



**Politecnico
di Torino**

POLITECNICO DI TORINO

Laurea Magistrale in Ingegneria Aerospaziale

Anno Accademico 2020-2021

Sessione di Laurea Luglio 2021

**Analisi degli effetti microstrutturali
dell'aggiunta di Erblio in campioni di leghe di
Alluminio prodotti per SLM**

Relatori

Prof.ssa Mariangela Lombardi

Prof. Diego Manfredi

Dott. Fabrizio Marinucci

Candidato

Giulia Barbero 263117

Indice

Indice	i
Indice delle figure.....	iii
Indice delle tabelle.....	vii
1 Introduzione.....	1
2 Stato dell'arte.....	3
2.1 Tecnologia di Additive Manufacturing	3
2.1.1 Materiali per l'Additive Manufacturing	3
2.1.2 Vantaggi e svantaggi	6
2.1.3 Principali settori d'utilizzo	7
2.1.4 Differenti tecniche di <i>Additive Manufacturing</i>	8
2.2 Parametri che influenzano il processo di <i>Selective Laser Melting</i>	10
2.2.1 Effetti delle proprietà delle polveri sui componenti SLM.....	10
2.2.2 Effetti dei parametri di processo sui componenti SLM	11
2.3 Lega AlSi10Mg	13
2.3.1 Microstruttura	13
2.3.2 Differenza tra campioni <i>as-built</i> e <i>stress relief</i>	17
2.3.3 Rafforzamento della lega AlSi10Mg con trattamento termico.....	17
2.3.4 Rafforzamento della lega AlSi10Mg con elementi rari	18
3 Metodi e materiali.....	19
3.1 Produzione dei campioni	19
3.2 Preparazione metallografica	21
3.2.1 Taglio dei campioni	21
3.2.2 Lucidatura.....	23
3.3 Analisi delle porosità.....	25
3.3.1 Analisi delle porosità tramite immagini	25
3.3.2 Metodo di Archimede.....	26

3.4	Prove di micro-durezza.....	27
3.5	Attacco acido	30
3.6	Microscopio ottico metallografico.....	31
3.7	SEM.....	32
3.8	FESEM	33
3.9	DSC	34
3.10	XRD.....	34
4	Risultati sperimentali.....	37
4.1	Misure di densità	37
4.1.1	Analisi percentuale di densità con il metodo di Archimede	37
4.1.2	Analisi percentuale di densità con immagini.....	39
4.1.3	Analisi percentuale di densità con ottico metallografico.....	44
4.1.4	Confronto metodo di Archimede e analisi di immagine.....	45
4.2	Prove di micro-durezza.....	47
4.3	Analisi della microstruttura	48
4.4	Analisi DSC.....	56
4.5	Analisi XRD	58
5	Conclusioni.....	61
	Bibliografia.....	63

Indice delle figure

Figura 1 - Confronto tecniche di AM e processi tradizionali in base alla relazione complessità/costo della parte (4)	6
Figura 2 - Schema applicativo della tecnologia a Deposizione Diretta di Polvere (6)	8
Figura 3 - Schema applicativo della tecnologia Electron-Beam Melting (8)	9
Figura 4 - Schema applicativo della tecnologia Selective Laser Melting (9)	9
Figura 5 - Melt pools di una superficie di un campione 3AB di $AlSi10Mg + Al - 3 wt\% Er$ in seguito ad un attacco con Keller	12
Figura 6 - (a) Metodo parallelo di scansione; (b) metodo a isola di scansione (10)	12
Figura 7 - Tre strategie di sovrapposizione degli strati di materiale: (a) Intra-layer; (b) Inter-layer; (c) Mixed overlapping regime (10)	13
Figura 8 - Confronto microstruttura tra una lega $AlSi10Mg$ ottenuta tramite casting (sulla sinistra) (10) e mediante processo di SLM (sulla destra)	14
Figura 9 - Microstruttura dei grani colonnari nel campione 1SR osservato tramite SEM	15
Figura 10 - Studio sui bordi dei melt pool: (b) layer-layer; (c) track-track (10)	16
Figura 11 - Campioni	21
Figura 12 - Troncatrice Buehler Isomet 4000 (18)	22
Figura 13 - Mecatech 234 (19)	24
Figura 14 - Dino-Lite Digital Microscope (20)	25
Figura 15 - Processo di analisi di porosità tramite ImageJ	26
Figura 16 - Test di micro-durezza Vickers (ASTM Standard E92) (17)	28
Figura 17 - Impronte della prova di micro-durezza Vickers (catturate con il microscopio FESEM)	29
Figura 18 - Microhardness tester VMHT (24)	30
Figura 19 - Immagini della superficie del campione 3AB con ingrandimento 50X e 100X in seguito all'attacco con soluzione acida Keller. Nella seconda immagine si evidenzia un melt pool	31
Figura 20 - Leica MEF4 (26)	32

Figura 21 - Phenom ProX (28)	33
Figura 22 - FESEM ZEISS Supra 40 (30).....	34
Figura 23 - Schematizzazione della diffrazione ai raggi X (33).....	35
Figura 24 X-Pert Philips PANalytical (34).....	35
Figura 25 - Porosità dei campioni <i>Al – 3 wt% Er</i> layer thickness 15 μm (metodo di Archimede)	38
Figura 26 - Porosità dei campioni <i>Al – 3 wt% Er</i> layer thickness 10 μm (metodo di Archimede)	38
Figura 27 - Porosità dei campioni <i>AlSi10Mg + Al – 3 wt% Er</i> (metodo di Archimede).....	39
Figura 28 - Porosità media dei campioni <i>Al – 3 wt% Er</i> layer thickness 15 μm	40
Figura 29 - Porosità media dei campioni <i>Al – 3 wt% Er</i> layer thickness 10 μm	41
Figura 30 - Porosità media dei campioni <i>AlSi10Mg + Al – 3 wt% Er</i>	42
Figura 31 - Confronto densità di energia apportata al materiale	43
Figura 32 - Superficie campione <i>AlSi10Mg + Al – 3 wt% Er</i> 1AB (ingrandimento 50X).....	44
Figura 33 - Porosità media campione condizione 1 (ingrandimenti 50X e 100X).....	44
Figura 34 - Porosità media campione condizione 3 (ingrandimenti 50X e 100X).....	45
Figura 35 - Confronto tecniche misura porosità <i>Al – 3 wt% Er</i> 15 μm	46
Figura 36 - Confronto tecniche misura porosità <i>Al – 3 wt% Er</i> 10 μm	46
Figura 37 - Confronto tecniche misura porosità <i>AlSi10Mg + Al – 3 wt% Er</i>	47
Figura 38 - Prove di durezza Vickers sulla lega mix <i>AlSi10Mg + Al – 3 wt% Er</i>	48
Figura 39 - Composizione della struttura dei grani. Le due immagini fanno riferimento allo stesso campione (1SR), sebbene presentino due ingrandimenti differenti: la prima ha una scala di riferimento di 50 μm ; la seconda ha una scala di riferimento di 100 μm	49
Figura 40 - Struttura dei melt pools.....	49
Figura 41 - Microstruttura dei melt pools. Le immagini sono riferite ad un campione 3AB. La prima sulla sinistra ha un ingrandimento di 2500X; la seconda sulla destra ha un ingrandimento di 5000X. Entrambe ricavate mediante strumentazione FESEM	50
Figura 42 - Rappresentazione della microstruttura con il reticolo di Silicio. Entrambe sono riferite ad un campione di <i>AlSi10Mg + Al – 3 wt% Er</i> . La figura sulla sinistra ha una scala di riferimento di 10 μm ; la figura sulla destra ha una scala di 1 μm	50
Figura 43 - Analisi della direzione di crescita dei campioni in seguito ad attacco acido. La prima immagine sulla sinistra fa riferimento ad un campione 1AB valutato con ingrandimento 200X; la seconda immagine si riferisce alla superficie del campione 3AB, sempre con il medesimo ingrandimento. La freccia indica la direzione di crescita.....	51
Figura 44 - Zone di mancata miscelazione	51
Figura 45 - Analisi EDX linescan campione 1SR di <i>AlSi10Mg + Al – 3 wt% Er</i>	52
Figura 46 - Analisi EDX linescan in zona di mancata miscelazione 1SR.....	52
Figura 47 - Analisi EDX linescan campione 1AB di <i>AlSi10Mg + Al – 3 wt% Er</i>	53

Figura 48 - Analisi EDX linescan in zona di mancata miscelazione 1AB	53
Figura 49 - Analisi EDX linescan campione 3SR di $AlSi10Mg + Al - 3 wt\% Er$	54
Figura 50 - Analisi EDX linescan in zona di mancata miscelazione 3SR.....	54
Figura 51 - Analisi di una zona di non miscelazione su di un campione 3AB con un ingrandimento di 800X ..55	
Figura 52 - Immagini rappresentanti l'interruzione del reticolo di Silicio. Nella prima immagine sulla sinistra si ha un ingrandimento di 5000X; nell'immagine sulla destra si evidenzia una zona di interruzione con un ingrandimento di 25000X.....	55
Figura 53 - Analisi DSC della lega $AlSi10Mg + Al - 3 wt\% Er$ AB.....	56
Figura 54 - Analisi DSC lega $AlSi10Mg$ (si faccia riferimento alla curva verde AM_AB) (38)	57
Figura 55 - Analisi DSC della lega $AlSi10Mg + Al - 3 wt\% Er$ SR	57
Figura 56 - Confronto delle precipitazioni di Silicio tra un campione 3SR (prima immagine) e un campione 3AB (seconda immagine).....	58
Figura 57 - Analisi XRD dei campioni 3AB (sopra) e 3SR (sotto).....	58
Figura 58 - Analisi XRD di una lega di $AlSi10Mg$ sia nelle condizioni di AB che di SR (trattamento condotto per 2 ore ad una temperatura di 300°C) (38)	59

Indice delle tabelle

Tabella 1 - Parametri di processo per i job di <i>Al – 3 wt% Er</i> con layer thickness da 15 μm e 10 μm	20
Tabella 2 - Parametri di processo per i job di <i>AlSi10Mg + Al – 3 wt% Er</i> con un layer thickness da 15 μm	20
Tabella 3 - Composizione della soluzione Keller.....	30
Tabella 4 - Risultati <i>Al – 3 wt% Er</i> layer thickness 15 μm (metodo di Archimede).....	37
Tabella 5 - Risultati <i>Al – 3 wt% Er</i> layer thickness 10 μm (metodo di Archimede).....	38
Tabella 6 - Risultati <i>AlSi10Mg + Al – 3 wt% Er</i> (metodo di Archimede)	39
Tabella 7 - Risultati <i>Al – 3 wt% Er</i> layer thickness 15 μm	40
Tabella 8 - Risultati <i>Al – 3 wt% Er</i> layer thickness 10 μm	41
Tabella 9 - Risultati <i>AlSi10Mg + Al – 3 wt% Er</i>	42
Tabella 10 - Porosità media campione condizione 1 (ingrandimenti 50X e 100X)	44
Tabella 11 - Porosità media campione condizione 3 (ingrandimenti 50X e 100X)	45
Tabella 12 - Prove di durezza Vickers sulla lega mix <i>AlSi10Mg + Al – 3 wt% Er</i>	47
Tabella 13 - Analisi EDX linescan campione 1SR di <i>AlSi10Mg + Al – 3 wt% Er</i>	52
Tabella 14 - Analisi EDX linescan campione 1AB di <i>AlSi10Mg + Al – 3 wt% Er</i>	53
Tabella 15 - Analisi EDX linescan campione 3SR di <i>AlSi10Mg + Al – 3 wt% Er</i>	54

Capitolo 1

Introduzione

L'*Additive Manufacturing* è una delle tecniche più promettenti per la realizzazione di componenti complessi in ambito industriale, che rispetto alle tecniche di manifattura tradizionali presenta dei vantaggi in termini di fabbricazione di geometrie complesse con alta precisione, ridotti sprechi di materiale ed elevata possibilità di personalizzazione a costi relativamente ridotti. Per questi motivi tale tecnologia produttiva ritrova delle applicazioni in diversi ambiti industriali, tra cui il campo aerospaziale, dove è apprezzata soprattutto per la realizzazione di parti complesse con funzioni integrate, al tempo stesso abbattendo gli sprechi, dunque i costi.

Tra i materiali più comunemente utilizzati in ambito aerospaziale processati tramite questa tecnica rivestono un importante ruolo le leghe leggere a base di Alluminio. L'utilizzo di queste ultime, infatti, permette la realizzazione di componenti leggeri, ma al tempo stesso caratterizzati da buone proprietà meccaniche e termiche. L'uso di componenti in lega, quali Silicio e Magnesio, porta ad un ulteriore miglioramento delle caratteristiche meccaniche del materiale, rendendolo adatto per la realizzazione di un'ampia varietà di componenti.

In questo contesto, l'obiettivo della presente tesi è lo studio della microstruttura della lega *AlSi10Mg* rafforzata con elementi rari, in particolare Erbio, con lo scopo di ottenere una rottura del reticolo di Silicio al fine di avere un miglioramento delle proprietà meccaniche.

Il lavoro è organizzato come segue. Nel capitolo 2 si presenta un'introduzione alla tecnica di *Additive Manufacturing* ed ai materiali comunemente utilizzati in questo contesto, con particolare riferimento alla lega *AlSi10Mg*. Il capitolo 3 è dedicato alla descrizione del processo sperimentale seguito, con attenzione alle tecniche e alla strumentazione utilizzata. Infine, nel capitolo 4 si riportano i risultati delle analisi svolte, contestualizzandole nel rispettivo filone di ricerca.

Il lavoro si conclude con il capitolo 5, dove si traggono conclusioni generali e si discutono possibili evoluzioni della ricerca affrontata.

Capitolo 2

Stato dell'arte

Nel seguente capitolo si introducono i concetti di carattere generale relativi allo stato dell'arte delle tecnologie di *Additive Manufacturing* (AM). In questo contesto vengono, inoltre, presentate nozioni inerenti ai rispettivi campi applicativi, ai vantaggi nel loro utilizzo, e infine alle diverse metodologie adottate nel mondo industriale. Nella seconda sezione, con riferimento al processo di *Selective Laser Melting* (SLM), si presentano i principali parametri di processo che influenzano le proprietà del componente. Infine, la sezione conclusiva si occupa di descrivere le polveri (lega *AlSi10Mg*) utilizzate nel processo sperimentale, quindi la microstruttura ottenuta.

2.1 Tecnologia di Additive Manufacturing

Il processo di *Additive Manufacturing* definisce una classe di tecnologie di produzione con il fine di creare componenti tridimensionali a partire da un modello CAD del pezzo in esame, tramite la sovrapposizione di strati di materiale secondo uno specifico pattern bidimensionale (1). L'*Additive Manufacturing* consente la costruzione di parti aventi una geometria non ottenibile tramite i metodi tradizionali (o comunque solo con molte lavorazioni successive), basati sulla rimozione di materiale da un blocco solido (2).

2.1.1 Materiali per l'Additive Manufacturing

La tecnica di *Additive Manufacturing* può essere utilizzata per il processamento di differenti classi di materiali. In ambito industriale si evidenziano applicazioni con metalli puri e leghe, materiali polimerici e compositi e materiali ceramici.

In particolare, i materiali metallici nell'*Additive Manufacturing* hanno mostrato un'eccellente prospettiva di crescita, e tale tecnologia è utilizzata principalmente nell'ambito della ricerca o in applicazioni avanzate nell'industria aerospaziale, così come biomedica. Infatti, questa tecnica permette di realizzare geometrie molto più complesse rispetto alle tecniche convenzionali di costruzione, permettendo di sviluppare componenti multifunzionali che ottimizzano più caratteristiche contemporaneamente (3).

Il processo di *Additive Manufacturing* prevede la fusione del metallo (in polvere o in un filamento) mediante l'utilizzo di una sorgente laser o un fascio elettronico, dunque la sovrapposizione in più strati fusi di tale materiale, il quale raffreddandosi compone la parte solida.

Tra i materiali principalmente processati si trovano il Titanio e le sue leghe, gli acciai, le leghe di Alluminio, le leghe di Nichel e alcune leghe a base di Cobalto e Magnesio.

Il Titanio e le sue leghe sono materiali altamente performanti comunemente utilizzati in ambito industriale, caratterizzati da elevati costi e lunghi tempi di produzione se processati con metodi tradizionali di manifattura. L'introduzione dell'*Additive Manufacturing* offre dei vantaggi economici, garantendo il processamento di strutture complesse a basso costo e riducendo gli sprechi di materiale. La principale applicazione del Titanio e in particolare della lega *Ti6Al4V* si ha in ambito aerospaziale e biomedicale.

Gli acciai sono comunemente utilizzati nell'ambito dell'*Additive Manufacturing*, vedendo un loro impiego nelle applicazioni generali in condizioni di elevata resistenza e durezza, nonostante siano particolarmente sensibili ai parametri di processo utilizzati.

Le leghe di Alluminio, invece, vengono adottate nell'ambito dell'*Additive Manufacturing* dal momento che, rispetto alle leghe di Titanio, sono facilmente lavorabili in macchina e quindi più economiche. Tali leghe presentano un più limitato campo di applicazione rispetto alle precedenti, in quanto esse risultano essere difficilmente fondibili a causa della presenza di elementi altamente volatili al loro interno. Inoltre, presentano un'elevata riflettività alla lunghezza d'onda del laser comunemente utilizzato nella tecnologia di *Additive Manufacturing*. Infine, la bassa viscosità dell'Alluminio fuso non permette la formazione di grandi *melt pools*. D'altro canto, le leghe di Alluminio presentano una riduzione degli stress termici interiori, agevolando, quindi, il processo di *Additive Manufacturing*. Le leghe più comunemente utilizzate risultano essere *AlSi10Mg* e *AlSi12* (3).

In generale, i componenti densi realizzati in metallo mediante l'*Additive Manufacturing* presentano una qualità comparabile, se non migliore, rispetto alle parti realizzate con metodi convenzionali. Al fine di ottenere tale risultato è necessario controllare il livello delle porosità, dunque la microstruttura.

Le porosità risultano essere la principale causa del peggioramento delle proprietà meccaniche del componente. La densificazione del materiale può essere controllata valutando l'energia apportata per unità di volume. Infatti, un basso apporto energetico potrebbe determinare la formazione di vuoti aventi forma irregolare nel materiale; in contrasto a quanto detto, invece, un elevato apporto energetico potrebbe portare alla creazione di porosità sferiche nel materiale. È possibile notare come anche la presenza di contaminanti all'interno della lega influenzi la densificazione della parte stessa (3).

La microstruttura, invece, risulta essere più fine se confrontata con quella di componenti derivanti da una manifattura convenzionale, grazie alle elevate velocità di raffreddamento in gioco. Le parti realizzate mediante *Additive Manufacturing* presentano delle proprietà del materiale anisotrope con una tensione di snervamento e caratteristiche meccaniche più elevate nella direzione di crescita del componente. La rugosità superficiale, così come la presenza di difetti, influenzano notevolmente i meccanismi di frattura e fatica della parte. Infatti, una rugosità superficiale maggiore porta ad una concentrazione di stress maggiore, dunque una frattura in seguito

all'applicazione di un carico a fatica. I difetti interni del materiale, invece, caratterizzano una decrescita della resistenza a fatica (3).

Con lo scopo di ridurre le porosità si interviene con degli speciali trattamenti termici. Tra questi si distingue il processo di *Hot Isostatic Pressing* (HIP), che prevede l'applicazione di una pressione isostatica combinata con una temperatura elevata sul componente, al fine di eliminare le porosità residue, aumentando la duttilità e la resistenza a fatica (3). Si nota come anche la lucidatura del campione ed un suo eventuale attacco chimico possono portare ad un miglioramento delle caratteristiche di risposta del materiale.

A causa delle loro caratteristiche non tutte le leghe metalliche sono ottimali per il processo di *Additive Manufacturing*, dal momento che la solidificazione dinamica potrebbe creare delle microstrutture inadeguate. Al fine di fronteggiare tale inconveniente si introducono le nanoparticelle, le quali nucleano durante il processo di creazione della parte, controllandone la solidificazione. I nucleanti utilizzati sono selezionati in base alle informazioni cristallografiche conosciute (3).

Un'altra classe di materiali utilizzati nella tecnologia dell'*Additive Manufacturing* sono i polimeri. Questi ultimi risultano essere i materiali più comunemente utilizzati nell'ambito della stampa 3D grazie alle loro diversità e alla facilità di adattamento ai parametri di processo di stampa (3). I polimeri per il processo di *Additive Manufacturing* sono nella forma di filamenti termoplastici, monomeri reattivi, resine o polveri. Le capacità di impiego dei polimeri e dei compositi nella tecnologia di stampa 3D è stata studiata nel corso degli anni per applicazioni industriali, aerospaziali e architettoniche. In particolare, la fabbricazione di compositi utilizzando l'*Additive Manufacturing* permette di personalizzare la geometria degli stessi con un'elevata accuratezza. Tale processo, infatti, risulta essere molto più efficiente a livello di costi, rispetto alle tecnologie tradizionali. L'utilizzo dei polimeri vede, però, degli svantaggi, legati alle inferiori proprietà meccaniche, che rendono il loro utilizzo principalmente legato alla creazione di prototipi. L'aggiunta di fibre di rinforzo permette di migliorare le proprietà meccaniche dei polimeri, garantendo degli sviluppi nell'ambito dell'*Additive Manufacturing* per tali materiali. Studi recenti prevedono la creazione di fibre di rinforzo continue con lo scopo di aumentare le caratteristiche meccaniche dei compositi polimerici (3).

Infine, un'altra categoria di materiali utilizzati per l'*Additive Manufacturing* è quella dei ceramici. Essi sono principalmente utilizzati in ambito biomedicale dal momento che permettono di realizzare forme più complesse, riducendo le tempistiche di post-processing del componente ceramico rispetto ad altre tecniche, quali ad esempio la sinterizzazione classica. I vantaggi derivanti dall'uso dei materiali ceramici si riscontrano soprattutto in un aumento di leggerezza della parte realizzata (3).

Il metodo principale per la realizzazione dei componenti ceramici densi è l'*inkjet*, il quale non richiede un trattamento successivo. Un altro metodo comune per la realizzazione delle parti prende il nome di *Selective Laser Sintering* (SLS). Esso prevede la sinterizzazione delle polveri metalliche. Lo svantaggio di tale tecnologia

risiede nello shock termico derivante dall'elevato gradiente termico tra il riscaldamento e la temperatura dell'ambiente, il quale potrebbe causare la nascita di fratture nel componente (3).

2.1.2 Vantaggi e svantaggi

Tra i principali vantaggi derivanti dall'utilizzo di questa tecnologia si hanno (3):

- **La fabbricazione di geometrie complesse con alta precisione.** Un processo di *Additive Manufacturing* consente la costruzione di componenti di differenti dimensioni, variabili dalla micro alla macro-scala. Inoltre, l'utilizzo di questa tecnologia permette di ridurre la necessità di assemblaggi nella costruzione di parti complesse.
- **Un minore spreco di materiale.** I componenti prodotti tramite *Additive Manufacturing* sono semifiniti (*near-net shape*), quindi, generalmente, non richiedono lavorazioni meccaniche successive. In aggiunta la fabbricazione additiva consente di svolgere un'ottimizzazione nella progettazione, impiegando il materiale solo dove necessario, in confronto alle tradizionali tecniche di colata.
- **Un'elevata possibilità di personalizzazione a basso prezzo.** Il paradigma di *Additive Manufacturing* consente di rendere efficiente a livello di costi l'implementazione di una produzione in serie di parti altamente personalizzabili sulle esigenze del cliente.

D'altro canto, l'uso di tecniche di *Additive Manufacturing* non risulta sempre essere vantaggioso e/o possibile. Infatti (3):

- Esse comportano elevati investimenti iniziali e tempi di realizzazione che vincolano l'utilizzo di tale tecnologia nella produzione di massa. Infatti, è bene valutare se la riduzione delle operazioni di post-processing sia in grado di abbattere i costi superiori derivanti dall'adozione di questa tecnica, se confrontata con una manifattura tradizionale (4). Si nota dal grafico sottostante (*Figura 1*) come sia sconsigliata una produzione in massa, anche se in alcuni casi la rivalutazione del progetto consente di ridurre il peso del componente, dunque rende accessibile l'applicazione di tale tecnologia. Al fine di valutare la convenienza di una tecnica tradizionale di manifattura oppure di una tecnologia di *Additive Manufacturing* è dunque necessario esaminare la complessità del componente ottenuto relazionato al suo costo.

