

**POLITECNICO DI TORINO**

Collegio di Ingegneria Meccanica e Aerospaziale

***Corso di Laurea Magistrale***  
**in Ingegneria Meccanica**

Tesi di Laurea Magistrale

**Effetti dei trattamenti termici sulle  
microstrutture e sulle proprietà meccaniche  
dell'acciaio  
AISI 316L da Deposizione Diretta**



***Relatori***

Prof.ssa Mariangela Lombardi

Prof.ssa Sara Biamino

Dr. Alberta Aversa

Ing. Erica Librera

***Candidato***

Alessio Lucenti

Ottobre 2019



# Indice

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Indice</b>                               | <b>1</b>  |
| <b>1. Introduzione</b>                      | <b>3</b>  |
| 1.1 Additive Manufacturing (AM)             | 3         |
| 1.1.1 Laser Powder Bed Fusion (LPBF)        | 8         |
| 1.1.2 Electron Beam Melting (EBM)           | 9         |
| 1.1.3 Direct Energy Deposition (DED)        | 11        |
| 1.2 Acciai inossidabili                     | 12        |
| 1.2.1 AISI 316L da Casting                  | 17        |
| 1.2.2 AISI 316L da Additive Manufacturing   | 18        |
| 1.3 Trattamenti termici                     | 22        |
| <b>2. Materiali e metodi</b>                | <b>25</b> |
| 2.1 Macchina DED                            | 25        |
| 2.2 Polveri utilizzate                      | 28        |
| 2.3 Forno per trattamenti termici           | 29        |
| 2.4 Troncatrice                             | 30        |
| 2.5 Lucidatrice                             | 31        |
| 2.6 Organizzazione campioni                 | 32        |
| 2.6.1 Provini di trazione                   | 35        |
| 2.6.2 Provini analisi interna               | 35        |
| 2.6.3 Provini analisi superficie esterna    | 36        |
| 2.7 Prove metallografiche                   | 36        |
| 2.7.1 Microscopio FESEM e SEM               | 37        |
| 2.7.2 Attacco Acido                         | 39        |
| 2.8 Prove di microdurezza Vickers           | 40        |
| 2.9 Prove di trazione                       | 43        |
| <b>3 Risultati</b>                          | <b>47</b> |
| 3.1 Analisi Metallografiche                 | 47        |
| 3.1.1 Stereomicroscopio                     | 47        |
| 3.1.2 Microscopio Ottico                    | 48        |
| 3.1.3 Microscopio SEM                       | 50        |
| 3.1.4 Microscopio FESEM e analisi EDS       | 52        |
| 3.1.5 Diffrazione XRD                       | 53        |
| 3.2 Prove Meccaniche                        | 54        |
| 3.2.1 Microdurezza Vickers                  | 54        |
| 3.2.2 Prova di trazione                     | 56        |
| 3.2.2.1 Analisi delle superfici di frattura | 59        |
| <b>4 Conclusioni</b>                        | <b>61</b> |
| <b>5 Bibliografia</b>                       | <b>63</b> |



## ***1. Introduzione***

Il lavoro seguente vede la produzione e l'analisi di campioni in acciaio AISI 316L mediante la tecnica Direct Energy Deposition (DED) presso l'azienda "Prima Industrie S.p.A." e presso il dipartimento di Scienza Applicata e Tecnologia DISAT del Politecnico di Torino.

L'obiettivo del progetto è di valutare il possibile effetto di un trattamento termico sulla microstruttura e sulle proprietà meccaniche quali microdurezza e resistenza a trazione di un acciaio ottenuto con tecnologie di Additive Manufacturing.

Si è deciso di valutare se l'effetto del trattamento, in termini di microstruttura e durezza, sia equivalente all'interno del campione e su una superficie dello stesso precedentemente finita per lavorazione meccanica.

Inizialmente viene fatta una panoramica sullo stato dell'arte delle tecniche di Additive Manufacturing soffermandosi su quelle che trattano materiali metallici; segue un'analisi delle principali caratteristiche degli acciai inossidabili in particolare sull' AISI 316L da casting e da Additive Manufacturing.

Si espongono quindi i materiali, i metodi e le macchine impiegate per realizzare i campioni, per eseguire i trattamenti termici, per prepararli alle analisi di microstruttura, microdurezza e trazione ed infine per eseguire le prove.

Nella parte conclusiva vengono presentati i risultati acquisiti dai test ed eseguito un confronto per stabilire l'eventuale convenienza nell'esecuzione dei trattamenti rispetto al prodotto As Built e viene valutato se l'effetto tra l'interno e la superficie lavorata del campione sia assimilabile.

### ***1.1 Additive Manufacturing (AM)***

Con l'espressione Additive Manufacturing (AM) si fa riferimento alle innovative tecniche di produzione di oggetti ottenuti mediante sovrapposizione di strati, layer-by-layer, a partire da un modello matematico del manufatto [1].

L'utilizzo di tali tecniche, a differenza delle classiche tecnologie produttive di tipologia sottrattiva dal pieno, permette la realizzazione di manufatti di elevata complessità geometrica direttamente dal modello CAD.

Il ciclo di produzione base in AM prevede di partire dal modello CAD della parte da realizzare, convertire il modello solido in un modello di tipo "shell" approssimato tramite insiemi di triangoli di diversa dimensione che ne ricostruiscono il profilo ottenendo un file di tipo STL (Standard Triangulation Language) (Figura 1). In questa fase si introduce il primo errore di approssimazione, connesso alla risoluzione dei triangoli utilizzati, tale errore legato alla fase detta di faceting va minimizzato ma non può essere completamente annullato [2].

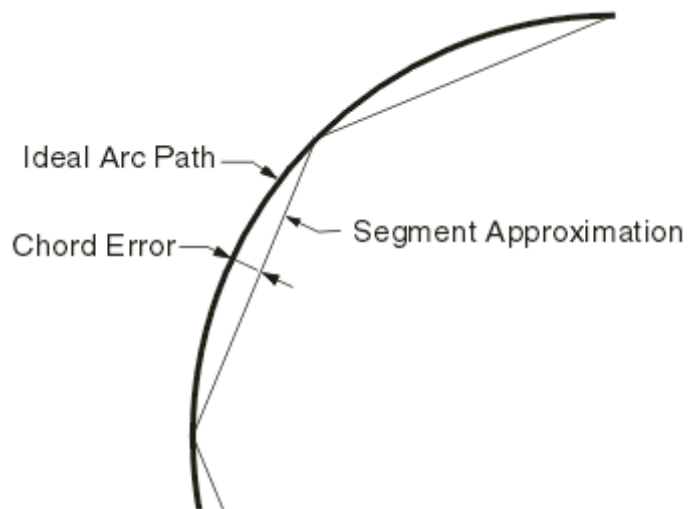


Figura 1: errore cordale in Facetting [3]

Ottenuto il modello STL del componente si valuta, in base alla particolare tecnica di produzione e ai materiali impiegati, la necessità di aggiungere o meno delle strutture di supporto.

Questi avranno lo scopo di sostenere il componente, di ancorare il costruito alla piattaforma di costruzione e al tempo stesso facilitare la separazione del componente dalla piastra a lavoro terminato [4].

Nel caso di utilizzo di metalli l'impiego dei supporti è di ulteriore importanza per il loro contributo nello smaltimento del calore prodotto durante il processo;

è necessario prevederli sebbene siano di difficile rimozione trattandosi dello stesso materiale del prodotto finito.

Stabilito il bisogno di supporti, si orienta il modello considerando diversi parametri quali ad esempio la massima riduzione di materiale per i supporti (Figura 2), il minor tempo di produzione in macchina o l'ottimizzazione del volume di lavoro.

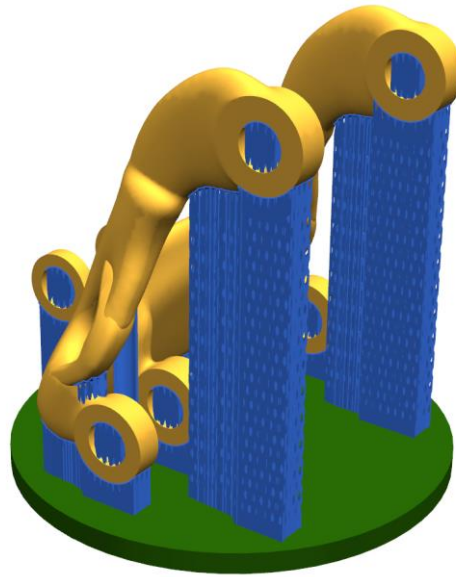


Figura 2: esempio di orientamento del componente per minimizzare i supporti[5]

Fatte queste operazioni si passa all'esecuzione dello slicing ossia la suddivisione del gruppo componente-supporti in layer. Questa operazione permette di ottenere un insieme di piani orientati con normali dirette secondo l'asse di sviluppo in macchina, generalmente quello verticale.

Tale operazione introduce il secondo errore di approssimazione che si ha passando da un modello 3D con dimensioni nominali del componente a un modello di tipo matematico. Questo prende il nome di staircase effect e può essere ridotto riducendo lo spessore del layer fino al minimo trattabile dalla macchina. Generalmente si utilizzano spessori costanti ma, idealmente, aumentando il numero di strati su curvature a raggio minore, si riduce l'entità dell'errore [6] (Figura 3).

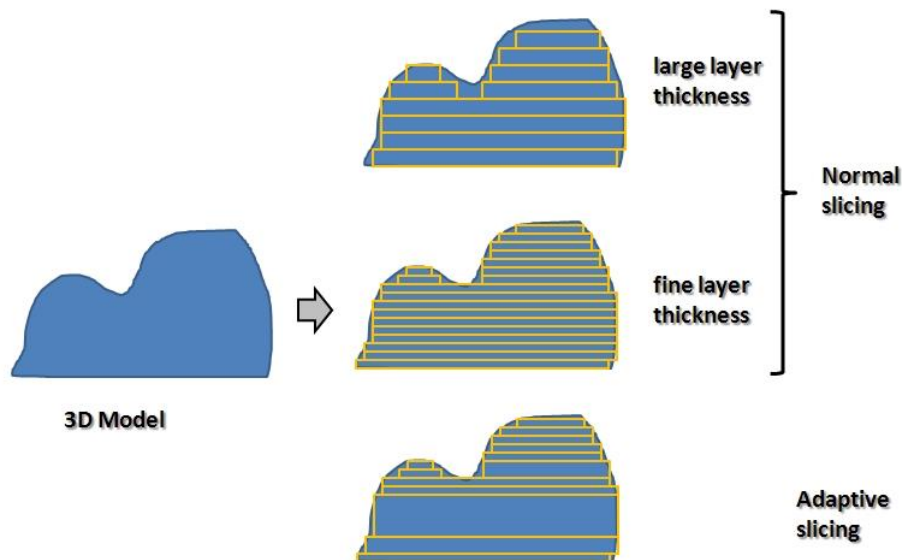


Figura 3: staircase dovuto a operazione di slicing [7]

La fase successiva prevede l'inserimento in macchina del file e la stampa vera e propria seguita dall'eventuale rimozione dei supporti e dalle operazioni di post-processing come finitura, trattamento termico e verniciatura.

Originariamente tali tecniche erano conosciute con il nome di Prototipazione Rapida, poiché impiegate principalmente per produzioni di modelli e prototipi per via dei vantaggi legati alla mancata necessità di stampi o utensili appositi e la rapidità del passaggio da un modello virtuale a uno fisico. Allo stato attuale la produzione è passata a lotti di piccola serie grazie allo sviluppo di materiali diversificati e proprietà meccaniche paragonabili a quelle ottenibili mediante tecniche convenzionali di produzione [8].

I principali vantaggi relativi all'impiego di tecniche di AM sono relativi sia al processo che al prodotto in quanto si hanno [4]:

- Unico macchinario per componenti diversi
- No necessità di attrezzature specifiche come stampi, bloccaggi e utensili
- Possibilità di prevedere sottosquadri
- Tempi e costi legati solamente alla complessità della geometria
- Processo Near net Shape
- Libertà di progettazione
- Strutture leggere e superfici freeform
- Integrazione di diverse parti in un unico componente
- Possibilità di personalizzazione

In contrapposizione, i principali svantaggi di tali tecniche attualmente sono [4]:

- Volumi di lavoro limitati e dipendenti dalla dimensione della macchina
- Velocità produzione limitata
- Strutture produttive progettate per ridotte quantità
- Costo dei materiali
- Scarsa finitura superficiale As built
- Necessità di produrre strutture di supporto

Ne consegue che i campi di applicazione di tali tecniche attualmente sono quelli ad alto tasso di complessità sia dal punto di vista progettuale del design sia dei materiali utilizzati in quanto permettono la realizzazione di strutture internamente cave, superfici freeform abbinata alla possibilità di impiego di materiali che con tecniche tradizionali di colata e asportazione risultano processabili solo a costi molto elevati.

Rilevante risulta essere infatti l'uso dell' Additive Manufacturing in campo aerospaziale, biomedicale, automotive con una giustificazione economica riscontrata a fronte di forti



riduzioni di peso dei componenti e di scarto di materiali affiancate, in alcuni casi, da una maggior sostenibilità energetica dei processi [9].

Le tecniche di AM utilizzano come materia prima diversi tipo di materiali riportati in Tabella 1 [4].

Tabella 1: tipologie materiali trattati con AM [4]

| Materiali Polimerici | Materiali metallici  | Materiali ceramici      | Materiali organici |
|----------------------|----------------------|-------------------------|--------------------|
| ABS                  | Leghe di alluminio   | Allumina                | Cere               |
| Nylon                | Acciai               | Mullite                 | Tessuto cellulare  |
| PA                   | Leghe di titanio     | Zirconia                |                    |
| PEEK                 | Superleghe di nichel | Carburi di silicio      |                    |
| Resine epossidiche   | Leghe cobalto-cromo  | Beta-tri calcio fosfato |                    |
| PMMA                 | Rame e leghe di rame | Epossidici nanoceramici |                    |
| Policarbonato        |                      | Silice                  |                    |
| PPSU                 | Oro/platino          | Gesso                   |                    |
| ULTEM                |                      | Grafite                 |                    |
| Nylon caricato       |                      |                         |                    |

A seconda della diversa forma in cui viene reso disponibile il materiale è possibile suddividere le tecniche di AM (Figura 4: classificazione delle tecniche di AM [4]).

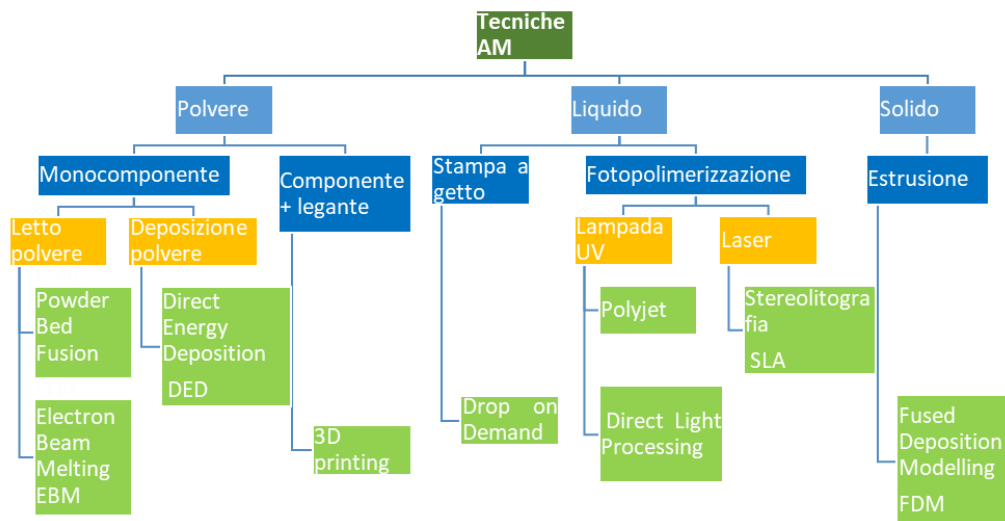


Figura 4: classificazione delle tecniche di AM [4]

Seguirà un'analisi più dettagliata delle principali tecnologie di Metal additive manufacturing evidenziando le principali differenze tra le tecniche attualmente esistenti sul mercato.

### 1.1.1 Laser Powder Bed Fusion (LPBF)

La tecnica Laser Powder Bed Fusion (LPBF) fa parte di quelle cosiddette “a letto di polvere” poiché prevede la fusione localizzata di strati di polvere stesi sul piano. Si riporta in Figura 5 uno schema di una macchina LPBF che conta la presenza di [10]:

- una sorgente laser, che ha lo scopo di fornire la potenza necessaria a portare a fusione la polvere
- un sistema di focalizzazione a lenti e specchi mobili capace di concentrare il fascio laser evitando la movimentazione della sorgente laser per una maggiore efficienza
- una lama o rullo per stendere uno strato di polvere di spessore controllato
- tre camere per la movimentazione e lavorazione della polvere ad altezza variabile regolata mediante sistemi di attuazione posti alla base di ciascuna
- un'atmosfera inerte di azoto o argon per prevenire la formazione di ossidi e per asportare fumi in camera durante la fusione. Se questi non sono correttamente asportati possono generare delle porosità con conseguenti diminuzioni di densità, prestazioni meccaniche e stabilità dimensionale [11].

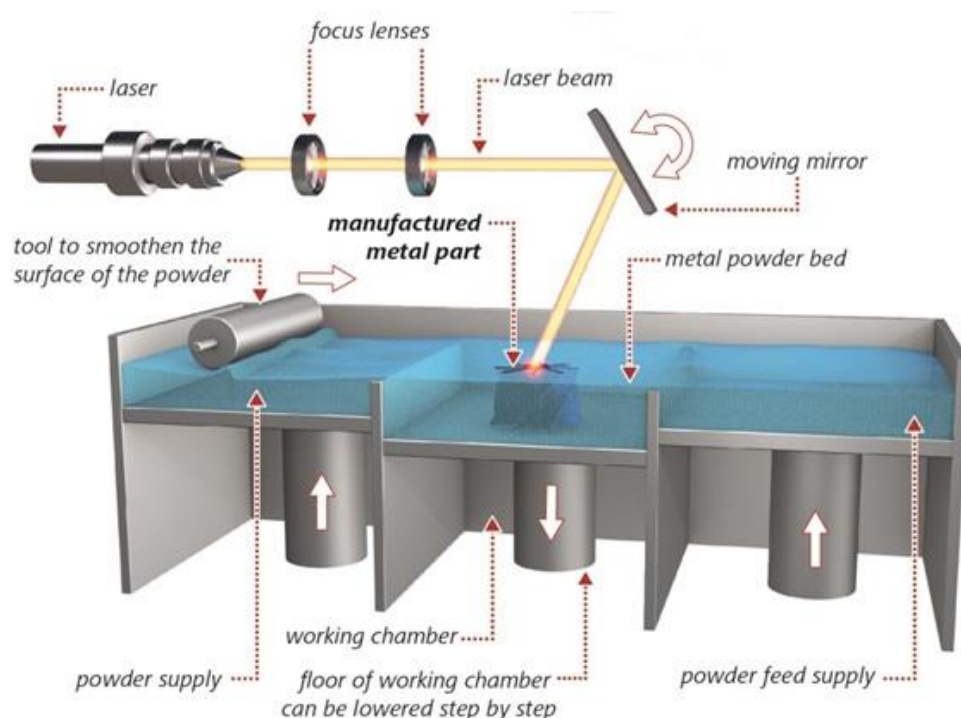


Figura 5: schema generico Laser Powder Bed Fusion [12]

Il processo di produzione prevede la stesura di uno strato di polvere dello spessore dei layer dello slicing tramite il passaggio del rullo, una fusione selettiva per mezzo del laser e movimentazione lungo l'asse Z della camera di costruzione.

