisi SEM). In questo modo, è stato possibile stabilire la tipologia di difetto presente:

- *Ossido di silicio* (SiO_2), (Tabella 16).

In seguito, lo stesso tipo di analisi è stata condotta in corrispondenza di un altro difetto, visibilmente di colore grigio più scuro dalle immagini al SEM che sono state raccolte ad ingrandimenti di 1500x e 5000x (Fig. 53).

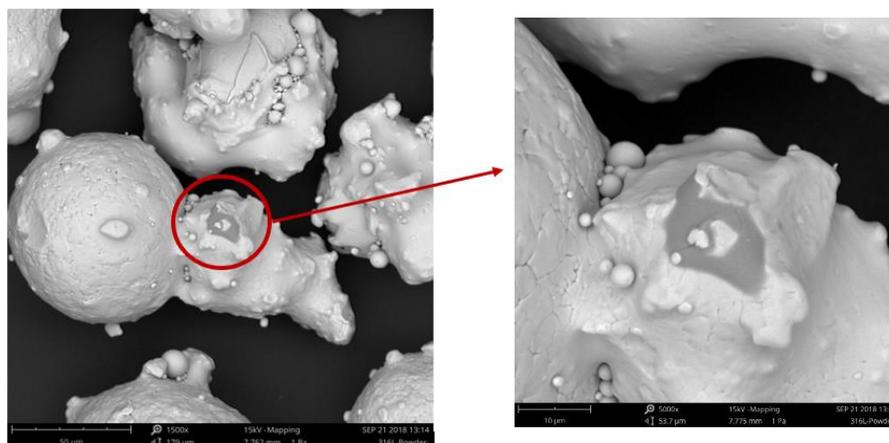
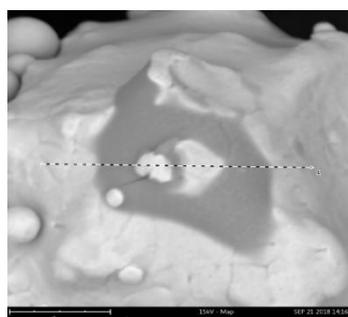


Figura 53. Immagini al SEM a 1500x e 5000x.

I risultati ottenuti dall'analisi EDS di linea sono mostrati in Tabella 17.

Tabella 17. Risultati analisi EDS di linea.



Nome elemento	Num. elemento	Simbolo elemento	Conc. atom %	Conc. in peso %
Ossigeno	8	O	36.21	14.89
Ferro	26	Fe	32.47	46.60
Cromo	24	Cr	14.57	19.47
Silicio	14	Si	8.44	6.09
Molibdeno	42	Mo	4.26	6.42
Manganese	25	Mn	3.30	4.66

Il sistema ha realizzato i grafici di Fig. 54 che mostrano anche in questo caso gli andamenti dei vari elementi. In particolare, in un primo intervallo sono stati cerchiati in rosso i picchi di Ossigeno e Silicio, in corrispondenza delle diminuzioni di Ferro e Cromo e nel secondo intervallo sono stati cerchiati in nero i picchi di Ossigeno, Silicio e Manganese.

In questo modo, è stato possibile stabilire la presenza di ossidi diversi nella medesima regione:

- *Ossido di silicio (SiO₂), (Tabella 17).*

➤ *Rhodonite* (MnSiO_3), (Tabella 17).

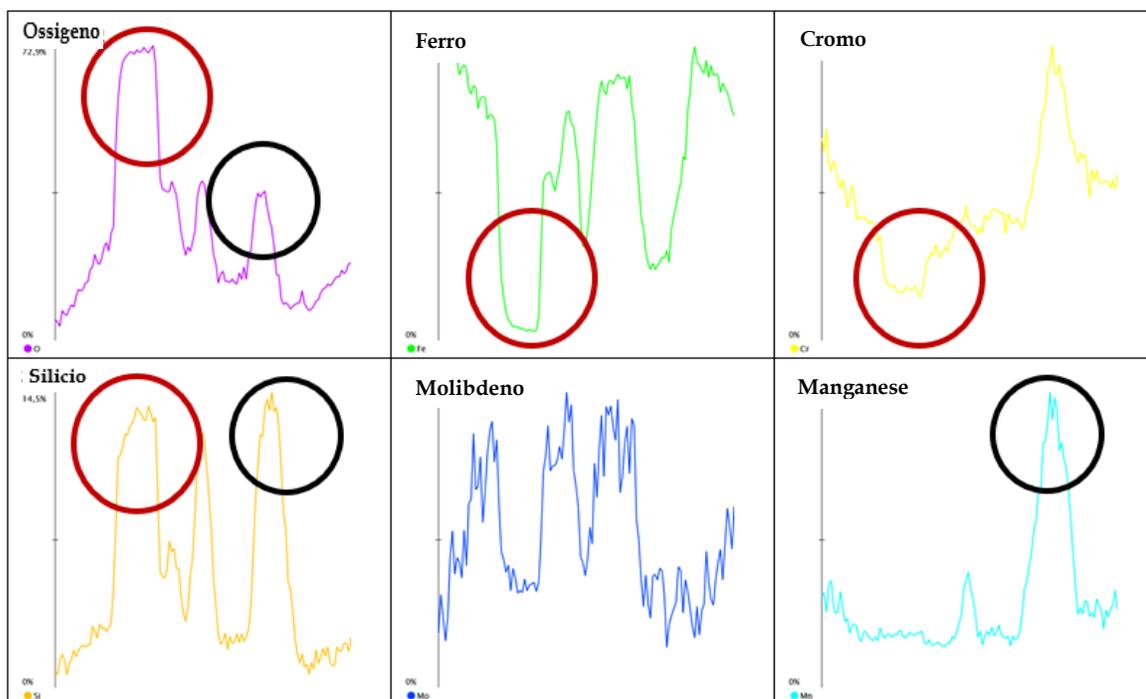


Figura 54. Risultati analisi EDS di linea con andamenti dei vari elementi.

In seguito, per effettuare uno studio sulla difettosità residua, il campione di polvere inglobato a freddo è stato osservato al microscopio ottico e sono state raccolte immagini a diversi ingrandimenti (200x e 500x).

Come è visibile dalle micrografie della sezione delle polveri di Fig. 55, i difetti emergono dalla restante superficie della particella di polvere in quanto di colore più scuro, (l'analisi SEM mostrata successivamente ha rivelato che si tratta di porosità residue). Di conseguenza, questo tipo di analisi ha permesso di calcolare la porosità residua della polvere.

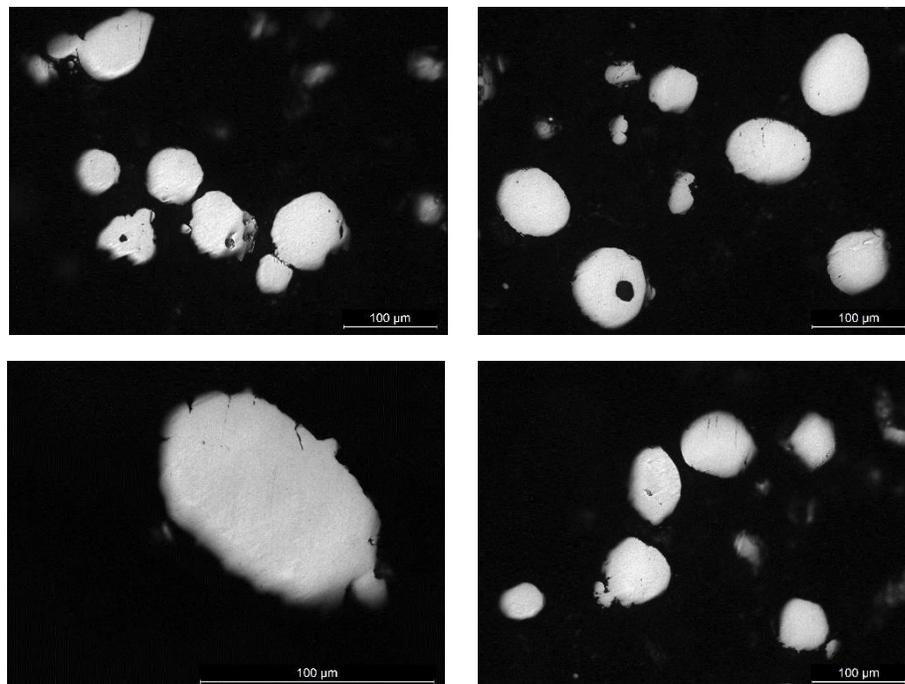


Figura 55. Immagini al microscopio ottico a 200x e 500x.

Per ogni immagine è stato effettuato il calcolo su tutte le particelle presenti, come mostrano i risultati presenti in Tabella 18.

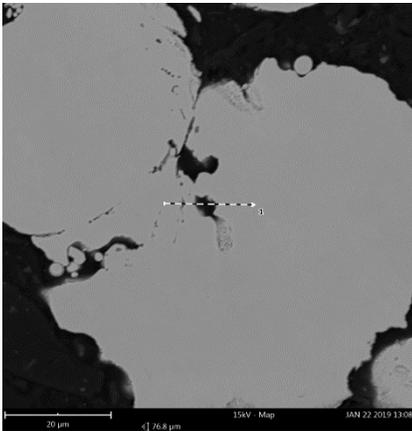
Tabella 18. Risultati tramite Imagej validi per una immagine.

<i>Slice</i>	<i>Count</i>	<i>Total AREA</i>	<i>Average size</i>	<i>%Area</i>	<i>Mean</i>	<i>Angle</i>	<i>Feret</i>	<i>FeretX</i>	<i>FeretY</i>	<i>FeretAngle</i>
200x1.jpg	7	18.561	2.652	0,495	109844,000	114.344	2.646	373.038	151.469	114.886
200x1.jpg	4	3.974	0.993	0,198	110297,000	51.071	1.678	418.272	40.015	87.976
200x1.jpg	8	1.203	0.150	0,079	124130,000	45.000	0.546	93.264	148.027	117.575
200x1.jpg	9	0.471	0.052	0,045	126778,000	0.000	0.323	107.977	208.586	135.000
MEDIA				0,204						
DEV.STAND				0,205						

Dopo aver effettuato lo stesso tipo di calcolo per le varie immagini, si è ottenuto un valore medio complessivo di difettosità residua pari al 0,47%, e deviazione standard pari a 0,37%. Quest'ultimo risulta più alto di quello ricavato da studi precedenti che sono stati effettuati sullo stesso tipo di polvere (AISI 316L), anche se realizzata da un altro produttore commerciale. Ad ogni modo, entrambi i casi presentano un valore percentuale inferiore al valore soglia di 0,50%, quindi accettabile.

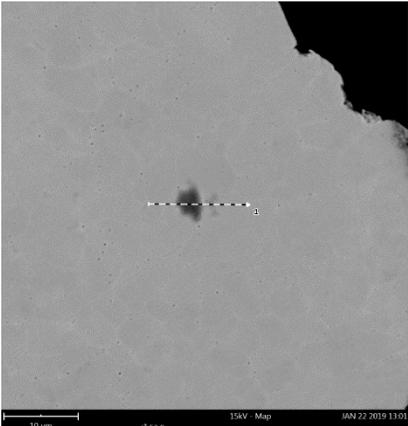
Su alcune regioni di colore più scuro ci si è soffermati maggiormente e sono state eseguite analisi EDS di linea, i cui risultati sono mostrati in Tabella 19 e 20. In questo modo è possibile definire la presenza di pori, in quanto si assiste a evidenti crolli per gli andamenti di Ferro, Cromo e Nichel.

Tabella 19. Risultati analisi EDS di linea.



Nome elemento	Num. elemento	Simbolo elemento	Conc. atom %	Conc. in peso %
Carbonio	6	C	46.71	17.68
Ferro	26	Fe	29.16	51.32
Ossigeno	8	O	8.90	4.49
Cromo	24	Cr	8.22	13.47
Nichel	28	Ni	5.07	9.38
Molibdeno	42	Mo	0.83	2.52
Silicio	14	Si	0.61	0.54
Alluminio	13	Al	0.26	0.22
Manganese	25	Mn	0.22	0.38

Tabella 20. Risultati analisi EDS di linea.



Nome elemento	Numero elemento	Simbolo elemento	Conc. atom %	Conc. in peso %
Ferro	26	Fe	50.70	60.47
Ossigeno	8	O	18.86	6.44
Cromo	24	Cr	13.24	14.71
Nichel	28	Ni	9.08	11.38
Alluminio	13	Al	4.03	2.32
Silicio	14	Si	2.32	1.39
Molibdeno	42	Mo	1.40	2.86
Manganese	25	Mn	0.36	0.43

Il campione di polvere inglobato a caldo è stato in parte attaccato chimicamente e ciò ha permesso di osservare al microscopio ottico le sue caratteristiche microstrutturali. Sono state raccolte immagini a diversi ingrandimenti (100x - 200x - 500x - 1000x) da cui è possibile notare la presenza delle dendriti più fini e più grossolane, come mostrato in Fig. 56.

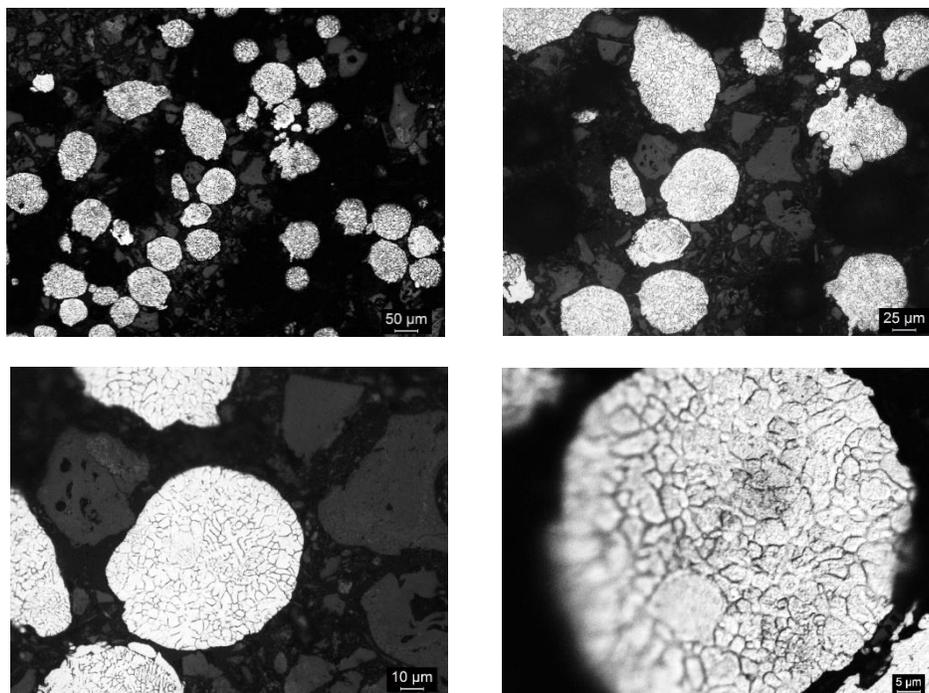


Figura 56. Immagini al microscopio ottico a 100x - 200x - 500x - 1000x.