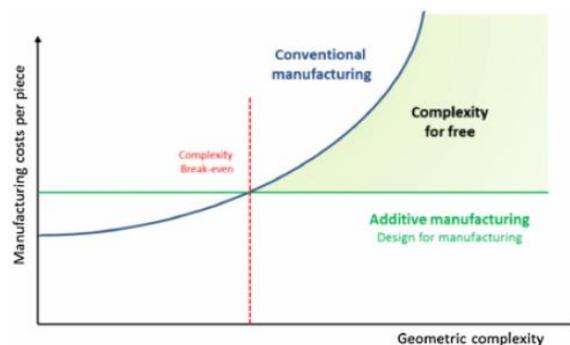


Figura 1 - Confronto tecniche di AM e processi tradizionali in base alla relazione complessità/costo della parte (4)

- Le parti prodotte presentano delle inferiori proprietà meccaniche e fenomeni di anisotropia che limitano la dimensione massima dei manufatti realizzabili. Per tale ragione i componenti necessitano di trattamenti termici successivi, volti al raggiungimento delle proprietà desiderate.
- La limitata scelta di materiali utilizzabili pone delle sfide all'impiego di tale tecnologia in determinati settori industriali.

2.1.3 Principali settori d'utilizzo

Le tecnologie di *Additive Manufacturing* risultano, per loro natura, adatte all'applicazione in differenti campi ingegneristici. Gli utilizzi più comuni si riscontrano nei seguenti settori (3):

- **Biomedico:** le applicazioni biomediche richiedono la necessità di avere componenti unici nel loro genere. In questo contesto l'*Additive Manufacturing* permette di realizzare parti complesse specifiche per i singoli pazienti (si vedano le protesi o gli impianti odontoiatrici), riducendo la necessità di implementare delle operazioni di adattamento. Inoltre, tale tecnologia risulta più efficiente in termini di costi considerando la produzione in tiratura limitata di componenti altamente personalizzabili.
- **Aerospaziale:** l'utilizzo della tecnologia di *Additive Manufacturing* consente la costruzione di parti complesse, necessarie per poter svolgere delle funzioni integrate. Si riscontrano anche dei vantaggi nella lavorazione dei materiali tipici di questo settore, difficilmente processabili con tecniche tradizionali (ad esempio le Superleghe di Nichel). Questo porta ad una riduzione degli sprechi e ad un abbattimento dei costi. Apprezzate in tale ambito sono anche le possibilità di customizzazione delle parti e di produzione su richiesta al fine di garantire una riduzione dei tempi di manutenzione dei velivoli.
- **Edilizio:** sebbene ancora in fase preliminare, la costruzione di edifici con l'ausilio dell'*Additive Manufacturing* desta molto interesse. Essa potrebbe rivoluzionare l'industria delle costruzioni, riducendo la manodopera e i tempi di realizzazione, e incrementando al tempo stesso le possibilità di fabbricazione di geometrie complesse con un'elevata precisione. In particolare, l'*Additive Manufacturing* assume rilevanza nell'edilizia spaziale, con numerosi studi relativi alla costruzione di abitazioni per gli astronauti in ambiente lunare.
- **Strutturale:** la tecnologia dell'*Additive Manufacturing* vede un'applicazione in tale settore principalmente nella realizzazione di strutture protettive basate su pannelli sandwich con core in lattice, consentendo la realizzazione di strutture altamente efficienti soprattutto in termini di resistenza e peso. L'utilizzo dell'*Additive Manufacturing* si incentra principalmente sulla struttura in lattice. In primo luogo, questo garantisce una maggiore libertà nel design, dando anche la possibilità di combinare differenti materiali, che permettono di aumentare le caratteristiche di duttilità e resistenza. Inoltre, si ottiene anche una maggiore uniformità nella risposta agli stress, in quanto si riducono i difetti di fabbricazione. Infine, è possibile creare delle forme che permettono di ottimizzare più funzioni simultaneamente.

2.1.4 Differenti tecniche di *Additive Manufacturing*

Nel mondo industriale si distinguono differenti tecniche di *Additive Manufacturing*. Tra queste si citano le più comuni.

La tecnologia a *Deposizione Diretta di Polvere* (Figura 2), comunemente nota come *Direct Energy Deposition* (DED), si basa sull'esposizione di polveri metalliche ad una sorgente di calore, come un laser, che ha lo scopo di fondere localmente le particelle metalliche depositate, formando uno strato di materiale (5). Le polveri vengono poste sulla piattaforma mediante degli ugelli, montati su delle teste di deposizione articolate, garantendo più gradi di libertà. Il processo di *Direct Energy Deposition* avviene in un'atmosfera ricca di Elio o Argon per mitigare gli effetti ossidanti che si possono originare nella zona di materiale sottoposto alla fusione. Date le sue caratteristiche, tale processo tecnologico è spesso usato per la creazione di componenti di grande volume nell'industria aerospaziale e meccanica, dal momento che permette di generare parti semi-formate, risparmiando in termini di tempo e materiali utilizzati. È una tecnica attualmente utilizzata molto per la riparazione di componenti.

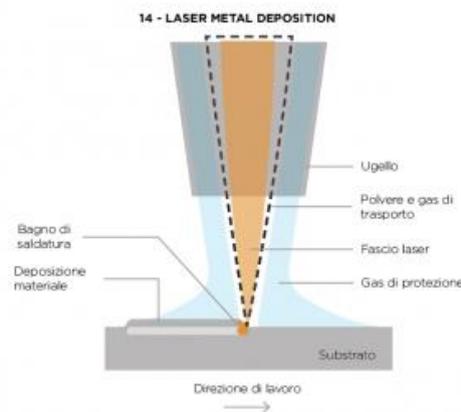


Figura 2 - Schema applicativo della tecnologia a Deposizione Diretta di Polvere (6)

Un secondo approccio è noto con il nome di *Electron-Beam Melting* (EBM). In questo caso le parti sono sviluppate sovrapponendo strati di materiale fusi tramite un fascio di elettroni, generato con una *electron-beam gun* che ha lo scopo di legare le polveri metalliche depositate sul piano di lavoro (Figura 3). L'*electron-beam gun* consiste in un filamento di Tungsteno ad elevata temperatura che rilascia gli elettroni, i quali vengono accelerati da una differenza di potenziale, dunque focalizzati sulla superficie del componente con delle bobine elettro-magnetiche. Il fascio elettronico, avendo elevata energia, porta alla fusione di ogni strato delle polveri metalliche. Il processo è sviluppato in condizioni di vuoto al fine di non ossidare il materiale. Inoltre, dal momento che si ha la fusione mediante l'introduzione di un fascio elettronico, quest'ultimo non deve incontrare ostacoli lungo il suo cammino. L'ambiente vuoto consente, quindi, la rimozione di eventuali atomi o molecole (della stessa aria) che potrebbero essere causa di deviazione. Le polveri, depositate tramite dei serbatoi in modo uniforme, vengono preriscaldate, in modo che avvenga una sinterizzazione iniziale, evitando quindi una loro

dispersione nella camera. Il vantaggio principale della tecnologia di *Electron-Beam Melting* è da ricercare nella possibilità di utilizzare materiali aventi un alto punto di fusione e/o reattività (7).

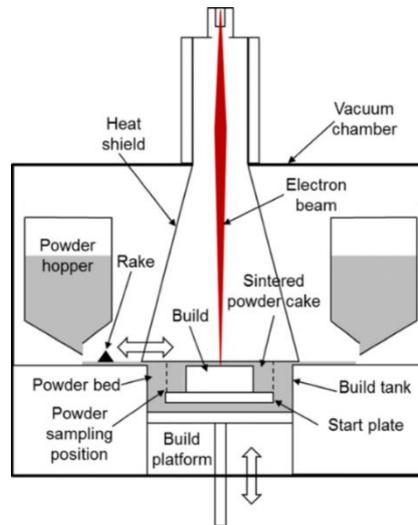


Figura 3 - Schema applicativo della tecnologia Electron-Beam Melting (8)

Infine, si ha la tecnica di *Selective Laser Melting* (SLM - Figura 4). Essa prevede la scomposizione del modello CAD tridimensionale in sotto-parti (*slicing*) al fine di formare un numero finito di strati. Per ogni componente realizzato viene calcolata una particolare strategia di scansione del laser, definendo sia i contorni dei bordi che la forma della sequenza di riempimento. I vari strati vengono formati disponendo uniformemente il materiale sul piano di lavoro tramite un *recoater*, formando un letto di polvere, la quale viene successivamente portata a fusione dal laser. La tecnica di SLM raggiunge delle velocità di raffreddamento circa pari a 10^7 °C/s, dunque il raffreddamento del componente avviene in maniera quasi istantanea a seguito del processo di fusione. Il laser utilizzato per la fusione delle polveri è in fibra di Itterbio e raggiunge delle potenze variabili dalle centinaia alle migliaia di Watt. Come per le tecnologie precedenti, anche in questo caso l'atmosfera di lavoro è protetta, utilizzando gas come Azoto o Argon, al fine di evitare delle ossidazioni. Questa tecnologia risulta essere vantaggiosa in termini di costi soprattutto nel momento in cui si hanno piccoli volumi di produzione ad alta personalizzazione (7).

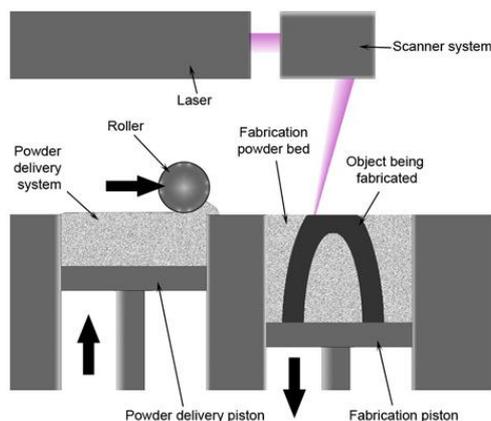


Figura 4 - Schema applicativo della tecnologia Selective Laser Melting (9)

2.2 Parametri che influenzano il processo di *Selective Laser Melting*

Negli ultimi decenni si ha assistito ad un notevole sviluppo della tecnologia di *Selective Laser Melting*, la quale consente di produrre componenti di forma complessa in differenti leghe strutturali al fine di incontrare l'elevata richiesta che si ha in molti campi ingegneristici. L'obiettivo principale di questa tecnologia risiede nello sviluppo di nuovi materiali con delle proprietà migliori rispetto a quelle che si ottengono con dei processi convenzionali, portando ad avere anche un perfezionamento nel controllo, nell'accuratezza e nell'affidabilità del processo di *Selective Laser Melting* (10).

Il processo di *Selective Laser Melting* coinvolge una grande quantità di fattori e variabili che determinano le proprietà dei componenti. Questi possono essere divisi in due categorie principali che si identificano nelle proprietà delle polveri e nei parametri di processo. Ognuno di questi fattori ha una influenza diretta nella densificazione, nella microstruttura e nelle proprietà meccaniche della parte finale (10).

2.2.1 Effetti delle proprietà delle polveri sui componenti SLM

La tecnologia di *Selective Laser Melting* è basata sull'utilizzo di polveri metalliche come materia prima, quindi le proprietà delle parti fabbricate dipendono dai materiali di partenza utilizzati. Le principali caratteristiche delle polveri che devono essere tenute in considerazione al fine di ottimizzare il processo tecnologico sono (10):

- La **forma**: la forma sferica risulta essere la migliore ai fini del processo, dal momento che garantisce una maggiore *flowability* (cioè la capacità di scorrimento e deposizione delle polveri al fine di ottenere il giusto impacchettamento delle stesse, realizzando un componente altamente denso) e un'elevata densità del letto di polvere. Infatti, una buona *flowability* è richiesta al fine di raggiungere uno spessore costante dello strato di polvere, assicurando, dunque, un assorbimento uniforme della potenza del laser. Di contro, delle regioni troppo spesse del letto di polvere potrebbero portare a non avere una profondità di rifusione sufficiente negli strati precedenti, favorendo l'insorgere di instabilità nella fusione dello strato. Le polveri di forma sferica possono essere ottenute mediante gas atomizzazione. Un altro meccanismo per la loro creazione vede l'utilizzo di atomizzazione mediante acqua. Esso risulta essere molto più economico, ma porta alla formazione di polveri aventi delle forme irregolari, riducendo la densità di impacchettamento delle stesse. Inoltre, tale metodologia di atomizzazione non può essere usata nel momento in cui si trattano polveri reattive, a causa dell'ossidazione delle stesse. In generale, nel processo di SLM l'atomizzazione avviene mediante l'ausilio di gas inerte.
- La **granulometria**: alcuni autori hanno mostrato come sia necessaria una distribuzione granulometrica variabile all'interno delle polveri al fine di migliorare la densificazione e le proprietà meccaniche della parte prodotta. Infatti, le particelle più fini risultano essere utili per poter ottimizzare le proprietà del componente; le particelle di dimensione maggiore determinano, invece, lo spessore minimo del *layer*, risultando anche benefiche per l'allungamento a rottura del prodotto finale. Le dimensioni delle particelle delle polveri influenzano anche l'interazione fisica tra le stesse e il fascio laser. Le polveri più fini presentano un'elevata energia superficiale, che a sua volta porta a una cinetica di densificazione

superiore; le polveri di dimensioni maggiori, invece, richiedono una maggiore densità di energia del laser incidente al fine di poter essere fuse in modo corretto. Infine, polveri aventi un range di granulometria più variabile garantiscono una maggiore densità del letto di polvere, quindi del componente finale, con l'utilizzo di basse intensità di energia del fascio laser.

- La **composizione chimica**: le polveri presentano spesso un elevato grado di contaminazione, il quale può causare la formazione di film di ossidi o gas assorbiti che vanno a rivestire la superficie delle polveri. Questi contaminanti non solo inibiscono una migliore densificazione del materiale, ma degradano anche le proprietà meccaniche della parte finale. Il grado di contaminazione delle polveri si riduce nel momento in cui si attua una buona gas atomizzazione. L'atmosfera di processo influenza il numero di difetti; infatti, le polveri metalliche risultano essere sensibili all'Ossigeno, data la loro elevata area superficiale. Le percentuali di Ossigeno nell'ambiente di lavorazione devono essere limitate soprattutto durante la manipolazione di polveri di materiale reattivo, a causa della possibile insorgenza di reazioni pericolose.

In particolare, le polveri delle leghe di Alluminio sono difficili da lavorare. Infatti, esse presentano una bassa *flowability*, un'elevata riflettività, un'elevata conducibilità termica e problemi relativi alla stabilità degli ossidi, che portano a rendere difficoltosa la produzione di componenti ad elevata densità (10).

2.2.2 Effetti dei parametri di processo sui componenti SLM

Come anticipato, la tecnologia di *Selective Laser Melting* è caratterizzata dalla presenza di una sorgente laser, diretta verso il letto di polvere, che trasferisce energia sotto forma di calore al fine di fondere localmente il materiale. Per poter definire la quantità corretta di calore necessaria alla fusione è bene analizzare la combinazione dei parametri che influenzano l'apporto di energia nel processo di *Selective Laser Melting*. I principali parametri di processo coinvolti in tale meccanismo sono:

- La *potenza del laser* (P), dunque l'energia trasferita dal laser alle polveri costituenti il campione per unità di tempo. Tale quantità è misurata in $\left[\frac{J}{s}\right]$;
- La *velocità di scansione* (v), cioè la velocità alla quale si muove il laser sulla piattaforma di costruzione. La velocità di scansione presenta la seguente unità di misura: $\left[\frac{mm}{s}\right]$;
- La *hatching distance* (h) o spazio tra due linee successive di scansione, la quale è misurata in $[mm]$;
- Lo spessore del *layer* (t), dunque lo spessore del singolo strato di polvere, misurabile anch'esso in $[mm]$.

L'influenza relativa dei precedenti fattori è valutata tramite la relazione della densità di energia (ψ , VED), che presenta la seguente formula calcolata in $\left[\frac{J}{mm^3}\right]$ (10):

$$\psi = \frac{P}{v \times h \times t}$$

L'apporto di una quantità eccessiva di densità di energia ha come conseguenza un'instabilità dei *melt pools* (Figura 5). Questi ultimi, se osservati nella tecnica di *Selective Laser Melting*, rappresentano una regione di interazione tra il fascio laser e la polvere. Infatti, il breve tempo di irradiazione dell'energia del laser porta alla generazione di una zona localizzata di fusione, chiamata appunto *melt pool* (11). Essi tendono a modificare la microstruttura della lega a seconda della loro temperatura e forma, fortemente influenzata dalla densità di energia apportata, la quale dipende dai parametri sopra citati (11).

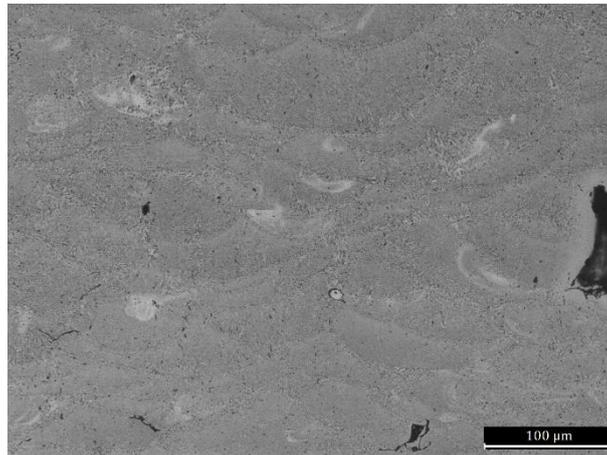


Figura 5 - Melt pools di una superficie di un campione 3AB di AlSi10Mg + Al - 3 wt% Er in seguito ad un attacco con Keller

Assumendo costanti le proprietà del materiale, è possibile affermare che la quantità di energia trasferita al letto di polvere dipende anche dal numero di esposizioni alla sorgente laser e dal tempo che intercorre tra due esposizioni successive.

Inoltre, di rilevante importanza risulta essere la strategia di scansione, cioè il pattern geometrico seguito dal fascio laser durante il processo di fusione. La scelta di una strategia piuttosto che un'altra influenza le caratteristiche di densità e microstruttura del componente finale, generando parti prive di distorsioni, porosità e anisotropia (10). Nella formazione del pezzo, dopo la definizione del contorno esterno, si possono adottare differenti strategie di scansione per il riempimento interno. Tra le più comuni (Figura 6):

- Seguire un metodo a linee parallele (caso a);
- Seguire un metodo a isola o a scacchiera (caso b).

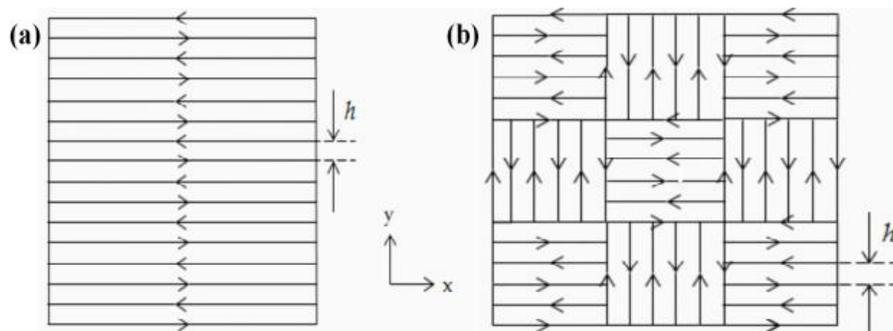


Figura 6 - (a) Metodo parallelo di scansione; (b) metodo a isola di scansione (10)

Il valore della distanza tra due passaggi successivi può essere scelto in modo tale da ottimizzare le caratteristiche del materiale, tuttavia è bene tener in considerazione la necessità di avere una determinata superficie di sovrapposizione tra due strati di scansione al fine di creare continuità all'interno del pezzo. Si distinguono tre differenti metodologie di sovrapposizione (10):

- *Intra-layer* (caso a della Figura 7);
- *Inter-layer* (caso b della Figura 7);
- *Mixed overlapping regime* (caso c della Figura 7).

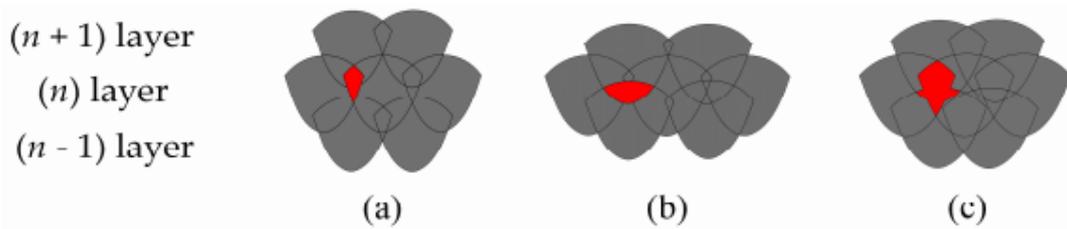


Figura 7 - Tre strategie di sovrapposizione degli strati di materiale: (a) *Intra-layer*; (b) *Inter-layer*; (c) *Mixed overlapping regime* (10)

2.3 Lega AlSi10Mg

Le leghe di Alluminio e Silicio sono contraddistinte da delle buone caratteristiche dal punto di vista della colata, della saldabilità e da un'eccellente resistenza alla corrosione (12). Grazie alla combinazione delle proprietà meccaniche, dell'alto calore di conduzione e del loro basso peso, queste trovano molte applicazioni nel campo automotive e aerospaziale. Tramite l'aggiunta di Magnesio, in tali leghe si vengono a formare dei precipitati di Mg_2Si che portano a rafforzare la matrice senza compromettere le altre proprietà meccaniche (12). Nelle leghe di *AlSi10Mg* la presenza del 10% di Silicio, invece, porta ad avere tre vantaggi differenti (1):

- Ridurre il valore del range di temperatura di solidificazione della lega;
 - Aumentare la fluidità della lega fusa;
 - Aumentare l'assorbimento nella lega dell'energia proveniente dal laser durante il processo di fusione.
- Il Silicio presenta una solubilità minore rispetto a quella dell'Alluminio, ragione per la quale è contenuto all'interno della lega sotto forma di particelle caratterizzate da un elevato assorbimento di energia (circa il 70%). Infatti, una delle maggiori problematiche nella processabilità dell'Alluminio è l'elevata riflettività del laser, cioè una bassa assorbanza.

2.3.1 Microstruttura

Tradizionalmente, le leghe di *AlSi10Mg* prodotte per colata sono caratterizzate dalla presenza di precipitati di Silicio in particelle di grosse dimensioni che si originano durante un lento raffreddamento della soluzione solida. Con questo processo si ottiene una struttura eutettica continua di Alluminio e Silicio con dispersioni di particelle di tipo $\alpha - Al$ (10).

Il processo di *Selective Laser Melting*, invece, permette di creare una caratteristica struttura sia in scala microscopica che macroscopica nelle leghe di Alluminio e Silicio, dovuta alla rapida fusione e al successivo rapido raffreddamento del materiale. In questo caso la struttura che si ottiene è di tipo $\alpha - Al$ con delle celle dendritiche, contornate da una fase eutettica di Silicio. Le dimensioni delle celle dendritiche hanno dei valori variabili tra i $500 - 1000 \text{ nm}$, di molto inferiori rispetto a quelle che si originano in seguito al processo di colata (10). La tecnologia di *Selective Laser Melting* favorisce da un punto di vista cinetico la solidificazione della fase $\alpha - Al$ in una morfologia cellulare, con le particelle di Silicio in eccesso disciolte nei contorni delle stesse, con uno spessore di circa 200 nm (10). Queste ultime garantiscono un miglioramento delle proprietà meccaniche della lega, attribuendo il fenomeno al meccanismo di Hall-Petch (1), descritto dalla relazione (10):

$$\sigma_0 = \sigma_i + \frac{k}{d^{\frac{1}{2}}}$$

Questa evidenza come la forza del materiale sia data dalla somma di uno stress frizionale e un parametro che è pari a k -volte l'inverso della radice quadrata della dimensione del grano.

