

POLITECNICO DI TORINO

Collegio di Ingegneria Meccanica, Aerospaziale, dell'Autoveicolo e della Produzione

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Meccanica



Tesi di Laurea Magistrale

Caratterizzazione tramite indentazione strumentata di campioni in lega
AlSi10Mg realizzati con tecnologia Selective Laser Melting

Relatori

Prof. Maurizio Galetto

Prof. Gianfranco Genta

Candidato

Caltabiano Riccardo mat:237721

Anno Accademico 2018-2019

Sommario

Il seguente studio è rivolto alla caratterizzazione multi-scala, tramite un insieme di prove di durezza e indentazioni strumentate, dell'effetto dei trattamenti termici su provini in lega di alluminio AlSi10Mg prodotti attraverso la tecnica Selective Laser Melting (SLM).

In questo lavoro si sono sfruttate prove di durezza classica come quella Brinell e prove di nano- e macro-penetrazione strumentata. Quest'ultime hanno permesso di realizzare mappe di durezza su particolari sezioni dei provini, in modo da verificare se fossero presenti differenze di caratteristiche meccaniche, quali il modulo elastico e la durezza, tra le diverse direzioni di crescita, a scale compatibili con la microstruttura del materiale considerato.

La macro-penetrazione strumentata è una tecnologia ancora in fase di ricerca e sviluppo, ma risulta comunque essere uno dei test non distruttivi più promettenti per la caratterizzazione dei materiali. Per tale motivo si è voluto approfondire il comportamento della lega AlSi10Mg, tramite una macro-penetrazione strumentata Vickers, in modo da poter trarre conclusioni al fine di perfezionare la tecnica su dei materiali prodotti con tecnologie additive, in particolar modo considerandone la compatibilità con una scala di durezza convenzionale Vickers.

INDICE

SOMMARIO	3
INDICE	5
INTRODUZIONE	7
1 NUOVA TECNOLOGIA PRODUTTIVA: ADDITIVE MANUFACTURING	9
1.1 PROCESSO GENERICO ADDITIVE MANUFACTURING	11
1.1.1 STEP 1: CAD 3D	11
1.1.2 STEP 2: CONVERSIONE DEL FILE IN FORMATO STL	12
1.1.3 STEP 3: TRASFERIMENTO IN MACCHINA DEL FILE STL E ORIENTAMENTO	13
1.1.4 STEP 4: SETUP DELLA MACCHINA	14
1.1.5 STEP 5: COSTRUZIONE DEL COMPONENTE	15
1.1.6 STEP 6: RIMOZIONE DEL COMPONENTE	15
1.1.7 STEP 7: POSTPROCESSING	16
1.1.8 STEP 8: APPLICAZIONI	16
1.2 VANTAGGI E SVANTAGGI DEL PROCESSO PRODUTTIVO ADDITIVE	18
1.3 PROCESSO PRODUTTIVO SELECTIVE LASER MELTING (SLM)	22
1.4 MACCHINA PER SLM: EOS M290	26
2 LEGHE DI ALLUMINIO PER PRODUZIONE IN ADDITIVE MANUFACTURING	29
2.1 LEGA ALSi10MG	30
2.2 VARIAZIONE RUGOSITÀ SUPERFICIALE IN FUNZIONE DEI PARAMETRI DI PROCESSO DELLA MACCHINA	37
3 TEST DI MISURAZIONE DELLA DUREZZA	39
3.1 TEST DI DUREZZA BRINELL	41
3.2 TEST DI PENETRAZIONE STRUMENTATA	43
3.3 VALUTAZIONE DELLE PROPRIETÀ MECCANICHE	48
3.3.1 DUREZZA MARTENS	51
3.3.2 DUREZZA DI INDENTAZIONE	54
3.3.3 MODULO DI INDENTAZIONE	56
4 METODOLOGIA ATTIVITÀ SPERIMENTALE	59
4.1 PREPARAZIONE DEI PROVINI	59
4.2 ESECUZIONE TRATTAMENTI TERMICI	62
4.3 TEST DI NANO-PENETRAZIONE STRUMENTATA	65
4.4 TEST DUREZZA BRINELL	67
4.5 TEST DI MACRO-PENETRAZIONE STRUMENTATA	71
5 METODI DI ANALISI STATISTICA DATI SPERIMENTALI	77
5.1 ELIMINAZIONE VALORI OUTLIERS	77
5.2 TEST DI NORMALITÀ	79
5.2.1 GRAFICO DI PROBABILITÀ NORMALE	79
5.2.2 TEST DEL χ^2	82
5.3 TEST ANOVA	84
5.4 TEST DI IPOTESI	87
6 RISULTATI ATTIVITÀ SPERIMENTALE	89

6.1	RISULTATI PROVA DI NANO-PENETRAZIONE STRUMENTATA	89
6.1.1	ELIMINAZIONE OUTLIERS E GRAFICO DI PROBABILITÀ NORMALE	90
6.1.2	TEST DEL χ^2	93
6.1.3	TEST ANOVA	95
6.1.4	TEST DI IPOTESI	99
6.2	RISULTATI PROVA DUREZZA BRINELL 2.5/62.5	110
6.2.1	ELIMINAZIONE OUTLIERS E GRAFICO DI PROBABILITÀ NORMALE	110
6.2.2	TEST DEL χ^2	114
6.2.3	TEST ANOVA	116
6.2.4	TEST DI IPOTESI	118
6.3	RISULTATI PROVA DUREZZA BRINELL 1/10	125
6.3.1	ELIMINAZIONE OUTLIERS E GRAFICO DI PROBABILITÀ NORMALE	125
6.3.2	TEST DEL χ^2	127
6.3.3	TEST ANOVA	130
6.3.4	TEST DI IPOTESI	132
6.4	RISULTATI PROVA DI MACRO-PENETRAZIONE STRUMENTATA	137
6.4.1	ELIMINAZIONE OUTLIERS E GRAFICO DI PROBABILITÀ NORMALE	137
6.4.2	TEST DEL χ^2	141
6.4.3	TEST ANOVA	141
6.4.4	TEST DI IPOTESI	143
6.5	CONFRONTO MACRO-STRUMENTATA CON DUREZZA BRINELL 1/10	148
7	CONCLUSIONI	153
<hr/>		
BIBLIOGRAFIA		159

Introduzione

Negli ultimi anni la nuova tecnologia produttiva definita come Additive Manufacturing ha riscosso molto interesse, grazie all'elevata flessibilità che la caratterizza, infatti sempre più industrie investono nella ricerca e nello sviluppo di apparecchiature per rendere la produzione più efficiente e produttiva.

In questa trattazione si è voluto investigare la capacità di prove di indentazione nel caratterizzare la struttura e il comportamento di 30 provini in lega di alluminio AlSi10Mg prodotti tramite tecnologia Selective Laser Melting (SLM). Tale materiale grazie alle sue proprietà meccaniche trova largo impiego nei settori aerospace e automotive.

La penetrazione strumentata è una tecnologia che risulta avere molte potenzialità per la caratterizzazione dei materiali in modo non distruttivo, essendo ancora in una fase di forte ricerca e sviluppo.

Per tale motivo è stato interessante applicare questa tecnica su un materiale come l'AlSi10Mg che presenta una microstruttura molto particolare, tipica dei processi produttivi Additive.

In particolare, le prove di penetrazione strumentata permettono di realizzare delle mappe di durezza di regioni più ampie del provino, che, essendo un prodotto Additive, potrebbe essere soggetto ad anisotropie microstrutturali, non rilevabili con le classiche prove di durezza. Pertanto, tali mappe possono essere sfruttate per analizzare sia superfici riguardanti il piano di crescita longitudinale che trasversale, in modo da verificare la presenza di differenze sistematiche sulle caratteristiche meccaniche, sia sui diversi piani di crescita che sui differenti trattamenti termici.

Nel seguito della trattazione verranno riportati la metodologia adottate durante la preparazione dei campioni e durante l'analisi dei dati, i risultati ottenuti e il loro possibile utilizzo al fine di accrescere la conoscenza sul comportamento del materiale soggetto a condizioni differenti, considerando anche inoltre i pro e i contro relativi alla procedura e alla strumentazione utilizzata.

L'attività sperimentale è stata svolta interamente all'interno dei laboratori del CRF (Centro Ricerche FIAT), situati nello stabilimento di Mirafiori, grazie ad una collaborazione tra il Politecnico di Torino ed FCA, volta a incrementare lo stato dell'arte delle nuove tecnologie di Additive Manufacturing.

1 Nuova tecnologia produttiva: Additive Manufacturing

L'Additive Manufacturing è una tecnologia innovativa che rende possibile la produzione, in poche ore e senza utilizzo di utensili specifici, di oggetti di geometria complessa, direttamente dal modello matematico dell'oggetto realizzato con l'ausilio di un sistema CAD 3D [1].

I processi produttivi classici richiedono un'analisi accurata della geometria della parte per determinare l'ordine cronologico in cui possono essere fabbricate le diverse caratteristiche, o quali strumenti e processi aggiuntivi possono essere richiesti per completare la parte.

Contrariamente, l'additive richiede solo dei dettagli base a livello dimensionale e le caratteristiche del materiale che verrà utilizzato per la creazione del componente, andando a semplificare molto l'intero processo produttivo.

Proprio per l'elevata velocità di produzione, inizialmente la tecnica era definita come *Rapid Prototyping*, per la capacità di creare rapidamente una parte considerata come prototipo prima del definitivo rilascio e quindi commercializzazione.

Successivamente, la qualità del componente è andata migliorando fino al punto di poter produrre direttamente la parte in modo completo tramite queste macchine, quindi il termine "prototipo" utilizzato nella definizione precedente non era più adeguato e si è passati alla definizione attuale di Additive Manufacturing, la quale si riferisce ad una produzione industriale del componente definitivo e non più prototipale [1].

La definizione fornita all'interno della norma ISO 17296 è la seguente: *The process of joining materials to make parts or objects from 3D model data, usually layer upon layer, as opposed to subtractive manufacturing methodologies* [1].

La caratteristica principale del processo Additive è quella che riguarda il metodo di apporto del materiale, infatti tutti i componenti vengono creati aggiungendo materiale strato dopo strato.

Ogni strato di materiale che viene depositato è definito come *layer*, e ogni layer non è altro che una piccola sezione della parte derivante dal file CAD originale. Il singolo layer ha uno spessore finito, che viene predefinito in fase di progettazione, e quindi il risultato finale sarà solo un'approssimazione del dato originale, come viene illustrato nella Fig. 1.1.

Come è possibile immaginare, minore sarà lo spessore del layer, maggiore sarà il grado di riproduzione della parte originale creata con il CAD.

In generale tutte le macchine AM commercializzate utilizzano un approccio basato sui layer, quindi le principali differenze riguardano i materiali che possono

essere utilizzati, il modo in cui vengono creati i vari layer e in che modo questi layer vengono legati gli uni con gli altri.

Queste differenze determinano fattori come l'accuratezza dimensionale della parte finale, oltre alle proprietà del materiale e le caratteristiche meccaniche della parte.

La tipologia del processo additivo caratterizza anche la velocità di produzione, il grado di post-processing al quale il componente dovrà essere soggetto al termine della produzione, la grandezza della macchina da utilizzare e in generale il costo complessivo sia della macchina che del processo completo.



Fig. 1. 1 Immagine CAD di una tazza con altre immagini che mostrano la differenza del risultato finale in funzione dello spessore del layer

1.1 Processo generico Additive Manufacturing

Il processo produttivo Additive comprende una serie di step che vanno dalla prima fase descrittiva del componente mediante l'utilizzo del CAD 3D, fino alla realizzazione fisica dell'oggetto tramite le macchine.

Ovviamente in funzione della grandezza e della complessità dell'oggetto molte fasi possono anche essere superflue e quindi non eseguite.

In generale tutti i processi Additive, anche se riguardanti oggetti di piccole dimensioni che non necessitano di specifiche particolari, seguono 8 passaggi di base, come riportato nella Fig. 1.2 [2].

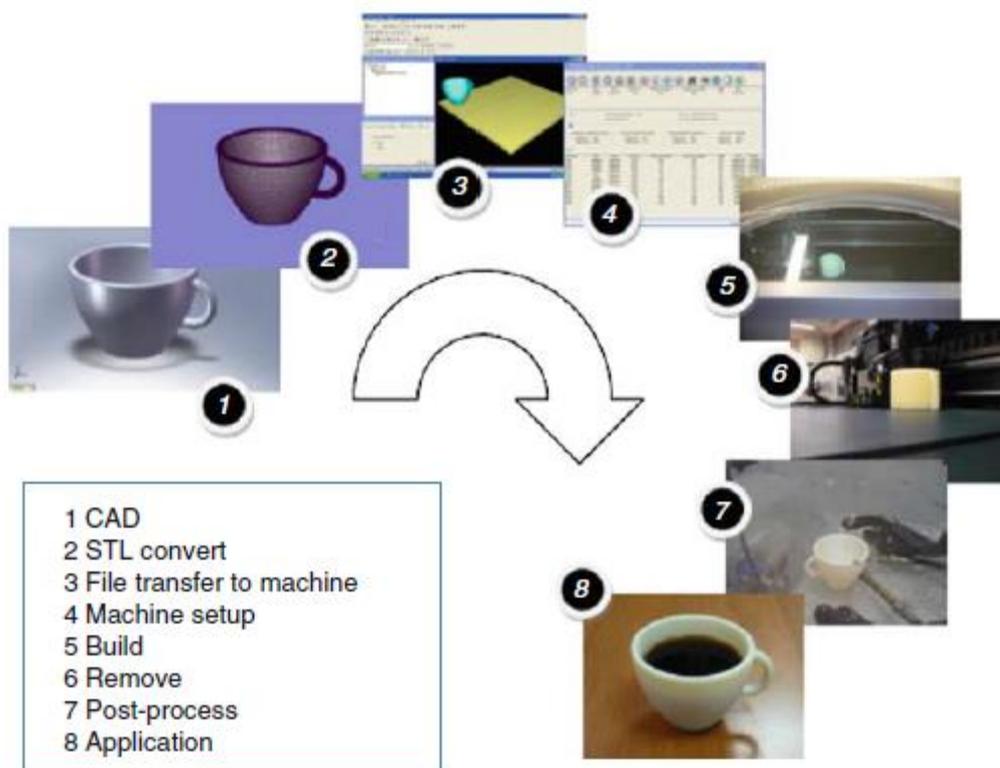


Fig. 1. 2 Generico processo Additive

1.1.1 Step 1: CAD 3D

Tutti i componenti che si vogliono produrre mediante l'utilizzo di tecnologie Additive devono essere inizialmente rappresentati tramite un modello matematico realizzato da un software CAD, in modo da avere una rappresentazione 3D del componente o quanto meno della superficie esterna.

Per eseguire questa fase si potrebbero utilizzare anche delle macchine di *Reverse engineering*, ad esempio la scansione laser.

1.1.2 Step 2: Conversione del file in formato STL

Lo standard universale nella Fabbricazione Additiva per i modelli matematici è il formato STL (Standard Triangulation Language).

Il processo consiste nel convertire il modello CAD di tipo solido (3D) in un modello di tipo *Shell* in cui la superficie esterna è approssimata attraverso triangoli di diverse dimensioni, in funzione della risoluzione richiesta, in modo da seguire al meglio il profilo del modello.

Ovviamente maggiore sarà la precisione richiesta, maggiore sarà il numero di triangoli con i quali si andrà a riprodurre la superficie del componente, diminuendone di conseguenza la dimensione.

In generale uno dei vincoli che si impone al software che esegue la conversione è quello di mantenere costante l'errore *cordale*, ovvero non eccedere un valore massimo di dimensione rispetto alla superficie generata dal modello CAD.

Nonostante la conversione in questo formato sia foriera di alcune problematiche, poiché spesso i triangoli che dovrebbero riprodurre la superficie presentano dei vuoti o delle sovrapposizioni che potrebbero causare dei difetti una volta che il file viene inserito nella macchina e quindi processato, esistendo diversi software correttivi in grado di eliminare tali problemi, questo formato è attualmente il più affidabile e diffuso nell'ambito dell'Additive Manufacturing [3].

Un esempio della conversione del file è visibile in Fig.1.3.

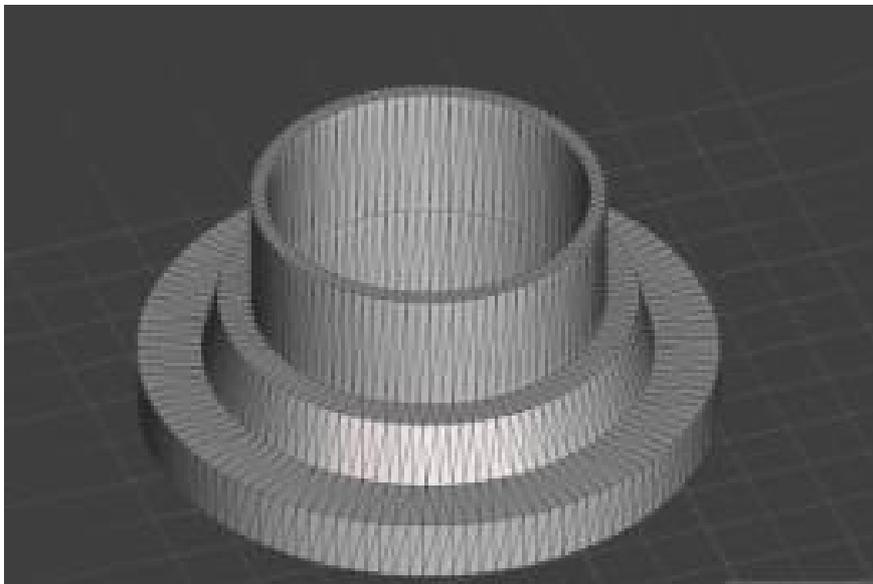


Fig. 1. 3 Componente in formato STL

1.1.3 Step 3: Trasferimento in macchina del file STL e orientamento

Una volta generato il file STL, esso è pronto per essere inserito all'interno del software della macchina.

Prima di procedere con la realizzazione fisica del componente bisogna però effettuare dei passaggi fondamentali per il corretto funzionamento della macchina.

Infatti, il corretto orientamento del pezzo rispetto alla superficie di costruzione è fondamentale, poiché in funzione dell'orientamento nelle tre direzioni si genereranno in automatico i cosiddetti *supporti*, i quali hanno il compito di sorreggere il componente durante la realizzazione qual ora ci fossero delle superfici con pendenza troppo elevata che rischierebbero il collasso, o dei vuoti all'interno del componente stesso [4].

Un ulteriore compito dei supporti è quello di ancorare il modello in costruzione all'area di lavoro, permettendone la successiva rimozione senza danneggiare direttamente il componente.

I supporti possono essere realizzati dello stesso materiale del componente o di altro materiale, ma, nel caso della lavorazione di componenti metallici, in genere essi sono composti dallo stesso tipo di materiale.

Un esempio di componente orientato nello spazio con successiva generazione di supporti è riportato nella Fig.1.4.

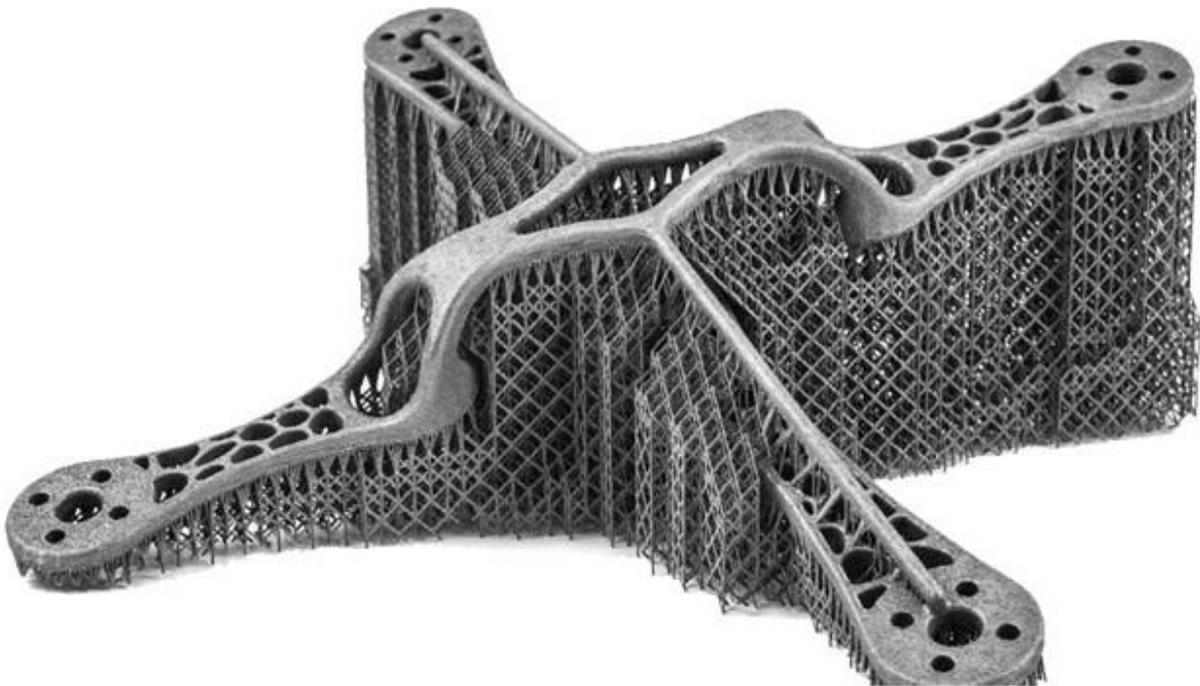


Fig. 1. 4 Componente metallico con annessi supporti

Una volta che è stato orientato il pezzo, si esegue lo *slicing*, ovvero quel particolare processo che consente di effettuare un'intersezione del modello in formato STL, compreso di supporti, con piani paralleli aventi normale parallela all'asse z e distanti uno dall'altro di una quantità predefinita Δz .

Le sezioni nei piani risultanti dal processo di slicing saranno le geometrie dei layer che la macchina eseguirà durante il processo produttivo.

Anche in questo caso l'orientamento del pezzo risulta essere fondamentale per la qualità del pezzo finale, come è possibile vedere in Fig.1.5.

Teoricamente, è possibile eseguire uno slicing "adattativo", andando ad imporre un valore massimo di errore e quindi all'aumentare dell'inclinazione delle superfici andare a diminuire il Δz tra i piani, ma spesso ciò non è possibile per problematiche di hardware della macchina [5].

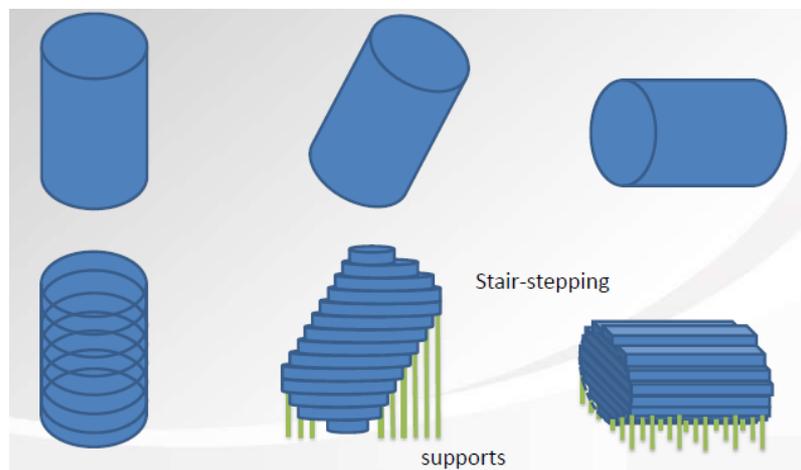


Fig. 1. 5 Variazione dell'effetto Slicing in funzione dell'orientamento in macchina

1.1.4 Step 4: Setup della macchina

Prima di avviare l'effettivo processo di costruzione del pezzo, si dovranno impostare i parametri macchina che si ritengono ideali per lavorare il materiale prescelto.

I parametri che possono essere variati sono molteplici, come, ad esempio, la potenza del laser, lo spessore del layer che ad ogni step la macchina depositerà, la distanza che intercorre tra una passata del laser e quella successiva, la velocità di spostamento della sorgente laser e molti altri.

Appena la macchina è impostata con i corretti parametri, si potrà avviare la fase di costruzione vera e propria.

1.1.5 Step 5: Costruzione del componente

La costruzione all'interno della macchina è forse la fase più automatizzata dell'intero processo. Infatti, l'operatore dovrà semplicemente controllare che durante il deposito dei vari strati di polvere, non si siano verificati errori di nessun tipo e che la macchina funzioni in modo da rispettare i parametri preimpostati in precedenza.



Fig. 1. 6 Creazione del componente mediante fusione laser selettiva

1.1.6 Step 6: Rimozione del componente

Una volta che la fase di costruzione è completata, si passa alla fase di rimozione del pezzo dalla pedana.

Come detto in precedenza, raramente il componente viene costruito a partire direttamente dalla pedana, infatti vengono interposti dei supporti alla base in modo da evitare il contatto diretto.

Quindi, per la rimozione del componente, sarà necessario staccare i supporti dalla pedana; ciò facilita l'operazione, dato che si abbassa la probabilità di danneggiare direttamente il componente durante la rimozione.

Spesso viene utilizzata la tecnica di "elettroerosione a filo" per distaccare i supporti dalla pedana e quindi liberare il pezzo.

Prima della rimozione definitiva dalla macchina, il componente è sottoposto ad un ulteriore controllo per verificare la presenza di polvere non fusa che deve essere eliminata per evitare danneggiamenti successivi.

1.1.7 Step 7: Postprocessing

Un componente realizzato con la tecnologia Additive raramente è pronto ad essere utilizzato una volta che è uscito dalla macchina.

Infatti esso dovrà essere soggetto sicuramente ad una fase di postprocessing.

Questa consiste in vari step:

- Rimozione dei supporti dal componente (metodo manuale o metodo chimico)
- Pulizia dalla polvere in eccesso che non è stata soggetta a fusione completa
- Finitura superficiale (varie metodologie, anche tradizionali quando la geometria del componente lo permette)
- Trattamenti termici (non sempre necessari)

1.1.8 Step 8: Applicazioni

Il componente sarà pronto per l'applicazione stabilita una volta che tutte le 7 precedenti operazioni saranno completate.

Ci sono svariate tipologie di applicazioni possibili per i componenti realizzati con tecnologie Additive; i settori che stanno aumentando nettamente la produzione sotto questo punto di vista sono sicuramente l'Automotive, l'Aerospace, produzione di protesi sia ossee che dentali.

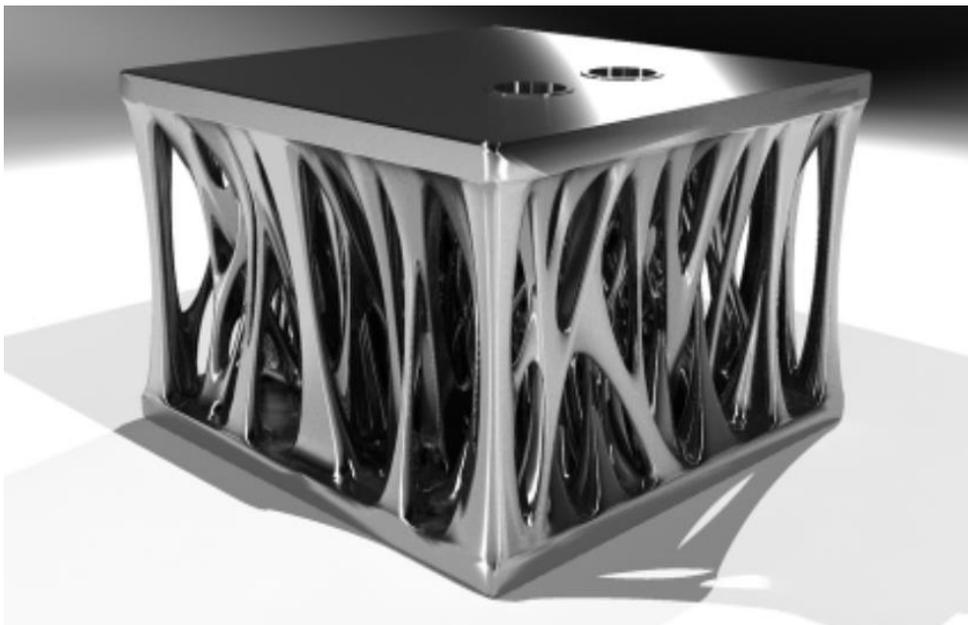


Fig. 1. 7 Struttura "lattice" prodotta in ambito automotive

È importante ricordare che le macchine Additive richiedono una manutenzione molto dettagliata durante ogni singolo step descritto in precedenza.

Molte macchine infatti utilizzano una tecnologia laser molto sensibile che non dovrebbe essere soggetta né a rumori né a contaminanti esterni, quindi l'ideale sarebbe un luogo pulito e privo di rumore ambientale.

Molti produttori di macchine forniscono schemi di prova che possono essere utilizzati periodicamente per verificare il corretto funzionamento entro i limiti imposti.

Oltre ai macchinari, anche i materiali che vengono processati richiedono un'attenta gestione, infatti molti materiali utilizzati hanno una durata di conservazione limitata e devono essere mantenute in condizioni che impediscano loro reazioni chimiche indesiderate, quindi è da evitare l'esposizione in ambienti umidi o che presentano contaminanti.

La maggior parte dei processi utilizza materiali che possono essere riutilizzati per più di una volta, infatti uno dei maggiori vantaggi della tecnologia è proprio quello dell'elevata riciclabilità.

Tuttavia riutilizzando spesso lo stesso lotto di materiale potrebbe verificarsi un decremento delle caratteristiche meccaniche, quindi bisogna prestare attenzione a mantenere una qualità consona al materiale che si sta processando, anche a seguito di un riciclaggio [6].

1.2 Vantaggi e svantaggi del processo produttivo Additive

La tecnologia Additive ha portato sicuramente una rivoluzione nello sviluppo e nella produzione del prodotto finale che forse non si era mai vista prima con le altre tecniche produttive.

I vantaggi che comporta questa tecnologia sono molteplici, uno su tutti è ovviamente la rapidità, la quale consente di ottenere benefici non solo a livello organizzativo ma soprattutto a livello economico, dato che le perdite maggiori in azienda sono dovute al ritardo di consegna dei componenti, come è possibile vedere in Fig. 1.8 [7].

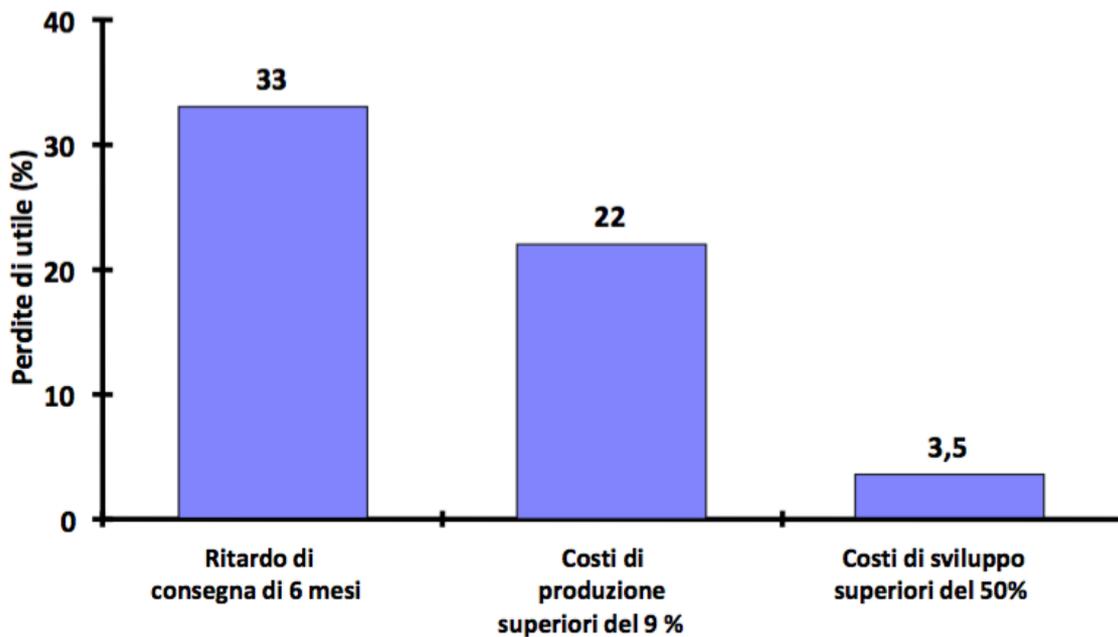


Fig. 1. 8 Frequenti cause di perdite di utile per le aziende.

La produzione definitiva dello stampo avviene generalmente in lassi temporali molto ampi, e questo è uno dei principali motivi per cui le tecniche di produzione tradizionali sono affette da ritardi che causano la maggior parte della perdita di utile; ovviamente date le caratteristiche dell'additive si può far fronte a questo tipo di problema, poiché la produzione di componenti anche se prototipali avviene in tempi molto brevi, evitando che si verifichino ritardi sulla produzione e quindi sulla consegna, come è possibile vedere in figura 1.9:

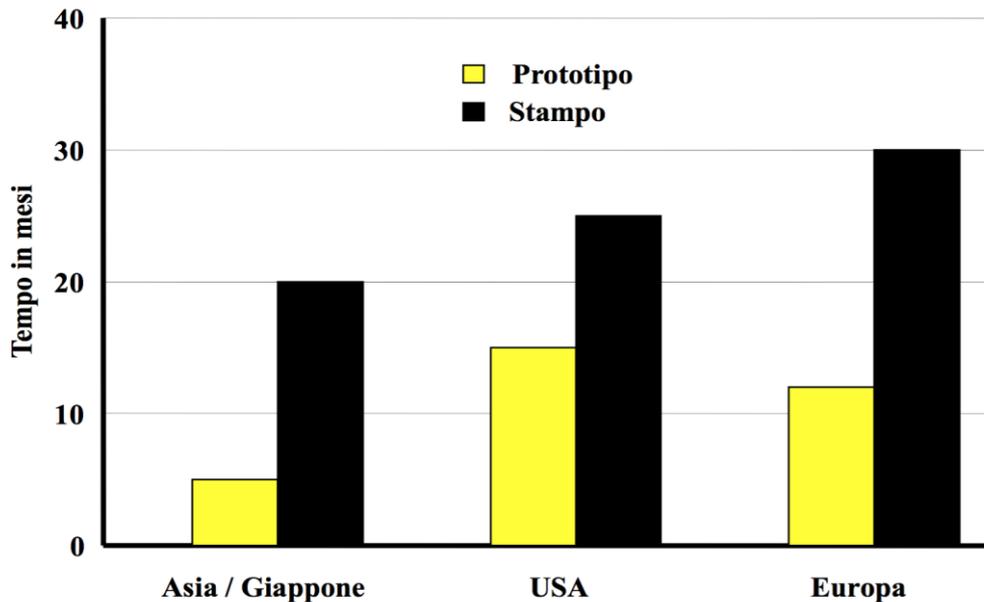


Fig. 1.9 Confronto tempi di produzione stampi/prototipi.

L'accelerazione dell'intero processo di sviluppo del prodotto dipende molto dal fatto che in ogni step l'automazione dei computer è sempre presente.

Il CAD 3D viene sempre utilizzato come punto di partenza e il trasferimento del file all'interno della macchina deve seguire dei semplici passaggi.

Un ulteriore vantaggio è sicuramente quello di riuscire a costruire il pezzo in un unico step produttivo, con l'ausilio di una singola macchina, al contrario dei processi produttivi classici che richiedono fasi molteplici e iterative.

L'intervento dell'operatore è ridotto al minimo, o, per lo meno, è concentrato sulla fase di progettazione che precede la costruzione all'interno della macchina. Ma il vantaggio maggiore che deriva dall'introduzione di questa nuova tecnica produttiva è sicuramente legato alla possibilità di produrre degli oggetti con geometria qualsiasi e personalizzata in modo completo, cosa che con le tradizionali tecniche di produzione non sarebbe possibile a causa dei limiti imposti dalle attrezzature utilizzate, ad esempio la geometria degli stampi.

Quindi si ottiene una libertà di progettazione mai vista in precedenza, con tempi e costi globali della produzione che non sono più legati alla complessità geometrica del pezzo, bensì esclusivamente alla dimensione finale, poiché entra in gioco la variabile materiale necessario alla produzione [8].

Studi hanno dimostrato la convenienza tra il processo additive e quello tradizionale sulla base della complessità del prodotto; infatti, è stata evidenziata la presenza di un *break even point* a partire dal quale, aumentando la complessità, i costi di produzione con le tecnologie tradizionali aumentano in modo esponenziale, mentre il costo con tecnologia additive rimane praticamente costante, e quindi suggerendo come, proprio a partire dal *break-even point*,

convenga ottimizzare la geometria del componente affinché possa essere prodotto in modo additivo, come mostrato in figura 1.10:

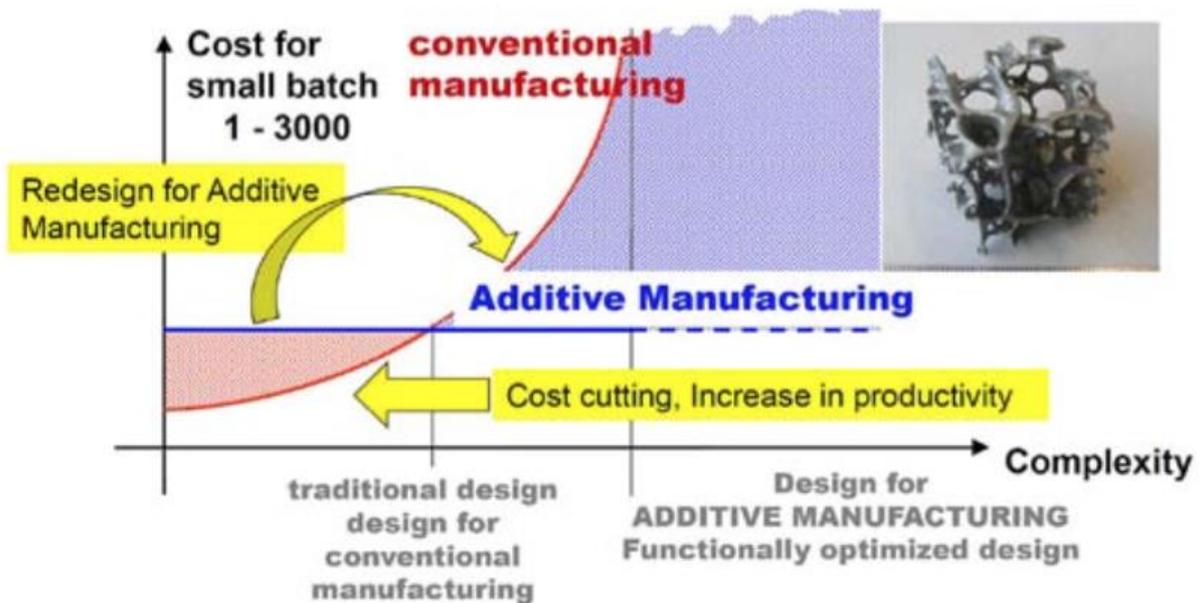


Fig. 1.10 Analisi Costi/Complessità per componenti

Ricapitolando i vantaggi possono essere suddivisi in due categorie; vantaggi di processo e di prodotto:

Processo:

- Una sola macchina per l'intera produzione
- Assenza di attrezzature ausiliarie
- Assenza di dispositivi di bloccaggio
- Un solo step produttivo
- Minimo intervento dell'operatore
- Tempi e costi legati alla dimensione e non più alla complessità geometrica

Prodotto:

- Libertà di progettazione
- Sottosquadri ammessi
- Possibilità di produrre forme cave complesse
- Personalizzazione massima del componente
- Possibilità di produrre parti integrate, ovvero componenti che con tecniche tradizionali vengono prodotti separatamente e poi assemblati

Tuttavia non si può parlare solo degli aspetti positivi della tecnologia Additive, poiché sono presenti anche degli svantaggi, sempre classificabili come relativi al processo e al prodotto:

Processo:

- Volumi di lavoro limitati a quelli delle macchine
- Dimensioni dei componenti limitate a quelle della macchina
- Velocità di costruzione non elevata
- Numero di materiali processabili ancora non elevato, con costi importanti

Prodotto:

- Necessità delle strutture di supporto
- Finitura superficiale scarsa

1.3 Processo produttivo Selective Laser Melting (SLM)

Le tecniche di fabbricazione additiva si distinguono l'una dall'altra principalmente per lo stato di aggregazione del materiale che si tratta; infatti, si differenziano tecniche che lavorano le polveri, i liquidi e i solidi.

I processi più commercializzati sono quelli che si basano sul letto di polvere, ovvero i *Powder bed fusion processes* (PBF).

A loro volta i processi a letto di polvere possono essere distinti in processi a singolo componente, dove le polveri sono esclusivamente del materiale che si intende ottenere alla fine del processo, e processi con combinazione di componente e legante, quando per l'aggregazione delle particelle non sarebbe sufficiente l'energia fornita dalla sorgente termica della macchina.

In generale tutti i processi PBF condividono un insieme di caratteristiche di base. Infatti, questi includono una o più fonti termiche per indurre la fusione tra le particelle di polvere, un metodo per il controllo della corretta fusione delle polveri in ogni layer che viene depositato ed un meccanismo per eseguire l'aggiunta del nuovo strato di polvere dopo che il layer precedente ha concluso la fusione [9].

Tra le varie tecniche PBF si possono enumerare SLS, SLM, EBM (Electron Beam Melting) e 3D Printing; le prime due forniscono energia termica per la fusione tramite un laser attivo a CO₂ o un cristallo d'ittrio o alluminio drogato, l'EBM invece prevede come sorgente termica un fascio di elettroni emessi da un filamento di Tungsteno riscaldato a 2500°C.

Un'ulteriore differenza tra i primi due processi e quello EBM è quella riguardante l'ambiente di lavoro, infatti il processo EBM deve essere eseguito sottovuoto poiché gli elettroni che passano attraverso un gas vengono deflessi e ciò farebbe perdere potenza e precisione al fascio.

La tecnica denominata 3D Printing non prevede una vera e propria sorgente termica per far arrivare alla fusione le polveri metalliche, bensì sfrutta la deposizione di un collante tramite delle testine specifiche in modo da far aggregare le particelle.

A differenza delle altre tecniche descritte, questa necessita di un trattamento di infiltrazione ad alta temperatura per eliminare il collante ed inserire al suo posto il Bronzo, quindi alla fine si ottiene un composto metallico costituito dalle particelle del materiale di partenza unite al bronzo infiltrato [7].

Le tecniche denominate come Selective Laser Sintering (SLS) e Selective Laser Melting (SLM), sono in realtà uguali. Seppur tradizionalmente si utilizzi il termine SLS, tecnicamente il nome corretto è il secondo, perché la sinterizzazione richiede l'applicazione di una pressione, che non è presente in questi processi, per promuovere il cambio di aggregazione da polvere a solido.

L'SLS non è in grado di raggiungere la fusione completa, lasciando quindi un grado di porosità molto elevato all'interno del componente, mentre il processo SLM raggiunge la completa fusione della polvere e quindi il grado di porosità risulta essere praticamente nullo, portando il valore della densità finale quasi al 100%.