4.2. Single Scan Tracks, Single Layers, Thin Walls

4.2.1. Effetto dei parametri di processo sulle dimensioni dei melt-pools di SST

Dopo aver eseguito le analisi sui campioni di polvere nel corso della parte sperimentale del lavoro, è stata oggetto di studio la serie di campioni SST, SL e TW, realizzata in acciaio 316L. In particolare, essi sono stati troncati, inglobati e lucidati (come descritto nel capitolo 4) e osservati al microscopio ottico in *cross section*.

Inizialmente, sono state raccolte le immagini al microscopio ottico (ingrandimento 50x) dei *Single Scan Tracks* in assenza di gas di copertura e sono state misurate le dimensioni delle pozze fusorie, mostrate in Fig. 57. Il valore di L rappresenta la larghezza della traccia, il valore di h l'altezza complessiva, il valore di g la crescita della traccia a partire dalla piastra di costruzione.

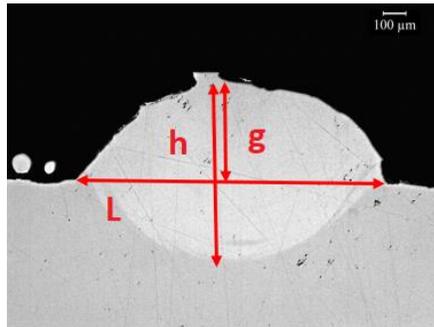


Figura 57. Dimensioni h , g , L di SST da immagine al microscopio ottico a 50x.

Terminate le misurazioni, le immagini sono state raggruppate nelle mappe di processo (fig. 58) con lo scopo di valutare l'effetto dei parametri sulle dimensioni e sulla forma delle pozze fusorie. Come mostrato in Fig. 58, per questo tipo di SST vengono confrontati i risultati per tre diversi set di parametri: potenza laser pari ad 80% e velocità di rotazione del powder feeder pari a 0,4%-0,8% e 1%. La velocità di scansione varia per tutti i set di parametri in questo modo: 50%-80%-110% e 140%. Si indica che nel caso specifico della mappa di Fig. 58 ogni colonna si riferisce ad un valore diverso di velocità di rotazione del powder feeder: rispettivamente 0,4%, 0,8% e 1%.

Velocità rotazione powder feeder : 0,4% - 0,8% - 1%			
Velocità scansione	Potenza Laser		
	80%	80%	80%
50%			
80%			
110%			
140%			

Figura 58. Mappa di processo per SST in assenza di gas di copertura.

In seguito, sono state raccolte le immagini al microscopio ottico degli SST realizzati con gas di copertura (ingrandimenti di 50x), poi sono state misurate le varie dimensioni e raggruppate nelle mappe di processo di Fig. 59, per lo stesso tipo di valutazione. Ogni mappa è realizzata per un valore diverso di velocità di rotazione del powder feeder (0,4% - 0,6% - 0,8% - 1%) e al suo interno variano la potenza del laser (50% - 60% - 80%) e la velocità di scansione (50% - 80% - 110% - 140%). Inoltre, sono state adottate tre diverse colorazioni (rosso, arancio, verde) per distinguere la qualità della deposizione.

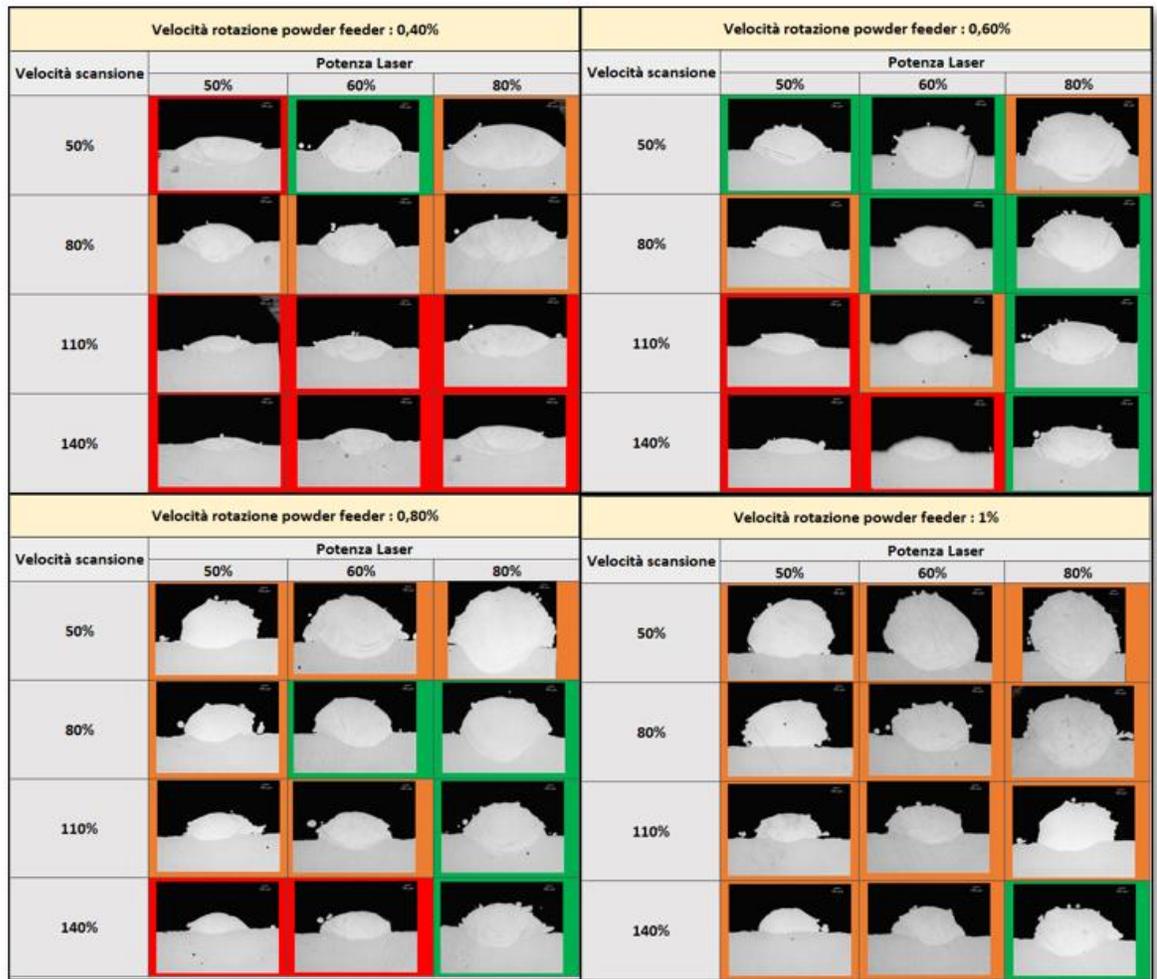


Figura 59. Mappe di processo per SST con gas di copertura.

Il criterio che è stato utilizzato in fase di studio è il seguente:

Accettabilità alta (VERDE), di forma regolare, in assenza di sottosquadri e
 $1,250 \text{ [mm]} < L < 1,500 \text{ [mm]}$,
 $0,300 \text{ [mm]} < g < 0,600 \text{ [mm]}$, (L e g di Fig. 57).

- *Accettabilità media* (ARANCIONE), di forma irregolare, in presenza di sottosquadri,
 mancata penetrazione nel substrato ((h - g = 0)
 $L < 1,250 \text{ [mm]} \text{ o } L > 1,500 \text{ [mm]}$
 $0,200 \text{ [mm]} < g < 0,300 \text{ [mm]} \text{ o } g > 0,600 \text{ [mm]}$.

È stata definita *Accettabilità media di deposizione*, in quanto le caratteristiche descritte potrebbero comportare problemi di delaminazione e mancata adesione tra gli strati nei componenti massivi.

- *Accettabilità bassa (ROSSO)*, corrispondente a deposizioni non avvenute e $g < 0,200$ [mm].

È stata definita *Accettabilità bassa di deposizione* in quanto avere l'altezza g al di sotto di un valore soglia determinerebbe la mancata crescita del componente massivo strato dopo strato e probabili rifusioni degli strati sottostanti.

Inoltre, è possibile valutare gli effetti dei parametri di processo sull'altezza g e sulla larghezza L della pozza di fusione degli SST grazie ai seguenti grafici, in cui sono riportati i risultati delle varie misurazioni condotte con *Image J*.

I grafici in Fig. 60-61-62-63 mostrano un confronto tra gli andamenti di g per gli SST realizzati con la polvere del produttore commerciale A (utilizzata per le attività sperimentali del presente lavoro di tesi) indicati con le linee continue e quelli riferiti alla polvere del produttore commerciale B indicati con linee tratteggiate.

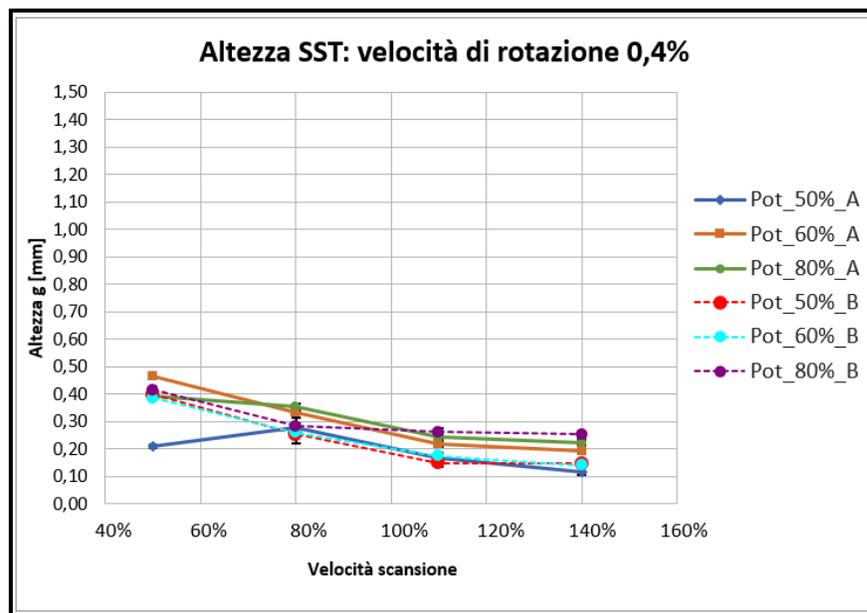


Figura 60. Altezza SST con velocità di rotazione 0,4% - Confronto produttore A e B.

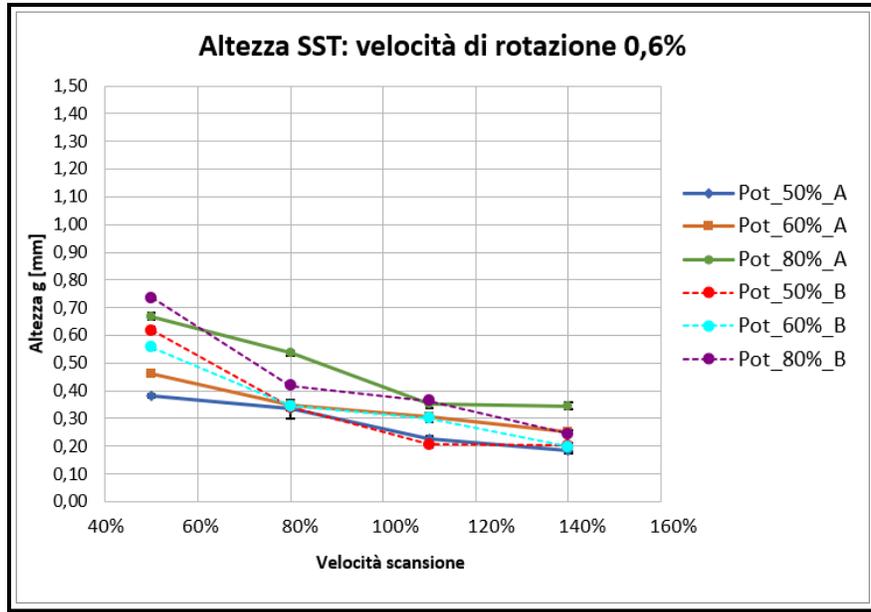


Figura 61. Altezza SST con velocità di rotazione 0,6% - Confronto produttore A e B.

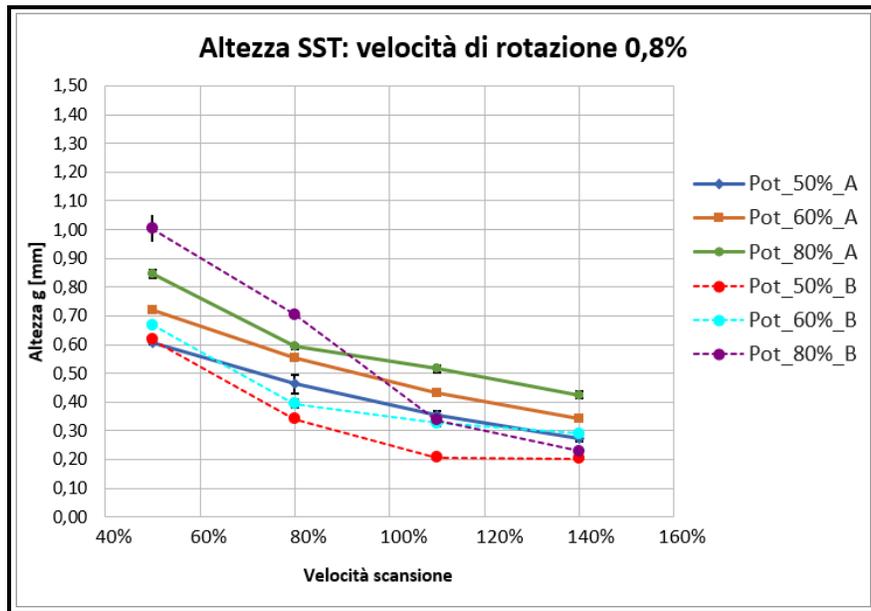


Figura 62. Altezza SST con velocità di rotazione 0,8% - Confronto produttore A e B.