Il calore locale e i range di raffreddamento che si hanno durante un processo di *Selective Laser Melting* hanno dei valori molto elevati, variabili tra i $10^3 - 10^8 \text{ K} * \text{s}^{-1}$, portando alla formazione di fasi non in equilibrio e lo sviluppo di una struttura ultra-fine (Figura 8).

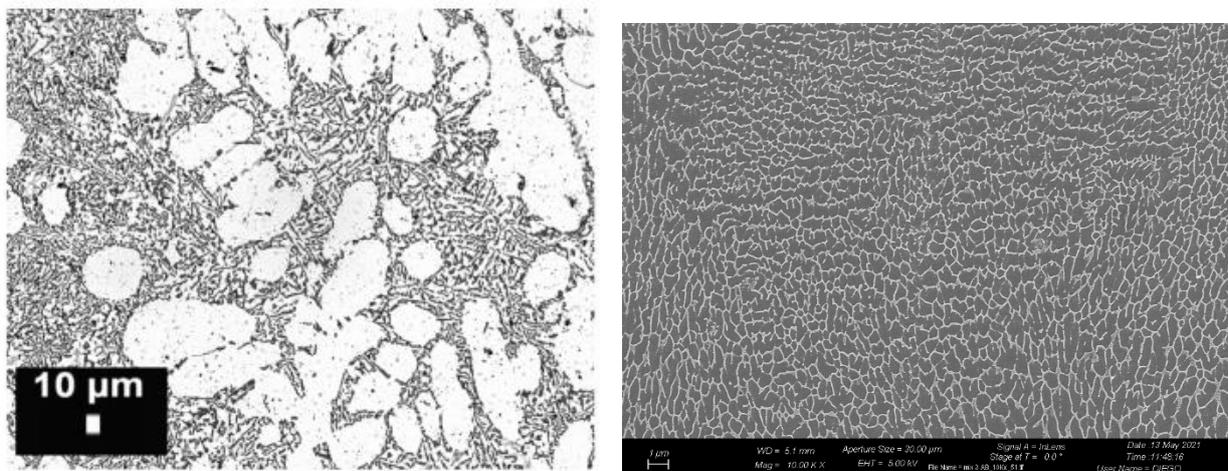


Figura 8 - Confronto microstruttura tra una lega AlSi10Mg ottenuta tramite casting (sulla sinistra) (10) e mediante processo di SLM (sulla destra)

Le leghe di Alluminio e Silicio hanno una microstruttura composta da grandi grani colonnari aventi un'ampiezza variabile tra i $10 - 20 \mu\text{m}$ e un'altezza di un centinaio di micron (Figura 9). Tali grani si formano durante il processo seguendo l'andamento del gradiente termico diretto nella direzione di crescita (1). In generale, la struttura della parte finale dipende strettamente dalla strategia di scansione e dai parametri di processo adottati (10).



Figura 9 - Microstruttura dei grani colonnari nel campione ISR osservato tramite SEM

I due principali aspetti coinvolti nel processo di fusione, quindi anche nella definizione della microstruttura finale del componente, sono (10):

- La direzione di raffreddamento;
- La rapidità di solidificazione.

Il raffreddamento nella lega di Alluminio e Silicio dipende dal gradiente termico (G) nei *melt pools* e dal rateo di crescita (R). Quest'ultimo può essere modulato variando la velocità di scansione così come l'angolo tra i differenti *layers* costituenti il componente. Mantenendo costante il valore del gradiente termico e modificando il rateo di crescita si ottengono due effetti opposti (10):

- Riducendo il rateo si nota la creazione di un fronte di solidificazione planare stabile;
- Aumentando il valore del rateo, invece, si forma una morfologia di solidificazione di tipo dendritico.

Moltiplicando il valore del gradiente termico con il rateo di crescita si nota che, maggiore è il loro prodotto, più fine risulta essere la microstruttura del componente. Sia il valore di R che quello di G risultano avere il loro massimo nella parte centrale del *melt pool*, decrescendo andando verso i bordi dello stesso (10).

La lega di *AlSi10Mg* prodotta per mezzo di *Selective Laser Melting* vede un'evidente solidificazione nella direzione di crescita, lungo la direzione cristallografica $\langle 100 \rangle$, procedendo verso la linea centrale del *melt pool*. Si ottiene una struttura dell'Alluminio cubica a facce centrate, circondata da delle fasi di Silicio simili a quelle dei diamanti. Questa distribuzione garantisce una elevata durezza del componente finale (10).

Come detto in precedenza il processo e la strategia di scansione adottata influenzano le proprietà finali del componente. In particolare, l'attenzione si incentra sulla complessità della strategia di scansione e sulla possibile

creazione di difetti, quali possono essere le porosità. Queste ultime influenzano notevolmente le proprietà meccaniche e il comportamento a fatica delle parti finali, soprattutto in ambito aerospaziale, dove potrebbe essere compromessa l'integrità strutturale. Il corretto apporto di energia rende possibile limitare l'intrappolamento dei gas nel materiale, così come una sovrapposizione degli strati tale da ridurre la percentuale di porosità presente nel pezzo (10).

Tra i fattori che contribuiscono alla formazione di difetti nel componente si hanno (10):

- Delle basse velocità di scansione che provocano l'insorgere di porosità;
- Degli alti valori di velocità di scansione combinati ad una bassa potenza del laser che portano ad alterare le caratteristiche di solidificazione;
- Delle basse velocità di scansione combinate alle potenze più alte del laser che aumentano l'energia per unità di lunghezza, con una conseguente nascita di instabilità da fusione.

Nei processi di *Additive Manufacturing* possono essere usate tre differenti atmosfere inerti, nessuna delle quali ha particolare influenza sulla composizione metallografica e densificazione del componente finale.

Infine, un fattore che influenza altamente la microstruttura della parte è l'orientamento assunto dalla stessa durante la sua costruzione, in quanto questo può indurre la nascita di anisotropie e quindi di difetti (10). L'anisotropia di un dato componente è imputabile alla condizione locale di trasferimento di calore, determinata dalla strategia di scansione. Lo studio di tale fattore si focalizza sui bordi dei *melt pool*. Questi ultimi si possono distinguere in due categorie differenti:

- *Layer-layer* (Figura 10 - b);
- *Track-track* (Figura 10 - c).

Questi sono generati rispettivamente da una sovrapposizione *multi-layer* o *multi-track* durante il processo di *Selective Laser Melting*.

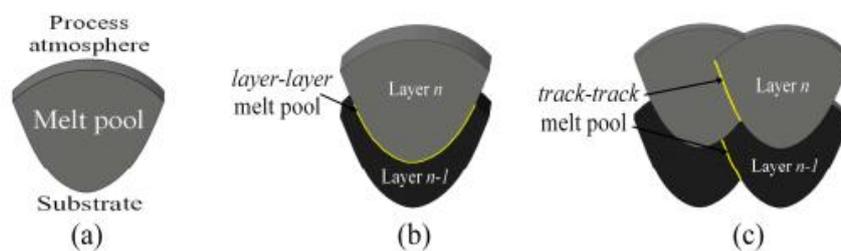


Figura 10 - Studio sui bordi dei melt pool: (b) layer-layer; (c) track-track (10)

È stato dimostrato come i campioni costruiti secondo la direzione dell'asse z presentino una maggiore duttilità rispetto a quello costruiti parallelamente al piano xy (10). Questo è dovuto al fatto che i primi presentano un numero maggiore di superfici di scorrimento rispetto ai secondi. Infatti, nel momento in cui i provini costruiti nella direzione verticale vengono sottoposti ad uno sforzo lo scorrimento si verifica sia nei *layer-layer* che nei

track-track. Questo non accade per i provini con direzione di crescita orizzontale, che vedono il solo scorrimento lungo i bordi dei *melt pools track-track*.

2.3.2 Differenza tra campioni *as-built* e *stress relief*

Il processo tecnologico di *Selective Laser Melting* porta all'introduzione di elevati stress termici residui all'interno del componente, che potrebbero provocare distorsioni così come l'alterazione delle proprietà meccaniche. Al fine di ridurre tali tensioni elastiche del componente *as-built* è possibile sottoporre la parte ad un trattamento di *stress relief* (10).

Infatti, date le elevate velocità di raffreddamento, il componente accumula delle tensioni al suo interno; nel momento in cui questo viene rimosso dalla piattaforma, esso potrebbe rilasciare tali tensioni, anche in maniera catastrofica, criccandosi. Rilasciare delle tensioni significa rilasciare dell'energia, e se questo non avviene in modo uniforme è possibile assistere alla formazione di difettosità.

Tale fenomeno non si verifica nei campioni di piccole dimensioni. Per questa ragione si usa un trattamento di *stress relieving*, al fine di simulare il trattamento termico rispetto ad un pezzo *as-built*.

2.3.3 Rafforzamento della lega AlSi10Mg con trattamento termico

Il rafforzamento per precipitati delle leghe di Alluminio e Silicio ha l'obiettivo di ottenere una microstruttura finale differente rispetto a quella che si nota in un componente ottenuto tramite *Selective Laser Melting*, con delle migliori proprietà meccaniche. Esso si compone di due fasi fondamentali (13):

- Il trattamento termico di solubilizzazione seguito da una tempra;
- Un processo di invecchiamento artificiale.

La stima della durata di ogni fase è di fondamentale importanza per evitare un sovra-invecchiamento, che porta a una riduzione delle caratteristiche meccaniche.

Il fine del trattamento termico è quello di promuovere la diffusione del Silicio in agglomerati all'interno dei grani di $\alpha - Al$, portando alla creazione di una microstruttura più grezza. Questi si collocano ai confini dei *melt pools*, dal momento che queste sono zone in cui avviene una rifusione durante il processo di *Selective Laser Melting*. Aumentando la durata del trattamento termico è possibile annullare l'effetto dei diversi passaggi di scansione; simili risultati possono essere ottenuti tramite l'invecchiamento artificiale, portando alla creazione di una struttura più omogenea (13).

In conseguenza dell'incremento delle dimensioni delle particelle, all'aumentare della durata del trattamento termico la densità spaziale delle stesse diminuisce. Pertanto, se in un componente *as-built* non è possibile quantificare la dimensione e la densità degli elementi della lega, in quanto organizzati come segregazioni continue ai bordi di grano, per le parti sottoposte al trattamento termico è possibile stimare una relazione diretta tra la durata dello stesso e le dimensioni e densità degli elementi del componente. Questo fenomeno motiva l'incremento della durezza del componente all'aumentare della durata del trattamento termico (12).

Un altro fattore che contribuisce all'aumentare della durezza complessiva del componente sottoposto a invecchiamento artificiale è la nucleazione di precipitati di Mg_2Si .

2.3.4 Rafforzamento della lega AlSi10Mg con elementi rari

Alcuni elementi rari sono considerati come dei rafforzanti delle leghe di Alluminio, data la loro affinità chimica con quest'ultimo nella sua fase liquida. In seguito alla solidificazione, questi formano delle strutture cubiche di tipo Al_3X , coerenti con la matrice. Questi ultimi presentano molte caratteristiche benefiche, quali (14):

- Una bassa densità;
- Un alto modulo elastico;
- Un elevato punto di fusione.

Per tali motivi risultano essere degli ottimi rafforzanti per le leghe a base di Alluminio ad alto rafforzamento e generalmente termicamente stabili. Tra gli elementi testati, sette di questi sono risultati termicamente stabili ($Er, Sc, Tm, Yb, Lu, U, Np$), mentre altri sono risultati metastabili (14).

Una particolare attenzione è stata rivolta ai sistemi di Alluminio ed Erblio, i quali, come già accennato, formano dei composti (Al_3Er) stabili con la matrice della lega. Inoltre, alcuni studi hanno dimostrato che la formazione di precipitati nella lega porta ad avere un significativo aumento della durezza della stessa, nel momento in cui si ha nella composizione allo stato solido un valore di solubilità di Er prossimo al suo valore massimo (15).

Inserendosi nel filone degli studi recenti sull'indurimento di leghe di Alluminio tramite precipitati di Erblio, questo lavoro ha l'obiettivo di analizzare sperimentalmente un possibile miglioramento delle proprietà della lega $AlSi10Mg$ processata con tecniche di *Additive Manufacturing*.

Capitolo 3

Metodi e materiali

In questo capitolo verranno presentati gli strumenti e i metodi di misurazione adottati nel corso della ricerca affrontata nel presente lavoro di tesi. I campioni in analisi, la cui produzione è descritta nella sezione introduttiva, sono stati sottoposti ad un trattamento termico e ad un processo di preparazione metallografica (troncatura, lucidatura e osservazione al microscopio ottico). In seguito, è stata eseguita un'analisi di porosità e di micro-durezza; i provini sono stati quindi attaccati con una soluzione acida, dunque osservati mediante un microscopio SEM ed un microscopio FESEM. Infine, sono state eseguite delle analisi tramite le tecniche di DSC e XRD, con lo scopo di approfondire i dettagli relativi alla presenza di precipitazioni e differenti fasi.

3.1 Produzione dei campioni

I campioni analizzati in tesi sono stati realizzati tramite un macchinario di *Selective Laser Melting* (SLM), il quale permette di effettuare una lavorazione in un'atmosfera inerte, dunque priva di contaminazioni. La macchina (*Concept MLabR*) impiegata presenta le seguenti caratteristiche:

- Una piattaforma di costruzione in Alluminio commercialmente puro delle dimensioni di $90 \times 90 \text{ mm}$;
- Un laser a 1070 nm di lunghezza d'onda;
- Uno *spot size* di $50 \mu\text{m}$;
- Una potenza massima di 100 W ;
- Un'atmosfera inerte in Argon.

. In particolare, i campioni sono stati prodotti utilizzando tre differenti *JOB*, con le seguenti caratteristiche:

- Nel primo di questi è stata utilizzata una polvere di $\text{Al} - 3 \text{ wt\% Er}$ avente un *layer thickness* di $15 \mu\text{m}$ con una polvere di dimensioni inferiori ai $50 \mu\text{m}$;
- Nel secondo, si è fatto uso della stessa polvere del precedente ($\text{Al} - 3 \text{ wt\% Er}$), modificando il parametro di *layer thickness* ($10 \mu\text{m}$) e le dimensioni della polvere, inferiore ai $40 \mu\text{m}$;

- Infine, nel terzo ed ultimo *JOB* si è utilizzata una polvere di *AlSi10Mg + Al – 3 wt% Er*, contenente una percentuale dello 0.27% di Erblio in peso, con proporzioni di 9: 1 dei costituenti. Anche in questo caso il *layer thickness* è di 15 μm , con una polvere di dimensioni inferiori ai 50 μm .

In *Tabella 1* e *Tabella 2* sono riassunti i parametri di processo, quindi le relative strategie di scansione e rotazione. Si identifica anche la *Hatching Distance*, cioè la distanza media tra due scansioni consecutive del fascio laser.

Tabella 1 - Parametri di processo per i job di Al – 3 wt% Er con layer thickness da 15 μm e 10 μm

Condizione	Potenza [W]	Scanning Speed [mm/s]	Hatching Distance [mm]	Strategia	Rotazione [°]
1	95	650	0,105	Isole	90
2	95	650	0,105	Stripes	67
3	95	450	0,105	Isole	90
4	95	450	0,105	Stripes	67
5	95	850	0,105	Isole	90
6	95	850	0,105	Stripes	67
7	95	650	0,12	Isole	90
8	95	650	0,12	Stripes	67
9	95	650	0,09	Isole	90
10	95	650	0,09	Stripes	67

Tabella 2 - Parametri di processo per i job di AlSi10Mg + Al – 3 wt% Er con un layer thickness da 15 μm

Condizione	Potenza [W]	Scanning Speed [mm/s]	Hatching Distance [mm]	Strategia	Rotazione [°]
1	95	650	0,105	Stripes	NO
2	95	650	0,105	Isole	90
3	95	650	0,105	Stripes	67
4	95	500	0,105	Stripes	67

Tale processo di produzione ha portato alla creazione di campioni cubici delle dimensioni di 10 × 10 × 10 *mm* (*Figura 11*).

Dopo la produzione i campioni del terzo *JOB* sono stati ulteriormente sottoposti ad un trattamento termico di *stress relief* ad una temperatura di 240°C per un tempo di sei ore. Nella discussione dei risultati ci riferiremo alla condizione priva di trattamento termico con la dicitura AB (*as built*), mentre la dicitura SR (*stress relief*) sarà usata per indicare i campioni sottoposti allo stesso.

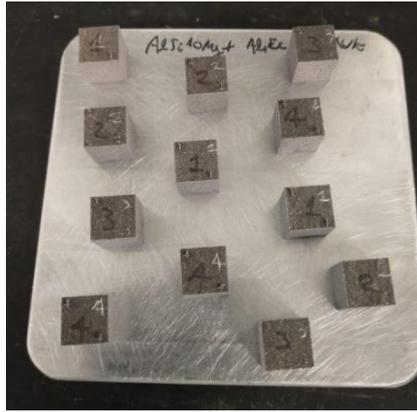


Figura 11 - Campioni

3.2 Preparazione metallografica

Ottenuti i campioni di forma cubica, questi sono separati dalla piattaforma di costruzione mediante un taglio WEDM (*Wire Electrical Discharge Machining*), una variante del convenzionale EDM, largamente accettato come tecnica priva di contatto per la rimozione dei campioni (16).

In seguito, gli stessi sono sottoposti ad un processo di preparazione metallografica completo. Essa prevede il susseguirsi di differenti fasi:

- Il taglio dei campioni lungo la loro direzione di crescita (z);
- La lucidatura della superficie da osservare al microscopio;
- L'attacco chimico al fine di analizzare la microstruttura dei campioni;
- L'osservazione al microscopio ottico al fine di ricavare delle immagini da elaborare, che saranno poi utilizzate al fine del calcolo delle porosità.

È bene evidenziare come per l'osservazione delle porosità non sia stato necessario attaccare chimicamente i campioni.

Le osservazioni alle sezioni successive sono da considerarsi riferite al campione già preparato.

3.2.1 Taglio dei campioni

La selezione del pezzo deve essere tale che esso risulti rappresentativo del materiale da studiare. Al fine di effettuare il sezionamento di un campione viene utilizzata una troncatrice, cioè un utensile da banco per il taglio di materiali ferrosi. Le moderne macchine troncatrici sono costruite utilizzando una delle seguenti architetture (17):

- Una lama circolare rotante che si muove verso il componente, fissato su di una piattaforma;
- Una lama circolare rotante fissata con il pezzo incastonato su di una piattaforma mobile.

Alcune macchine combinano i precedenti principi al fine di creare un modello maggiormente flessibile per la lavorazione. La macchina presente presso i laboratori del DISAT è della seconda tipologia. In particolare, essa è una *Buehler Isomet 4000* (Figura 12).



Figura 12 - Troncatrice Buehler Isomet 4000 (18)

Durante il processo di taglio si sviluppa del calore derivante dalle forze di attrito e dalla formazione di trucioli. Per tale motivazione è molto importante avere un'adeguata lubrificazione, che porta alla riduzione della potenza richiesta per rimuovere una determinata porzione di materiale, diminuendo anche la generazione di calore (17). Il processo è quindi svolto con un grande apporto di un liquido lubrificante e refrigerante, composto per la sua gran parte da acqua con l'aggiunta di additivi. Il fluido, immesso nella macchina mediante degli ugelli, ha le seguenti funzioni (17):

- Raffreddare il componente e la lama di taglio;
- Lubrificare;
- Rimuovere gli scarti derivanti dal taglio;
- Proteggere la parte e la macchina da un'eventuale corrosione.

Il fluido deve essere mantenuto il più vicino possibile all'area di contatto tra il componente e la lama. A causa della rotazione di quest'ultima si forma uno strato d'aria in moto con la stessa. È importante che il fluido permanga in esso, dal momento che le forze centrifughe derivanti dalla rotazione della lama lo pongono in contatto con il componente da sezionare.

Due parti importanti del sistema di raffreddamento sono la pompa e la tanica di raccolta. Infatti (17):

- La prima deve garantire un apporto di liquido refrigerante/lubrificante adeguato al processo di taglio;
- La seconda, invece, deve essere costruita in modo tale che i trucioli depositati sul fondo della stessa non entrino in ricircolo nel sistema, intasandolo. Spesso, al fine di evitare questa problematica, è posto un filtro che raccoglie gli scarti di lavorazione.

Infine, gli obiettivi principali del taglio metallografico sono i seguenti (17):

- Una superficie del campione con il minor numero di deformazioni e righe;
- Una superficie senza danneggiamenti termici;

- Una superficie planare;
- Un taglio eseguito nel modo più efficiente possibile in termini di costo.

Il raggiungimento dei suddetti fini è subordinato a due parametri (17):

- La **velocità di rotazione della lama**. Il valore ottimale di questo parametro, che porta ad una variazione delle forze sulla lama, è dipendente dal materiale utilizzato, e deve essere selezionato con l'obiettivo di limitare l'usura della macchina. A tal proposito, la maggior parte delle troncatrici moderne presenta la possibilità di impostare in modo variabile il valore della velocità di rotazione.
- La **feed speed**. Questa rappresenta la velocità di movimento del porta-campione e varia a seconda del materiale considerato e alla lunghezza del taglio. È un parametro che può essere controllato da un operatore al fine di ottenere la sezione ottimale.

Nella ricerca affrontata nel presente lavoro di tesi il campione è stato posizionato sulla piattaforma porta-campione mobile, al fine di separare il provino in due parti uguali in accordo con la direzione di crescita dello stesso. Il taglio è stato eseguito con una velocità di 1600 rpm e un *feed rate* di 0.5 mm/s.

3.2.2 Lucidatura

La lucidatura è una fase del processo metallografico con lo scopo di rendere la superficie del campione osservabile da un microscopio ottico oppure da un SEM. Con superficie osservabile si intende una superficie che non presenta difetti, ottenuta con un processo di lucidatura meccanica, elettrolitica o chimica (17). Il processo si compone di due fasi:

- La prima permette di ottenere una rifinitura “grossolana” del campione, con lo scopo di rendere piana la superficie dello stesso, dunque eliminare eventuali deformazioni originatesi dalla fase di troncatura;
- La seconda fase si occupa, invece, di dare una finitura alla superficie del pezzo, rendendola ottimale per l'osservazione.

Entrambe le fasi si compongono di più passi, analizzati più nel dettaglio di seguito. Esse vengono eseguite con una macchina (*lucidatrice manuale*) che presenta un piatto rotante sul quale vengono disposti i diversi panni di lucidatura. La lucidatrice permette di impostare differenti velocità di rotazione, garantendo un adeguato apporto di liquido lubrificante/refrigerante (acqua).

Con il processo di lucidatura si ha una rimozione del materiale superficiale del campione, in percentuale differente a seconda della fase presa in considerazione. Tale percentuale di rimozione dipende da diversi fattori che permettono di definire il processo di preparazione, quali il tempo, la velocità di rotazione della macchina e la pressione impressa durante la lavorazione (la quale influenza il grado di deformazione del campione, soprattutto se questo è duttile). Questi parametri possono essere ottimizzati e portati a corredo della ricerca al fine di garantire la riproducibilità della stessa. Nel caso in analisi è stata utilizzata una lucidatrice manuale

Mecatech 234 (Figura 13) con velocità variabili tra i 300 – 350 rpm nella prima fase di lucidatura, fino ad arrivare a velocità di 650 rpm nella seconda fase, per tempi di circa quindici minuti per campione.



Figura 13 - Mecatech 234 (19)

La prima fase della lucidatura fa uso di panni abrasivi con differenti granulometrie, passando da grani più grezzi a grani più fini (in particolare, le carte sono state utilizzate con la seguente successione: P180, P400, P600, P800, P1000). Nel passaggio da una carta abrasiva a quella successiva il campione è stato ruotato di 90°, al fine di assicurare una lavorazione omogenea su tutta la superficie dello stesso. L'operazione di abrasione con la stessa carta continua fino a che le linee generate da quella precedente non sono del tutto scomparse, dunque non si ha una superficie omogenea, osservabile anche a occhio nudo. Questa prima fase è accompagnata da un apporto costante di acqua sul panno al fine di raffreddare e lubrificare lo stesso.