Lo schema caratteristico dei processi PBF e quindi in particolare di quello SLM è riportato in Fig.1.9:

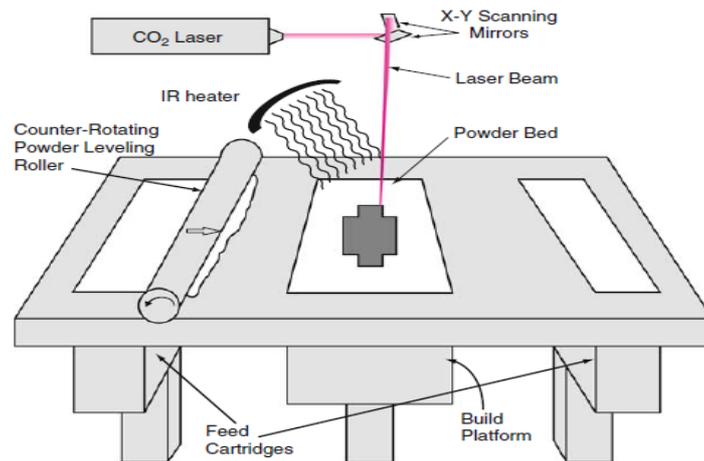


Fig. 1.11 Schema di un processo SLM

Come si nota dalla figura precedente, il processo SLM consiste nella fusione selettiva di sottili strati di polvere (circa 0.1 mm di spessore) che vengono depositati all'interno della macchina tramite un meccanismo composto da dei contenitori e da un rullo, calibrato in modo da stendere la polvere con lo spessore prefissato all'inizio quando viene eseguito il processo di "slicing" sul file STL. La sorgente laser che porta l'energia necessaria alla fusione dello strato risulta essere fissa, e per rendere il raggio perpendicolare alla superficie si utilizza un sistema di specchi.

In genere, la sorgente sfrutta come mezzo un laser attivo CO₂ o un cristallo d'ittrio e alluminio drogato (Nd-Yag).

L'energia fornita è sufficiente a rifondere una porzione di struttura in precedenza già solidificata, in modo da garantire la completa adesione degli strati ed avere densità elevata, riducendo le porosità.

Non appena la fusione selettiva della sezione viene portata a termine, la piattaforma montata su un elevatore compie uno spostamento verso il basso di una distanza pari al Δz prefissato, in modo che il successivo strato di polvere possa essere depositato.

La camera di lavoro della macchina è quasi sempre riempita con del gas inerte, in modo da evitare problematiche legate all'ossidazione e il degrado della polvere, problematiche accentuate dalla una fusione istantanea e successivo raffreddamento che coinvolgono temperature molto elevate.

L'elevata temperatura raggiunta in un lasso di tempo istantaneo e il successivo raffreddamento rapido comportano caratteristiche meccaniche/metallurgiche migliori per le leghe trattate, infatti si registra un incremento dei valori di durezza e modulo elastico a causa della particolare microstruttura caratterizzata da piccoli grani cristallini [10]; tuttavia, i forti gradienti termici e il fenomeno del ritiro inducono nello strato solidificato delle dilatazioni termiche cicliche che superano la massima deformazione elastica del materiale e generano delle tensioni residue interne.

Il fenomeno del ritiro viene arginato dalla presenza delle strutture di supporto, le quali hanno il compito di tenere saldato alla piattaforma il componente anche dopo la fine del processo di costruzione.

Un metodo efficace per eliminare le tensioni residue all'interno del componente consiste nell'effettuare un trattamento termico di *Stress Relieving* quando il pezzo è ancora ancorato sulla piattaforma di costruzione [7].

Un aspetto fondamentale del processo riguarda la tipologia di materiale che viene processato. Infatti, si tratta di polvere che deve corrispondere al materiale definitivo del componente, affinché al termine del processo produttivo non si renda necessario nessun trattamento per eliminare residui di altro materiale, quali leganti che precedentemente venivano sfruttati per promuovere il legame tra le particelle di polvere.

La differenza tra le tecniche che utilizzano polvere mista con leganti di tipo organico rispetto alle tecniche che dispongono solo di polvere del materiale definitivo è riscontrata soprattutto sul grado di porosità del componente finale, come è possibile intuire dalla Fig.12:

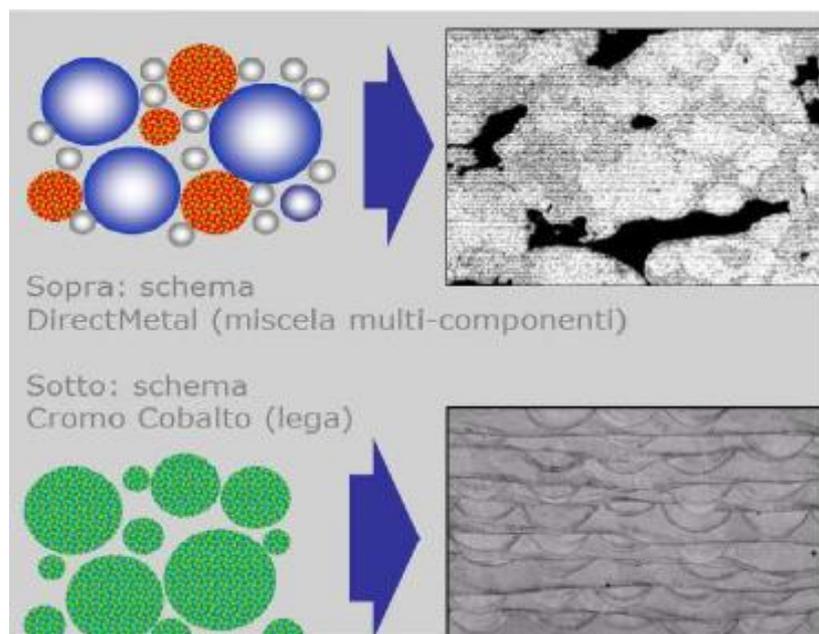


Fig. 1.12 Differenza tra monocomponente e poli componenti

Una caratteristica dei componenti realizzati mediante tecnologia SLM, è l'elevata rugosità superficiale dovuta sia all'utilizzo della polvere sia al fatto che il componente è realizzato tramite un'addizione di piani, quindi maggiore è lo spessore del layer di polvere depositato, maggiore sarà l'effetto a scalino che si manifesta nel pezzo. Pertanto, nelle zone di accoppiamento è sempre previsto un sovrametallo compreso tra (0.5-1) mm il quale verrà successivamente rimosso tramite tradizionali finiture a macchina utensile per asportazione di truciolo. Questa caratteristica, che apparentemente può sembrare negativa, in alcune applicazioni migliora l'efficienza dei componenti realizzati in additive. Un chiaro esempio sono, infatti, le applicazioni biomedicali, che traggono un notevole beneficio dall'elevata rugosità superficiale, che incrementa la possibilità di una rapida osso-integrazione [11].

1.4 Macchina per SLM: EOS M290

I produttori di macchine per processi Additive Manufacturing sono ormai molteplici, ed ognuno di essi propone delle piccole modifiche al design standard descritto nel paragrafo precedente.

L'azienda leader a livello mondiale per quanto riguarda i sistemi di fusione laser a letto di polvere è la EOS.

L'azienda conta all'attivo almeno 50 famiglie differenti di brevetti depositati in diversi paesi, ed è quella che garantisce un processo costruttivo completamente certificato.

Per citare un esempio, EOS è l'unica casa costruttrice che può progettare la macchina in modo da insufflare il gas inerte in direzione opposta al verso di percorrenza del laser, in modo da evitare che le piccole particelle che si innalzano a seguito della fusione si vadano a depositare in zone ancora non completamente solidificate creando successivamente porosità.

Sfruttando la collaborazione tra il Politecnico di Torino e il gruppo FCA, si è ottenuta la possibilità di utilizzare i macchinari EOS presenti nel reparto Prototype degli stabilimenti di Mirafiori.

La macchina SLM utilizzata nel reparto Prototype di FCA (Mirafiori) per la costruzione dei 30 provini, che saranno soggetti alla caratterizzazione sperimentale, è una EOS M290 (Fig.11).



Fig. 1.13 Macchina SLM EOS M290

La macchina presenta un volume di costruzione di 250 x 250 x 325 mm, quindi dimensioni adatte a produzioni industriali di piccola portata.

Il software consente l'inserimento di alcuni parametri aperti per gestire la qualità finale del componente, ma la maggior parte dei parametri macchina sono chiusi e protetti da brevetti.

La scheda tecnica completa della macchina è riportata in fig.14:

EOS M 290	
Building volume	250 mm x 250 mm x 325 mm (9.85 x 9.85 x 12.8 in)
Laser type	Yb-fibre laser; 400 W
Precision optics	F-theta-lens; high-speed scanner
Scan speed	up to 7.0 m/s (23 ft./sec)
Focus diameter	100 µm (0.004 in)
Power supply	32 A
Power consumption	max. 8.5 kW / typical 3.2 kW
Nitrogen generator	integrated
Compressed air supply	7,000 hPa; 20 m³/h (102 psi; 706 ft³/h)
Dimensions (B x D x H)	
System	2,500 mm x 1,300 mm x 2,190 mm (98.4 x 51.2 x 86.2 in)
Recommended installation space	min. 4,800 mm x 3,600 mm x 2,900 mm (189 x 142 x 114 in)
Weight	approx. 1,250 kg (2,756 lb)
Data preparation	
Software	EOS RP Tools; EOSTATE; EOSPRINT; Materialise Magics RP with SG+ and further modules
CAD interface	STL. Optional: converter for all standard formats
Network	Ethernet

Fig. 1.14 Scheda tecnica completa EOS M290

2 Leghe di Alluminio per produzione in Additive Manufacturing

L'alluminio è l'elemento di lega più utilizzato nell'ambito della produzione leggera, date le sue caratteristiche [10].

Ha un'ottima capacità di scambiare calore ed elettricità, ma soprattutto in relazione alla sua densità è il materiale più leggero all'interno della famiglia dei metalli processabili con tecnologie Additive.

Le leghe di alluminio vengono realizzate per migliorare ancor di più le proprietà dell'elemento individuale, e in funzione del tipo di elemento di lega che risulta essere predominante si avranno degli effetti differenti.

Gli elementi di lega con i quali è possibile legare l'alluminio sono: [12]

- Rame: Aumenta la resistenza a trazione, a fatica e la durezza della lega tramite precipitazioni di seconde fasi, ma contemporaneamente ne diminuisce la duttilità e la resistenza alla corrosione.
- Magnesio: Rafforza e indurisce la lega per soluzione solida senza provocare un decremento eccessivo della duttilità, migliorando anche la processabilità; il magnesio, in combinazione con silicio e zinco rafforza la lega tramite precipitazione di seconde fasi a seguito di trattamenti termici.
- Silicio: Aumenta la customizzazione della lega poiché aumenta la fluidità e soprattutto diminuisce il fenomeno del ritiro post fusorio, migliorando la soluzione che prevede esclusivamente l'utilizzo di supporti; aumenta la resistenza ad abrasione e come visto prima in combinazione con altri elementi è in grado di rafforzare la lega per precipitazioni di seconde fasi.
- Manganese: Aumenta la resistenza a trazione e la durezza della lega tramite dispersione per soluzione solida di seconde fasi; incrementa la resistenza a fatica e quella a corrosione; incrementa anche la duttilità dell'alluminio nelle leghe che contengono ferro e silicio andando a modificare la struttura cristallina portandola in forma cubica.
- Zinco: In combinazione con il magnesio aumenta la resistenza della lega mediante la precipitazione di seconde fasi a seguito dei trattamenti termici; incrementa la sensibilità alla corrosione causando probabili fratture

La lega di Alluminio che si analizzerà nel dettaglio è l'AlSi10Mg, ovvero una lega che presenta come elemento predominante il Silicio, e in dose minore anche il Magnesio.

Questa lega è l'unica processata all'interno delle macchine presenti nei laboratori FCA di Mirafiori, poiché in funzioni dei parametri macchina impostati per la realizzazione dei componenti, essa è quella che dà i migliori risultati complessivi.

2.1 Lega AlSi10Mg

La lega presenta una composizione quasi eutettica poiché il 10% di Silicio presente va ben oltre il limite di solubilità.

Il Silicio viene aggiunto per migliorare le caratteristiche di flessibilità, mentre il Magnesio, a seguito di un trattamento termico di solubilizzazione, aumenterà le altre caratteristiche meccaniche.

Gli elementi di lega e la percentuale con i quali essi sono presenti all'interno della lega sono riportati all'interno della tabella 1 [13]:

Elemento	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Al
Peso %	9-11	<0.55	<0.05	<0.45	0.2-0.4	<0.1	<0.15	rimanente

Tabella 1: Elementi presenti all'interno della lega AlSi10Mg

Il diagramma di fase che mostra il comportamento eutettico della lega è espresso in Fig.2.1:

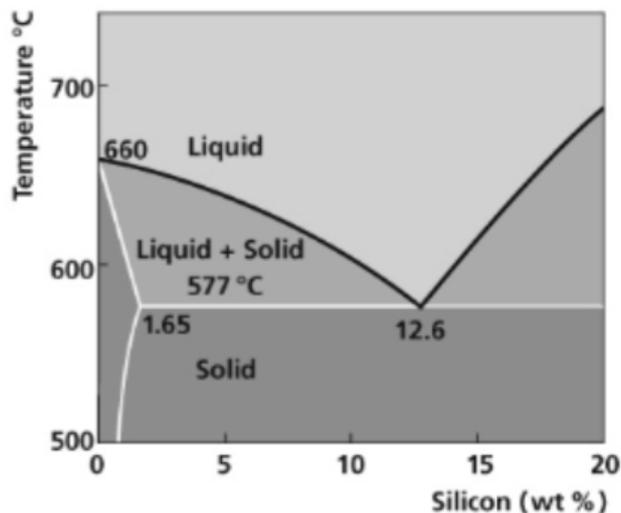


Fig.2. 1 Diagramma di fase Alluminio-Silicio

Come è visibile dal diagramma, la particolare composizione che presenta il 10% di Silicio comporta una temperatura di fusione di circa 570°C.

Questa lega è caratterizzata da elevata durezza e resistenza grazie all'apporto del Magnesio, infatti viene utilizzata per componenti che presentano geometrie complesse e pareti abbastanza sottili, soggetti a carichi elevati, come potrebbe accadere in ambito aerospace o automotive.

Le particelle di polvere che vengono create tramite il processo classico di atomizzazione [10], sono quasi del tutto esenti da difetti interni e hanno una geometria sferica, con dimensioni che variano da 20 nm a 25 nm.

Queste caratteristiche garantiscono le migliori prestazioni poiché la fluidità di scorrimento della polvere è massima e durante la fase di fusione le singole particelle non hanno difficoltà a fondersi l'una con l'altra avendo ampia superficie di contatto.

Le proprietà meccaniche generali che si possono riscontrare in letteratura per quanto riguarda l'AlSi10Mg sono riportate in Tabella 2:

Densità [g/cm ³]	Porosità Residua [%]	Durezza [HV]	Modulo di Young [GPa]
2.66	0.8	100 - 110	72 - 74

Tabella 2: Proprietà meccaniche AlSi10Mg

La microstruttura caratteristica della lega è formata da una matrice continua di Al-Si, con dispersione di componenti α -Al, le quali presentano una struttura dendritica.

Questa particolare microstruttura darà anisotropia a livello meccanico lungo la direzione di crescita del componente, ovvero Z [14].

Un ingrandimento realizzato tramite microscopio ottico è visibile in Fig. 2.3:

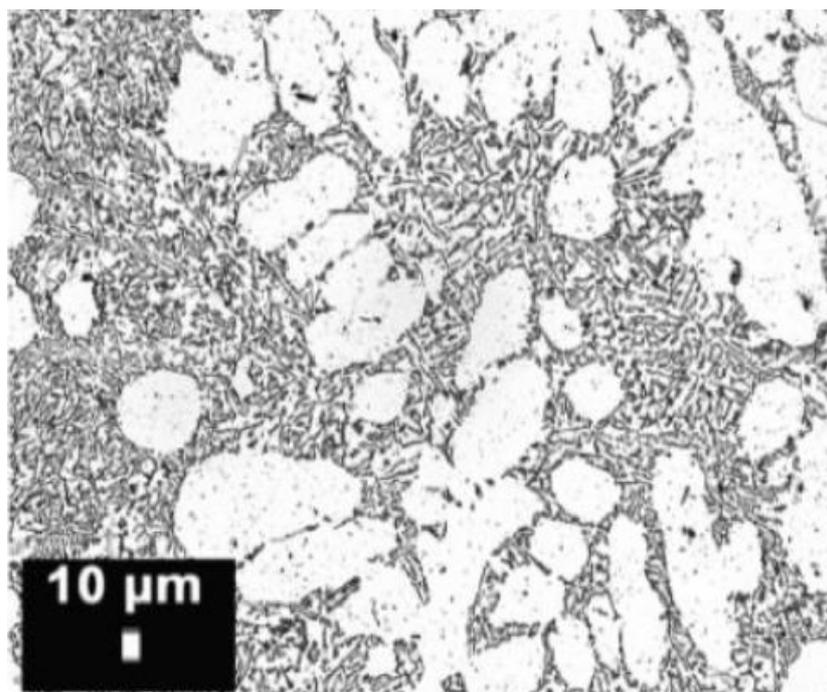


Fig. 2.3 Microstruttura caratteristica AlSi10Mg

Osservando al microscopio le pozze di fusione lungo la direzione Z, si notano due diversi tipi di microstrutture (Fig. 2.4):

- Microstruttura dendritica cellulare di componente α -Al nella zona centrale
- Principio di fase eutettica di Si lungo i bordi della componente α -Al

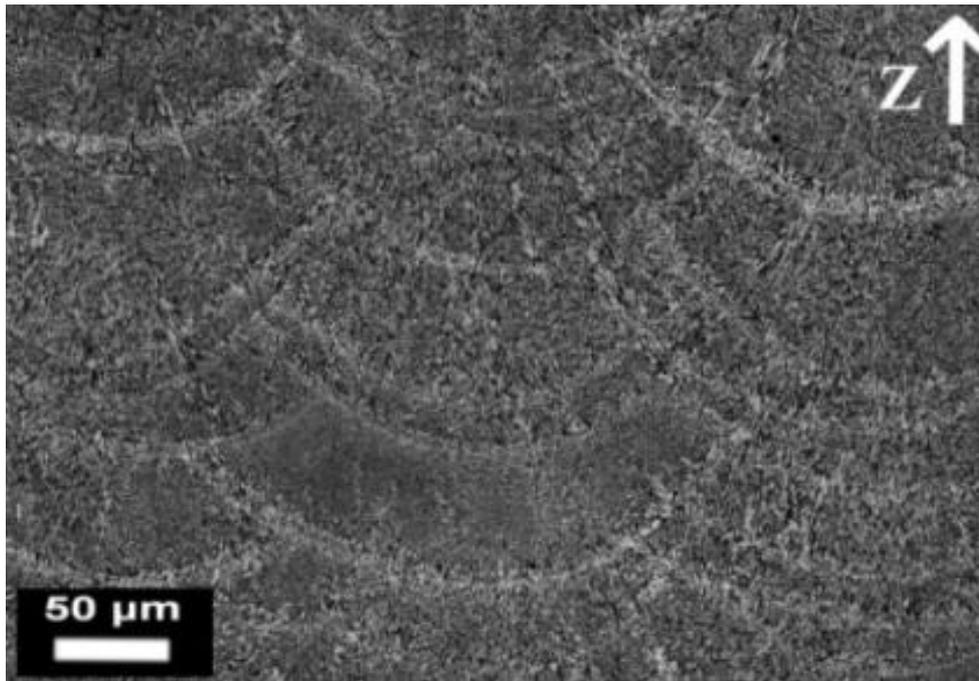


Fig. 2.4 Pozze di fusione lungo direzione Z

La microstruttura dell'AlSi10Mg è fortemente influenzata dal passaggio del laser, infatti la dimensione del grano cristallino varia in funzione della distanza rispetto al centro della pozza di fusione, come è possibile vedere in Fig.2.5.

La microstruttura è caratterizzata da grani molto fini in corrispondenza del centro della pozza di fusione, e da grani di dimensione crescente all'allontanarsi dal centro passando alla zona termicamente alterata, che ancora non è stata soggetta ad una vera e propria fusione, bensì che ha subito solo lo scompensamento termico della zona limitrofa [12].

La dimensione del grano cristallino dipende dal valore del gradiente termico al quale il materiale è soggetto. Infatti, la zona centrale della pozza di fusione, proprio per il particolare processo Additive, è soggetta ad una fusione istantanea e conseguente raffreddamento rapido, quindi il grano cristallino non ha il tempo necessario per aumentare il proprio volume, mentre le zone limitrofe che non subiscono direttamente la fusione raffreddano in modo più lento e sono soggette a gradienti termici minori, arrivando ad ottenere grani di dimensione maggiore.

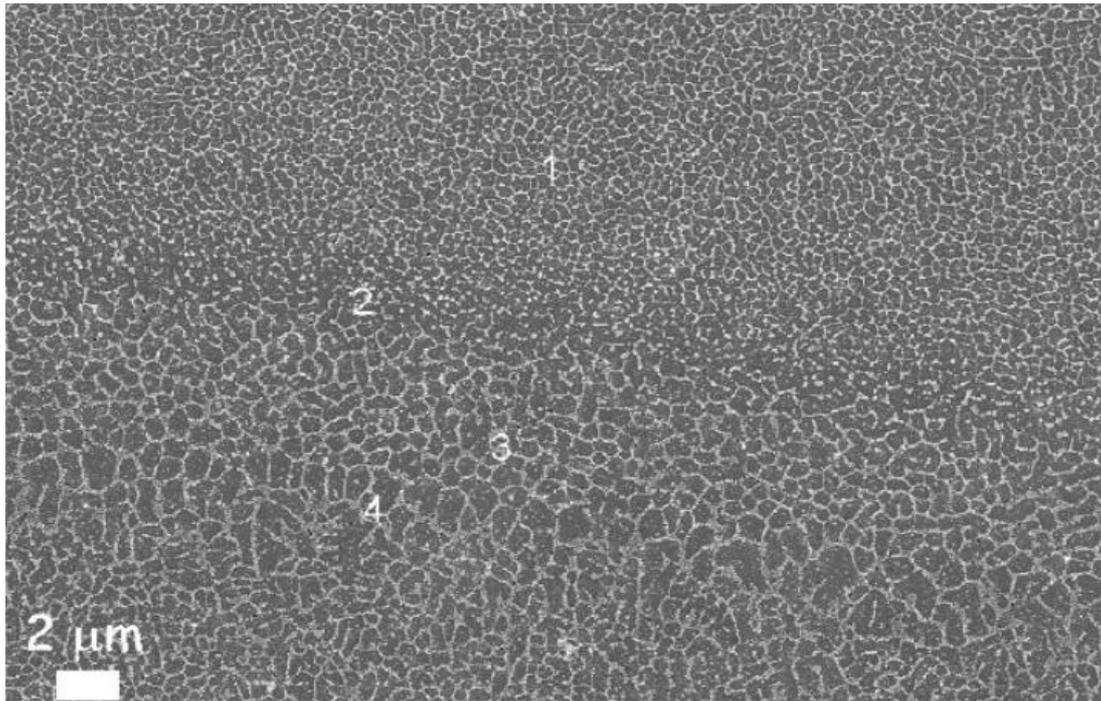


Fig. 2.5 Variazione microstruttura in funzione della pozza di fusione; 1: pozza di fusione centrale; 2,3,4: zona termicamente alterata

Le zone che presentano microstruttura più fine godono di proprietà meccaniche maggiori, perché il grano cristallino fine impedisce maggiormente il movimento delle dislocazioni e quindi diminuisce il rischio di rottura o di formazione di cricche.

Uno dei maggiori vantaggi della tecnologia Additive consiste nel poter modificare i parametri macchina che il costruttore lascia aperti, in modo da influenzare il risultato finale in funzione delle caratteristiche che si vogliono ottenere.

Ad esempio si potrebbero allontanare o avvicinare le pozze di fusione variando la velocità di movimento e la distanza con le quali il laser si muove all'interno della macchina, per ottenere un grano cristallino più o meno fine e influenzare quindi le proprietà meccaniche finali del componente [15].

Tuttavia, grani cristallini troppo fini potrebbero comportare anche dei problemi, rischiando di ottenere un comportamento quasi fragile con carico di rottura non adatto ad applicazioni meccaniche.

Per ottenere microstrutture omogenee che non presentano differenza di dimensione del grano cristallino, si eseguono dei trattamenti termici, i quali portano ad aumentare la dimensione del grano. (Fig. 2.6).

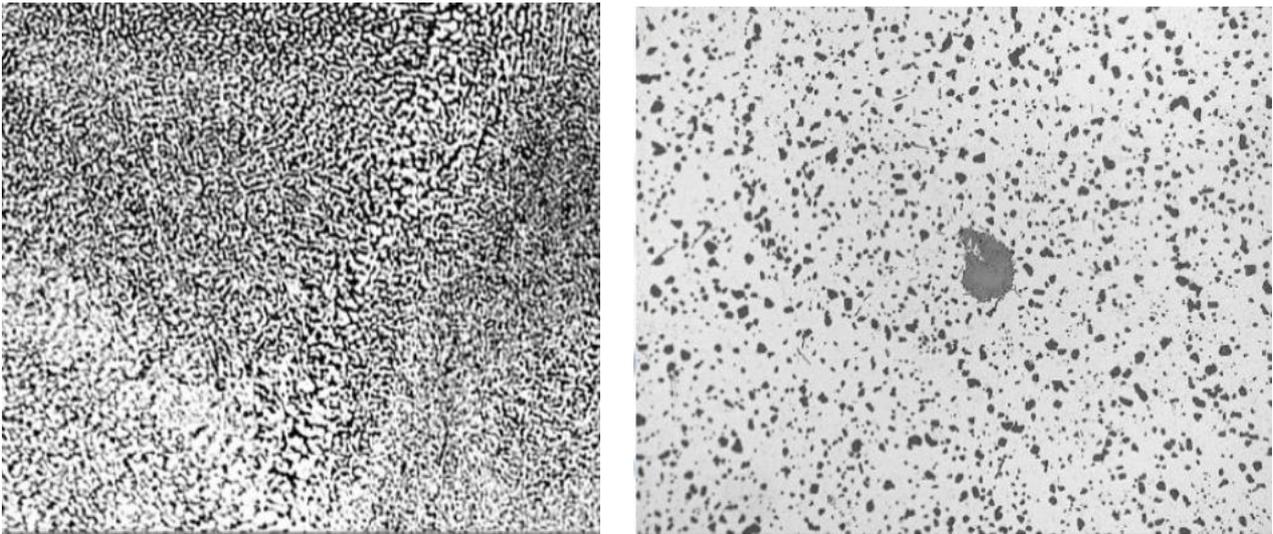


Fig. 2.6 Differenza microstrutture pre e post trattamento termico

La strategia di scansione del laser, tipica della macchina che si utilizza, influisce molto anche sulle porosità interne che si formano tra i vari layer, infatti capita spesso che si riscontri la formazione di idrogeno all'interno, con conseguente aumento della porosità.

I trattamenti termici che si eseguono sulla lega possono servire anche ad eliminare questo tipo di difetto. Si è infatti provato che in seguito ad un trattamento termico eseguito direttamente sulle polveri di AlSi10Mg, si può ridurre le porosità da idrogeno di circa il 50% [10].

In generale, il processo di produzione SLM, comporta elevati gradienti termici, quindi una volta che il componente è completo, sono comunque presenti elevate tensioni termiche residue.

Per evitare quindi il fenomeno di ritiro una volta che il pezzo viene staccato dalla piattaforma di costruzione, si esegue un trattamento termico di *Stress Relieving* ovvero distensione e eliminazione delle tensioni residue.

Il trattamento consiste nel mantenere l'intera piattaforma a 300 °C per due ore. A seguito di tutto ciò, al componente vengono garantite stabilità sia dimensionali che fisiche.

Oltre al semplice trattamento di *Stress Reliving* si possono eseguire dei trattamenti più complessi, i quali vanno a modificare anche la microstruttura della lega, influenzando sulle proprietà meccaniche.

I trattamenti termici più comuni per le leghe di alluminio sono i seguenti [12]:

- T4: il componente viene portato ad una temperatura elevata, provocando il fenomeno della solubilizzazione, ovvero il processo tramite il quale i precipitati di seconde fasi presenti all'interno della microstruttura vengono disciolti nella matrice, rendendo l'intero componente molto omogeneo. Nel caso particolare dell'AlSi10Mg, le particelle di Silicio si uniscono aumentando la dimensione e diminuendo il numero. Successivamente si lascia raffreddare il tutto a temperatura ambiente per circa due settimane, innescando il fenomeno di invecchiamento, che porterà alla formazione di nuove seconde fasi, ma con una disposizione molto più omogenea rispetto alla precedente.
- T6: viene raggiunta anche in questo caso la temperatura di solubilizzazione e si mantiene per lo stesso numero di ore, attivando gli stessi fenomeni; la differenza rispetto al trattamento T4 consiste nel tipo di invecchiamento che si esegue, infatti il T6 prevede un processo non di tipo naturale, ma di tipo artificiale. I pezzi una volta eseguita la solubilizzazione sono soggetti prima ad una tempra in acqua e successivamente vanno rimessi in forno ad una temperatura di circa 160°C per ulteriori 6/7 ore.

Come detto in precedenza, l'esecuzione dei trattamenti provoca una modifica alla microstruttura, e quindi una modifica anche delle proprietà meccaniche.

Una particolarità delle leghe di Alluminio per Additive Manufacturing, consta nella riduzione, da parte di qualsiasi tipo di trattamento termico applicato, delle proprietà meccaniche a trazione rispetto al materiale "As-built", provocando di conseguenza un aumento della percentuale di allungamento a rottura, aumentandone, così, la duttilità [16].

Un parziale recupero delle proprietà a trazione si ha con i trattamenti che prevedono anche una fase di invecchiamento, che sia naturale o no, come ad esempio il T6.

Tipo di trattamento	Durezza [HV]	Rp0.2 [MPa]	UTS [MPa]	Allungamento [%]
Annealing	43 - 49	65 - 79	110 - 116	12 - 14
T4	82 - 96	122 - 140	223 - 231	6 - 8
T6	113 - 125	237 - 253	276 - 280	3 - 5

Tabella 3: Proprietà meccaniche al variare dei trattamenti termici

Il classico grafico sforzo/deformazione è riportato in Fig. 2.8, e grazie ad esso è possibile notare come le caratteristiche meccaniche varino molto a seguito dei trattamenti:

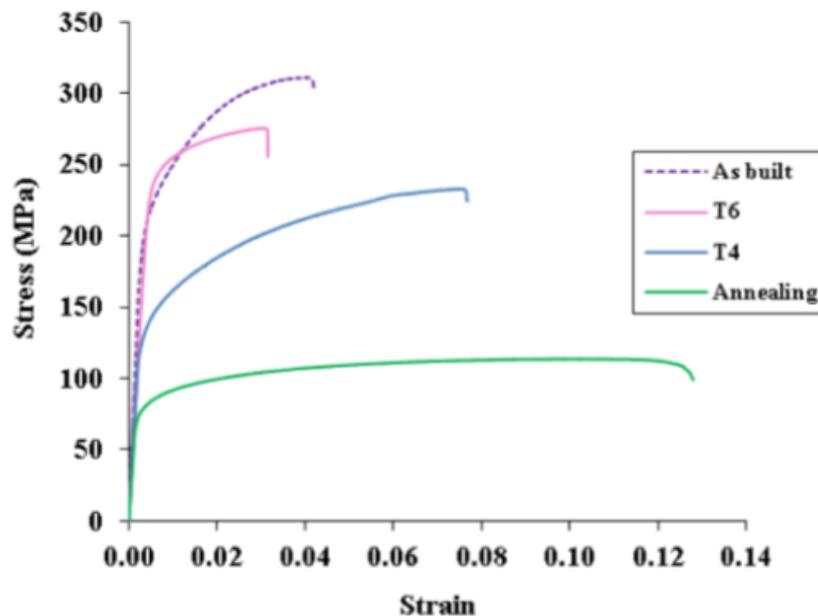


Fig. 2.8 Grafico sforzo-deformazione con trattamenti termici

2.2 Variazione rugosità superficiale in funzione dei parametri di processo della macchina

I parametri di input della macchina possono essere controllati e variati in funzione della qualità superficiale che si vuole ottenere per il componente.

La potenza della sorgente laser determina il livello di gradiente termico raggiungibile e tramite il quale avviene la fusione della polvere, quindi in funzione di questo parametro posso determinare il grado di fusione della polvere, e di conseguenza la qualità e la rugosità superficiale.

La velocità di scansione determina la quantità di energia al quale la polvere è soggetta per ogni passata del laser, quindi anche questo influenza il grado di finitura, poiché minore energia viene fornita alla polvere, minore sarà il grado di fusione di tale, con conseguente aumento della rugosità.

L'orientamento e lo spessore del layer, che deve essere predefinito, possono caratterizzare la superficie in modo importante, infatti tanto minore sarà lo spessore del layer quanto maggiore sarà il livello di finitura superficiale anche in presenza di pareti inclinate, evitando il classico effetto a scalino provocato dallo slicing del componente.

È quindi fondamentale orientare il pezzo in modo da avere il minor numero di superfici inclinate che possano richiedere l'utilizzo dei supporti.

La distanza alla quale avviene il successivo passaggio del laser (hatching distance), influenza il grado di fusione della polvere e quindi anche il livello di rugosità superficiale.

Calignano et al [17] hanno mostrato tramite un DOE specifico, l'influenza che hanno i parametri macchina sulla rugosità superficiale, usufruendo anche degli studi eseguiti da Taguchi.

Quest'ultimo sviluppò un particolare insieme di piani fattoriali frazionari che migliorano i risultati del DOE, quando applicati. Questa tecnica statistica generale ha trovato successo in vari campi, tra cui l'Additive Manufacturing. Grazie agli studi di Taguchi si è in grado di ottimizzare il numero di parametri e di varianti da inserire, diminuendo il numero totale dei test e quindi il costo complessivo della prova.

Il processo SLM è caratterizzato da una sorgente laser, la quale si muove con un valore di scansione fisso (v) andando a fondere la polvere strato dopo strato.

Il diametro della regione di fusione delle polveri è maggiore del raggio fisico della sorgente laser; questa regione è denominata "diametro effettivo del raggio laser" e sarà direttamente proporzionale alla potenza della sorgente e inversamente proporzionale alla velocità di scansione.

A causa di questa differenza tra misura nominale del fascio e misura reale, si preferisce correggere la posizione iniziale del raggio laser rispetto al bordo della sezione da fondere; questa correzione prende il nome di Offset del fascio.

Un altro parametro fondamentale da gestire è la distanza tra due linee di scansione del laser adiacenti, la quale prende il nome di “hatching distance”; se questa distanza risulta essere maggiore del diametro effettivo del raggio laser, le polveri non subiscono una fusione completa e quindi non sono in grado di densificarsi tra loro.

In genere una hatching distance molto piccola comporta una grande densità di tratteggio, e quindi un’elevata resistenza meccanica dovuta alla rifusione.

In generali i parametri sopracitati si possono gestire in funzione del tipo di componente che si vuole realizzare, ma bisogna sempre ricordare che essi verranno impostati in funzione del tipo di materiale da trattare e dalle specifiche della macchina.

La rugosità superficiale è una delle caratteristiche fondamentali che viene determinata in funzione dei parametri che sono impostati nella macchina, ma oltre alla scelta dei parametri macchina adeguati, il livello di rugosità superficiale è gestibile anche attraverso dei processi di finitura superficiale, i quali però dovranno essere eseguiti in una fase di post-processing [17].

Un classico trattamento superficiale è la pallinatura; esso è un processo di lavorazione a freddo in cui la superficie di una parte è “bombardata” da piccole sfere, spesso composte dallo stesso materiale che si sta trattando.

Questo processo induce delle tensioni superficiali aumentando la resistenza a fatica del materiale, e in contemporanea diminuisce in modo significativo la rugosità superficiale.

La pressione con la quale vengono lanciate le palline sulla superficie può variare, ovviamente variando anche i risultati ottenuti.

3 Test di misurazione della Durezza

La durezza è un valore numerico che indica la caratteristica di deformabilità plastica di un materiale, venendo quindi definita come resistenza alla deformazione permanente [18].

La durezza può essere misurata tramite diversi test, su scale convenzionali relative al test applicato.

I valori vengono quindi determinati secondo vari metodi, definiti come Brinell, Vickers e Rockwell, i quali si differenziano in base alla tipologia del penetratore, i valori diversi dei carichi applicati e la metodologia dell'applicazione del carico stesso.

Convenzionalmente, la durezza è definita come il rapporto tra il carico applicato e la superficie dell'indentazione residua, dopo la rimozione del carico.

Tutte le tipologie di prove sopra elencate vengono eseguite rispettando gli stessi canoni, ovvero eseguendo una compressione del penetratore sulla superficie del metallo.

Il penetratore, solitamente avente la forma di sfera, piramide o cono, è costituito da un materiale solitamente molto più duro del materiale che viene provato, ad esempio acciaio temprato, carburo di tungsteno o diamante.

La maggior parte delle prove di durezza standardizzate prevede una lenta applicazione di una forza nota, che andrà a comprimere il penetratore in direzione perpendicolare alla superficie del metallo in prova, in modo da realizzare una impronta.

Il valore empirico di durezza viene calcolato in funzione dell'area dell'impronta e della sua profondità, quindi varierà in base al tipo di penetratore e carico applicato. Pertanto, se su uno stesso materiale si eseguono prove di durezza con metodi differenti, si ottengono indici differenti, infatti bisogna sempre specificare la tipologia della prova eseguita quando si forniscono degli indici di durezza.

Le prove di durezza sono largamente utilizzate perché prevedono diversi vantaggi: [18]

- Possono essere eseguite direttamente sul pezzo in esame;
- Non distruggono né alterano l'organo sottoposto alla prova;
- Forniscono indici di confronto per un giudizio sulle qualità dei materiali;
- Stabiliscono il grado di lavorabilità alle macchine utensili.

Tuttavia con l'avanzare della tecnologia si stanno affermando delle nuove tecniche di misura per le caratteristiche meccaniche dei materiali, come ad esempio il test di penetrazione strumentata (IIT), tramite il quale è possibile

risalire ai valori di durezza e modulo elastico grazie all'analisi di una curva di carico e scarico effettuata tramite l'utilizzo di appositi trasduttori.

I sensori di forza e spostamento misurano istante per istante il carico applicato e la profondità dell'impronta creata dal penetratore, riuscendo a fornire dei valori alla fine della prova senza l'utilizzo di particolari microscopi, i quali sono necessari con le prove di durezza classiche, al fine di misurare le impronte. Questo ha permesso di superare i tradizionali limiti dovuti alla risoluzione laterale dei microscopi, per effettuare caratterizzazioni meccaniche a scale nano. Nei paragrafi successivi verranno analizzate nello specifico due tipologie di prove, le quali sono state eseguite per la caratterizzazione sperimentale dei provini realizzati in AlSi10Mg.

3.1 Test di Durezza Brinell

La norma che illustra le modalità di esecuzione della prova di durezza Brinell è la UNI EN ISO 6506 [19].

Il metodo di durezza Brinell viene usato in prevalenza per materiali teneri, quali acciai dolci, ottoni, leghe leggere, e consiste nel premere una sfera levigata in acciaio temprato o di metallo duro di diametro D , per un prestabilito intervallo di tempo, con una prestabilita forza di prova F , contro la superficie del pezzo in esame.

Successivamente si misurerà il diametro medio d dell'impronta dopo la rimozione del carico di prova.

Il carico massimo deve essere raggiunto gradualmente, per poi essere mantenuto per un periodo variabile da 10 a 15 secondi.

L'indice di durezza Brinell è dato dal rapporto tra il valore del carico massimo e quello della superficie dell'impronta riscontrabile sul materiale.

Questo rapporto è prima moltiplicato per una costante il cui scopo è quello di convertire la forza da N in kgf.

I parametri fondamentali per il calcolo vengono riportati in Fig. 3.1 [19]:

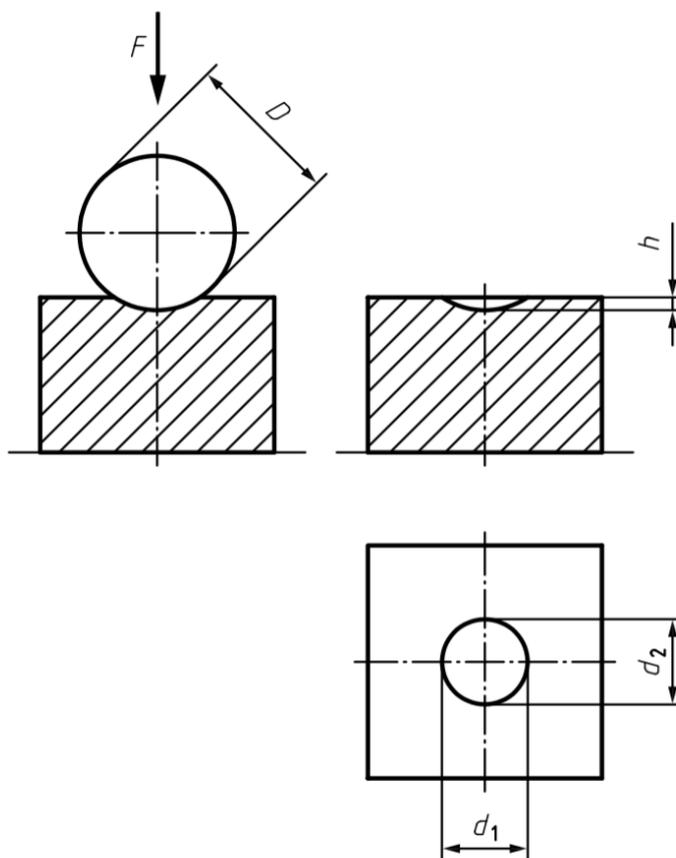


Fig. 3.1 Grandezze fondamentali per la prova Brinell

Dove:

- D : Diametro della sfera penetratrice;
- F : Carico di prova;
- d : Diametro medio dell'impronta, ottenuto dalla semi-somma delle due diagonali d_1 e d_2 , misurate approssimativamente con una rotazione di 90° ;
- h : Profondità di penetrazione

$$h = \frac{D}{2} \left(1 - \sqrt{1 - \frac{d^2}{D^2}} \right) \quad (3.1)$$

L'indice di durezza Brinell verrà quindi esplicitato in funzione di queste grandezze, come riportato in seguito:

$$HBW = 0,102 \times \frac{2F}{\pi D^2 \left(1 - \sqrt{1 - \frac{d^2}{D^2}} \right)} \quad (3.2)$$

La costante è pari a:

$$0,102 \approx \frac{1}{9,8065} \quad (3.3)$$

dove il denominatore è pari al fattore di conversione da kgf a N.

Oltre a quelle già citate, ci sono altre condizioni da rispettare affinché la prova risulti valida:

- Il componente testato deve poggiare su un supporto rigido per evitare qualsiasi movimento durante la prova;
- La superficie sulla quale si esegue l'impronta deve essere liscia, piana ed esente da ossidi e materie estranee;
- Il carico deve agire sulla sfera perpendicolarmente alla superficie da provare e raggiungere gradualmente il valore massimo senza interruzioni;
- Per evitare errori accidentali è consigliabile eseguire più di due prove sullo stesso componente.

3.2 Test di Penetrazione strumentata

Il test di Indentazione strumentata si sta affermando come un metodo di misura importante per la valutazione delle caratteristiche meccaniche di un materiale in risposta ad un carico applicato.

La tecnica è basata sulla continua registrazione del carico applicato e della profondità di penetrazione del penetratore, durante tutto il ciclo di carico e scarico.

Il test può essere eseguito controllando lo spostamento del penetratore o la forza applicata, ottenendo risultati coerenti con la tipologia della prova.

La tecnica consente la determinazione della durezza senza la necessità di misurare la profondità dell'orma residua prodotta da una forza applicata tramite un penetratore. Ciò risulta particolarmente utile quando si utilizzano nanoindentazioni, che non permettono di risolvere l'area dell'impronta tramite i tradizionali metodi ottici [20].