Il semplice funzionamento alla base del sistema è affiancato da numerose complicazioni legate alla gestione dei parametri di processo e ai problemi di scambio termico che comportano l'insorgere di tensioni residue potenzialmente dannose per la produzione e la qualità del componente finito [13].

Per via dei ritiri di solidificazione e delle conseguenti tensioni non è sufficiente la sola polvere a mantenere il pezzo durante la formatura ma risulta fondamentale la presenza di strutture di supporto che ancorino il pezzo alla piattaforma.

Attualmente l'utilizzo di questa tecnica, grazie alle potenze raggiunte dai laser permette di processare leghe ad alte prestazioni e ottenere densità prossime al 99.9% con una buona finitura superficiale tale da non prevedere necessariamente un post trattamento di finitura [14].

### *1.1.2 Electron Beam Melting (EBM)*

Concentrandoci sempre sui materiali metallici, un'altra tecnica che fa anch'essa parte di quelle "a letto di polvere", è l'Electron Beam Melting (EBM).

Questa tecnologia sfrutta uno schema costruttivo simile a quello del sistema LPBF ma vede una serie di importanti differenze tecniche:

- La fonte energetica è un fascio di elettroni
- La camera di lavoro è riscaldata
- L'intero processo avviene sotto vuoto spinto

Il processo produttivo prevede di portare un filamento di tungsteno a temperature di circa 2500°C, questo emette radiazioni elettromagnetiche ed elettroni, accelerati mediante una differenza di potenziale di circa 60 kV ad una velocità pari a circa il 40% della velocità della luce. La fusione localizzata della polvere avviene grazie alla conversione dell'energia cinetica degli elettroni in calore a seguito dello scontro di questi ultimi con le particelle di polvere [15].

Mediante un sistema di lenti focali, per ogni layer si effettua un primo passaggio del fascio di elettroni non focalizzato per preriscaldare lo strato di polvere depositato e segue quindi una seconda scansione con fascio elettronico focalizzato per portare la polvere alla fusione (Figura 6).

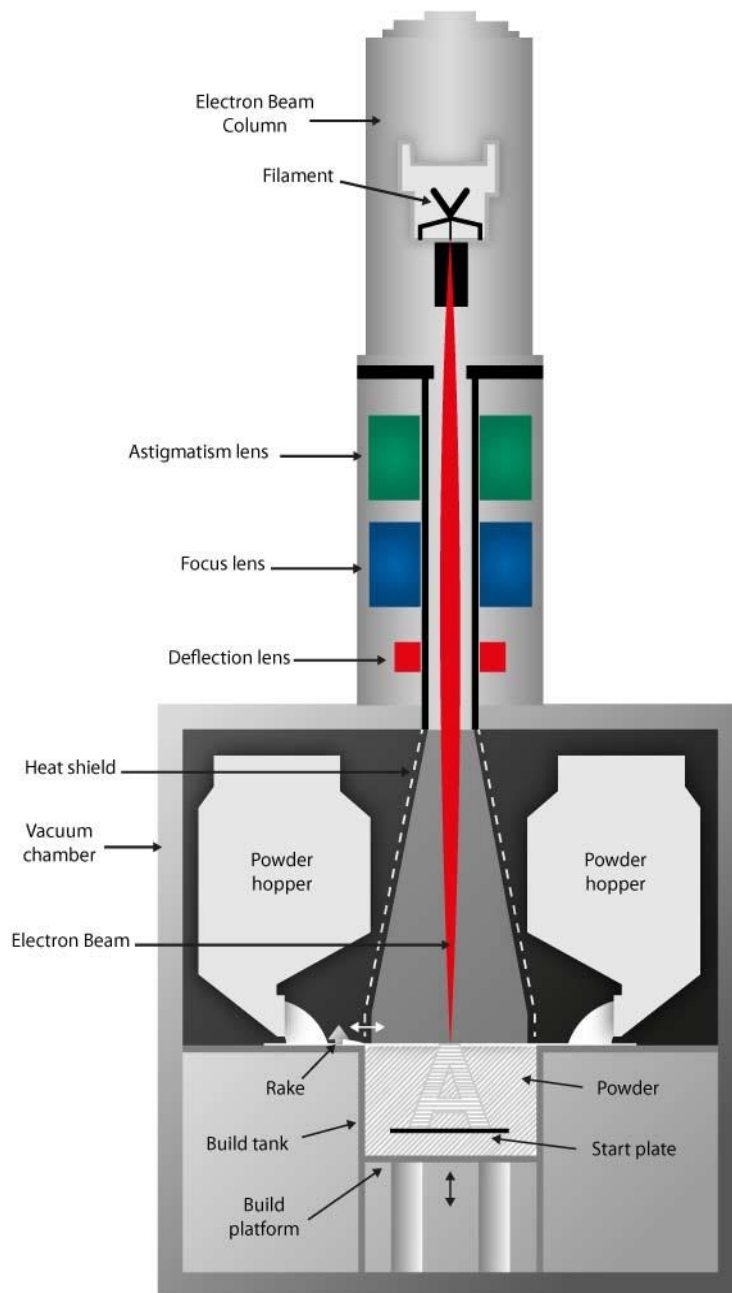


Figura 6: schema costruttivo Electron Beam Melting [16]

L'operazione di preriscaldamento risulta necessaria per evitare che a seguito dell'impatto tra gli elettroni e le particelle cariche negativamente si generi una diffusione in camera della polvere. Per lo stesso motivo in EBM si usano polveri con una granulometria più grande rispetto all'LPBF con conseguente finitura superficiale finale peggiore ma con il vantaggio di poter costruire oggetti quasi autoportati;

L'utilizzo di un fascio di elettroni comporta la necessità di lavorare in vuoto spinto, questo previene inoltre la formazione di ossidi e garantisce un'interferenza minima tra gas e fascio di elettroni.

### 1.1.3 Direct Energy Deposition (DED)

La tecnica del Direct Energy Deposition (DED) si discosta dal LPBF e EBM in quanto non prevede la deposizione di uno strato di polvere bensì la diretta fusione del materiale apportato [17]. Il materiale può essere in forma di polvere o di filo e la fusione può avvenire tramite fascio laser o elettronico. Si descriverà la tecnica DED ad oggi più comune che utilizza un fascio laser e polvere metallica.

Lo schema costruttivo, riportato in Figura 7, è composto da una testa di deposizione contenente gli ugelli, lo spot del laser e un dispositivo che funge da convogliatore di gas inerte di protezione.

Gli ugelli fanno confluire la polvere metallica proveniente da un distributore esterno nel punto di fuoco del laser che ne permette la fusione (Figura 7) [17]. La testa di deposizione è generalmente connessa a un sistema di movimentazione a 3 assi e il piano di deposizione può essere fisso o rotobasculante.

La camera di lavoro non ha bisogno di essere in vuoto poiché il gas inerte necessario a prevenire ossidazioni viene apportato direttamente al punto di fusione tramite la testa di deposizione [18].

Essendo il sistema di fusione molto compatto è possibile integrarlo su macchine preesistenti a 3 o 5 assi e ciò, unito all'assenza di vincoli stringenti sul volume della camera di lavoro, giustifica l'ampio utilizzo di tale tecnica nel campo delle riparazioni di componenti [19].

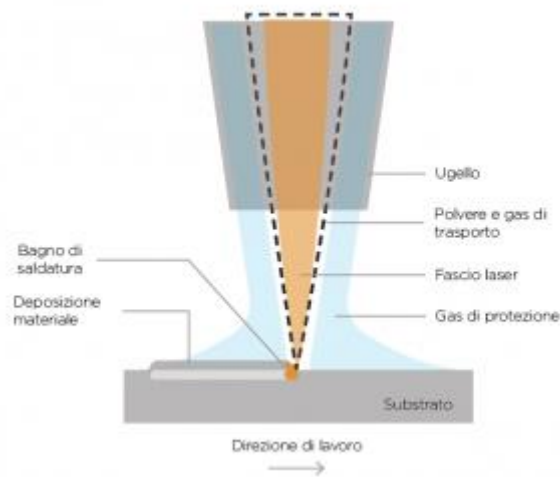


Figura 7: schema generico Direct Energy Deposition [17]

## *1.2 Acciai inossidabili*

Viene definito “acciaio” una lega la cui matrice è composta principalmente da ferro e carbonio e vede la presenza di altri elementi che, a seconda della loro natura e quantità definiscono differenti tipologie di acciai dalle diverse proprietà chimiche e meccaniche [20].

Si possono classificare gli elementi di lega a seconda della loro tendenza a modificare le aree del diagramma Fe-C (Figura 8c) favorendo la formazione di fase Ferrite- $\alpha$  (Figura 8b) o di Austenite- $\gamma$  (Figura 8a).

Queste fasi sono caratterizzate da celle cristalline elementari differenti che comportano una diversa interazione con elementi in lega e diverse proprietà meccaniche:

- Austenite- $\gamma$ 
  - Cella unitaria di tipo cubico facce centrate [CFC]
  - Maggiore densità volumetrica
  - Maggiore deformabilità
  - Tensioni isotrope
  
- Ferrite- $\alpha$ 
  - Cella unitaria di tipo cubico corpo centrato [CCC]
  - Maggior volume specifico
  - Maggiore resistenza
  - Tensioni anisotrope

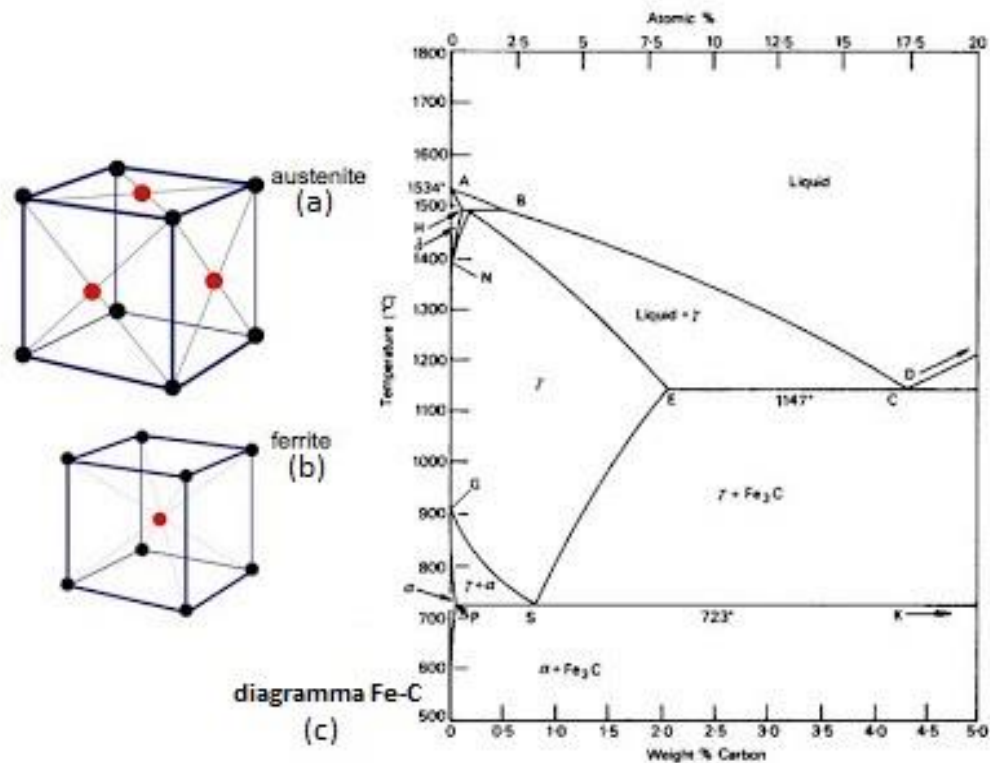


Figura 8: struttura cristallina austenite (a), ferrite (b) e diagramma Fe-C (c) [21]

Elementi ferritizzanti come Cr, Mo, Si, Al, B, Nb limitano la formazione di austenite in fase di raffreddamento mentre elementi austenitizzanti come Ni, Mn, C favoriscono un ampliamento della zona di esistenza dell'austenite rendendola stabile fino a temperature più basse [22].

Altro elemento fondamentale per stabilire la tipologia di fasi e quindi le caratteristiche dell'acciaio è la velocità di raffreddamento che può o meno rendere possibile il processo di diffusione favorendo trasformazioni di tipo ricostruttivo come nel caso della formazione di perlite o di tipo displasivo nel caso della martensite [23].

Gli acciai inossidabili sono quelli generalmente più impiegati per le loro proprietà di non incorrere nel fenomeno dell'ossidazione e ciò permette di utilizzarli in ambienti umidi o particolarmente aggressivi. L'inossidabilità di questi acciai è dovuta principalmente alla presenza di almeno il 10.5% di cromo.

Il cromo infatti è l'elemento che rende inossidabile l'acciaio in quanto favorisce il fenomeno della passivazione superficiale, ossia la creazione di un sottile strato di ossidi bivalenti e trivalenti che impediscono la formazione di ossidi di ferro [24].

Gli ossidi di ferro come: ematite Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, magnetite Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> e wustite FeO, sono infatti doppiamente dannosi in quanto oltre al fenomeno della corrosione, per via della forma delle loro celle elementari, tendono a generare delle cricche all'interno dei componenti.

L'ossidazione può avvenire o per normale reazione tra il metallo e l'ossigeno, o per contatto di due fasi differenti. In questo caso l'ossidazione è detta galvanica. Per evitare

questo tipo di ossidazione risulta fondamentale che non si vengano a formare diverse fasi in soluzione solida capaci di comportarsi da anodo e catodo [25].

La percentuale ridotta di carbonio deve essere garantita al fine di evitare la formazione di carburi di cromo la cui presenza risulta dannosa non solo poiché questi favoriscono una reazione di ossidazione galvanica, ma anche perché si ha anche un'attenuazione dell'effetto passivante del cromo nella zona intorno al carburo che diventa soggetta ad ossidazione del ferro per assenza di cromo.

Gli acciai inossidabili possono essere suddivisi in 4 tipologie che si differenziano in base alle fasi presenti:

- Acciai inossidabili martensitici

Sono caratterizzati da quantità di cromo comprese tra l'11% e il 18%. Tale quantità è necessaria a garantire l'inossidabilità sebbene, per via del carbonio presente fino al 0.35%, una parte vada ad originare carburi [26].

La quantità di carbonio particolarmente alta per un acciaio a basso tenore di carbonio, è necessaria per garantire la formazione di austenite che permette di eseguire trattamenti termici a seguito dei quali si forma martensite, una fase metastabile ottenuta dall'austenite che intrappola il carbonio nel reticolo e origina in fase di rapido raffreddamento una struttura di tipo tetragonale a corpo centrato capace di conferire a questi acciai le più alte proprietà meccaniche tra gli inossidabili pur garantendo una resistenza alla corrosione.

Sono acciai particolarmente utilizzati per la produzione di utensili che lavorano a freddo per la loro proprietà di elevata durezza e carico di snervamento; hanno lo svantaggio di non essere applicabili in ampi range di temperatura in quanto perdono la loro particolare microstruttura se riportati ad alte temperature.

- Acciai inossidabili ferritici

Sono acciai con un tenore di carbonio massimo di circa 0.08% in cui è presente una percentuale di almeno il 17% di cromo; questo garantisce una matrice di tipo ferritico.

Le proprietà meccaniche risultano limitate, a temperature inferiori ai 25 °C in quanto sono soggetti a transizione duttile fragile [27]. Non è possibile fare un rafforzamento per trattamento termico non essendo presente austenite. Inoltre, se mantenuti a temperature di circa 475 °C, incorrono in un fenomeno di infragilimento dovuto alla formazione di fasi intermetalliche ricche in Fe o in Cr [28].

I meccanismi di rafforzamento prevedibili per questo tipo di acciai sono l'affinamento del grano e l'aumento di percentuale di Cr per garantirne una dispersione nella soluzione solida. Gli acciai inossidabili ferritici sono comunque acciai utilizzati principalmente per il loro basso costo.

- Acciai inossidabili austenitici

Sono acciai la cui composizione più comune prevede il 18% di cromo il 8% di nichel e tenori di carbonio non superiori allo 0.06%.



L'alta percentuale di cromo permette di avere un acciaio con elevate resistenze alla corrosione, è importante perciò mantenere bassi tenori di carbonio per evitare che il cromo vada a formare carburi impoverendo la matrice e riducendone l'inossidabilità.

La presenza importante di un elemento austenitizzante come il nichel comporta una struttura cubico facce centrate [CFC] che si mantiene da temperature più alte fino a temperatura ambiente.

La struttura di tipo austenitica non consente l'esecuzione di trattamenti di bonifica ma garantisce elevata deformabilità rendendo l'acciaio facilmente lavorabile e saldabile, inoltre conferisce caratteristiche di amagnetismo[29].

Sono utilizzabili per ampi intervalli di temperatura comprese quelle criogeniche poiché, a differenza degli inox ferritici, non incorrono nel fenomeno della transizione duttile-fragile.

Supportano male la tensocorrosione e vanno incontro al fenomeno del pitting in ambienti ricchi di cloruri.

La gamma di acciai inossidabili austenitici presenti attualmente sul mercato si differenzia per piccole variazioni delle percentuali di nichel e cromo e per l'aggiunta di differenti elementi in lega che ne variano le proprietà rendendoli utilizzabili in diversi impieghi; i più comuni vengono riportati in Tabella 2.