Successivamente, nella seconda fase, si fa uso di sospensioni diamantate, le quali permettono di avere un processo di rimozione del materiale più costante rispetto ad altri prodotti contenenti percentuali di diamante (17). Queste sospensioni possono essere a base di acqua, alcol, olii o idrocarburi, ai quali sono aggiunti stabilizzanti al fine di evitare o rallentare la sedimentazione dei grani di diamante. Tali soluzioni possono essere utilizzate sotto forma di spray oppure di pasta. Nella ricerca affrontata in questo lavoro è stata utilizzata una pasta diamantata in stick, dove le particelle di diamante, delle dimensioni di 6 μm , sono poste all'interno di una cera. Il panno della lucidatura deve essere adatto alla granulometria della pasta diamantata. Come lubrificante per il processo è stata utilizzata l'acqua. Anche questa fase, come in precedenza, si definisce conclusa quando la superficie del campione presenta una serie di righe coerenti, osservabili mediante un dispositivo ottico.

Infine, il secondo step della seconda fase si compone di una lucidatura mediante una soluzione di ossido di silicio e acqua (usato in proporzioni di 1:2 e 1:3), la quale ha l'obiettivo di rifinire a specchio la superficie del campione. Tale soluzione è composta da particelle sferiche di silicio, delle dimensioni variabili tra gli 0.1 – 0.02 μm , che portano alla rimozione delle righe ottenute nella fase precedente. Il processo finale di lucidatura è portato avanti per un tempo variabile dagli otto ai quindici minuti, ruotando ad intervalli regolari il campione, sul quale è impressa una leggera pressione. La soluzione di silice non deve essere fatta seccare sul panno apposito. Infatti, quest'ultimo deve essere accuratamente lavato alla fine del processo, così come il campione, per evitare che la soluzione porti a degli attacchi chimici superficiali (17). Il processo della seconda fase di

lucidatura è caratterizzato dall'apporto intermittente di acqua, in quanto il panno deve sempre essere umido, mentre la soluzione di silicio rappresenta l'agente lucidante.

In seguito alla fase di lucidatura i campioni sono stati lavati sotto acqua corrente e asciugati con l'aria compressa.

3.3 Analisi delle porosità

L'obiettivo della fase di analisi delle porosità è la determinazione della percentuale di porosità contenuta nei campioni analizzati ($Al - 3 \text{ wt}\% Er 15 \mu m$, $Al - 3 \text{ wt}\% Er 10 \mu m$ e $AlSi10Mg + Al - 3 \text{ wt}\% Er$). Essa è ottenuta mediante tre metodologie differenti:

- L'analisi di immagine della superficie catturata con un ottico da banco e dunque il processamento delle immagini ottenute con un software di analisi specifico (*ImageJ*);
- Il metodo di Archimede.

3.3.1 Analisi delle porosità tramite immagini

Si tratta nello specifico, in questa sezione, il primo metodo utilizzato per la determinazione della percentuale in area di porosità.

In seguito alla lucidatura i campioni sono stati osservati tramite un microscopio ottico da banco con un ingrandimento di 200X. Il modello utilizzato è un *Dino-Lite Digital Microscope* (Figura 14).



Figura 14 - Dino-Lite Digital Microscope (20)

La scelta dell'ingrandimento influenza le misure che si ottengono, ragione per la quale minori ingrandimenti sono ottimali per campioni caratterizzati da una densità meno elevata (quindi meno porosi) (17). Successivamente all'osservazione sono state catturate delle istantanee della superficie (10 per ogni campione analizzato, in modo che non fossero sovrapposte) al fine di studiare la percentuale di porosità media del campione, quindi la sua deviazione standard. Quest'ultimo processo è stato eseguito mediante l'ausilio di un foglio di calcolo *Excel*.

Le catture sono state analizzate con un programma open source di elaborazione delle immagini chiamato *ImageJ*, sviluppato dal *National Institute of Health* degli Stati Uniti (21). In particolare, in seguito alla sua apertura e al caricamento dell'immagine da analizzare, quest'ultima viene convertita in un file 8-bit.

Successivamente, tramite una funzione di *threshol* si impone una soglia alla scala di grigi, al fine di individuare i *pixel* appartenenti ad una porosità (che appare di colore nero). Dunque, si converte l'immagine in bianco e nero e tramite la funzione *fill holes* si riempiono di colore le porosità che hanno subito un difetto di riflessione nella cattura dell'immagine (questo processo può anche essere corretto e svolto manualmente). Infine, si lancia l'analisi, che porta come risultato il valore della percentuale di porosità media della superficie della cattura (come frazione di *pixel* neri su sfondo bianco). In *Figura 15*, è riportato un esempio di analisi effettuato con questo metodo, evidenziando i vari passaggi.

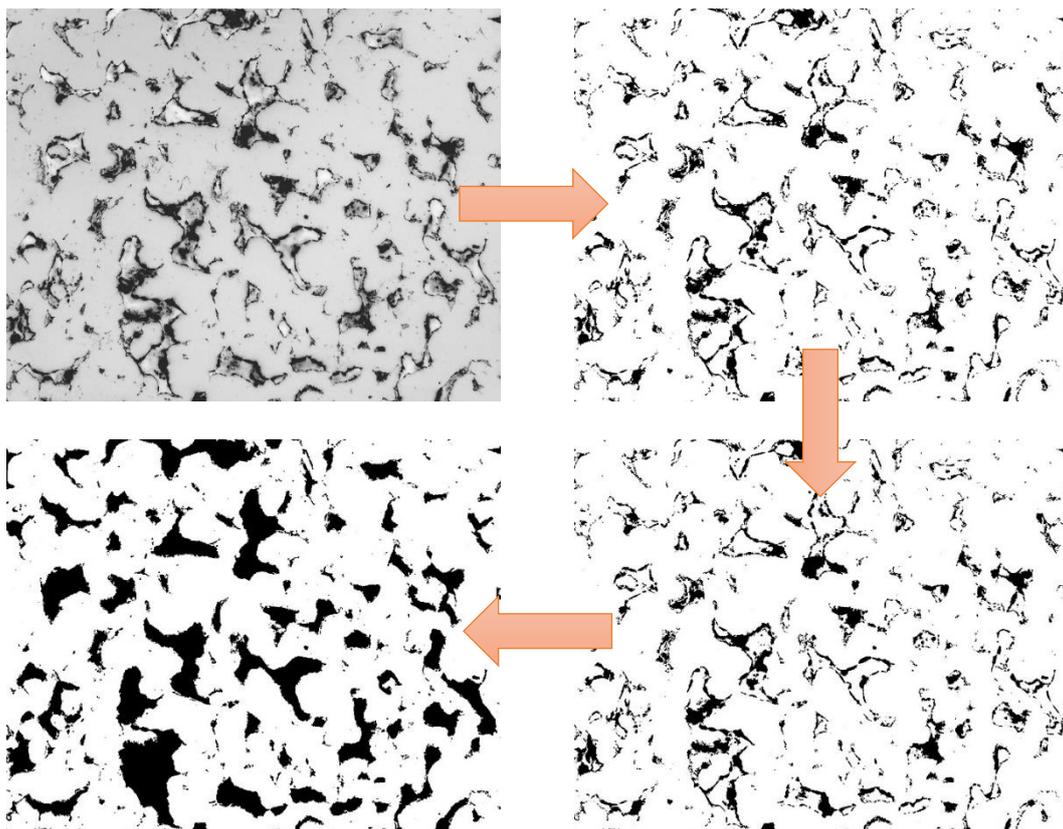


Figura 15 - Processo di analisi di porosità tramite ImageJ

3.3.2 Metodo di Archimede

Il secondo metodo utilizzato per la determinazione delle porosità sfrutta il principio di Archimede. Questo processo si basa sulla misura, sia in aria che in acqua, del peso del campione solido analizzato, da cui se ne determina la densità al fine di confrontarla con il valore teorico, ricavando come risultato la percentuale di densificazione effettiva (22).

La strumentazione utilizzata è composta da (22):

- Una *bilancia analitica*, schermata e disposta in modo tale da eliminare le vibrazioni meccaniche;
- Il *liquido utile alla determinazione del peso*, composto generalmente da acqua distillata;
- Un *becher* in vetro utile al contenimento dell'acqua;

- Il supporto del campione per la misura del peso in acqua. Esso può avere differenti configurazioni, quali un cestino composto da una rete metallica, oppure un filo avvolto attorno al provino stesso. Tale sostegno è agganciato ad un'asticella metallica sopra il becher di vetro, in modo tale che il cestino sia immerso almeno per 6 mm, evitando gli effetti di tensione superficiale sul campione, che in caso contrario potrebbero falsare le misure di peso.

Allo scopo di effettuare le misurazioni il campione è stato troncato lungo la direzione di crescita, quindi lucidato con una carta grossolana (P800) su tutte le superfici libere, in modo da pulirlo da eventuali impurità che potrebbero portare alla fuoriuscita di bolle nel momento in cui il campione è immerso in acqua, falsando la valutazione.

Per ogni campione è stato effettuato il seguente procedimento:

- In primo luogo, sono state eseguite tre misurazioni successive in aria, con l'accortezza di tarare la bilancia in seguito a ciascuna di queste;
- Successivamente, sono state eseguite altrettante misurazioni sia in acqua che in aria, alternando la procedura. Una volta estratto dall'acqua il campione è stato accuratamente asciugato al fine di analizzare le porosità superficiali.

Tale processo è eseguito al fine di verificare se l'acqua è in grado di penetrare il materiale a causa delle porosità aperte. Infatti, questo porta alla lieve modifica delle misurazioni ottenute in aria, permettendo di valutare le variazioni di densità, e di conseguenza la porosità del campione (23).

La relazione che lega tali quantità è riassunta nella seguente formula (23):

$$\rho_p = \frac{m_a}{m_a - m_{fl}} * \rho_{fl}$$

Dove:

- ρ_{fl} è la densità del fluido, dipendente dalla temperatura. Infatti, è di particolare importanza che il campione analizzato, la bilancia analitica e l'ambiente circostante siano ad una temperatura uniforme durante le misurazioni (22);
- m_a è la massa del campione in aria;
- m_{fl} è la massa del campione nel fluido.

I dati ottenuti sono stati raccolti su un foglio di calcolo *Excel*, utile anche per la loro rielaborazione. In seguito alle misurazioni di ogni campione è valutata la porosità media di ciascuno di essi, quindi la deviazione standard.

3.4 Prove di micro-durezza

La durezza è un'importante proprietà dei materiali metallici utile a valutarne le qualità, dunque le possibili applicazioni degli stessi. Essa permette di dare delle indicazioni riguardanti la resistenza, la duttilità e lo stato

di usura del campione (17). Al fine di misurare la durezza si utilizza una strumentazione composta da un indentatore, il quale è connesso ad una pressa che esercita una forza (misurata in N o kgf); venendo a contatto con la superficie del campione, questo lascia un'impronta dalle cui caratteristiche geometriche si determinano i parametri utili alla valutazione (17). Infatti, la durezza di un materiale rappresenta la capacità dello stesso a resistere alla penetrazione dell'indentatore, che può essere stimata a partire dalla misurazione della forma e dimensioni dell'impronta sulla superficie del campione.

A seconda del materiale considerato si hanno differenti parametri che possono controllare la misurazione. Tra questi si ha la velocità di penetrazione dell'indentatore, che deve essere calibrata sulla base delle caratteristiche del materiale soggetto a questo tipo di prova meccanica. Lo strumento per le prove di micro-durezza è dotato anche di un dispositivo ottico al fine di osservare le impronte, così come la superficie del materiale coinvolta nella prova.

In generale il valore della durezza di un materiale è una quantità misurata secondo una relazione che vede una proporzionalità diretta con la forza applicata durante la prova, mentre si ha una proporzionalità inversa con le dimensioni dell'impronta lasciata dall'indentatore (17).

Esistono due tipologie macroscopiche di prove di durezza: le prove statiche e dinamiche. Esse vengono scelte in base al test e quindi al materiale analizzato.

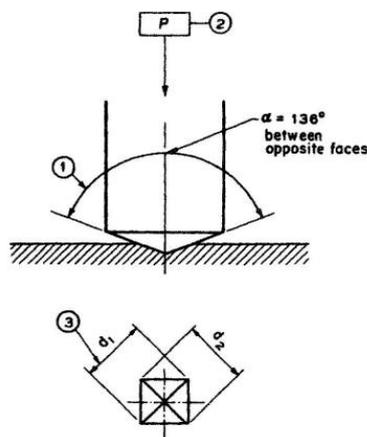


Figura 16 - Test di micro-durezza Vickers (ASTM Standard E92) (17)

Nel caso della sperimentazione esposta in tale tesi è stata attuata una prova statica di micro-durezza *Vickers* (Figura 16), nella quale si ha un indentatore piramidale a base quadrata con angolo di apertura pari ad $\alpha = 136^\circ$, costituito da un diamante. Nella prova di durezza Vickers l'indentatore piramidale è pressato verticalmente (moto lungo la direzione z) sulla superficie del campione (il più possibile parallelamente al piano xy) con una forza variabile tra gli 1 e i 1000 kgf . È di fondamentale importanza conoscere la forza applicata, dunque il tempo di azione della stessa, in quanto si ha una stretta dipendenza con la misurazione effettuata (il test di durezza Vickers è dipendente dalla forza per carichi inferiori ai 5N) (17). Questa dipendenza influenza particolarmente le misure di micro-durezza, dato che i valori ottenuti dalle prove con differenti carichi non sono

più comparabili tra loro. La causa di tale fenomeno potrebbe essere la tensione indotta sul campione stesso nel momento in cui l'indentatore è pressato sulla superficie, oppure una preparazione metallografica non adeguata. Infatti, è necessario avere una superficie preparata metallograficamente al fine di rimuovere ogni imperfezione distruttiva (17).

Con lo scopo di eseguire la misura bisogna prima calibrare lo strumento, individuando lo zero del macchinario, utile alla misurazione corretta delle diagonali d_1 e d_2 dell'impronta. Successivamente, tramite l'oculare citato in precedenza, si focalizza la zona della superficie dove effettuare la misurazione. Tale processo viene fatto per evitare di essere troppo vicino al bordo del campione, al fine di non avere deformazioni plastiche (17). Dunque, si passa dalla testina dell'oculare a quella dell'indentatore per effettuare la misura. Al fine della stessa, tramite il visore ottico, si analizzano le dimensioni delle diagonali, dunque il macchinario processa tali dati ed emette il risultato di durezza mediante la relazione (17):

$$HV = K * \frac{P}{d_1 d_2}$$

Dove K è una costante, mentre P è il carico applicato.

Sulla superficie di ogni campione sono state effettuate dieci misurazioni (ne è un esempio la *Figura 17*), mantenendo tra le stesse una distanza prescritta pari a 2.5 volte la dimensione della diagonale media dell'impronta. I dati ottenuti dall'analisi sono stati poi processati tramite uno strumento di calcolo (*Excel*) al fine di calcolare la durezza media di ogni campione del mix tra la lega *AlSi10Mg* e *Al - 3 wt% Er*, quindi la sua deviazione standard.



Figura 17 - Impronte della prova di micro-durezza Vickers (catturate con il microscopio FESEM)

Le misurazioni sono state effettuate mediante il macchinario nei laboratori del Politecnico di Torino, tramite l'applicazione di una forza di 0.1 kgf per un tempo di permanenza di 10 s . Il macchinario utilizzato è il *Microhardness tester VMHT*, rappresentato in *Figura 18*.



Figura 18 - Microhardness tester VMHT (24)

3.5 Attacco acido

L'attacco acido è finalizzato ad evidenziare alcune caratteristiche della microstruttura del provino, quindi particolari aspetti rilevanti al fine della ricerca affrontata (Figura 19). Per svolgere tale processo il campione viene posto a contatto con una soluzione acida reattiva, che compie una corrosione differenziata delle varie fasi presenti, in base alla loro composizione chimica.

Nella ricerca svolta in questo lavoro di tesi è stata utilizzata una soluzione acida di *Keller* (con composizione riportata nella Tabella 3), a cui i campioni sono stati sottoposti per un tempo di 17 s, valutato in seguito ad un'ottimizzazione del processo. Infatti, si è, in un primo momento, esposto il campione ad un tempo di azione della soluzione di 10 s, il quale non è risultato sufficiente al fine di avere dei risultati visibili all'ottico. Quindi, si è aumentato l'intervallo di azione dai 15 s fino ai 17 s. L'azione della soluzione reattiva ha portato alla corrosione della matrice, composta prevalentemente da Alluminio, permettendo di analizzare il reticolo di Silicio, quindi la disposizione dell'Erbio all'interno della lega. Lo studio è stato effettuato sui campioni con condizioni di lavoro identificate da 1 e 3, sia per il caso *as built* che per lo *stress relief*, selezionati sia per i livelli di porosità, ma anche per evidenziare le strategie di scansione differenziate dei due casi.

In seguito all'azione della soluzione acida i campioni sono stati spenti in acqua, lavati con acqua corrente, dunque asciugati con l'aria compressa.

Tabella 3 - Composizione della soluzione Keller

Composizione della soluzione acida Keller	
Acido fluoridrico HF	1 cm ³
Acido cloridrico HCl	1,5 cm ³
Acido Nitrico HNO ₃	2,5 cm ³
Acqua H ₂ O	95 cm ³

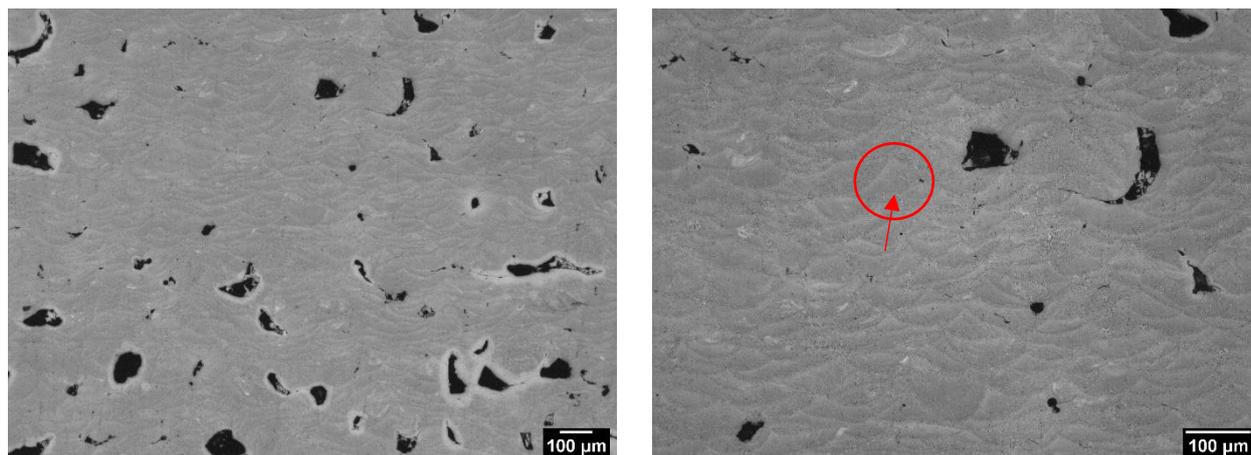


Figura 19 - Immagini della superficie del campione 3AB con ingrandimento 50X e 100X in seguito all'attacco con soluzione acida Keller. Nella seconda immagine si evidenzia un melt pool

3.6 Microscopio ottico metallografico

Il microscopio ottico metallografico è uno strumento che viene utilizzato al fine di caratterizzare microstrutturalmente il campione analizzato. Il suo funzionamento è basato sull'osservazione della luce visibile riflessa sulla superficie del campione, quindi trasmessa ad un computer, che la visualizza secondo una scala di grigi.

Tale microscopio permette di ottenere degli ingrandimenti tra i 50X e i 2000X, permettendo di determinare le fasi e la composizione del materiale analizzato (25). Infatti, queste osservazioni sono di particolare importanza dal momento che la struttura e i costituenti della stessa hanno una forte influenza sulle caratteristiche del provino. Nelle osservazioni con il microscopio ottico la superficie del campione deve essere preparata mediante lucidatura, secondo la procedura metallografica; quindi, è possibile agire sul contrasto e sull'illuminazione della stessa al fine di ottenere un'immagine ottimale.

Nel caso della ricerca in analisi nella presente tesi il microscopio ottico è stato utilizzato per l'osservazione dei campioni del mix $AlSi10Mg + Al - 3 \text{ wt\% } Er$, nelle condizioni 1 e 3, in seguito all'attacco con soluzione acida, con lo scopo di effettuare un'analisi più dettagliata dei livelli di porosità della superficie dei campioni. Al fine di effettuare l'analisi di immagine è stato sfruttato il software *ImageJ*, citato e descritto nelle sezioni precedenti.

La strumentazione utilizzata presente all'interno dei laboratori del Politecnico di Torino è un microscopio metallografico *Leica MEF4* con videocamera e software di acquisizione immagini *LAS 4.6v* (Figura 20).



Figura 20 - Leica MEF4 (26)

3.7 SEM

Lo *Scanning Electron Microscope* (SEM) è uno strumento che ha lo scopo di creare ingrandimenti di immagini che rilevano informazioni in scala microscopica sulle dimensioni, sulla forma, sulla composizione cristallografica, e su altre proprietà chimiche e fisiche dei campioni (27).

Il principio operativo alla base di un microscopio SEM è la creazione di un fascio fine di elettroni emessi tramite una sorgente. Successivamente all'emissione, il fascio viene accelerato ad alta energia, quindi modificato mediante delle aperture e delle lenti magnetiche o elettrostatiche, al fine di ridurne il diametro, focalizzandolo su una zona discreta della superficie del campione. Quest'ultimo, affinché si abbia un corretto funzionamento del macchinario, deve essere conduttivo; in caso contrario, la superficie del provino viene rivestita con un materiale come Carbonio, Oro o Platino per prevenire che questo si carichi elettrostaticamente (17).

L'interazione tra il fascio di elettroni e il campione porta alla generazione di due prodotti diversificati. Essi sono (27):

- Gli *elettroni backscattered* (BSEs), i quali rappresentano un fascio di elettroni che emerge dal campione in seguito ad un urto elastico. Questi modificano la loro traiettoria mantenendo un elevato apporto energetico rispetto alla frazione di energia incidente. Infatti, essi vengono deflessi dal campo elettrico degli atomi del provino.
- Gli *elettroni secondari* (SEs), che si identificano, invece, con degli elettroni che fuggono dalla superficie del campione. Infatti, nel momento in cui il fascio urta in modo anelastico l'elettrone del reticolo metallico, esso perde parte della propria energia cinetica, originando in questo modo un elettrone secondario. È bene notare come ogni elettrone del fascio incidente possa generare più elettroni secondari.

Questi segnali elettronici provenienti dal provino vengono misurati con specifici detector, tra i quali si hanno i *secondary electron detector*, sensibili sia ai BESs che ai SEs, e i *dedicated backscattered electron detector*, invece, solamente sensibili agli elettroni *backscattered*. Per ognuno di tali detector, i segnali misurati su ogni porzione del campione vengono digitalizzati, dunque memorizzati su di un calcolatore con lo scopo di determinare il livello di scala di grigi corrispondente ad ogni porzione del piano xy sullo schermo del computer.

Convenzionalmente il microscopio SEM permette di operare con il provino posto in una camera in vuoto, al fine di ridurre la rifrazione del fascio elettronico, così come degli elettroni *backscattered* e secondari, i quali sono particolarmente influenzati dall'interazione con le molecole di gas atmosferico (27).

Nella ricerca relativa al lavoro di tesi il microscopio SEM è stato utilizzato per analizzare i campioni del mix della lega $AlSi10Mg + Al - 3 \text{ wt\% } Er$, nelle sole condizioni di lavoro del provino 1 e 3 (sia nel caso *as built* che in quello di *stress relief*), selezionate in seguito ad uno studio delle porosità. Essi sono stati osservati precedentemente all'attacco con soluzione acida e successivamente allo stesso. Inoltre, la strumentazione del microscopio è stata anche utilizzata al fine di ricavare delle analisi relative alla composizione chimica di selezionate zone del provino, mediante segnale EDX.

Il macchinario presente nei laboratori del Politecnico di Torino è il *Phenom ProX* (Figura 21).