Inizialmente era utilizzata per valutare la durezza e il modulo elastico di materiali con volume piccolo e film sottili, ma allo stato attuale è possibile analizzare una vasta gamma di comportamenti meccanici del materiale come il lavoro di deformazione elastico e plastico, frattura, tensioni residue e il comportamento delle dislocazioni nel tempo [21].

Il primo standard sviluppato per affrontare un metodo di prova per misurare una "durezza universale", oggi conosciuta come durezza "Martens" era il DIN 50359 [22], all'interno del quale era definito il metodo del test e la calibrazione della durezza per la macchina di prova.

Di seguito è riportata la struttura iniziale per lo sviluppo della norma internazionale ISO 14577 volta a regolare la prova di indentazione strumentata [23]:

- ISO 14577-1: Metodologia del test.
- ISO 14577-2: Verifica e calibrazione delle macchine da test.
- ISO 14577-3: Taratura dei blocchetti di riferimento
- ISO 14577-4: Metodo di prova per rivestimenti metallici e non metallici

All'interno della ISO 14577-1 sono presenti tre range di applicazione per il test di indentazione strumentata:

- Nano range: $h_{max} \leq 200$ nm.
- Micro range: $h_{max} > 200$ nm e $F_{max} < 2$ N.
- Macro range: 2 N $\leq F_{max} \leq 30$ kN

L'indentazione strumentata (IIT) è attualmente diffusa e ampiamente utilizzata nel campo della nano- e micro-durezza.

La natura localizzata di questi test consente di mappare le proprietà meccaniche di componenti reali o di campioni molto piccoli.

D'altro conto hanno lo svantaggio di non essere sempre rappresentative del comportamento meccanico medio del materiale, e proprio per questo è presente la macro-indentazione, ritenuta più adatta a caratterizzare il comportamento elastico e plastico dei materiali strutturali e stabilire una possibile correlazione tra indentazione e proprietà di trazione.

Il metodo di misurazione e l'analisi dei dati ottenuti dalla prova sono riportati in dettaglio nella ISO 14577-1.

In una prova strumentata di indentazione si registra, mediante appositi sensori, il carico e lo spostamento del penetratore durante un ciclo controllato formato da carico, mantenimento alla massima forza e scarico.

Le quantità misurate nello stesso momento saranno quindi, forza applicata F e profondità di indentazione h .

Dall'analisi di questi due parametri si ottengono le curve di indentazione (IC), che hanno il tipico andamento riportato in Fig. 3.1 [24]:

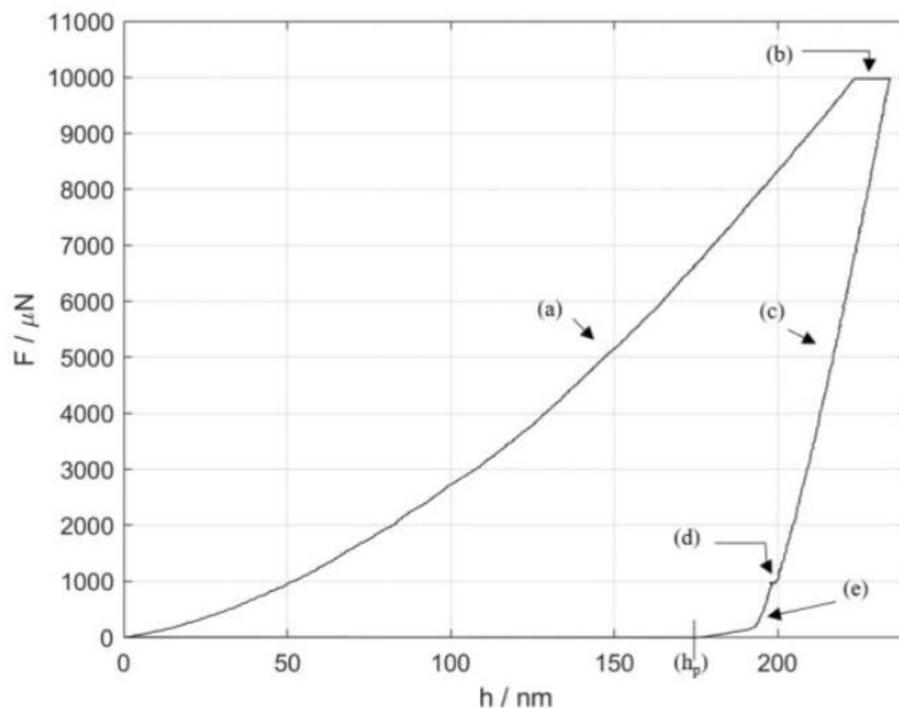


Fig. 3.1 Andamento tipico delle curve di indentazione

- (a): Curva di carico;
- (b): Mantenimento al valore di carico max per compensare l'effetto creep;
- (c): Curva di scarico;

- (d): Procedura non-standard, mantenimento al 10% del carico max per compensare il drift termico;
- (e): Scarico finale con raggiungimento del valore di profondità di indentazione plastica h_p .

Tramite le curve di indentazione, è possibile estrarre alcuni importanti parametri, i quali saranno utili per il calcolo di molte proprietà meccaniche differenti.

I parametri estrapolabili dalle curve sono i seguenti [23]:

- h_0 : Punto zero, ovvero il punto di primo contatto;
- h_{max} : Massima profondità di penetrazione della punta del penetratore sul provino;
- F_{max} : Massima forza applicata dal penetratore;
- S_M : Tangente alla curva di carico nel punto h_{max} ;
- h_p : Profondità plastica, ovvero l'ultimo punto di contatto corrispondente al risultato della deformazione plastica dell'indentazione quando la deformazione elastica è stata completamente recuperata.

La Fig.3.2 mostra una rappresentazione schematica della sezione delle superfici di penetratore e materiale, ritenute importanti ai fini della corretta misurazione:

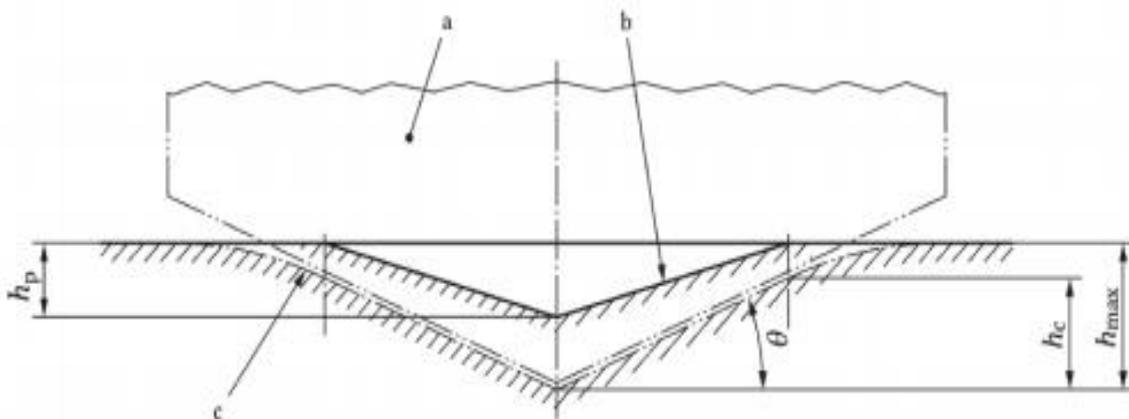


Fig. 3.2 Rappresentazione schematica della sezione trasversale di un'indentazione nel caso di "sink-in"

Dove:

- a: Superficie sezionata del penetratore;
- b: Superficie plastica residua relativa ad un'indentazione effettuata su un corpo avente una risposta perfettamente plastica;
- c: Superficie del campione testato quando arrivo alla massima profondità di indentazione e quindi il carico massimo applicato;

- θ : Massimo angolo tra la superficie del campione e il penetratore.

Il maggior vantaggio di questa metodologia di misura è che i parametri di indentazione permettono di valutare senza la necessità di nessun microscopio e nessuna dipendenza dell'operatore, l'area di contatto A_c coinvolta nella definizione di durezza nel caso delle prove strumentate.

Tramite le curve di indentazione è anche possibile valutare il lavoro elastico e quello plastico svolti sul materiale da parte del penetratore, considerando l'area sottesa dalla curva di scarico e dalla curva di carico, rispettivamente, , come visibile in Fig. 3.3:

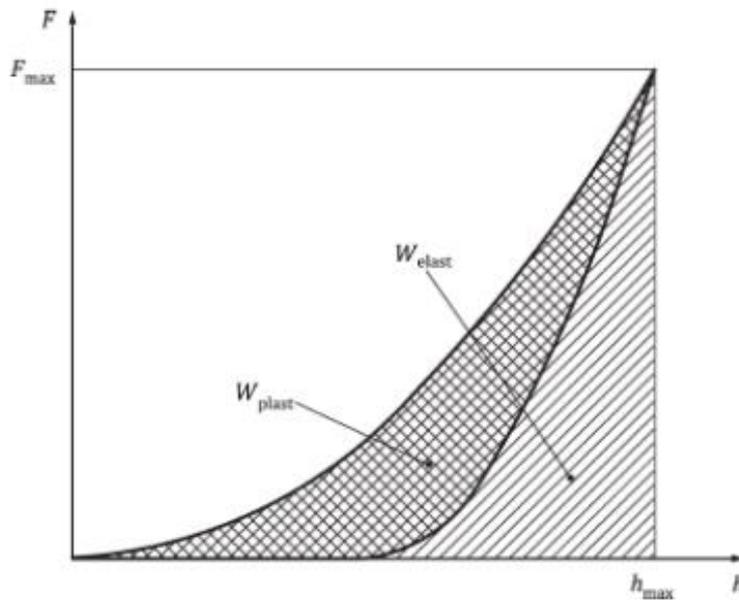


Fig. 3.3 Parte elastica e plastica del lavoro di indentazione

Nei paragrafi successivi verrà chiarito a livello analitico il calcolo delle caratteristiche meccaniche più rilevanti, ovvero la durezza di indentazione, E_{IT} , la durezza Martens, HM , ed il modulo di indentazione, E_{IT} .

Al fine di eliminare il problema del drift termico, è previsto, secondo alcune pratiche definite in letteratura [20], un secondo mantenimento, oltre che al valore massimo del carico applicato, durante la fase di scarico quando si arriva ad un carico pari al 10% rispetto all' F_{max} , come riportato nel ciclo in Fig. 3.4:

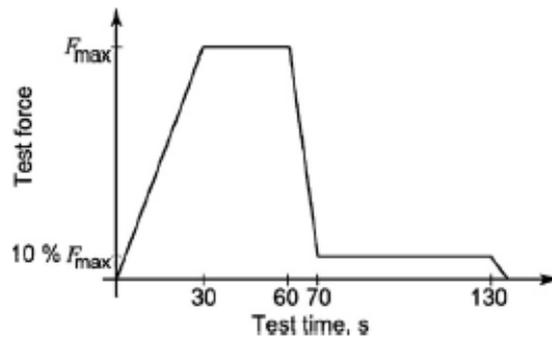


Fig. 3.4 Grafico del carico applicato rispetto al tempo di prova

La normativa ISO prevede inoltre che il provino debba essere perpendicolare alla direzione di applicazione della forza di prova.

La superficie deve essere adeguatamente trattata in modo che il livello di rugosità sia tale da eseguire la prova in modo preciso. In particolare, la rugosità superficiale Ra del provino dovrebbe essere inferiore al 5% della profondità massima dell'indentazione per la scala macro- e micro-, mentre nella scala nano, questo non può sempre essere possibile.

Per escludere l'influenza del supporto del provino sulla misura della durezza e del modulo elastico, lo spessore del provino dovrebbe essere almeno 10 volte maggiore rispetto alla profondità di indentazione, o 3 volte il diametro di indentazione massimo.

Esistono svariati strumenti sviluppati per eseguire il test di penetrazione strumentata; questi, montano, a seconda del produttore, diversi trasduttori di forza, es. sistemi elettromagnetici, capacitivi e induttivi, e di spostamento del penetratore, es. induttivi e capacitivi.

3.3 Valutazione delle proprietà meccaniche

La valutazione delle proprietà meccaniche tramite IIT si fonda sulla teoria del contatto elastico elaborata da Hertz e poi raffinata da Sneddon [20].

Sulla base di queste, Olivier e Pharr [21] e Field e Swain [25] hanno sviluppato i metodi per ottenere, dai dati grezzi di misura, le proprietà meccaniche.

Per la determinazione della durezza e del modulo elastico è richiesta l'area di contatto tra il penetratore e il provino.

L'area di contatto si determina conoscendo la geometria del penetratore e la profondità alla quale si arriva a seguito del contatto (h_c), attraverso la funzione d'area del penetratore.

La profondità di contatto h_c effettiva sarà data dalla formula:

$$h_c = h_{max} - \varepsilon(h_{max} - h_r) \quad (3.4)$$

Dove ε è una costante che dipende dalla geometria del penetratore, mentre h_r sarà pari all'intercetta della tangente alla curva di scarico misurata al punto F_{max} , rispetto all'asse delle ascisse che corrisponde a quello della profondità di indentazione, Fig. 3.6.

$$h_r = h_{max} - \frac{F_{max}}{S} \quad (3.5)$$

Con S pari al valore della rigidità di contatto.

Recenti studi hanno dimostrato che per determinare in modo corretto l'area di contatto A_p , non bisogna considerare un vertice per l'intersezione delle facce piramidali del penetratore, bensì la presenza di un segmento di lunghezza t che prende il nome di *offset* [26]:

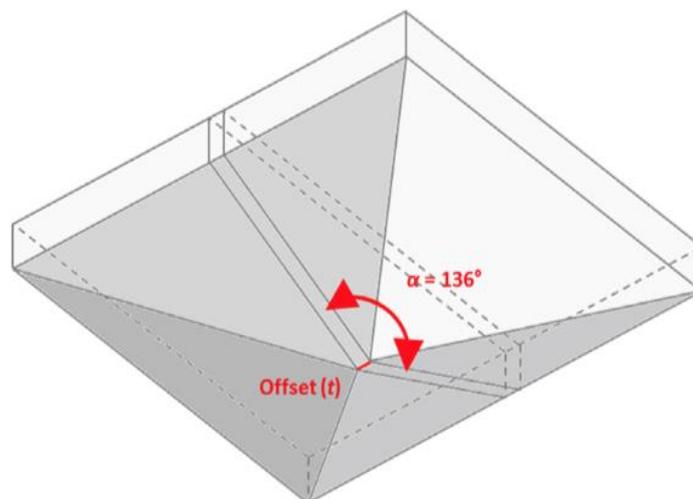


Fig. 3.5 Particolare del segmento Offset

Con il metodo Field-Swain, la prova viene eseguita con un penetratore sferico, e vengono utilizzati due punti sulla curva di scarico per risalire alla profondità effettiva di contatto, mentre con il metodo Olivier-Pharr o di Doerner-Nix, che si riferisce all'uso di un penetratore Berkovich o Vickers, viene utilizzata la pendenza della curva di scarico valutata nel punto di massima profondità, e quindi quando il carico applicato è il massimo.

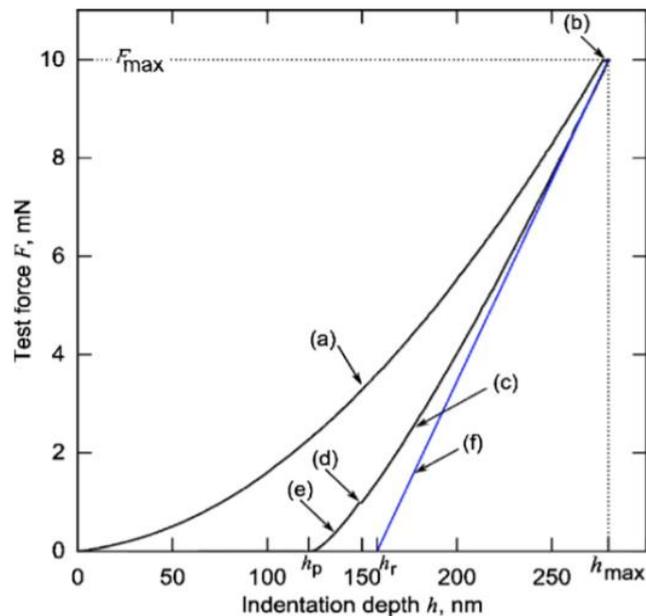


Fig. 3.6 Calcolo del parametro h_r tramite tangente alla curva di scarico

Per la determinazione del parametro h_r è fondamentale descrivere in modo analitico la parte iniziale della curva di scarico, in modo da definire la rigidità del contatto (S) e per fare ciò possono essere utilizzati due tipologie di approccio: [26]

- a) Metodo di estrapolazione lineare: in questo caso si assume come ipotesi quella che la prima parte della curva di scarico sia lineare, e quindi è molto semplice estrarre l'intercetta che intersecherà l'asse delle ascisse, ovvero quello rappresentante gli spostamenti. Questo metodo è raccomandato per materiali altamente plastici, dove il recupero elastico risulta minore del 10% rispetto al valore di h_{max} .
- b) Metodo della legge di potenza: questa metodologia riconosce il fatto che la prima parte della curva di prova non è lineare, ma può essere descritta da una semplice legge di potenza, che risolve generalmente il problema di Boussinesq, [20] :

$$F = B \times (h - h_p)^m \quad (3.6)$$

Dove:

- B è una costante.
- m è un esponente che dipende dalla geometria del penetratore e dalla plasticità del contatto.

B e m sono determinati adattando la legge di potenza sopra descritta alla curva dei dati riguardanti la fase di rimozione della forza.

Conoscendo i vari parametri riguardanti le profondità di contatto e avendo delle informazioni sulla geometria del penetratore, si potranno calcolare le proprietà meccaniche di interesse, come mostrato nei paragrafi successivi.

3.3.1 Durezza Martens

La durezza Martens, HM, è misurata a seguito dell'applicazione della forza di prova.

Essa è definita tramite le curve di sforzo-deformazione tipiche delle prove, nella fase di aumento della forza, e preferibilmente negli istanti successivi che si è raggiunto il valore di forza prefissato.

La durezza Martens tiene in considerazione la deformazione sia elastica che plastica, quindi il parametro può essere calcolato per tutti i materiali.

Questo parametro è misurabile tramite penetratori Vickers e Berkovich di forma piramidale. Fig. 3.7 [20]:

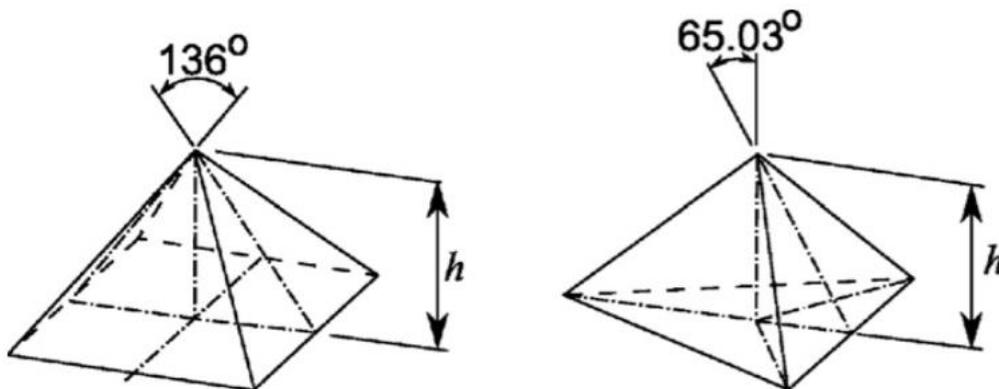


Fig. 3.7: Geometria penetratore Vickers (sinistra) e Berkovich (destra)

La durezza sarà espressa come il rapporto tra la forza applicata e l'area superficiale del penetratore (A_s) al di sotto del punto di primo contatto; il valore è espresso in GPa, e la formula è la seguente:

$$HM = \frac{F}{A_s} \quad (3.7)$$

Conoscendo la tipologia di penetratore è possibile calcolare il valore dell'area superficiale, in funzione dell'angolo α caratteristico della geometria [23]:

a) Penetratore Vickers

$$A_s = \frac{4 \times \sin\alpha}{\cos^2\alpha} \times h^2 \quad (3.8)$$

Conoscendo il valore dell'angolo α , l'espressione diventa:

$$A_s = 26,43 \times h^2 \quad (3.9)$$

b) Penetratore Berkovich

$$A_s = \frac{3 \times \sqrt{3} \times \tan \alpha}{\cos \alpha \times h^2} \quad (3.10)$$

Per il penetratore Berkovich originale il valore dell'angolo α è pari a $65,03^\circ$ quindi il valore dell'area superficiale sarà:

$$A_s = 26,43 \times h^2 \quad (3.11)$$

Mentre per un penetratore Berkovich modificato si avrà $\alpha=65,27^\circ$ e quindi:

$$A_s = 26,98 \times h^2 \quad (3.12)$$

Per un'indentazione che conta una profondità minore di $6 \mu\text{m}$, la funzione d'area del penetratore non può essere assunta perfettamente come quella teorica, dato che tutti i penetratori hanno un arrotondamento sulla punta, e le punte che terminano in modo sferico non presentano un raggio uniforme. Conseguentemente, è necessario introdurre una funzione d'area $A(h)$ che introduca queste deviazioni dalla geometria nominale e che permetta la taratura della funzione d'area, e dunque l'utilizzo del penetratore, anche con una ragionevole usura. Per esempio, per penetratori quali Vickers e Berkovich, si suppone:

$$A_s = a_2 h^2 + a_1 h + a_0 \quad (3.13)$$

dove a_i provengono da taratura.

In Fig. 3.8 viene riportato il grafico che specifica che tipo di durezza Martens può essere calcolata in funzione del range di carico applicato [23]:

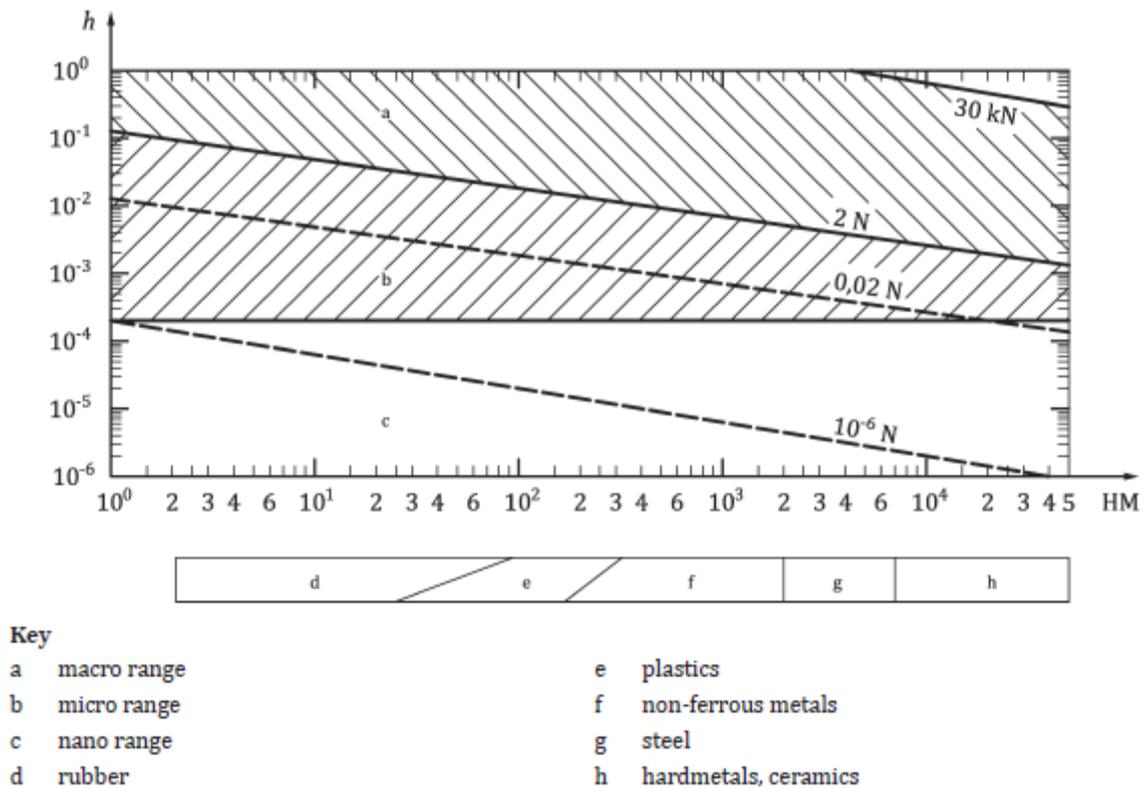


Fig. 3.8: Relazione tra la durezza, il carico e la profondità di indentazione

Analizzando un materiale disomogeneo, si può avere una variazione della durezza in funzione della profondità di penetrazione della prova e, in questo caso, non si può usare un'unica regressione lineare per definire il valore di durezza, bensì si deve calcolare la derivata della profondità di penetrazione rispetto alla radice quadrata della forza, in modo da ottenere la seguente formula: [23]

$$HM_{diff} = \frac{1}{\left(\frac{\partial h}{\partial \sqrt{F}}\right)^2} \times \frac{A_s}{h^2} \quad (3.14)$$

Con $A_s/h^2 = 26,43$ per indentatori di tipo Vickers e Berkovich.

3.3.2 Durezza di indentazione

La durezza di indentazione misura la resistenza del materiale sulla deformazione permanente che è presente nel provino a seguito della prova.

Essa può essere calcolata mediante la seguente formula [23]:

$$H_{IT} = \frac{F_{max}}{A_p} \quad (3.15)$$

Dove:

- F_{max} è la massima forza applicata durante la prova
- A_p è la proiezione dell'area di contatto tra il penetratore e il provino

Il valore della proiezione d'area dipende sicuramente dalla profondità di contatto effettiva h_c , la quale può essere ricavata dalla formula 3.4.

Il parametro ε varia nell'intervallo 0.6-0.8, e il suo valore dipende dalla geometria del penetratore e dall'estensione della resa plastica nel contatto.

Esso può essere calcolato in due differenti modi:

1. Utilizzando la funzione gamma Γ

$$\varepsilon(m) = m \times \frac{(h_{max} - h_c)}{h_{max}} = m \times \left[1 - \frac{1}{\sqrt{\pi}} \frac{\Gamma\left(\frac{m}{2m-2}\right)}{\Gamma\left(\frac{2m-1}{2m-2}\right)} \right] \quad (3.16)$$

con m che dipende dalla geometria del penetratore e dalla plasticità del contatto.

2. Utilizzando un'approssimazione che introduce un errore del 0.5% per un range di m che va da 1,05 a 5

$$\varepsilon(m) = \frac{0.08158}{\sqrt{m - 0.94}} - \frac{0.61679}{(m - 0.94)^{0.02}} + \frac{1.26386}{(m - 0.94)^{0.001}} \quad (3.17)$$

Per una profondità di indentazione maggiore di 6 μm , una prima approssimazione dell'area A_p è data dalla forma teorica del penetratore, quindi ottengo le seguenti formule:

a. Penetratore Vickers

$$H_{IT} = \frac{F_{max}}{A_p(h_c)} = 4h_c^2 \tan^2 \alpha \quad (3.18)$$

b. Penetratore Berkovich

$$H_{IT} = \frac{F_{max}}{A_p(h_c)} = (3 \times \sqrt{3})h_c^2 \tan^2 \alpha \quad (3.19)$$

$A_p(h) = 24.50 \times h^2$ per un penetratore Vickers ($2\alpha = 136^\circ$),

$A_p(h) = 23.97 \times h^2$ per un penetratore Berkovich originale ($\alpha = 65.03^\circ$),

$A_p(h) = 24.49 \times h^2$ per un penetratore Berkovich modificato ($\alpha = 65.27^\circ$).

Anche in questo caso le deviazioni dalla geometria nominale e l'usura vengono introdotte con l'approssimazione definita in Eq.(3.13)

3.3.3 Modulo di Indentazione

Il modulo di indentazione E_{IT} rappresenta una stima del modulo di Young del materiale sottoposto alla prova, il quale esprime il rapporto tra la tensione e la deformazione dovuti al carico applicato.

Una prima stima del Modulo Ridotto può essere eseguita secondo la seguente formula:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2C_s\sqrt{A_p}(h_c)} \quad (3.20)$$

- C_s : Pendenza della curva di rimozione della forza del test (dh/dF), valutata nel punto di Forza Massima, con $C_s=1/S$

Questo valore dovrà successivamente essere corretto in funzione dello spostamento radiale della superficie, arrivando così al parametro $E_{r,n}$, dove n è pari al numero di iterazioni eseguite per la correzione.

Un ulteriore parametro calcolabile, conoscendo il rapporto di Poisson del materiale, è il Modulo di deformazione piana:

$$E^* = \frac{1}{\frac{1}{E_{r,n}} - \frac{1 - (\nu_i)^2}{E_i}} = \frac{E_{IT}}{1 - (\nu_s)^2} \quad (3.21)$$

Infine il Modulo di Indentazione può quindi essere espresso secondo la seguente relazione:

$$E_{IT} = \frac{1 - (\nu_s)^2}{\frac{1}{E_{r,n}} - \frac{1 - (\nu_i)^2}{E_i}} \quad (3.22)$$

E come si può notare dalla formula, esso può essere messo in relazione al Modulo di Young caratteristico del materiale.

I parametri utilizzati per la caratterizzazione del modulo di indentazione saranno quindi:

- ν_s : Rapporto di Poisson del provino
- ν_i : Rapporto di Poisson del penetratore

- E_r : Modulo ridotto del contatto di indentazione
- E_i : Modulo del penetratore
- A_p : Area di contatto proiettata, pari anche al valore dell'area di funzione del penetratore alla profondità di contatto h_c

Per un valore di $h_c > 6\mu\text{m}$ questa area di contatto vale:

- $\sqrt{A_p} = 4,950 * h_c$ per un penetratore Vickers e un penetratore Berkovich modificato
- $\sqrt{A_p} = 4,895 * h_c$ per un penetratore Berkovich classico

È anche utilizzato il parametro correttivo per lo spostamento radiale ϵ (0.6 – 0.8); questo risulta essere molto piccolo per i materiali metallici (<5%) ma può raggiungere valori pari al 5% o maggiori per materiali elastici.

4 Metodologia attività sperimentale

L'attività sperimentale è stata svolta interamente all'interno dei laboratori del CRF (Centro Ricerche FIAT), situati nello stabilimento di Mirafiori, grazie ad una collaborazione tra il Politecnico di Torino ed FCA, volta a incrementare lo stato dell'arte delle nuove tecnologie di Additive Manufacturing, e soprattutto per comprendere le potenzialità di nuove prove di durezza non distruttive, come il test di penetrazione strumentata, adottate su un materiale come l'AlSi10Mg, che dato il particolare processo di produzione risulta avere microstruttura complessa.

Di seguito verrà riportata l'intera procedura di preparazione dei 30 provini realizzati con l'ausilio della macchina Additive EOS M290, presente all'interno del reparto *prototype* di FCA.

I provini suddivisi in tre blocchi, ognuno formato da 10 di questi, sono stati sottoposti a differenti trattamenti termici, al fine di evidenziare differenze sistematiche nelle caratteristiche meccaniche.

La ricerca di queste differenze non si concentrerà esclusivamente sui trattamenti termici differenti, ma data la tecnologia additive utilizzata per la creazione dei campioni, si analizzeranno le superfici sui due piani di crescita, ovvero la superficie piana XY, e quella verticale Z.

All'interno dei successivi paragrafi si elencheranno le differenti tipologie di prove eseguite per la caratterizzazione del materiale, il tutto seguito dai rispettivi risultati.

4.1 Preparazione dei provini

I provini sono stati realizzati tramite una macchina EOS M290, la quale è stata impostata con i seguenti parametri fissi:

- Scan Speed: 1300 mm/s
- Potenza: 370 W
- Offset del raggio: 0,020 mm
- Hatching lungo il piano X: 0,19mm
- Overlap delle strisce: 0,02 mm

Inizialmente sono stati prodotti 10 parallelepipedi con forma a tripla clessidra, in modo che da ognuno di essi si potessero ricavare 3 provini, per un totale di 30. Le dimensioni originali erano quindi:

- Base: 1,5×1,5 cm
- Altezza: 7 cm

In figura 4.1 è visibile la geometria originale dei campioni:

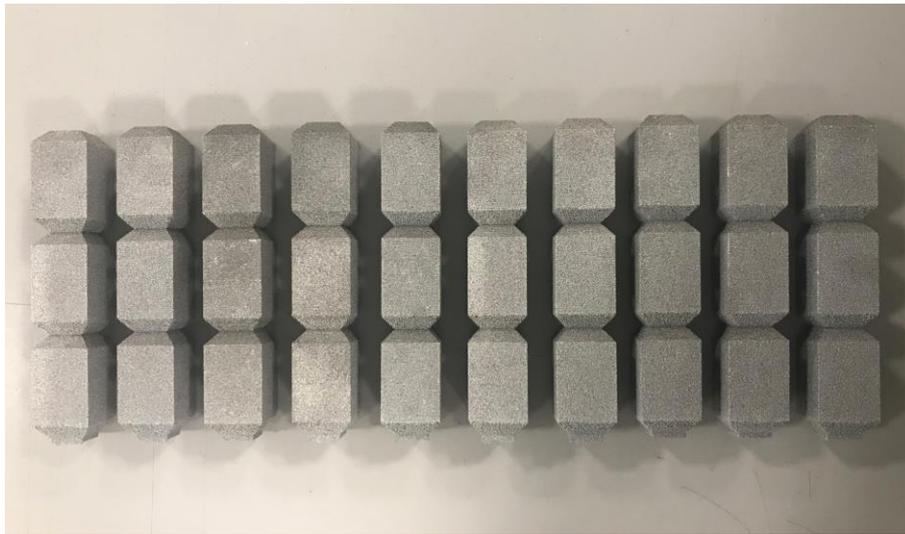


Fig. 4.1: Geometria originale dei campioni prodotti dalla EOS M290

La prima operazione eseguita è stata quella della suddivisione di ogni singola barra in tre parti uguali, il tutto con l'ausilio di una troncatrice a disco (Fig. 4.2), facendo attenzione a mantenere le superfici parallele in modo da non avere problemi per le successive prove di durezza.

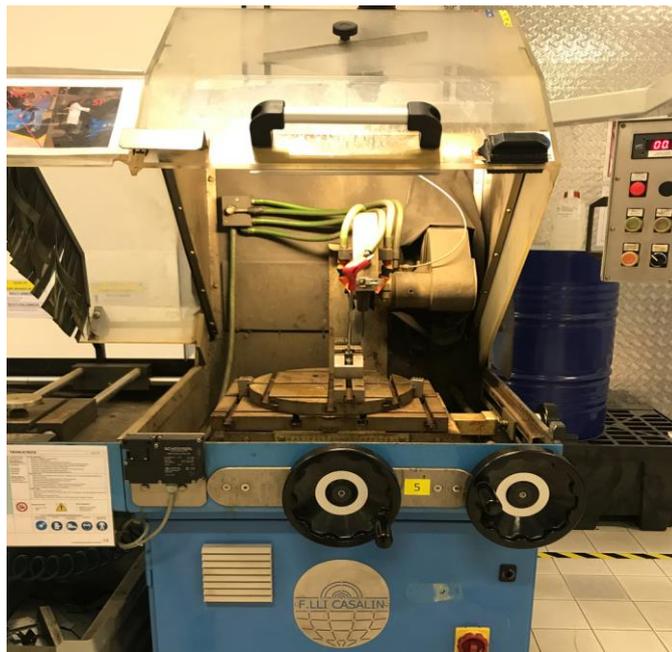


Fig. 4.2: Troncatrice a disco – F.lli Casalin – (CRF)

Le dimensioni finali per ogni singolo provino saranno:

- Base: 1,5×1,5 cm
- Altezza: 2 cm

Dopo aver eseguito la separazione, la fase successiva e necessaria per procedere correttamente con la prova di nanoindentazione strumentata, è stata la lucidatura a specchio delle superfici di ogni campione.

Il procedimento è stato effettuato sulle superfici sia del piano di costruzione orizzontale XY, sia su quelle verticali Z, in modo da poter analizzare la corretta forma dell'impronta del penetratore tramite il microscopio ottico installato all'interno della macchina.

L'elevata rugosità superficiale tipica dei prodotti realizzati con tecnologie Additive, ha reso necessario l'utilizzo di diverse tipologie di dischi abrasivi, passando da un primo disco con capacità abrasiva elevata per smussare le pronunciate asperità superficiali, fino ad arrivare a dei dischi più di precisione per rendere la superficie lucida.

La lucidatrice utilizzata e alcuni dei campioni alla fine del trattamento sono riportati in figura 4.3:



Fig. 4.3: Lucidatrice – Presi – (CRF); Provini dopo il trattamento di lucidatura

4.2 Esecuzione trattamenti termici

Una volta conclusa la prima parte della preparazione, i campioni sono stati suddivisi in tre sottogruppi, ognuno composto da 10 di questi.

Il tutto per realizzare tre tipi di trattamenti termici differenti, poiché una delle finalità ultime della trattazione è proprio quella di evidenziare differenze sistematiche sulle caratteristiche meccaniche, in particolare sulla durezza, in funzione del trattamento eseguito.

Le tre differenti tipologie di trattamento sono le seguenti:

- *Provini As Built*: Questi non hanno subito nessun tipo di trattamento termico in supplemento, quindi la microstruttura che si andrà ad analizzare è quella caratteristica del processo produttivo SLM con la quale tutti i campioni sono stati costruiti, dato che non è presente alcuna differenza tra le barre realizzate in origine.
- *Provini con trattamento Stress Relieving*: Questo particolare trattamento termico viene realizzato al termine del processo produttivo, al fine di eliminare eventuali tensioni residue all'interno del componente. Il processo SLM comporta il raggiungimento di un'elevata temperatura in un breve lasso di tempo e il successivo raffreddamento, anch'esso immediato, comportano elevati gradienti termici, quindi dilatazioni termiche cicliche che superano la massima deformazione elastica del materiale, generando delle tensioni residue interne. In generale per evitare il danneggiamento dei componenti, il trattamento viene eseguito quando ancora questi sono ancorati alla piattaforma di costruzione, con eventuale presenza di supporti. Tuttavia, i campioni sono stati consegnati già separati dalla piattaforma di costruzione, con i supporti già eliminati, quindi si è eseguito il trattamento semplicemente poggiandoli su una lastra di alluminio. Il trattamento è stato eseguito secondo gli standard forniti dalla EOS per le leghe di Alluminio prodotte in SLM [13], quindi mantenendo la temperatura del forno sui 300 C° per 2 ore. Anche se questa è una procedura volta esplicitamente alla rimozione delle tensioni residue, la microstruttura originale dei campioni subisce delle variazioni, andando a modificare anche le caratteristiche meccaniche, come si vedrà nella sezione dei risultati.

- Provini con trattamento *T6*: Questo è uno dei trattamenti termici più frequenti per le leghe di alluminio. Consiste nel portare alla temperatura di solubilizzazione il componente, per poi sottoporlo ad una tempra ad acqua. Una volta eseguita la tempra il pezzo viene rimesso in forno ad una temperatura molto più bassa rispetto alla precedente, in modo che il fenomeno di invecchiamento non avvenga in modo naturale ma in modo artificiale. Nello specifico si è raggiunta la temperatura di 540 C° mantenendola per 6 ore, successivamente è stata eseguita la tempra in acqua per infine riposizionare i campioni all'interno del forno impostato ad una temperatura di 160 C° per un periodo di tempo lungo 6 ore. Lo schema del trattamento è riportato nella figura successiva:

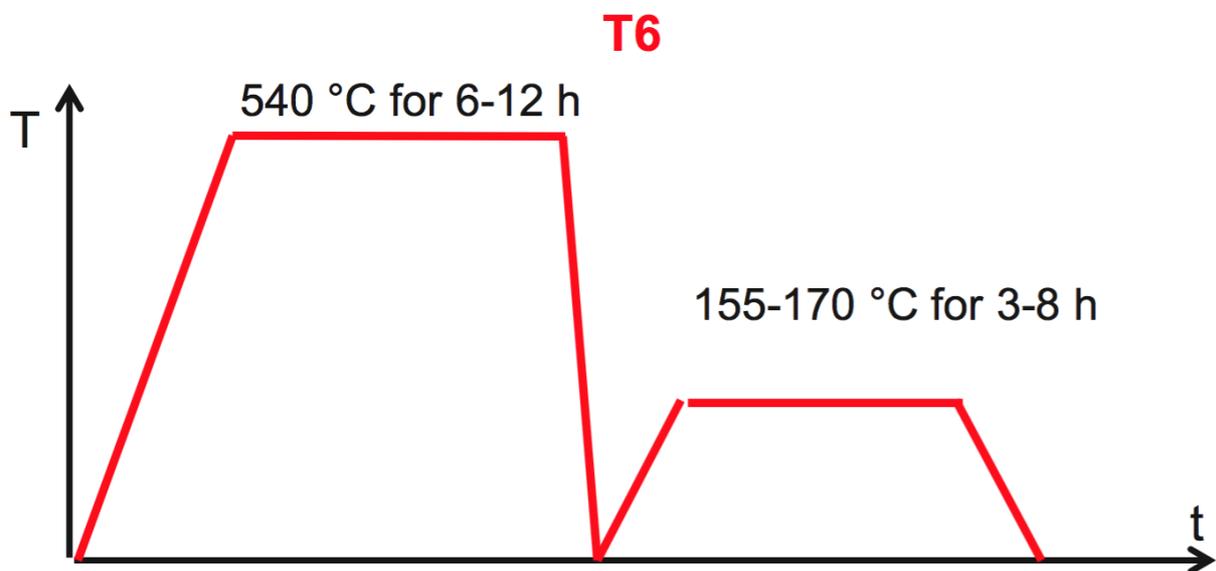


Fig. 4.4: Grafico descrittivo trattamento termico T6

Dalla letteratura [10] sappiamo che una caratteristica delle leghe di Alluminio prodotte tramite tecnologia Additive SLM è quella che porta alla riduzione dei valori delle caratteristiche meccaniche a seguito di qualsiasi trattamento termico realizzato.

In base a questo, si dovrebbero riscontrare i maggiori valori di durezza nei campioni *As Build*, e questo sarà verificato in seguito.

Un parziale recupero delle proprietà si ha con i trattamenti che prevedono anche una fase di invecchiamento, che sia naturale o no, come ad esempio il T6, ma anche questo sarà verificato sperimentalmente.

Tutti i trattamenti termici sono stati realizzati all'interno dei laboratori del CRF di Mirafiori sotto l'accurata supervisione dei tecnici specializzati nell'utilizzo del forno industriale riportato nella seguente figura:



Fig. 4.5: Forno industriale utilizzato per l'esecuzione dei trattamenti termici

La temperatura all'interno del forno è stata incrementata con una velocità di $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$, fino al raggiungimento della temperatura impostata come massima, e al termine del periodo stabilito il decremento è stato effettuato con la stessa velocità.

4.3 Test di nano-penetrazione strumentata

Una volta ultimata la procedura di preparazione dei provini, con lucidatura e trattamenti termici, si sono effettuate le varie prove per la caratterizzazione, a partire dal test di nano-penetrazione strumentata.

Per ogni set di provini, si è scelto in modo casuale uno dei dieci sul quale effettuare una mappatura sia per la durezza che per il modulo elastico, dato che i campioni sono tutti stati realizzati con gli stessi parametri macchina, quindi non presentano alcuna differenza.

Questa procedura è stata svolta su entrambi i piani di costruzione, realizzando un totale di 121 indentazioni per ogni superficie, con una distribuzione ben precisa in modo da formare una griglia composta da 11 righe e 11 colonne.