Tabella 2: composizione chimica e caratteristiche fisiche meccaniche acciai inox austenitici [24]

| Tipo di struttura | ANALISI INDICATIVA % |        |       |          |        |           |             |            |                      |   | Altri elementi | AlSi (U.S.A.) | Peso specifico (g/cm <sup>3</sup> ) | Coeff. di conducibilità termica (cal/cm °C s) | Coeff. di dilatazione termica medio (x 10 <sup>-6</sup> °C <sup>-1</sup> ) | Carico di rottura R (kg/mm <sup>2</sup> ) | Carico di snervamento R <sub>0,2</sub> min (kg/mm <sup>2</sup> ) | Allungamento a rottura A (%) | Durezza HRB max |
|-------------------|----------------------|--------|-------|----------|--------|-----------|-------------|------------|----------------------|---|----------------|---------------|-------------------------------------|---|--|---|--|------------------------------|-----------------|
|                   | C                    | Mn max | P max | S max    | Si max | Cr        | Ni          | Mo         |                      |   |                |               |                                     |   |  |   |  |                              |                 |
| austenitica       | 0,15 max             | 2      | 0,045 | 0,030    | 1      | 16 + 18   | 6 + 8       | -          | -                    | - | 301            | 8,06          | 0,039                               | 16,9  | 60 + 75  | 22  | 45   | 92                           |                 |
| austenitica       | 0,15 max             | 2      | 0,20  | 0,15 min | 1      | 17 + 19   | 8 + 10      | 0,60 max   | -                    | - | 303            | 8,06          | 0,039                               | 17,3  | 50 + 75  | 22  | 40   | -                            |                 |
| austenitica       | 0,15 max             | 2      | 0,20  | 0,060    | 1      | 17 + 19   | 8 + 10      | -          | Se = 0,15 min        | - | 303Se          | 8,06          | 0,039                               | 17,3  | 50 + 75  | 22  | 40   | -                            |                 |
| austenitica       | 0,08 max             | 2      | 0,045 | 0,030    | 1      | 18 + 20   | 8 + 10,5    | -          | -                    | - | 304            | 8,06          | 0,039                               | 17,3  | 55 + 70  | 20  | 45   | 88                           |                 |
| austenitica       | 0,03 max             | 2      | 0,045 | 0,030    | 1      | 18 + 20   | 8 + 12      | -          | -                    | - | 304 L          | 8,06          | 0,039                               | 17,3  | 53 + 68  | 18  | 45   | 88                           |                 |
| austenitica       | 0,20 max             | 2      | 0,045 | 0,030    | 1      | 22 + 24   | 12 + 15     | -          | -                    | - | 309            | 8,06          | 0,037                               | 15,0  | 55 + 70  | 23  | 40   | 95                           |                 |
| austenitica       | 0,08 max             | 2      | 0,045 | 0,030    | 1      | 22 + 24   | 12 + 15     | -          | -                    | - | 309 S          | 8,06          | 0,037                               | 15,0  | 53 + 68  | 21  | 40   | 95                           |                 |
| austenitica       | 0,25 max             | 2      | 0,045 | 0,030    | 1,50   | 24 + 26   | 19 + 22     | -          | -                    | - | 310            | 8,06          | 0,034                               | 15,9  | 55 + 70  | 23  | 40   | 95                           |                 |
| austenitica       | 0,08 max             | 2      | 0,045 | 0,030    | 1,50   | 24 + 26   | 19 + 22     | -          | -                    | - | 310 S          | 8,06          | 0,034                               | 15,9  | 53 + 68  | 21  | 40   | 95                           |                 |
| austenitica       | 0,06 max             | 2      | 0,045 | 0,030    | 1      | 16 + 18,5 | 10,5 + 13,5 | 2 + 2,5    | -                    | - | 316            | 8,06          | 0,039                               | 16,0  | 55 + 70  | 21  | 40   | 95                           |                 |
| austenitica       | 0,08 max             | 2      | 0,20  | 0,10 min | 1      | 16 + 18   | 10 + 14     | 1,75 + 2,5 | -                    | - | 316 F          | 8,06          | 0,034                               | 16,5  | 59 + 70  | 27  | 60   | 85                           |                 |
| austenitica       | 0,03 max             | 2      | 0,045 | 0,030    | 1      | 16 + 18,5 | 11 + 14     | 2 + 2,5    | -                    | - | 316 L          | 8,06          | 0,039                               | 16,0  | 53 + 68  | 20  | 40   | 95                           |                 |
| austenitica       | 0,08 max             | 2      | 0,045 | 0,030    | 1      | 17 + 19   | 9 + 12      | -          | Ti = 5 x C min       | - | 321            | 8,06          | 0,038                               | 16,6  | 55 + 70  | 21  | 40   | 88                           |                 |
| austenitica       | 0,08 max             | 2      | 0,045 | 0,030    | 1      | 17 + 19   | 9 + 13      | -          | Nb + Ta = 10 x C min | - | 347            | 8,06          | 0,038                               | 16,6  | 55 + 70  | 21  | 40   | 88                           |                 |

Molteplici sono i campi di applicazione in cui si sceglie di utilizzare acciai inossidabili austenitici.

I più comuni, a seconda della specifica composizione dell'acciaio sono [29]:

- 304 e 304L
- 309 e 310 (alto livello di cromo e nichel)
- 318 e 316L (alto livello di molibdeno)
- 321 e 316Ti (stabilizzati)

- Acciai inossidabili Duplex

Sono acciai volutamente bifasici di austenite e ferrite suddivise circa al 50% ed entrambe ricche in cromo che risulta essere complessivamente presente in valori di circa il 20% [30].

Si ottengono a seguito di un trattamento di solubilizzazione a circa 1000 °C che permette di eliminare possibili carburi e fasi intermetalliche; raggiunto il rapporto austenite-ferrite desiderato si effettua un rapido raffreddamento che porta ad avere ferrite ed austenite a temperatura ambiente. Ciò è possibile grazie all'elevato contenuto di cromo che abbassa sotto la temperatura ambiente il punto di inizio formazione della martensite.

Al prezzo di una leggera perdita di resistenza alla corrosione, garantiscono elevate resistenze alla tenso corrosione e resistenza meccanica doppia dell'austenite.

Segue la Tabella 3 con le proprietà dei principali acciai inossidabili.

Tabella 3: designazione, composizione, proprietà meccaniche e applicazioni di acciai inossidabili [31]

| Numero<br>AISI      | Numero<br>UNS | Composizione<br>(% in peso) <sup>a</sup>        | Stato <sup>b</sup> | Proprietà meccaniche              |                                   |                               | Applicazioni tipiche  |
|---------------------|---------------|---|--------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-------------------------------|---|
|                     |               |   |                    | Resistenza a<br>trazione<br>(MPa) | Carico di<br>snervamento<br>(MPa) | Duttilità<br>(A% su<br>50 mm) |   |
| <i>Ferritici</i>    |               |   |                    |                                   |                                   |                               |   |
| 409                 | S40900        | 0.08 C, 11.0 Cr,<br>1.0 Mn, 0.50<br>Ni, 0.75 Ti | Ricotto            | 380                               | 205                               | 20                            | Componenti di automobili<br>per gas di scarico, serbatoi<br>per spruzzatori agricoli  |
| 446                 | S44600        | 0.20 C, 25 Cr,<br>1.5 Mn                        | Ricotto            | 515                               | 275                               | 20                            | Valvole (alta temperatura),<br>stampi per vetro, camere<br>di combustione             |
| <i>Austenitici</i>  |               |   |                    |                                   |                                   |                               |   |
| 304                 | S30400        | 0.08 C, 19 Cr,<br>9 Ni, 2.0 Mn                  | Ricotto            | 515                               | 205                               | 40                            | Apparecchiature per la<br>produzione chimica<br>ed alimentare, serbatoi<br>criogenici |
| 316 L               | S31603        | 0.03 C, 17 Cr,<br>12 Ni, 2.5 Mo,<br>2.0 Mn      | Ricotto            | 485                               | 170                               | 40                            | Costruzioni saldate   |
| <i>Martensitici</i> |               |   |                    |                                   |                                   |                               |   |
| 410                 | S41000        | 0.15 C, 12.5 Cr,<br>1.0 Mn                      | Ricotto<br>T e R   | 485<br>825                        | 275<br>620                        | 20<br>12                      | Canne di fucile, coltelleria,<br>parti di motore a reazione                           |
| 440A                | S44002        | 0.70 C, 17 Cr,<br>0.75 Mo, 1.0 Mn               | Ricotto<br>T e R   | 725<br>1790                       | 415<br>1650                       | 20<br>5                       | Coltelleria, cuscinetti, utensili<br>chirurgici                                       |

Essendo utile stimare come gli elementi di lega definiscano un tipo o un altro di acciaio inossidabile, si è costruito un diagramma che prende il nome di “diagramma di Schaeffler” (Figura 9) che a livello qualitativo permette di identificare le 4 famiglie di acciai presentati e le curve di inizio e fine formazione di martensite [30].

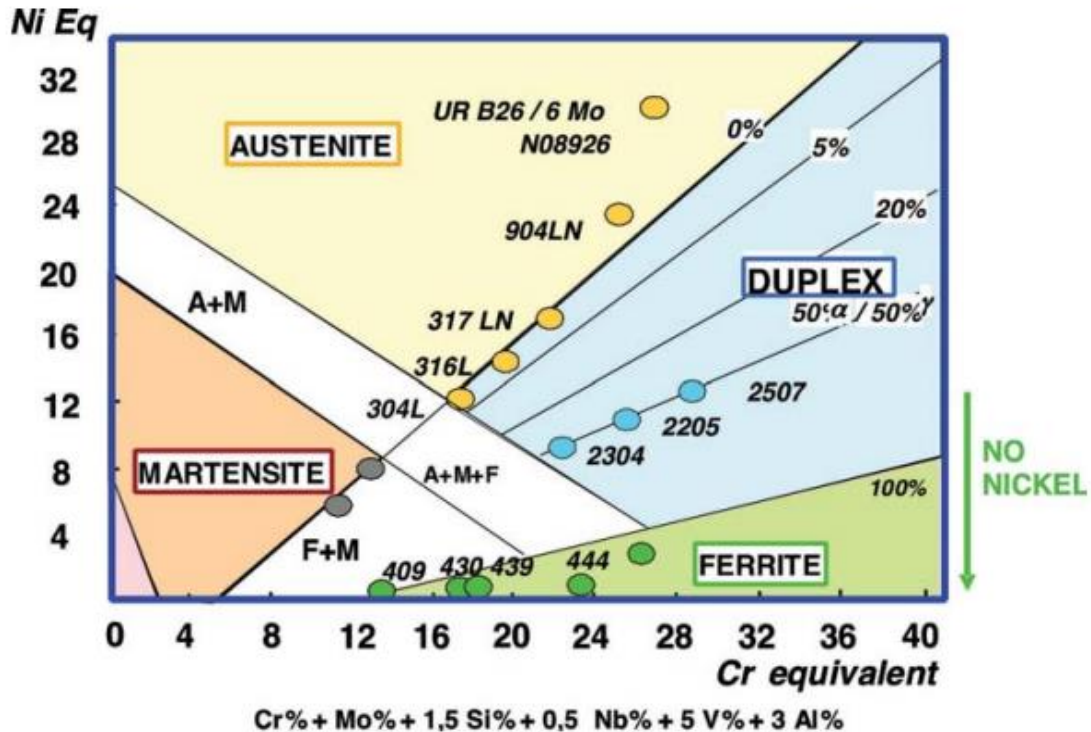


Figura 9: diagramma di Schaeffler con principali famiglie e tipi di acciai inox [30]

### 1.2.1 AISI 316L da Casting

L'AISI 316L è un acciaio austenitico inossidabile composto principalmente da cromo nichel e molibdeno in percentuale X2CrNiMo17-12-2.

La presenza di molibdeno permette alla lega di formare un sottile strato insolubile superficiale di cloruro di molibdeno che isola il ferro e il cromo altrimenti facilmente solubili in soluzione acquosa rendendo l'acciaio ulteriormente resistente alla corrosione e al pitting [31].

La “L” sta ad indicare il basso tenore di carbonio, questo determina un'elevata resistenza alla corrosione intercristallina dovuta all'assenza di carburi e una buona saldabilità e lavorabilità per asportazione di truciolo.

L'acciaio 316L è un acciaio non temprabile ma induribile tramite deformazione a freddo.

Una classica microstruttura ottenibile da casting vede una matrice di austenite e una seconda fase di ferrite  $\delta$  (Figura 10). Questa fase ricca in Cr, si forma generalmente nella prima fase di solidificazione e comporta un aumento della percentuale di nichel presente nella fase liquida. Ciò favorisce la formazione di austenite dai bordi della fase ferrite  $\delta$  [32], che cambia la sua morfologia in base alla velocità di raffreddamento.

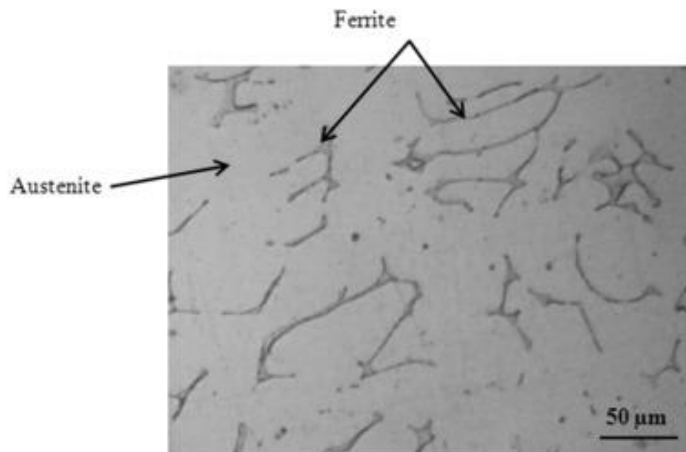


Figura 10: esempio microstruttura 316l da casting [33]

### 1.2.2 AISI 316L da Additive Manufacturing

Parlando di tecniche di additive manufacturing si ha a che fare con costi di produzione notevolmente più alti rispetto alle tecnologie standard, sia per la gestione del processo sia per la natura pulviscolare delle leghe metalliche di partenza.

L'utilizzo dell'acciaio in tecniche di additive manufacturing è giustificato qualora si abbia a che fare con acciai, generalmente dal costo elevato, di tipo altolegati e a basso tenore di carbonio [34].

La necessità di limitare il contenuto di carbonio è legata al voler limitare al minimo il fenomeno della formazione di carburi a seguito delle alte temperature nella zona di scansione. La formazione di tali fasi porterebbe infatti a un infragilimento del materiale [35].

Altra caratteristica importante per acciai destinati ad essere lavorati con tecniche di additive manufacturing è la loro buona saldabilità in quanto essendo il processo di fusione e raffreddamento molto rapido si ha uno shock termico con conseguenti tensioni indotte elevate.

L'acciaio inossidabile 316L risponde bene ai requisiti richiesti, negli ultimi anni è stato infatti uno dei materiali più utilizzati e studiati nell'ambito delle tecnologie di AM.

L'impiego di diversi metodi di produzione comporta delle forti differenze sulla microstruttura e quindi sulle proprietà fisiche e meccaniche.

In Figura 11 viene riportato un esempio di microstrutture di 316L prodotto tramite: casting (Figura 11a), Hot Pressing (Figura 11b), LPBF attaccato con acido nitroclorico (Figura 11c), LPBF attaccato con acido picrico e acido cloridrico (Figura 11d) [36].

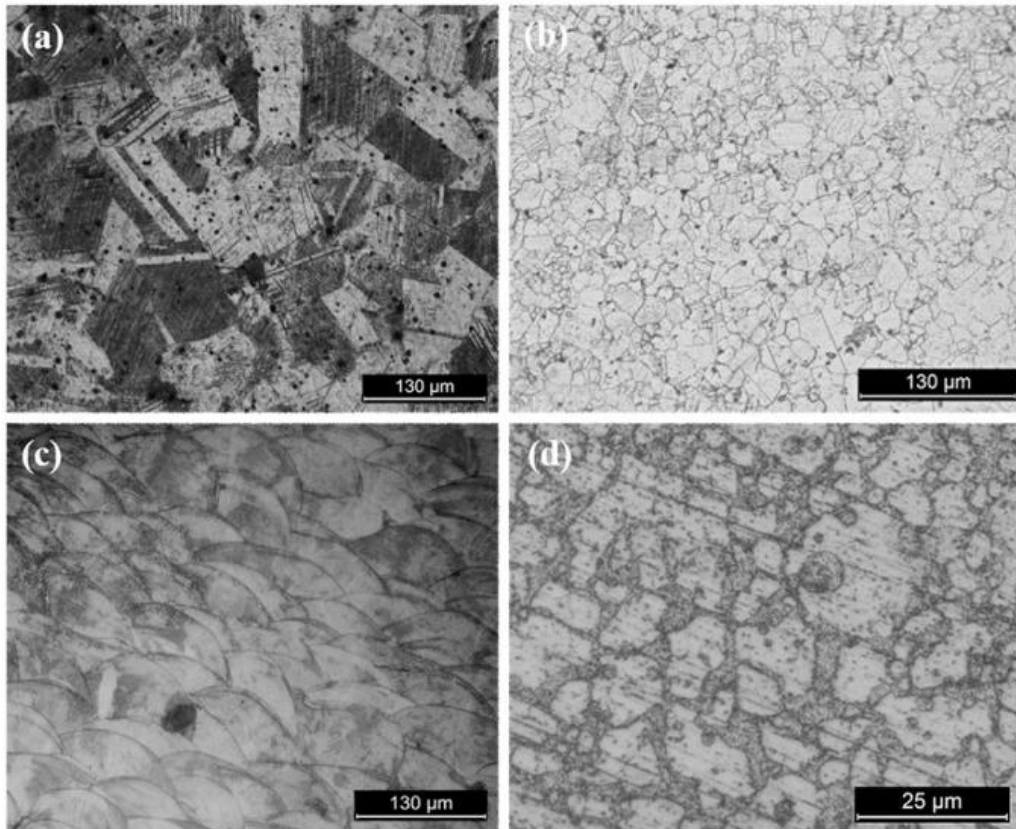


Figura 11: esempio microstrutture 316l da diverse tecniche di produzione a)Casting, b)Hot Pressing, c )LPBF con acido Nitroclorico, d) LPBF con acido Picrico e Cloridrico [36]

Analizzando in Figura 12a la microstruttura di un campione di acciaio ottenuto con DED si distingue facilmente l'effetto del passaggio del laser e della strategia di scansione.

Si nota infatti come considerando il piano longitudinale (x-z) ci sia una successione di melt pool che si compenetrano e al tempo stesso è ben distinguibile il piano successivo ottenuto con un angolo di scansione ruotato di 90° (Figura 12b) [37].

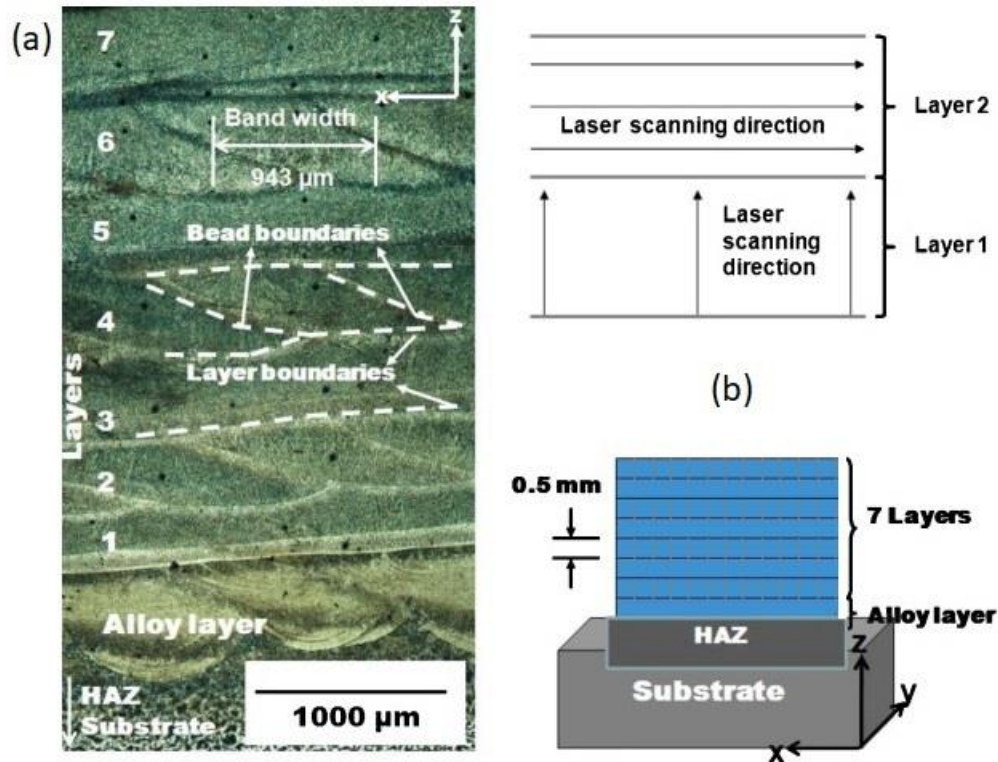


Figura 12: a) microstruttura della sezione x-z di acciaio da tecnologia DED e b) diagramma della strategia di scansione utilizzata [37]

Il bordo curvo visibile dei singoli melt pool (indicati come bead boundaries in Figura 12a) si genera in fase di raffreddamento del materiale fuso a seguito della scansione, ad ogni scansione una parte del melt pool adiacente formato in precedenza viene rifusa portando a una compenetrazione delle scansioni che compongono il layer.