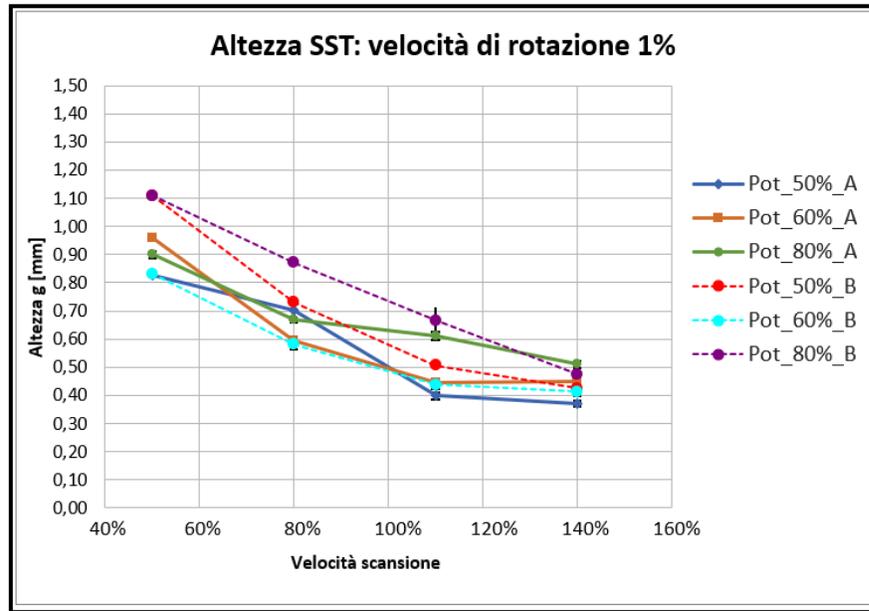


Figura 63. Altezza SST con velocità di rotazione 1% - Confronto produttore A e B.

Dall'analisi sugli SST del produttore A si è dedotto che la velocità di scansione incida maggiormente sul valore di g, poiché la diminuzione del tempo di permanenza del laser sulla traccia comporta una sua crescita ridotta. Inoltre, si può notare una minore influenza della potenza del laser sul valore di g, rispetto al caso del produttore B.

Lo stesso tipo di confronto è stato eseguito per le larghezze L delle pozze di fusione degli SST del produttore A e B (linea continua - linea tratteggiata) mediante i grafici in Fig. 64-65-66-67, in cui si riportano i risultati delle varie misurazioni condotte con *Image J*.

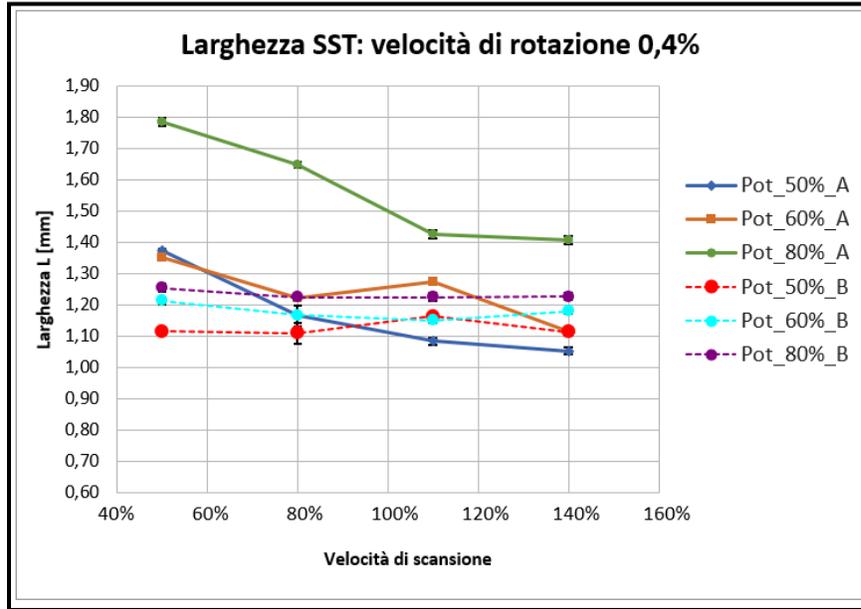


Figura 64. Larghezza SST con velocità di rotazione 0,4% - Confronto produttore A e B.

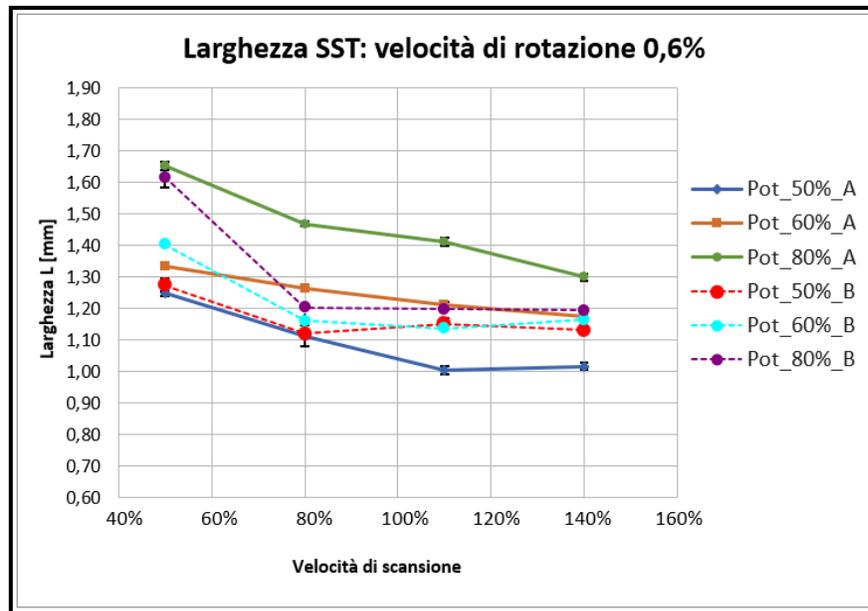


Figura 65. Larghezza SST con velocità di rotazione 0,6% - Confronto produttore A e B.

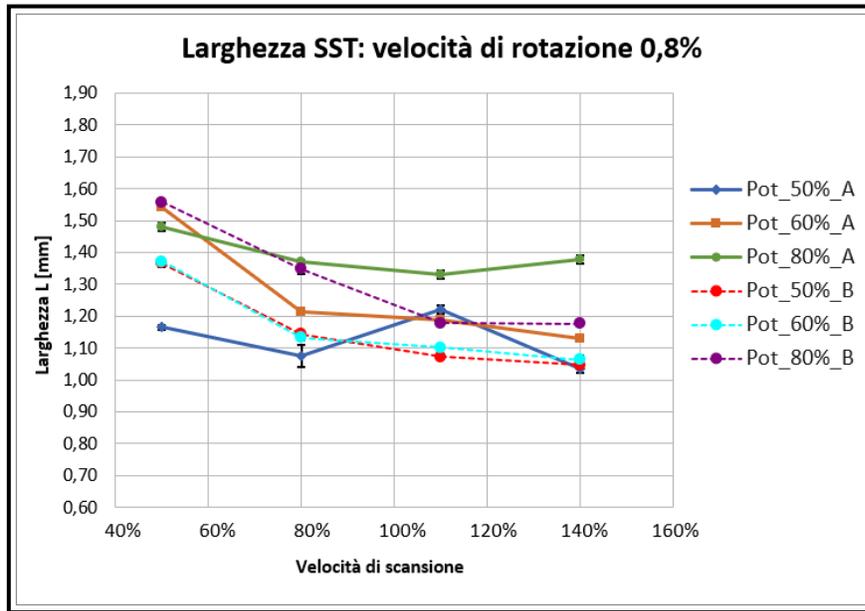


Figura 66. Larghezza SST con velocità di rotazione 0,8% - Confronto produttore A e B.

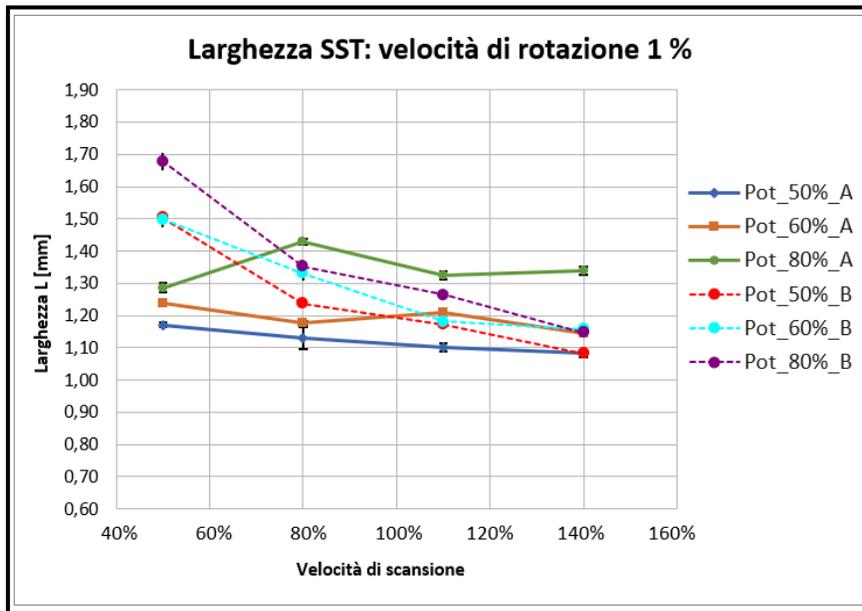


Figura 67. Larghezza SST con velocità di rotazione 1% - Confronto produttore A e B.

Dall'analisi si è dedotto che il valore di L possa variare maggiormente per effetto della potenza del laser, in quanto l'aumento di energia rilasciata dal laser comporta un maggior quantitativo di calore immagazzinato. Quest'ultimo viene trasmesso alle regioni circostanti e crea una regione più estesa di interazione tra il laser e le polveri. Inoltre, potenze elevate permettono la fusione delle polveri in eccesso e le motivazioni appena descritte spiegherebbero i valori di L più elevati. Inoltre, si può notare una maggiore influenza della potenza sul valore di L, rispetto al caso del produttore B, e in generale un effetto dei parametri di processo meno impattante sul valore di L nel caso del produttore B rispetto al produttore A.

4.2.2. Effetto dei parametri di processo sulla deposizione di SL

I *Single Layers* sono stati osservati al microscopio ottico e sono state raccolte diverse immagini (ingrandimento 50x). I campioni sono stati raggruppati all'interno di mappe di processo per valutare l'effetto dei parametri sulla loro deposizione. In particolare, è stata analizzata la qualità dei SL, servendosi del seguente criterio per poterli distinguere:

- *Accettabilità alta, (VERDE)*, per una crescita regolare, omogenea delle parti laterali complessive e delle singole tracce, in assenza di difetti rilevanti.

- *Accettabilità bassa, (ROSSO)*, per una crescita non omogenea delle singole tracce e accumulo laterale di materiale a causa di HD bassi, quindi alte % di Overlap. Inoltre, sono stati definiti di *scarsa qualità* i casi di SL con difetti rilevanti tra le singole tracce e nella zona di interfaccia con substrato, e quelli privi di sovrapposizione dei singoli melt-pools. In particolare, è stato riscontrato per velocità di rotazione del powder feeder di 0,8% una totale assenza di penetrazione del materiale nel substrato. Quest'ultima potrebbe comportare problematiche di delaminazione, quindi un distacco di alcuni strati in fase di realizzazione del componente massivo. Per tale ragione, in aggiunta al grado di difettosità molto evidente, la mappa presente in Fig. 80 è stata interamente definita di *accettabilità bassa*.

Si riportano le mappe di processo degli SL in Fig. 68,69,70.

Velocità di rotazione powder feeder : 0,4%				Potenza Laser		Velocità di rotazione powder feeder : 0,4%			Potenza Laser	
Velocità di scansione	Larghezza L [mm]	HD [mm]	Overlap [%]	50%		Larghezza L [mm]	HD [mm]	Overlap [%]	60%	
50%	1,146	0,516	55			1,313	0,591	55		
	1,146	0,745	35			1,313	0,853	35		
	1,146	0,974	15			1,313	1,116	15		
80%	1,090	0,491	55			1,219	0,549	55		
	1,090	0,709	35			1,219	0,792	35		
	1,090	0,927	15			1,219	1,036	15		

Figura 68. Mappa di processo SL per velocità di rotazione powder feeder 0,4%.

Velocità di rotazione powder feeder : 0,6%				Potenza Laser		Velocità di rotazione powder feeder : 0,6%			Potenza Laser	
Velocità di scansione	Larghezza L [mm]	HD [mm]	Overlap [%]	50%		Larghezza L [mm]	HD [mm]	Overlap [%]	60%	
50%	1,252	0,583	55			1,308	0,589	55		
	1,252	0,814	35			1,308	0,850	35		
	1,252	1,064	15			1,308	1,112	15		
80%	1,105	0,497	55			1,200	0,540	55		
	1,105	0,718	35			1,200	0,780	35		
	1,105	0,939	15			1,200	1,020	15		

Figura 69. Mappa di processo SL per velocità di rotazione powder feeder 0,6%.