Figura 21 - Phenom ProX (28)

3.8 FESEM

Il *Field Emission Scanning Electron Microscopy* (FESEM) è un macchinario che permette di ottenere delle informazioni sugli elementi analizzati con ingrandimenti variabili tra i 10X e i 300000X, con una profondità di campo virtualmente illimitata. Questo strumento, se paragonato al SEM, produce delle immagini più chiare e prive della distorsione elettrostatica, con una risoluzione dalle tre alle sei volte migliore (29).

Tra i vantaggi che si hanno nell'utilizzo di questa strumentazione si evidenzia (29):

- La possibilità di esaminare delle piccole porzioni di area;
- La riduzione nella profondità di penetrazione degli elettroni a bassa energia cinetica, i quali rimangono confinati nell'intorno della superficie del campione analizzato. Questo fenomeno permette di ottenere delle immagini ad alto ingrandimento.
- Il non dover rivestire il campione non conduttivo con un coating al fine di far funzionare il macchinario.

Il funzionamento alla base del microscopio FESEM prevede l'emissione di un fascio elettronico da un catodo posto in una "*electron gun*", diretto verso la superficie del campione per effetto campo. Tale fascio è composto da elettroni sia ad alta che a bassa energia, i quali migliorano la risoluzione spaziale, minimizzando la carica a cui è sottoposto il provino, quindi il suo danneggiamento (29). Quest'ultimo, così come nel caso del microscopio SEM, è posto in vuoto al fine di apprezzare meglio il reticolo di Silicio, viste le sue dimensioni.

Lo strumento utilizzato all'interno dei laboratori del Politecnico di Torino è un *FESEM ZEISS Supra 40*, visibile in *Figura 22*.



Figura 22 - FESEM ZEISS Supra 40 (30)

3.9 DSC

Il *Differential Scanning Calorimeter* (DSC) è uno strumento che consente di misurare la temperatura e il flusso di calore associati ad una transizione termica all'interno di un materiale (31). Esso, quindi, rappresenta una tecnica termodinamica, che permette di valutare la differenza di apporto di calore richiesto al fine di aumentare la temperatura del provino comparata con quella di un sistema di riferimento. Sia il campione in analisi che quello di riferimento sono mantenuti circa alla stessa temperatura durante l'esperimento (31).

Infatti, nel momento in cui un provino è sottoposto ad una transizione di fase, si osserva un assorbimento o un'emissione di calore da parte dello stesso. Di conseguenza, è necessario un determinato apporto di calore, sia in positivo che in negativo, che permetta di mantenere quest'ultimo ad una temperatura paragonabile al sistema di riferimento. La differenza di calore che si osserva tra il provino studiato e quello di riferimento è alla base del processo di scansione differenziale, e permette, dunque, di evidenziare le fasi formatesi e i costituenti del campione stesso (31).

La macchina utilizzata per l'analisi è il modello *Netzsch DSC 214*; le condizioni di prova a cui i provini sono stati sottoposti sono le seguenti:

- Range di temperatura da 30°C a 400°C ;
- Riscaldamento di $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$;
- Crogiolo in allumina.

3.10 XRD

I campioni analizzati sono stati ulteriormente sottoposti all'esperimento di diffrazione ai raggi X (XRD). Lo studio di tale fenomeno permette di ricavare i parametri di cella del provino, quindi relazionare la lunghezza d'onda della radiazione incidente con l'angolo di diffrazione della stessa, dopo l'interazione con il materiale. Questo permette di definire la presenza di precipitati, quindi di fasi, in seguito a una variazione del parametro di cella (32).

Si indica con ϑ l'angolo incidente del raggio sul primo piano reticolare orizzontale del cristallo. Grazie al fenomeno della diffrazione, esso verrà riflesso con un angolo di pari ampiezza. Lo stesso meccanismo si verifica considerando un secondo piano reticolare del cristallo, avente una distanza pari a d dal primo (Figura 23) (33).

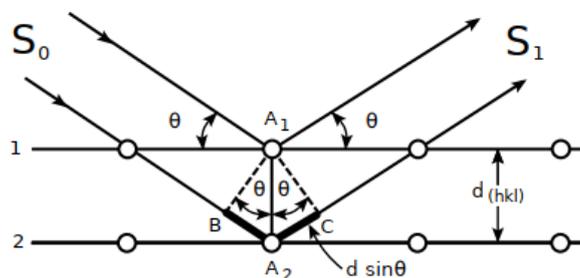


Figura 23 - Schematizzazione della diffrazione ai raggi X (33)

Al fine di avere un'interferenza costruttiva la differenza di cammino compiuta dai due raggi deve essere un multiplo della lunghezza d'onda degli stessi, quindi deve essere valida la seguente relazione (33):

$$2d \sin\vartheta = n\lambda$$

In cui λ è la lunghezza d'onda e n è un numero intero. Essa è nota come *legge di Bragg*, ed è utile nell'analisi metallografica, dal momento che, noto il passo del reticolo, dalla misura sperimentale delle posizioni dei massimi di interferenza si può determinare la lunghezza d'onda del raggio X.

L'analisi mediante XRD permette di ottenere un diffrattogramma con dei picchi relativi alle fasi presenti.

Al fine della ricerca della presente tesi lo strumento utilizzato è un *X-Pert Philips PANalytical* (Figura 24).



Figura 24 X-Pert Philips PANalytical (34)

Capitolo 4

Risultati sperimentali

Il seguente capitolo è dedicato all'analisi dei risultati sperimentali ottenuti tramite l'applicazione delle metodologie descritte nella sezione precedente. In particolare, si presentano i risultati relativi alla percentuale di densità delle porosità, ricavati tramite il metodo di Archimede e il processo di analisi di immagine. Successivamente sono riportati i dati ottenuti dalle prove di micro-durezza, quindi un'analisi visiva della microstruttura dei campioni. Infine, si mostrano i grafici ottenuti dalle analisi di DSC ed XRD.

4.1 Misure di densità

4.1.1 Analisi percentuale di densità con il metodo di Archimede

I risultati ottenuti sono riportati in *Tabella 4*, *Tabella 5*, *Tabella 6* e nei grafici a barre associati (*Figura 25*, *Figura 26*, *Figura 27*). Essi sono relativi allo studio dei campioni di *Al – 3 wt% Er* con *layer thickness* pari a $15\ \mu\text{m}$ e $10\ \mu\text{m}$, quindi dei campioni costituiti da un mix di *AlSi10Mg + Al – 3 wt% Er*. Per ogni serie di misurazioni si riportano la porosità percentuale media e la deviazione standard ottenute con il metodo di Archimede.

Tabella 4 - Risultati Al – 3 wt% Er layer thickness 15 μm (metodo di Archimede)

Condizione campione	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Mis. #1 Porosità [%]	11,7	12,3	10,1	9,4	14,8	14,2	11,4	11,1	11,0	11,0
Mis. #2 Porosità [%]	12,0	10,9	9,8	8,8	13,0	12,2	11,7	10,7	10,7	10,8
Mis. #3 Porosità [%]	12,0	10,7	9,4	8,9	13,6	12,2	11,6	10,5	10,8	10,6
Porosità Media [%]	11,9	11,3	9,8	9,0	13,8	12,9	11,6	10,8	10,9	10,8
Deviazione Standard	0,159	0,832	0,339	0,354	0,909	1,162	0,157	0,282	0,153	0,189

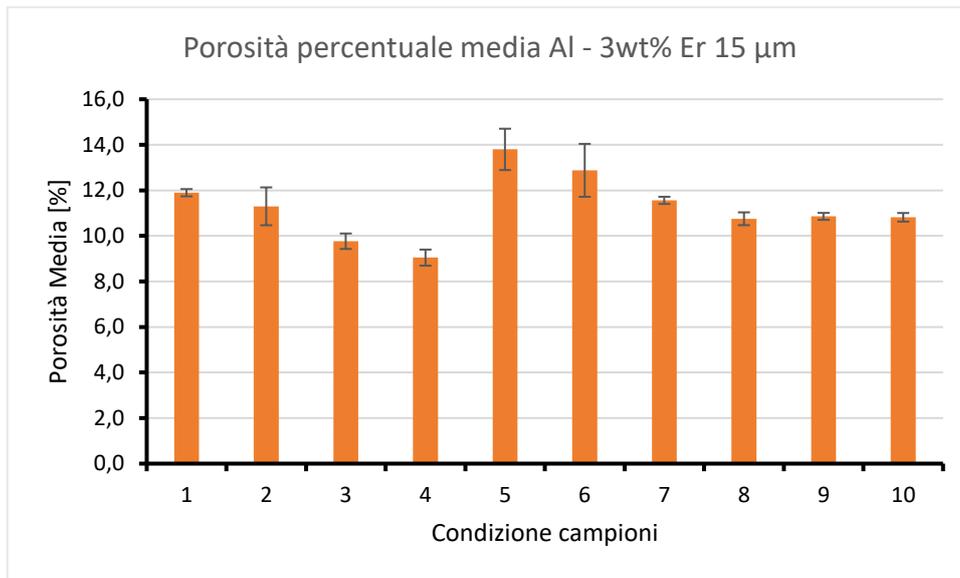


Figura 25 - Porosità dei campioni Al – 3 wt% Er layer thickness 15 µm (metodo di Archimede)

Tabella 5 - Risultati Al – 3 wt% Er layer thickness 10 µm (metodo di Archimede)

Condizione campione	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Mis. #1 Porosità [%]	8,6	10,4	6,2	7,1	12,1	9,1	8,8	7,6	9,5	8,6
Mis. #2 Porosità [%]	8,8	8,7	6,9	7,2	11,3	9,8	9,1	7,4	9,0	7,2
Mis. #3 Porosità [%]	8,1	9,1	6,3	7,3	11,4	9,3	8,6	7,6	8,9	7,4
Porosità Media [%]	8,5	9,4	6,45	7,20	11,6	9,4	8,9	7,55	9,1	7,8
Deviazione Standard	0,361	0,889	0,393	0,055	0,398	0,382	0,225	0,112	0,363	0,754

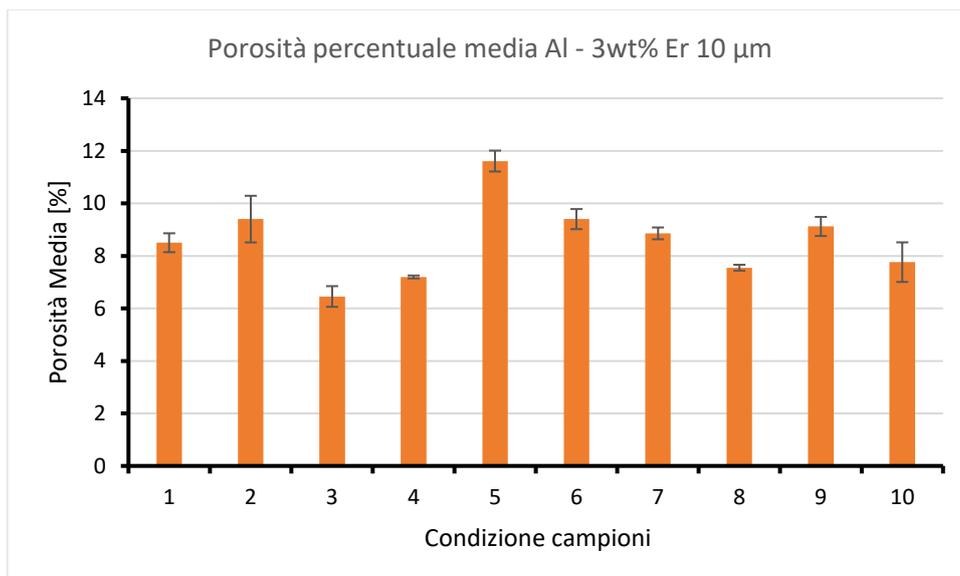


Figura 26 - Porosità dei campioni Al – 3 wt% Er layer thickness 10 µm (metodo di Archimede)

Tabella 6 - Risultati AlSi10Mg + Al - 3 wt% Er (metodo di Archimede)

Condizione campione	1	2	3	4	1SR	2SR	3SR	4SR
Mis. #1 Porosità [%]	5,1	4,1	2,8	3,2	8,1	3,9	2,4	3,1
Mis. #2 Porosità [%]	4,5	3,4	1,6	2,5	6,1	3,7	3,1	3,7
Mis. #3 Porosità [%]	5,2	2,6	2,4	2,4	6,1	3,3	3,0	3,4
Porosità Media [%]	4,9	3,4	2,3	2,7	6,8	3,6	2,8	3,4
Deviazione Standard	0,344	0,765	0,595	0,437	1,188	0,290	0,362	0,303

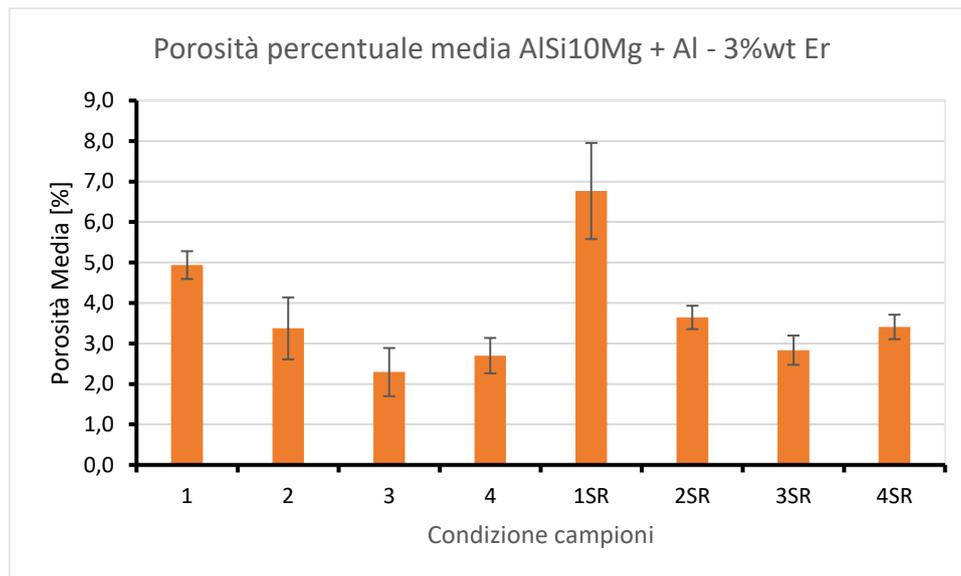


Figura 27 - Porosità dei campioni AlSi10Mg + Al - 3 wt% Er (metodo di Archimede)

Il metodo di Archimede consente di ottenere delle misure più significative per quanto riguarda l'intero volume del campione considerato, rispetto all'analisi di una singola sezione superficiale, la quale potrebbe non rappresentare la porosità tipica del provino (35).

È possibile notare che i risultati ottenuti con questa tecnica di misurazione sono differenti se paragonati ai successivi. Infatti, un confronto diretto tra il metodo di Archimede e l'analisi metallografica vede una differenza dell'1% nei risultati ottenuti per parti o campioni molto densi (percentuale di densità circa pari al 98%) (35). Nel caso in analisi, date le elevate porosità i valori di errore dati dal confronto delle due tecniche sono superiori.

4.1.2 Analisi percentuale di densità con immagini

I risultati ottenuti con l'osservazione mediante l'ottico da banco sono riferiti alle condizioni di lavoro di cui alla sezione precedente. Essi sono riportati di seguito (Tabella 7, Tabella 8, Tabella 9).

Tabella 7 - Risultati Al – 3 wt% Er layer thickness 15 μm

Condizione dei campioni	Porosità Media [%]	Deviazione Standard
1	19,50	1,88
2	18,70	1,60
3	14,91	1,45
4	11,54	1,61
5	19,18	2,15
6	19,11	2,01
7	19,70	2,15
8	12,01	1,42
9	12,39	1,65
10	9,51	1,78

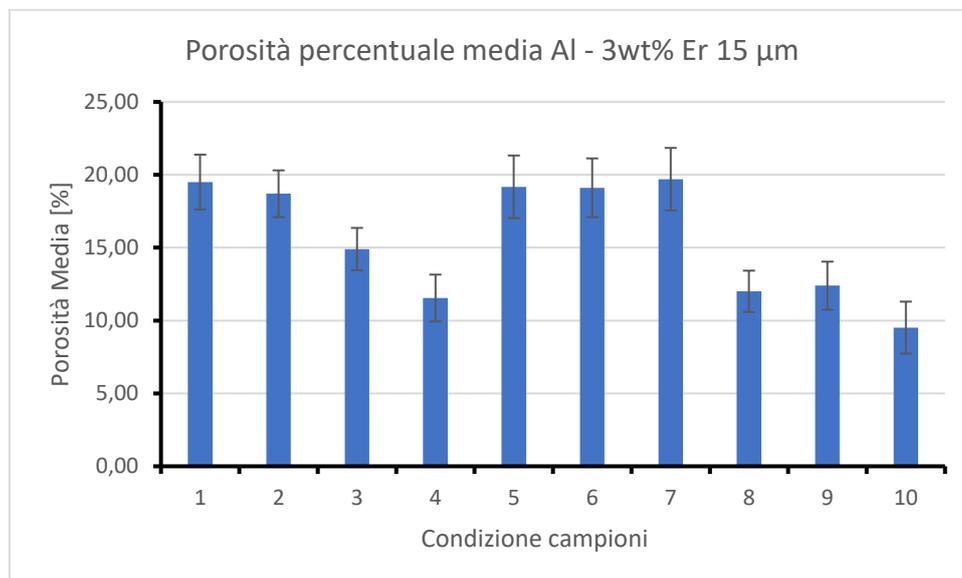


Figura 28 - Porosità media dei campioni Al – 3 wt% Er layer thickness 15 μm

Tabella 8 - Risultati Al – 3 wt% Er layer thickness 10 μm

Condizione dei campioni	Porosità Media [%]	Deviazione Standard
1	10,68	2,31
2	13,27	3,35
3	9,63	2,72
4	5,43	1,04
5	8,24	3,17
6	5,50	1,25
7	6,07	0,65
8	2,55	0,90
9	4,69	1,11
10	4,09	0,82

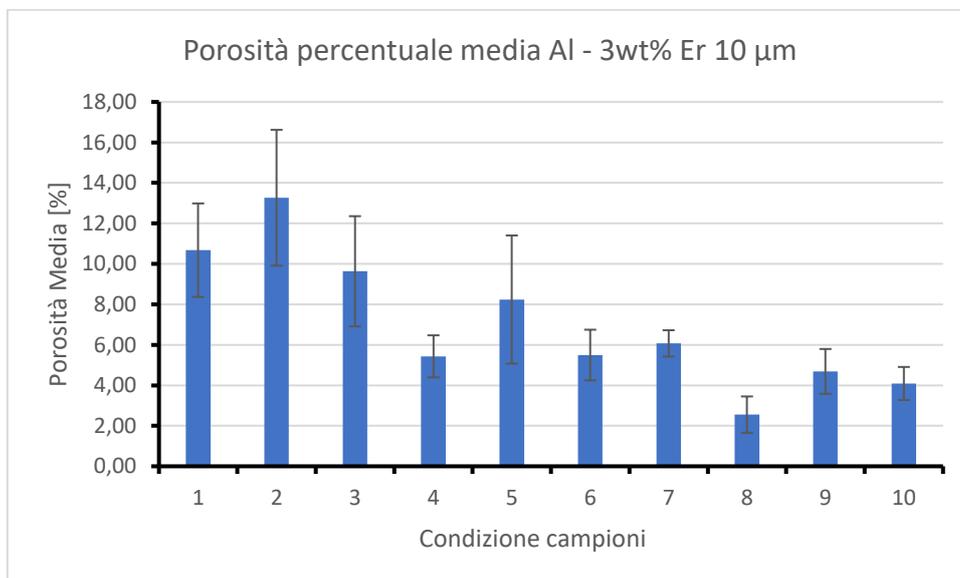
Figura 29 - Porosità media dei campioni Al – 3 wt% Er layer thickness 10 μm

Tabella 9 - Risultati AlSi10Mg + Al - 3 wt% Er

Condizione dei campioni	Porosità Media [%]	Deviazione Standard
1 AB	4,57	2,13
2 AB	3,99	0,55
3 AB	2,14	0,67
4 AB	2,17	0,56
1 SR	4,83	1,65
2 SR	2,25	0,49
3 SR	1,02	0,36
4 SR	1,14	0,23

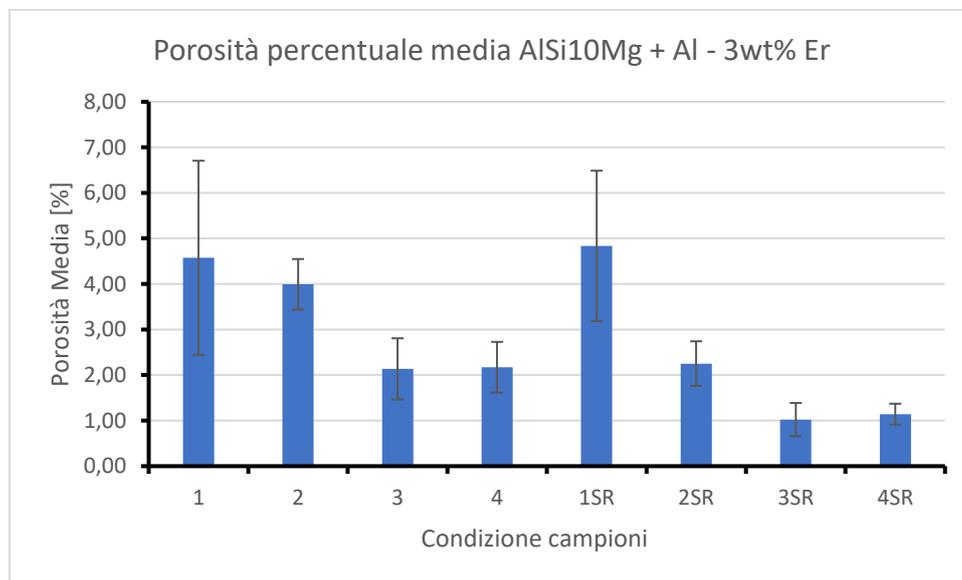


Figura 30 - Porosità media dei campioni AlSi10Mg + Al - 3 wt% Er

L'analisi della superficie dei campioni mediante l'ausilio del microscopio ottico è un semplice metodo utilizzato al fine di determinare la distribuzione delle porosità (35). È possibile notare dal confronto dei risultati come i campioni di Al - 3 wt% Er 15 μm con condizione 1, 2, 5, 6, 7 siano quelli aventi una percentuale di porosità maggiore. Tali valori sono fortemente influenzati dal processo di produzione, e in particolare dalla distribuzione granulometrica delle polveri e dalla velocità di scansione, maggiore nelle condizioni sopra citate (650 mm/s per i campioni avente condizioni 1, 2, 7; 850 mm/s per i campioni di condizione 5 e 6). Infatti, nel momento in cui si aumenta la velocità di scansione la densità di energia fornita al campione diminuisce, causando l'insorgere di porosità.

Simili considerazioni valgono anche per il caso dei campioni del JOB di valutazione dell' Al - 3 wt% Er 10 μm . Come atteso dall'uso di diversi parametri di progetto (*layer thickness*) le porosità medie risultanti sono inferiori rispetto alle precedenti. Infatti, un valore inferiore di *layer thickness* garantisce un apporto maggiore di

energia al materiale, in quanto questo risulta essere più fondibile, densificando meglio (*Figura 31*). Si ricordi l'equazione relativa alla densità di energia ψ (10):

$$\psi = \frac{P}{v \times h \times t}$$

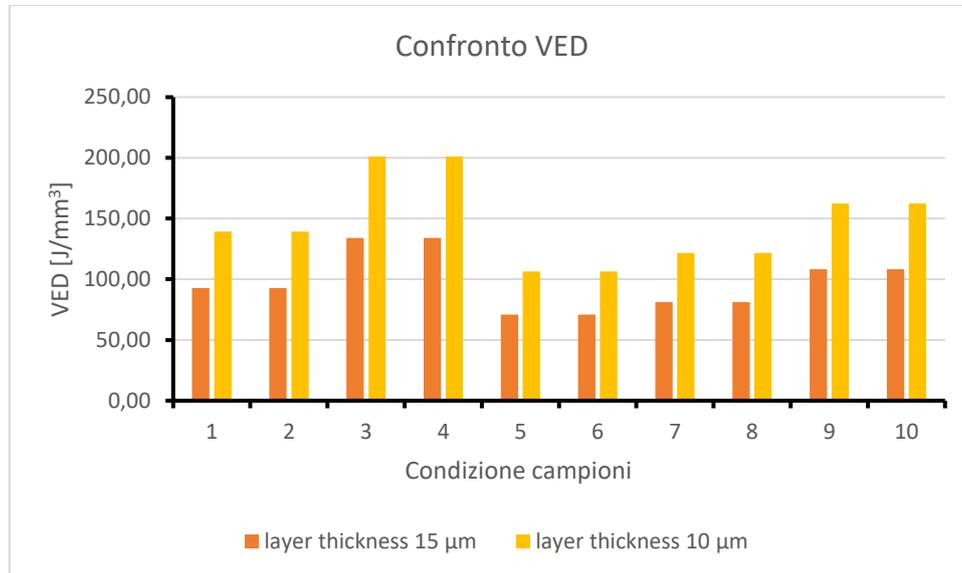


Figura 31 - Confronto densità di energia apportata al materiale

Dall'analisi dei risultati ottenuti si nota come *layer thickness* abbia un'influenza maggiore sulla definizione del *VED*, ragione per la quale è possibile affermare che tale parametro presenta un peso maggiore rispetto agli altri coinvolti nella formula.