Questa particolare tecnica di costruzione fa sì che dai bordi dei melt pool si originino delle dendriti orientate verso il centro del melt pool seguendo il gradiente termico presente tra la parte fusa e il materiale solido circostante (Figura 13c-d).

Diversa è la microstruttura che risulta visibile quindi dal piano x-y in quanto non si distinguono più i melt pool, ma quella che si vede è una microstruttura cellulare omogenea (Figura 13a-b) [38].

L'analisi di queste microstrutture mette in evidenza l'anisotropia dei campioni prodotti tramite DED tra i piani longitudinale (x-z) e trasversale (y-z) e la direzione Z di crescita.

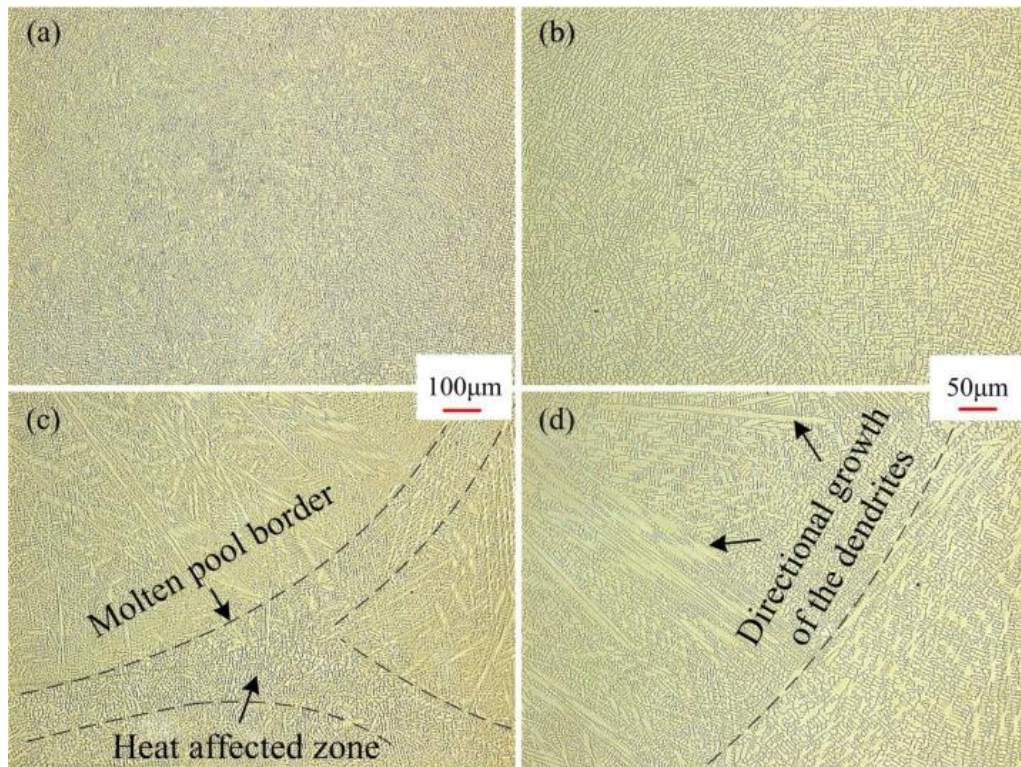


Figura 13: micrografie da diverse direzioni di 316L in DED: a) e b) la direzione di costruzione a 0°, c) e d) la direzione di costruzione a 90° [38]

Tramite la gestione di parametri come potenza del laser e velocità di scansione, è possibile variare le dimensioni dei meltpool in quanto a parità di potenza una maggiore velocità di scansione porta a penetrazioni del fascio laser minori generando meltpool di ampiezza e altezza minore, questo fa sì che il tempo di raffreddamento sia anch'esso minore con conseguenze sulla grandezza delle caratteristiche microstrutturali.

Tenendo conto dei parametri di scansione e del diverso scambio termico che si ha tra i layer vicini alla base e quelli superiori si ottiene una granulometria eterogenea lungo la direzione di deposizione.

Alla base, per effetto dell'intenso gradiente termico tra la piastra non riscaldata e i primi layer, si ha un rapido raffreddamento che porta alla formazione di grani molto piccoli e privi di un orientamento preferenziale. Nei layer successivi, essendo minore la differenza termica tra il materiale fuso e gli strati sottostanti preriscaldati, il raffreddamento avviene più lentamente e ciò comporta la formazione di grani leggermente più grandi e di tipo colonnare orientati verso la base (Figura 14) [39].

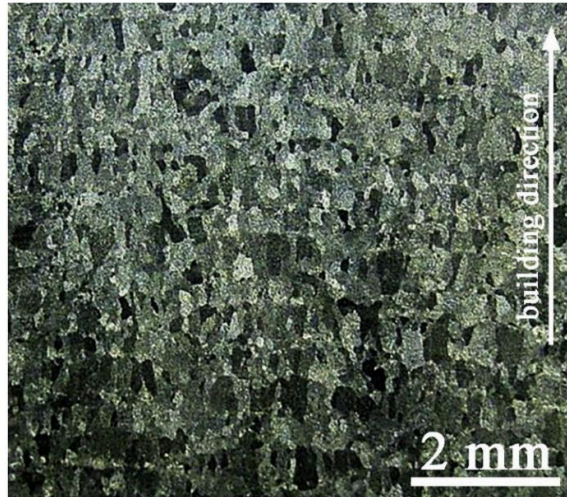


Figura 14: crescita eterogenea grani lungo la sezione trasversale di campione in DED [39]

L'ottimizzazione della morfologia e delle dimensioni delle caratteristiche microstrutturali tramite la gestione dei parametri di processo comporta un incremento notevole della resistenza meccanica dell'acciaio rispetto allo stesso ottenuto da casting [39].

Tabella 4. Proprietà meccaniche dell'acciaio 316L

| Condizioni | Carico di snervamento $R_{p0.2}$ (MPa) | Carico di rottura $R_m$ (MPa) | Allungamento (%) | Riferimenti |
|------------|--|-------------------------------|------------------|-------------|
| DED        | 405-415                                | 620-660                       | 32-40            | [40]        |
| LPBF       | 554                                    | 684                           | 36               | [41]        |
| Cast       | 262                                    | 552                           | 55               | [42]        |

### 1.3 Trattamenti termici

I trattamenti termici sono tecniche che prevedono riscaldamenti e raffreddamenti di una lega in tempi più o meno lunghi in modo tale da generare fasi e microstrutture spesso lontane dalla condizione di equilibrio presentata nel diagramma di stato per una data temperatura.

Si effettua in generale negli acciai una prima fase di riscaldamento indicata anche come fase di salita fino a una temperatura stabilita, si mantiene per un certo lasso di tempo e poi si raffredda con diverse modalità fino a temperatura ambiente [43].



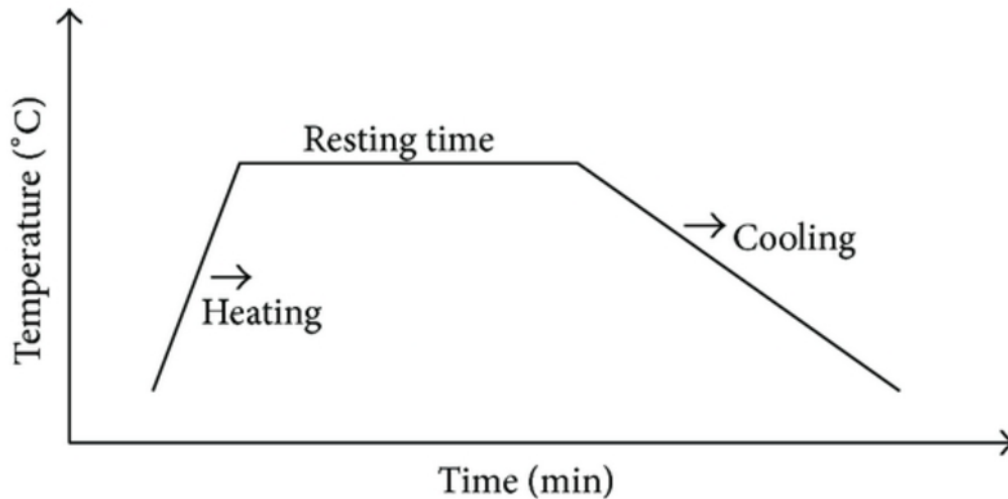


Figura 15: ciclo di generico trattamento termico [44]

Il tipo di raffreddamento può essere:

- Raffreddamento lento, dove si formano delle fasi simili a quelle previste dal diagramma di stato, questo può avvenire in atmosfera controllata di gas inerte o in aria e permette di ottenere acciai adatti a subire lavorazioni meccaniche in quanto provoca un detensionamento del materiale
- Raffreddamento veloce, porta alla formazione di fasi metastabili come martensite e bainite lontane da quelle presentate dal diagramma di stato, questo può essere fatto mediante acqua o olio e fornisce acciai dalle alte resistenze meccaniche e durezza ma molto tensionati e non adatti ad essere lavorati successivamente.

La scelta di svolgere un trattamento termico in atmosfera inerte o in aria è legata al tipo di prodotto che si sta trattando.

L'innalzamento della temperatura favorisce la formazione di ossidi in superficie, qualora si stia trattando un pezzo grezzo può essere sufficiente eseguire il raffreddamento in aria poiché si pone attenzione solamente allo smaltimento di calore e non alla finitura di una superficie che andrà poi lavorata nel passaggio successivo.

Se si sta eseguendo un trattamento termico su un prodotto già lavorato e del quale è fondamentale mantenere quindi aspetto e finitura superficiale risulta invece importante limitare al massimo la formazione di ossidi, per fare ciò il trattamento viene eseguito in un'atmosfera controllata di gas inerte come argon o azoto [45].

Il trattamento degli acciai permette di produrre un'ampia varietà di microstrutture e proprietà meccaniche poiché dà la possibilità di riportare a temperatura ambiente delle fasi associate a range di temperature più alte, inoltre permette di regolare la nucleazione e crescita o la forma dei grani variando di fatto a seconda dell'impiego previsto le proprietà meccaniche come resistenza durezza o duttilità agendo sulla microstruttura.

Focalizzando l'attenzione sui prodotti da Additive manufacturing l'impiego di trattamenti termici è generalmente adottato per operazioni di distensione dalle tensioni che il materiale accumula in fase di produzione.

E' comunque possibile eseguire trattamenti termici classici ad alte temperature andando a modificare la microstruttura e le fasi precedentemente formate.

A tal proposito si mostra in Figura 16 la variazione dei bordi di grano e delle microstrutture a seguito di trattamenti termici su campioni di AISI 316L prodotti per LPBF.

Nella condizione As Built (Figura 16a) e dopo trattamento termico di 2 ore a 600°C (Figura 16b) negli ingrandimenti eseguiti da SEM si possono distinguere chiaramente i limiti del melt pool e come i grani crescano nella direzione del gradiente termico; all'interno dei grani si osserva una microstruttura dendritica con celle di dimensione compresa tra 0.5 e 1 µm.

Le immagini relative al trattamento di 2 ore a 950°C (Figura 16c) e 2 ore a 1050°C (Figura 16d) mostrano solamente i grani con una microstruttura priva di dendriti all'interno e i limiti del melt pool risultano difficilmente individuabili. A ingrandimento maggiore si nota come si sia formata una vaiolatura omogenea innestata da piccole variazioni chimiche all'interno del grano e come il fenomeno sia amplificato con l'aumento della temperatura [46].

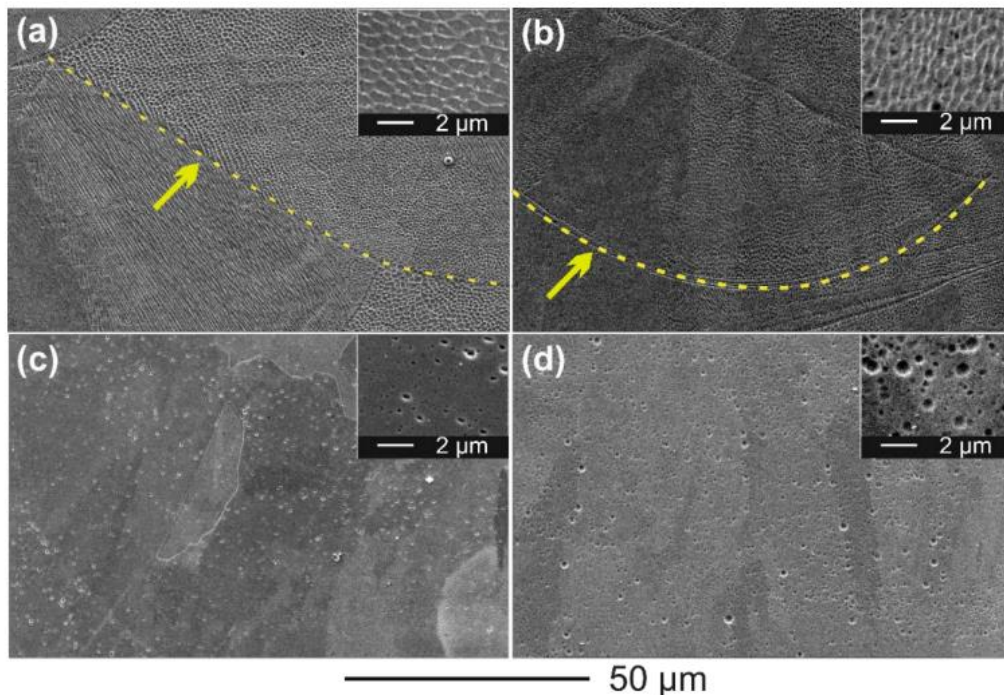


Figura 16: Variazione di microstruttura e bordi grano su 316L da LPBF a) As built, b) 600°C 2h, c) 950°C 2h, d) 1095°C 2h [46]

## ***2. Materiali e metodi***

In questo capitolo verranno presentati i macchinari e i materiali utilizzati per la campagna prove; seguirà successivamente una breve spiegazione sulle procedure di produzione dei campioni e sulle analisi svolte.

### ***2.1 Macchina DED***

La macchina utilizzata per la produzione dei campioni è un prototipo realizzato da Prima Additive, divisione di Prima Industrie S.p.A.

Si tratta di una macchina basata sulla tecnologia di deposizione diretta, composta da un sistema di movimentazione di tipo gantry a tre assi cartesiano gestiti da motori elettrici, sul quale è montato il sistema di focalizzazione del laser, la testa con i quattro ugelli di deposizione e il sistema di raffreddamento ad acqua.

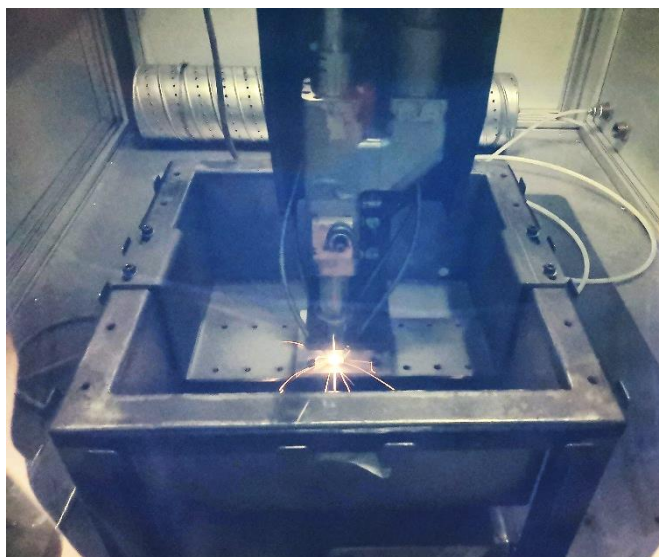
L'intera camera di lavoro è chiusa all'interno di una struttura che permette l'isolamento dall'ambiente esterno.

È possibile interfacciarsi con l'esterno tramite un portellone dotato di guanti e un vetro oscurato capace di filtrare la radiazione laser (Figura 17).



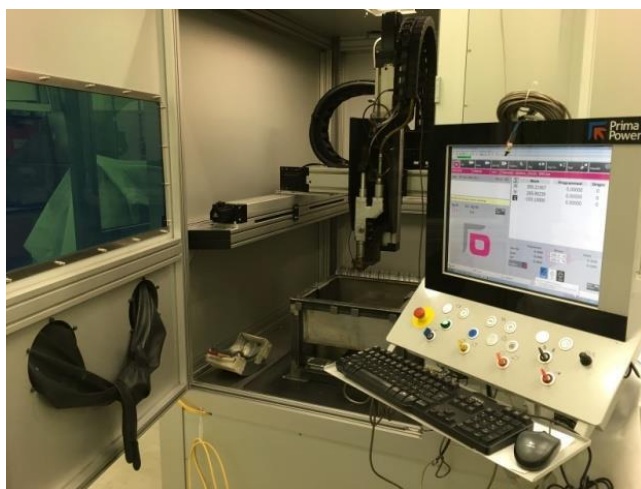
*Figura 17: Prototipo macchina DED Prima Industrie S.p.A.*

Il prototipo è provvisto di un supporto ad omega che viene fissato ad una cassa di raccolta delle polveri in eccesso; sul supporto è a sua volta possibile fissare tramite viti i substrati per la costruzione dei campioni (Figura 18).



*Figura 18: sistema di supporto e raccolta polveri*

Le aperture sono dotate di sensori di sicurezza che impediscono l'apertura quando i motori sono attivi; l'intera gestione e programmazione della macchina avviene tramite un pannello posto a bordo macchina progettato da Prima Electro appositamente (Figura 19).



*Figura 19: pannello di controllo macchina DED Prima industrie S.p.A.*

Il sistema laser utilizzato nel prototipo è il modello YLS-3000 prodotto da IPG Photonics, con una Potenza massima di 3 kW con lunghezze d'onda di 1070 nm (Figura 20).



Figura 20: sistema laser IPG YLS-3000

La testa di deposizione è di produzione industriale.

Questa contiene un sistema di lenti di collimazione seguiti da uno specchio diecrico a  $45^\circ$  e una lente di focalizzazione per il fascio laser. La polvere proviene dai 4 ugelli posti sulla parte terminale della testa; in quest'ultima parte è presente un sistema di canali di raffreddamento attraverso le quali circola acqua (Figura 21).

Il sistema permette di lavorare in una configurazione con controllo dell'atmosfera locale intorno all'ugello, come nei campioni realizzati per questo lavoro.