Velocità di rotazione powder feeder : 0,8%				Potenza Laser				Velocità di rotazione powder feeder : 0,8%				Potenza Laser			
Velocità di scansione	Larghezza L [mm]	HD [mm]	Overlap [%]	50%				Larghezza L [mm]	HD [mm]	Overlap [%]	60%				
50%	1,130	0,509	55					1,266	0,570	55					
	1,130	0,735	35					1,266	0,823	35					
	1,130	0,961	15					1,266	1,076	15					
80%	1,125	0,506	55					1,383	0,622	55					
	1,125	0,731	35					1,383	0,899	35					
	1,125	0,956	15					1,383	1,176	15					

Figura 70. Mappa di processo SL per velocità di rotazione powder feeder 0,8%.

4.2.3. Effetto dei parametri di processo sulla deposizione di TW

Per i *Thin Walls* è stato affrontato uno studio analogo, tramite mappe di processo per stabilire l'effetto dei parametri di deposizione. Le immagini al microscopio ottico (ingrandimento di 50x) sono state raggruppate e hanno permesso di classificare i TW mediante colorazioni diverse (VERDE e ROSSO).

Il criterio adottato si è basato unicamente sulla crescita lungo z, in quanto TW sviluppati in altezza permetterebbero un aumento della produttività e per questo ritenuti di *Accettabilità alta* (VERDE). I TW che non sono cresciuti lungo z, probabilmente a causa della bassa velocità di rotazione del powder feeder (0,4%), sono stati ritenuti di *Accettabilità bassa* (ROSSO).

Si riportano le mappe di processo dei TW in Fig. 71-72-73.

Velocità di rotazione powder feeder : 0,8%				Potenza Laser		Velocità di rotazione powder feeder : 0,8%				Potenza Laser		
Velocità di scansione	Altezza g [mm]	ΔZ [mm]	Overlap [%]	50%	Altezza g [mm]	ΔZ [mm]	Overlap [%]	60%	Altezza g [mm]	ΔZ [mm]	Overlap [%]	60%
50%	0,283	0,113	90		0,433	0,173	90					
	0,283	0,198	90		0,433	0,303	90					
	0,283	0,283	90		0,433	0,433	90					
80%	0,230	0,092	90		0,311	0,124	90					
	0,230	0,161	90		0,311	0,218	90					
	0,230	0,230	90		0,311	0,311	90					

Figura 71. Mappa di processo TW per velocità di rotazione powder feeder 0,4%.

Velocità di rotazione powder feeder : 0,8%				Potenza Laser		Velocità di rotazione powder feeder : 0,8%				Potenza Laser		
Velocità di scansione	Altezza g [mm]	ΔZ [mm]	Overlap [%]	50%	Altezza g [mm]	ΔZ [mm]	Overlap [%]	60%	Altezza g [mm]	ΔZ [mm]	Overlap [%]	60%
500	0,355	0,142	90		0,480	0,192	90					
	0,355	0,249	90		0,480	0,336	90					
	0,355	0,355	90		0,480	0,480	90					
800	0,311	0,124	90		0,324	0,130	90					
	0,311	0,218	90		0,324	0,227	90					
	0,311	0,311	90		0,324	0,324	90					

Figura 72. Mappa di processo TW per velocità di rotazione powder feeder 0,6%.

Velocità di rotazione powder feeder : 0,8%				Potenza Laser	Velocità di rotazione powder feeder : 0,8%				Potenza Laser
Velocità di scansione	Altezza g [mm]	ΔZ [mm]	Overlap [%]	50%	Altezza g [mm]	ΔZ [mm]	Overlap [%]	60%	
50%	0.552	0.221	90		0.672	0.269	90		
	0.552	0.386	30		0.672	0.470	30		
	0.552	0.552	0		0.672	0.672	0		
80%	0.458	0.183	90		0.563	0.225	90		
	0.458	0.321	30		0.563	0.394	30		
	0.458	0.458	0		0.563	0.563	0		

Figura 73. Mappa di processo TW per velocità di rotazione powder feeder 0,8%.

4.3. Massive Cubes

4.3.1. Valutazione dello scostamento tra ΔZ teorico e reale

Dopo aver raccolto i risultati per i vari campioni SST, SL e TW, sono state analizzate le cross sections dei *Massive Cubes* attraverso lo stereomicroscopio, il microscopio ottico e il microscopio elettronico a scansione.

Le osservazioni effettuate allo stereomicroscopio hanno permesso di valutare la regolarità geometrica degli strati depositati e lo scostamento tra ΔZ teorico e ΔZ reale, al variare dei parametri di processo con cui sono stati realizzati i cubi. Sono state raccolte immagini ad un ingrandimento di 8x per ricostruire la sezione del cubo (Fig. 74-a), e poi immagini ad ingrandimenti di 10x (Fig.74-b) 16x (Fig.74-c) 20x (Fig.74-d) per poter misurare le distanze tra gli strati lungo z a risoluzioni migliori. Si mostra in Fig. 74 la ricostruzione della sezione del cubo n°1 e le immagini ad ingrandimenti maggiori, che ripropongono alcuni particolari evidenziati nei riquadri.

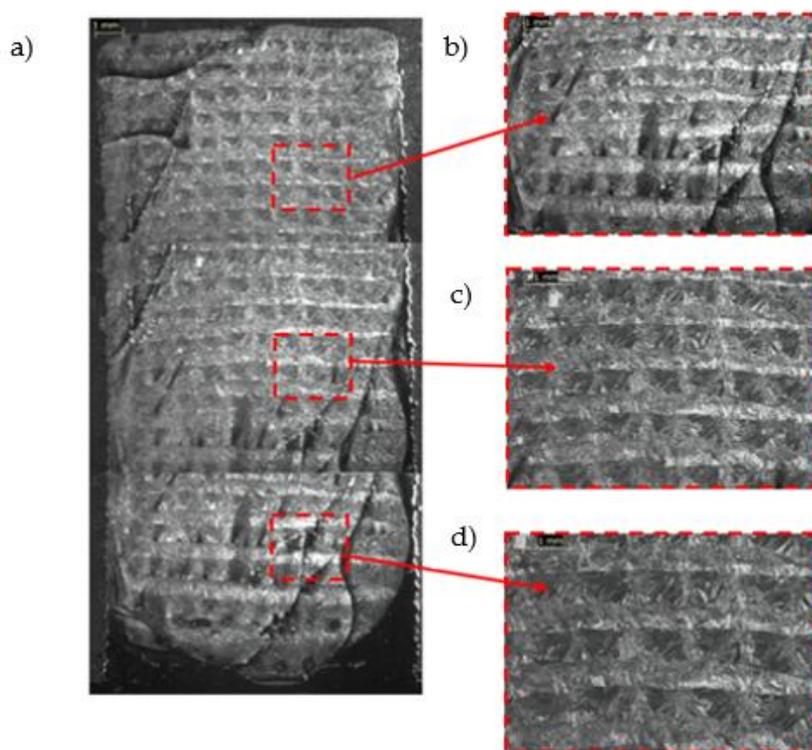


Figura 74- Immagini allo stereomicroscopio a 8x(a) - 10x(b) - 16x(c) - 20x(d) del cubo n°1.

In seguito, le distanze lungo z sono state misurate attraverso *Imagej* ed i risultati sono raccolti in Tabella 21, in cui è possibile notare alcune variazioni per il cubo 2 e cubo 6, rispetto agli altri cubi in cui non sono presenti scostamenti tra ΔZ teorico e ΔZ reale.

Tabella 21. Risultati scostamento delta reale e teorico.

CODICE PROVA	N. CUBO	TIPOLOGIA PROVA	ΔZ TEORICO	ΔZ REALE (VALORE MEDIO \pm DEV.STAND)		
1CUBE-ER	1	B	0,50	0,55	\pm	0,05
2CUBE-ER	2	B	0,30	0,40	\pm	0,04
3CUBE-ER	3	B	0,30	0,26	\pm	0,05
4CUBE-ER	4	B	0,50	0,49	\pm	0,05
5CUBE-ER	5	B	0,30	0,31	\pm	0,02
6CUBE-ER	6	B	0,30	0,39	\pm	0,02
7CUBE-ER	7	B	0,40	0,42	\pm	0,02
8CUBE-ER	8	B	0,60	0,65	\pm	0,02
10CUBE-ER	10	A	0,40	0,42	\pm	0,04
12CUBE-ER	12	A	0,30	0,34	\pm	0,02
13CUBE-ER	13	B	0,30	0,31	\pm	0,05

4.3.2. Analisi difetti

I cubi, in seguito, sono stati analizzati al microscopio ottico e al SEM per i seguenti scopi:

- Calcolo del grado di difettosità (% area di difettosità presente).
- Valutazione della composizione chimica dei difetti, tramite analisi EDS di linea.

A tal proposito, si riportano in Tabella 22 i parametri con cui sono stati realizzati i cubi per le valutazioni successive.

Tabella 22. Parametri cubi.

	CUBO 1	CUBO 2	CUBO 3	CUBO 4	CUBO 5	CUBO 6	CUBO 7	CUBO 8	CUBO 10	CUBO 12	CUBO 13
Potenza	50%	50%	50%	50%	60%	60%	60%	60%	60%	50%	50%
Velocità	80%	80%	80%	80%	80%	80%	80%	80%	80%	80%	80%
Rotazione	0,8%	0,6%	0,6%	0,6%	0,6%	0,6%	0,8%	0,8%	0,8%	0,7%	0,7%
Z-step	0,5	0,3	0,3	0,5	0,3	0,3	0,4	0,6	0,4	0,3	0,3
HD	0,9	0,9	0,7	0,7	0,8	1	0,9	1	0,9	0,75	0,75
Azoto	si	no	no	si							

Per poter eseguire il calcolo del grado di difettosità, i cubi sono stati osservati al microscopio ottico e sono state raccolte immagini in corrispondenza di vari livelli di cross section (TOP, MIDDLE, BOTTOM) (Fig. 75-a). Per ognuno di essi sono state raccolte cinque immagini ad ingrandimenti di 50x e 100x (Fig. 75 - b, c, d) ed è stato possibile valutare la percentuale di area con difetti più nel dettaglio.

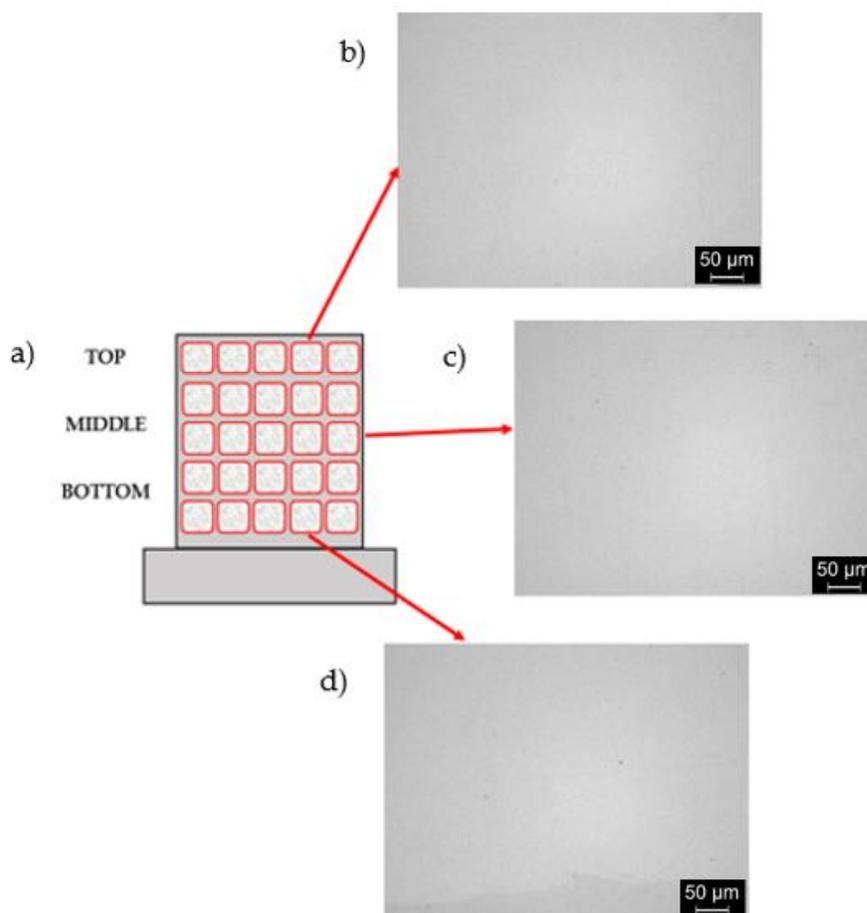


Figura 75. (a) Cross Section campione, (b,c,d) immagini al microscopio ottico a 100x.

Per tutte le immagini è stato eseguito il calcolo dell'area di difettosità (in valore percentuale) mediante il programma *Imagej*, ed i relativi risultati sono mostrati in Tabella 23 e nell'istogramma presente in Fig. 76.

Tabella 23. Risultati di Area di difettosità per i campioni massivi.

AREA DIFETTOSITA' CAMPIONI MASSIVI [%]											
N° CUBO	1	2	3	4	5	6	7	8	10	12	13
VALORE MEDIO	1,232	0,031	0,068	0,034	0,048	0,012	0,201	0,270	0,121	0,294	0,732
DEV. STANDARD	1,764	0,081	0,087	0,054	0,186	0,018	0,493	0,380	0,255	0,798	1,115

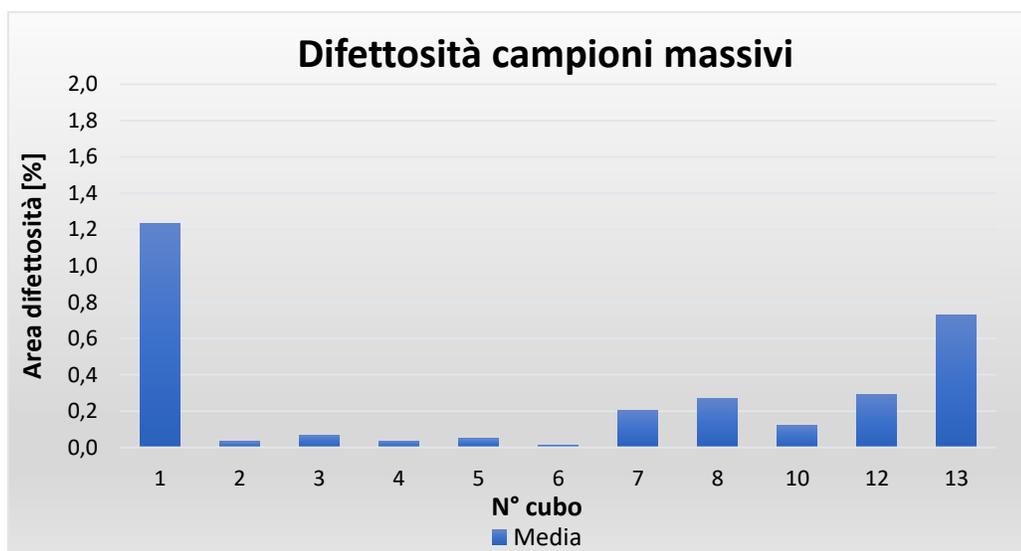


Figura 76. Istogramma per lo studio della difettosità dei campioni massivi.