Ogni prova è stata realizzata mantenendo una distanza minima di 5 μm in entrambe le direzioni rispetto alla prova successiva, in modo che nessuna delle prove precedenti possa influire sui risultati.

L'esecuzione di una prova troppo vicina alla precedente potrebbe portare a dei risultati che risentono già della deformazione quindi si vuole evitare un effetto di incrudimento del materiale.

La macchina utilizzata per i test di nano-penetrazione strumentata è la TI 950 Triboindenter della Hysitron.

Essa è stata sviluppata come uno strumento automatizzato ad alto rendimento per supportare le numerose tecniche di caratterizzazione nanomeccanica.

L'utilizzo di un trasduttore capacitivo (Fig. 4.9) fornisce una sensibilità di misurazione molto elevata (<30 nN, $<0,2$ nm), con conseguente accuratezza e affidabilità durante la prova.

L'attuazione elettrostatica utilizza poca corrente, consentendo caratteristiche di deriva superiori che consentono un'acquisizione dei dati più rapida, con maggiore precisione e ripetibilità.

L'ottica top-down con telecamera CCD a colori (Fig. 4.9) è stata incorporata in questa macchina per l'ingrandimento e l'osservazione visiva delle superfici dei campioni e per la selezione delle posizioni dove effettuare le prove.

Le due modalità di imaging fornite dalla Hysitron TI 950 consentono il posizionamento preciso della sonda, per adattarsi al meglio all'applicazione.



Fig. 4.8: Tribometro Hysitron TI 950

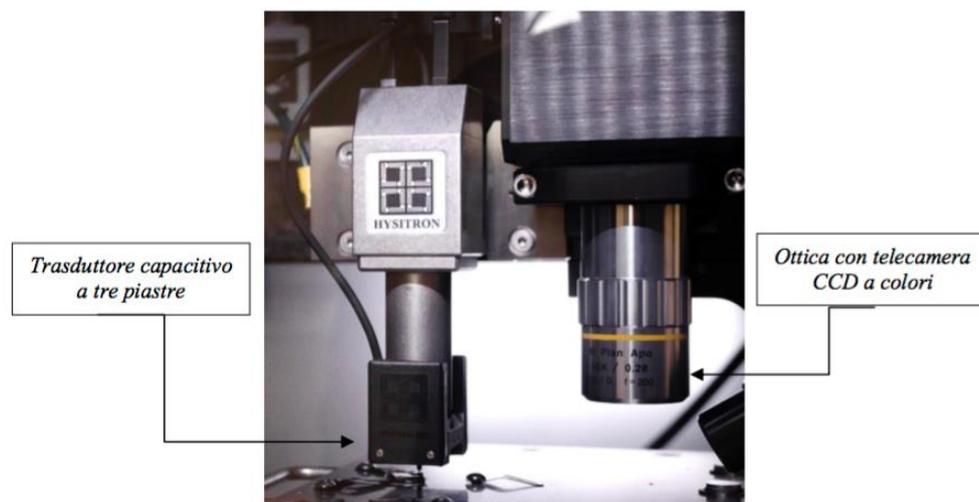


Fig. 4.9: Trasduttore capacitivo e Ottica CCD

L'obiettivo ultimo delle prove sarà quindi quello di determinare una mappatura delle due caratteristiche meccaniche quali modulo elastico e durezza, in modo da evidenziare la presenza di differenze sistematiche sia tra provini che sono stati sottoposti a trattamenti termici diversi, sia tra superfici di costruzione differenti ma appartenenti allo stesso provino.

Le prove di indentazione sono state eseguite seguendo la norma ISO 14577 [23], applicando un carico di $5 \mu\text{N}$ per ognuna di esse, poiché con questo carico si riescono ad ottenere delle impronte con lunghezza dei lati adeguata per una successiva analisi al microscopio ottico.

4.4 Test Durezza Brinell

Dopo aver eseguito le prove di nano-penetrazione strumentata su un singolo provino per ogni categoria, i restanti sono stati sottoposti a delle prove di durezza Brinell classiche.

La prova è stata eseguita secondo i parametri sotto riportati:

- Test Brinell 2.5/62.5: Questa è la prova di durezza Brinell standard utilizzata dalla EOS per la caratterizzazione delle proprie leghe; viene eseguita con il penetratore sferico classico della prova Brinell con diametro pari a 2.5 mm; Il valore 62.5 è pari al carico applicato misurato in kgf.
- Test Brinell 1/10: Questa prova è eseguita in maniera analoga alla precedente, andando a variare il diametro della sfera penetratrice adesso pari ad 1 mm, e il carico applicato che in questo caso è pari a 10 kgf.

La prima tipologia di prova è stata eseguita con lo scopo di comparare i risultati sperimentali con quelli ufficiali forniti dalla EOS all'interno del documento riguardante la lega AlSi10Mg.

Questa prova è stata eseguita su ogni provino, sia sulla superficie longitudinale XY sia sulla superficie verticale XZ, e per avere un riscontro veritiero anche di tipo statistico si sono effettuati tre test per ogni superficie.

Complessivamente si avranno 27 risultati sulla superficie longitudinale e 27 risultati sulla superficie verticale per ogni tipologia di trattamento termico eseguito.

È giusto ricordare che ogni provino appartenente allo stesso gruppo ha le medesime caratteristiche di costruzione degli altri, quindi i risultati possono essere analizzati in modo congiunto, data la ripetibilità della piattaforma EOS M290.

La prova è stata eseguita con l'ausilio di una macchina presente all'interno dei laboratori CRF, la quale effettuava la misurazione in modo elettronico una volta che si posizionava, in modo manuale, un meccanismo di misura composto da due squadre ortogonali tra loro.

Il durometro nello specifico è un EmcoTest M5U030, il quale può essere utilizzato come durometro universale, ma nello specifico è stato impostato per una misura Brinell classica. Esso è mostrato nella figura sottostante:



Fig. 4.10: Durometro EmcoTest utilizzato per le prove Brinell 62.5-2.5

Dalla figura è possibile notare il sistema utilizzato per la visualizzazione dell'impronta di penetrazione.

All'interno del monitor appare in automatico l'immagine dell'impronta circolare ottenuta una volta terminata la prova, e tramite il posizionamento manuale del sistema di misura formato dalle squadre, si rilevano le dimensioni delle diagonali dell'impronta.

Il posizionamento deve essere eseguito per due volte, in modo che la seconda misura venga effettuata dopo una rotazione di 90° del sistema.

Una volta rilevate le diagonali la macchina fornisce in automatico il valore della durezza secondo la scala Brinell.

La seconda tipologia, ovvero il test Brinell 1/10, è stato eseguito per comparare i risultati ottenuti in modo sperimentale con quelli ottenuti da un ulteriore test realizzato all'interno dei laboratori del CRF, ovvero quello di macropenetrazione strumentata, in modo da valutare la capacità di quest'ultima tecnica di misura per la caratterizzazione di materiali realizzati con le nuove tecnologie Additive.

Il carico della prova Brinell è stato diminuito appositamente per rientrare all'interno del range che definisce una prova strumentata come macro, infatti i 10 kgf corrispondono ad un carico di 100 N, valore impostato per il tribometro Bruker con il quale si realizzeranno le prove strumentate. Inoltre, la scala Brinell è definita dal rapporto tra il carico applicato e il quadrato del diametro del penetratore usato; per mantenere tale rapporto coerente con la prova usata dal produttore della polvere e compatibile con i carichi raggiungibili dal tribometro Brucker, è stato mantenuto un rapporto F/d^2 pari a 10 kgfmm^{-2} pari a quello caratterizzante la scala HBW 2.5/62.5

Il test 1/10 non è stato eseguito con lo stesso macchinario utilizzato per il test 2.5/62.5, bensì si è utilizzato un durometro classico manuale, dove l'impostazione del carico e il posizionamento del pezzo vengono realizzati dall'operatore.

Il durometro utilizzato è un Crayford manuale meccanico, il quale appartiene alla vecchia generazione di macchine da misura, infatti conta più di 60 anni; esso è riportato in Fig. 4.11:



Fig. 4.11: Durometro Crayford utilizzato per le prove Brinell 10-1

Dalla figura si possono notare le manopole attraverso le quali si sposta l'immagine del microscopio, in modo da posizionarla correttamente sull'impronta ed effettuare la misura in modo manuale.

La perpendicolarità del penetratore rispetto alla superficie del provino è assicurata grazie alla presenza di un supporto metallico tarato, sul quale verrà adagiato il campione.

Anche in questo caso sono state eseguite 3 prove sia sulle superfici longitudinali che verticali di ogni provino, per un totale di 27 risultati per XY e 27 per XZ, analogamente a quello ottenuto per la prova 62.5/2.5.

I risultati ottenuti con questa prova verranno in seguito analizzati secondo metodi statistici, in modo da poter evidenziare differenze sistematiche tra le diverse tipologie.

4.5 Test di Macro-penetrazione Strumentata

Una volta eseguite entrambe le prove Brinell classiche, l'ultimo test da effettuare per completare l'analisi delle proprietà meccaniche è quello della macro-penetrazione strumentata.

Questo test è stato inserito all'interno del piano di lavoro in modo da poter confrontare i risultati ottenuti con un durometro classico con quelli ottenuti da una prova strumentata.

Infatti, il carico di 10 Kg/F utilizzato per la seconda parte dei test Brinell non è stato scelto in modo casuale, ma è stato scelto in modo da rendere possibile un confronto con una prova strumentata in grado di raggiungere un carico equivalente a 100 N.

L'intento finale è quindi quello di provare non solo la presenza di differenze sistematiche tra i vari casi, ma anche quello di definire valida per la determinazione delle caratteristiche meccaniche, una prova strumentata nel range *macro*.

La macchina utilizzata per la realizzazione di queste prove è un UMT Tribolab Bruker (UMT: Universal Mechanical Tester).

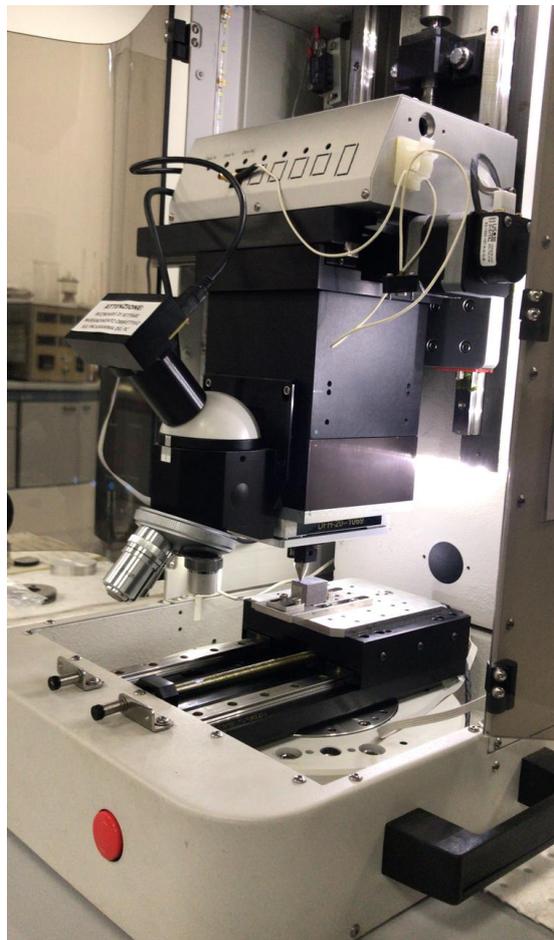


Fig. 4.12: UMT Tribolab Bruker

Come si intuisce anche dall'acronimo, questa macchina presenta diverse soluzioni per il funzionamento, infatti da la possibilità di installare varie piattaforme di movimento e diverse tipologie di penetratori, in funzione del tipo di prova che si vuole eseguire.

In genere l'UMT all'interno dei laboratori CRF viene utilizzato per la realizzazione di *scratch test*, ovvero per la definizione del coefficiente di attrito che si crea per effetto di strisciamento tra due superfici di materiale differente.

Per rendere possibile la prova di penetrazione strumentata si è modificata completamente la struttura, andando ad installare la piattaforma con attuatore lineare (Fig. 4.13), la quale risulta essere ideale per l'esecuzione di tutte le prove standard ASTM, sia per la facilità di movimento sia per la velocità con la quale si può spostare il provino per l'esecuzione di prove in serie.



Fig. 4.13: Piattaforma Linear Drive

La cella di carico installata all'interno della struttura superiore della macchina è in grado di supportare un carico di 200 N, ma per rendere paragonabile il test con la misura Brinell effettuata in precedenza si è imposto un carico massimo raggiungibile di 100 N.

Utilizzando il linguaggio di programmazione specifico, si è creato un *part program* in grado di far eseguire alla macchina una prova che riproducesse i passaggi caratteristici della penetrazione strumentata, andando a creare una prima parte di carico fino al raggiungimento del valore massimo imposto, e successivamente uno scarico graduale fino all'annullamento della forza.

Il *part programm* quindi è strutturato nelle seguenti fasi:

- Loading: Posizionamento del penetratore e inizio della fase di carico fino al raggiungimento del carico massimo 100 N;
- Mantenimento: Per un periodo pari a 5 secondi si mantiene il carico massimo di 100 N, in modo da compensare l'effetto *creep*;
- Unloading: Una volta mantenuti i 100 N il sensore posto all'interno della cella di carico invia un segnale e in automatico la fase di mantenimento si

- interrompe per dar via a quella di scarico, la quale avviene alla stessa velocità della prima;
- Move: Non appena finisce il ciclo di carico il penetratore eseguirà degli spostamenti predefiniti per posizionarsi correttamente per la prova successiva.

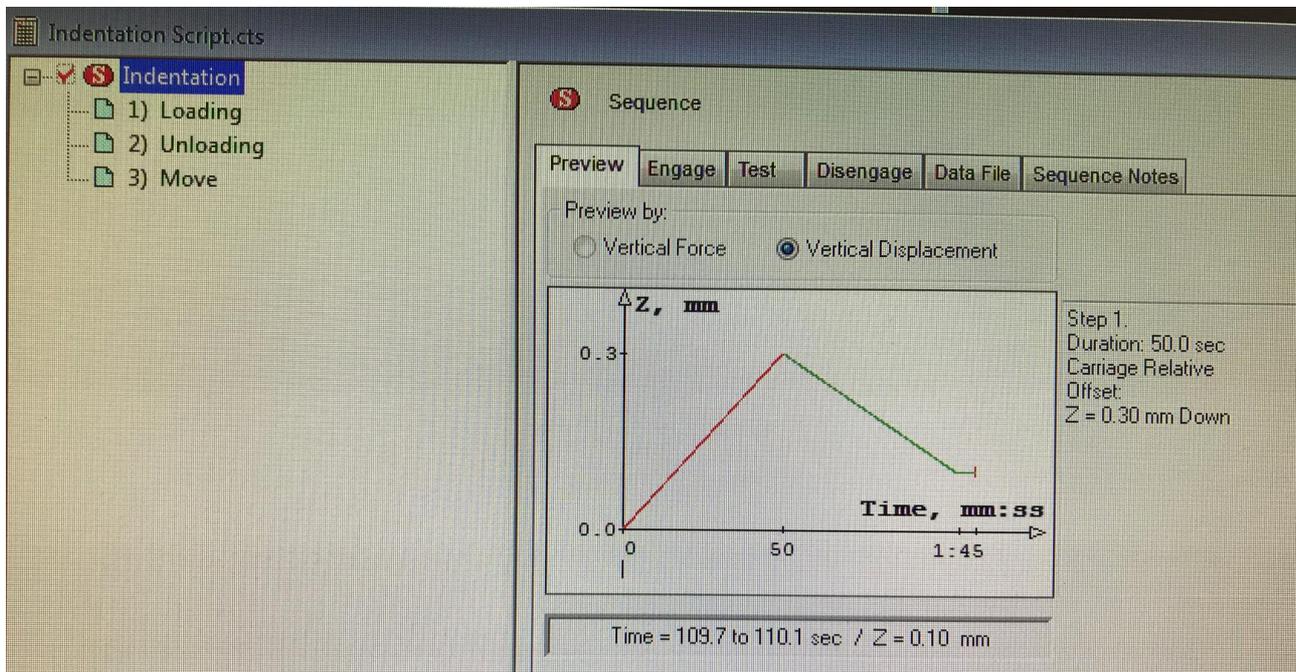


Fig. 4.14: Interfaccia Software per la realizzazione del part program

Lo schema adottato per la realizzazione del test è uguale a quello utilizzato durante la prova di nano-penetrazione strumentata.

Lo scopo finale sarà quello di realizzare una mappatura di durezza sulle superfici sia del piano longitudinale che del piano verticale.

Il programma è stato impostato per la realizzazione di 49 prove su ogni singola superficie, al fine di ottenere una matrice 7×7 .

Il penetratore di muoverà lungo la direzione longitudinale di una distanza pari a 2 mm ogni qual volta si conclude un ciclo di carico, fino a quando eseguirà la settima penetrazione; conclusa questa si sposterà lungo l'asse ortogonale a quello precedente sempre di una distanza pari a 2 mm e tornerà alla posizione iniziale per iniziare un ulteriore ciclo di 7 test.

Il tutto si ripeterà per sette volte in modo che alla fine il risultato è il ricoprimento di un'area quadrata con superficie $(12 \times 12) \text{ mm}^2$.

Nell'immagine successiva si riporta un'istantanea realizzata durante l'esecuzione dei test e di seguito il risultato finale una volta ultimato il processo.

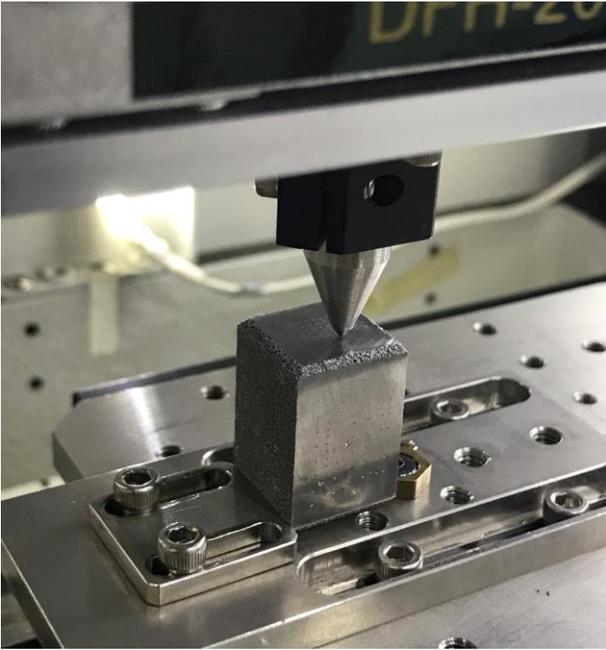


Fig. 4.15: Esecuzione prova e risultato finale

Il penetratore utilizzato per la realizzazione dei test è un penetratore Vickers standard, con angolo caratteristico delle superfici pari a 136° . L'ortogonalità del contatto tra la superficie e la punta del penetratore è garantita dalla presenza di una superficie d'appoggio in alluminio tramite la quale si blocca il componente con l'ausilio di un piccolo eccentrico. I risultati sono elaborati tramite un ulteriore software che fornisce la possibilità di visualizzare le curve caratteristiche di una prova di penetrazione strumentata, ovvero quelle riportate su un piano sforzo/deformazione. Di seguito vengono riportate delle curve ottenute per i diversi casi analizzati.

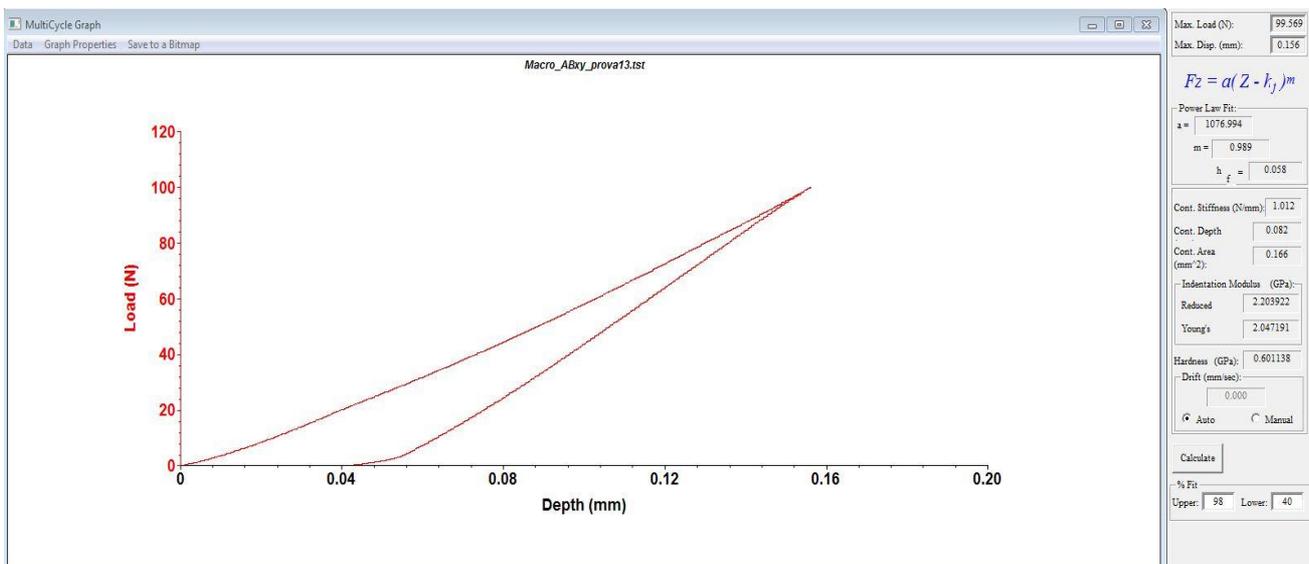


Fig. 4.16: Curva caratteristica provino As Build

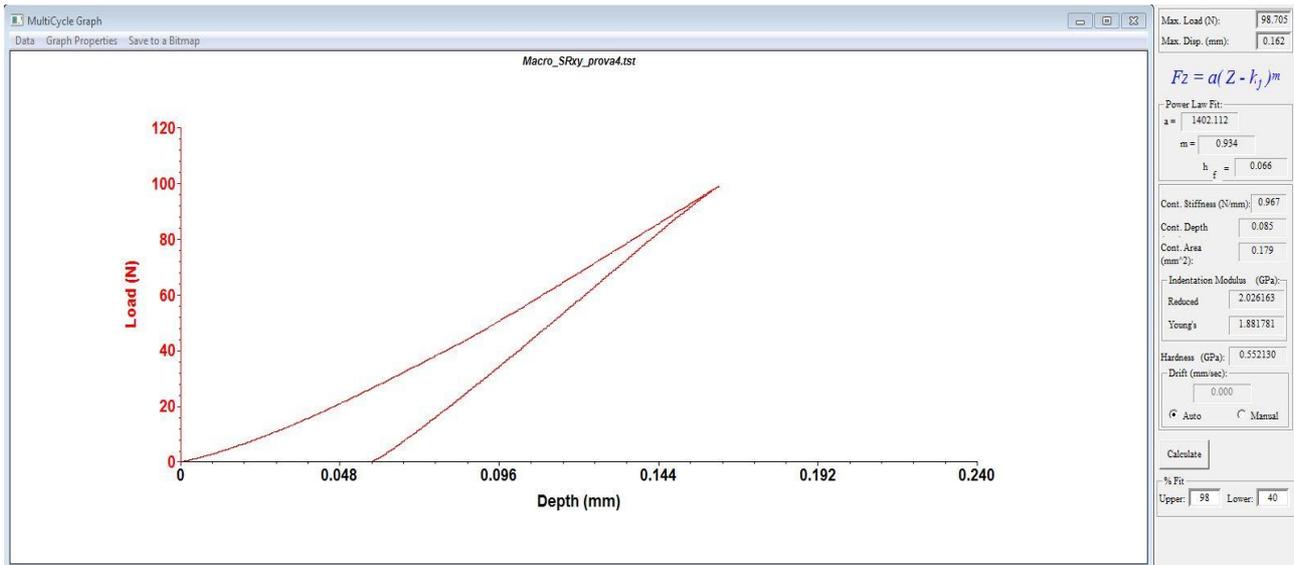


Fig. 4.17: Curva caratteristica provino Stress Relieved

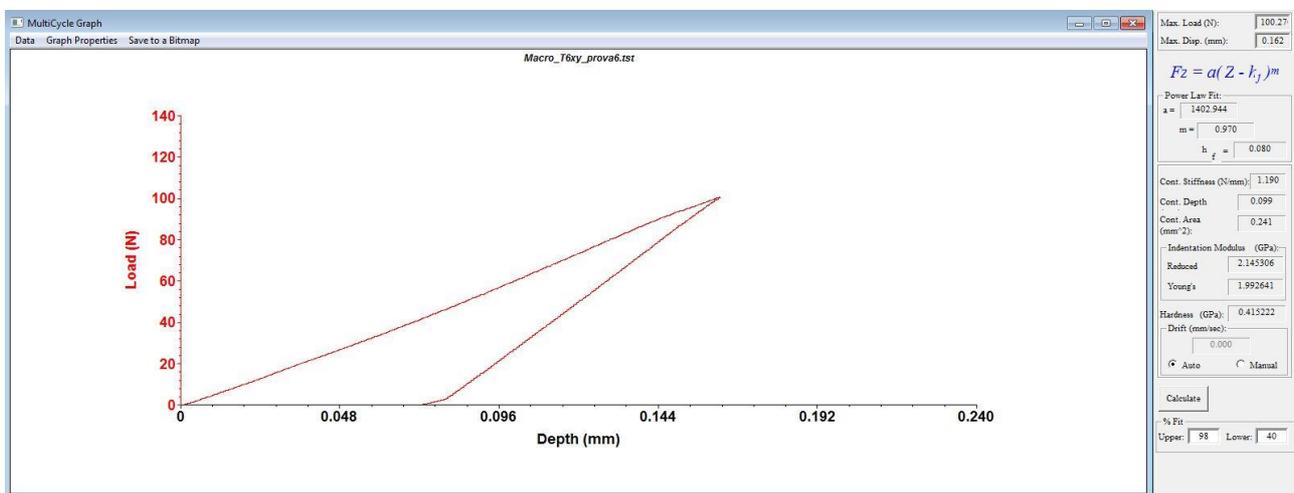


Fig. 4.18: Curva caratteristica provino T6

Dall'analisi della curva di indentazione il software è in grado di fornire il valore di durezza strumentata H_{IT} espresso in GPa e del modulo elastico strumentato E_{IT} sempre espresso in GPa.

Il tutto è sempre basato sulla misura della deformazione plastica residua e sulla tangente alla curva nel punto di massima deformazione.

Per la realizzazione delle prove si è scelto un singolo campione per ogni tipologia di trattamento termico eseguito, come era stato fatto per la nanopenetrazione, dato che non sono presenti differenze per quanto riguarda i parametri di costruzione tra un provino ed un altro, quindi tutti presentano le stesse caratteristiche meccaniche.

I risultati ottenuti saranno successivamente analizzati secondo gli stessi metodi statistici utilizzati per le altre prove, in modo da ricercare differenze sistematiche tra i vari casi, ma, inoltre, verrà applicato anche un confronto diretto con i risultati ottenuti con la prova Brinell HBW 1/10, in modo da valutare la ripetibilità e la qualità della tecnica di misura.

5 Metodi di analisi statistica dati sperimentali

L'analisi statistica effettuata sui dati sperimentali ricavati dalle prove descritte in precedenza è basata su dei concetti utili a definire sia la qualità dei dati ottenuti, sia la correlazione che esiste tra i vari casi.

L'obiettivo finale rimase sempre quello di valutare ogni singolo set di dati per poi passare ad eventuali confronti con altri valori ricavati da altre prove o già stimati in documenti ufficiali.

Di seguito verranno riportati i vari step dell'analisi statistica, andando ad analizzare nel dettaglio ogni singola fase.

La prima parte dei test statistici effettuati ha come scopo finale quello di analizzare la qualità dei dati sperimentali ottenuti, per avere certezza di uniformità e validità.

Successivamente si passa al confronto tra i vari casi con il test *ANOVA* e i *test di Ipotesi*, tramite i quali sarà possibile evidenziare la presenza di differenze sistematiche.

Tutti i test elencati nei paragrafi successivi sono stati eseguiti su ogni gruppo di dati sperimentali ottenuti tramite le prove di durezza sia strumentate che classiche, ottenendo dei risultati che saranno riportati nel capitolo successivo.

Le analisi statistiche sono state implementate in Microsoft Excel.

5.1 Eliminazione valori Outliers

In statistica, Outlier è un termine utilizzato per definire, in un insieme di dati, un valore anomalo rispetto agli altri.

Questi valori possono essere presenti all'interno di un data-set a causa di errori non sistematici avvenuti durante l'esecuzione delle prove, quindi è buona norma individuarli ed eliminarli in modo che questi non possano influire sulla corretta analisi dei risultati.

In letteratura, sono riportati vari metodi volti all'identificazione degli outlier, quali metodi basati sulle distanze interquartile e altri che fanno ipotesi sul tipo di distribuzione dei dati sperimentali.

Per l'analisi dei dati sperimentali ottenuti dalle prove si è utilizzato il *Metodo di esclusione di Chauvenet*, il quale collega la probabilità di un incidente al numero n di prove eseguite.

Ciò ha una ragione logica, poiché più prove si fanno, più è probabile che si trovino dei valori appartenenti alle *code di distribuzione*, ovvero quelle zone che più si allontanano dal valore medio del data-set.

Una volta definito il numero di prove si può quindi determinare la probabilità che una prova abbia un valore inferiore al limite inferiore o un valore superiore al limite superiore, secondo la seguente legge:

$$P = \frac{1}{4 \times n} \quad (5.1)$$

Conoscendo il valore di tale probabilità, il valore della media e della deviazione standard, facendo ipotesi di distribuzione normale dei dati, si definisce il range all'interno del quale il singolo valore della prova può non considerarsi come Outlier [27].

La sufficiente grandezza dei dataset considerati permette l'esclusione degli outlier identificati. Una volta identificato e rimosso un outlier, il processo viene ripetuto per un massimo di ulteriori due volte, fino a che altri outlier non possono essere identificati.

5.2 Test di Normalità

Svolta la ricerca degli outlier, si passa alla verifica della distribuzione di tipo *normale* dei dati acquisiti, tramite due test, il grafico di probabilità normale, qualitativo, e il test del χ^2 , di tipo quantitativo

La variazione dei risultati sperimentali può avere diverse cause scatenanti, come errori casuali o magari sistematici, e in funzione dell'entità delle variazioni si può stabilire quanto un data-set può essere valido o meno.

Se la variazione dei risultati è conseguenza solo di effetti aleatori, molteplici e in grado di produrre variazioni sia positive che negative la distribuzione sperimentale attesa è *normale*.

In genere questa è la situazione che si spera di ottenere dato che in questo modo si scongiura la presenza di errori sistematici all'interno della prova eseguita.

5.2.1 Grafico di Probabilità Normale

Uno dei diversi metodi per verificare la normalità della distribuzione sperimentale è il grafico di probabilità normale.

Esso ha un vantaggio rispetto agli altri metodi, poiché ha un maggior contenuto di informazione in forma grafica, infatti dall'andamento si può direttamente risalire alla causa della possibile *non normalità*.

L'idea che sta alla base del metodo del Grafico di Probabilità Normale è la ricerca di una presentazione immediatamente riconoscibile di una forma associata alla distribuzione normale.

Questo metodo grafico si basa sul confronto della curva di *distribuzione normale cumulata*, la quale assumerà andamento rettilineo tramite una trasformazione non lineare, e la curva rappresentante le *frequenze relative cumulate sperimentali*.

Se l'andamento di quest'ultime si avvicina alla forma rettilinea, come in Figura 4.16, si accetterà l'ipotesi della normalità della distribuzione sperimentale, viceversa se l'andamento si discosta [27].

Essendo un metodo grafico, il rifiuto dell'ipotesi di distribuzione normale in questo caso viene fatto in modo arbitrario e soggettivo, quindi a tale giudizio non è possibile assegnare un determinato valore di fiducia.

Quando ci si discosta dalla linearità è possibile distinguere due diversi casi:

- *Ipernormalità*: Questo è il caso in cui la distribuzione Gaussiana con la classica curva a campana presenta un'altezza maggiore al centro rispetto a quella caratteristica della distribuzione normale, e di conseguenza essendo la superficie totale sempre unitaria le parti estreme saranno più basse. In funzione di questo andamento, quando si realizza il Grafico di Probabilità Normale, andando ad integrare per ottenere la curva delle frequenze

relative cumulative sperimentali, essa avrà al centro una pendenza maggiore mentre agli estremi avrà pendenza minore, assumendo una particolare forma ad S, come rappresentato in Figura 4.17.

Dal punto di vista sperimentale questa situazione può essere dovuta ad un *filtraggio* che ha eliminato in modo preferenziale i valori che più si discostavano dal valore medio

- *Iponormalità*: Questa è la situazione opposta alla precedente, infatti la gaussiana presenta altezza centrale minore rispetto alla distribuzione normale, mentre le parti estreme presentano altezza maggiore. Il tutto si traduce con una curva con pendenza minore nel tratto centrale e maggiore nel tratto finale, il che le fa assumere anche in questo caso una forma ad S, come in Figura 4.18.

Il GPN può anche sottolineare la presenza di altre deviazioni dalla normalità. Per esempio, può presentare due tratti centrali paralleli tra loro con una pendenza più elevata rispetto alle code: in questo caso la distribuzione presenta due massimi di frequenza relativa distinti, per cui la distribuzione viene detta *Bimodale*.

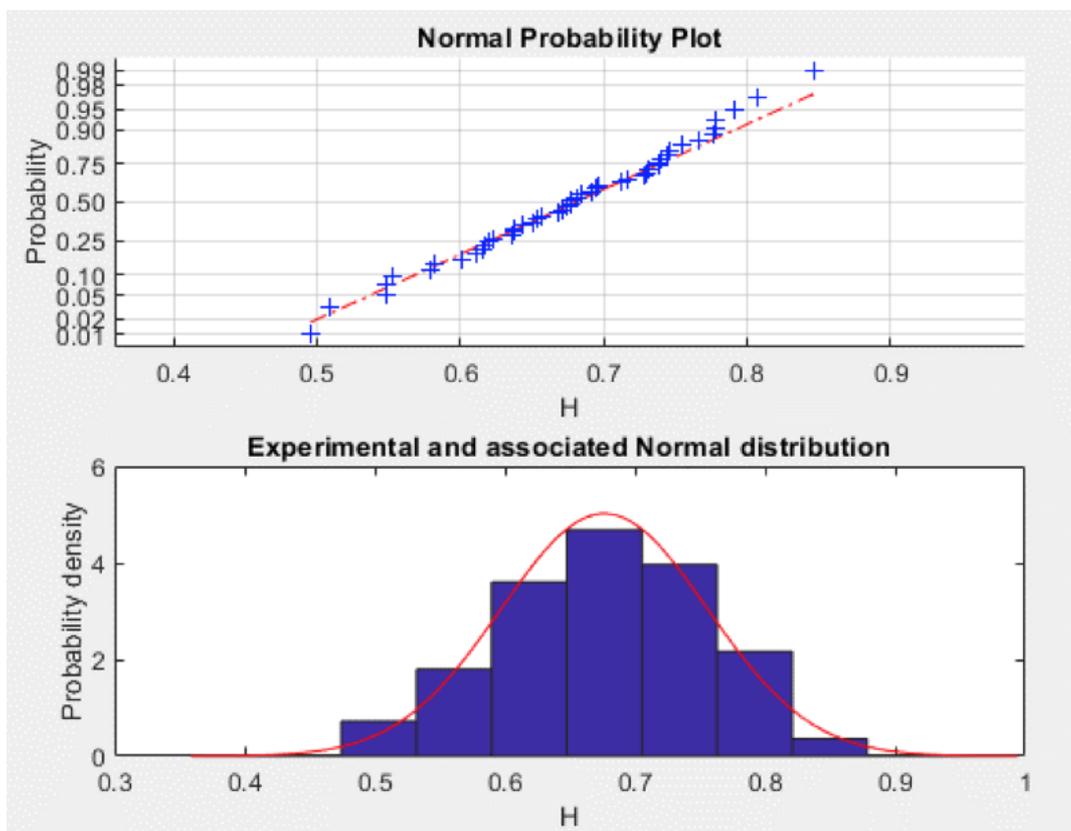


Fig. 5.1:: NPP – Andamento Normale

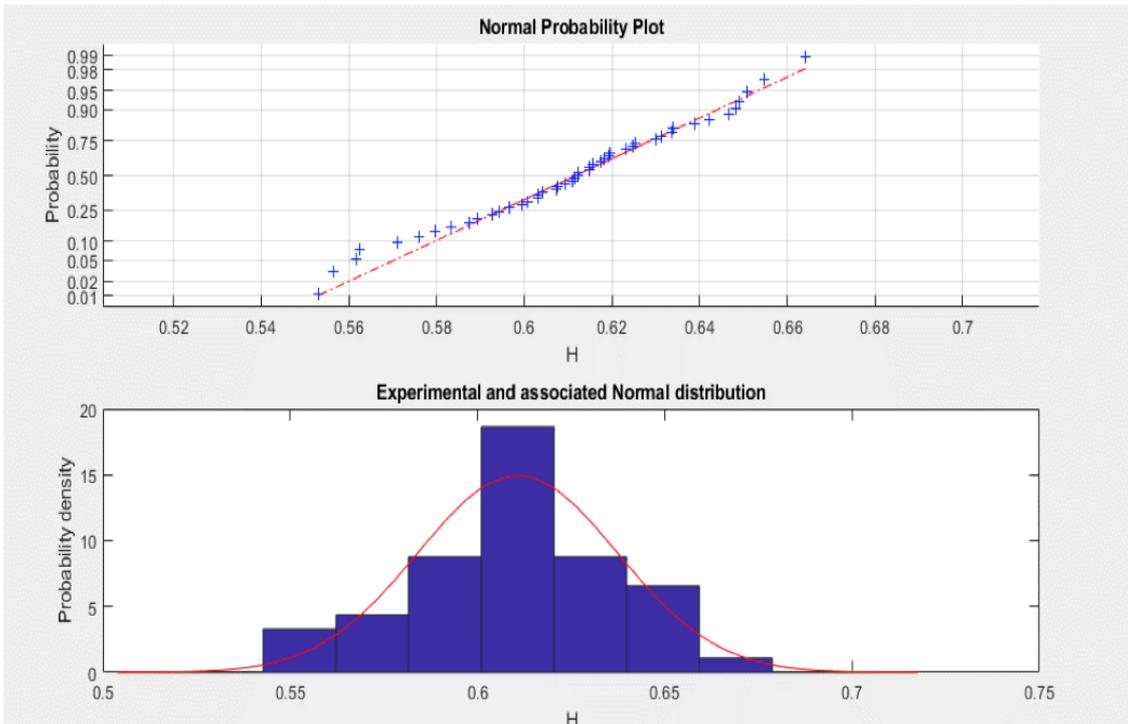


Fig. 5.2:: NPP – Andamento Ipernormale

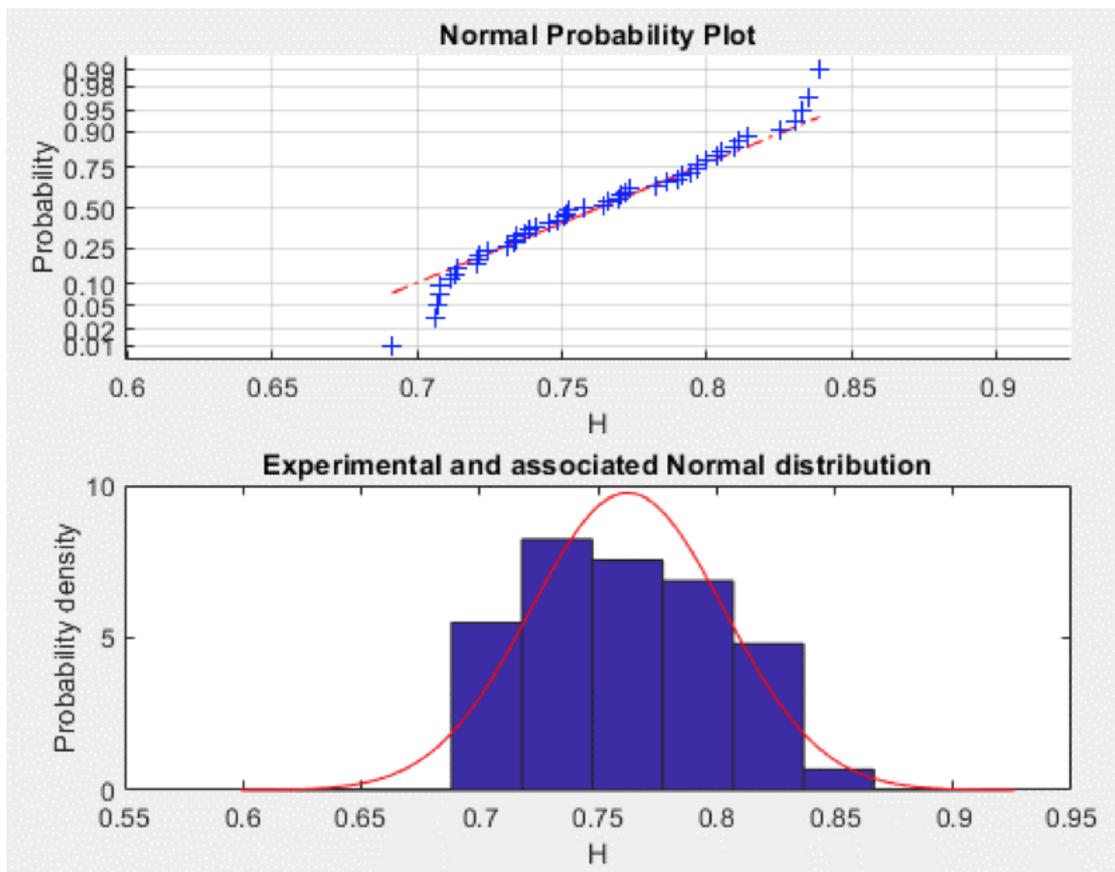


Fig. 5.3:: NPP – Andamento Iponormale

5.2.2 Test del χ^2

Un secondo metodo per stabilire la *normalità* del data-set sperimentale è quello del χ^2 .

Questo, a differenza del grafico di probabilità normale, è un metodo numerico e rigoroso che consente di rifiutare l'ipotesi nulla di normalità ad un ben definito livello di fiducia P , ovvero con un definito rischio di errore pari a $1-P$ che il rifiuto eventualmente fatto non corrisponda alla situazione effettiva.

Il calcolo sia del χ^2 sperimentale che quello teorico viene eseguito tramite l'ausilio di fogli di lavoro Excel.

Per prima cosa bisogna stabilire un numero I di *classi*, ovvero il numero di fasce in cui suddividere i valori sperimentali, e ciò viene fatto in funzione del numero di prove eseguite, infatti andando a fare la radice quadrata del numero totale di prove ottengo un numero approssimativo di classi, in quale sicuramente dovrà essere portato al valore intero più vicino. Al fine di confrontare la distribuzione sperimentale, limitata, con quella teorica, teoricamente illimitata, si considera un intervallo di $m \pm 4s$, con m la media sperimentale e s^2 la varianza sperimentale [27].

Una volta stabilito il numero, bisogna calcolare l'ampiezza di ogni classe andando a sottrarre al valore massimo dell'intervallo il valore minimo, per poi dividere il tutto per il numero di classi ricavato in precedenza.

Quando tutte le classi sono state definite si passa al calcolo delle *frequenze relative teoriche* di ogni classe, $f_{rt,i}$, calcolabili come valori di probabilità teorica all'interno degli intervalli di classe, considerando i dati distribuiti secondo una normale $N(m, s^2)$, e prendendo come riferimento il valore centrale della classe.