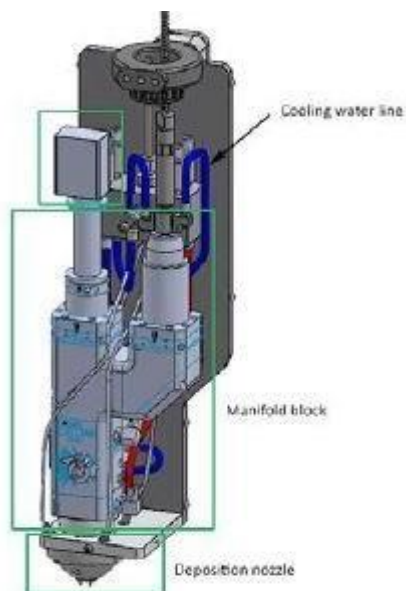


Figura 21: schema testa di deposizione Optomec

L'ultimo componente necessario al funzionamento della macchina è il distributore di polvere;

anch'esso industriale e permette di gestire la portata della polvere dalle tramogge agli ugelli regolando la velocità di rotazione del dosatore.

Tramite il distributore di polvere, si gestisce anche l'afflusso del gas di protezione (Figura 22).

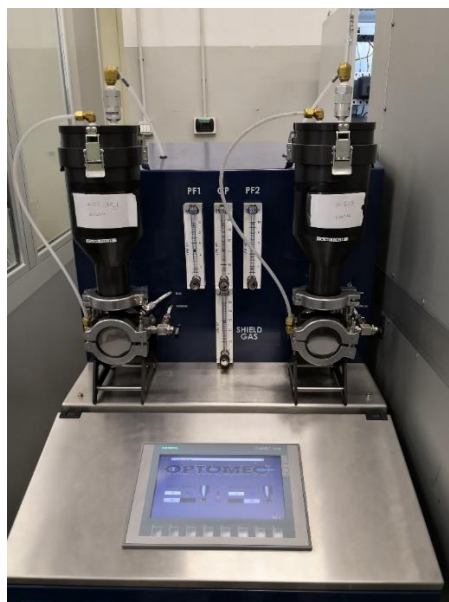


Figura 22: Powder feeder Optomec

## 2.2 Polveri utilizzate

L'acciaio AISI 316L utilizzato per la produzione dei campioni è stato acquistato da un fornitore commerciale.

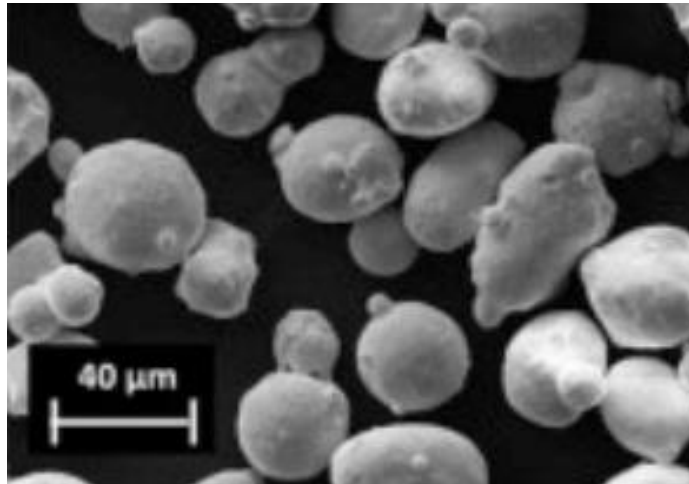
Viene prodotto in questa forma mediante atomizzatori a gas inerte poiché si evita la formazione di ossidi e si ottiene grazie al raffreddamento lento una forma sferica delle particelle [47].

La composizione chimica dell'acciaio è riportata in Tabella 5:

Tabella 5: Composizione chimica polvere di acciaio AISI 316L [48]

| <b>Elemento</b> | <b>Percentuale<br/>in peso</b> |
|-----------------|--------------------------------|
| C               | 0.02                           |
| S               | 0.001                          |
| P               | 0.025                          |
| Si              | 0.30                           |
| Mn              | 1.8                            |
| Cr              | 17                             |
| Ni              | 13.00                          |
| Mo              | 2.70                           |
| Cu              | 0.30                           |

Quando la polvere è destinata all'utilizzo per deposizione diretta, una caratteristica fondamentale è la misura della distribuzione granulometrica che deve risultare, di un valore compreso tra i 50-150 (fino a 200 è accettabile)  $\mu\text{m}$ . Altro aspetto importante è la sfericità delle particelle (Figura 23) poiché questa garantisce la giusta scorrevolezza della polvere attraverso gli ugelli evitandone l'intasamento e garantendo il corretto apporto di polvere richiesto per la deposizione [49].



*Figura 23: Morfologia di polvere da atomizzatore di AISI 316L [41]*

Per far sì che siano rispettate le caratteristiche richieste, la polvere prima di essere immessa nelle tramogge del powder feeder viene setacciata e sottoposta a prove di scorrevolezza. Nel caso in esame tali operazioni sono state fatte direttamente dal produttore in quanto si è deciso di utilizzare solamente polvere nuova.

### 2.3 Forno per trattamenti termici

Il forno utilizzato per i trattamenti termici è il modello RHTH 120/600/16 prodotto dalla Nabertherm (Figura 24).

Si tratta di un forno tubolare orizzontale ad alta temperatura che permette grazie al tubo in materiale isolante interno alla struttura in acciaio, di riscaldarsi in tempi molto ridotti e garantire una temperatura della superficie esterna pari a quella dell'ambiente di lavoro[50].



Figura 24: Forno Nabertherm RHTH 120/600/16

Le principali caratteristiche del forno utilizzato sono riportate in Tabella 6 [50].

Tabella 6: Caratteristiche tecniche forno Nabertherm RHTH 120/600/16[50]

| Modello                 | Tmax | Dimensioni esterne<br>in mm |       |     | Max<br>diametro<br>tubo | Riscald.<br>lunghezza | Lunghezza<br>costante<br>Temperatura<br>+/- 5 K | Lunghezza<br>del tubo | Potenza<br>allacciata | Allacciamento | Peso  |
|-------------------------|------|-----------------------------|-------|-----|-------------------------|-----------------------|---|-----------------------|-----------------------|---------------|-------|
| Versione<br>orizzontale | °C   | LARGH.                      | PROF. | H   | esterno<br>in mm        | in mm                 | in mm   | in mm                 | kW                    | elettrico*    | in kg |
| RHTH 120/600/16         | 1600 | 920                         | 550   | 640 | 120                     | 600                   | 200   | 830                   | 14,4                  | trifase       | 110   |

Il forno risulta collegato a un sistema di refrigerazione ad acqua e ad un circuito in pressione per l'apporto di gas inerte che viene regolato manualmente a inizio trattamento garantendo un'atmosfera controllata povera in ossigeno.

Il controllo dei parametri di riscaldamento, mantenimento alla temperatura di trattamento e i tempi di ogni fase sono regolabili mediante un display a bordo macchina prima dell'avvio del processo; va considerato in fase di setting dei parametri che la massima capacità di riscaldamento del forno corrisponde a 300 °C/h.

## 2.4 Troncatrice

La macchina troncatrice impiegata per la separazione dei campioni e la loro sezionatura è il modello Mecatome T330 prodotto da Presi (Figura 25).



Questa macchina da taglio permette di lavorare sia in modalità manuale, preferibile per tagli grossolani ma veloci, sia in modalità automatica, indicata nel caso di sezioni del campione in quanto più lenta ma più uniforme e meno dannosa per il campione.

È dotata di un sistema di refrigerazione e lubrificazione della lama che permette anche la pulizia del sistema al termine del taglio.

La piastra di fissaggio con sistema di movimentazione lungo un piano parallelo alla lama e l'escursione del braccio rotante permettono di gestire uno spazio di lavoro dal volume cilindrico di 110mm [51].

La lama utilizzata per il taglio è un disco in carburo di silicio (SiC).



*Figura 25: Troncatrice Mecatome T330 Presi*

## 2.5 Lucidatrice

Le operazioni di carteggiatura e lucidatura sono eseguite mediante la macchina Mecatech 234 prodotta da Presi (Figura 26).

Questa macchina è costituita fondamentalmente da un disco rotante dal diametro di 200 mm, un sistema di lubrificazione ad acqua e un dispositivo di controllo e regolazione della velocità di rotazione; sul disco vengono fissati delle carte abrasive o dei panni da lucidatura.

La fase di lucidatura vede l'impiego di carte abrasive con misura: 80 - 180 - 800 - 2000 - 4000 per poi passare all'utilizzo di panni e paste con particelle abrasive della misura di 1  $\mu\text{m}$ .



Figura 26: lucidatrice Mecatech 234 Presi

## 2.6 Organizzazione campioni

Per le analisi previste sono stati prodotti differenti tipologie di campioni a seconda del tipo di trattamento eseguito e di prove previste per ognuno.

I trattamenti termici sono stati effettuati in atmosfera di Ar e sono riportati in Tabella 7:

Tabella 7: Trattamenti termici eseguiti (durata fase di riscaldamento: 80 min per T1, 120 min per T2, 200 min per T3; durata del trattamento termico: 2 h per tutti i trattamenti; raffreddamento libero in Argon )

| NOME     | TEMPERATURA |
|----------|-------------|
| As built | -           |
| T1       | 400°C       |
| T2       | 600°C       |
| T3       | 800°C       |

Per ognuno dei trattamenti previsti sono stati prodotti campioni destinati ad analisi metallografiche e microdurezze e campioni destinati a prove di trazione.

Per le prove metallografiche e i test di durezza si impiegano una tipologia di campioni di forma cubica (Figura 27), che non necessitano di una lavorazione meccanica successiva di sagomatura.

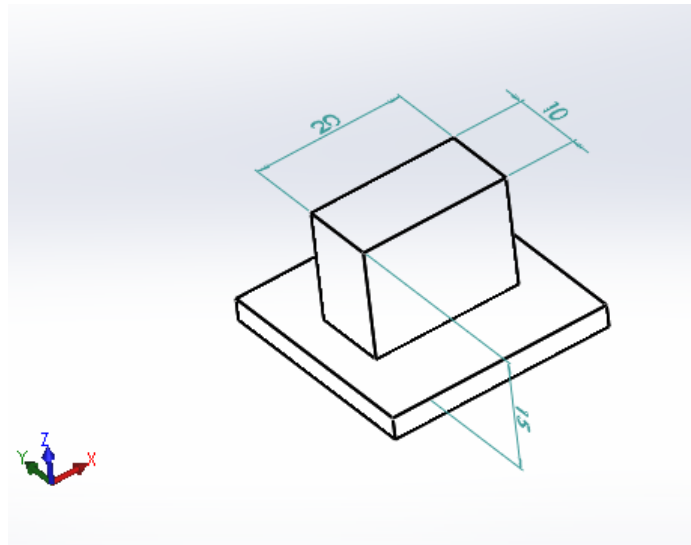


Figura 27: Rappresentazione schematica di un campione cubico in DED, misure in mm

Avendo deciso di analizzare l'effetto differente dei trattamenti all'interno e su una superficie lavorata, per ogni trattamento sono stati realizzati con DED 2 campioni cubici grezzi.

La produzione di provini per prove di trazione tramite DED prevede la realizzazione di campioni a forma di parallelepipedo con misure riportate nel disegno (Figura 28), questi grezzi, saranno poi lavorati per ottenere i provini conformi all'esecuzione dei test.

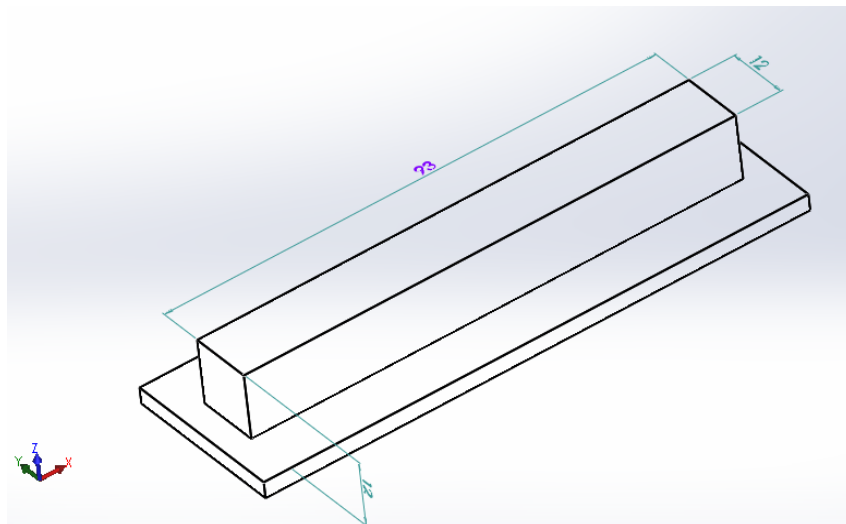


Figura 28: Rappresentazione schematica di una barretta da cui vengono estratti i campioni di trazione misure in mm

Il set di parametri di processo con cui sono stati realizzati i campioni in AISI 316L è quello ottimale per la polvere in oggetto, derivante da studi precedenti. I valori di Hatching distance e Z-step garantiscono una sovrapposizione del 30% tra le tracce

consecutive, tale condizione è stata individuata come ottimale per minimizzare i difetti nei campioni prodotti.

Nella Tabella 8 viene riassunta la suddivisione e la nomenclatura utilizzata per i diversi campioni che verranno studiati:

Tabella 8: suddivisione campioni

| <b><i>Nome campione</i></b> | <b><i>Trattamento</i></b> | <b><i>Tipologia analisi</i></b> |
|-----------------------------|---------------------------|---------------------------------|
| <b><i>15a</i></b>           | T1 [400°C]                | Trazione                        |
| <b><i>15b</i></b>           | T1 [400°C]                | Trazione                        |
| <b><i>17a</i></b>           | T1 [400°C]                | Trazione                        |
| <b><i>17b</i></b>           | T1 [400°C]                | Trazione                        |
| <b><i>23</i></b>            | T1 [400°C]                | Cubo                            |
| <b><i>19</i></b>            | T1 [400°C]                | Mezzo cubo                      |
| <b><i>10a</i></b>           | T2 [600°C]                | Trazione                        |
| <b><i>10b</i></b>           | T2 [600°C]                | Trazione                        |
| <b><i>11a</i></b>           | T2 [600°C]                | Trazione                        |
| <b><i>11b</i></b>           | T2 [600°C]                | Trazione                        |
| <b><i>21</i></b>            | T2 [600°C]                | Cubo                            |
| <b><i>13</i></b>            | T2 [600°C]                | Mezzo cubo                      |
| <b><i>12a</i></b>           | T3 [800°C]                | Trazione                        |
| <b><i>12b</i></b>           | T3 [800°C]                | Trazione                        |
| <b><i>14a</i></b>           | T3 [800°C]                | Trazione                        |
| <b><i>14b</i></b>           | T3 [800°C]                | Trazione                        |
| <b><i>22</i></b>            | T3 [800°C]                | Cubo                            |
| <b><i>16</i></b>            | T3 [800°C]                | Mezzo cubo                      |
| <b><i>18a</i></b>           | As Built                  | Trazione                        |
| <b><i>18b</i></b>           | As Built                  | Trazione                        |
| <b><i>20°</i></b>           | As Built                  | Trazione                        |
| <b><i>20b</i></b>           | As Built                  | Trazione                        |
| <b><i>13ab</i></b>          | As Built                  | Cubo - Mezzo cubo               |

### 2.6.1 *Provini di trazione*

La produzione di campioni per prove di trazione prevede due fasi:

- Si effettua il trattamento termico del campione di trazione grezzo
- Segue una lavorazione di fresatura per ottenere da ognuno dei parallelepipedi di trazione due campioni uguali dalla forma stabilita dalla normativa ASTM E8/E8M – 16a: (Figura 39)



Figura 29: campione per analisi di trazione conforme alla normativa ASTM E8/E8M – 16a

Per ottenere i provini per le analisi metallografiche e di microdurezza si opera in modo differente a seconda che si stia producendo il campione per i test all'interno o sulla superficie.

### 2.6.2 *Provini analisi interna*

Dovendo analizzare l'effetto del trattamento all'interno del campione, si effettua inizialmente tale trattamento sul cubo intero e solo dopo si esegue l'operazione di troncatura longitudinale (Figura 30) così da ottenere una superficie rappresentativa del nucleo del campione.

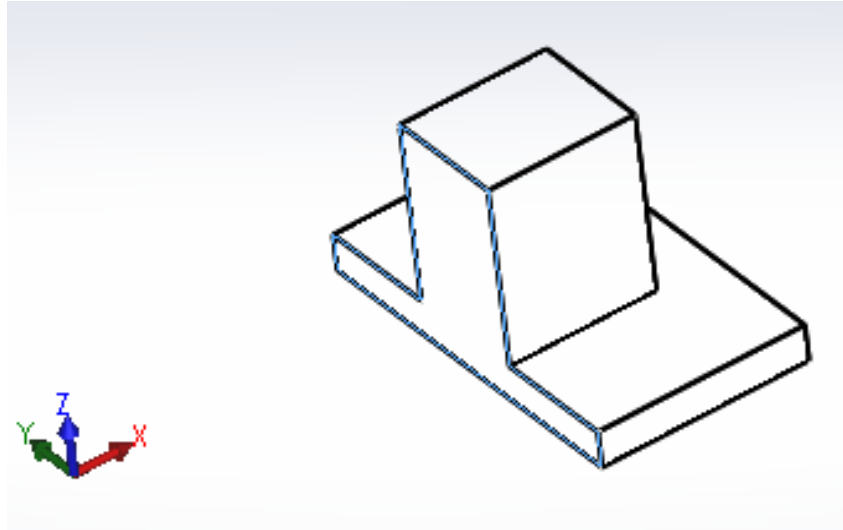


Figura 30: rappresentazione schematica di un campione cubico sezionato

Una volta ottenuta la superficie si procede con le operazioni di lucidatura del provino fino ad ottenere una superficie a specchio.

### 2.6.3 *Provini analisi superficie esterna*

Per ottenere una riproduzione di una superficie lavorata e trattata termicamente è necessario eseguire una troncatura longitudinale del campione cubico grezzo (Figura 30) per poi successivamente sottoporlo a trattamento termico.

Segue un processo di lucidatura analogo a quello eseguito per i campioni precedentemente descritti.

## 2.7 Prove metallografiche

Le prove metallografiche sono quelle tecniche volte ad analizzare, tramite immagini ad alti ingrandimenti, la struttura cristallina e la morfologia delle fasi con l'obiettivo di comprendere le proprietà di una lega.

A seconda del livello di ingrandimento si distingue tra [52]:

- Macrografia, intesa come l'osservazione di immagini a ingrandimenti non superiori a 40 volte effettuati con sistemi di lenti bioculari o autoilluminanti per rilevare la presenza di macrodifetti
- Micrografia, si occupa invece di analizzare ingrandimenti superiori alle 40 volte, permettendo di visualizzare dettagli come la determinazione dei costituenti della microstruttura, la presenza di fasi intermetalliche o di carburi, la distribuzione uniforme delle fasi

## 2.7.1 Microscopio FESEM e SEM

L'acronimo FESEM sta per Field Emission Scanning Electron Microscope.