I risultati mostrano il valore minimo pari a 0,012 % di area di difettosità (con 0,018 % di dev. standard) per il cubo n° 6, e valori accettabili in quanto $\leq 0,1\%$ per i cubi n° 2, 3, 4 e 5. Contrariamente ad essi, come è ben visibile nell'istogramma di Fig, 76, i cubi n° 7,8,10,12,13 hanno percentuali di area di difettosità $> 0,1\%$ e il cubo n°1 supera 1%.

In questo modo è possibile eseguire le seguenti valutazioni:

- I parametri ottimali per ottenere campioni massivi ad alta densità sono:
 - Potenza: 50%-60%
 - Velocità di scansione: 80%
 - Velocità di rotazione powder feeder: 0,6%

HD: 0,65 (35% di overlap)

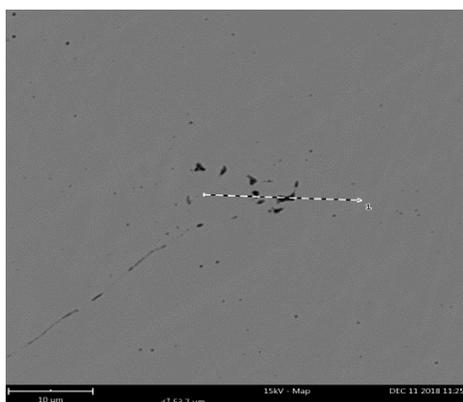
Z-step: 0,7 (30% di overlap)

- Velocità di rotazione del powder feeder di 0,8% non determina alti valori di densità
- La presenza dello shielding gas non ha effetti sempre positivi, come viene mostrato per le coppie di campioni 7- 10 e 12 - 13 in Tabella 23. Infatti, essi sono stati realizzati per valutare i suoi effetti e per ogni coppia uno dei due è stato realizzato in assenza di gas a parità di parametri di processo.

Quindi, è stato necessario eseguire alcune analisi EDS di linea sui vari cubi per valutare la composizione chimica dei difetti in generale e, nello specifico, valutare gli effetti dello shielding gas.

Si riportano inizialmente le tipologie di ossidi rintracciati dalle analisi, ad esempio in Tabella 24 si mostrano i risultati ottenuti per il cubo 1 dallo studio EDS lungo la linea tratteggiata mostrata nella figura seguente.

Tabella 24. Risultati analisi EDS di linea sul cubo 1.



Nome elemento	Num. elemento	Simbolo elemento	Conc. atom %	Conc. in peso %
Ferro	26	Fe	51.30	60.59
Cromo	24	Cr	14.92	16.41
Nichel	28	Ni	9.03	11.21
Ossigeno	8	O	19.59	6.63
Molibdeno	42	Mo	1.45	2.95
Silicio	14	Si	3.71	2.20

L'EDS di linea riportata in Fig. 77 mostra gli andamenti dei vari elementi: in particolare, sono stati cerchiati in rosso i picchi di Ossigeno e Silicio, in corrispondenza delle diminuzioni di Ferro e Cromo. In questo modo, è stato possibile stabilire la tipologia di difetto presente:

➤ *Ossido di silicio (SiO₂), (Tabella 24).*

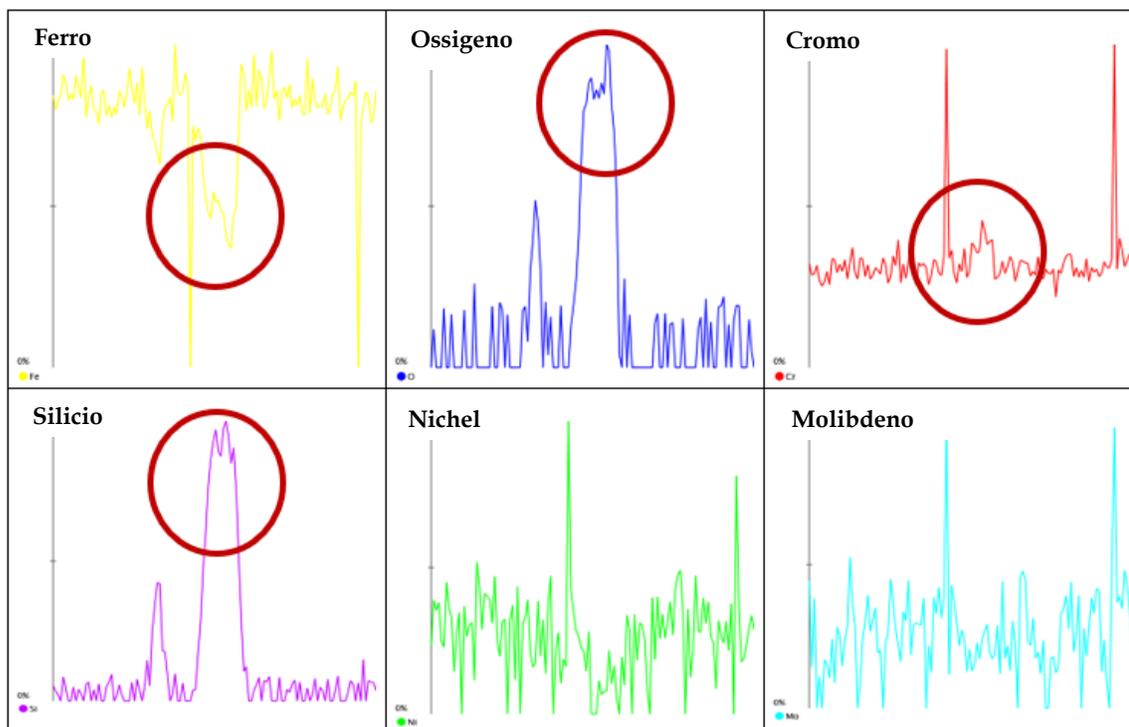
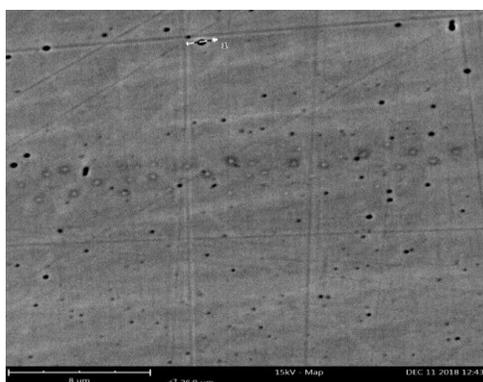


Figura 77. Risultati analisi EDS di linea con andamenti dei vari elementi.

Si riportano in Tabella 25 i risultati ottenuti per il cubo 2 dall'analisi EDS eseguita lungo la linea tratteggiata mostrata nella figura seguente.

Tabella 25. Risultati analisi EDS di linea sul cubo 2.



Nome elemento	Num. elemento	Simbolo elemento	Conc. atom %	Conc. in peso %
Ferro	26	Fe	58.56	67.98
Cromo	24	Cr	17.50	18.91
Ossigeno	8	O	18.35	6.10
Molibdeno	42	Mo	2.65	5.29
Silicio	14	Si	2.94	1.72

Il sistema ha realizzato i grafici di Fig. 78 che mostrano gli andamenti dei vari elementi: in particolare, anche in questo caso, sono stati cerchiati in rosso i picchi di Ossigeno e Silicio, in corrispondenza delle diminuzioni di Ferro e Cromo.

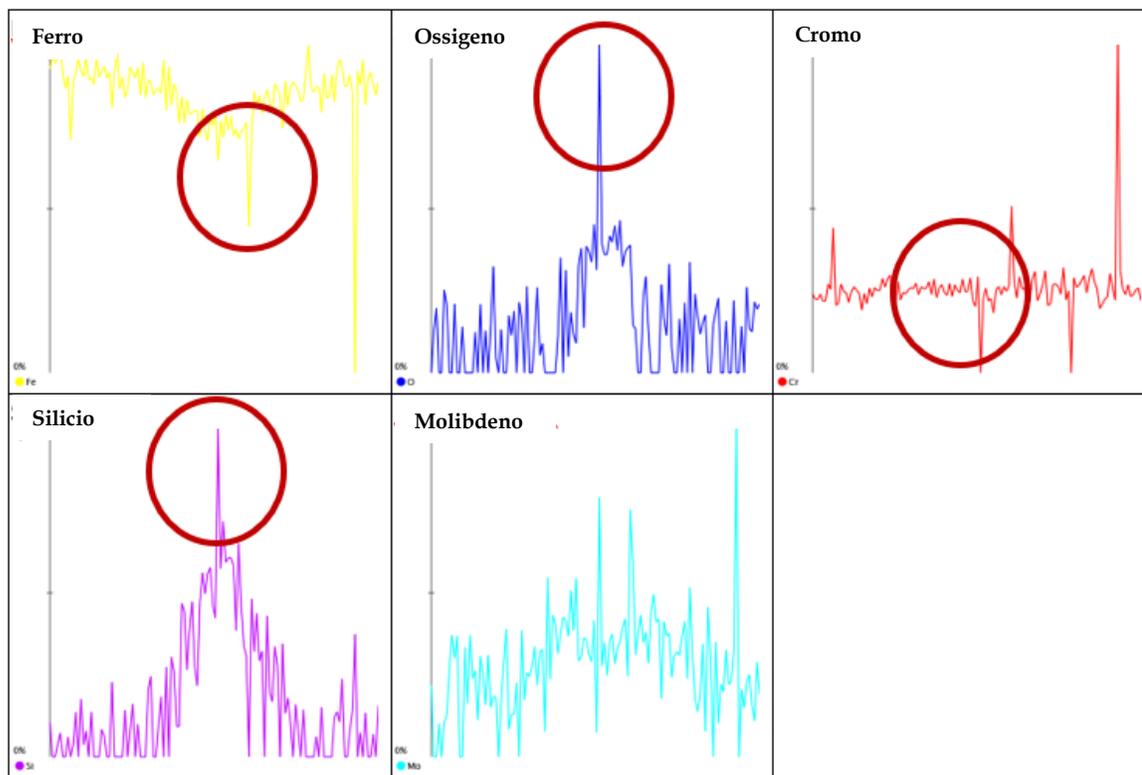


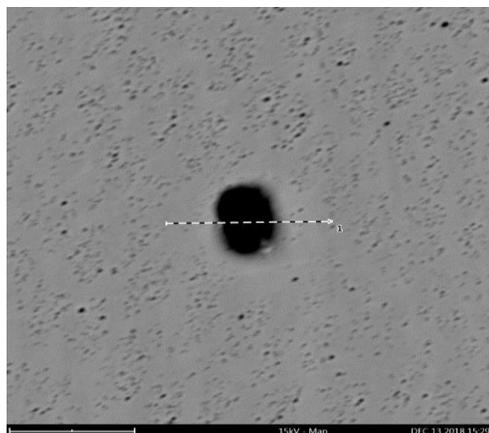
Figura 78. Risultati analisi EDS di linea con andamenti dei vari elementi

In questo modo, è stato possibile stabilire la tipologia di difetto presente:

- *Ossido di silicio* (Tabella 25).

Inoltre, sono stati rintracciati altri tipi di ossidi, come è mostrato dai risultati ottenuti per il cubo 5 (Tabella 26).

Tabella 26. Risultati analisi EDS di linea



Nome elemento	Num. elemento	Simbolo elemento	Conc. atom %	Conc. in peso %
Ferro	26	Fe	46.44	58.55
Cromo	24	Cr	12.54	14.72
Nichel	28	Ni	8.01	10.62
Ossigeno	8	O	25.56	9.23
Silicio	14	Si	5.94	3.77
Molibdeno	42	Mo	1.34	2.91
Manganese	25	Mn	0.16	0.20

Il sistema ha realizzato i grafici di Fig. 79 che mostrano gli andamenti dei vari elementi: in particolare, sono stati cerchiati in rosso i picchi di Ossigeno, Silicio, Manganese in corrispondenza delle diminuzioni di Ferro, Cromo e Nichel. Si tratta di un tipo particolare di difetto:

- *Rhodonite* (MnSiO_3), (Tabella 26).