Conclusa questa operazione si passa al calcolo della *frequenza assoluta teorica* di classe, $f_{at,i}$, la quale è facilmente determinabile andando a moltiplicare la *relativa* per il numero di prove effettuate.

La *frequenza assoluta sperimentale* di classe, $f_{a,i}$, è invece determinata tramite la sua definizione, contando i valori sperimentali all'interno della i -esima classe.

Infine, quando si hanno i valori sia della *frequenza assoluta teorica* che quelli della *frequenza assoluta sperimentale* si ottiene il contributo di ogni singola classe al valore di W , sore del test e indice del χ^2 sperimentale, il quale dovrà essere confrontato con i limiti teorici di χ^2 per il livello di fiducia P imposto.

Il valore di W è pari alla sommatoria su tutte le classi, calcolabile secondo la seguente definizione:

$$W = \sum_{i=1}^n (f_{a,i}/f_{at,i})^2 / f_{at,i} \quad (5.2)$$

Dimostrato che W si distribuisce secondo una $\chi^2(\nu)$, con ν gradi di libertà del problema e posti uguali a I-3.

In generale si impongono tre vincoli che sono: uguaglianza della media, uguaglianza dello scarto tipo e uguaglianza dell'area totale, andando così a ridurre il numero di gradi di libertà.

Per tutti i casi analizzati il livello di fiducia imposto è pari al 95%, ovvero che nel caso in cui il valore del χ^2 sperimentale ricadesse all'interno dell'intervallo definito dai gradi di libertà, si potrebbe scartare l'ipotesi nulla di probabilità normale con un rischio di errore del 5%.

Nel caso in cui il valore di W sia esterno l'ipotesi viene rifiutata con un livello di fiducia pari a P , ovvero c'è una percentuale di probabilità pari ad $1-P$ che il risultato sia tale per puro caso e non per una effettiva differenza della distribuzione dalla normale.

Si noti che il test del χ^2 è bilaterale, ovvero il rifiuto dell'ipotesi viene fatto sia quando il valore di W è troppo grande, sia quando il valore è troppo piccolo; nel primo caso avrò una distribuzione sperimentale che risulta troppo diversa da quella normale, mentre nel secondo caso avrò una distribuzione che è troppo simile a quella normale; nonostante questa condizione possa sembrare la più auspicabile, è molto improbabile a livello statistico, quindi potrebbe essere indice di manomissione dei dati.

5.3 Test ANOVA

Una volta verificata la distribuzione normale dei singoli data-set sperimentali, si passa ad un'analisi più specifica che ha come scopo ultimo quello di provare la presenza di differenze sistematiche tra i vari casi analizzati, attraverso l'analisi della Varianza.

ANOVA appunto è l'acronimo inglese per definire l'*Analysis of Variance*.

In generale questa analisi comprende un insieme di tecniche statistiche che fanno parte della statistica inferenziale, le quali permettono di confrontare due o più gruppi di dati analizzando sia la *variabilità interna* sia quella tra i gruppi.

L'ipotesi alla base dell'analisi della varianza è che dati N gruppi, sia possibile scomporre la varianza in due componenti: varianza interna ai gruppi (Varianza *Within Groups*), rappresentante gli errori aleatori, e varianza tra i gruppi (Varianza *Between Groups*), che potrebbe includere possibili effetti sistematici. Prima di definire il valore delle varianze bisogna calcolare il valore della *somma dei quadrati*, sia entro (*Within*) i gruppi che tra (*Between*) i gruppi:

$$SS_B = n \sum_{j=1}^k (x_{aj} - x_{aa})^2 \quad (5.3)$$

$$SS_W = \sum_{j=1}^k \sum_{i=1}^n (x_{ij} - x_{aj})^2 \quad (5.4)$$

Con:

- x_{ij} = Dato di misura i -esimo del campione j -esimo
- x_{aj} = Media dei dati del campione j -esimo
- x_{aa} = Media di tutti i dati
- k = Numero di gruppi analizzati
- n = Numero di elementi all'interno del gruppo

La prima relazione tiene conto delle differenze tra i gruppi, usando la somma dei quadrati degli scarti tra i valori medi di ogni gruppo ed il valore medio globale, mentre la seconda tiene conto dei dati all'interno del gruppo.

In funzione del valore della somma dei quadrati vengono definite le varianze:

$$s_B^2 = \frac{n \sum_{j=1}^k (x_{aj} - x_{aa})^2}{k - 1} \quad (5.5)$$

$$s_W^2 = \frac{\sum_{j=1}^k \sum_{i=1}^n (x_{ij} - x_{aj})^2}{k(n-1)} \quad (5.6)$$

Dove:

- s_B^2 = Varianza *Between groups*
- s_W^2 = Varianza *Within the group*

La prima cosa da stabilire quando si esegue un test ANOVA è sicuramente il livello di confidenza, ovvero la percentuale di possibilità con la quale siamo sicuri che l'ipotesi di differenza sistematica tra i vari gruppi sia valida.

Il livello di confidenza scelto per ogni test è sempre pari al 95%.

Successivamente vengono definiti i gruppi che si vogliono analizzare e di questi vengono calcolate le medie e le varianze, ricordando che questi valori sono fondamentali per il calcolo delle varianze *Within* e *Between*.

Una volta definito il numero di gruppi da confrontare, il numero di gradi di libertà sarà pari al numero di fattori meno uno.

È fondamentale anche il conteggio del numero di dati sperimentali complessivamente analizzati, poiché andando a sottrarre a questi il numero di gradi di libertà si ottiene il numero di *errori random*.

Per valutare la presenza di un fattore sistematico variabile tra i gruppi si esegue il rapporto tra la stima della varianza contenente il fattore esaminato e quella che non lo contiene, quindi la statistica del test è data dal rapporto tra la varianza *Between* e quella *Within*, confrontando il rapporto con il limite superiore dell'intervallo di fiducia della distribuzione di Fisher corrispondente.

- *Variance Ratio*: Questa funzione sarà pari al rapporto tra la varianza *Between* e quella *Within*.
- *Fmax*: l'inversa della distribuzione F al livello di fiducia P , il numero di gradi di libertà del numeratore e del denominatore.

Se la statistica *Fmax* risulta essere minore della *Variance Ratio*, ciò vuole dire che, assumendo una probabilità d'errore pari al complementare del livello di confidenza stabilito ovvero il 5%, sono presenti differenze sistematiche tra i gruppi analizzati.

Per ogni test eseguito, lo scopo finale è appunto quello di evidenziare delle differenze per quanto riguarda le proprietà meccaniche al variare sia del trattamento termico eseguito che del piano di costruzione considerato, quindi il test ANOVA è eseguito più volte per ogni data-set, in modo da poter confrontare prima tutti i casi in modo complessivo, per poi passare al caso più specifico dove

si confrontano i diversi trattamenti termici sul singolo piano di costruzione, quindi i gruppi da 6 passano a 3.

Questo test tuttavia è di tipo generico, poiché non possiamo affermare tra quali gruppi sono presenti le differenze, però fornisce un'informazione di base che può essere approfondita tramite ulteriori test definiti come *Test di Ipotesi*.

5.4 Test di Ipotesi

È stata sottolineata più volte l'importanza di individuare la presenza di fattori sistematici all'interno della distribuzione dei dati sperimentali.

Un metodo valido per il riconoscimento di differenze presenti all'interno dei gruppi che si analizzano è sicuramente l'applicazione del *Test di ipotesi*.

Il metodo del test di ipotesi consiste nel formulare un'ipotesi collegata al comportamento del fattore che si vuole analizzare.

Questa condizione impone di stilare l'ipotesi di partenza, in termini statistici definita come *Ipotesi Nulla*, in senso opposto alla presenza del fattore che si vuole analizzare.

Per giungere alla risposta finale che può sia confermare che smentire l'ipotesi iniziale, si devono percorrere alcuni passi:

- Individuare i dati rappresentativi del fattore di influenza ipotizzato;
- Scegliere la distribuzione statistica che rappresenta il fenomeno analizzato;
- Stabilire il rischio di errore che si è disposti a correre;
- Valutare i confini delle zone di accettazione o di rifiuto dell'ipotesi.

I test di ipotesi effettuati sui dati sperimentali raccolti dalle prove sono concentrati sull'analisi delle medie e delle varianze.

Ovviamente il test è eseguito più volte in modo da poter analizzare diversi casi, infatti per prima cosa si sono confrontate le medie e le varianze di tutti e sei i casi possibili, quindi i tre trattamenti termici valutati su entrambi i piani di costruzione; successivamente l'analisi si è concentrata sul singolo piano di costruzione andando a confrontare i trattamenti termici, per concludere con un confronto dei valori appartenenti allo stesso provino ma sui diversi piani di costruzione.

Il test di ipotesi eseguito sulla media viene eseguito seguendo un preciso ordine:

- Stima del numero di prove eseguite;
- Calcolo della media complessiva di tutti i dati sperimentali analizzati;
- Calcolo della deviazione standard complessiva di tutti i dati sperimentali analizzati;
- Calcolo della deviazione standard della media;
- Definizione livello di fiducia (95%);
- Calcolo dei valori limite dell'intervallo di fiducia considerando che le medie campionarie si distribuiscono secondo $N(m, s^2/k)$, con k dimensione dei campioni, ossia dei gruppi considerati.

Una volta ottenuto l'intervallo di fiducia per il livello di fiducia scelto, si esegue un controllo sulle singole medie appartenenti ai gruppi.

Se queste rientrano all'interno dell'intervallo vorrà dire che non presentano differenze sistematiche, viceversa se il loro valore è minore del valor minimo o maggiore del valor massimo vorrà dire che tra i vari gruppi sono presenti le differenze ricercate.

Per quanto riguarda il test sulla Varianza l'ordine subisce delle variazioni:

- Stima del numero di prove eseguite;
- Calcolo della varianza prevista, σ_0^2 , come media delle varianze campionarie s_i^2 ;
- Definizione livello di fiducia (95%);
- Calcolo dei valori limite dell'intervallo di fiducia, considerando che:

$$s_i^2 \sim \chi_{(k-1)}^2 \frac{\sigma_0^2}{k-1} \quad (5.7)$$

Analogamente al test sulla media, si confrontano le singole varianze relative ai gruppi con l'intervallo di fiducia determinato in funzione del livello di fiducia.

Se quest'ultime rientrano all'interno allora non sono presenti differenze sistematiche tra i casi analizzati, viceversa se i valori risultano minori del limite inferiore o maggiori del limite superiore.

6 Risultati attività sperimentale

Come già affermato in precedenza, l'attività sperimentale svolta è rivolta alla caratterizzazione multi-scala, tramite un insieme di prove di, più o meno convenzionali e informative, dell'effetto dei trattamenti termici su provini in lega di alluminio AlSi10Mg prodotti attraverso la tecnica Selective Laser Melting (SLM).

Di seguito verranno riportati i risultati ottenuti per ogni prova eseguita, a seguito dell'elaborazione e dell'analisi statistica descritta nel capitolo precedente.

6.1 Risultati prova di nano-penetrazione strumentata

I dati sperimentali riguardano due caratteristiche meccaniche quali durezza e modulo elastico, analizzate su provini realizzati in lega AlSi10Mg, sottoposti ai tre differenti trattamenti termici descritti in precedenza: Campioni As Build; Campioni sottoposti a Stress Relieved; Campioni sottoposti a trattamento T6.

Per questa caratterizzazione si è eseguita una *mappatura* delle grandezze, in modo da poter cogliere anche le piccole variazioni in funzione del posizionamento sulla superficie, dato che il processo produttivo di Selective Laser Melting con il quale sono stati prodotti i campioni è caratterizzato da possibili vuoti o da microstrutture che variano nell'arco di pochi nanometri.

Uno schema riassuntivo della mappatura è riportato nelle fig. 6.1 e 6.2:

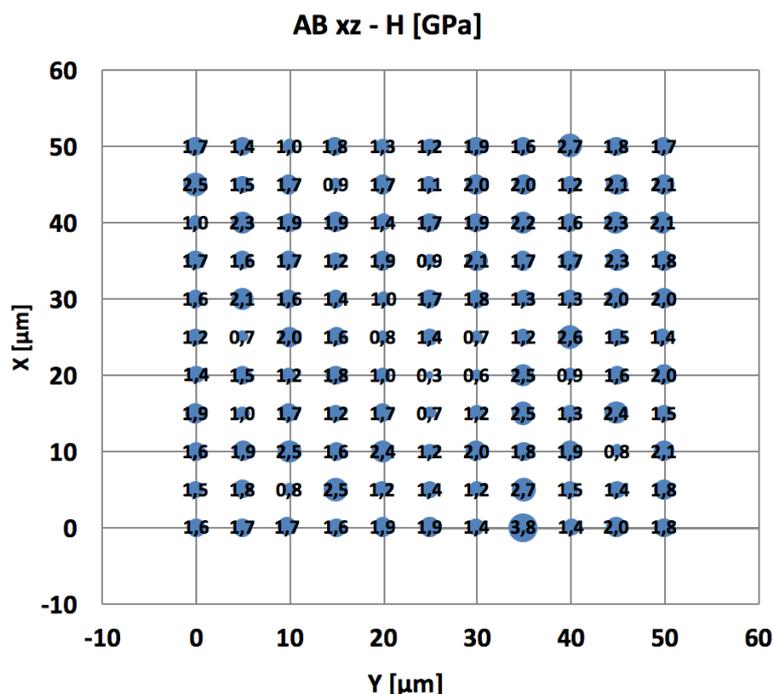


Fig. 6.1: Mappatura della durezza provino As Build – piano Z

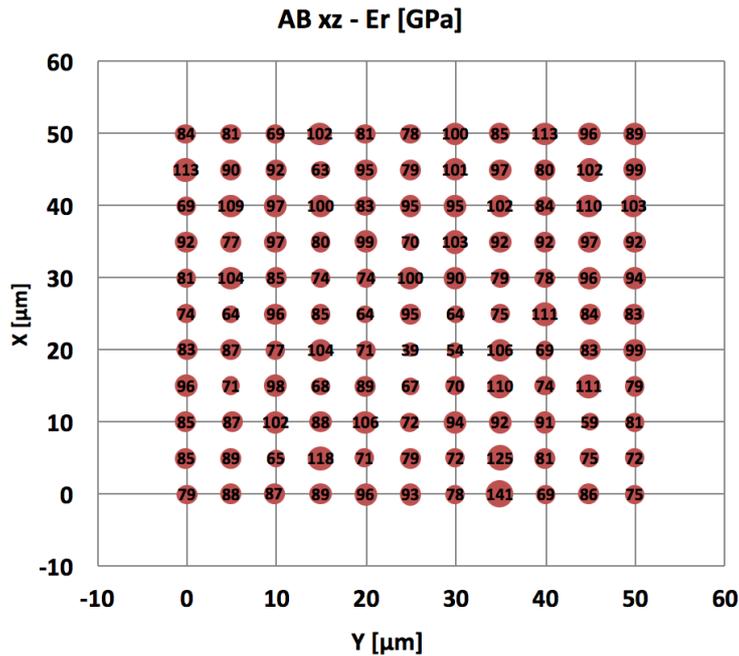


Fig. 6.2: Mappatura del modulo elastico provino As Build – piano Z

Una volta ottenuti i valori sperimentali per entrambe le grandezze, si passa all'analisi statistica.

6.1.1 Eliminazione Outliers e Grafico di Probabilità Normale

La prima fase dell'analisi statistica riguarda l'eliminazione dei valori che possono essere definiti come Outliers dalla teoria di Chauvenet, tramite l'esecuzione di più iterazioni fino al momento in cui nessun valore è più catalogabile come Outlier.

Per il provino As Build sono stati riscontrati due valori Outliers per il modulo elastico e uno per la durezza sul piano Z, mentre su quello XY la situazione è opposta, con un valore per il modulo e due per la durezza.

Andamento analogo sia per il provino sottoposto a Stress Relieved che per quello sottoposto a T6.

Successivamente si passa allo studio della tipologia di distribuzione dei dati ottenuti, sperando in una distribuzione di tipo *normale*, la quale scongiura in parte la presenza di errori sistematici nella realizzazione della prova.

Ovviamente questa fase viene eseguita in seguito alla rimozione dei valori Outliers, poiché questi potrebbero influire negativamente sull'andamento reale della distribuzione.

Di seguito sono riportati i grafici di probabilità normale che racchiudono i 121 dati sperimentali ottenuti per ogni trattamento termico e per i singoli piani di costruzione:

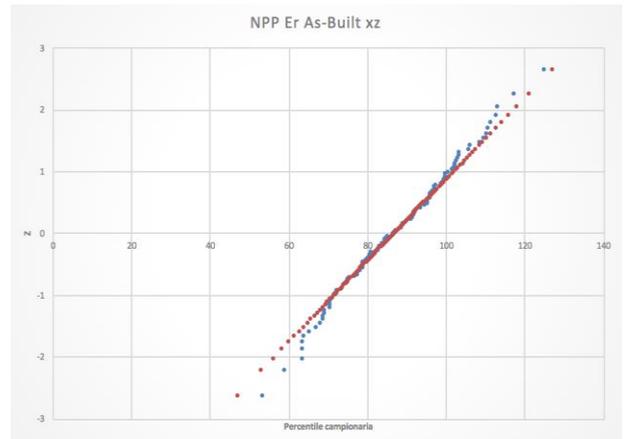
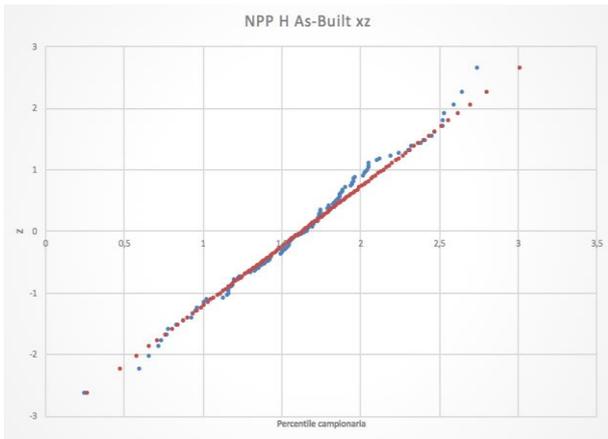


Fig. 6.3: Grafico probabilità normale provino As Build – Piano Z

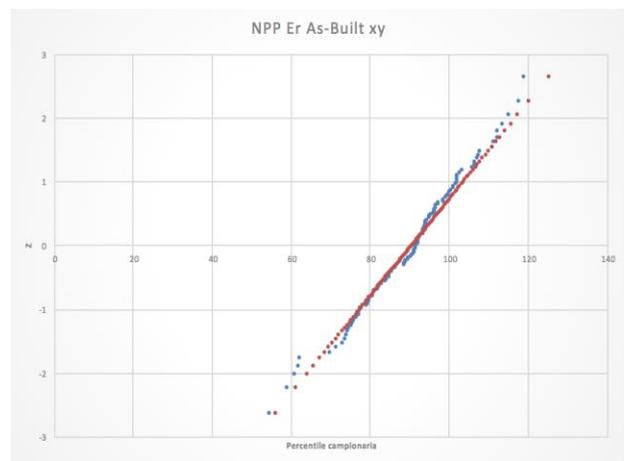
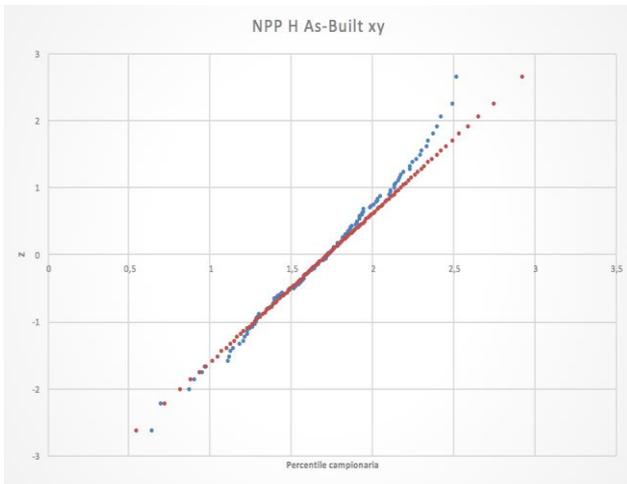


Fig. 6.4: Grafico probabilità normale provino As Build – Piano XY

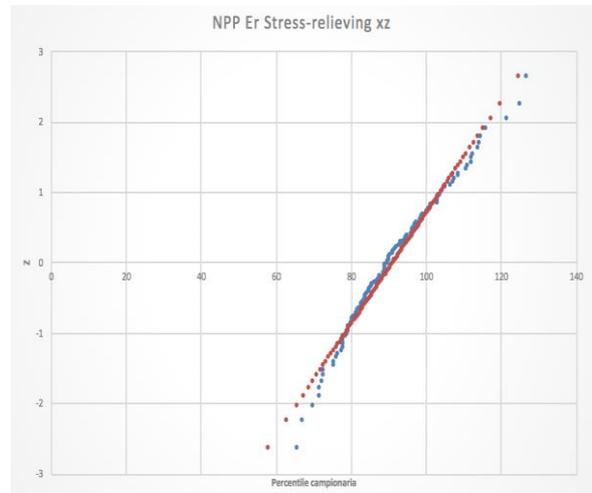
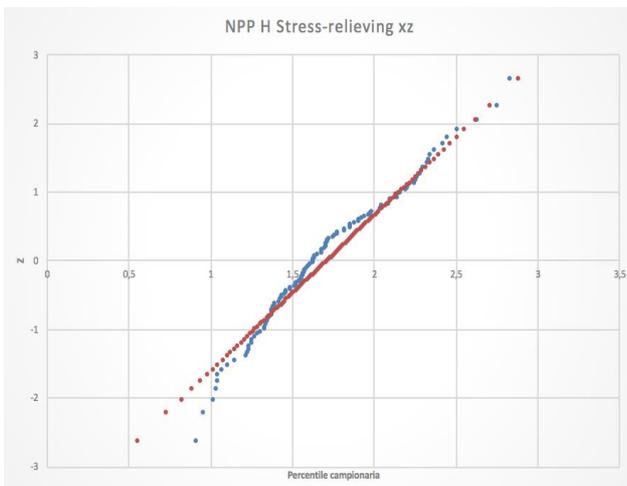


Fig. 6.5: Grafico probabilità normale provino Stress Relieved – Piano Z

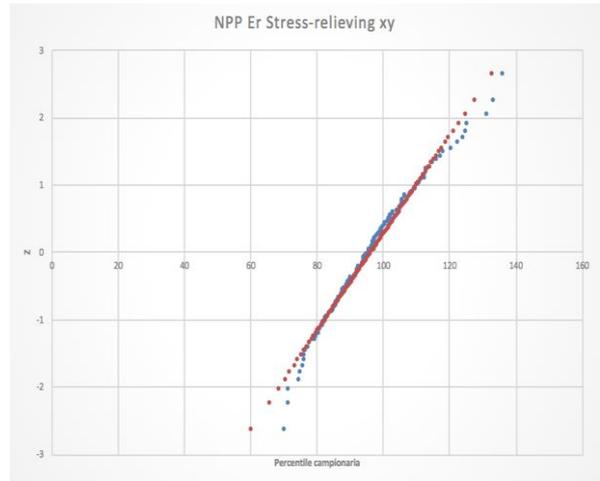
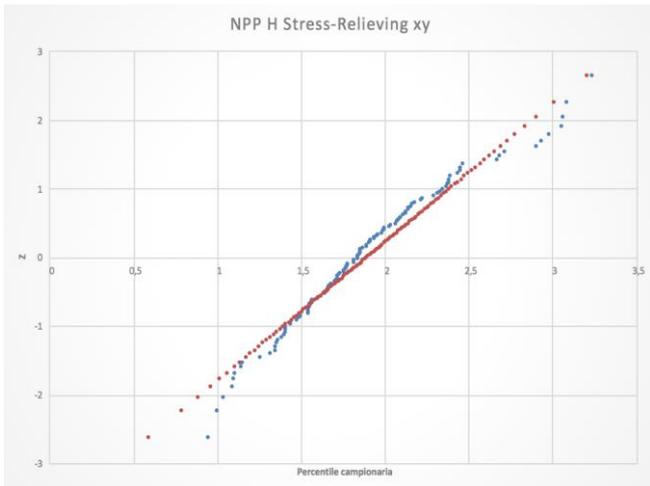


Fig. 6.6: Grafico probabilità normale provino Stress Relieved – Piano XY

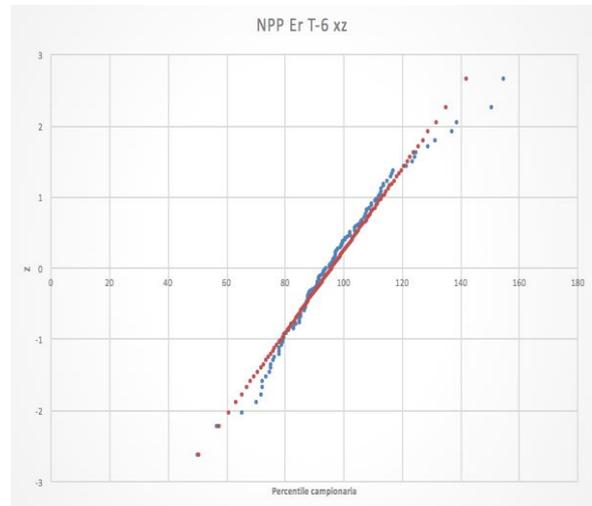
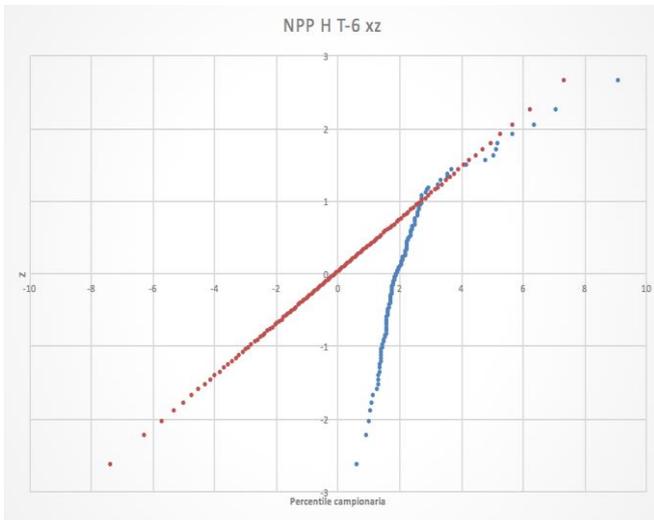


Fig. 6.7: Grafico probabilità normale provino T6 – Piano Z

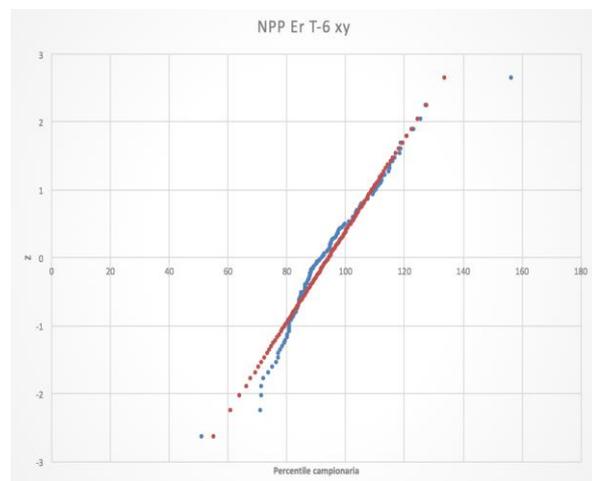
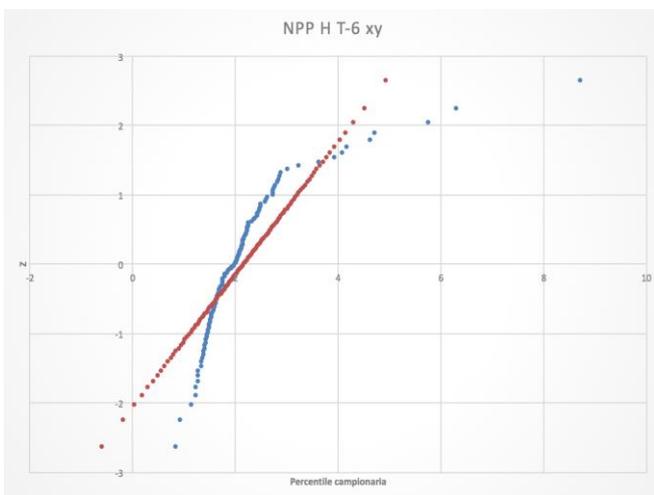


Fig. 6.8: Grafico probabilità normale provino T6 – Piano XY

Come si può notare dai grafici soprariportati, non si può escludere l'ipotesi nulla di distribuzione *Normale* per la maggior parte dei casi analizzati.

L'unico caso in cui è evidente la presenza di una distribuzione che non risulta essere normale è quello del provino soggetto a trattamento termico T6.

Questo, in particolar modo per quanto riguarda la *durezza*, presenta andamenti che si discostano molto dalla retta rappresentante la *distribuzione normale cumulata*, assumendo una forma ad S. Questo può essere spiegato considerando la possibile presenza di due strutture metallurgiche di durezza sensibilmente differente, infatti in questo caso la distribuzione presenta due massimi di frequenza relativa distinti, per cui la distribuzione viene anche detta *Bimodale*.

Il trattamento termico T6 è caratterizzato dall'aumento della dimensione dei precipitati di seconde fasi presenti all'interno della microstruttura del campione, quindi essendo il test di nano-penetrazione strumentata una prova che coinvolge porzioni di superficie nanometriche, non si esclude la possibilità che durante il test eseguito sia sulla superficie longitudinale XY che su quella verticale Z, ci si possa essere imbattuti in una zona bifasica dove era presente un precipitato di Silicio importante all'interno della matrice di Alluminio.

Per questo motivo l'ipotesi di distribuzione normale per il campione T6 è stata sin da subito scartata, non eseguendo successivamente il test del χ^2 .

6.1.2 Test del χ^2

Il test del χ^2 è una prova di tipo analitica, volta a testare anche a livello numerico l'ipotesi di distribuzione normale dei dati sperimentali.

I campioni che presentano un grafico di probabilità normale che non fa escludere l'ipotesi di distribuzione normale sono stati sottoposti a questo test ottenendo i seguenti risultati:

DUREZZA AS BUILD – Piano Z				
Livello confidenza	Numero di classi	χ^2 sperimentale	Estremo inferiore χ^2 teorico	Estremo superiore χ^2 teorico
95 %	15	10,9830	4,4037	23,3367

MODULO ELASTICO AS BUILD – Piano Z				
Livello confidenza	Numero di classi	χ^2 sperimentale	Estremo inferiore χ^2 teorico	Estremo superiore χ^2 teorico
95 %	15	6,5833	4,4037	23,3367

Tabella 6.1: Test del χ^2 provino As Build – piano Z

DUREZZA AS BUILD – Piano XY				
Livello confidenza	Numero di classi	χ^2 sperimentale	Estremo inferiore χ^2 teorico	Estremo superiore χ^2 teorico
95 %	15	5,8928	4,4037	23,3367

MODULO ELASTICO AS BUILD – Piano XY				
Livello confidenza	Numero di classi	χ^2 sperimentale	Estremo inferiore χ^2 teorico	Estremo superiore χ^2 teorico
95 %	15	9,1749	4,4037	23,3367

Tabella 6.2: Test del χ^2 provino As Build – piano XY

I risultati finali del test affermano che i dati sperimentali derivanti dal campione As Build presentano un valore di χ^2 sperimentale che è compreso tra gli estremi dell'intervallo fiduciario, quindi l'ipotesi nulla non può essere rifiutata con un rischio di errore pari al 5%.

Una particolarità dei valori di χ^2 sperimentale è la tendenza verso il valore inferiore dell'intervallo, e ciò sta a significare una distribuzione che si avvicina molto a quella normale ideale.

Lo stesso processo è eseguito per il campione sottoposto a Stress Relieved, con seguenti risultati:

DUREZZA STRESS RELIEVED – Piano Z				
Livello confidenza	Numero di classi	χ^2 sperimentale	Estremo inferiore χ^2 teorico	Estremo superiore χ^2 teorico
95 %	15	11,1292	4,4037	23,3367

MODULO ELASTICO STRESS RELIEVED – Piano Z				
Livello confidenza	Numero di classi	χ^2 sperimentale	Estremo inferiore χ^2 teorico	Estremo superiore χ^2 teorico
95 %	15	7,9374	4,4037	23,3367

Tabella 6.3: Test del χ^2 provino Stress Relieved – piano Z

DUREZZA STRESS RELIEVED – Piano XY				
Livello confidenza	Numero di classi	χ^2 sperimentale	Estremo inferiore χ^2 teorico	Estremo superiore χ^2 teorico
95 %	15	12,6501	4,4037	23,3367

MODULO ELASTICO STRESS RELIEVED – Piano XY				
Livello confidenza	Numero di classi	χ^2 sperimentale	Estremo inferiore χ^2 teorico	Estremo superiore χ^2 teorico
95 %	15	12,9182	4,4037	23,3367

Tabella 6.4: Test del χ^2 provino Stress Relieved – piano XY

A differenza del caso precedente, qui si nota come il valore del χ^2 sperimentale sia più centrato nell'intervallo, il che in genere è un risultato auspicabile, poiché in questo modo si scongiurano i casi estremi da scartare.

6.1.3 Test ANOVA

Una volta definita la distribuzione normale dei dati sperimentali ottenuti, si è passati alla seconda fase dell'analisi statistica, ovvero quella che dovrebbe evidenziare le differenze presenti tra provini soggetti a trattamenti termici differenti, e le differenze tra i diversi piani di costruzione appartenenti però allo stesso campione.

Il test ANOVA è strutturato in modo da analizzare la varianza caratteristica del singolo gruppo, ma anche la varianza presente tra i diversi gruppi, quindi è in grado di affermare se l'esecuzione di un particolare trattamento termico porti alla variazione delle caratteristiche meccaniche come durezza e modulo elastico, come afferma la letteratura.

Il test è stato eseguito per tre volte in modo da confrontare più aspetti, assumendo ogni volta un livello di fiducia pari al 95%.

La prima prova coinvolge tutti e sei i casi, quindi si confrontano i diversi piani di costruzione per ogni trattamento termico, ottenendo i seguenti risultati:

DUREZZA H [GPa]						
	AB XY	AB Z	SR XY	SR Z	T6 XY	T6 Z
MEDIA / GPa	1,7146	1,6258	1,8858	1,6994	2,1994	2,2836
VARIANZA / GPa ²	0,1559	0,2306	0,2221	0,1637	1,0937	1,4937

Cause Variazione	Gradi di libertà	Varianza / GPa ²	Variance Ratio	Fmax
Fattori esaminati	5	8,9488	15,9810	2,2265
Errori random	720	0,5599		
Totale	725	0,6178		

Tabella 6.5: Test Anova generale sulla Durezza

Il valore di F_{max} è minore della $Variance Ratio$ quindi, con un rischio d'errore pari al 5%, sono presenti differenze sistematiche tra i gruppi analizzati.

Il valore di varianza presente in seconda riga è pari alla $Varianza Between$, mentre il valore presente in terza riga è la $Varianza Within$.

Lo stesso procedimento è eseguito per l'analisi del modulo elastico:

MODULO ELASTICO E [GPa]						
	AB XY	AB Z	SR XY	SR Z	T6 XY	T6 Z
MEDIA / GPa	90,5001	87,1422	96,6831	91,4518	94,3471	96,4236
VARIANZA / GPa ²	154,7292	188,6480	190,3442	160,1515	220,778	299,586

Cause Variazione	Gradi di libertà	Varianza / GPa ²	Variance Ratio	Fmax
Fattori esaminati	5	1686,9781	8,3359	2,2265
Errori random	720	202,3729		
Totale	725	212,6116		

Tabella 6.6: Test Anova generale sul modulo elastico

Anche in questo caso il valore di F_{max} è minore della $Variance Ratio$, quindi sono presenti differenze sistematiche tra i gruppi.

A seguito di tali risultati si può ammettere che l'ipotesi iniziale, la quale afferma che l'esecuzione di un trattamento termico possa influire sulla variazione delle caratteristiche meccaniche, è verificata anche sperimentalmente.

Una volta eseguito il test in modo generale per tutti i casi, si è passati ad un'analisi più specifica che si concentra esclusivamente sulla ricerca delle differenze in funzione del trattamento termico, considerando un solo piano di costruzione alla volta per i tre trattamenti, diminuendo così il numero da 6 a 3 casi.

I risultati sono riportati nelle seguenti tabelle:

DUREZZA H [GPa]			
	AB XY	SR XY	T6 XY
MEDIA / GPa	1,7146	1,8858	2,1694
VARIANZA / GPa²	0,1559	0,2221	1,0937

Cause variazione	Gradi di libertà	Varianza / GPa²	Variance Ratio	Fmax
Trattamenti termici	2	6,3861	13,0169	3,0208
Errori random	360	0,49060		
Totale	362	0,5232		

Tabella 6.7: Test Anova sulla Durezza per piano XY

MODULO ELASTICO E [GPa]			
	AB XY	SR XY	T6 XY
MEDIA / GPa	90,5001	96,6831	94,3471
VARIANZA / GPa²	154,7292	190,3442	220,7781

Cause variazione	Gradi di libertà	Varianza / GPa²	Variance Ratio	Fmax
Trattamenti termici	2	1179,4392	6,2530	3,0208
Errori random	360	188,6172		
Totale	362	194,0914		

Tabella 6.8: Test Anova sul Modulo Elastico per piano XY

Dall'analisi specifica del piano longitudinale XY, confrontato tra i trattamenti termici, risulta essere ancora più chiaro come siano presenti le differenze ricercate inizialmente, e come i trattamenti influiscano sulle proprietà.

L'analisi è stata eseguita anche sul piano verticale Z, con i medesimi risultati:

DUREZZA H [GPa]			
	AB Z	SR Z	T6 Z
MEDIA / GPa	1,6255	1,6994	2,2836
VARIANZA / GPa²	0,23060	0,1637	1,4937

Cause variazione	Gradi di libertà	Varianza / GPa²	Variance Ratio	Fmax
Trattamenti termici	2	15,7235	24,9844	3,0208
Errori random	360	0,6293		
Totale	362	0,7127		

Tabella 6.9: Test Anova sulla Durezza per piano Z

MODULO ELASTICO E [GPa]			
	AB Z	SR Z	T6 Z
MEDIA / GPa	87,1422	91,4518	96,4237
VARIANZA / GPa²	188,6480	160,1515	299,5864

Cause variazione	Gradi di libertà	Varianza / GPa²	Variance Ratio	Fmax
Trattamenti termici	2	2610,3187	12,0776	3,0208
Errori random	360	216,1286		
Totale	362	229,3562		

Tabella 6.10: Test Anova sul Modulo Elastico per piano Z

Anche in questo caso il valore di F_{max} risulta essere inferiore a quello della *Variance Ratio*, quindi è verificata l'ipotesi della presenza di differenze sistematiche causate dall'applicazione di differenti trattamenti termici.

6.1.4 Test di Ipotesi

Successivamente al test ANOVA, il quale ha dato la prima conferma dell'ipotesi iniziale, si sono eseguiti ulteriori test per verificare la presenza di differenze sistematiche tra i diversi casi, definiti *Test di Ipotesi* i quali sono in grado di evidenziare non solo la presenza di differenze tra i casi, ma anche quali data-set si discostano maggiormente dagli altri. Attraverso i Test di Ipotesi sono state analizzate sia le medie che le varianze, anche in questo caso iniziando da un confronto generale che coinvolge tutti e sei i casi, fino ad arrivare al solo confronto dei due piani di costruzione appartenenti allo stesso provino, poiché dalla teoria è noto che il piano di costruzione verticale ha caratteristiche inferiori rispetto a quello longitudinale, quindi si vuole provare anche questa differenza. [12]. I risultati del test di ipotesi effettuato sulla media, sia per la durezza che per il modulo elastico, sono i seguenti:

DUREZZA H [GPa]						
	AB XY	AB Z	SR XY	SR Z	T6 XY	T6 Z
MEDIA / GPa	1,7146	1,6255	1,8858	1,6994	2,1694	2,2836
Numero di campioni mediati		121				
Media / GPa		1,8964				
Deviazione Standard / GPa		0,7861				
Dev. Standard della Media / GPa		0,07146				
Livello di Confidenza		95%				
Lower Boundary / GPa		1,756367				
Upper Boundary / GPa		2,03647				

Tabella 6.11: Test di ipotesi generale sulla Media - Durezza

MODULO ELASTICO E [GPa]						
	AB XY	AB Z	SR XY	SR Z	T6 XY	T6 Z
MEDIA / GPa	90,5001	87,1422	96,6831	91,4519	94,3471	96,4236
Numero di campioni mediati		121				
Media / GPa		92,7580				
Deviazione Standard / GPa		14,5812				
Dev. Standard della Media / GPa		1,32556				
Livello di Confidenza		95%				
Lower Boundary / GPa		90,57767				
Upper Boundary / GPa		94,93839				

Tabella 6.12: Test di ipotesi generale sulla Media - Modulo Elastico

L'intervallo fiduciario con estremi pari a *Lower e Upper Boundary* è definito in funzione del livello di confidenza imposto.

I valori delle medie evidenziati in rosso risultano essere esterni all'intervallo definito, quindi quei particolari casi presentano delle differenze sistematiche rispetto agli altri.

Una volta eseguito il test in modo generale per tutti i casi, si è passati ad un'analisi più specifica che si concentra sulla ricerca delle differenze in funzione del trattamento termico, considerando un solo piano di costruzione alla volta per i tre trattamenti, diminuendo così il numero da 6 a 3 casi.

I risultati che riguardano durezza e modulo elastico sono riportati di seguito:

DUREZZA H [GPa]			
	AB XY	SR XY	T6 XY
MEDIA / GPa	1,7146	1,8858	2,1694
Numero di campioni mediati		121	
Media / GPa		1,92331	
Deviazione Standard / GPa		0,72331	
Dev. Standard della media / GPa		0,065755	
Livello di confidenza		95%	
Lower Boundary / GPa		1,81515	
Upper Boundary / GPa		2,031466	

Tabella 6.13: Test di ipotesi sulla Media –Durezza piano XY

DUREZZA H [GPa]			
	AB Z	SR Z	T6 Z
MEDIA / GPa	1,62557	1,69942	2,28359
Numero di campioni mediati		121	
Media / GPa		1,869529	
Deviazione Standard / GPa		0,844233	
Dev. Standard della media / GPa		0,076749	
Livello di confidenza		95%	
Lower Boundary / GPa		1,7432886	
Upper Boundary / GPa		1,9957687	

Tabella 6.14: Test di ipotesi sulla Media –Durezza piano Z

MODULO ELASTICO E [GPa]			
	AB XY	SR XY	T6 XY
MEDIA / GPa	90,50019	96,68314	94,34711
Numero di campioni mediati		121	
Media / GPa		93,84348	
Deviazione Standard / GPa		13,931668	
Dev. Standard della media / GPa		1,266515	
Livello di confidenza		95%	
Lower Boundary / GPa		91,760251	
Upper Boundary / GPa		95,92715	

Tabella 6.15: Test di Ipotesi sulla Media – Modulo Elastico piano XY

MODULO ELASTICO E [GPa]			
	AB Z	SR Z	T6 Z
MEDIA / GPa	87,142207	91,45188	96,42366
Numero di campioni mediati		121	
Media / GPa		91,672583	
Deviazione Standard / GPa		15,144512	
Dev. Standard della media / GPa		1,376774	
Livello di confidenza		95%	
Lower Boundary / GPa		89,407992	
Upper Boundary / GPa		93,937175	

Tabella 6.16: Test di Ipotesi sulla Media – Modulo Elastico piano Z

Il processo per la determinazione degli estremi dell'intervallo è identico al caso precedente, e anche restringendo l'analisi al singolo piano di costruzione, confrontandolo per i diversi trattamenti termici, si nota che le medie evidenziate in rosso hanno valori esterni all'intervallo, quindi quei casi presentano differenze sistematiche rispetto agli altri.