Infine, nel nostro caso specifico si nota come i risultati ottenuti per i campioni *AlSi10Mg + Al - 3 wt% Er* mostrino come i provini trattati termicamente con processo di *stress relief* abbiano un livello di porosità inferiore, anche se questo non è imputabile al trattamento subito. Il provino con condizione 1 è caratterizzato da una porosità media maggiore, dovuta al processo di produzione (*stripes* senza rotazione). Infatti, si dimostra come il valore di *Hatching Distance* [mm] per tale condizione non sia sufficiente al fine di garantire la sovrapposizione dei *melt pools*. Le porosità risultano essere parallele ai diversi strati di sovrapposizione del materiale, come visibile in *Figura 32*.

È possibile affermare come l'introduzione della rotazione nella tecnica di preparazione del *JOB* influenzi la riduzione dell'anisotropia del provino sul piano *xy*, perpendicolare alla direzione di crescita dello stesso.

Il campione con condizione di produzione 3, invece, presenta il valore minore di porosità media. I campioni con condizioni 1 e 3 sono stati pertanto selezionati per le successive analisi.

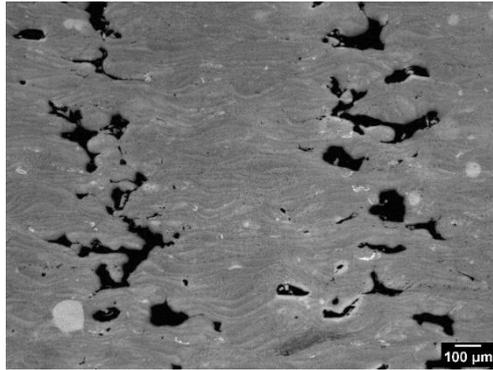


Figura 32 - Superficie campione AlSi10Mg + Al - 3 wt% Er 1AB (ingrandimento 50X)

È possibile confrontare i risultati ottenuti notando che i campioni di Al - 3 wt% Er presentano una porosità media superiore ai provini processati con il mix AlSi10Mg + Al - 3 wt% Er. Infatti, i secondi presentano una percentuale di Silicio in lega che migliora le caratteristiche di processabilità.

4.1.3 Analisi percentuale di densità con ottico metallografico

Infine, si riportano i risultati dell'analisi del mix AlSi10Mg + Al - 3 wt% Er per le condizioni dei campioni 1 e 3 (Tabella 10, Tabella 11).

Tabella 10 - Porosità media campione condizione 1 (ingrandimenti 50X e 100X)

Condizione dei campioni	Porosità Media [%]	Deviazione Standard
1AB 50X	6,306	2,675
1AB 100X	4,451	4,038
1SR 50X	4,946	1,995
1SR 100X	3,920	2,718

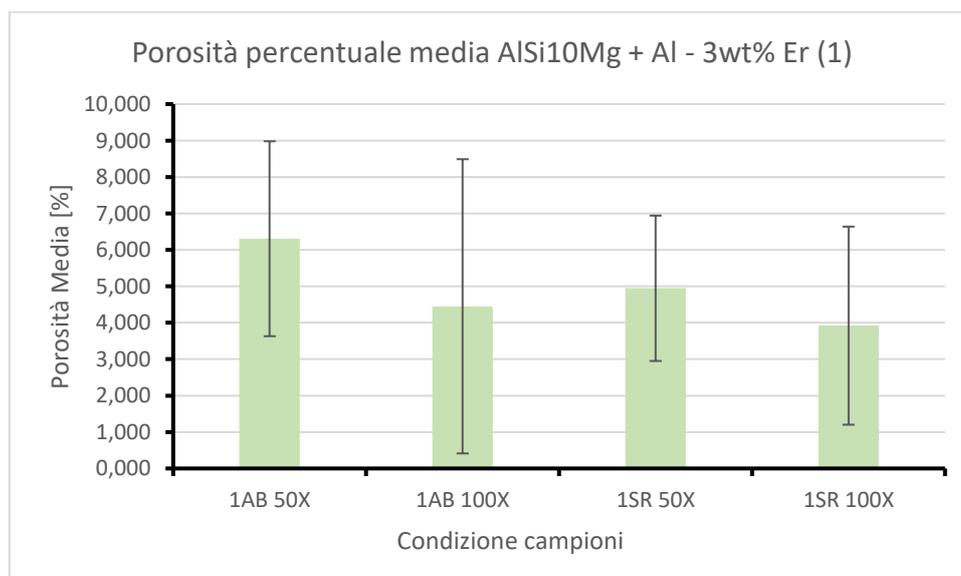


Figura 33 - Porosità media campione condizione 1 (ingrandimenti 50X e 100X)

Tabella 11 - Porosità media campione condizione 3 (ingrandimenti 50X e 100X)

Condizione dei campioni	Porosità Media [%]	Deviazione Standard
3AB 50X	2,044	0,778
3AB 100X	2,120	0,812
3SR 50X	1,643	0,618
3SR 100X	1,350	0,648

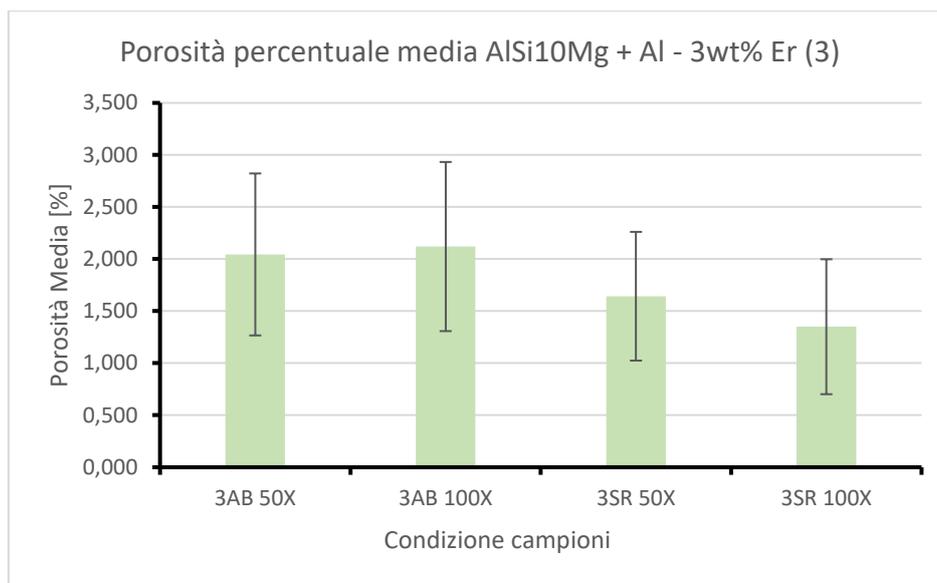


Figura 34 - Porosità media campione condizione 3 (ingrandimenti 50X e 100X)

La differenza di densità che si osserva nelle misurazioni eseguite sullo stesso campione, nonché l'elevata deviazione standard associata alla seconda serie di misurazioni, è da ricercarsi nell'uso di un ingrandimento ottico maggiore (35). Infatti, usando un ingrandimento maggiore è possibile focalizzare l'analisi su zone più ristrette della superficie del provino, possibilmente caratterizzate da grandi differenze nella distribuzione delle porosità, le quali vengono poi mediate sul numero complessivo di misurazioni. L'uso di un ingrandimento minore permette di ottenere una misura di insieme, più significativa al fine della valutazione. I risultati ottenuti con i due ingrandimenti, al netto dell'incertezza di misurazione, risultano essere confrontabili.

In ogni caso, confrontando questo metodo con il precedente (Figura 30, Tabella 9) si nota come le misurazioni eseguite con l'ottico metallografico siano più precise. Infatti, nel momento in cui si ha un basso livello di porosità l'ottico da banco porta a perdere delle informazioni, portando ad avere risultati paragonabili con una deviazione standard più alta.

4.1.4 Confronto metodo di Archimede e analisi di immagine

In Figura 35, Figura 36, Figura 37 sono stati posti a confronto i risultati delle tecniche analizzate precedentemente, con lo scopo di poter fare alcune osservazioni. Infatti, si nota come la tecnica di misurazione con il metodo di Archimede risulti essere molto approssimativa, potendo fornire in questo modo solo delle

indicazioni preliminari. Essa, infatti, è notevolmente influenzata dalle condizioni del liquido utilizzato per la misurazione (acqua), il quale potrebbe subire un riscaldamento, e dal set della bilancia, che risulta essere sensibile ad eventuali contatti interni tra i componenti, così come all'azione di agenti esterni (spostamenti legati al posizionamento del provino nelle varie prove da effettuare).

D'altro canto, l'analisi con il metodo di Archimede consente una valutazione delle porosità aperte, cioè dell'intera superficie. Al contrario, l'analisi con il microscopio ottico sia da banco che metallografico permette di valutare le porosità interne alla superficie del campione, escludendo l'analisi dei bordi.

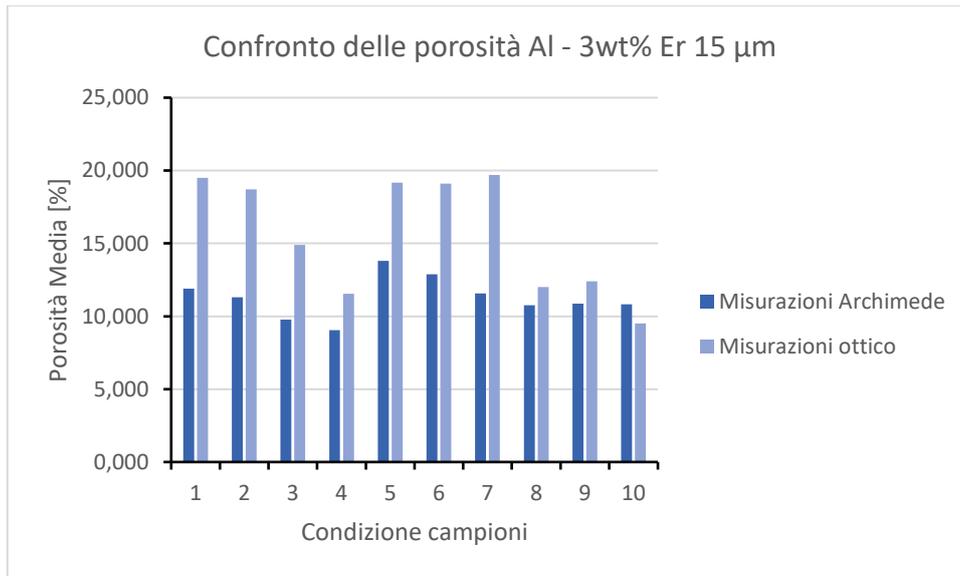


Figura 35 - Confronto tecniche misura porosità Al – 3 wt% Er 15 μm

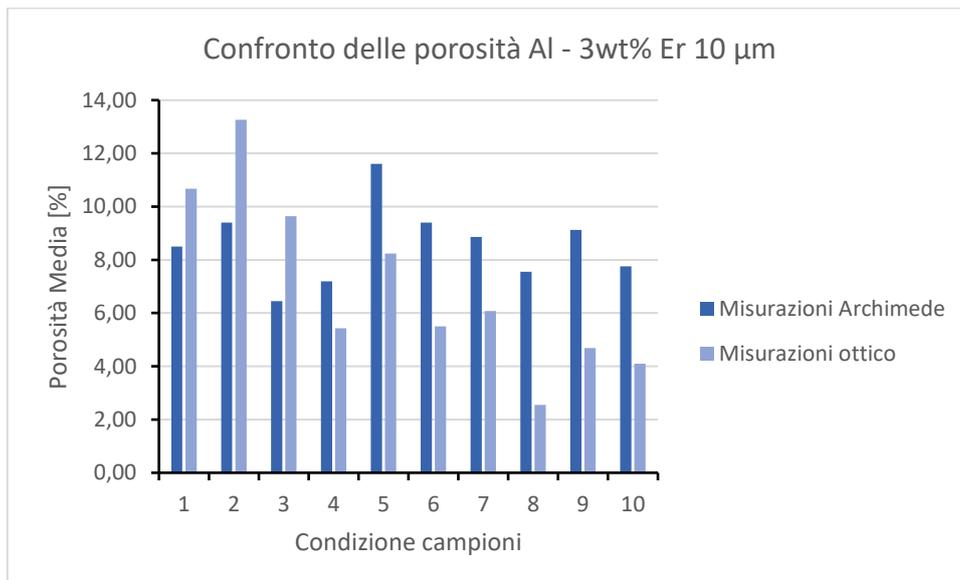


Figura 36 - Confronto tecniche misura porosità Al – 3 wt% Er 10 μm

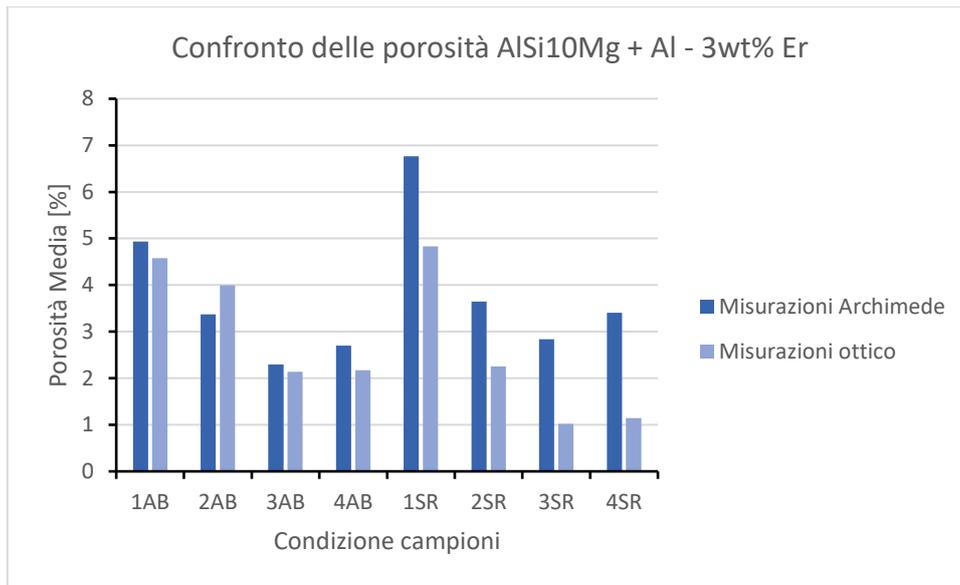


Figura 37 - Confronto tecniche misura porosità AlSi10Mg + Al – 3 wt% Er

4.2 Prove di micro-durezza

Le prove di micro-durezza, i cui risultati sono riportati nella *Tabella 12* e nella *Figura 38*, riguardano l'analisi dei campioni composti da *AlSi10Mg + Al – 3 wt% Er*, selezionati in seguito ad una valutazione delle densità medie dei provini stessi.

Tabella 12 - Prove di durezza Vickers sulla lega mix AlSi10Mg + Al – 3 wt% Er

Condizione dei campioni	Durezza Vickers [HV]	Deviazione Standard
1 AB	103,78	21,225
2 AB	112,7	1,913
3 AB	116,06	3,140
4 AB	111,94	2,966
1 SR	105,14	12,482
2 SR	110,92	7,602
3 SR	114,74	2,950
4 SR	112,89	4,855

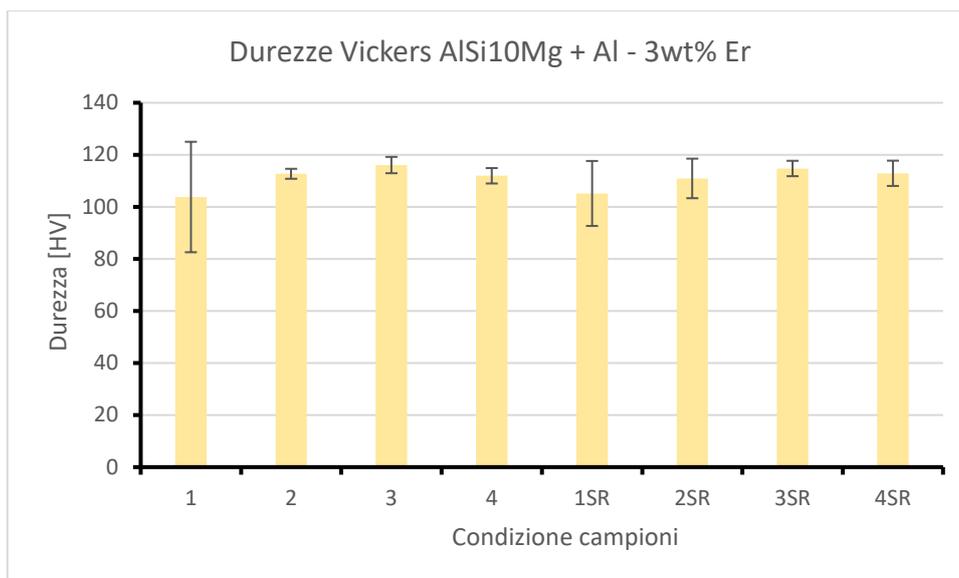


Figura 38 - Prove di durezza Vickers sulla lega mix AlSi10Mg + Al - 3 wt% Er

Dall'analisi dei risultati si nota come il campione avente una durezza maggiore risulta essere quello con condizioni di lavorazione 3 (116,06 HV), selezionato anche per le precedenti analisi. In generale, è possibile evidenziare come non si abbia un miglioramento della durezza nel momento in cui si paragonano le condizioni precedenti e successive al trattamento termico di *stress relief*, valutando anche l'ordine di grandezza della deviazione standard associata alle misurazioni.

Tali risultati, se paragonati a quelli ottenuti in letteratura per un campione in lega di AlSi10Mg, riportano un decremento dei valori di durezza (il valore di riferimento è pari a 127 HV), che potrebbe essere giustificato da un aumento delle porosità (10). Infatti, le polveri costituenti il campione contenente dell'Erbio presentano una difficile processabilità (legata principalmente alla stesura delle stesse in macchina). Esse, dunque, portano ad un aumento delle porosità interne al provino, che impattano sul risultato di durezza ottenuto.

4.3 Analisi della microstruttura

Un'approfondita analisi sulla microstruttura è stata eseguita sui campioni composti da AlSi10Mg + Al - 3 wt% Er, nelle condizioni 1 e 3, tramite strumentazione SEM e FESEM, al fine di valutare la rottura del reticolo di Silicio con lo scopo di migliorare le caratteristiche meccaniche. In generale si osserva la presenza di una matrice di Alluminio nella sua fase α circondata da delle strutture ricche di Silicio in composizione eutettica.

Un primo risultato dell'analisi riguarda la formazione di strutture colonnari, le quali sono state identificate nella zona centrale del provino (Figura 39). Tale configurazione è principalmente causata dai differenti gradienti termici locali, quindi dalla differente dissipazione termica. Infatti, la direzione di crescita dei grani è perpendicolare all'interfaccia di costruzione del materiale, opposta rispetto alla direzione del flusso di calore (36).

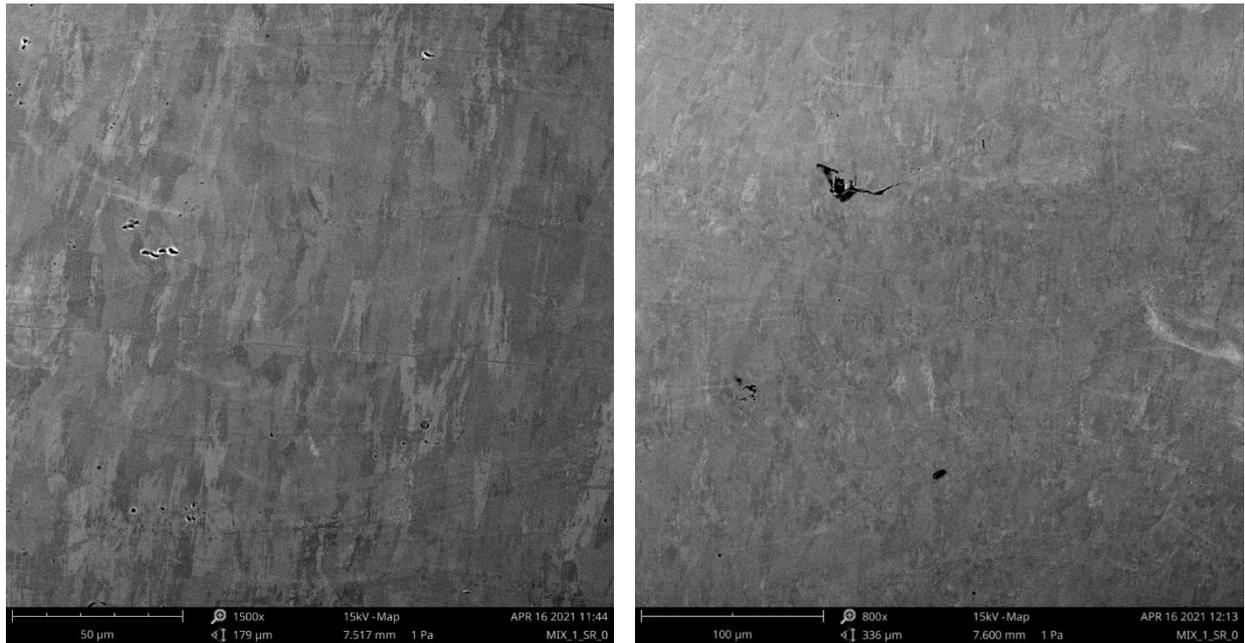


Figura 39 - Composizione della struttura dei grani. Le due immagini fanno riferimento allo stesso campione (ISR), sebbene presentino due ingrandimenti differenti: la prima ha una scala di riferimento di 50 µm; la seconda ha una scala di riferimento di 100 µm

Analizzando la microstruttura più nel dettaglio si nota la presenza di zone differenziate dovute alla sovrapposizione dei *melt pools* (Figura 40) (10):

- Una zona con composizione di struttura cellulare fine (Figura 41 riferimento 1);
- Una zona di crescita a partire dal centro del *melt pool* con una struttura cellulare più grezza (Figura 41 riferimento 2);
- Infine, una zona affetta da calore in prossimità dei contorni (Figura 41 riferimento 3).



Figura 40 - Struttura dei melt pools

Nella prima si ha un gradiente termico più omogeneo, dunque, dal momento che si ha una struttura dendritica più fine, è favorita la nucleazione rispetto alla crescita. Tale fenomeno è legato ad un'energia di attivazione minore, garantendo la formazione di un numero maggiore di celle (37).

Nella seconda zona citata, invece, si ha la presenza di un forte gradiente termico, che favorisce, in opposizione a quanto detto precedentemente, la crescita rispetto alla nucleazione. Infatti, nel *melt pool* si ha un raffreddamento molto rapido nel momento in cui ci si sposta verso l'alto, creando una cella più allungata (37).

È possibile notare, inoltre, come la struttura tra i diversi strati di fusione sia differente dalla zona interna del *melt pool*. Infatti, le particelle in prossimità di tali zone sono più grezze dal momento che si ha l'influenza della direzione del flusso di calore, quindi del meccanismo di nucleazione.