Questo tipo di microscopio utilizza un fascio di elettroni accelerati come fonte di illuminazione, questo permette di sfruttare la corta lunghezza d'onda, molto minore rispetto a quella dei fotoni, per aumentare la risoluzione fino a tre ordini di grandezza; è una prova non distruttiva capace di mostrare informazioni dettagliate sulla morfologia e la composizione dei campioni.

Nel dettaglio si classifica come microscopio a scansione in quanto per ricostruire l'immagine si sfrutta un fascio di elettroni che scansiona il campione seguendo un determinato pattern.

Lo schema costruttivo della macchina prevede una sorgente di elettroni che, attratti da un anodo a carica positiva, vengono accelerati e diretti verso un sistema di lenti;

si forma quindi un fascio proiettato sulla superficie del campione il quale emette elettroni secondari che captati, da dispositivi di rilevazione permettono di ricostruire l'immagine della superficie del campione (Figura 31).

L'intero sistema prevede di lavorare in vuoto in quanto questo ha funzione di proteggere la sorgente di elettroni da contaminazioni che provocherebbero una deviazione del fascio riducendo la qualità dell'immagine, inoltre aumenta la capacità da parte dei dispositivi di ricezione di raccogliere i segnali generati [53].

Verrà utilizzato anche un'altra tipologia di microscopio che prende il nome di SEM (Scanning Electron Microscope) ; questo risulta sfruttare lo stesso principio e schema (Figura 31) di funzionamento del FESEM ma per via della differente temperatura [54] a cui opera la sorgente di elettroni si hanno immagini meno chiare e dettagliate ma tempi di acquisizione più ridotti per numerosi campioni.

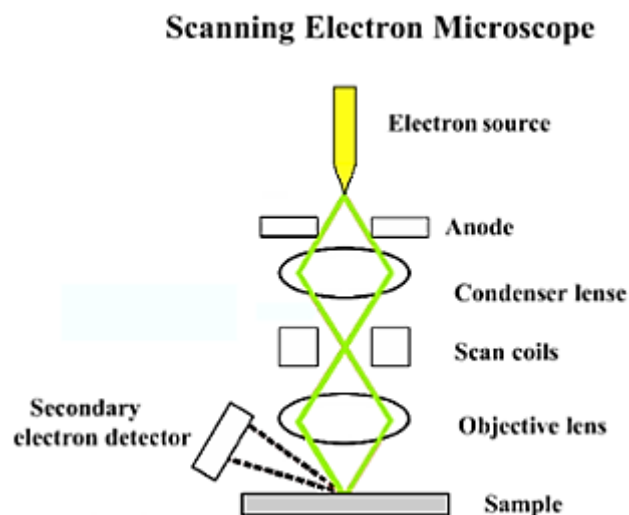


Figura 31: schema microscopio scansione elettronica FESEM e SEM [53]

IL microscopio FESEM che si è utilizzato è il modello Zeiss SUPRA 40 (Figura 32); questa macchina estremamente versatile è capace di fornire immagini con alta qualità e risoluzione, è dotata di un portacampioni motorizzato con altezza di 130 mm [55].



*Figura 32: FESEM Zeiss SUPRA 40*

Il microscopio SEM impiegato è il Phenom XL prodotto da ALFATEST (Figura 33). È dotato di camera di dimensione della camera di 100 mm x 100 mm, riesce a garantire elevate velocità di caricamento e scaricamento dei campioni e permette di ottenere un'immagine in meno di 40 secondi; è inoltre dotato di sensore EDS (energy dispersive X-ray spectrometry).





Figura 33: microscopio SEM Phenom XL ALFATEST [56]

### 2.7.2 Attacco Acido

L'attacco acido consiste in un trattamento chimico della superficie da osservare che consente di individuare le fasi presenti.

A seguito di una reazione si consuma una fase in superficie e ciò permette di rendere ben visibili al microscopio le microstrutture di cui è composta la lega sfruttando una diversa interazione della luce con superfici che a seguito dell'attacco diventano più o meno in rilievo.

Nello specifico si è utilizzato una soluzione acida formata da:

- 57 % in vol di Acido Idrocloridrico
- 38 % in vol di Acido Nitrico
- 5 % in vol di Acido Acetico

La superficie da analizzare di ogni campione è stata attaccata per circa 8 secondi e sottoposta a immediato lavaggio in acqua.

È importante tener conto del fatto che la soluzione risulta efficace se utilizzata entro circa 30 minuti dalla sua composizione.

## 2.8 Prove di microdurezza Vickers

Per durezza si intende generalmente la resistenza che un materiale oppone alla penetrazione da parte di un altro più duro a seguito di una compressione localizzata [57].

Le scale di misura per la durezza più utilizzate sono la Brinell (HB), la Vickers (HV) la Knoop (HK) e la Rockwell (HR); queste differiscono fondamentalmente per la forma del penetratore adottato e per il diverso valore di carico (Tabella 9).

Tabella 9: Caratteristiche prove durezza Brinell, Vickers, Knoop e Rockwell [59]

| Test              | Indenter                                | Shape of indentation |          | Load, $P$                    | Hardness number                                 |
|-------------------|---|----------------------|----------|------------------------------|---|
|                   |   | Side view            | Top view |                              |   |
| Brinell           | 10-mm steel or tungsten-carbide ball    |                      |          | 500 kg<br>1500 kg<br>3000 kg | $HB = \frac{2P}{(\pi D)(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$ |
| Vickers           | Diamond pyramid                         |                      |          | 1-120 kg                     | $HV = \frac{1.854P}{L^2}$                       |
| Knoop             | Diamond pyramid                         |                      |          | 25 g-5 kg                    | $HK = \frac{14.2P}{L^2}$                        |
| Rockwell          |   |                      |          |                              |   |
| A }<br>C }<br>D } | Diamond cone                            |                      |          | 60 kg                        | HRA   |
|                   |   |                      |          | 150 kg                       | HRC   |
|                   |   |                      |          | 100 kg                       | HRD   |
| B }<br>F }<br>G } | $\frac{1}{16}$ -in. diameter steel ball |                      |          | 100 kg                       | HRB   |
|                   |   |                      |          | 60 kg                        | HRF   |
|                   |   |                      |          | 150 kg                       | HRG   |
| E                 | $\frac{1}{8}$ -in. diameter steel ball  |                      |          | 100 kg                       | HRE   |

La scala utilizzata per le prove è la Vickers; questa prevede l'impiego di un penetratore piramidale dalle caratteristiche riportate in Figura 34.

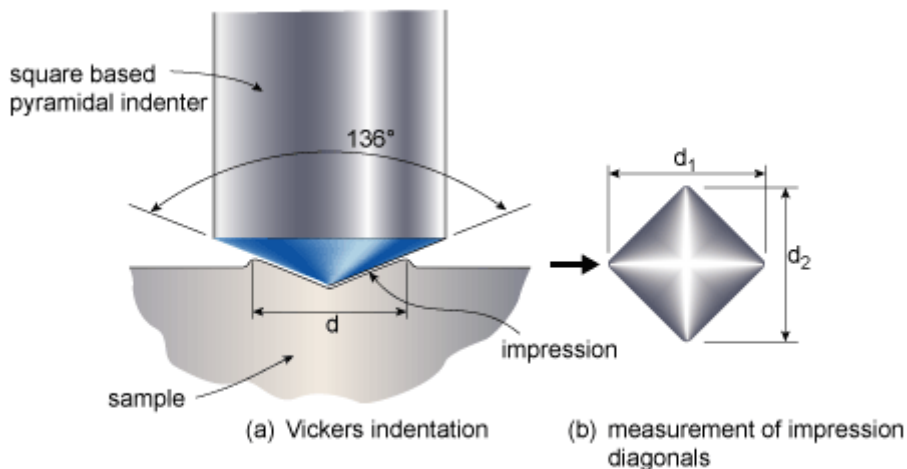


Figura 34: Penetratore Vickers e impronta [58]

Le prove di microdurezza Vickers sono state effettuate utilizzando il durometro Leica VMHT (Figura 35).



Figura 35: durometro Leica VMHT

La macchina è composta da una piastra di fissaggio movimentabile tramite viti calibrate, un sistema di indentazione e un microscopio ottico da 50x.

Sull'ottica sono montate due manopole che permettono di muovere le barre (Figura 36a) per la misurazione dell'impronta (Figura 36b) e il conseguente calcolo della durezza.

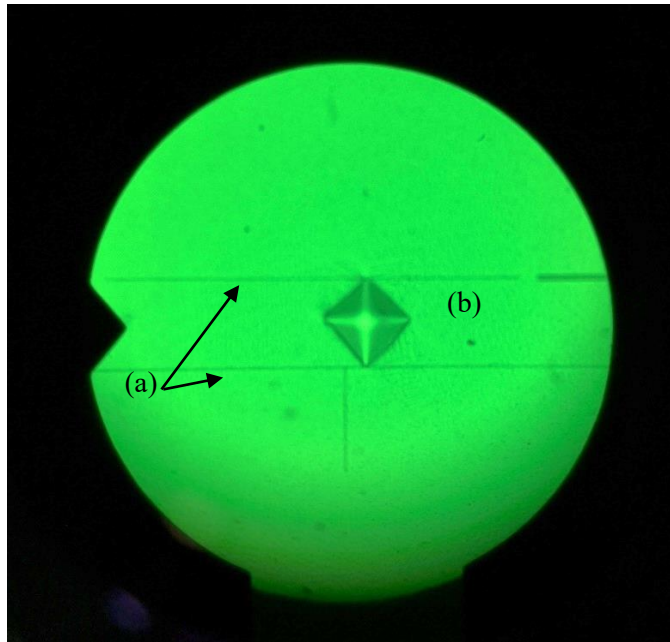


Figura 36: a) Barre di misura b) Impronta durometro

La procedura di misurazione prevede una prima fase di azzeramento delle barre di misurazione e l'impostazione di un carico ed un tempo di applicazione. Per le prove è stata fissata una forza (F) pari a 300 g per un tempo di 15 secondi.

Stabiliti tali parametri si effettua un'impronta e si misura tramite l'ottica la lunghezza delle due diagonali ( $d_1$  e  $d_2$ ).

Il sistema di acquisizione registra e mostra sul display la misura delle diagonali e della durezza Vickers calcolata tramite la formula:

$$HV = 1.854 * \frac{F}{(d_1 + d_2)}$$

## 2.9 Prove di trazione

La prova di trazione statica è stata eseguita con la macchina ZwickRoell Z100 (Figura 37).



*Figura 37: macchina per trazioni ZwickRoell Z100*

Tale macchina è composta da 2 attuatori elettropneumatici che muovono un montante sul quale è fissato un sistema di afferraggio e l'estensimetro specifico per il provino da analizzare (Figura 38).



*Figura 38: sistema di afferraggio e trasduttore per trazione*

Prima di effettuare il test vengono verificate le misure del provino per assicurarsi che coincidano con quelle della normativa ASTM E8/E8M – 16a riportate in Figura 39.

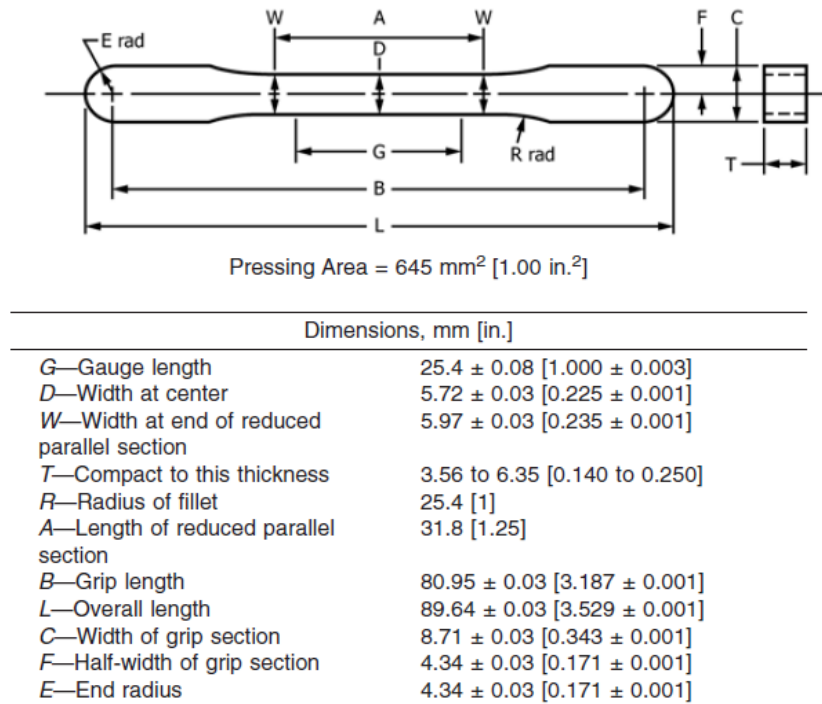


Figura 39: Schema e specifiche per campione di trazione piatto specifico per produzione da polveri metalliche [59]

Le misure caratteristiche dei provini adottate nelle prove sono riportate in Tabella 10.

Tabella 10: misure caratteristiche provino di trazione conforme a normativa E8/E8M – 16a

|                  |                    |  |                     |
|------------------|--------------------|--|---------------------|
| <b>T:</b> 4 [mm] | <b>D:</b> 5.7 [mm] | <b>S<sub>0</sub>:</b> T*D [mm <sup>2</sup> ] | <b>G:</b> 25.4 [mm] |
|------------------|--------------------|--|---------------------|

La prova prevede il serraggio delle due morse alle estremità del provino e l'appoggio del trasduttore di movimento agli estremi della sezione calibrata del campione.

Viene quindi applicato tramite un software specifico gestito da un pc a bordo macchina un precarico pari a 35 Newton e azionata la procedura di trazione.

L'avanzamento del montante superiore viene gestito con un controllo di carico tale da garantire una velocità di carico pari a 8 MPa/s.

Il software fornisce l'andamento del carico in funzione dell'allungamento registrato dall'estensimetro e permette quindi di ottenere un valore di carico di snervamento ( $R_{p0.2}$  [Figura 40a]) e di carico di rottura ( $R_m$  [Figura 40b]) mediante le seguenti formule:

$$R_{p0.2} = \frac{F_{p0.2}}{S_0} \text{ [MPa]}$$

$$R_m = \frac{F_m}{S_0} \text{ [MPa]}$$

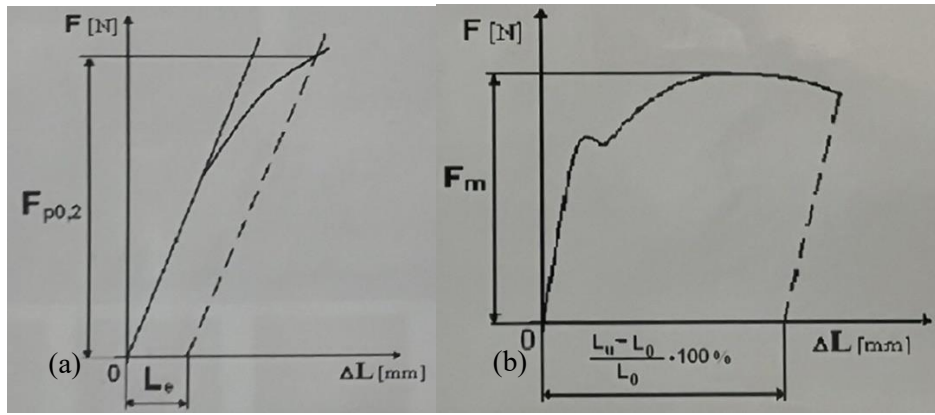


Figura 40: a) grafico carico di snervamento e b) grafico carico di rottura, funzioni dell'allungamento





### ***3 Risultati***

Successivamente a una fase preliminare di produzione e trattamento termico dei campioni, l'attività svolta ha previsto l'acquisizione di ingrandimenti sempre più dettagliati per poter analizzare la microstruttura e le trasformazioni di fase ottenute a seguito di un differente trattamento termico.

Dopo un'analisi di tipo metallografico si è passato all'esecuzione di prove di natura meccanica volte ad acquisire i valori di resistenza allo snervamento, resistenza a rottura, allungamento e microdurezza.

La conoscenza degli aspetti metallurgici ha permesso di comprendere una variazione delle macroproprietà meccaniche e di giustificare l'eventuale adozione di un trattamento termico.

#### ***3.1 Analisi Metallografiche***

##### ***3.1.1 Stereomicroscopio***

L'utilizzo dello stereomicroscopio permette di acquisire delle immagini a bassi ingrandimenti con un effetto di rilievo che rende ben distinguibili i singoli melt pool e l'orientamento dei grani.

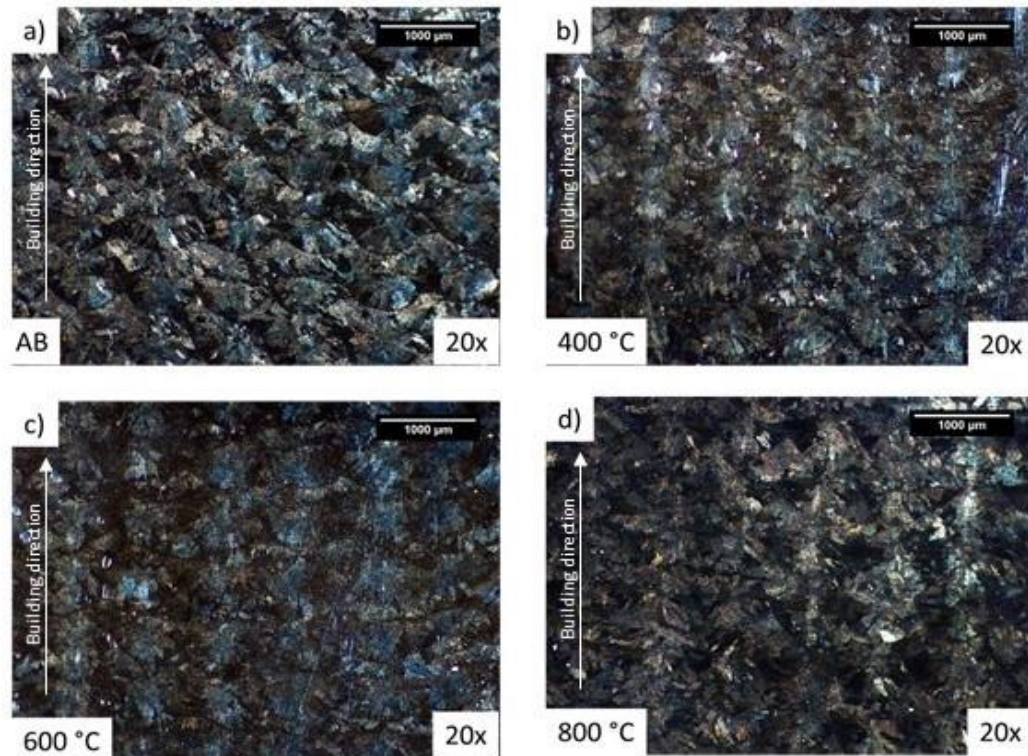


Figura 41: Acquisizioni con stereomicroscopio con ingrandimento 20x della sezione di a) campione *As built*; b) campione trattato a 400°C; c) campione trattato a 600°; d) campione trattato a 800°C

Per quanto riguarda i melt pool in Figura 41 Figura 43 Figura 42 si vede come questi rimangano ben distinguibili anche dopo il trattamento a 800 °C. Questo aspetto è importante in quanto, essendo presente un'anisotropia dovuta alla tecnica DED di produzione dei campioni, si dovrà tener conto che il comportamento meccanico potrebbe essere influenzato dalla direzione.