Come si è visto, il test di ipotesi è più specifico rispetto all'ANOVA, infatti quest'ultimo è in grado di definire la presenza di differenze tra i vari gruppi, senza però specificare in quali di questi siano presenti, mentre con il test di ipotesi andando a confrontare diversi gruppi si è in grado di definire quali di questi presentano particolarità, poiché non è certo che le differenze sistematiche siano presenti in ogni gruppo analizzato, come si è visto nei risultati precedenti. Per concludere il test di ipotesi sulla Media, si sono messi a confronto i piani di costruzione per ogni provino, al fine di testare l'anisotropia costruttiva, ottenendo i seguenti risultati:

DUREZZA H [GPa]		
	AB XY	AB Z
MEDIA / GPa	1,714606	1,6255705
Numero di campioni mediati	121	
Media / GPa	1,6700885	
Deviazione Standard / GPa	0,440969	
Deviazione Standard della media / GPa	0,040088	
Livello di Confidenza	95%	
Lower Boundary / GPa	1,604149	
Upper Boundary / GPa	1,736027	

Tabella 6.17: Test di Ipotesi sulla Media – Durezza Provino As Build

DUREZZA H [GPa]		
	SR XY	SR Z
MEDIA / GPa	1,8858484	1,69942823
Numero di campioni mediati	121	
Media / GPa	1,7926384	
Deviazione Standard / GPa	0,4481819	
Deviazione Standard della media / GPa	0,040744	
Livello di Confidenza	95%	
Lower Boundary / GPa	1,725621	
Upper Boundary / GPa	1,859655	

Tabella 6.18: Test di Ipotesi sulla Media – Durezza Provino Stress Relieved

DUREZZA H [GPa]		
	T6 XY	T6 Z
MEDIA / GPa	2,169471	2,283587
Numero di campioni mediati	121	
Media / GPa	2,226529	
Deviazione Standard / GPa	1,136484	
Deviazione Standard della media / GPa	0,1033168	
Livello di Confidenza	95%	
Lower Boundary / GPa	2,056588	
Upper Boundary / GPa	2,396470	

Tabella 6.19: Test di Ipotesi sulla Media – Durezza Provino T6

Contrariamente a quello che prevede la letteratura, i provini As Build e quelli sottoposti al trattamento T6, non presentano differenze rilevanti tra i diversi piani di costruzione, mentre il provino soggetto a Stress Relieved sì.

Questo particolare risultato potrebbe essere dovuto alla scala nanometrica della prova e alla particolare microstruttura del materiale, infatti essendo un materiale altamente anisotropo si possono facilmente registrare delle anomalie nelle misure specialmente a scale così ridotte.

Lo stesso processo è stato eseguito per il modulo elastico, ottenendo i medesimi risultati:

MODULO ELASTICO E [GPa]		
	AB XY	AB Z
MEDIA / GPa	90,50019	87,142206
Numero di campioni mediati	121	
Media / GPa	88,821201	
Deviazione Standard / GPa	13,183587	
Deviazione Standard della media / GPa	1,198508	
Livello di Confidenza	95%	
Lower Boundary / GPa	86,849831	
Upper Boundary	90,792571	

Tabella 6.20: Test di ipotesi sulla Media – Modulo elastico Provino As Build

MODULO ELASTICO E [GPa]		
	SR XY	SR Z
MEDIA / GPa	96,683138	91,431882
Numero di campioni mediati	121	
Media / GPa	94,067509	
Deviazione Standard / GPa	13,468134	
Deviazione Standard della media / GPa	1,224376	
Livello di Confidenza	95%	
Lower Boundary / GPa	92,053591	
Upper Boundary / GPa	96,081429	

Tabella 6.21: Test di ipotesi sulla Media – Modulo elastico Provino Stress Relieved

MODULO ELASTICO E [GPa]		
	T6 XY	T6 Z
MEDIA / GPa	94,347116	96,423661
Numero di campioni mediati	121	
Media / GPa	95,385388	
Deviazione Standard / GPa	16,130257	
Deviazione Standard della media / GPa	1,466387	
Livello di Confidenza	95%	
Lower Boundary / GPa	92,973397	
Upper Boundary / GPa	97,797381	

Tabella 6.22: Test di Ipotesi sulla Media – Modulo elastico Provino T6

Anche in questo caso, come avvenuto per la durezza, l'unico provino che presenta differenze sistematiche tra i piani di costruzione è quello soggetto a Stress Relieved, e i motivi per i quali gli altri due non seguono l'andamento teorico sono identici a quelli enunciati precedentemente quando si è analizzata la durezza.

Il test di ipotesi è stato eseguito anche sulla varianza, esaminando gli stessi casi ottenendo dei risultati che si differenziano dai precedenti.

I risultati più significativi sono riportati di seguito:

DUREZZA H [GPa]						
	AB XY	AB Z	SR XY	SR Z	T6 XY	T6 Z
Varianza / GPa²	1,55592	0,23060	0,22215	0,163733	1,09372	1,49367
Numero campioni		121				
Varianza Prevista / GPa²		0,559969				
Vj Previsto		120				
Livello di confidenza		95%				
Lower Boundary / GPa²		0,427315				
Upper Boundary / GPa²		0,710281				

Tabella 6.23: Test di Ipotesi sulla Varianza – Durezza caso generale

MODULO ELASTICO E [GPa]						
	AB XY	AB Z	SR XY	SR Z	T6 XY	T6 Z
Varianza / GPa²	154,72923	188,6480	190,3442	160,1515	220,7781	299,58
Numero campioni		121				
Varianza Prevista / GPa²		202,3729				
Vj Previsto		120				
Livello di confidenza		95%				
Lower Boundary / GPa²		154,4318				
Upper Boundary / GPa²		256,6956				

Tabella 6.24: Test di Ipotesi sulla Varianza – Modulo Elastico caso generale

Esaminato il caso generale, si è passati al singolo piano di costruzione confrontato tra i vari trattamenti termici, ottenendo quanto segue:

DUREZZA H [GPa]			
	AB XY	SR XY	T6 XY
Varianza / GPa²	0,15592	0,22215	1,09372
Lower B. / GPa²	0,374381		
Upper B. / GPa²	0,622292		

Tabella 6.25: Test di Ipotesi sulla Varianza – Durezza piano XY

DUREZZA H [GPa]			
	AB Z	SR Z	T6 Z
Varianza / GPa²	0,23060	0,163733	1,49367
Lower B. / GPa²	0,48025		
Upper B. / GPa²	0,798268		

Tabella 6.26: Test di Ipotesi sulla Varianza – Durezza piano Z

MODULO ELASTICO E [GPa]			
	AB XY	SR XY	T6 XY
Varianza / GPa²	154,7292	190,3442	220,7781
Lower B. / GPa²	143,9348		
Upper B. / GPa²	239,2474		

Tabella 6.27: Test di Ipotesi sulla Varianza – Modulo Elastico piano XY

MODULO ELASTICO E [GPa]			
	AB Z	SR Z	T6 Z
Varianza / GPa²	188,64801	160,15156	299,58645
Lower B. / GPa²	164,92896		
Upper B. / GPa²	274,14376		

Tabella 6.28: Test di Ipotesi sulla Varianza – Modulo Elastico piano Z

Si nota immediatamente che per quanto riguarda a durezza, in tutti i casi esaminati, sono presenti differenze sistematiche tra i gruppi, ossia eteroschedasticità, mentre nel caso del modulo elastico i casi evidenziati in rosso sono un numero inferiore.

Analogamente a quanto accaduto nel test di ipotesi per la media, analizzando il singolo provino confrontando i diversi piani di costruzione, non si è riscontrata la presenza di differenze sistematiche in nessun caso esaminato.

Nel capitolo successivo verranno esplicitate le conclusioni sullo studio eseguito tramite la nano-penetrazione strumentata, con particolare riferimento su come questa tecnologia in fase di sviluppo possa essere considerata valida per la caratterizzazione di materiali anche con microstrutture non comuni, come quelli prodotti utilizzando le nuove tecniche Additive.

6.2 Risultati prova durezza Brinell 2.5/62.5

Questa prova di durezza è quella standard utilizzata dalla casa produttrice EOS per la caratterizzazione della durezza della lega con la quale sono stati realizzati i provini, ovvero l'AlSi10Mg.

Lo scopo finale dell'analisi dei dati sarà quindi, oltre a provare la presenza di differenze sistematiche tra i casi analizzati come avvenuto in precedenza, quello di confrontare i valori medi ottenuti dalla prova con quelli riportati all'interno del *data sheet* fornito dalla EOS, per verificare la validità del materiale e soprattutto della prova eseguita.

Una volta ottenuti i dati sperimentali, i quali sono riportati all'interno della sezione 4.4, si esegue la medesima analisi statistica proposta per la prova di nano-penetrazione strumentata, prestando particolare attenzione ai valori medi per il confronto finale.

Le prove eseguite seguono un andamento diverso da quello precedente, poiché si analizzeranno tutti e 9 i provini non soggetti al test di penetrazione strumentata, e per ogni campione verranno eseguiti 3 test sia sulla superficie longitudinale che su quella verticale, ottenendo quindi 27 risultati per ogni data-set.

6.2.1 Eliminazione Outliers e Grafico di Probabilità Normale

La ricerca dei valori Outliers è stata effettuata tramite l'applicazione della teoria di Chauvenet, tuttavia nessun valore è stato definito come Outlier per nessuno dei casi sin dalla prima iterazione effettuata, quindi senza applicare nessuna sostituzione di valori con valori *mediani*, si è passati alla costruzione dei grafici di probabilità normale.

Come già definito in precedenza, il grafico di probabilità normale è uno strumento volto a definire il tipo di distribuzione che presentano i dati sperimentali.

Tuttavia, esso ha bisogno di un numero di dati abbastanza elevato per determinare un andamento preciso, e i 27 forniti sono al limite per definire valida l'ipotesi di distribuzione normale.

Di seguito vengono riportati i grafici per i sei casi analizzati: in rosso è rappresentata la retta della *distribuzione normale cumulata* mentre in blu si rappresentano i dati di durezza sperimentali.

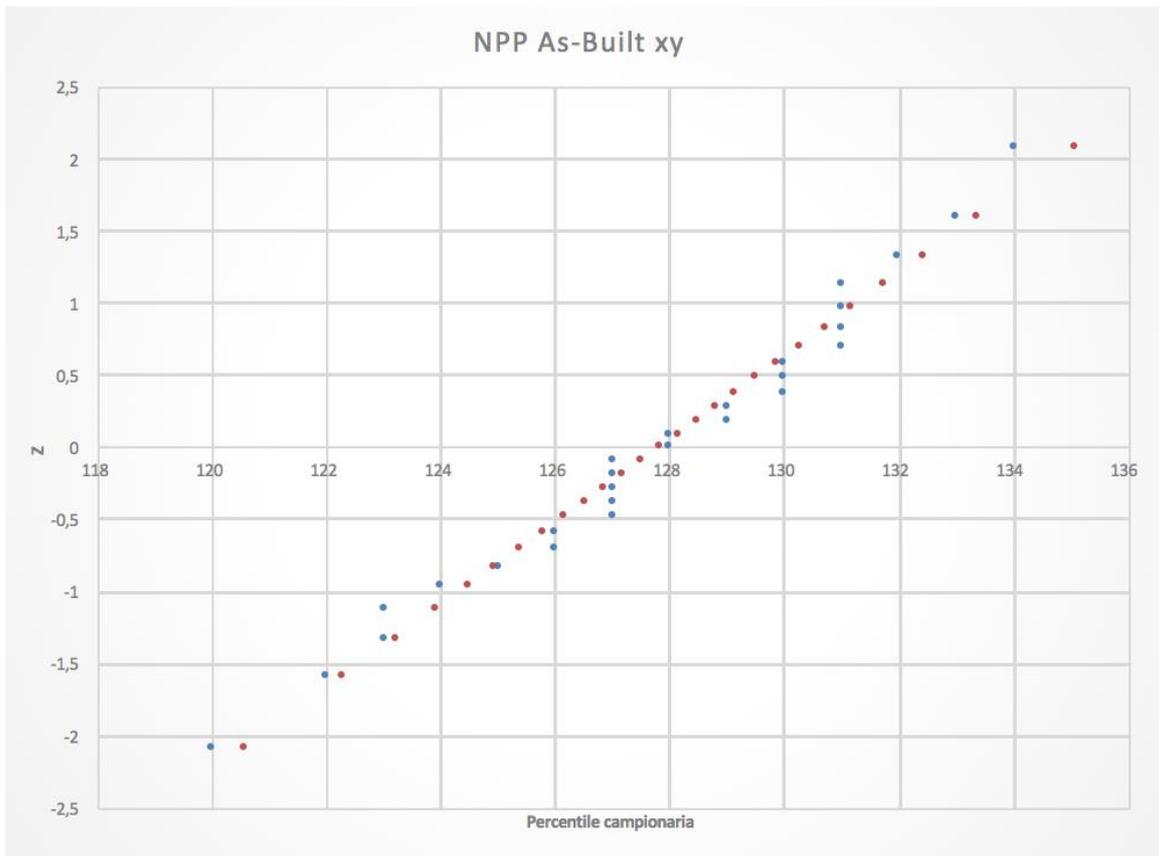


Fig. 6.9: Grafico probabilità normale provino As Build – Piano XY

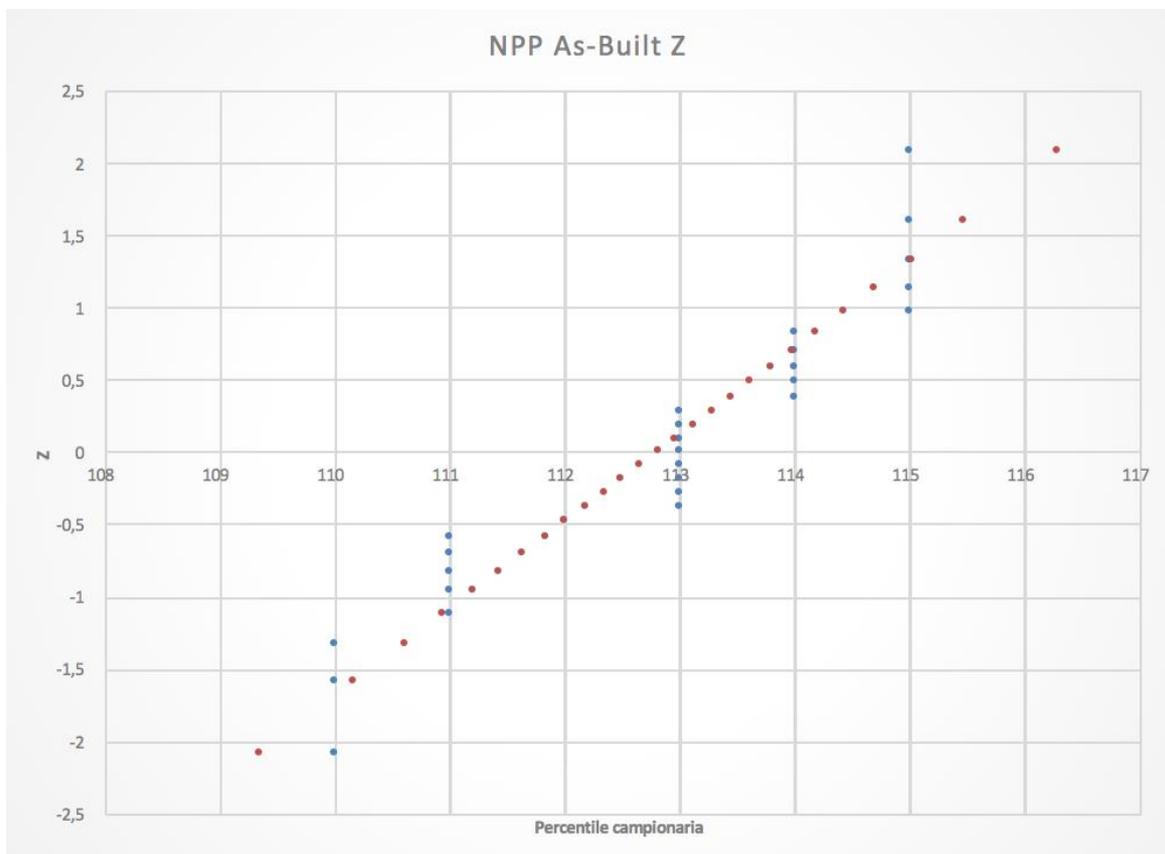


Fig. 6.10: Grafico probabilità normale provino As Build – Piano Z

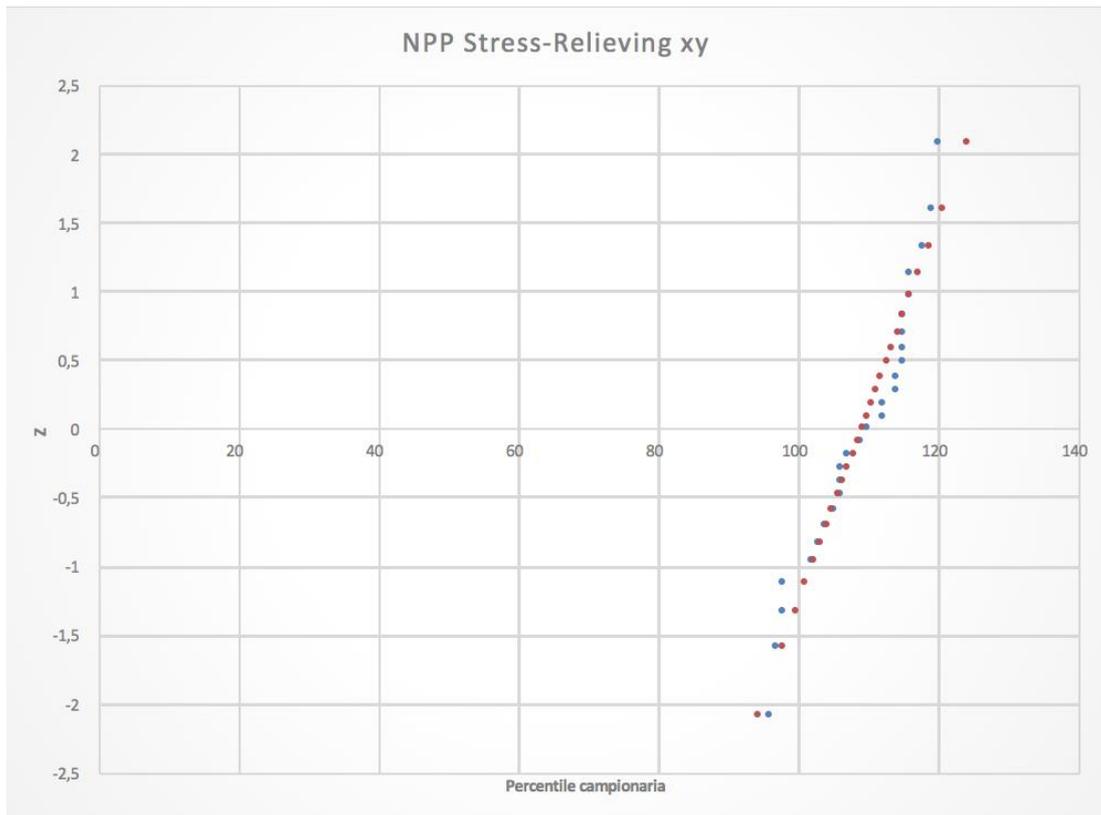


Fig. 6.11: Grafico probabilità normale provino Stress Relieved – Piano XY

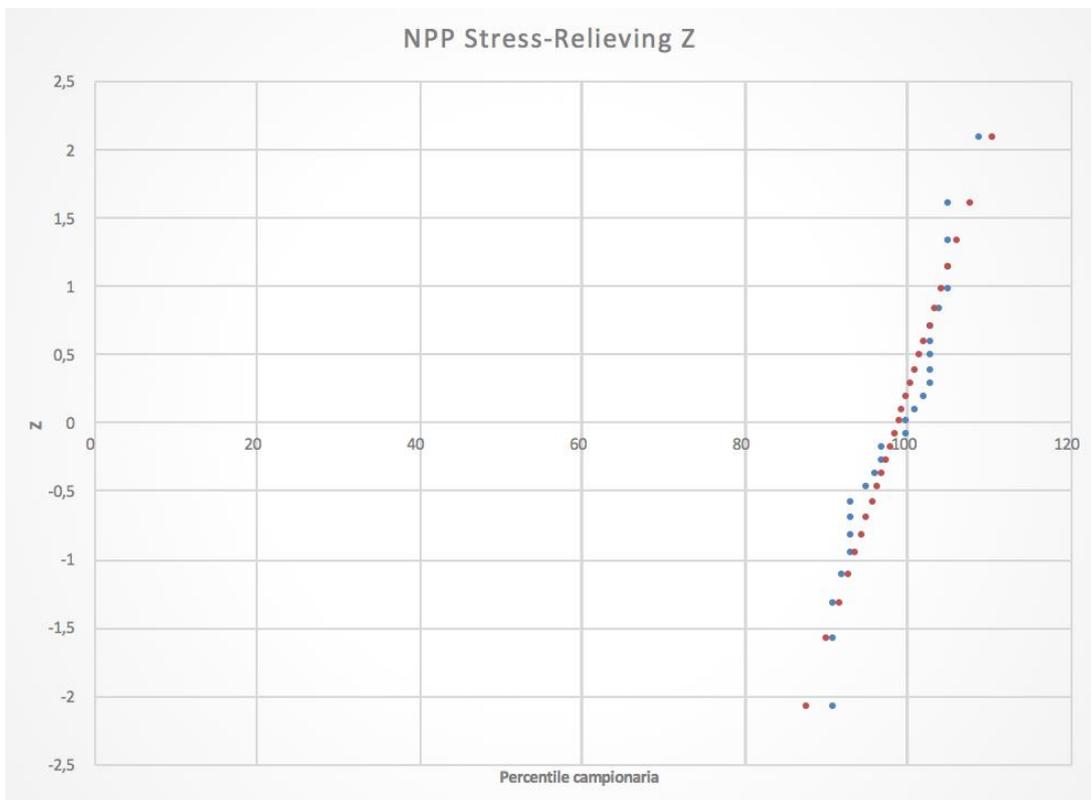


Fig. 6.12: Grafico probabilità normale provino Stress Relieved – Piano Z

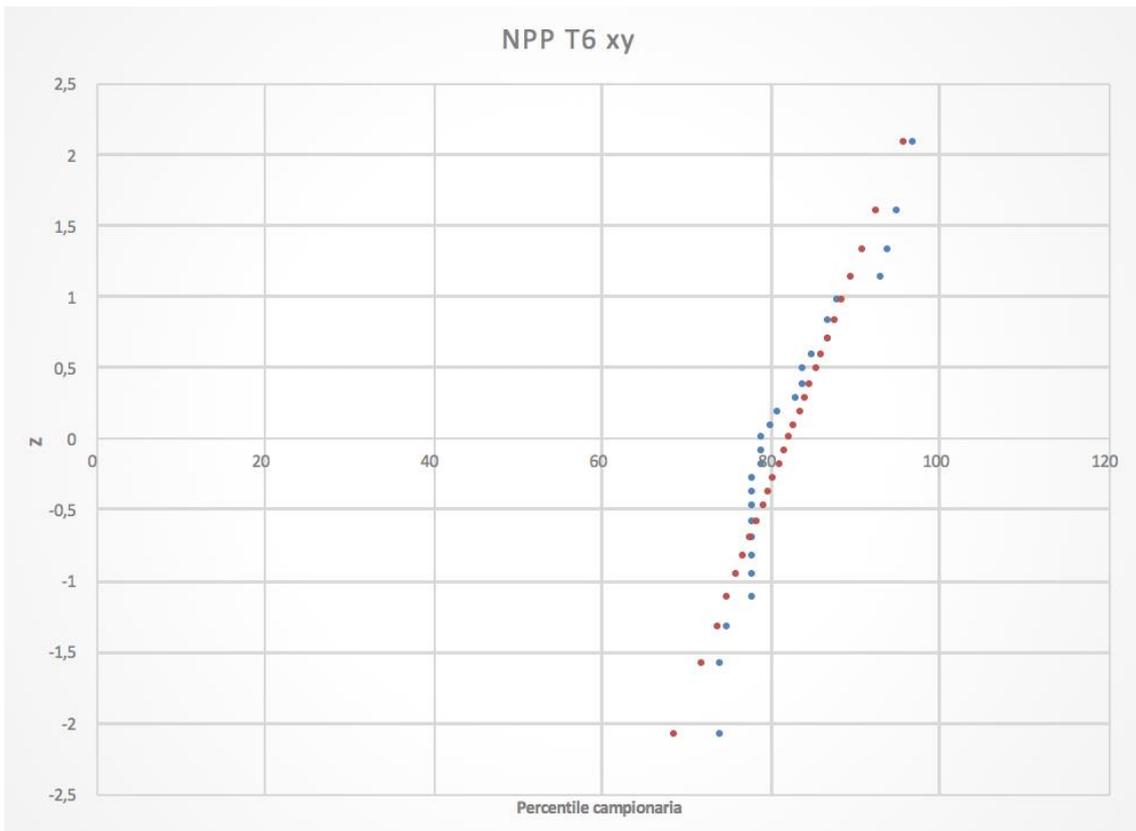


Fig. 6.13: Grafico probabilità normale provino T6 – Piano XY

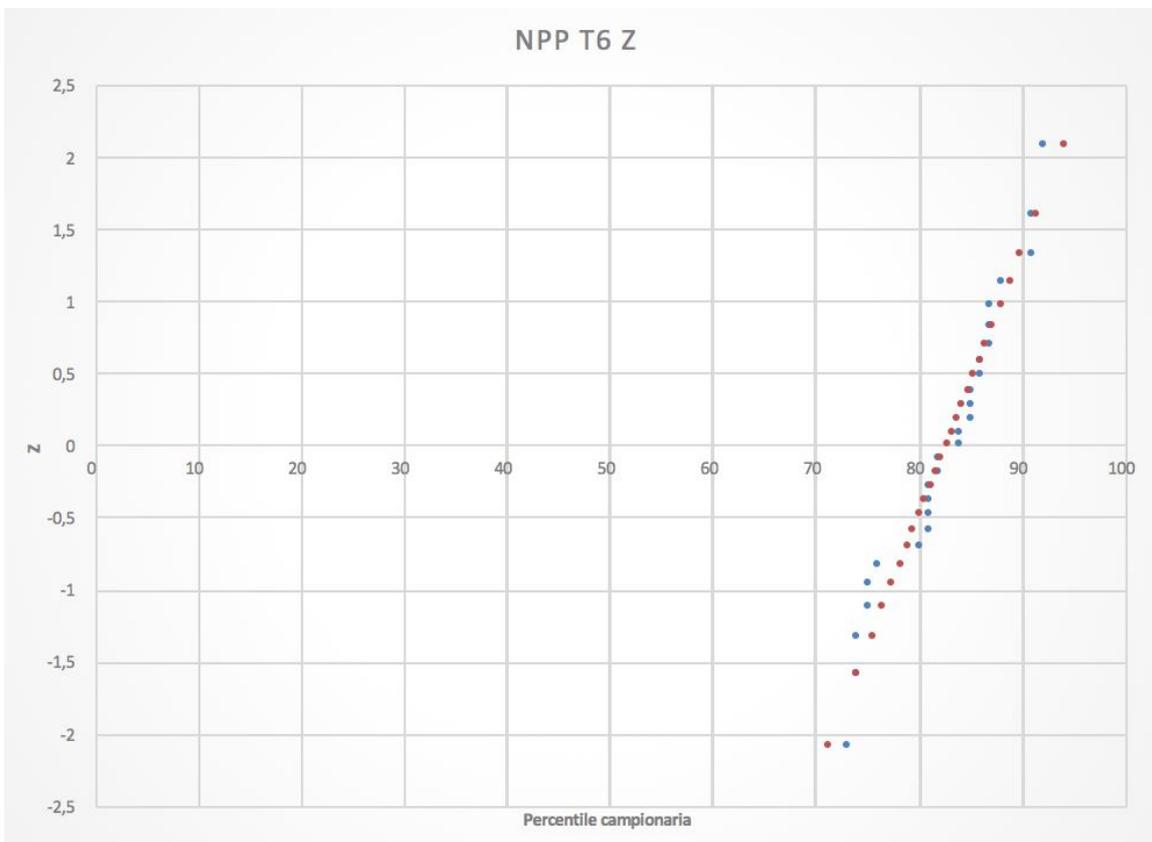


Fig. 6.14: Grafico probabilità normale provino T6 – Piano Z

Dall'analisi grafica si nota la non perfetta continuità della curva che rappresenta i dati sperimentali, e ciò è dovuto a povera risoluzione associata alla scala HBW 2.5/62.5.

Tuttavia, l'andamento dei dati risulta essere chiaro e tendente alla retta di riferimento teorico in tutti i casi, con qualche anomalia presente sempre all'interno del data-set riguardante i provini T6, ma non sono presenti scostamenti eccessivi dalla retta come invece era avvenuto nel caso dei provini T6 con l'analisi dei dati riguardante la prova di nano-penetrazione strumentata. Quindi per via grafica non si può rifiutare l'ipotesi nulla di distribuzione normale dei dati sperimentali.

Un'ulteriore conferma sarà il test analitico del χ^2 .

6.2.2 Test del χ^2

I campioni che presentano un grafico di probabilità normale che non fa escludere l'ipotesi di distribuzione normale sono stati sottoposti a questo test ottenendo i seguenti risultati:

DUREZZA AS BUILD – Piano XY				
Livello confidenza	Numero di classi	χ^2 sperimentale	Estremo inferiore χ^2 teorico	Estremo superiore χ^2 teorico
95 %	10	1,940314	1,689869	16,01276

DUREZZA AS BUILD – Piano Z				
Livello confidenza	Numero di classi	χ^2 sperimentale	Estremo inferiore χ^2 teorico	Estremo superiore χ^2 teorico
95 %	10	14,362387	1,689869	16,01276

Tabella 6.29: Test del χ^2 provino As Build

DUREZZA STRESS RELIEVED – Piano XY				
Livello confidenza	Numero di classi	χ^2 sperimentale	Estremo inferiore χ^2 teorico	Estremo superiore χ^2 teorico
95 %	10	8,93153	1,689869	16,01276

DUREZZA STRESS RELIEVED – Piano Z				
Livello confidenza	Numero di classi	χ^2 sperimentale	Estremo inferiore χ^2 teorico	Estremo superiore χ^2 teorico
95 %	10	7,56648	1,689869	16,01276

Tabella 6.30: Test del χ^2 provino Stress Relieved

DUREZZA T6 – Piano XY				
Livello confidenza	Numero di classi	χ^2 sperimentale	Estremo inferiore χ^2 teorico	Estremo superiore χ^2 teorico
95 %	10	15,01584	1,689869	16,01276

DUREZZA T6 – Piano Z				
Livello confidenza	Numero di classi	χ^2 sperimentale	Estremo inferiore χ^2 teorico	Estremo superiore χ^2 teorico
95 %	10	1,863794	1,689869	16,01276

Tabella 6.31: Test del χ^2 provino T6

Analizzando i singoli valori di χ^2 sperimentale ottenuti tramite il foglio di lavoro Excel, si vede che in tutti e sei i casi esso rientra all'interno dell'intervallo fiduciario definito in funzione del livello di confidenza sempre imposto pari al 95%.

Tuttavia, ci sono dei casi in cui il valore del χ^2 sperimentale si avvicina molto all'estremo inferiore, come il provino As Build sul piano di costruzione XY e quello T6 sul piano Z, ciò sta a significare che la distribuzione si avvicina molto a quella normale ideale, cosa che a livello statistico è molto improbabile.

Viceversa, ci sono dei valori che si avvicinano molto all'estremo superiore come l'As Build sul piano Z e il T6 sul piano XY, andando ad evidenziare un andamento che è quasi l'opposto del precedente, poiché in questo caso si è molto lontani dalla distribuzione normale ideale, ed al limite per definirla normale.

Il campione soggetto a Stress Relieved invece presenta dei valori di χ^2 sperimentale che si posizionano circa a metà dell'intervallo fiduciario, e questo è il caso che statisticamente risulta essere meno critico.

Una volta dichiarata la distribuzione normale dei risultati sia in forma grafica che in forma analitica, si passa al confronto dei vari casi per cercare la presenza di differenze sistematiche, il tutto tramite gli stessi test statistici eseguiti per la nano-penetrazione strumentata, ovvero il test ANOVA e i Test di Ipotesi sulla media e sulla varianza.

6.2.3 Test ANOVA

Il test è stato eseguito per tre volte in modo da confrontare più aspetti, assumendo ogni volta un livello di fiducia pari al 95%.

La prima prova coinvolge tutti e sei i casi, quindi si confrontano i diversi piani di costruzione per ogni trattamento termico, ottenendo i seguenti risultati:

DUREZZA H [HBW]						
	AB XY	AB Z	SR XY	SR Z	T6 XY	T6 Z
MEDIA / HBW	127,8148	112,8148	109,1851	99	82,2962	82,7037
VARIANZA / HBW ²	12,0797	2,7720	50,9259	30,0769	42,2165	29,9088

Cause Variazione	Gradi di libertà	Varianza // HBW ²	Variance Ratio	Fmax
Fattori esaminati	5	8661,7395	309,3845	2,2721
Errori random	156	27,9967		
Totale	161	296,1253		

Tabella 6.32: Test ANOVA generale sulla durezza

Il valore di F_{max} è minore della *Variance Ratio* quindi, assumendo un rischio d'errore pari al 5%, sono presenti differenze sistematiche tra i gruppi analizzati. Il valore di varianza presente in seconda riga è pari alla varianza ponderata delle medie dei singoli gruppi, ovvero la *Varianza Between*, mentre il valore presente in terza riga è la media ponderata delle varianze dei singoli gruppi, ovvero la *Varianza Within*.

A seguito di tali risultati si può ammettere che l'ipotesi iniziale, la quale afferma che l'esecuzione di un trattamento termico possa influire sulla variazione delle caratteristiche meccaniche, è verificata anche sperimentalmente.

Una volta eseguito il test in modo generale per tutti i casi, si è passati ad un'analisi più specifica che si concentra esclusivamente sulla ricerca delle differenze in funzione del trattamento termico, considerando un solo piano di costruzione alla volta per i tre trattamenti, diminuendo così il numero da 6 a 3 casi.

I risultati sono riportati nelle seguenti tabelle:

DUREZZA H [HBW]			
	AB XY	SR XY	T6 XY
MEDIA / HBW	127,8148	109,18518	82,2963
VARIANZA / / HBW²	12,07977	50,9259	42,2165

Cause variazione	Gradi di libertà	Varianza / / HBW²	Variance Ratio	Fmax
Trattamenti Termici	2	14139,05	403,11967	3,1138
Errori random	78	35,07407		
Totale	80	387,6734		

Tabella 6.32: Test ANOVA sulla durezza – Piano XY

DUREZZA H [HBW]			
	AB Z	SR Z	T6 Z
MEDIA / HBW	112,8148	99	82,7037
VARIANZA / / HBW²	2,7720	30,0769	29,9088

Cause variazione	Gradi di libertà	Varianza / / HBW²	Variance Ratio	Fmax
Trattamenti Termici	2	6133,9382	293,2194	3,1138
Errori random	78	20,9192		
Totale	80	173,7447		

Tabella 6.33: Test ANOVA sulla durezza – Piano Z

Anche nel caso dell'analisi del singolo piano di costruzione, il valore di F_{max} risulta essere inferiore a quello della $Variance Ratio$, confermando ulteriormente l'ipotesi che afferma la presenza di differenze sistematiche tra i provini soggetti a trattamenti termici diversi.

6.2.4 Test di Ipotesi

Come nel caso della nano-penetrazione strumentata, per la completa analisi della varianza si sono eseguiti ulteriori test, definiti *Test di Ipotesi* i quali sono in grado di evidenziare non solo la presenza di differenze tra i casi, ma anche quali data-set si discostano maggiormente dagli altri.

Attraverso i Test di Ipotesi sono state analizzate sia le medie che le varianze, anche in questo caso iniziando da un confronto generale che coinvolge tutti e sei i casi, fino ad arrivare al solo confronto dei due piani di costruzione appartenenti allo stesso provino, poiché dalla teoria è noto che il piano di costruzione verticale ha caratteristiche inferiori rispetto a quello longitudinale, quindi si vuole provare anche questa differenza.

I risultati del test di ipotesi effettuato sulla media sono i seguenti:

DUREZZA H [HBW]						
	AB XY	AB Z	SR XY	SR Z	T6 XY	T6 Z
MEDIA / HBW	127,8148	112,8149	109,1851	99	82,2963	82,7037
Numero di campioni mediati		27				
Media / HBW		102,3024				
Deviazione Standard / HBW		17,2083				
Dev. Standard della Media / HBW		3,31174				
Livello di Confidenza		95%				
Lower B. / HBW		95,81158				
Upper B. / HBW		108,7934				

Tabella 6.34: Test di ipotesi generale sulla Media - Durezza

L'intervallo fiduciario con estremi pari a *Lower e Upper Boundary* è definito in funzione del livello di confidenza imposto.

I valori delle medie evidenziati in rosso risultano essere esterni all'intervallo definito, quindi quei particolari casi presentano delle differenze sistematiche rispetto agli altri.

Una volta eseguito il test in modo generale per tutti i casi, si è passati ad un'analisi più specifica che si concentra sulla ricerca delle differenze in funzione del trattamento termico, considerando un solo piano di costruzione alla volta per i tre trattamenti, diminuendo così il numero da 6 a 3 casi.

I risultati che riguardano la durezza sono riportati di seguito:

DUREZZA H [HBW]			
	AB XY	SR XY	T6 XY
MEDIA / HBW	127,8148	109,1852	82,2963
Numero di campioni mediati		27	
Media / HBW		106,4321	
Deviazione Standard / HBW		19,6894	
Dev. Standard della media / HBW		3,7893	
Livello di confidenza		95%	
Lower Boundary / HBW		100,1993	
Upper Boundary / HBW		112,6648	

Tabella 6.35: Test di ipotesi sulla Media – Durezza piano XY

DUREZZA H [HBW]			
	AB Z	SR Z	T6 Z
MEDIA / HBW	112,8148	99	82,7037
Numero di campioni mediati		27	
Media / HBW		98,1728	
Deviazione Standard / HBW		13,1812	
Dev. Standard della media / HBW		2,5367	
Livello di confidenza		95%	
Lower Boundary / HBW		94,0003	
Upper Boundary / HBW		102,3454	

Tabella 6.36: Test di Ipotesi sulla Media – Durezza piano Z

Anche restringendo l'analisi al singolo piano di costruzione, confrontandolo per i diversi trattamenti termici, si nota che sono presenti medie evidenziate in rosso con valori esterni all'intervallo, quindi quei casi presentano differenze sistematiche rispetto agli altri.

Nello specifico, come si nota nelle tabelle 6.35 e 6.36, il provino soggetto a Stress Relieved ha media all'interno dell'intervallo per entrambi i piani, e questo potrebbe essere collegato al fatto che già dal test del chi-quadro sperimentale si era notato come l'andamento della distribuzione era centrato rispetto agli estremi. Per concludere il test sulla media si sono confrontati, mantenendo la stessa metodologia, all'interno del singolo provino i diversi piani di costruzione, ottenendo i seguenti risultati:

	AB XY	AB Z
MEDIA / HBW	127,8148	112,8148
Lower Bound. / HBW	117,7706	
Upper Bound. / HBW	122,8590	

Tabella 6.37: Test di Ipotesi sulla Media – Durezza provino As Build

	SR XY	SR Z
MEDIA / HBW	109,1851	99
Lower Bound. / HBW	101,5463	
Upper Bound. / HBW	106,6388	

Tabella 6.38: Test di Ipotesi sulla Media – Durezza provino Stress Relieved

	T6 XY	T6 Z
MEDIA / HBW	82,2963	82,7037
Lower Bound. / HBW	80,6159	
Upper Bound. / HBW	84,3441	

Tabella 6.39: Test di Ipotesi sulla Media – Durezza provino T6

I risultati del confronto tra i piani di costruzione risultano essere coerenti con quello affermato in letteratura, ovvero che le caratteristiche meccaniche, nella fattispecie la durezza, variano tra piano longitudinale e verticale, con quest'ultimo che presenta i valori più bassi.

Il tutto a causa della particolare tecnologia di produzione che è basata sul deposito additivo di layer di polvere metallica, quindi la probabilità di trovare delle porosità è maggiore sul piano Z.

Concluso il test sulla media si è passati all'analisi di possibili effetti sistematici tra le varianze dei casi in esame, analogamente al caso della nano-penetrazione strumentata.

DUREZZA H [HBW]						
	AB XY	AB Z	SR XY	SR Z	T6 XY	T6 Z
Varianza / / HBW²	12,0797	2,7721	50,9259	30,0769	42,2165	29,9088
Numero campioni		27				
Varianza Prevista / / HBW²		27,9968				
Vj Previsto		26				
Livello di confidenza		95%				
Lower B. / HBW²		14,9070				
Upper B. / HBW²		45,1427				

Tabella 6.40: Test di Ipotesi generale sulla Varianza – Durezza

Si nota che a differenza del test eseguito sulle medie, questo dà dei risultati diversi, evidenziando differenze sistematiche solo nei primi tre casi.

Anche in questo caso l'analisi viene eseguita sui singoli piani per i diversi trattamenti e sui diversi piani per i singoli trattamenti, ottenendo i seguenti risultati:

DUREZZA H [HBW]			
	AB XY	SR XY	T6 XY
Varianza / HBW^2	12,0797	50,9259	42,2165
Lower / HBW^2	18,6755		
Upper / HBW^2	56,5545		

Tabella 6.41: Test di Ipotesi sulla Varianza – Durezza piano XY

DUREZZA H [HBW]			
	AB Z	SR Z	T6 Z
Varianza / HBW^2	2,7721	30,0769	29,9088
Lower / HBW^2	11,1386		
Upper / HBW^2	33,7308		

Tabella 6.42: Test di Ipotesi sulla Varianza – Durezza piano Z

	AB XY	AB Z
VARIANZA / HBW^2	12,0797	2,7721
Lower Bound. / HBW^2	3,9534	
Upper Bound. / HBW^2	11,9737	

Tabella 6.43: Test di Ipotesi sulla Varianza – Durezza provino As Build

	SR XY	SR Z
VARIANZA / HBW^2	50,9259	30,0769
Lower Bound. / HBW^2	21,5653	
Upper Bound. / HBW^2	65,3057	

Tabella 6.44: Test di Ipotesi sulla Varianza – Durezza provino Stress Relieved

	T6 XY	T6 Z
VARIANZA / HBW^2	42,2165	29,9088
Lower Bound. / HBW^2	19,2018	
Upper Bound. / HBW^2	58,1485	

Tabella 6.45: Test di Ipotesi sulla Varianza – Durezza provino T6

Come accennato all'inizio di questo paragrafo, il test Brinell 2.5/62.5 è stato effettuato anche per testare la validità del materiale utilizzato per la realizzazione dei provini, infatti un ulteriore scopo è quello di confrontare i valori medi ottenuti per ogni singolo caso con quelli forniti dal *data sheet* EOS sulle caratteristiche dell'AlSi10Mg.