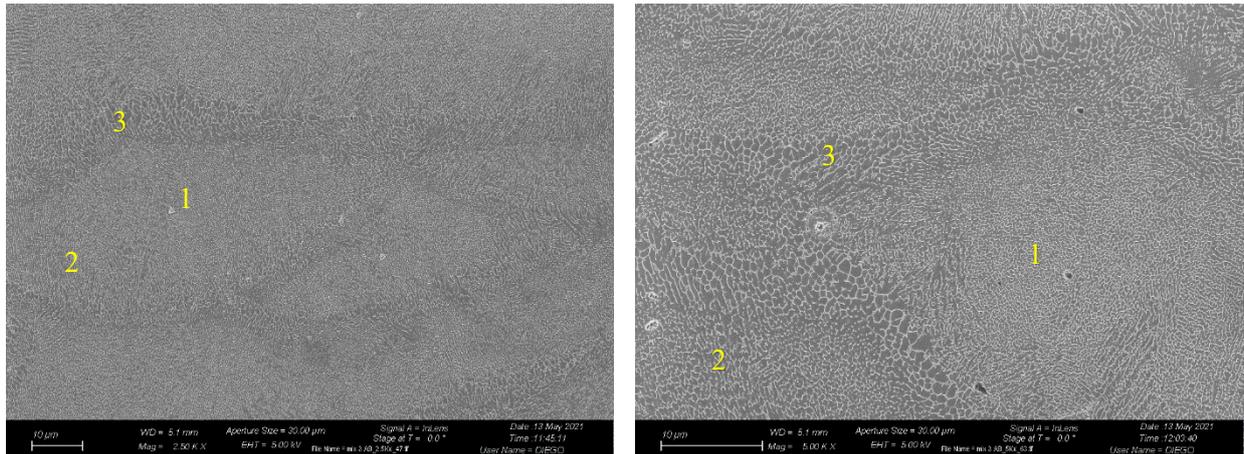


Figura 41 - Microstruttura dei *melt pools*. Le immagini sono riferite ad un campione 3AB. La prima sulla sinistra ha un ingrandimento di 2500X; la seconda sulla destra ha un ingrandimento di 5000X. Entrambe ricavate mediante strumentazione FESEM

Con lo scopo di approfondire lo studio della microstruttura ottenuta (Figura 42) si nota come la struttura cellulare sia composta da Alluminio contornato da particelle di Silicio, come accennato precedentemente.

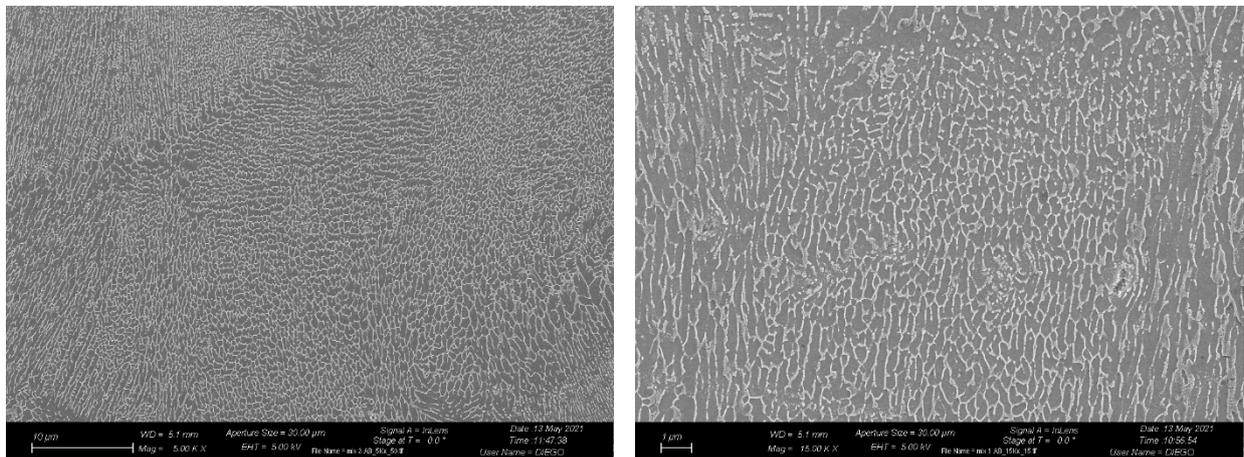


Figura 42 - Rappresentazione della microstruttura con il reticolo di Silicio. Entrambe sono riferite ad un campione di AlSi10Mg + Al – 3 wt% Er. La figura sulla sinistra ha una scala di riferimento di 10 µm; la figura sulla destra ha una scala di 1 µm

In seguito all'attacco acido è stato possibile osservare la struttura costitutiva del campione, evidenziando i diversi strati di fusione delle polveri. Nella Figura 43 si nota come la freccia individui la direzione di crescita del provino sia nella condizione 1AB, che nella condizione 3AB.

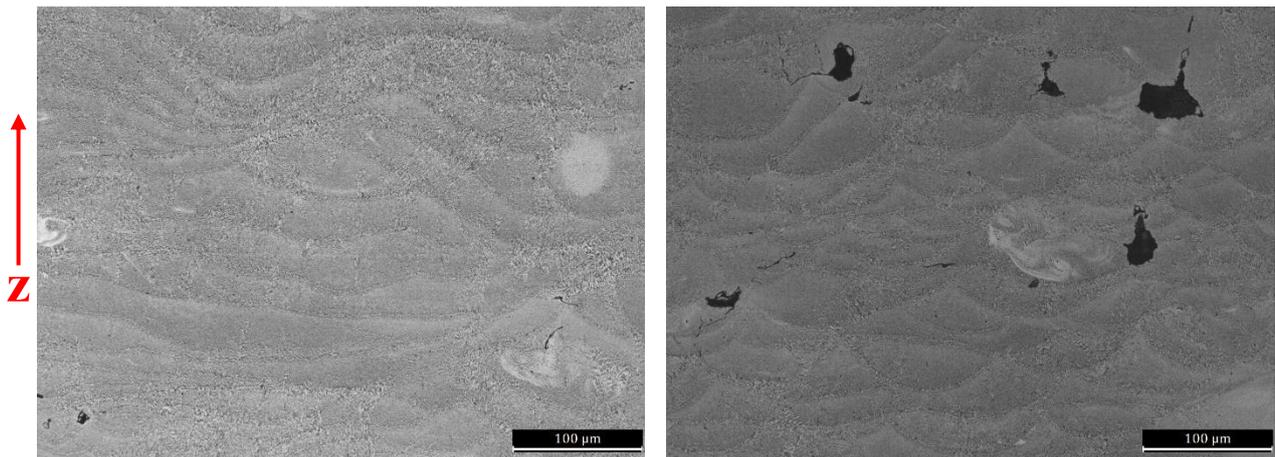


Figura 43 - Analisi della direzione di crescita dei campioni in seguito ad attacco acido. La prima immagine sulla sinistra fa riferimento ad un campione 1AB valutato con ingrandimento 200X; la seconda immagine si riferisce alla superficie del campione 3AB, sempre con il medesimo ingrandimento. La freccia indica la direzione di crescita

Infine, dall'analisi della superficie dei campioni sono state osservate delle zone di mancata miscelazione (Figura 44). Esse, la cui composizione è stata studiata mediante lo strumento EDX (dalla Figura 45 alla Figura 49), mostrano una prevalenza in composizione di Erblio a scapito di una riduzione della composizione percentuale di Silicio (Figura 46, Figura 48). Infatti, l'Erblio non si distribuisce in maniera omogenea nel materiale, ma si colloca in zone preferenziali, avendo percentuali in peso superiori non coerenti con quelle iniziali del mix rappresentante la lega (0.27%, si vedano i risultati riassunti dalla Tabella 13 alla Tabella 15).

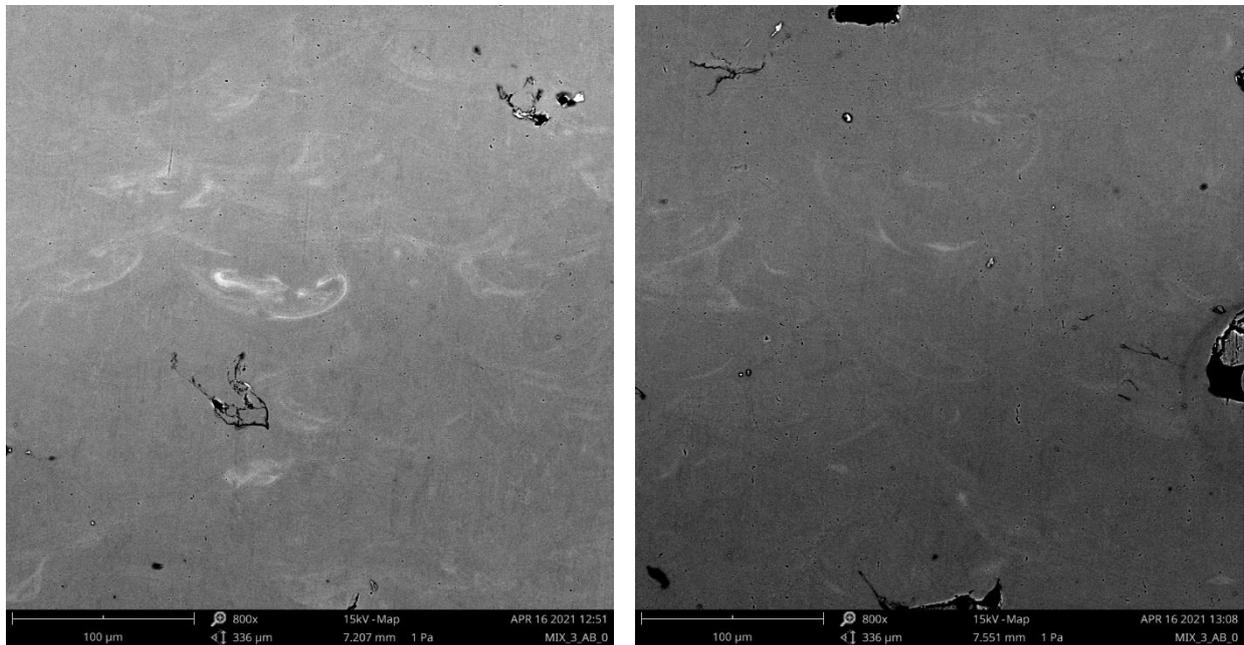


Figura 44 - Zone di mancata miscelazione

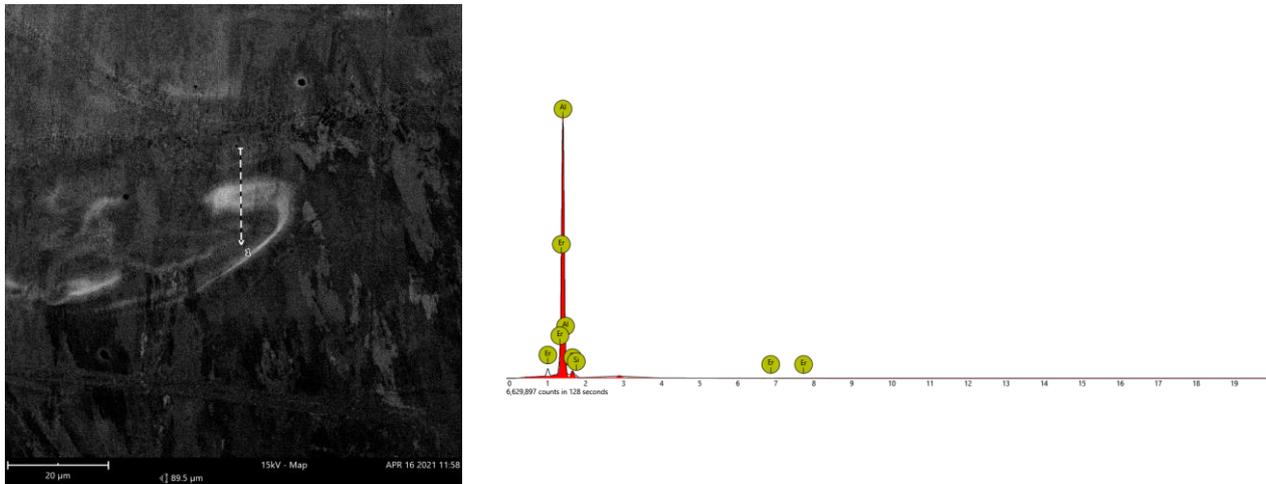


Figura 45 - Analisi EDX linescan campione ISR di AlSi10Mg + Al - 3 wt% Er

Tabella 13 - Analisi EDX linescan campione ISR di AlSi10Mg + Al - 3 wt% Er

Simbolo dell'elemento	Concentrazione atomica [%]	Concentrazione in peso [%]
Al	94.62	93.72
Si	5.24	5.40
Er	0.14	0.89

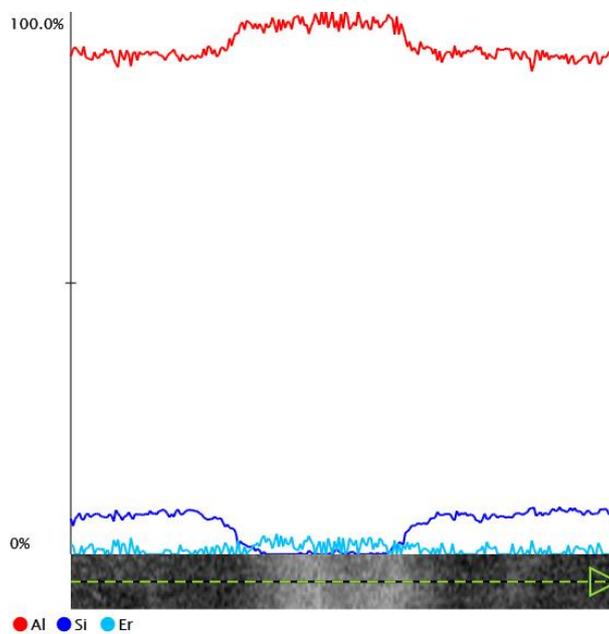


Figura 46 - Analisi EDX linescan in zona di mancata miscelazione ISR

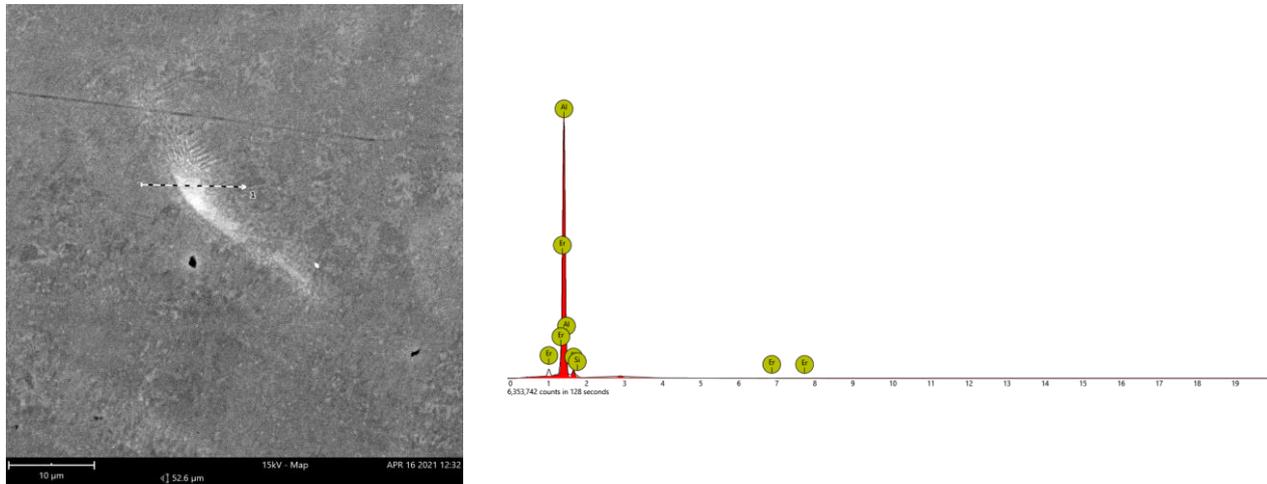


Figura 47 - Analisi EDX linescan campione 1AB di AlSi10Mg + Al - 3 wt% Er

Tabella 14 - Analisi EDX linescan campione 1AB di AlSi10Mg + Al - 3 wt% Er

Simbolo dell'elemento	Concentrazione atomica [%]	Concentrazione in peso [%]
Al	94.15	93.19
Si	5.69	5.86
Er	0.16	0.95

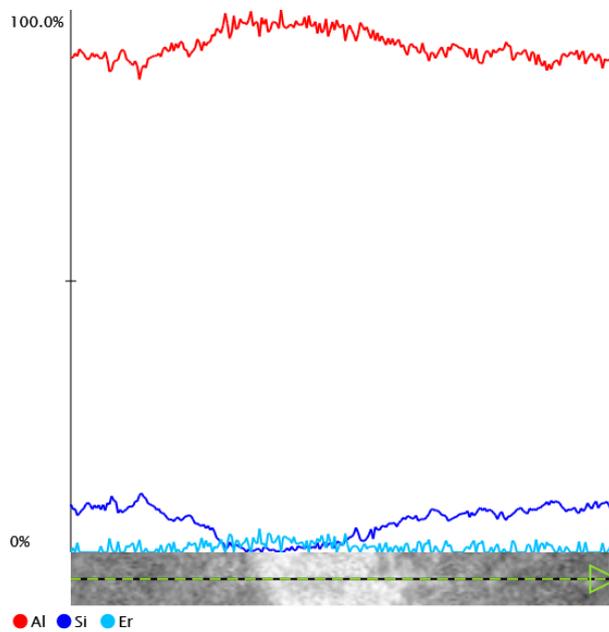


Figura 48 - Analisi EDX linescan in zona di mancata miscelazione 1AB

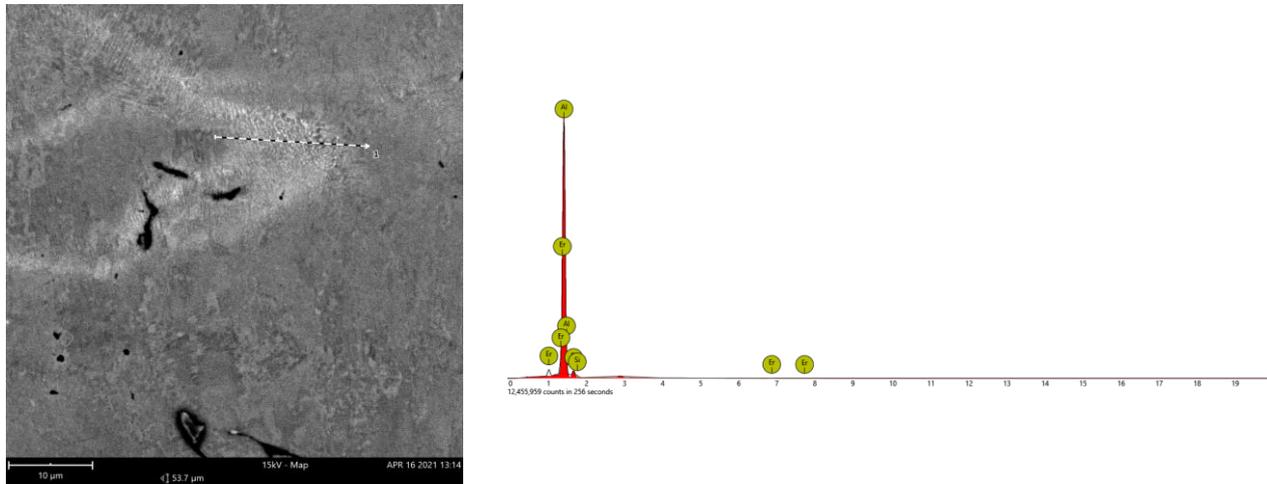


Figura 49 - Analisi EDX linescan campione 3SR di AlSi10Mg + Al - 3 wt% Er

Tabella 15 - Analisi EDX linescan campione 3SR di AlSi10Mg + Al - 3 wt% Er

Simbolo dell'elemento	Concentrazione atomica [%]	Concentrazione in peso [%]
Al	94.55	93.67
Si	5.31	5.47
Er	0.14	0.86

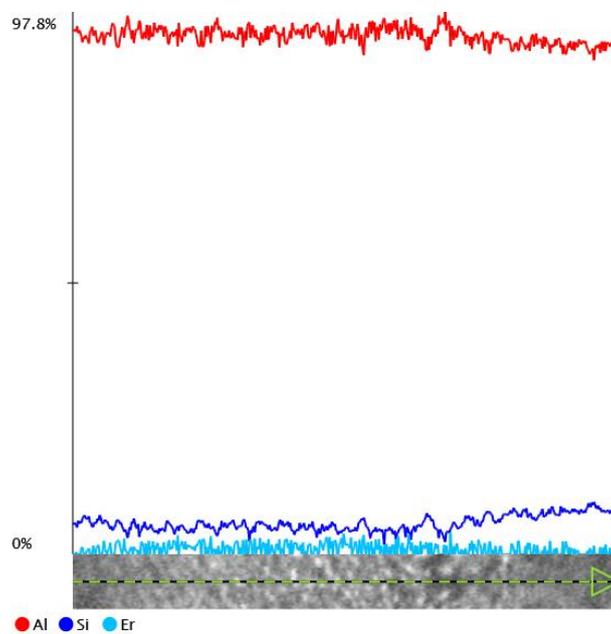


Figura 50 - Analisi EDX linescan in zona di mancata miscelazione 3SR

L'introduzione di Erblio all'interno della lega ha lo scopo di generare una rottura del reticolo, al fine di migliorare le caratteristiche meccaniche della stessa. Dunque, date le condizioni appena descritte di non miscelazione (*Figura 51*), si nota come la rottura del reticolo si verifica solo localmente (*Figura 52*), non portando ad un miglioramento delle caratteristiche meccaniche a lungo raggio. Infatti, facendo un paragone con i dati presenti in letteratura relativi alla lega *AlSi10Mg*, non si è ottenuto un miglioramento delle caratteristiche di durezza (10). Con lo scopo di mitigare tale condizione si potrebbe procedere con un trattamento termico affinché si possa aumentare la miscelazione e l'omogeneizzazione della lega, in seguito ad un aumento della percentuale in peso di Erblio contenuta nella stessa.

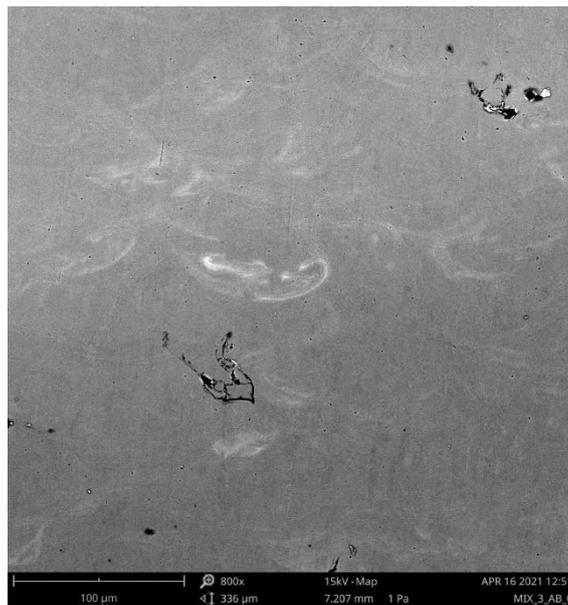


Figura 51 - Analisi di una zona di non miscelazione su di un campione 3AB con un ingrandimento di 800X

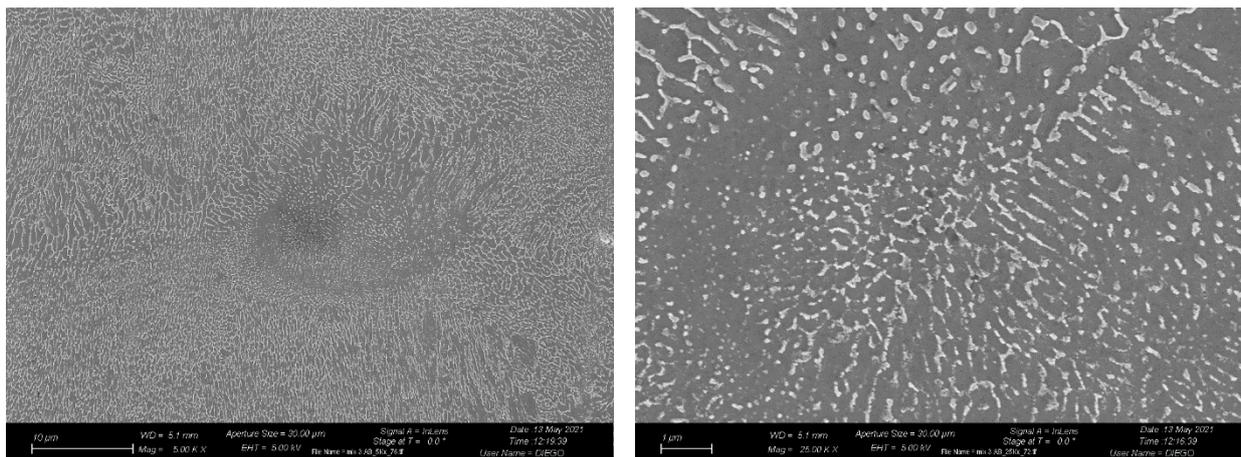


Figura 52 - Immagini rappresentanti l'interruzione del reticolo di Silicio. Nella prima immagine sulla sinistra si ha un ingrandimento di 5000X; nell'immagine sulla destra si evidenzia una zona di interruzione con un ingrandimento di 25000X

4.4 Analisi DSC

L'analisi DSC (*Calorimetria a scansione differenziale*) individua una tecnica termica di analisi utilizzata ai fini di verificare le variazioni entalpiche dei campioni, successivamente ad una modifica delle loro proprietà fisiche e chimiche, dipendenti dalla temperatura e dalle tempistiche di azione.