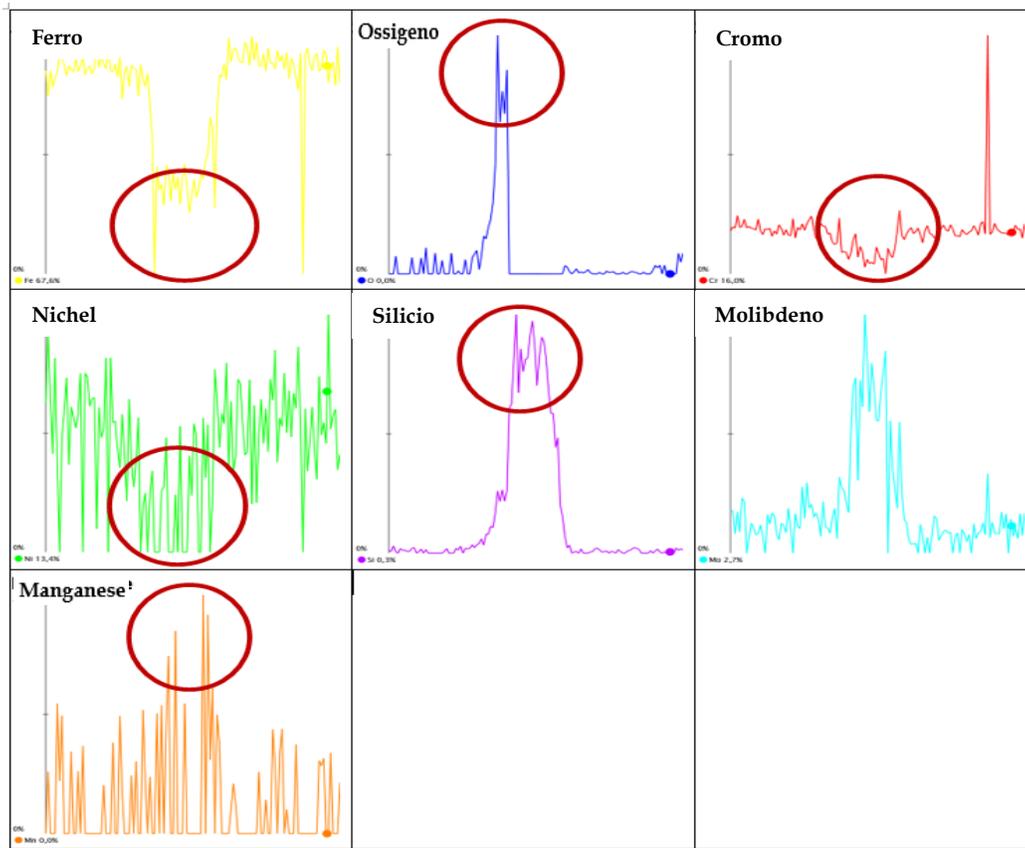


Figura 79. Risultati analisi EDS di linea con andamenti dei vari elementi

In seguito, lo studio dei difetti si è concentrato sui cubi 7-10 e 12-13 per valutare l'influenza dello shielding gas, in quanto lo studio della % di area di difettosità ha mostrato un'azione diversa nei due casi, a parità di parametri di processo. In particolare, sono stati rintracciati i seguenti difetti per la prima coppia di cubi:

- Poro di forma irregolare e ossido di forma circolare, per il cubo 7
- Ossido di forma circolare per il cubo 10

Si mostra in Fig. 80 l'immagine al SEM che ritrae il poro presente in cross section del cubo 7, definito tale a causa della brusca diminuzione dei valori di Ferro, Cromo e Nichel.

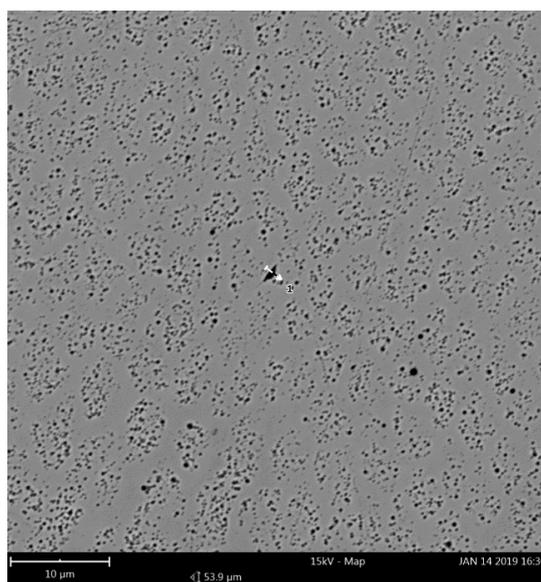


Figura 80. Immagine al SEM del poro del cubo 7.

Si riportano in Tabella 27 i risultati ottenuti per il cubo 7 dall'analisi EDS eseguita lungo la linea tratteggiata mostrata nella figura seguente.

Tabella 27. Risultati analisi EDS di linea.

Nome elemento	Num. elemento	Simbolo elemento	Conc. atom %	Conc. in peso %
Ferro	26	Fe	51.41	62.72
Ossigeno	8	O	22.80	7.97
Cromo	24	Cr	14.41	16.37
Nichel	28	Ni	8.90	11.41
Silicio	14	Si	2.48	1.52

La Fig. 81 mostra gli andamenti delle EDS di linea dei vari elementi chimici: in particolare, anche in questo caso, sono stati cerchiati in rosso i picchi di Ossigeno e Silicio, in corrispondenza delle diminuzioni di Ferro, Cromo e Nichel.

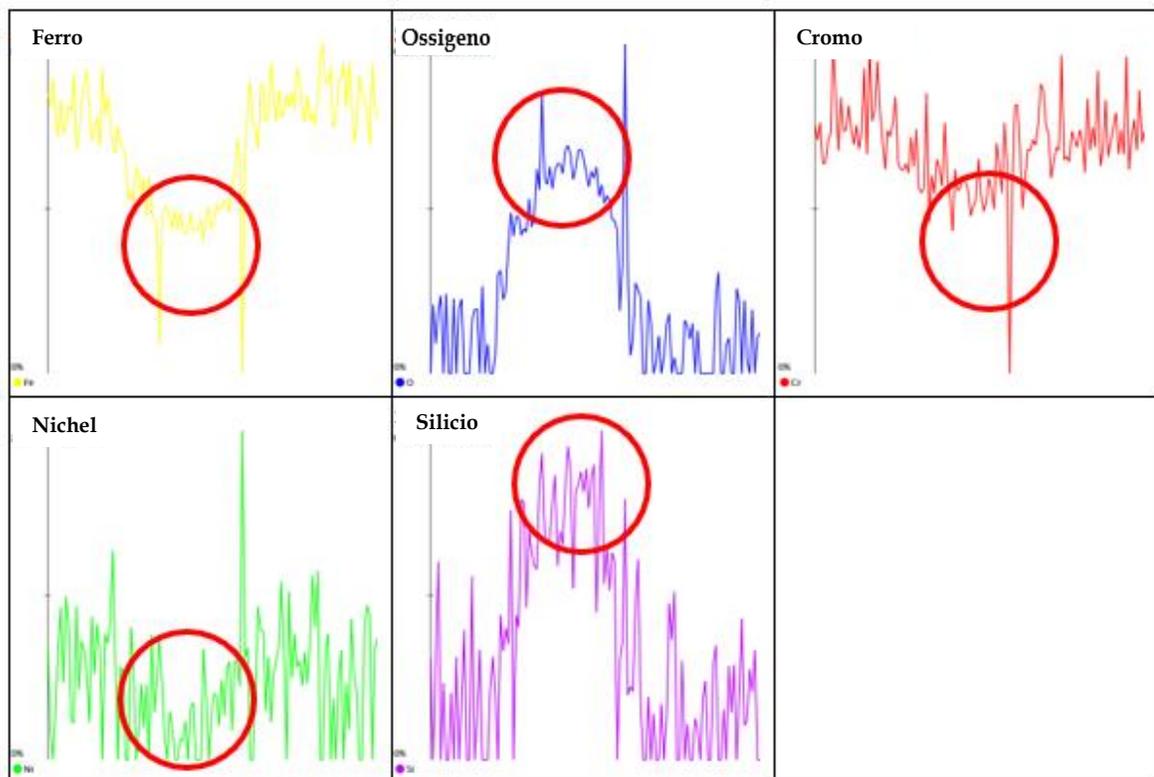


Figura 81. Risultati analisi EDS di linea con andamenti dei vari elementi

In questo modo, dall'analisi degli arricchimenti degli elementi chimici è stato possibile stabilire la tipologia di difetto presente:

- *Ossido di silicio* (Tabella 27).

Anche per il cubo 10 è stato rintracciato lo stesso tipo di ossido, come mostrato in Tabella 28 e nel grafico di Fig. 82.

Tabella 28. Risultati analisi EDS di linea.

Nome elemento	Num. elemento	Simbolo elemento	Conc. atom %	Conc. in peso %
Ferro	26	Fe	49.09	61.20
Ossigeno	8	O	23.45	8.37
Cromo	24	Cr	14.16	16.44
Nichel	28	Ni	8.25	10.81
Silicio	14	Si	5.05	3.17

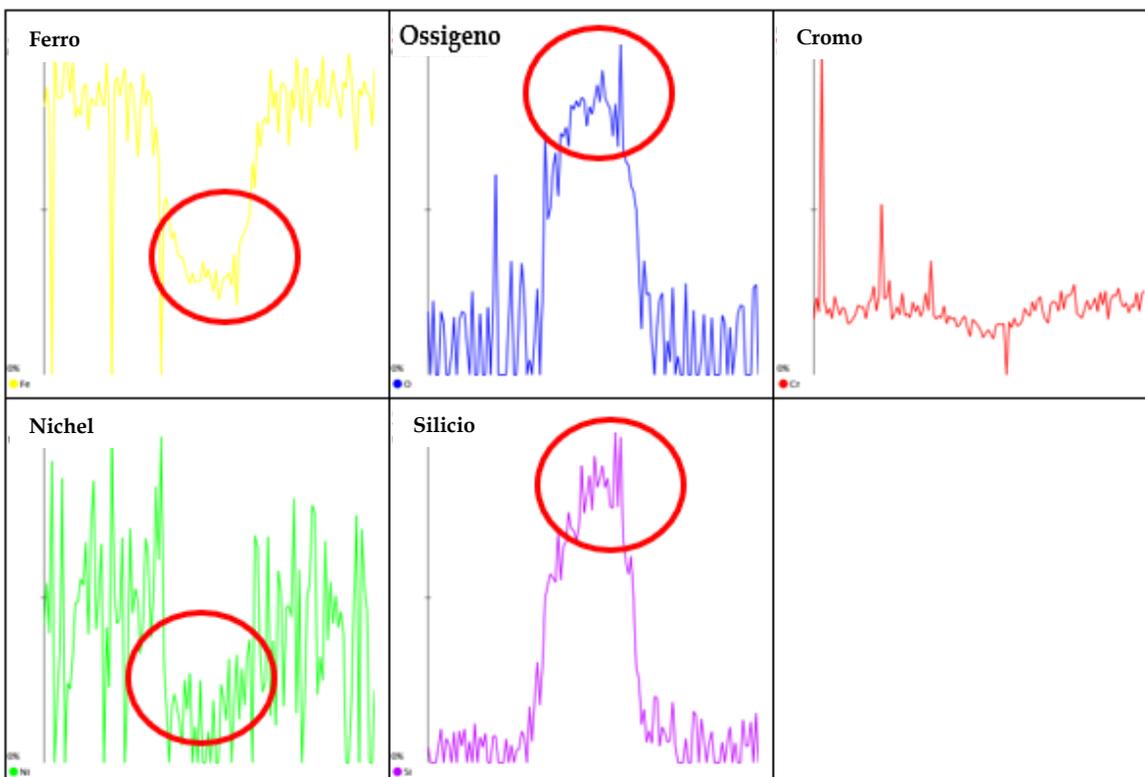


Figura 82. Risultati analisi EDS di linea con andamenti dei vari elementi

Per la seconda coppia di cubi, sono stati rintracciati:

- *Pori* di grandi dimensioni e forme irregolari e *ossidi* di dimensioni ridotte e forme circolari per il cubo 13
- *Pori* di dimensioni maggiori e *ossidi* di dimensioni ridotte per il cubo 12

Si mostrano alcuni esempi, come un poro in Fig. 83 del cubo 13 e un ossido di silicio del cubo 12, con le percentuali degli elementi chimici mostrate in Tabella 29.

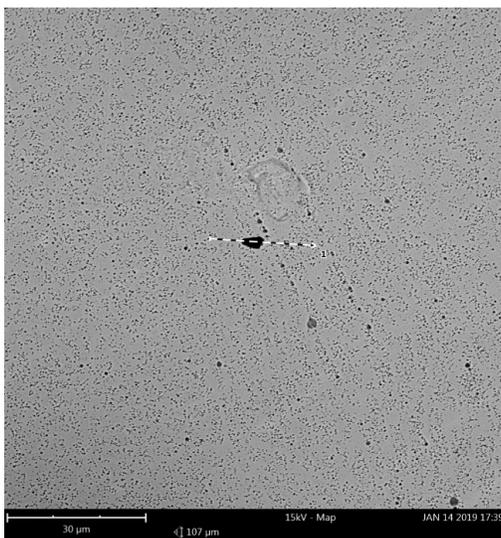


Figura 83. Immagine al SEM del poro del cubo 13.

Tabella 29. Risultati analisi EDS di linea.

Nome elemento	Num. elemento	Simbolo elemento	Conc. atom %	Conc. in peso %
Ferro	26	Fe	44.33	58.09
Ossigeno	8	O	27.45	10.30
Cromo	24	Cr	13.89	16.94
Nichel	28	Ni	7.27	10.01
Silicio	14	Si	7.06	4.65

Il sistema ha realizzato i grafici di Fig. 84 che mostrano gli andamenti dei vari elementi: in particolare, sono stati cerchiati in rosso i picchi di Ossigeno e Silicio in corrispondenza delle diminuzioni di Ferro, Cromo e Nichel. Si tratta di un tipo particolare di difetto:

- *Ossido di silicio (SiO₂)*, (Tabella 29).