La casa produttrice esegue questa tipologia di prova sul materiale appena prodotto, quindi senza l'esecuzione di alcun trattamento termico, e in più per avere un margine di sicurezza più ampio esegue la prova sul piano di costruzione che teoricamente dovrebbe presentare le caratteristiche minori, ovvero il piano verticale Z.

Per verificare la validità della prova eseguita in modo sperimentale, si andranno a confrontare quindi i valori ottenuti con quelli del manuale, con particolare interesse al data-set del provino As Build sul piano Z.

Di seguito sono riportati i valori medi per ogni caso, con delle bande di errore pari a $\pm 2\sigma$:

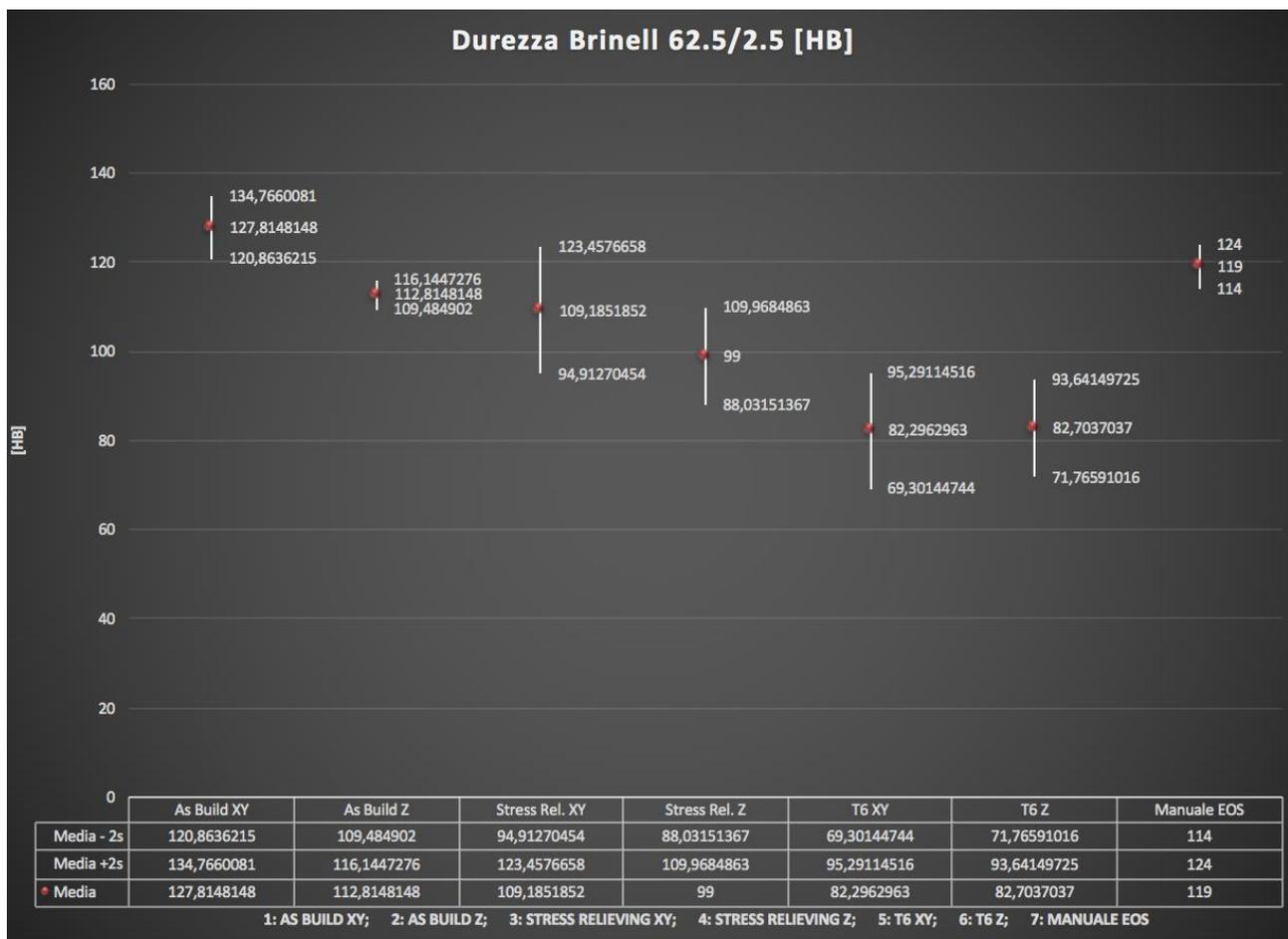


Fig. 6.15: Grafico per confronto dei valori medi

Si nota immediatamente che l'intervallo dei valori forniti dalla EOS si posiziona quasi esattamente allo stesso livello di quello riguardante il provino As Build analizzato sul piano verticale Z, come volevasi dimostrare.

Quindi la prova può essere considerata adeguata alla caratterizzazione della durezza del materiale, e i risultati ottenuti possono essere considerati affidabili.

6.3 Risultati prova durezza Brinell 1/10

Quest'ulteriore prova di durezza Brinell è stata eseguita al fine di confrontare i risultati con quelli ottenuti da una prova di macro-penetrazione strumentata, infatti il carico, rispetto alla prova precedente, è stato abbassato a 10 kgf, in modo da essere equiparabile ai 100 N applicati come carico di prova nella penetrazione strumentata.

Dato che i test strumentati adottano un penetratore Vickers, per eseguire il confronto finale, e quindi stabilire la validità della prova, bisogna effettuare una conversione dei dati, in modo da averli tutti su un'unica scala.

Per prima cosa, i dati sperimentali ottenuti dalla prova Brinell sono stati analizzati secondo i test statistici già eseguiti per le altre prove, in modo da evidenziare la tipologia di distribuzione e l'eventuale presenza di differenze sistematiche tra i vari gruppi, analogamente a ciò che è stato svolto in precedenza.

6.3.1 Eliminazione Outliers e Grafico di Probabilità Normale

Come per i casi precedenti, la ricerca dei valori Outliers è stata effettuata tramite l'applicazione della teoria di Chauvenet, tuttavia nessun valore è stato definito come Outlier per nessuno dei casi sin dalla prima iterazione effettuata, quindi senza applicare nessuna sostituzione di valori con valori *mediani*, si è passati alla costruzione dei grafici di probabilità normale.

Anche per questa prova Brinell sono stati effettuati tre test per ogni provino su ogni piano di costruzione, quindi il numero totale di dati sperimentali riguardanti un singolo caso sarà pari a 27.

Come già affermato in precedenza il grafico di probabilità normale ha bisogno di un numero di dati abbastanza elevato per determinare un andamento preciso, e i 27 forniti sono al limite per definire valida l'ipotesi di distribuzione normale.

Di seguito vengono riportati i grafici per i sei casi analizzati: in arancione è rappresentata la retta della *distribuzione normale cumulata* mentre in blu si rappresentano i dati di durezza sperimentali.

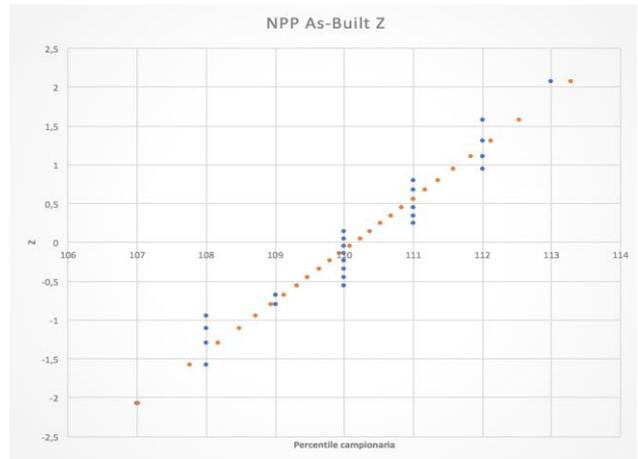
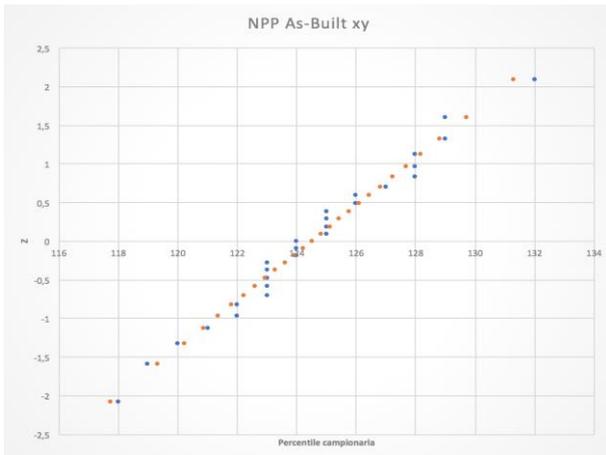


Fig. 6.16: Grafico probabilità normale provino As Build

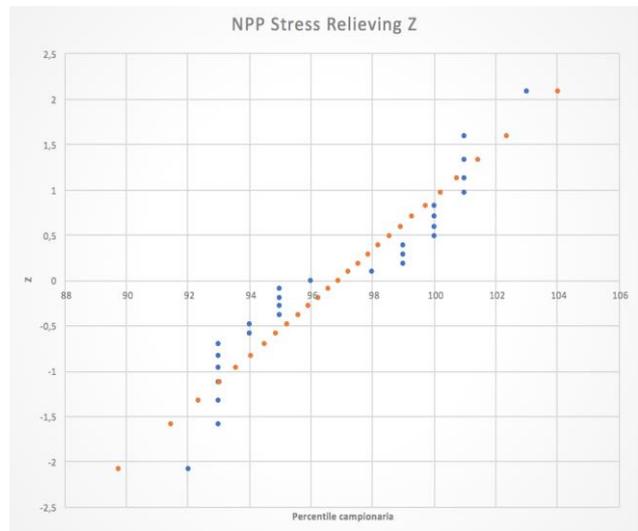
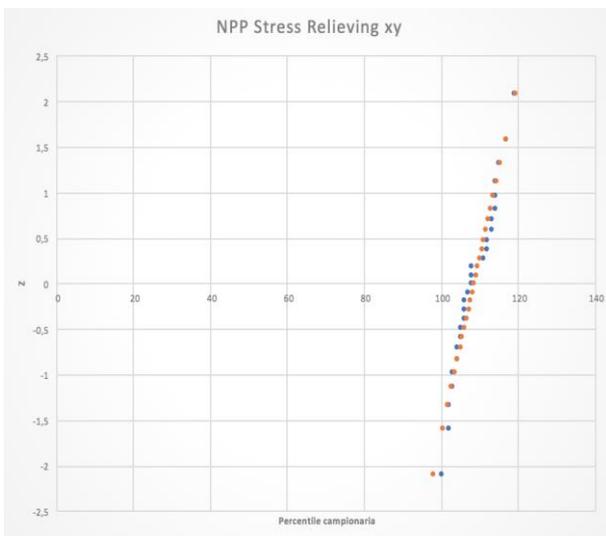


Fig. 6.17: Grafico probabilità normale provino Stress Relieved

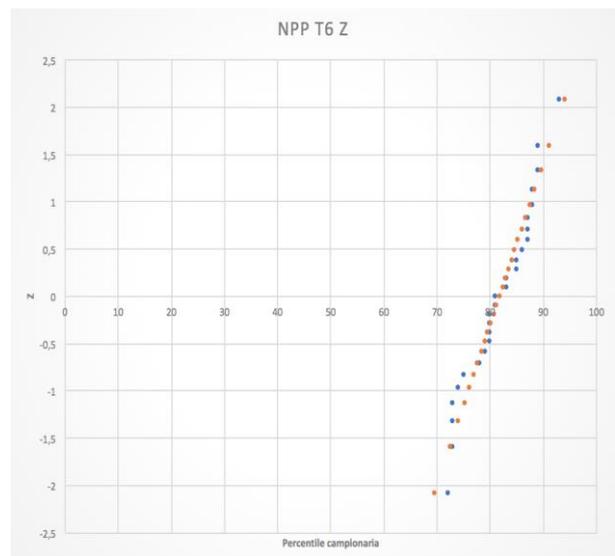
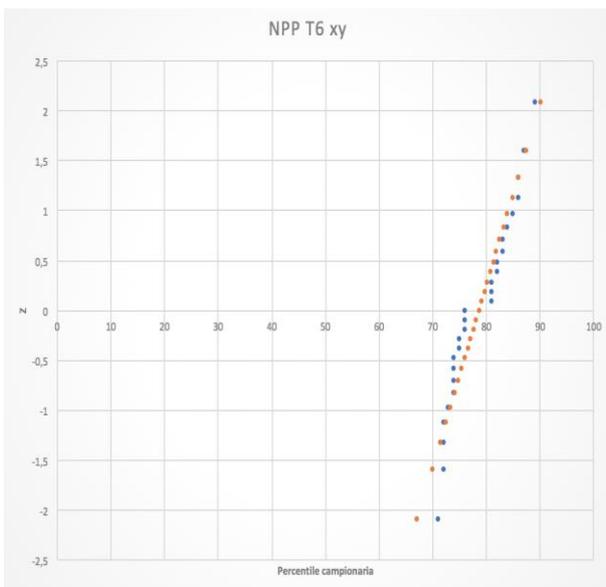


Fig. 6.18: Grafico probabilità normale provino T6

Anche in questo caso la continuità della curva rappresentante i dati sperimentali non è definita in modo chiaro, a causa della risoluzione del tipo di prove, infatti quella apportata è una misurazione di tipo discreto e non continuo, soggetta a ripetibilità di valori, come è possibile notare nei grafici del provino As Build.

Tuttavia, si riesce a definire un andamento della distribuzione normale nella maggior parte dei casi ad eccezione del provino soggetto al trattamento di Stress Relieved lungo il piano Z, il quale presenta dei valori sperimentali che si discostano notevolmente dalla retta rappresentante la *distribuzione normale cumulata teorica*.

Quindi si passa ad una valutazione analitica della tipologia di distribuzione tramite il test del χ^2 , con particolare attenzione al caso anomalo.

6.3.2 Test del χ^2

Analogamente alle prove precedenti, il test è stato eseguito per ogni caso analizzato, in modo da provare anche analiticamente la distribuzione normale dei dati sperimentali, ottenendo i seguenti risultati:

DUREZZA AS BUILD – Piano XY				
Livello confidenza	Numero di classi	χ^2 sperimentale	Estremo inferiore χ^2 teorico	Estremo superiore χ^2 teorico
95 %	10	3,115313	1,689869	16,01276

DUREZZA AS BUILD – Piano Z				
Livello confidenza	Numero di classi	χ^2 sperimentale	Estremo inferiore χ^2 teorico	Estremo superiore χ^2 teorico
95 %	10	1,63877	1,689869	16,01276

Tabella 6.46: Test del χ^2 provino As Build

DUREZZA STRESS RELIEVED – Piano XY				
Livello confidenza	Numero di classi	χ^2 sperimentale	Estremo inferiore χ^2 teorico	Estremo superiore χ^2 teorico
95 %	10	5,770282	1,689869	16,01276

DUREZZA STRESS RELIEVED – Piano Z				
Livello confidenza	Numero di classi	χ^2 sperimentale	Estremo inferiore χ^2 teorico	Estremo superiore χ^2 teorico
95 %	10	13,80547	1,689869	16,01276

Tabella 6.47: Test del χ^2 provino Stress Relieved

DUREZZA T6 – Piano XY				
Livello confidenza	Numero di classi	χ^2 sperimentale	Estremo inferiore χ^2 teorico	Estremo superiore χ^2 teorico
95 %	10	8,65958	1,689869	16,01276

DUREZZA T6 – Piano Z				
Livello confidenza	Numero di classi	χ^2 sperimentale	Estremo inferiore χ^2 teorico	Estremo superiore χ^2 teorico
95 %	10	3,650612	1,689869	16,01276

Tabella 6.48: Test del χ^2 provino T6

A differenza delle prove precedenti, dove tutti in tutti i casi si riscontrava un valore di χ^2 sperimentale posizionato all'interno dell'intervallo, qui è presente un'eccezione, infatti il provino As Build lungo la direzione verticale Z presenta un valore di χ^2 sperimentale leggermente inferiore al limite inferiore dell'intervallo, quindi l'ipotesi nulla di probabilità normale questa volta è rifiutabile con un rischio d'errore pari al 5%.

L'aver un valore al di sotto del limite inferiore sta a significare che la distribuzione è troppo simile a quella ideale, caso che statisticamente risulta essere molto improbabile, quindi potrebbero esserci degli errori sistematici nell'esecuzione della prova.

Tuttavia, anche se la normalità non è stata provata, il data-set verrà confrontato con gli altri nella seconda parte dell'analisi, dove appunto si ricerca la presenza di differenze sistematiche tra i vari casi. Questa approssimazione è accettabile

considerando che con un rischio di errore del 4.5% non si può più rifiutare l'ipotesi nulla.

6.3.3 Test ANOVA

Il test è eseguito per evidenziare la differenza tra i risultati appartenenti ai singoli casi, applicando come nelle prove precedenti un livello di fiducia pari al 95%.

La prova è stata eseguita inizialmente su tutti e sei i casi, per poi passare all'analisi più dettagliata del singolo piano di costruzione, confrontato per i diversi trattamenti termici eseguiti.

I risultati sono riportati di seguito:

DUREZZA H [HBW]						
	AB XY	AB Z	SR XY	SR Z	T6 XY	T6 Z
MEDIA / HBW	124,5185	110,1481	108,555	96,889	78,67	81,815
VARIANZA / HBW²	10,567	2,208	26,5641	11,718	30,308	34,618

Cause Variazione	Gradi di libertà	Varianza / HBW ²	Variance Ratio	Fmax
Fattori esaminati	5	8492	439,3564	2,2721
Errori random	156	19,3305		
Totale	161	282,4871		

Tabella 6.49: Test ANOVA generale sulla Durezza

Il valore di F_{max} è minore della *Variance Ratio* quindi, assumendo una probabilità d'errore pari al complementare del livello di confidenza stabilito, ovvero il 5%, sono presenti differenze sistematiche tra i gruppi analizzati.

A seguito di tali risultati si può ammettere che l'ipotesi iniziale, la quale afferma che l'esecuzione di un trattamento termico possa influire sulla variazione delle caratteristiche meccaniche, è verificata anche sperimentalmente.

L'analisi volta ad evidenziare le differenze sul singolo piano di costruzione, longitudinale e verticale, fornisce i seguenti risultati:

DUREZZA H [HBW]			
	AB XY	SR XY	T6 XY
MEDIA / HBW	124,5185	108,556	78,667
VARIANZA / HBW^2	10,567	26,5641	30,308

Cause variazione	Gradi di libertà	Varianza / HBW^2	Variance Ratio	Fmax
Fattori esaminati	2	14627,49	650,701	3,114
Errori random	78	22,4796		
Totale	80	387,605		

Tabella 6.50: Test ANOVA Durezza – piano XY

DUREZZA H [HBW]			
	AB Z	SR Z	T6 Z
MEDIA / HBW	110,1481	96,889	81,8148
VARIANZA / HBW^2	2,208	11,7179	34,6182

Cause variazione	Gradi di libertà	Varianza / HBW^2	Variance Ratio	Fmax
Fattori esaminati	2	5426,161	335,334	3,114
Errori random	78	16,1814		
Totale	80	151,4309		

Tabella 6.50: Test ANOVA Durezza – piano Z

Anche in questo caso, il valore di F_{max} risulta essere inferiore a quello della *Variance Ratio*, confermando ulteriormente l'ipotesi che afferma la presenza di differenze sistematiche tra i provini soggetti a trattamenti termici diversi.

6.3.4 Test di Ipotesi

Analogamente alle prove precedenti, per la completa analisi della varianza si sono eseguiti ulteriori test, definiti *Test di Ipotesi* i quali sono in grado di evidenziare non solo la presenza di differenze tra i casi, ma anche quali data-set si discostano maggiormente dagli altri.

Attraverso i Test di Ipotesi sono state analizzate sia le medie che le varianze, anche in questo caso iniziando da un confronto generale che coinvolge tutti e sei i casi, fino ad arrivare al solo confronto dei due piani di costruzione appartenenti allo stesso provino.

I risultati del test di ipotesi effettuato sulla media sono i seguenti:

DUREZZA H [HBW]						
	AB XY	AB Z	SR XY	SR Z	T6 XY	T6 Z
MEDIA / HBW	124,5185	110,1481	108,556	96,889	78,667	81,815
Numero di campioni mediati		27				
Media / HBW		100,0987				
Deviazione Standard / HBW		16,8074				
Dev. Standard della Media / HBW		3,2346				
Livello di Confidenza		95%				
Lower B. / HBW		93,7591				
Upper B. / HBW		106,4384				

Tabella 6.51: Test di Ipotesi generale sulla Media - Durezza

L'intervallo di fiducia con estremi pari a *Lower e Upper Boundary* è definito in funzione del livello di confidenza imposto.

I valori delle medie evidenziati in rosso risultano essere esterni all'intervallo definito, quindi quei particolari casi presentano delle differenze sistematiche rispetto agli altri.

Utilizzando la stessa metodologia, si è analizzato il singolo piano confrontando i differenti trattamenti termici, ottenendo i seguenti risultati:

DUREZZA H [HBW]			
	AB XY	SR XY	T6 XY
MEDIA / HBW	124,5185	108,556	78,667
Lower B. / HBW	97,6814		
Upper B. / HBW	110,1457		

Tabella 6.52: Test di Ipotesi sulla Media – Durezza piano XY

DUREZZA H [HBW]			
	AB Z	SR Z	T6 Z
MEDIA / HBW	110,1481	96,889	81,8148
Lower B. / HBW	92,3885		
Upper B. / HBW	100,1793		

Tabella 6.53: Test di Ipotesi sulla Media – Durezza piano Z

Anche restringendo l'analisi al singolo piano di costruzione, confrontandolo per i diversi trattamenti termici, si nota che sono presenti medie evidenziate in rosso con valori esterni all'intervallo, quindi quei casi presentano differenze sistematiche rispetto agli altri.

Per concludere il test sulla media si sono confrontati, all'interno del singolo provino i diversi piani di costruzione, ottenendo i seguenti risultati:

	AB XY	AB Z
MEDIA / HBW	124,5185	110,1481
Lower B. / HBW	114,9046	
Upper B. / HBW	119,7621	

Tabella 6.54: Test di Ipotesi sulla Media – Durezza provino As Build

	SR XY	SR Z
MEDIA / HBW	108,556	96,889
Lower B. / HBW	100,4079	
Upper B. / HBW	105,0365	

Tabella 6.55: Test di Ipotesi sulla Media – Durezza provino Stress Relieved

	T6 XY	T6 Z
MEDIA / HBW	78,667	81,8148
Lower B. / HBW	78,3850	
Upper B. / HBW	82,0966	

Tabella 6.56: Test di Ipotesi sulla Media – Durezza provino T6

I risultati sono coerenti con quanto affermato dalla letteratura, infatti si evidenziano differenze sistematiche tra i piani di costruzione, con quello longitudinale caratterizzato da valori di durezza maggiore.

L'unico caso in cui non è presente questa differenza è quello del provino T6, ma anche questo è coerente con la teoria, infatti il processo termico è caratterizzato da una modifica della microstruttura originale, la quale viene praticamente ricostituita e omogeneizzata con l'aumento dimensionale dei precipitati delle seconde fasi.

Il tutto rende le differenze tra i due piani di costruzioni nulle, e questo è verificato a livello sperimentale.

In più è possibile notare come i valori medi di durezza siano inferiori per i provini soggetti a trattamenti termici, il tutto corrispondente a ciò che è riportato in letteratura e discusso in Cap.5.

Infatti, la lega AlSi10Mg è soggetta ad una diminuzione delle proprietà meccaniche quando è sottoposta a trattamenti termici.

Tutti i risultati ottenuti sono quindi coerenti con quanto affermato dalla teoria.

Concluso il test sulla media si è passati all'analisi della varianza, ottenendo i seguenti risultati:

DUREZZA H [HBW]						
	AB XY	AB Z	SR XY	SR Z	T6 XY	T6 Z
Varianza / HBW^2	10,567	2,208	26,564	11,718	30,308	34,618
Numero campioni		27				
Varianza Prevista / HBW^2		19,3304				
Vj Previsto		26				
Livello di confidenza		95%				
Lower B. / HBW^2		10,2927				
Upper B. / HBW^2		31,1691				

Tabella 6.57: Test di ipotesi generale sulla Varianza - Durezza

Rispetto all'analisi della media, questo test da dei risultati diversi per quanto riguarda i gruppi che presentano differenze.

Per quanto riguarda il singolo piano per i diversi trattamenti, si ottiene:

DUREZZA H [HBW]			
	AB XY	SR XY	T6 XY
Varianza / HBW^2	10,567	26,564	30,307
Lower B. / HBW^2	11,969		
Upper B. / HBW^2	36,247		

Tabella 6.58: Test di ipotesi sulla Varianza – Durezza piano XY

DUREZZA H [HBW]			
	AB Z	SR Z	T6 Z
Varianza / HBW^2	2,208	11,718	34,618
Lower B. / HBW^2	8,616		
Upper B. / HBW^2	26,091		

Tabella 6.59: Test di ipotesi sulla Varianza – Durezza piano Z

Infine, si analizza il singolo provino, andando a confrontare i diversi piani, ottenendo:

	AB XY	AB Z
VARIANZA / HBW²	10,5669	2,2079
Lower B. / HBW²	3,40105	
Upper B. / HBW²	10,29933	

Tabella 6.60: Test di Ipotesi sulla Varianza – Durezza provino As Build

	SR XY	SR Z
VARIANZA / HBW²	26,5641	11,7179
Lower B. / HBW²	10,19179	
Upper B. / HBW²	30,86357	

Tabella 6.61: Test di Ipotesi sulla Varianza – Durezza provino Stress Relieved

	T6 XY	T6 Z
VARIANZA / HBW²	30,3077	34,6182
Lower B. / HBW²	17,28516	
Upper B. / HBW²	52,34424	

Tabella 6.62: Test di Ipotesi sulla Varianza – Durezza provino T6

Questi risultati saranno successivamente confrontati con quelli ottenuti dalla prova di macro-penetrazione strumentata, cercando una correlazione, in modo da trovare una relazione analitica che leghi i due data-set.

6.4 Risultati prova di Macro-penetrazione strumentata

Quest'ultima prova è stata svolta all'interno del laboratorio CRF di Mirafiori, con lo scopo di testare il macchinario UMT Tribolab Bruker, in genere utilizzato per delle prove di *scratch test*, con l'impostazione di un penetratore strumentato. Per avere un termine di paragone diretto con le prove di durezza eseguite con la metodologia classica Brinell, si è scelto un carico di prova pari a 100 N, in modo da confrontare la prova strumentata con quella Brinell 1/10, poiché 10 kgf corrispondono a 100 N.

Una volta eseguita la medesima analisi statistica dei risultati applicata nelle prove precedenti, si applicherà una conversione da GPa a HBW 1/10 per eseguire il confronto sulla stessa scala, in modo da definire più o meno valida la prova strumentata per la caratterizzazione di un materiale altamente anisotropo come l'AlSi10Mg.

6.4.1 Eliminazione Outliers e Grafico di Probabilità Normale

Come per i casi precedenti, la ricerca dei valori Outliers è stata effettuata tramite l'applicazione della teoria di Chauvenet, tuttavia nessun valore è stato definito come Outlier per nessuno dei casi sin dalla prima iterazione effettuata, quindi senza applicare nessuna sostituzione di valori con valori *mediani*, si è passati alla costruzione dei grafici di probabilità normale.

Verranno riportati i grafici riguardanti la durezza, con l'aggiunta della distribuzione statistica Gaussiana, la quale consente immediatamente la definizione di una distribuzione di tipo normale, iponormale o ipernormale.

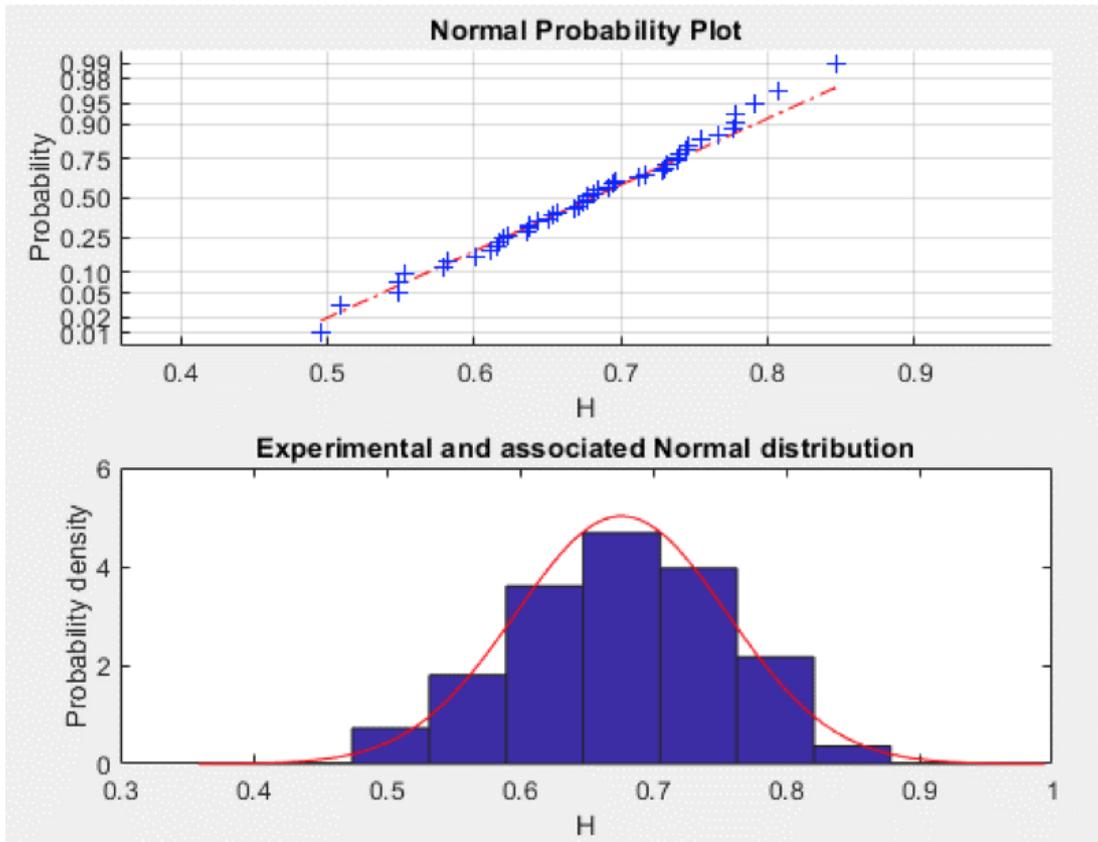


Fig. 6.19: Grafico probabilità normale provino As Build – Piano XY

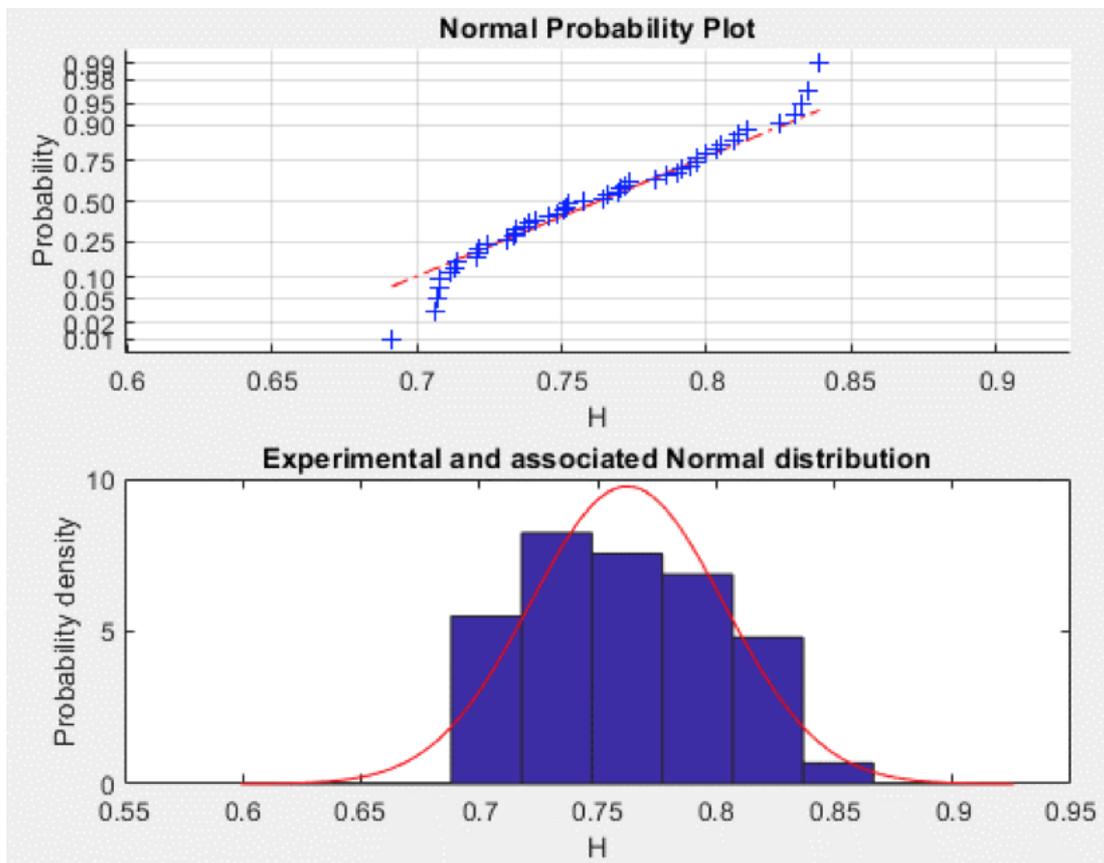


Fig. 6.20: Grafico probabilità normale provino As Build – Piano Z

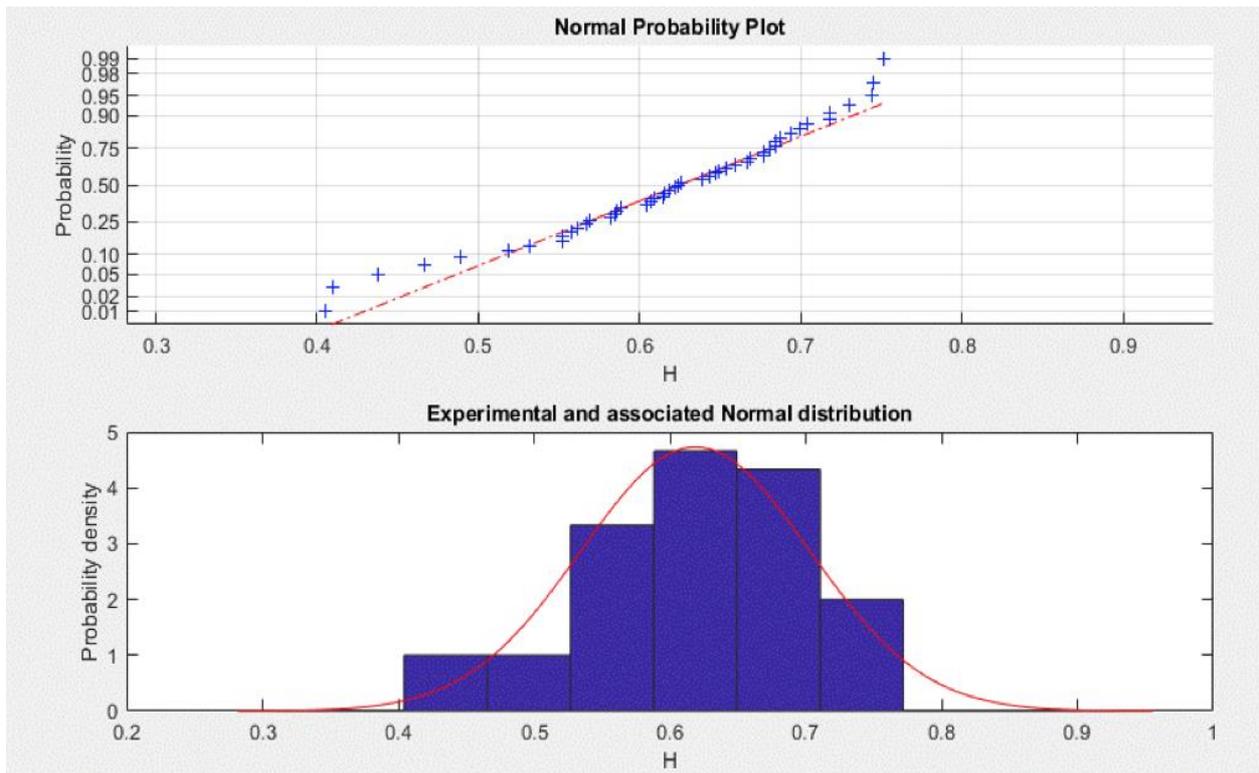


Fig. 6.21: Grafico probabilità normale provino Stress Relieved – Piano XY

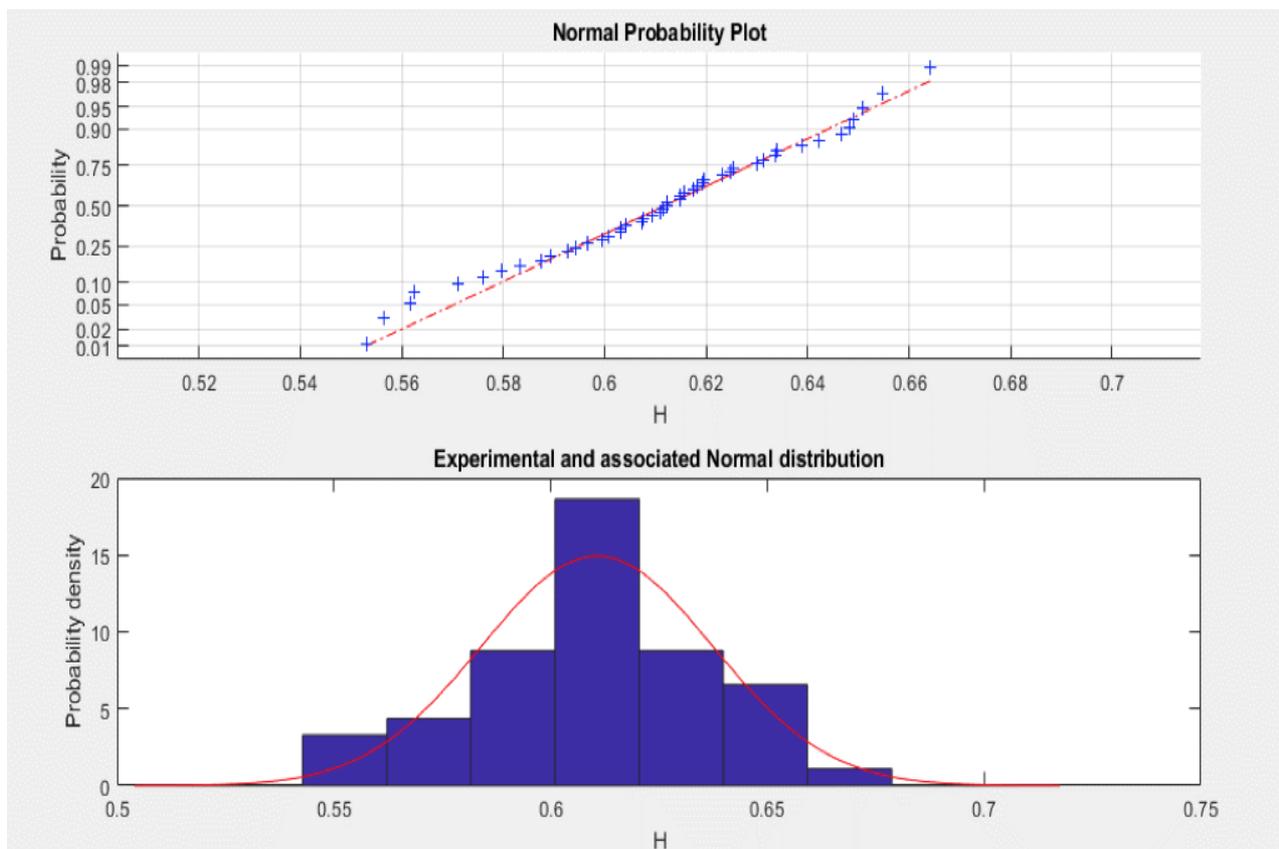


Fig. 6.22: Grafico probabilità normale provino Stress Relieved – Piano Z

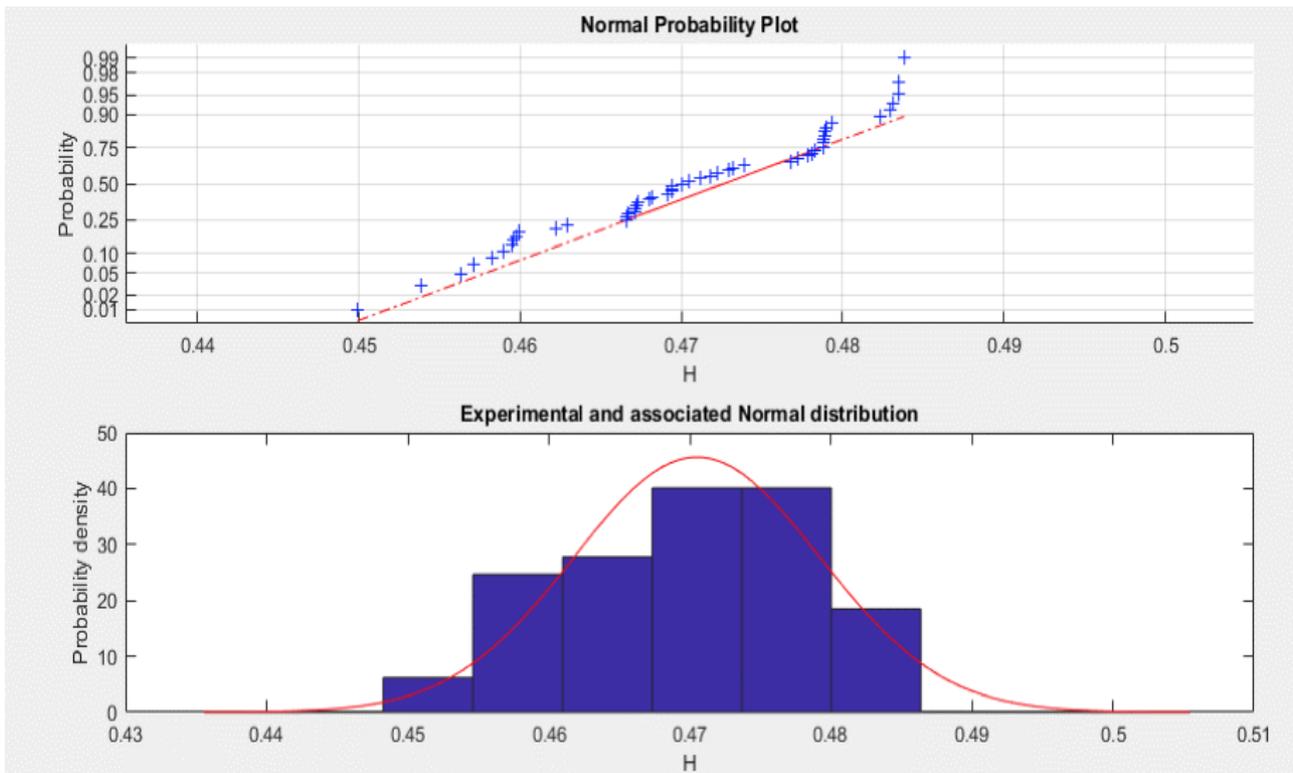


Fig. 6.23: Grafico probabilità normale provino T6 – Piano XY

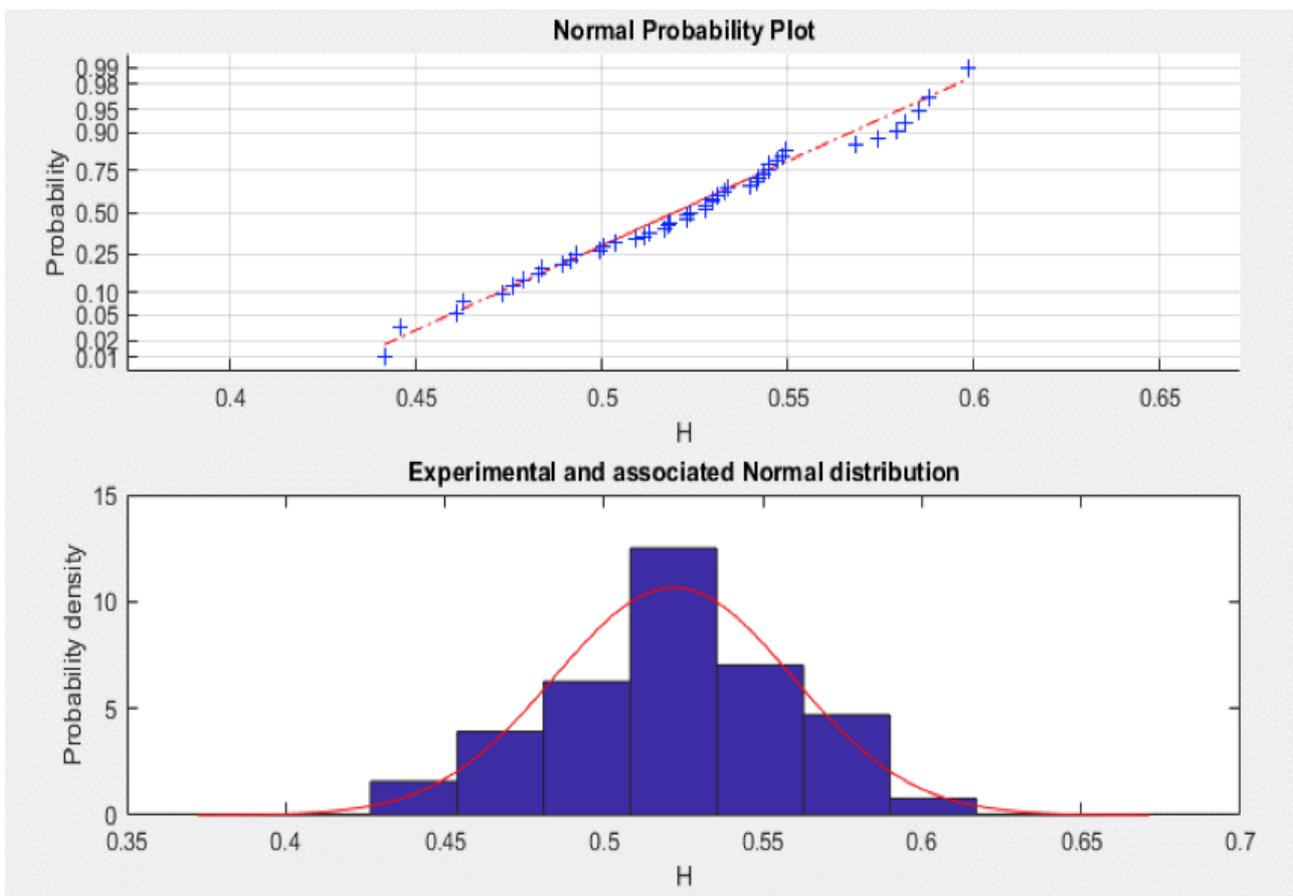


Fig. 6.24: Grafico probabilità normale provino T6 – Piano Z

Dai grafici si ottiene una distribuzione *normale* per tutti i casi esaminati, ma la conferma si otterrà solo aver eseguito il test analitico del chi-quadro.