Osservando i grani, si nota in Figura 41a, come nel campione *As built* sia prevalente una crescita dal bordo del melt pool verso il centro di quest'ultimo. I grani seguono quella che, in fase di produzione, è la direzione principale del flusso termico.

Incrementando la temperatura del trattamento termico si nota una progressiva perdita della direzionalità dei grani e una maggiore uniformità delle zone termicamente alterate; tale fenomeno contribuisce a diminuire l'anisotropia presente.

### 3.1.2 *Microscopio Ottico*

Per capire la microstruttura e la variazione di questa, è necessario utilizzare un ingrandimento superiore, tale da rendere visibile non solo i grani ma la loro struttura interna.

Si è utilizzato quindi in un primo momento il microscopio ottico con un ingrandimento a 200x.

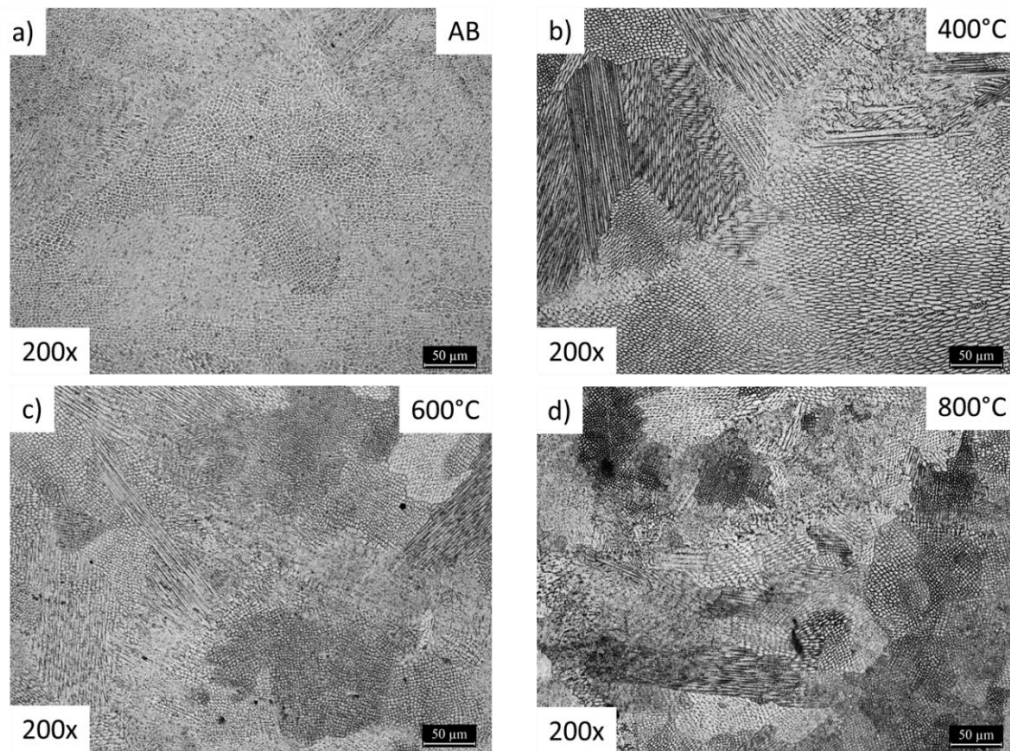


Figura 42: Acquisizioni con microscopio ottico con ingrandimento a 200x di a) un campione *As built*; b) campione trattato a 400°C; c) campione trattato a 600°C; d) campione trattato a 800°C.

Partendo dall'osservare il campione *As built* in Figura 42a si nota una microstruttura tipica di un raffreddamento rapido. All'interno dei melt pool si distingue una struttura fine caratterizzata dalla presenza di celle micrometriche.

Si riesce inoltre a distinguere come oltre ai grani, anche le singole celle al bordo del melt pool abbiano una forma più allungata nonostante si abbia a che fare comunque con celle di dimensione non superiore ai 10 μm.

Con l'innalzamento della temperatura di trattamento si nota un leggero aumento della dimensione media delle celle già da 400 °C sebbene a questa temperatura rimanga praticamente invariata la microstruttura ancora tipicamente cellulare dendritica, Figura 42b.

È da una temperatura di 600 °C che comincia a risultare più evidente un ingrossamento dei grani e una perdita parziale della struttura cellulare dendritica, Figura 42c.

A 800°C la struttura cellulare dendritica si perde, e, come verrà presentato più dettagliatamente in seguito, si registra una variazione seppur piccola delle fasi costituenti la microstruttura, Figura 42d.

### 3.1.3 Microscopio SEM

Le considerazioni fatte grazie alle immagini acquisite tramite il microscopio ottico possono essere più facilmente verificabili utilizzando ingrandimenti ancora più alti servendosi del microscopio a scansione SEM.

A ingrandimenti fino a 2000x in Figura 43 a1) b1) c1) d1), si distinguono bene i grani e si riesce a visualizzare una loro crescita confrontando le diverse temperature di trattamento.

L'ingrossamento dei grani è dovuto al fenomeno della diffusione, un meccanismo di trasporto della materia favorito dal crescere della temperatura.

Questo fenomeno comporta una diminuzione del numero di grani aumentandone l'estensione e riducendone i bordi di interfaccia.

I bordi di grano fungono da ostacolo all'avanzamento delle dislocazioni e rappresentano quindi un parametro importante che va ad incrementare o ridurre la resistenza meccanica dell'acciaio.

Tale effetto di rafforzamento con l'aumentare del numero dei bordi di grano e quindi con la diminuzione della loro grandezza è descritto dalla legge di Hall-Petch:

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}}$$

Con  $\sigma_y$  tensione di snervamento,  $\sigma_0$  una costante del materiale che indica la tensione di inizio movimento delle dislocazioni,  $k_y$  il tasso di incrudimento costante e  $d$  il diametro medio del grano [60].

Ad una prima analisi è quindi già possibile intuire una diminuzione della tensione di snervamento per effetto dell'accrescimento dei grani.

Risulta particolarmente utile utilizzare ingrandimenti dell'ordine dei 5000x per mostrare come la prima dissoluzione della struttura dendritica, avvenga in prossimità delle zone di interfaccia dei grani dai 600°C fino ad espandersi in modo più completo a 800°C (Figura 43-c3) e Figura 43-d3).

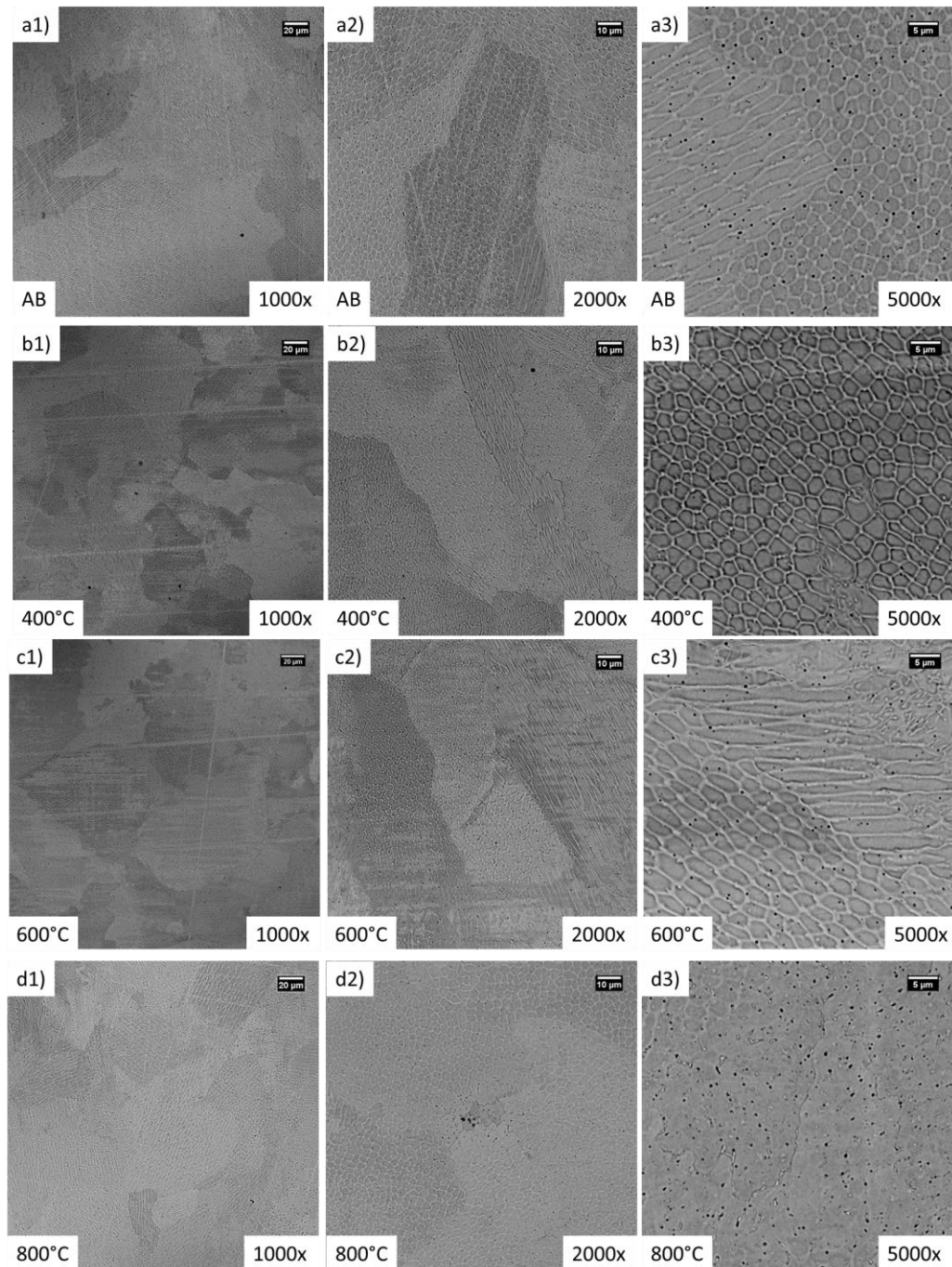


Figura 43: acquisizioni con microscopio SEM a diversi ingrandimenti di campioni: a) As built, b) 400°C, c) 600°C, d) 800°C.

### 3.1.4 Microscopio FESEM e analisi EDS

Stabilito l'effetto dei trattamenti termici sulla dimensione e morfologia dei grani, è stata eseguita un'ulteriore analisi utilizzando il microscopio FESEM per valutare variazioni di forma e dimensione delle celle costituenti dei grani

Si è scelto in seguito alle analisi precedenti di confrontare il campione As built e quello trattato a 600°C in quanto è da questa temperatura che inizia a sembrare rilevante già dal SEM una prima modifica della microstruttura.

Ad un ingrandimento di 5000x si riesce a vedere chiaramente come la forma cellulare tipica dell'As built in Figura 44 a1) appaia meno distinguibile dopo il trattamento e si vede in modo chiaro la formazione di una fase differente a bordo grano in Figura 44 b1).

Tale fase, come verrà confermato in seguito da analisi EDS, è di ferrite delta ( $\delta$ ).

La presenza di ferrite a bordo grano risulta potenzialmente dannosa per il comportamento meccanico in quanto si ha una concentrazione di una fase più fragile in un punto che già per sua natura funge da ostacolo al movimento delle dislocazioni.

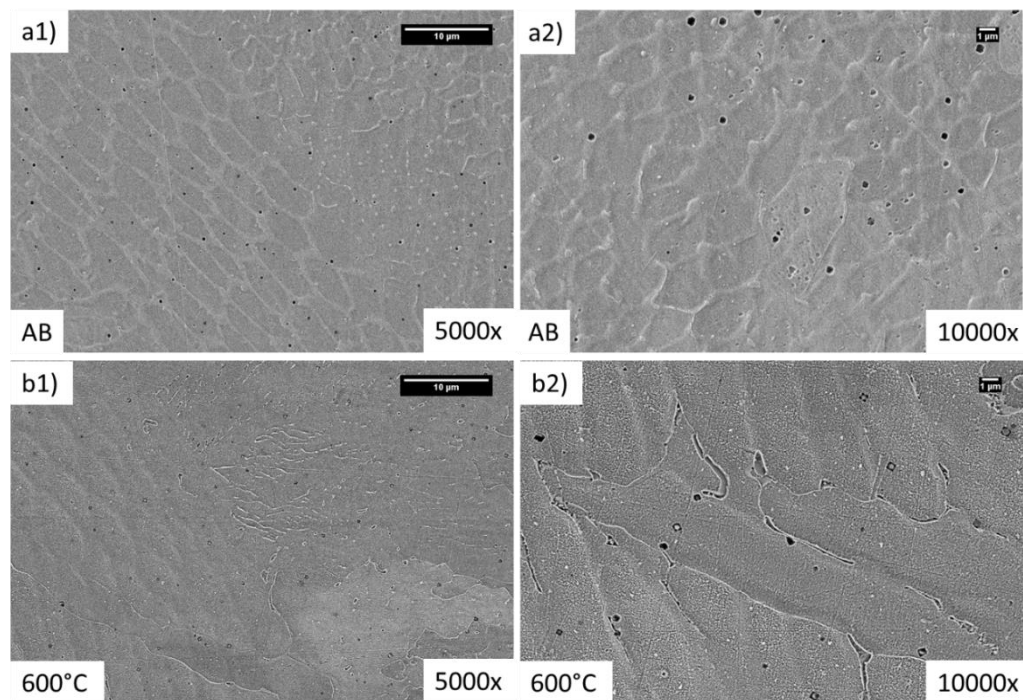


Figura 44: acquisizioni con microscopio FESEM a diversi ingrandimenti di campioni: a) As built, b) 600°C.

L'Analisi EDS è stata svolta per verificare la composizione chimica della nuova fase formatasi.

Viene confermato che si tratta di Ferrite in quanto si registra un tipico picco in molibdeno ed in cromo (Figura 45).

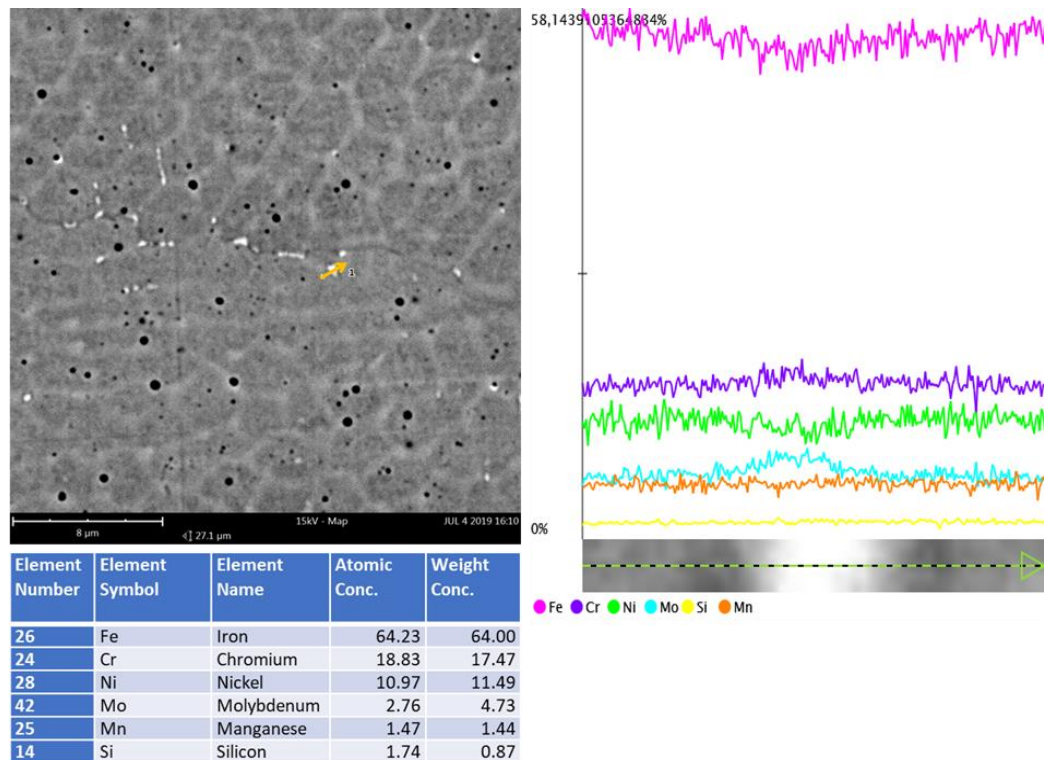


Figura 45: analisi EDS campione trattato a 600°C

### 3.1.5 Diffrazione XRD

L'ultima analisi svolta è la diffrazione dei raggi X (XRD), tecnica di misura impiegata per valutare le fasi cristalline presenti all'interno di un campione. La misura si basa sull'interazione della radiazione elettromagnetica con la materia. Si valuta in particolare l'angolo di incidenza che permette di ottenere la massima diffrazione di un fascio incidente di raggi X su una superficie [61].

In tutti i casi si vedono principalmente i picchi di austenite e si notano solo piccole differenze tra i vari pattern. L'effetto più evidente è quello della perdita dell'orientamento preferenziale. Si nota infatti che il picco a 50.6 ° diventa più intenso all'aumentare della T di trattamento. Questo conferma una ricristallizzazione della microstruttura a partire da 600°C.

Si nota anche il picco della ferrite a circa 44,2 ° la cui intensità aumenta a seguito del trattamento termico a 400 °C e 600 °C. Tale variazione di ferrite e il motivo della formazione a seguito dei trattamenti termici sarà probabile oggetto di studi futuri.

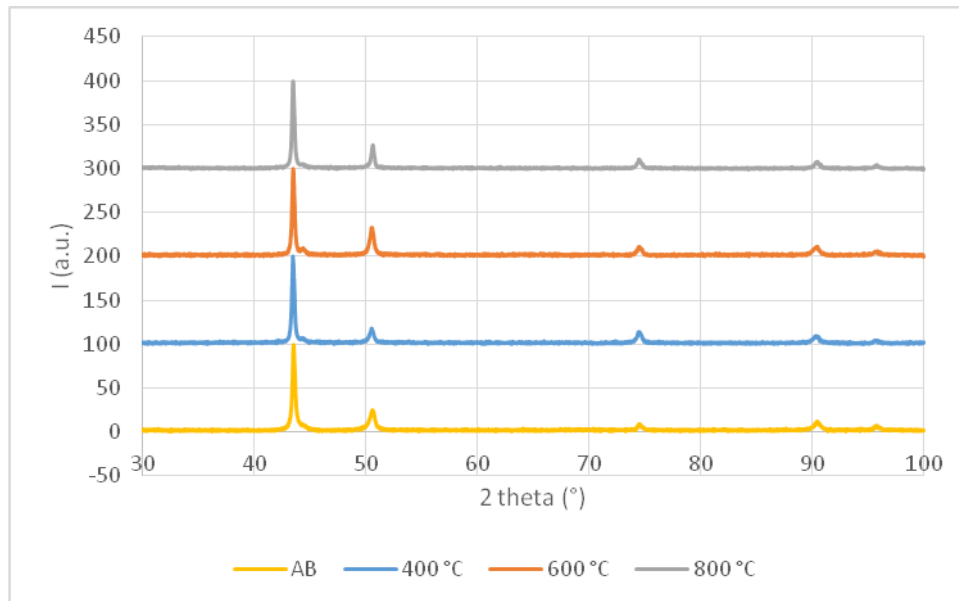


Figura 46: Diffrazione XRD per i diversi trattamenti termici

### 3.2 Prove Meccaniche

Il passo successivo alle analisi metallografiche è stato quello di valutare le proprietà meccaniche dei campioni per completare la caratterizzazione e poter fare un confronto con i dati di riferimento ottenuti in precedenti campagne prove.