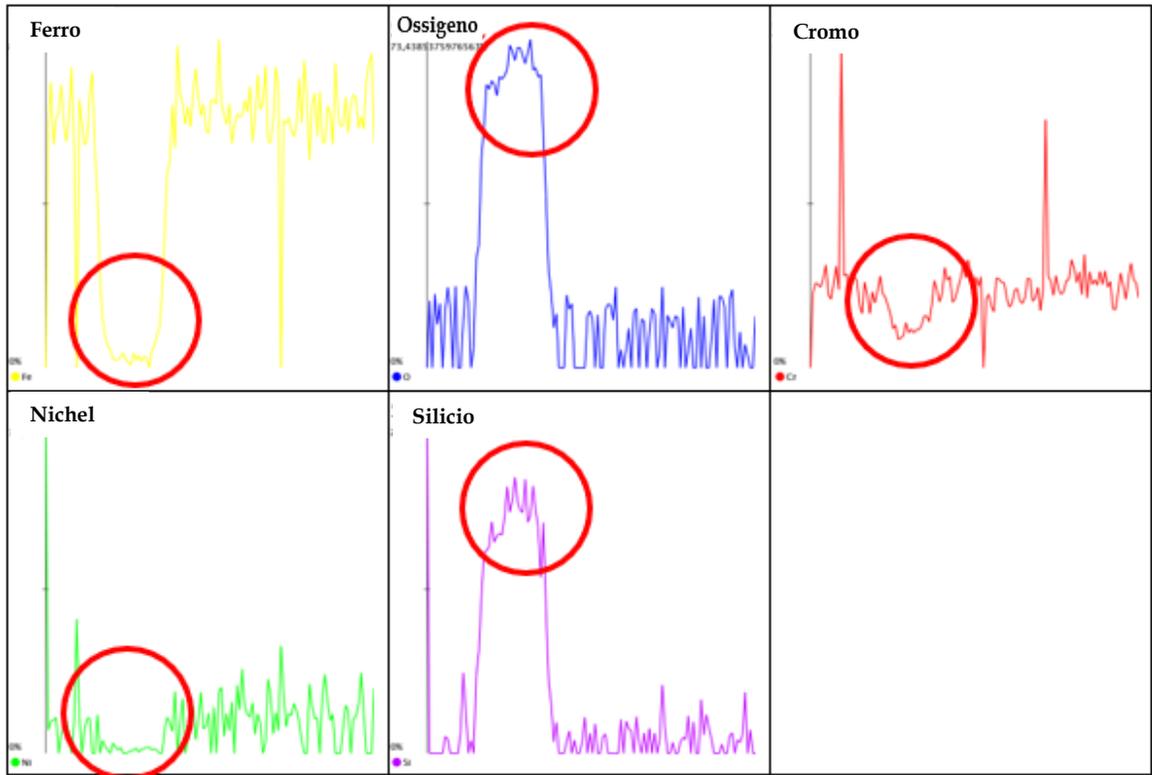


Figura 84. Risultati analisi EDS di linea con andamenti dei vari elementi

In conclusione, dall'analisi sulle due coppie di cubi è stato dedotto che sono presenti principalmente due tipi di ossidi di forma regolare e dimensioni ridotte, *Ossido di silicio (SiO₂)* e *Rhodonite (MnSiO₃)*, e le porosità appaiono di dimensioni maggiori e di forma irregolare. La presenza dello *shielding gas* sui cubi, quindi, non riesce a schermare in maniera efficace il processo da fenomeni ossidativi e non impedisce la formazione di porosità interne al pezzo. A tal proposito, risulterebbe interessante eseguire analisi più approfondite a riguardo.

4.3.3. *Analisi microstrutturale*

Al termine della fase di analisi eseguita sui cubi, si è deciso di studiare maggiormente nel dettaglio la microstruttura e la sua possibile evoluzione, a causa delle variazioni del *cooling rate* durante la crescita dei campioni. Infatti, le condizioni locali del trasferimento di calore e la direzione del flusso energetico determinano l'evoluzione della trama e l'orientamento della struttura dendritica. Yadollahi et al. [43] mostrano nel loro studio come la crescita segua il flusso di calore, in particolare avvenga secondo la direzione del Δt tra le regioni più interne e quelle esposte all'ambiente esterno. Si tratta di una variazione notevole di temperature in quanto i layer più interni immagazzinano il calore, a differenza delle parti superficiali che lo trasmettono per convezione o radiazione verso l'ambiente esterno.

Inoltre, la forma dendritica è fortemente correlata alla velocità di raffreddamento: risulta di tipo *equiassico* per velocità elevate, come accade per gli strati inferiori in cui viene trasmesso il calore direttamente alla piattaforma di costruzione. Contrariamente a quanto descritto, si ottiene una struttura di tipo *colonnare* per velocità inferiori, come accade per le regioni più interne in cui è difficile disperdere il calore e, quindi, si lascia il tempo alla struttura dendritica di accrescersi. A tal proposito, per il presente lavoro di tesi sono state raccolte le immagini dei cubi (a seguito dell'attacco chimico) al microscopio ottico, su vari livelli: TOP, MIDDLE, BOTTOM. Si riporta il metodo adottato secondo i riquadri in rosso della cross section del campione (Fig. 95-a) e alcune immagini al microscopio ottico a 500x (Fig.85-b, c, d).

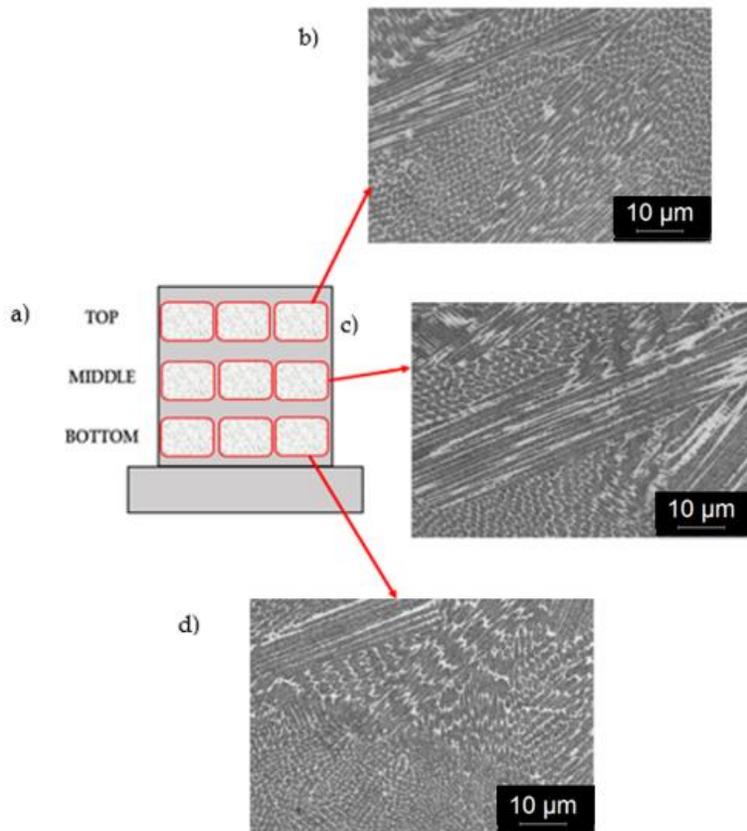


Figura 85. (a) Rappresentazione schematica della cross section del campione (b) immagini al microscopio ottico a 500x.

In particolare, si mostrano alcuni risultati ottenuti: in Fig. 86-a sono evidenziati i bordi dei melt pools tramite linee tratteggiate in rosso e viene cerchiata la forma più allungata assunta dalle strutture dendritiche in corrispondenza della zona termicamente alterata. Questo comportamento si deve al calore immagazzinato negli strati precedentemente depositati. La velocità di raffreddamento in questo caso è inferiore, fattore che potrebbe spiegare la transizione da strutture equiassiche a colonnari. Inoltre, in Fig. 86-b si mostra la forte anisotropia riscontrata a livello microstrutturale e di proprietà meccaniche, dato l'alternarsi delle strutture dendritiche di varie forme e dimensioni. Infatti, la crescita di grani colonnari per via del flusso termico accresce la duttilità del componente, contrariamente a grani più fini ed equiassici che lo rendono più fragile.

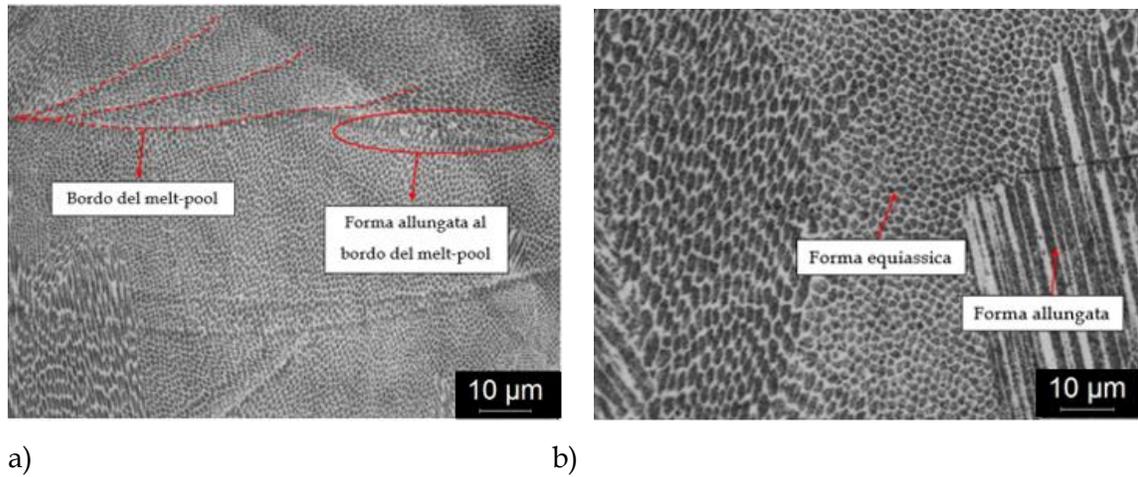


Figura 86. (a) Immagine al microscopio ottico a 200x,
(b) Immagine al microscopio ottico a 500x

In seguito, dalle immagini al microscopio ottico (ingrandimento di 500x) sono state misurate le PDAS (Primary Dendritic Arm Spacing) delle dendriti come riportato in Fig.87. I risultati che sono stati ottenuti sono mostrati in Tabella 30.

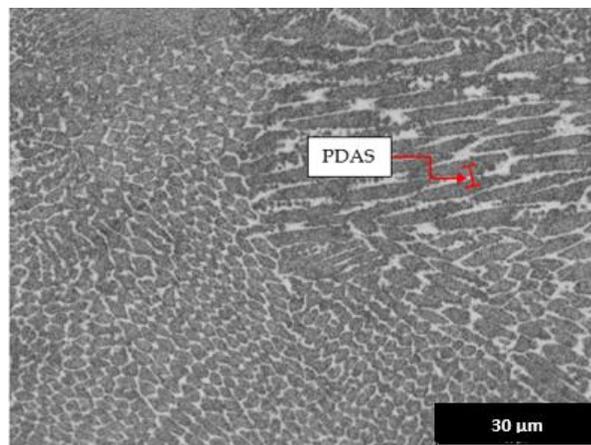


Figura 87. Dimensione PDAS

Tabella 30. Risultati PDAS.

	CUBO 1	CUBO 2	CUBO 3
	Valore medio \pm Dev. Stand	Valore medio \pm Dev. Stand	Valore medio \pm Dev. Stand
TOP	4,50 \pm 0,18	4,03 \pm 0,17	4,25 \pm 0,13
MIDDLE	5,19 \pm 0,26	4,26 \pm 0,15	4,28 \pm 0,00
BOTTOM	5,28 \pm 0,21	4,00 \pm 0,09	4,38 \pm 0,16
	CUBO 4	CUBO 5	CUBO 6
	Valore medio \pm Dev. Stand	Valore medio \pm Dev. Stand	Valore medio \pm Dev. Stand
TOP	4,72 \pm 0,13	4,47 \pm 0,13	5,07 \pm 0,32
MIDDLE	4,50 \pm 0,09	4,67 \pm 0,21	4,21 \pm 0,12
BOTTOM	4,08 \pm 0,26	4,68 \pm 0,27	4,54 \pm 0,17
	CUBO 7	CUBO 8	CUBO 10
	Valore medio \pm Dev. Stand	Valore medio \pm Dev. Stand	Valore medio \pm Dev. Stand
TOP	3,86 \pm 0,07	4,08 \pm 0,15	3,76 \pm 0,27
MIDDLE	3,81 \pm 0,02	4,38 \pm 0,44	3,76 \pm 0,17
BOTTOM	4,30 \pm 0,30	4,13 \pm 0,15	3,60 \pm 0,32
	CUBO 12	CUBO 13	
	Valore medio \pm Dev. Stand	Valore medio \pm Dev. Stand	
TOP	3,63 \pm 0,20	4,37 \pm 0,18	
MIDDLE	3,71 \pm 0,07	3,98 \pm 0,14	
BOTTOM	3,57 \pm 0,31	3,86 \pm 0,10	

In questo modo è stato possibile compiere le seguenti valutazioni:

- La dimensione inter-dendritica ha un valore compreso nel range di 3,5 – 5,5 [μm]. A tal proposito, G.T. Gray et al. [44] riportano nel loro studio come dimensione dendritica 4,5 [μm] e A. Gennari [2] riporta un range dimensionale compreso tra 2 [μm] e 3 [μm], variabile in funzione del parametro della Potenza del laser e non della Velocità di scansione. Quindi, il confronto con altri studi ha permesso di definire il risultato accettabile.
- Non si rilevano variazioni rilevanti delle dimensioni inter-dendritiche tra i livelli di uno stesso cubo (TOP, MIDDLE, BOTTOM), dovuto ad un *cooling rate* che non sembra subire variazioni significative in queste regioni.

Conclusioni

Nel presente lavoro di tesi sono stati studiati gli effetti dei parametri di processo sulle caratteristiche geometriche e microstrutturali di varie tipologie di campioni, realizzati in AISI 316L mediante la tecnologia additiva di Direct Energy Deposition. Per tale scopo la fase di analisi è stata articolata in due parti: la prima riguardante la polvere della lega AISI 316L e la seconda riguardante i campioni depositati (Single Scan Tracks, Single Layers, Thin Walls, Massive Cubes).

Lo studio eseguito sulla polvere ha previsto la determinazione della distribuzione granulometrica delle particelle, con cui è stato definito il diametro massimo di 110 [μm] (corrispondente al d90) in unione ad altri diametri specifici 54 [μm] (d10) e 80 [μm] (d50). Per quanto riguarda la morfologia della polvere, la maggior parte delle particelle è risultata di forma sferica, ad eccezione di alcune con forme più irregolari. Inoltre, sono stati rintracciati diversi *satelliti* rimasti adesi in superficie e altre particelle con processo di fusione incompleto, chiamate *shell*. È stato effettuato il calcolo della composizione chimica mediante analisi EDS di tipo puntuale che ha permesso di ricavare dei valori molto simili a quelli presenti sulla scheda tecnica, fornita dal produttore commerciale. L'analisi EDS di linea, invece, ha permesso di definire due tipologie di ossidi presenti sulla superficie di particelle di polvere: ossido di silicio (SiO_2) e *Rhodonite* (MnSiO_3). In seguito, è stato definito il valore medio complessivo di porosità residua pari a 0,47% e deviazione standard pari a 0,37%.