6.4.2 Test del χ^2

	AB XY	AB Z	SR XY	SR Z	T6 XY	T6 Z
Ipotesi di Distribuzione Normale	Rifiutata (Iper-normale)	Non Rifiutata				

Tabella 6.63: Test χ^2 sperimentale prova macro-strumentata

La tabella dei risultati, ottenuti considerando un livello di fiducia sempre pari al 95%, mostra come il provino As Build lungo il piano longitudinale non consenta il non rifiuto dell'ipotesi di distribuzione normale come apparentemente si rappresentava nel grafico.

Per tutti i rimanenti casi il valore del χ^2 sperimentale rientra all'interno dell'intervallo definito dagli estremi

6.4.3 Test ANOVA

Il test è eseguito analogamente alle prove precedenti, ottenendo i seguenti risultati:

DUREZZA H [GPa]						
	AB XY	AB Z	SR XY	SR Z	T6 XY	T6 Z
MEDIA / GPa	0,67649	0,76243	0,61873	0,61078	0,47016	0,52196
VARIANZA / GPa ²	0,00618	0,0017	0,0071	0,0007	0,0007	0,0013

Cause Variazione	Gradi di libertà	Varianza / GPa ²	Variance Ratio	Fmax
Fattori esaminati	5	0,53937	189,9091	2,24534
Errori random	288	0,00284		
Totale	293	0,01199		

Tabella 6.64: Test ANOVA generale per la Durezza

Il valore di F_{max} è minore della *Variance Ratio* quindi, assumendo una probabilità d'errore pari al complementare del livello di confidenza stabilito, ovvero il 5%, sono presenti differenze sistematiche tra i gruppi analizzati. L'analisi volta ad evidenziare le differenze sul singolo piano di costruzione, longitudinale e verticale, fornisce i seguenti risultati:

DUREZZA H [GPa]			
	AB XY	SR XY	T6 XY
MEDIA / GPa	0,6764881	0,6187	0,47015
VARIANZA / GPa²	0,00618	0,0071	0,0007

Cause variazione	Gradi di libertà	Varianza / GPa²	Variance Ratio	Fmax
Fattori esaminati	2	0,55518	124,7952	3,0589
Errori random	144	0,00445		
Totale	146	0,0119		

Tabella 6.65: Test ANOVA per la Durezza – piano XY

DUREZZA H [GPa]			
	AB Z	SR Z	T6 Z
MEDIA / GPa	0,76243	0,61077	0,52196
VARIANZA / GPa²	0,00167	0,0007	0,001342

Cause variazione	Gradi di libertà	Varianza / GPa²	Variance Ratio	Fmax
Fattori esaminati	2	0,724469	588,210	3,0589
Errori random	144	0,001238		
Totale	146	0,01114		

Tabella 6.66: Test ANOVA per la Durezza – piano Z

Anche in questo caso, il valore di F_{max} risulta essere inferiore a quello della *Variance Ratio*, confermando ulteriormente l'ipotesi che afferma la presenza di differenze sistematiche tra i provini soggetti a trattamenti termici diversi. Il tutto sarà valido sia per il piano longitudinale XY che per quello verticale Z.

6.4.4 Test di Ipotesi

Analogamente alle prove precedenti, i risultati dei test di ipotesi riguardano sia la media che la varianza, analizzando prima tutti e sei i casi per poi passare al dettaglio del singolo piano di costruzione.

I risultati ottenuti per la media sono riportati di seguito:

DUREZZA H [GPa]						
	AB XY	AB Z	SR XY	SR Z	T6 XY	T6 Z
MEDIA / GPa	0,67648	0,7624	0,6187	0,6107	0,4702	0,5219
Numero di campioni mediati		49				
Media / GPa		0,6101				
Deviazione Standard / GPa		0,1095				
Dev. Standard della Media / GPa		0,0156				
Livello di Confidenza		95%				
Lower Boundary / GPa		0,5794				
Upper Boundary / GPa		0,6407				

Tabella 6.67: Test di ipotesi sulla media – caso generale - Durezza

L'intervallo fiduciario con estremi pari a *Lower e Upper Boundary* è definito in funzione del livello di confidenza imposto.

I valori delle medie evidenziati in rosso risultano essere esterni all'intervallo definito, quindi quei particolari casi presentano delle differenze sistematiche rispetto agli altri.

Utilizzando la stessa metodologia, si è analizzato il singolo piano confrontando i differenti trattamenti termici, ottenendo i seguenti risultati:

DUREZZA H [GPa]			
	AB XY	SR XY	T6 XY
MEDIA / GPa	0,6765	0,6187	0,4701
Lower B. / GPa	0,5627		
Upper B. / GPa	0,6142		

Tabella 6.68: Test di Ipotesi sulla Media – Piano XY – Durezza

DUREZZA H [GPa]			
	AB Z	SR Z	T6 Z
MEDIA / GPa	0,7624	0,6107	0,5219
Lower B. / GPa	0,6069		
Upper B. / GPa	0,6565		

Tabella 6.69: Test di Ipotesi sulla Media – Piano Z – Durezza

Anche in questo caso le medie evidenziate in rosso dimostrano la presenza di differenze tra i casi analizzati e, a differenza di quanto riscontrato nell'analisi dei dati ottenuti dalla prova Brinell 1/10, in questo caso tutte le medie non appartengono all'intervallo, quindi l'ipotesi iniziale che afferma la presenza di differenze sistematiche tra i casi è sempre verificata.

Per concludere il test sulla media, si confrontano per ogni provino i due piani di costruzione differenti, ottenendo i seguenti risultati:

	AB XY	AB Z
MEDIA / GPa	0,6765	0,76243
Lower Bound. / GPa	0,7016	
Upper Bound. / GPa	0,7372	

Tabella 6.70: Test di Ipotesi sulla Media – Provino As Build – Durezza

	SR XY	SR Z
MEDIA / GPa	0,6187	0,6107
Lower Bound. / GPa	0,6001	
Upper Bound. / GPa	0,6294	

Tabella 6.71: Test di Ipotesi sulla Media – Provino Stress Relieved – Durezza

	T6 XY	T6 Z
MEDIA / GPa	0,4702	0,5219
Lower Bound. / GPa	0,4873	
Upper Bound. / GPa	0,5048	

Tabella 6.72: Test di Ipotesi sulla Media – Provino T6 – Durezza

I risultati forniscono un riscontro positivo per quanto riguarda la presenza di differenze sistematiche tra i piani di costruzione, ma in questo caso, è il provino soggetto a Stress Relieved ad avere valori all'interno del range e quindi a non evidenziare differenze.

Per quanto riguarda i valori, il piano verticale Z presenta delle medie maggiori rispetto al piano longitudinale sia per il provino As Build che per quello soggetto al T6, e ciò risulta essere anomalo rispetto a quanto ci si aspetti dalla letteratura. Tuttavia può essere spiegato considerando le agglomerazioni di Si che si vengono a creare in conseguenza del T6; i test eseguiti alla cieca, senza l'uso di un microscopio metallografico, potrebbero essere andati a testare fasi differenti. Una volta esaminati tutti i casi per la media, si passa all'analisi della varianza:

DUREZZA H [GPa]						
	AB XY	AB Z	SR XY	SR Z	T6 XY	T6 Z
Varianza / GPa²	0,00617	0,00167	0,00701	0,0007	0,0001	0,00134
Numero campioni		49				
Varianza Prevista / GPa²		0,00284				
Vj Previsto		48				
Livello di confidenza		95%				
Lower B. / GPa²		0,001819				
Upper B. / GPa²		0,00408				

Tabella 6.73: Test di Ipotesi sulla Varianza – caso generale – Durezza

Contrariamente a quanto avvenuto per la durezza Brinell, qui il test fornisce un risultato analogo a quello ottenuto per la media, infatti per tutti i casi analizzati si verifica che la varianza ha valori esterni all'intervallo, quindi sono presenti differenze tra i data-set.

Come per le altre prove, il test è stato eseguito anche per l'analisi del singolo piano confrontato tra i vari trattamenti termici eseguiti e per l'analisi del singolo provino confrontando i due diversi piani, ottenendo i seguenti risultati:

DUREZZA H [GPa]			
	AB XY	SR XY	T6 XY
Varianza / GPa²	0,00618	0,0071	0,0001
Lower B. / GPa²	0,00285		
Upper B. / GPa²	0,00639		

Tabella 6.74: Test di Ipotesi sulla Varianza – Piano XY – Durezza

DUREZZA H [GPa]			
	AB Z	SR Z	T6 Z
Varianza / GPa²	0,00167	0,0007	0,00135
Lower B. / GPa²	0,0008		
Upper B. / GPa²	0,00177		

Tabella 6.75: Test di Ipotesi sulla Varianza – Piano Z – Durezza

	AB XY	AB Z
VARIANZA / GPa²	0,00618	0,00167
Lower Bound. / GPa²	0,00252	
Upper Bound. / GPa²	0,00564	

Tabella 6.76: Test di Ipotesi sulla Varianza – Provino As Build – Durezza

	SR XY	SR Z
VARIANZA / GPa²	0,0071	0,0007
Lower Bound. / GPa²	0,00249	
Upper Bound. / GPa²	0,005592	

Tabella 6.77: Test di Ipotesi sulla Varianza – Provino Stress Relieved – Durezza

	T6 XY	T6 Z
VARIANZA / GPa²	0,0001	0,001342
Lower Bound. / GPa²	0,0004	
Upper Bound. / GPa²	0,001018	

Tabella 6.78: Test di Ipotesi sulla Varianza – Provino T6 – Durezza

Completata anche l'analisi statistica dei risultati ottenuti dalla prova di macro-penetrazione, si potrà eseguire il confronto con quelli relativi alla prova di durezza Brinell 1/10, in modo da stabilire l'eventuale presenza di correlazione, verificando la validità della prova strumentata.

6.5 Confronto Macro-strumentata con durezza Brinell 1/10

Completata l'analisi statistica sia per la prova Brinell 1/10 che per la macro-indentazione strumentata, con risultati positivi che evidenziano la presenza di differenze sistematiche tra i vari casi, si è eseguito un confronto tra i due test, dato che teoricamente, essendo i carichi di prova uguali, i risultati dovrebbero avere lo stesso andamento anche a livello quantitativo e non solo qualitativo.

In questo modo si potrebbe provare la validità del test eseguito con il TriboLab Bruker, definendo quindi nuove potenzialità attribuibili alla macchina, la quale è stata utilizzata esclusivamente per dei test tribologici per la determinazione del coefficiente d'attrito tra due superfici a contatto.

Come prima operazione si deve eseguire una conversione per portare i valori di durezza espressi in GPa, unità di misura caratteristica della prova strumentata, in unità di misura Brinell, in modo da poter eseguire un confronto diretto.

Per una corretta conversione si è fatto riferimento alla norma ISO 14577 [23], in particolare utilizzando l'allegato F.

Esso esplicita la correlazione che si ha tra il valore di durezza misurato tramite indentazione strumentata espresso in GPa, e un valore di durezza espresso secondo la norma Vickers. [23]

Per un penetratore Vickers, come quello utilizzato per l'esecuzione della prova strumentata, si calcola il rapporto tra la proiezione e la superficie d'area, ottenendo un valore costante:

$$\frac{A_p}{A_s} = \frac{24,50}{26,23} = 0,9269 \quad (6.1)$$

La durezza convenzionale Vickers, da quanto riportato all'interno della norma ISO 6507-1, è correlata all'area superficiale del penetratore:

$$HV = \frac{F}{A_s} = \frac{10^3}{g_n} \times \frac{F}{A_s} \quad (6.2)$$

Quindi si ottiene la correlazione tra la durezza espressa in Vickers e quella espressa in GPa, relativa alla prova di indentazione:

$$HV = \frac{10^3}{g_n} \times \frac{A_p}{A_s} \frac{F}{A_p} = 94,53 H_{IT} \quad (6.3)$$

Ottenuti i risultati convertiti in Vickers, per avere unità di misura identica ai risultati delle prove Brinell, bisogna eseguire un'ulteriore conversione da Vickers a Brinell, secondo la norma ISO 18265 – Allegato F – Tabella 5 [28].

La conversione è eseguita andando a dividere per un valore costante, pari a 1,05, i risultati in forma Vickers.

A questo punto i risultati ricavati dalle prove di indentazione strumentata sono espressi secondo la stessa unità di misura di quelli Brinell, rendendo possibile un confronto a livello quantitativo.

Le fig. 6.25 – 6.27 rappresentano la media con intervalli a $\pm 2\sigma$ dei valori Brinell e di macro-durezza strumentata convertiti su scala HBW1/10

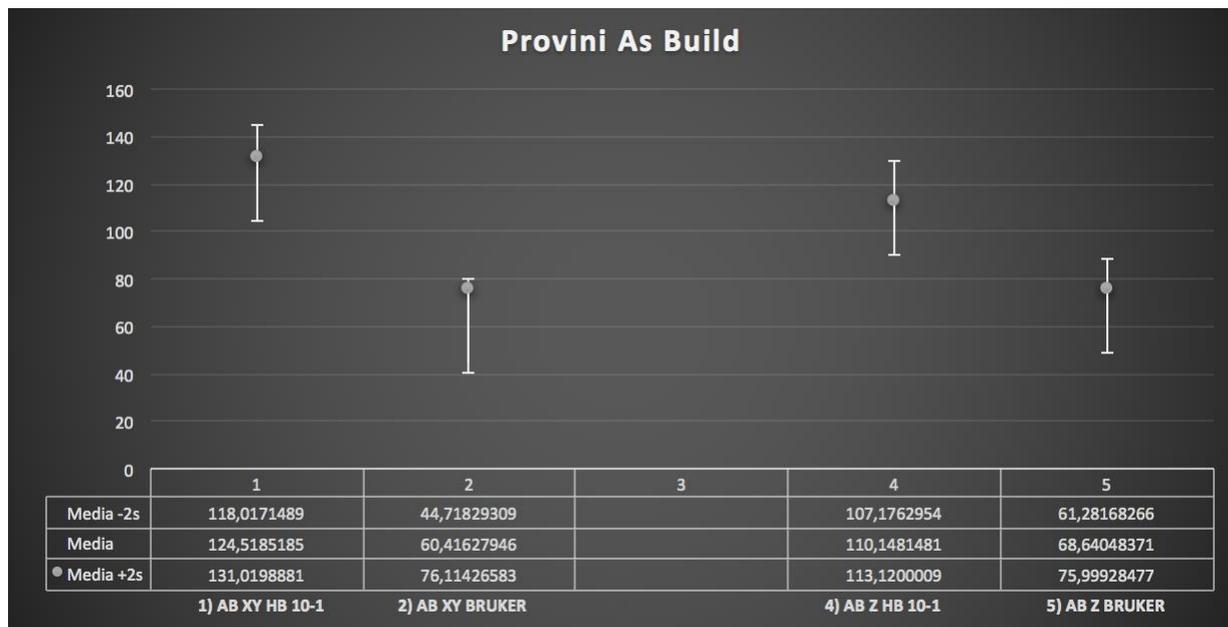


Fig. 6.25: Confronto valori a seguito della conversione – Provino As Build

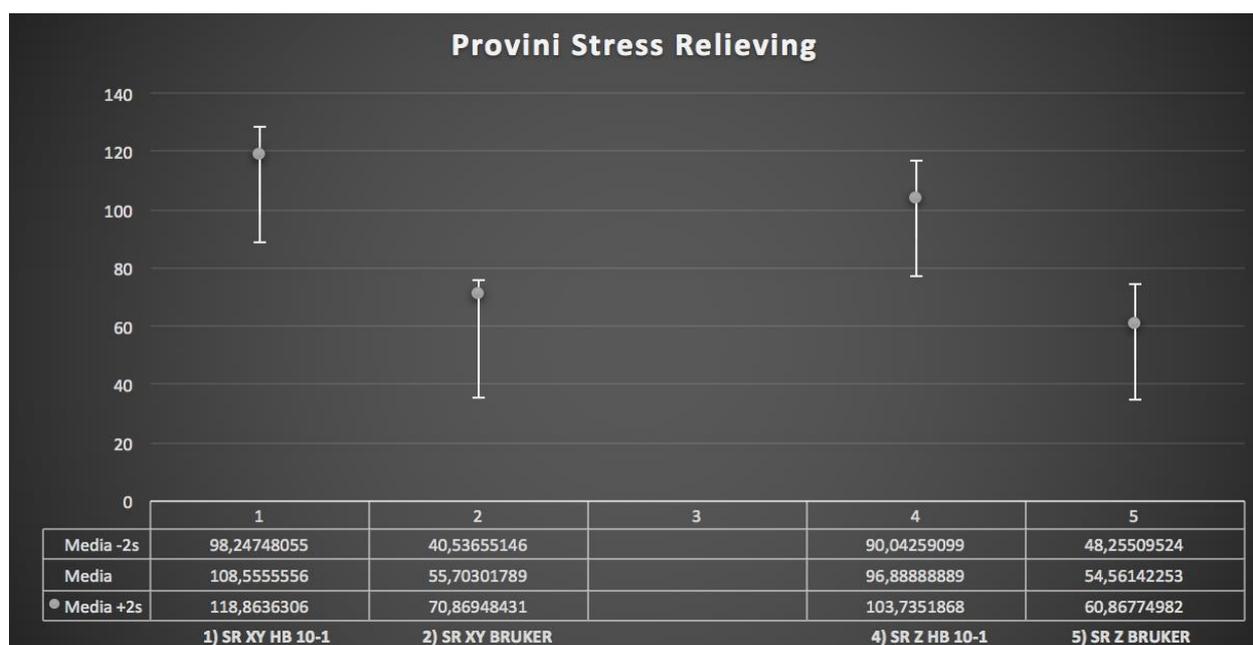


Fig. 6.26: Confronto valori a seguito della conversione – Provino Stress Relieved

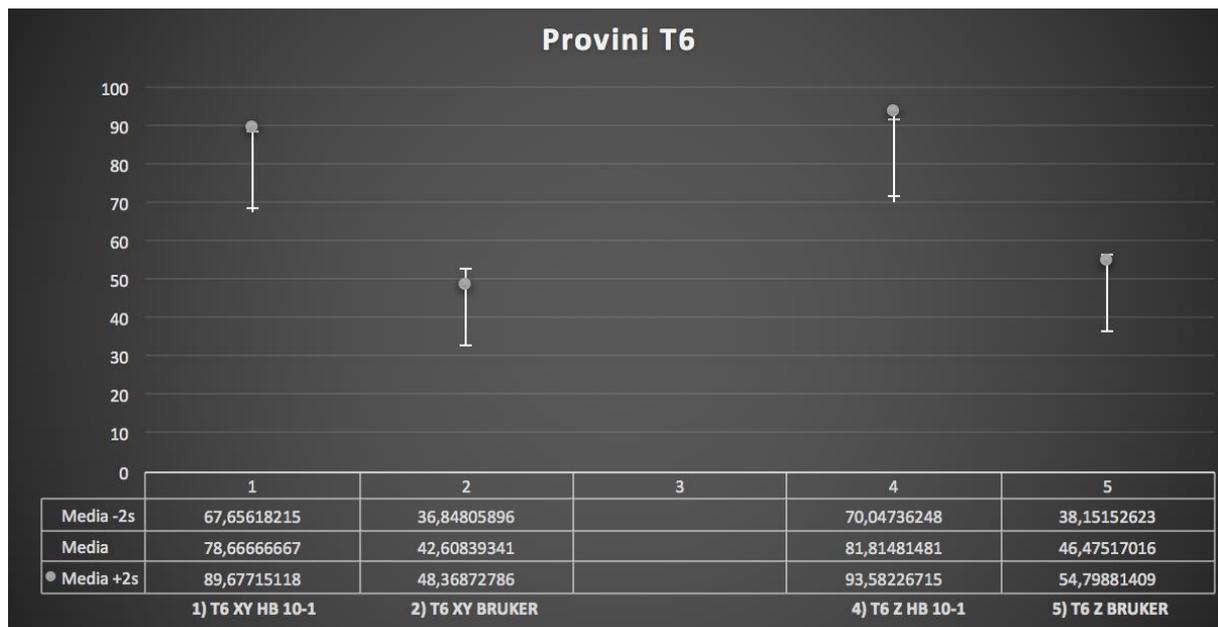


Fig. 6.27: Confronto valori a seguito della conversione – Provino T6

Si nota subito che i valori soggetti a conversione, relativi alla prova strumentata, presentano un intervallo caratteristico che comprende valori inferiori rispetto a quelli ottenuti dalla prova Brinell, eseguendo il confronto diretto tra gli stessi casi.

Quindi da questa prima analisi si potrebbe arrivare alla conclusione che la prova eseguita con l'ausilio del TriboLab Bruker non sia consona per la caratterizzazione del materiale a livello quantitativo. Tuttavia, bisogna considerare che i valori di conversione da Vickers a Brinell sono altamente dipendenti dal materiale testato. La norma di riferimento è relativa a generiche leghe di Al, pertanto considerando la specificità del problema in esame, ossia AlSi10Mg prodotto tramite manifattura additiva con la tecnica SLM, si è ricercata una legge che potesse legare in modo analitico le due tipologie di risultati.

La legge analitica è ricercata attraverso l'analisi della *regressione lineare*.

I valori medi delle durezze strumentate espresse in GPa andranno a comporre la colonna della variabile Indipendente, mentre i valori medi relativi alle prove Brinell formano la colonna della variabile Dipendente. Si considerano i valori medi in quanto non c'è corrispondenza biunivoca tra le posizioni testate; tuttavia tale confronto è lecito per le proprietà statistiche dei dati raccolti, evidenziate in precedenza.

I valori sono riportati nella tabella 6.79:

	Var. Indipendente	Var. Dipendente
AB Z	0,76243	110,1481
AB XY	0,67108	124,5185
SR XY	0,6187	108,556
SR Z	0,60604	96,8887
T6 Z	0,51623	81,8148
T6 XY	0,47327	78,6667

Tabella 6.79: Valori Medi per le due prove

La regressione lineare è stata effettuata ponendo il valore dell'intercetta pari a 0, ottenendo un valore del fattore di conversione pari a 164,1082 con $R^2 = 0,9919$. Il risultato grafico per la regressione è riportato in figura 6.28:

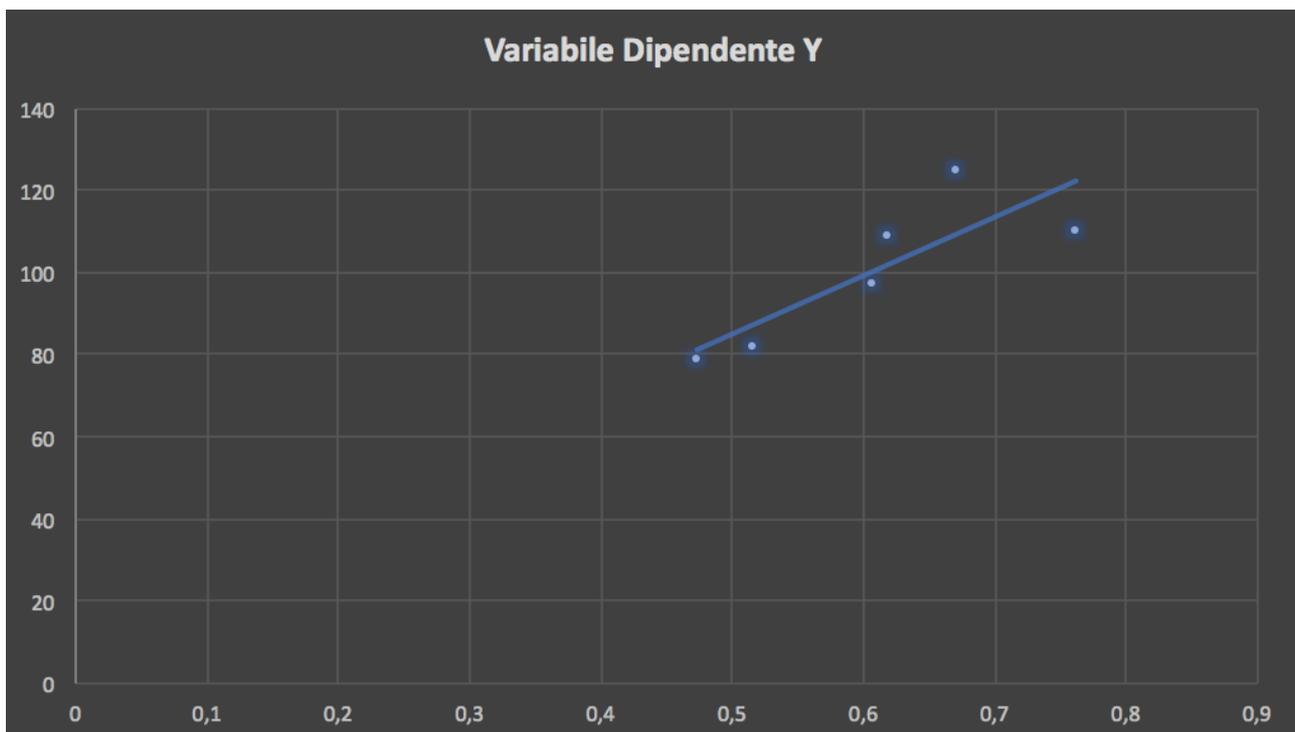


Fig. 6.28: Grafico a dispersione per regressione lineare

7 Conclusioni

Come affermato in precedenza, lo studio è incentrato sulla caratterizzazione multi-scala, tramite un insieme di prove di durezza e indentazioni strumentate, dell'effetto dei trattamenti termici su provini in lega di alluminio AlSi10Mg prodotti attraverso la tecnica Selective Laser Melting (SLM).

Lo scopo finale di ogni prova eseguita è quindi di dimostrare la capacità di test di indentazione, veloci, economici e non distruttivi, di evidenziare le differenze presenti tra i provini soggetti a differenti trattamenti termici.

In questo lavoro sono state sfruttate prove di durezza classica come quella Brinell e prove di nano e macro-penetrazione strumentata. Queste ultime hanno permesso di realizzare mappe di durezza su particolari sezioni dei provini, in modo da verificare se fossero presenti differenze circa le caratteristiche meccaniche, quali il modulo elastico e la durezza, tra le diverse direzioni di crescita, a scale compatibili con la microstruttura del materiale considerato.

La nano-penetrazione strumentata è una tecnica di misura affermata nel campo dei materiali per l'industria meccanica, data l'elevata precisione e la non invasività del processo. Tuttavia, le leghe prodotte tramite processi Additive sono soggette ad elevata anisotropia microstrutturale a causa degli elevati gradienti termici al quale è sottoposta la polvere metallica durante la realizzazione, quindi eseguendo una prova di nano-penetrazione su una lega di questo tipo, si potrebbero ottenere dei risultati non conformi con quanto riportato in letteratura. La Nano – IIT dimostra un elevato livello di dettaglio, infatti nella maggior parte dei casi si è in grado di evidenziare le anisotropie costruttive tra i piani XY e Z, e le differenze tra i trattamenti termici.

Quando tutto questo non si verifica, come per il provino T6, la causa è l'elevata risoluzione spaziale che riesce a caratterizzare, andandole a distinguere, le due fasi di Al e Si, le quali hanno aumentato la loro dimensione a seguito del trattamento termico.

Per scongiurare questa eventualità è utile l'utilizzo di un microscopio ottico inglobato alla macchina per ricercare parti del componente che presentano una microstruttura isotropa.

La prova classica Brinell 2.5/62.5 è quella utilizzata dalla casa produttrice della polvere metallica per la definizione del valore di durezza della lega AlSi10Mg. Questo test è stato eseguito sia per evidenziare le differenze tra i casi ma anche per confrontare i risultati ottenuti con quelli riportati all'interno del *data-sheet EOS* riguardante la lega.

I risultati finali dell'analisi statistica sono coerenti con quanto riportato in letteratura, infatti si evidenzia una diminuzione del valore di durezza passando dal provino As Build a quelli soggetti a Stress Relieved e T6, con leggero aumento in quest'ultimo, ma comunque non paragonabile al caso originale.

Analizzando i diversi piani di costruzione, anche in questo caso i valori confermano l'ipotesi che le capacità meccaniche del piano longitudinale XY risultano essere maggiori rispetto a quelle del piano verticale Z.

Inoltre, dal confronto diretto con i valori EOS emerge la piena congruenza dei valori di durezza.

La prova Brinell 1/10, eseguita al fine di confrontare i risultati di una prova di durezza tradizionale con quelli di una prova macro-strumentata, fornisce conclusioni identiche alle precedenti, evidenziando le differenze tra i trattamenti termici e tra i piani di costruzione.

La macro-penetrazione strumentata è una tecnologia ancora in fase di ricerca e sviluppo, ma risulta comunque essere uno dei test non distruttivi più promettenti per la caratterizzazione dei materiali. Per tale motivo si è voluto approfondire il comportamento della lega AlSi10Mg, tramite una macro-penetrazione strumentata Vickers, eseguita con l'ausilio del TriboLab Bruker, in modo da poter trarre conclusioni al fine di perfezionare la tecnica su dei materiali prodotti con tecnologie additive, in particolar modo considerandone la compatibilità con una scala di durezza convenzionale Vickers.

La prova è stata eseguita in modo da ottenere una mappatura sia della durezza che del modulo elastico delle superfici appartenenti ai due piani di costruzione per ogni tipologia di provino realizzato.

I risultati evidenziano anche in questo caso la presenza di differenze tra il campione non soggetto a ulteriori trattamenti termici e quelli invece sottoposti a questi, tuttavia i valori ottenuti non evidenziano la diminuzione della durezza nei campioni trattati come invece era avvenuto per le prove Brinell.

Per tutte le prove eseguite quindi sono stati riscontrati differenze tra i valori di durezza caratteristici dei singoli provini, dimostrando come l'esecuzione di un trattamento termico porti alla modifica della microstruttura originale.

Le leghe di alluminio prodotte tramite Selective Laser Melting hanno la caratteristica di diminuire il valore di durezza con l'esecuzione dei trattamenti termici, aumentando invece le caratteristiche ad allungamento.

Quindi l'esecuzione di trattamenti post-processing è legata al tipo di funzione che il componente dovrà compiere durante il ciclo di lavoro.

Da quanto visto, il piano longitudinale di costruzione presenta caratteristiche maggiori, quindi anche l'orientamento del componente all'interno della macchina risulta essere fondamentale per fare in modo che le sezioni soggette a maggiori carichi siano realizzate lungo XY.

Dal confronto eseguito tra i risultati delle prove HBW 1/10 e macro-penetrazione strumentata, inizialmente non è trovata una coincidenza dei valori, ma attuando un'analisi più approfondita tramite una regressione lineare, si è trovata una legge analitica che lega i valori ottenuti.

Tramite la regressione lineare si è definito un fattore di conversione da macro-IIT a HBW 1/10 non riportato da nessuna norma, infatti l'equazione che permette il confronto diretto è ottenuta in funzione dei soli dati sperimentali elaborati.

In questo modo la conversione, anche se non è sostitutiva di una vera prova sul materiale, dà delle indicazioni di massima per confrontare due metodi di caratterizzazione completamente diversi tra loro, risultando utile in ambito industriale.

Le industrie infatti sono ancora molto legate a metodi di caratterizzazione classici come le prove di durezza Brinell, le quali risultano veloci ma poco modificabili in funzione delle esigenze.

Avendo trovato un metodo di confronto diretto, tramite la conversione dei risultati, la prova di penetrazione strumentata potrebbe essere eseguita al posto delle prove tradizionali, in quanto è in grado di fornire risultati per più caratteristiche meccaniche, come modulo elastico e durezza, sfruttando l'alto livello di automazione che rende possibile anche delle mappature su superfici che con prove tradizionali richiederebbero tempi elevati.

Questo porta alla conclusione che la prova eseguita grazie all'ausilio del TriboIndenter può essere considerata valida, a meno del problema riscontrato sulla misura del modulo elastico.

In conclusione si può affermare che le prove di penetrazione strumentata presentano un livello di dettaglio elevato, in grado di evidenziare le differenze sistematiche presenti tra i provini soggetti a diversi trattamenti termici, e quelle che caratterizzano i diversi piani di costruzione, quindi è dimostrato che questo metodo di caratterizzazione è utilizzabile per eseguire un'analisi completa di una lega prodotta tramite tecnologie Additive.

Tuttavia data l'elevata anisotropia che caratterizza il processo produttivo, è consigliabile un'analisi al microscopio in modo da avere la certezza di non eseguire le prove su fasi differenti, le quali portano a dei risultati anomali.

Ringraziamenti

Eccomi giunto alla fine di questo elaborato, che sancisce la conclusione del mio percorso universitario, all'interno del quale credo di essere maturato sia come professionista ma anche e soprattutto come uomo, superando ostacoli e difficoltà che spesso sembravano impossibili da vincere.

Si sa, il corso di studi in ingegneria è uno dei più complessi e difficili da affrontare, ma proprio per questo una volta arrivati all'ultimo atto, i sacrifici, le delusioni, i momenti in cui tutto sembrava andare male, rendono il sapore della vittoria ancora più dolce.

Vorrei dedicare queste ultime pagine per ringraziare le persone che hanno sempre creduto in me, sostenendomi costantemente, nei momenti felici ma soprattutto nei momenti di difficoltà.

Spero che questo sia solo il primo grande traguardo, e che tutte le persone a me più care possano essermi accanto anche per i prossimi.

In primo luogo ringrazio la mia famiglia, per essermi stata accanto e avermi supportato in tutte le scelte prese, fornendomi sostegno durante questi anni vissuti da studente fuori sede, sotto tutti i punti di vista. Sicuramente senza di loro non sarei mai arrivato fin qui, coronando uno dei miei più grandi sogni.

Un grazie speciale lo voglio dedicare a te, nonna Santa, perché da sempre mi sei stata accanto, dispensando consigli fondamentali e dandomi l'esempio su come affrontare la vita in modo giusto, perché come ti ripeto sempre, per me tu sei la donna più forte del mondo, e lo sarai sempre. Grazie mamma Antonella, per esserci sempre come migliore amica prima che come mamma. Grazie papà Nunzio, che con i tuoi consigli mi hai aiutato e mi aiuterai sempre ad avere la soluzione per ogni problema.

Grazie alla mia ragazza, Martina, che anche da lontano mi sostiene giornalmente con amore, pazienza e fiducia, nei momenti più duri è soprattutto grazie al suo supporto che ho avuto la forza di andare avanti, riuscendo a trasformare una giornata lunga e faticosa in una giornata meravigliosa solo con il suo sorriso.

Grazie a mio fratello, anche se non di sangue, Francesco, compagno di mille avventure, certezza assoluta e uomo vero.

Un ringraziamento particolare va ai miei relatori, i professori M. Galetto, G. Genta e l'Ing. G. Maculotti, e agli ingegneri che hanno seguito il mio percorso all'interno dei laboratori del Centro Ricerche Fiat, F. Gili e D. Mangherini, i quali si sono resi sempre disponibili e cordiali fornendomi tutti gli strumenti necessari per arrivare alla conclusione dell'elaborato senza nessun problema.

Per ultimi, ma sicuramente non per importanza, i miei amici, Simone, Giuseppe, GS, Carlo, Giovanni, Alessia, Gerardina, Clelia, Alice, Davide, Alessio, Nanni, Cristiano, Dodo, Antonio, Paolo, Francesco, Fausto, Dario, Miki, Marco,

Arianna, Elisa, Toni, i miei compagni di squadra Erich, Nicolò, Alci, Cigo, Matteo, Filippo, Germano, Jacopo, Giacomo, Gianluca ecc.. potrei veramente scrivere all'infinito tutti i nomi delle persone a me più vicine sia in questi anni a Torino che giù a casa, ma ovviamente per questioni logistiche e tempistiche non è possibile, una cosa è certa però, che senza il vostro sostegno non sarei qui a scrivere queste belle parole per tutti voi.

Un grazie sentito a tutti. Ad Maiora.

Bibliografia

- [1] I. O. f. Standardization, «Standard Terminology for Additive Manufacturing - General Principles - Part 1: Terminology,» 2015.
- [2] I. Gibson, D. Rosen e B. Stucker, «Additive Manufacturing Technologies,» 2010.
- [3] S. Kumar, A. Choudhary, A. Singh e A. Gupta, «A comparison of Additive Manufacturing Technologies,» *International Journal for Innovative Research in Science and Technology*, 2016.
- [4] B. Vayre, F. Vignat e F. Villeneuve, «Designing for Additive Manufacturing,» 2012.
- [5] S. Negi, S. Dhiman e R. Sharma, «Basics Application and Future of Additive Manufacturing Technologies,» 2013.
- [6] G. Tapia e A. Elwani, «A Review on process Monitoring and control in Metal-Based Additive Manufacturing,» *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, 2014.
- [7] L. Iuliano, «Dispense su Tecniche di Fabbricazione Additiva - Politecnico di Torino,» 2017.
- [8] M. Schmidt, M. Merklein, D. Bourell, D. Dimitrov, T. Hausotte, K. Wegener e L. Overmayer, «Laser Based Additive Manufacturing in industry and academia,» *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 2017.
- [9] P. Marcellis, «Control of Selective Laser Sintering and Selective Laser Meting Process,» 2007.
- [10] P. Fino, «Appunti su Materiali per la Fabbricazione Additiva,» 2017.
- [11] I. Gibson, L. Cheung, S. Chow, W. Cheung, S. Beh, M. Savalani e S. Lee, «The Use of Rapid Prototyping to assist Medical Application,» *Rapid Prototyping Journal* 12, 2006.
- [12] P. Fino, «Materiali per Tecnologie Additive - Leghe di Alluminio,» 2017.
- [13] EOS, «Material Data Sheet - AlSi10Mg,» 2014.
- [14] H. Byun e K. Lee, «Determination of the optimal build direction for different rapid prototyping process using multicriterion decision making,» 2006.
- [15] Y. Ning, J. Fuh, Y. Hong e H. Loh, «An intelligent parameter selection system for direct metal laser sintering process,» 2004.
- [16] N. Saleh, S. Mansour e R. Hague, «Investigation into the mechanical properties of Rapid Manufacturing Materials - Solid Freeform,» *Fabrication Symposium Proceedings*, 2002.

- [17] F. Calignano, D. Manfredi, E. Ambrosio, L. Iuliano e P. Fino, «Influence of process parameters on surface roughness of alluminium parts produced by DMLS,» 2013.
- [18] L. Small, «Hardness, theory and practice,» *Service Diamond Tool*, 1960.
- [19] I. O. f. Standardization, «Metallic Materials - Brinell Hardness Test,» *ISO 6506 - Part 1: Test Method*, 2014.
- [20] D. Lucca, K. Herrmann e M. Klopstein, «Nanoindentation Mesuring Methods,» *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 2010.
- [21] W. Oliver e G. Pharr, «An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Moduls using Load and Displacement sensing,» *Indentation Experiments - Journal of Materials Research* 7, 1992.
- [22] DIN, «Testing of Metallic Materials,» *Universal Hardness Test*, Vol. %1 di %21,2,3, 1997.
- [23] I. O. f. Standardization, «Metallic Materials - Instrumented Indentation Test for Hardness and Materials parameters - Part 1: Test Method,» *ISO 14577*, 2015.
- [24] G. Maculotti, G. Genta, M. Lorusso, M. Pavese, D. Ugues e M. Galetto, «Instrumented Indentation test: Contact stifness evaluation in the nano-range,» *ScienceDirect*, 2018.
- [25] J. Field e M. Swain, «A Simple Predictive Model for Spherical Indentation,» *Journal of Materials Research* 8, 1993.
- [26] R. Cagliero, G. Barbato, G. Maizza e G. Genta, «Measurement of elastic Moduls by Instrumented Indentation in the Macro-Range: Uncertainty Evaluation,» *International Journal of Mechanical Sciences*, 2015.
- [27] G. Barbato, A. Germak e G. Genta, «Misurare per decidere - Misure e statistiche di base,» 2014.
- [28] I. S. f. O. -. I. 18265, «Materiali Metallici - Conversione Valori di durezza,» 2014.