Lo spettro derivante dell'analisi DSC mostra un grafico con la temperatura sull'asse delle ascisse, mentre sulle ordinate di ha il flusso di calore. Esso, nel presente caso di ricerca, è rappresentato da due picchi distinti, i quali sono esotermici (in quanto aventi concavità verso il basso), cioè rappresentano due trasformazioni favorite da un punto di vista energetico. Il primo picco si riscontra ad una temperatura pari a 238.3°C , individuando la precipitazione del Silicio soprassaturo dalla sua fase primaria nel reticolo. Studi precedenti, infatti, hanno dimostrato la presenza di questo picco anche in leghe prive di Magnesio (38).

Il secondo picco, invece, posto ad una temperatura di 307.3°C , è dovuto alla precipitazione di una fase rafforzante nota come Mg_2Si (Figura 53).

Il picco di precipitazione dell'Erbio, nel grafico in Figura 53, è probabilmente collocabile in concomitanza con il secondo picco esotermico, rendendo l'andamento dell'analisi DSC del mix $AlSi10Mg + Al - 3 \text{ wt}\% Er$ paragonabile a quello della lega leggera $AlSi10Mg$, a causa delle piccole percentuali in peso dell'inoculante aggiunto. Infatti, facendo riferimento alla letteratura sul fenomeno (Figura 54), si nota come si abbia la presenza di due picchi distinti: uno posto ad una temperatura di circa 200°C , mentre il secondo, relativo alla fase rafforzante posto ad una temperatura di 317°C (38).

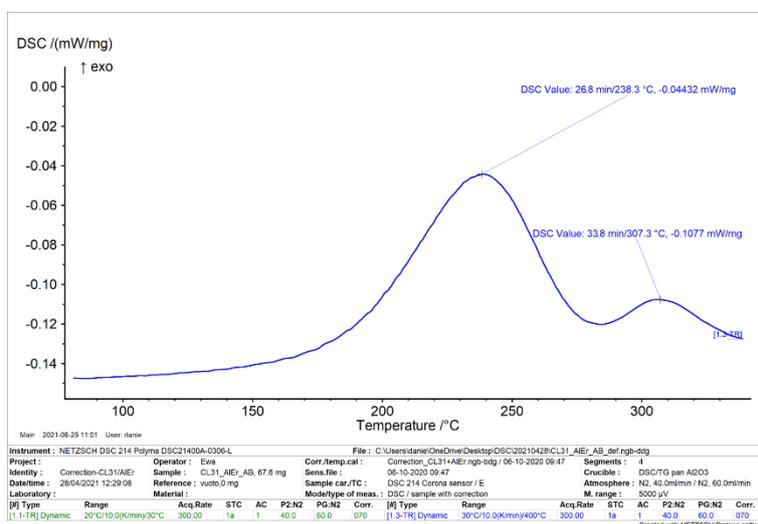


Figura 53 - Analisi DSC della lega $AlSi10Mg + Al - 3 \text{ wt}\% Er AB$

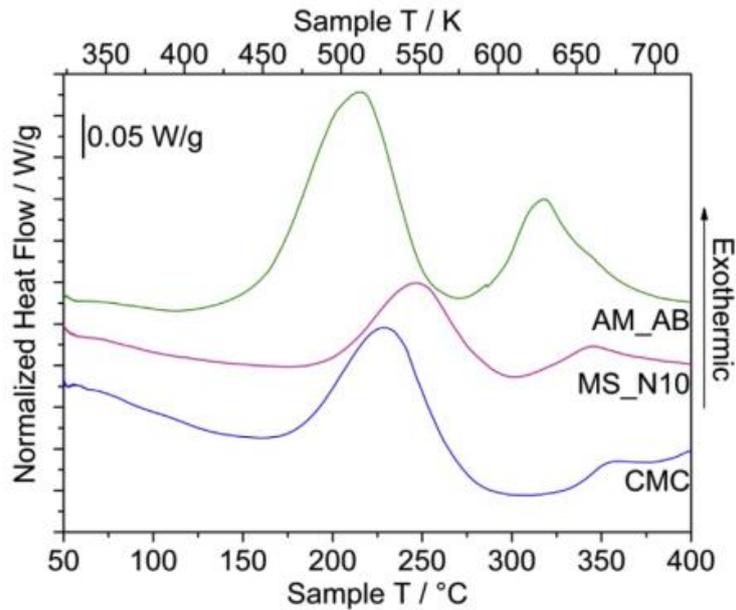


Figura 54 - Analisi DSC lega AlSi10Mg (si faccia riferimento alla curva verde AM_AB) (38)

Nel momento in cui si attua il trattamento termico di *stress relief*, eseguendo nuovamente l'analisi di DSC si nota come il primo picco non sia più presente sul grafico (Figura 55). Infatti, il trattamento termico è effettuato per sei ore ad una temperatura di 240°C, paragonabile a quella riscontrabile nel picco di precipitazione del Silicio soprassaturo nel reticolo. Dall'analisi della Figura 56 si ha che il campione 3SR analizzato con uno strumento FESEM presenta delle precipitazioni (probabilmente di Silicio), non visibili nel componente 3AB. Infatti, come noto dalla letteratura, nel momento in cui si attua un trattamento termico ad una temperatura variabile tra i 200°C ai 350°C, si evidenzia che, oltre ad una rottura del reticolo di Silicio, si verifica anche una crescita di particelle di Silicio all'interno delle celle dendritiche di Alluminio (39).

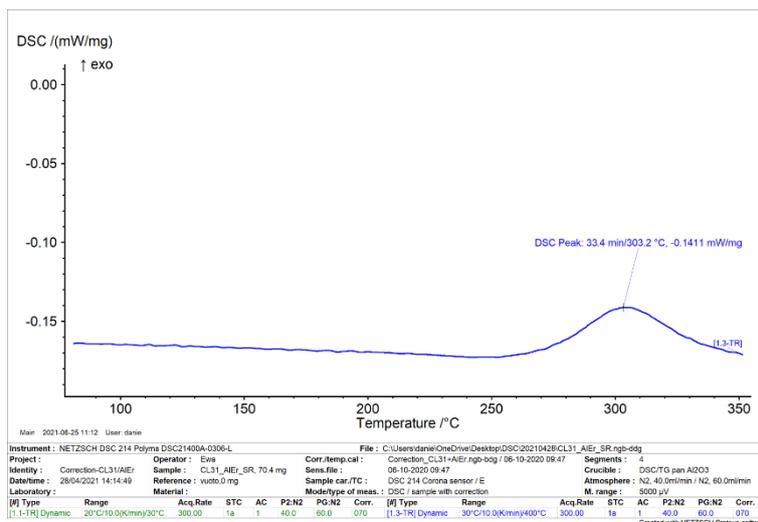


Figura 55 - Analisi DSC della lega AlSi10Mg + Al - 3 wt% Er SR

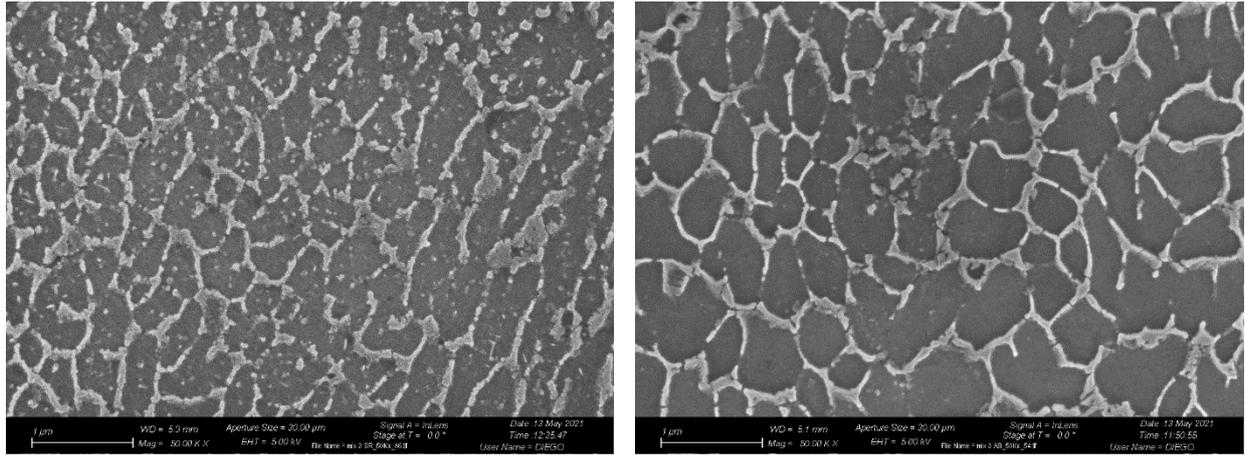


Figura 56 - Confronto delle precipitazioni di Silicio tra un campione 3SR (prima immagine) e un campione 3AB (seconda immagine)

4.5 Analisi XRD

Dall'analisi del grafico ottenuto mediante esame XRD (Figura 57) si nota come la distribuzione dei picchi sia molto simile rispetto a quella ritrovata in letteratura per campioni in lega di $AlSi10Mg$ (Figura 58). I picchi relativi all'Alluminio risultano essere molto evidenti data la prevalenza di questo materiale in lega. Picchi minori si riscontrano per il Silicio, i quali non risultano essere modificati in seguito all'applicazione del trattamento termico di *stress relief*. Non si notano picchi relativi alla presenza di precipitati di Erblio che possano portare ad una distorsione significativa del reticolo cristallino tale da poter essere evidenziata dalla strumentazione. In particolare, l'assenza di precipitati di Erblio potrebbe essere giustificata da due fatti:

- In primo luogo, la presenza di zone di mancata miscelazione, cioè la distribuzione di Erblio nel campione considerato, non è uniforme.
- Inoltre, i precipitati di Erblio potrebbero avere delle dimensioni nanometriche, non osservabili tramite strumentazione FESEM.

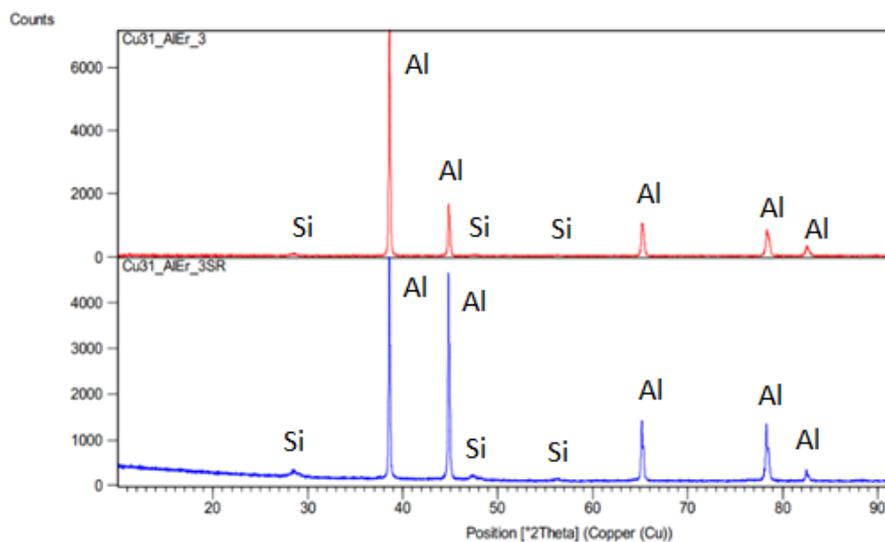


Figura 57 - Analisi XRD dei campioni 3AB (sopra) e 3SR (sotto)

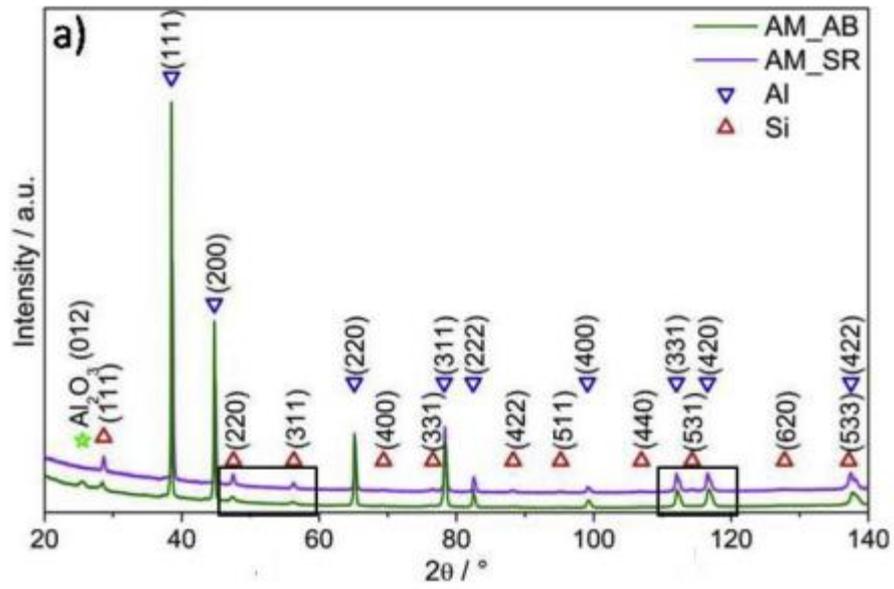


Figura 58 - Analisi XRD di una lega di AlSi10Mg sia nelle condizioni di AB che di SR (trattamento condotto per 2 ore ad una temperatura di 300°C) (38)

Capitolo 5

Conclusioni

L'obiettivo del presente lavoro era quello di analizzare la microstruttura della lega $AlSi10Mg + Al - 3 wt\% Er$, con lo scopo di individuare eventuali rotture del reticolo di Silicio, finalizzate al miglioramento delle caratteristiche meccaniche della lega.

La procedura sperimentale seguita ha permesso di ottenere i seguenti risultati:

- In primo luogo, tramite il confronto tra i campioni in lega di $Al - 3 wt\% Er$ e quelli realizzati in $AlSi10Mg + Al - 3 wt\% Er$, si è evidenziato un miglioramento delle caratteristiche di porosità legato all'introduzione in lega di Silicio, con effetti vantaggiosi sulla processabilità.
- L'analisi della microstruttura ha permesso di rilevare la presenza di zone di mancata miscelazione, nelle quali, tramite strumentazione EDX, è stata individuata una percentuale in peso di Erblio superiore a quella presente inizialmente in lega, a scapito di una riduzione della percentuale di Silicio. In tali zone si evidenzia una rottura del reticolo di Silicio; la bassa percentuale in peso di Erblio posto in lega non ha tuttavia dato luogo ad un fenomeno distribuito, ma localizzato in zone preferenziali del provino.
- Infine, la tecnica di analisi DSC ha permesso di ritrovare risultati noti in letteratura, relativi alla formazione di precipitati rafforzanti in lega di Mg_2Si . L'assenza di un terzo picco relativo ai precipitati di Erblio in prossimità di quello relativo ai precipitati rafforzanti di Magnesio è da imputare alle basse percentuali in peso dell'inoculante presenti in lega. Per lo stesso motivo, l'analisi XRD non ha mostrato differenze significative con il caso della lega $AlSi10Mg$.

In conclusione, gli obiettivi prefissi dalla presente ricerca di tesi possono essere considerati raggiunti: l'analisi della microstruttura ha, infatti, permesso di evidenziare la rottura (locale) del reticolo desiderata, pur non riuscendo a quantificare un miglioramento delle proprietà meccaniche (si veda la durezza comparabile a quella della lega in esame priva di Erblio). Eventuali sviluppi futuri potrebbero prevedere l'utilizzo di campioni con un aumento della percentuale in peso di Erblio da inserire in lega al fine di evidenziare maggiormente l'eventuale miglioramento delle proprietà meccaniche, nonché l'utilizzo di trattamenti termici volti a omogenizzare maggiormente la distribuzione dell'inoculante nel materiale.

Bibliografia

1. **Aversa, A., et al.** New Aluminum Alloys Specifically Designed for Laser Powder Bed Fusion: A Review. *Materials*. 2019, 12, 1007.
2. **Javidani, M., et al.** Additive Manufacturing of AlSi10Mg Alloy Using Direct Energy Deposition: Microstructure and Hardness Characterization. *Journal of Thermal Spray Technology*. 2017, 26, p. 587-597.
3. **Ngo, T.D., et al.** Additive manufacturing (3D printing): A review of materials, methods, applications and challenges. *Composites Part B*. 2018, 143, p. 172-196.
4. **Kirchheim, A., Dennig, A.J. e Zumofen, L.** Why Education and Training in the Field of Additive Manufacturing is a Necessity. *Proceedings of Additive Manufacturing in Products and Applications - AMPA2017*. 2017, p. 329-336.
5. **Zhang, J. e Jung, Y.G.** *Additive Manufacturing: Materials, Processes, Quantifications and Applications*. s.l. : Elsevier Inc., 2018. 9780128121559.
6. **AddMeLab.** La tecnologia DED - Creative Metal 3D Printing. [Online] <http://www.addmelab.polimi.it/stampare-in-metallo/la-tecnologia-ded/>.
7. **Adekanye, S.A., et al.** Additive Manufacturing: The Future Of Manufacturing. *Materials And Technology*. 2017, 51, p. 709-715.
8. **Gruber, H., et al.** Effect of Powder Recycling in Electron Beam Melting on the Surface Chemistry of Alloy 718 Powder. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2019, 50A.
9. **Wikipedia.** Selective Laser Melting. [Online] https://en.wikipedia.org/wiki/Selective_laser_melting.
10. **Trevisan, F., et al.** On the Selective Laser Melting (SLM) of the AlSi10Mg Alloy: Process, Microstructure, and Mechanical Properties. *Materials*. 2017, Vol. 10, 76.

11. **Kwon, O., et al.** A deep neural network for classification of melt-pool images in metal additive manufacturing. *Journal of Intelligent Manufacturing*. 2020, 31, p. 375-386.
12. **Kempen, K., et al.** Mechanical properties of AlSi10Mg produced by Selective Laser Melting. *Physics Procedia*. 2012, 39, p. 439-446.
13. **Aboulkhair, N.T., et al.** On the Precipitation Hardening of Selective Laser Melted AlSi10Mg. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2015.
14. **Knipling, K.E., Dunand, D.C. e Seidman, D.N.** Criteria for developing castable, creep-resistant aluminium-based alloys- A review. *Zeitschrift für Metallkunde*. 2006, 97 (3), p. 246-265.
15. **Zhang, Y., et al.** The study on the coarsening process and precipitation strengthening of Al₃Er precipitate in Al–Er binary alloy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2014, 610, p. 27-34.
16. **Ho, K.H., et al.** State of the art in wire electrical discharge machining (WEDM). *International Journal of Machine Tools and Manufacture*. 2004, 44, p. 1247-1259.
17. **Geels, K.** *Metallographic and Materialographic Specimen Preparation, Light Microscopy, Image Analysis and Hardness Testing*. s.l. : ASTM International, 2007. 978-0-8031-4265-7.
18. **Buehler.** Buehler Isomet 4000-5000. [Online] <https://www.equipx.net/uploads/Buehler/BuehlerIsomet4000-5000.pdf>.
19. **MEC.** Mecatech 234. [Online] <https://www.mcscorpUSA.com/product/mecatech-234/>.
20. **Microscope.com.** Dino-Lite Edge AF4515ZT. [Online] <https://www.microscope.com/dino-lite-edge-am4115zt-10x-220x-1-3mp-handheld-digital-microscope-1-1.html>.
21. **National Institute of Health.** ImageJ. [Online] <https://imagej.nih.gov/ij/>.
22. **ASTM International.** Standard Test Method for Density of Powder Metallurgy (PM) Materials Containing Less Than Two Percent Porosity. 2017. 10.1520/B0311-17.
23. **Spierings, A.B., Schneider, M. e Eggenberger, R.** Comparison of density measurement techniques for additive manufactured metallic parts. *Rapid Prototyping Journal*. 2011, 17/5, p. 380-386.
24. **UHL.** Microhardness Tester VMHT. [Online] <https://www.walteruhl.com/index.php/en/products/microhardness-tester-vmht>.
25. **Vander Voort, G.F.** *Metallography, principles and practice*. s.l. : ASM International, 1999. 978-0-87170-672-0.
26. **Leica.** Inverted Microscopes. [Online] <https://www.leica-microsystems.com/products/light-microscopes/>.

27. **Goldstein, J.I., et al.** *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. s.l. : Springer, 2018. 978-1-4939-6674-5.
28. **Direct Industry.** Microscopio elettronico a scansione Phenom ProX. [Online] <https://www.directindustry.it/prod/phenom-world/product-55442-950167.html>.
29. **PhotoMetrics, Inc.** Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM). [Online] <https://photometrics.net/field-emission-scanning-electron-microscopy-fesem/>.
30. **evisa.** Instrument Database: Carl Zeiss AG - SUPRA 40. [Online] <http://www.speciation.net/Database/Instruments/Carl-Zeiss-AG/SUPRA-40-;i666>.
31. **PhotoMetrics, Inc.** Differential Scanning Calorimetry (DSC). [Online] <https://photometrics.net/differential-scanning-calorimetry-dsc/>.
32. **Callister, W.D.** *Scienza e Ingegneria dei materiali*. s.l. : EdiSES, 1999. 9788833190433.
33. **WikitoLearn.** Esperimento di Bragg. [Online] https://it.wikitoLearn.org/Corso:Fisica_moderna/Raggi_X/Esperimento_di_Bragg.
34. **Malvern Panalytical.** X-ray diffractometers (XRD). [Online] <https://www.malvernpanalytical.com/en/products/category/x-ray-diffractometers>.
35. **Spierings, A.B., Schneider, M. e Eggenberger, R.** Comparison of density measurement techniques for additive manufactured metallic parts. *Rapid Prototyping Journal*. 2011, Vol. 17/5, p. 380-386.
36. **Chen, B., et al.** Microstructure and mechanical properties of additive manufacturing AlSi10Mg alloy using direct metal deposition. *Ferroelectrics*. 2018, Vol. 523:1, p. 153-166.
37. **Yan, Qian, Song, Bo e Shi, Yusheng.** Comparative study of performance comparison of AlSi10Mg alloy prepared by selective laser melting and casting. *Journal of Materials Science & Technology*. 2020, Vol. 41, p. 199-208.
38. **Marola, S., et al.** A comparison of Selective Laser Melting with bulk rapid solidification of AlSi10Mg alloy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2018, 742, p. 271-279.
39. **Rafieazad, M., Mohammadi, M. e Nasiri, A.M.** On microstructure and early stage corrosion performance of heat treated direct metal laser sintered AlSi10Mg. *Additive Manufacturing*. 2019, 28, p. 107-119.