Per quanto riguarda le analisi condotte sui Single Scan Tracks (SST), sono stati ricavati i valori ottimali di potenza del laser pari al 50%-60% e velocità di scansione pari al 50%-80%, mediante le osservazioni eseguite al microscopio ottico. Queste ultime hanno permesso di definire i parametri dei campioni aventi una forma regolare dei pozzetti fusori, in assenza di sottosquadri ed in presenza di penetrazione nel substrato. Le analisi condotte sui Single Layers (SL) hanno permesso di definire il valore ottimale di HD (*Hatching Distance*) pari a

0,65, corrispondente al 35% di overlap. Il risultato è stato ottenuto mediante le osservazioni eseguite al microscopio ottico che hanno permesso di definire i parametri dei campioni con una crescita regolare, omogenea e in assenza di difetti rilevanti. Lo stesso tipo di analisi è stato condotto sui Thin Walls (TW) per determinare i parametri dei campioni con una crescita regolare e omogenea lungo z. Per tale scopo, è stato scelto il valore ottimale di Z-step pari a 0,7, corrispondente al 35% di overlap.

Nella parte finale del presente lavoro di tesi sono state condotte le analisi sui cubi (Massive Cubes) mediante le osservazioni compiute allo stereomicroscopio, al microscopio ottico e al SEM. Lo studio di carattere microstrutturale ha permesso di rilevare i parametri ottimali per la realizzazione di campioni massivi con una elevata densità relativa in base al calcolo dell'area di difettosità presente. Infatti, l'analisi ha permesso di determinare che il campione costruito con i parametri associati al cubo n°6 presenta i valori più bassi di porosità ($0,012\% \pm 0,018\%$). In questo modo, sono stati definiti i seguenti parametri ottimali: potenza del laser del 50%-60%, velocità di scansione dell'80%, velocità di rotazione powder feeder dello 0,6%, HD di 0,65 (35% di overlap) e Z-step di 0,7 (30% di overlap). È stato valutato anche l'effetto dello shielding gas su due coppie di cubi (n° 7 - n° 10 e n° 12 - n° 13) e dai risultati ottenuti è stato dedotto che l'effetto non sia quello sperato, ossia di proteggere il campione da azioni di ossidazione superficiale. Per tale ragione, si è cercato di analizzare più nel dettaglio quanto appreso e sono state effettuate analisi EDS di linea sui difetti presenti. In alcuni casi, sono stati rilevati arricchimenti di Ossigeno e Silicio (quindi definiti *ossidi di Silicio*, SiO_2) oppure Ossigeno, Silicio e Manganese (quindi definiti *Rhodonites*, MnSiO_3). Gli stessi tipi di ossidi sono stati rintracciati negli altri cubi, specialmente nel cubo n° 1 avente il maggiore grado di difettosità (valore medio 1,232% e deviazione standard 1,764%). Infine, gli stessi campioni sono stati osservati al microscopio ottico a seguito dell'attacco chimico ed è stato possibile rilevare una elevata anisotropia a livello microstrutturale. Infatti, le strutture dendritiche hanno mostrato diverse forme (equiassiche e colonnari) e dimensioni (fini e grossolane) per le varie regioni di uno stesso cubo. Sono state misurate le PDAS (Primary Dendritic Arm Spacing) delle dendriti per tutti i cubi ed è stato rintracciato il range comune di 3,5 - 5,5 [μm], concorde con i valori presenti in letteratura. Dagli studi effettuati non sono state rilevate variazioni delle dimensioni tra i livelli di uno stesso cubo (TOP, MIDDLE,

BOTTOM) a causa di un *cooling rate* che non sembra mostrare scostamenti significativi lungo z. Inoltre, non sono state rilevate variazioni tra i diversi cubi per effetto dei valori di Potenza del laser e Velocità di scansione mantenuti anch'essi costanti, contrariamente ai valori di HD e Z-step che però hanno un effetto meno impattante.

In futuro, risulterebbe interessante caratterizzarli meccanicamente con prove di microdurezza e di trazione, in modo da confrontare i risultati con quelli delle tecnologie tradizionali e valutare le potenzialità del processo additivo.

Bibliografia

- [1] J. Sisti, «Tesi di laurea Magistrale "Effetto dei principali parametri di processo sulla stabilità della pozza fusa durante un processo additivo di una lega di alluminio",» 2018.
- [2] A. Gennari, «Tesi di laurea Magistrale "Influence of Directed Energy Deposition (DED) parameters on microstructural features of AISI 316L steel",» 2017.
- [3] M. K. N. M. S. G. F. A. Z. M. W.S.W. Harun, «A review of powder additive manufacturing processes for metallic biomaterials,» *Powder Technology*, pp. Pages 128-151, 2018.
- [4] W. E. Frazier, «Metal Additive Manufacturing: A Review,» *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2014.
- [5] G. & G. X. & C. F. & L. M. & B. S. & M. P. & M. D. Marchese, «Characterization and Comparison of Inconel 625 Processed by Selective Laser Melting and Laser Metal Deposition.,» *Advanced Engineering Materials*, 2017.
- [6] L. Iuliano, «Tecniche di Fabbricazione Additiva,» in *Materiale didattico del Corso di Tecniche di Fabbricazione Additiva*, Turin (Italy), Politecnico di Torino-Dipartimento di Ingegneria Gestionale e Produzione (DIGEP), Torino, Italy, 2017.
- [7] V. S. E. W. C. E. Dirk Herzog, «Additive manufacturing of metals,» *Acta Materialia*, pp. Volume 117- Pages 371-392, 2016.
- [8] EPMA, «Introduction to Additive Manufacturing Technology,» pp. Epma, p.42, 2013.

- [9] L. B. N. S. A. Y. Scott M. Thompson, «An overview of Direct Laser Deposition for additive manufacturing; Part I: Transport phenomena, modeling and diagnostics,» *Additive Manufacturing*, pp. Volume 8 - Pages 36-62, 2015.
- [10] R. S. Gibson, *Additive Manufacturing Technologies*, New York: Springer, 2015.
- [11] J.-P. & M. P. & V. V. J. & F. L. & R. M. Kruth, «Binding Mechanisms in Selective Laser Sintering and Selective Laser Melting,» *Rapid Prototyping Journal*, 2005.
- [12] A. P. U. A. S. S. O. T. P. F. M. P. P. G. C. B. S. Biamino, «Electron beam melting of Ti-48Al-2Cr-2Nb alloy: Microstructure and mechanical properties investigation,» *Intermetallics*, pp. Volume 19-Pages 776-781, 2011.
- [13] P. Fino, «Materiali per la Fabbricazione Additiva,» in *Materiale didattico di Corso di Materiali per la Fabbricazione Additiva*, Turin (Italy), Politecnico di Torino - Dipartimento di Scienza Applicata e Tecnologia (DISAT) - Torino (Italy), 2017.
- [14] D. Milanese, «Interaction of high power beams with materials».
- [15] C. E., «Le lavorazioni industriali mediante laser di potenza,» 2008. [Online].
- [16] J. Sisti, «Tesi di laurea Magistrale "Effetto dei principali parametri di processo sulla stabilità della pozza fusa durante un processo additivo di una lega di alluminio",» 2018.
- [17] A. Y. L. B. S. M. T. Nima Shamsaei, «An overview of Direct Laser Deposition for additive manufacturing; Part II: Mechanical behavior, process parameter optimization and control,» *Additive Manufacturing*, pp. Volume 8-Pages 12-35, 2015.
- [18] M.-H.-M. K. B.-K. T.-Y. Hong, «The Influence of Process Parameters on the Surface Roughness of a 3D-Printed Co-Cr Dental Alloy Produced via Selective Laser Melting,» *Applied Sciences*, 2016.

- [19] G. G. S. W. M. J. M. J. M. S. Umberto Scipioni Bertoli, «In-situ characterization of laser-powder interaction and cooling rates through high-speed imaging of powder bed fusion additive manufacturing,» *Materials & Design*, pp. Volume 135-Pages 385-396, 2017.
- [20] D. K. C. A. J. R. J. S. L. H. D. G. M.L. Griffith, «Free Form Fabrication of Metallic Components using Laser Engineered Net Shaping (LENS)». *Sandia National Laboratories*.
- [21] L. L. W. L. A.J. Pinkerton, «Effects of Powder Geometry and Composition in Coaxial Laser Deposition of 316L Steel for Rapid Prototyping,» *CIRP Annals*, Vol. %1 di %2Volume 52, Issue 1,Pages 181-184, 2003.
- [22] B. -. F. O. -. B. V.-. B. M.-. E. M. M.-. De La Batut, «Analytical and Numerical Temperature Prediction in Direct Metal Deposition of Ti6Al4V,» *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, 2017.
- [23] O.-. B. F.-. W. T.-. L. S. Y. Fergani, «Analytical modelling of residual stress in additive manufacturing,» *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 40, pp. 971-978, 2017.
- [24] E.-I. T. E. S. S. D. Association, «Cos'è l'acciaio inossidabile?,» [Online]. Available: http://www.worldstainless.org/Files/issf/non-image-files/PDF/Euro_Inox/What_is_Stainless_Steel_IT.pdf.
- [25] M. B. Vittorio Boneschi, «Gli acciai inox e la resistenza alla corrosione,» [Online]. Available: <http://www.centroinox.it/sites/default/files/pubblicazioni/243A.pdf>.
- [26] D. P. R. D. F. F. A. U. Galietti, «Fatigue damage evaluation of martensitic stainless steel by means of thermal methods,» in *Convegno Nazionale IGF XXII*, Roma , Luglio 2013.
- [27] S. S. P. R. C. P. E. Q. M. El Mehtedi, «Caratterizzazione meccanica delle fasi dell'acciaio Duplex 2205 mediante nanoindentazione,» *La metallurgia Italiana* , p. n.9, 2010.

- [28] Z. L. Z. L. Y. L. Y. L. Y. H. Yueqiao Feng, «Keyhole gas tungsten arc welding of AISI 316L stainless steel,» *Materials & Design*, pp. Volume 85- Pages 24-31, 2015.
- [29] R. Acciai, «AISI 316L- Ravani Acciai,» [Online]. Available: http://www.ravaniacciai.it/aisi_316l/listtables_it_101.aspx.
- [30] A. Gennari, «Tesi di laurea Magistrale "Influence of Directed Energy Deposition (DED) parameters on microstructural features of AISI 316L steel",» 2017.
- [31] L. Rossi, «Tesi di Dottorato : "MATERIALI METALLICI IN AMBIENTI CORROSIVI ALLE ALTE TEMPERATURE: CONFRONTI E IMPIEGHI",» 2004/2005.
- [32] S. W. W. L. X. S. Kai Zhang, «Characterization of stainless steel parts by Laser Metal Deposition Shaping,» *Materials & Design*, pp. Volume 55, Pages 104-119, 2014.
- [33] *. A. P. a. Z. L. b. I. M. c. L. L. a. J. Dutta Majumdar c, «Microstructure characterisation and process optimization of laser assisted rapid fabrication of 316L stainless steel,» *Applied Surface Science*, p. 320-327, 2005.
- [34] T. D. M. P. I. K. T. P. W. Z. M. Ł. W. S. T. C. K. J. K. Z. B. Michał Ziętała, «The microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of 316L stainless steel fabricated using laser engineered net shaping,» *Materials Science and Engineering: A*, pp. Volume 677- Pages 1-10, 2016.
- [35] N. S. S. M. T. D. W. S. Aref Yadollahi, «Effects of process time interval and heat treatment on the mechanical and microstructural properties of direct laser deposited 316L stainless steel,» *Materials Science and Engineering: A*, pp. Volume 644- Pages 171-183, 2015.
- [36] A.-. E. Italia, *Scheda tecnica Pearl®Micro Acciaio 316L*.

- [37] R. K. Dongming Hu, «Sensing, modeling and control for laser-based additive manufacturing,» *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, Vol. %1 di %2Volume 43, Issue 1-Pages 51-60, 2003.
- [38] A. D. Scientifica, «Granulometria Laser-Laboratorio: La diffrazione laser,» [Online]. Available: <https://www.alfatest.it/tecniche/granulometria-laser-laboratorio>.
- [39] R. -. metallografia, «Presse inglobatrici,» [Online]. Available: <http://www.remet.it/it/solidografia/metallografia/presse.html>.
- [40] Zetalab.it, «I microscopi,» [Online]. Available: <https://www.zetalab.it/offerte-microscopi-nozioni-html/>.
- [41] S. a. Scuola, «Il microscopio ottico,» [Online]. Available: <https://www.scienzeascuola.it/lezioni/biologia-generale/il-microscopio-ottico>.
- [42] Leica, «Microscopio da ricerca invertito per l'analisi dei materiali Leica DMI5000 M,» [Online]. Available: <https://www.leica-microsystems.com/it/prodotti/microscopi-ottici/dettagli/product/leica-dmi5000-m/gallery/>.
- [43] N. S. S. M. T. D. W. S. Aref Yadollahi, «Effects of process time interval and heat treatment on the mechanical and microstructural properties of direct laser deposited 316L stainless steel,» 21 Luglio 2015.
- [44] V. L. P. R. C. T. C. C. S. C. J. C. T. L. S. F. G.T. Gray III *, «Structure/property (constitutive and spallation response) of additively manufactured 316L stainless steel,» 26 Luglio 2017.
- [45] S. A. K. W. Florian Wirth, «Analysis of melt pool dynamics in laser cladding and direct metal deposition by automated high-speed camera image evaluation,» *Additive Manufacturing*, pp. Volume 21-Pages 369-382, 2018.

- [46] I.-T. Srl, «Decapaggio e passivazione-acciai inox,» [Online]. Available: <http://decapaggio-passivazione.it/classificazione-degli-acciai-inox/>.
- [47] A. S. Pugliese, «Tesi di laurea Magistrale "Studio e progettazione della fase di preriscaldamento nel processo di deposizione laser di polveri di materiali aeronautici",» 2014-2015.
- [48] T. -. s. e. s. tecnologici, «MECATOME T330 Presi,» [Online]. Available: <http://www.tecnolabor.it/Prodotti.aspx?menuId=76&id=144>.