Tutti i valori sono stati normalizzati per esigenze di riservatezza aziendale.

#### 3.2.1 *Microdurezze Vickers*

Al fine di ottenere un valore puntuale e una stima dell'andamento della durezza lungo l'intera altezza dei campioni, si è deciso di eseguire una serie di misurazioni a intervalli di 1mm lungo l'asse di crescita z su tutti i campioni cubici.

La prima considerazione fatta è stata valutare l'eventuale differenza di durezza tra i campioni rappresentativi dell'interno e quelli rappresentativi della superficie.

Come risulta da Figura 47 gli andamenti e i valori riscontrati per le coppie di campioni sottoposti allo stesso trattamento risultano comparabili.

Tale risultato mette in risalto come non sia presente una sostanziale differenza tra l'effetto del trattamento all'interno e sulla superficie in termini di durezza e quindi di proprietà meccaniche.

Questo risultato può essere importante in fase di verifica di componenti finiti in quanto il valore registrato a seguito di una prova di durezza fatta sulla superficie esterna risulta essere indicativo delle proprietà interne del pezzo senza rendere necessaria per la valutazione, l'esecuzione di una prova di tipo distruttivo.



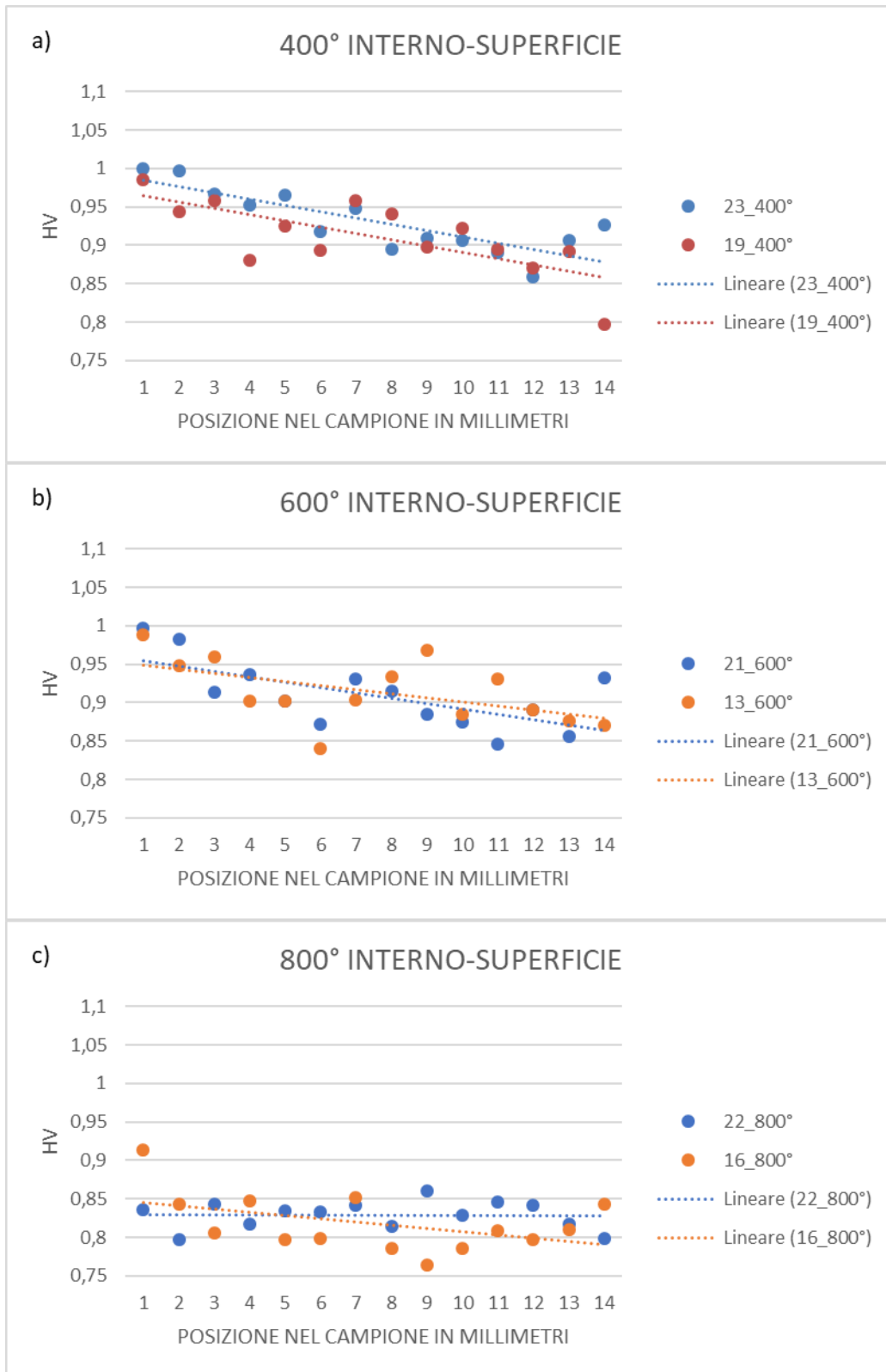


Figura 47: Valori di microdurezza Vickers:  
 a) confronto campioni trattati a 400°C, 23 interno, 19 superficie;  
 b) confronto campioni trattati a 600°C, 21 interno, 13 superficie;  
 c) confronto campioni trattati a 800°C, 22 interno, 16 superficie.

Stabilita l'irrelevanza nel differenziare i campioni interni da quelli superficiali, le successive prove sono state effettuate su un singolo campione per ogni trattamento.

In Figura 48 viene riportato un confronto tra le durezze misurate nei campioni.

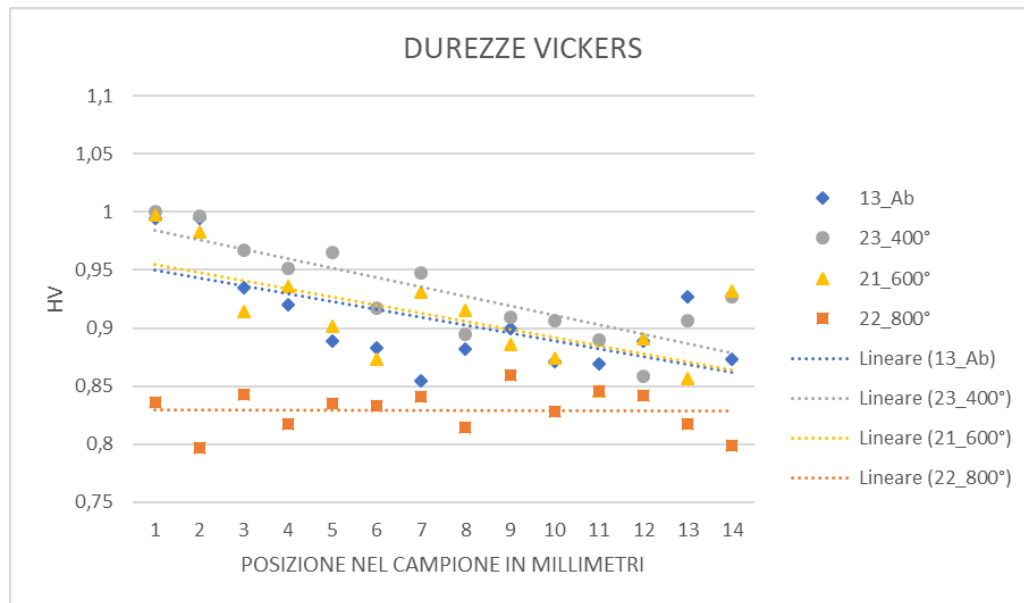


Figura 48: Valori di microdurezza Vickers, confronto tra As built e campioni trattati termicamente

Analizzando i dati ottenuti risulta chiaro un analogo andamento dei campioni trattati fino a 600°C; si ha in particolare un abbassamento di circa il 10% del valore di durezza al crescere dell'altezza Z.

Tale decrescita trova spiegazione nel tipo di tecnica produttiva in quanto il diverso flusso termico dovuto a differenti velocità di raffreddamento che si origina in fase di costruzione genera grani di dimensioni crescenti partendo dalla base fino a raggiungere la superficie del campione.

Rilevante risulta essere la differenza di andamento che si registra con il campione trattato a 800°C in quanto si ottiene un valore di durezza che è costante lungo l'intera altezza.

A conferma di quanto ipotizzato già durante la prima analisi microstrutturale, per via della differente microstruttura generata dal trattamento termico il valore di durezza relativo al trattamento a 800°C è più basso ma, l'uniformità lungo l'altezza risulta vantaggiosa in fase di progettazione di un componente reale.

### 3.2.2 Prova di trazione

L'ulteriore prova di tipo meccanico che è stata svolta è quella di trazione; in Figura 49 vengono riportati gli andamenti registrati a seguito della prova. Sono riportate le curve rappresentative dei campioni As built e trattati termicamente.

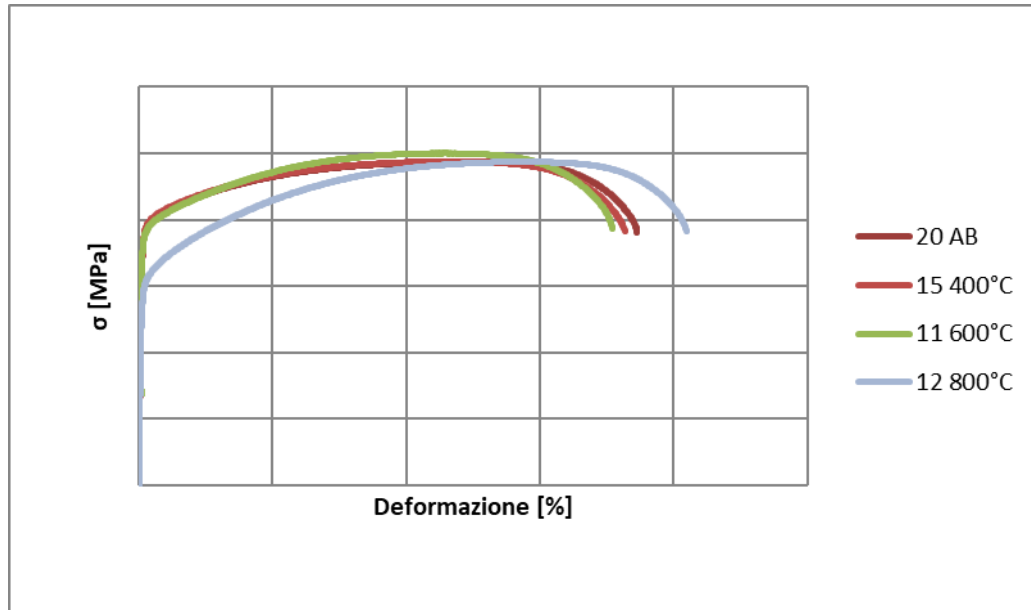


Figura 49: andamenti curve di trazione

Come già evidenziato dalle prove di durezza anche le curve di trazione mostrano un andamento e dei valori pressoché uguali per i campioni trattati fino a 600°C, del valore di tensione e deformazione mentre si nota una variazione a seguito del trattamento a 800°C che porta a una riduzione dei carichi di snervamento e rottura a fronte di un aumento della deformazione percentuale, Figura 50.

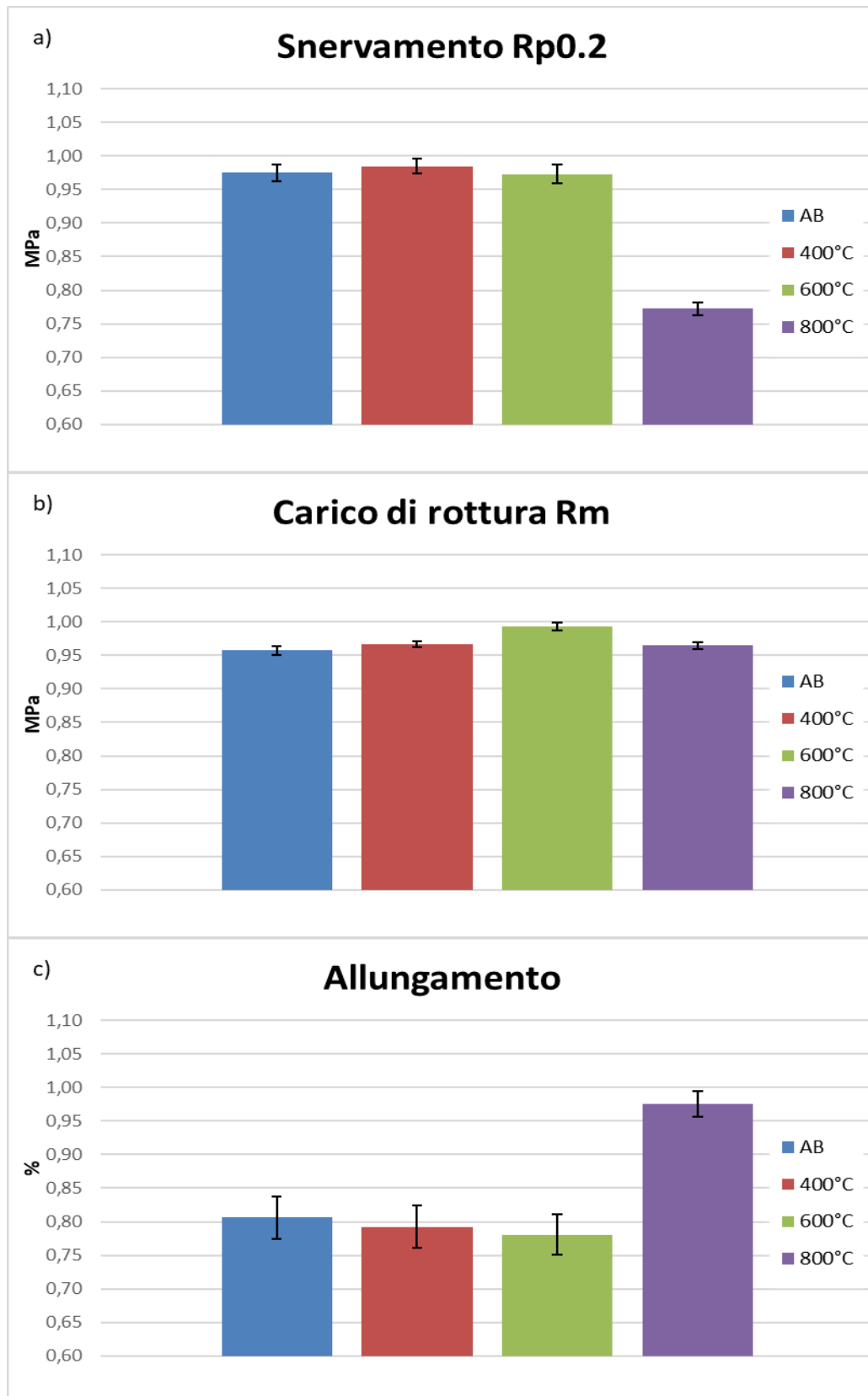


Figura 50: Confronto dei valori di: a) carico di snervamento  $R_{p0.2}$ ; b) carico di rottura  $R_m$ ; c) Allungamento a rottura  $\epsilon_r$  di campioni As built e trattati termicamente

Allo scopo di validare la buona riuscita della campagna prove viene in seguito riportato in Tabella 11 un confronto dei dati ottenuti dalle prove di trazione con quelli considerati di riferimento in base a campagne prove precedentemente svolte.

Per completezza viene riportato l'intero range di possibili opzioni per la produzione con DED, in particolare per un confronto con i risultati ottenuti, vanno considerati i valori relativi all'utilizzo di Shielding gas e polveri nuove in quanto queste sono le condizioni adottate per produrre anche i campioni della campagna prove in oggetto.

I dati registrati per i campioni As built risultano avere valori di resistenza a snervamento e a rottura più elevati rispetto alla condizione di riferimento, tale differenza risulta probabilmente legata a fattori esterni quali possibili sostituzioni di ugelli o calibrazioni differenti in seguito a manutenzione della macchina.

Quello che risulta evidente è un valore pressoché invariato rispetto alla condizione As built del carico di snervamento in seguito ai trattamenti a 400°C e a 600°C con un valore che è circa il 20% più alto di quello a seguito del trattamento termico a 800°C.

Tabella 11: Confronto valori normalizzati di riferimento Prima Industrie S.p.A. e campagna prove tesi (evidenziate in verde)

| Conditions                                   | Rp0,2 (MPa) | Rm (MPa)  | ε <sub>r</sub> (%) |
|--|-------------|-----------|--------------------|
| 316L DED Shielding gas                       | 0,88±0,01   | 0,91±0,01 | 1,08±0,08          |
| 316L DED Glove Box                           | 0,99±0,01   | 0,97±0,01 | 1,18±0,03          |
| 316L DED Shielding gas used powders          | 0,86±0,06   | 0,94±0,06 | 0,56±0,07          |
| 316L DED Shielding gas vertical fresh powder | 0,72±0,02   | 0,88±0,03 | 1,52±0,03          |
| 316L DED Shielding gas AB                    | 0,98±0,12   | 0,96±0,01 | 0,81±0,03          |
| 316L DED Shielding gas 400 °C                | 0,98±0,01   | 0,97±0,0  | 0,79±0,03          |
| 316L DED Shielding gas 600 °C                | 0,97±0,01   | 0,99±0,01 | 0,78±0,01          |
| 316L DED Shielding gas 800 °C                | 0,77±0,01   | 0,96±0,01 | 0,98±0,02          |

### 3.2.2.1 Analisi delle superfici di frattura

L'ultimo tipo di analisi che è stata effettuata è quella delle superfici di frattura.

Tale prova consiste nell'acquisire al microscopio SEM ingrandimenti della superficie di una delle due metà del campione ottenuta a seguito della prova di trazione.

Osservando le superfici si nota come fino a 600°C i campioni mostrino una superficie di frattura che ricalca la struttura cellulare presentando dei picchi in modo omogeneo in corrispondenza dei bordi delle celle; in Figura 51-d2) si nota un tipo di frattura con dimples più ampi e meno profondi. Questa morfologia dei dimples indica una rottura più duttile che deriva dalla perdita della microstruttura cellulare e spiega il valore di allungamento percentuale maggiore registrato.

Sempre analizzando la superficie del campione a 800°C si nota la presenza di cricche di entità non trascurabili che sono probabilmente riconducibili alla presenza di ferrite a bordo grano formatasi a seguito del trattamento termico; questa funge da innesco della

frattura e contribuisce come visto dai valori delle prove di trazione a ridurre la resistenza a snervamento in modo netto rispetto agli altri campioni.

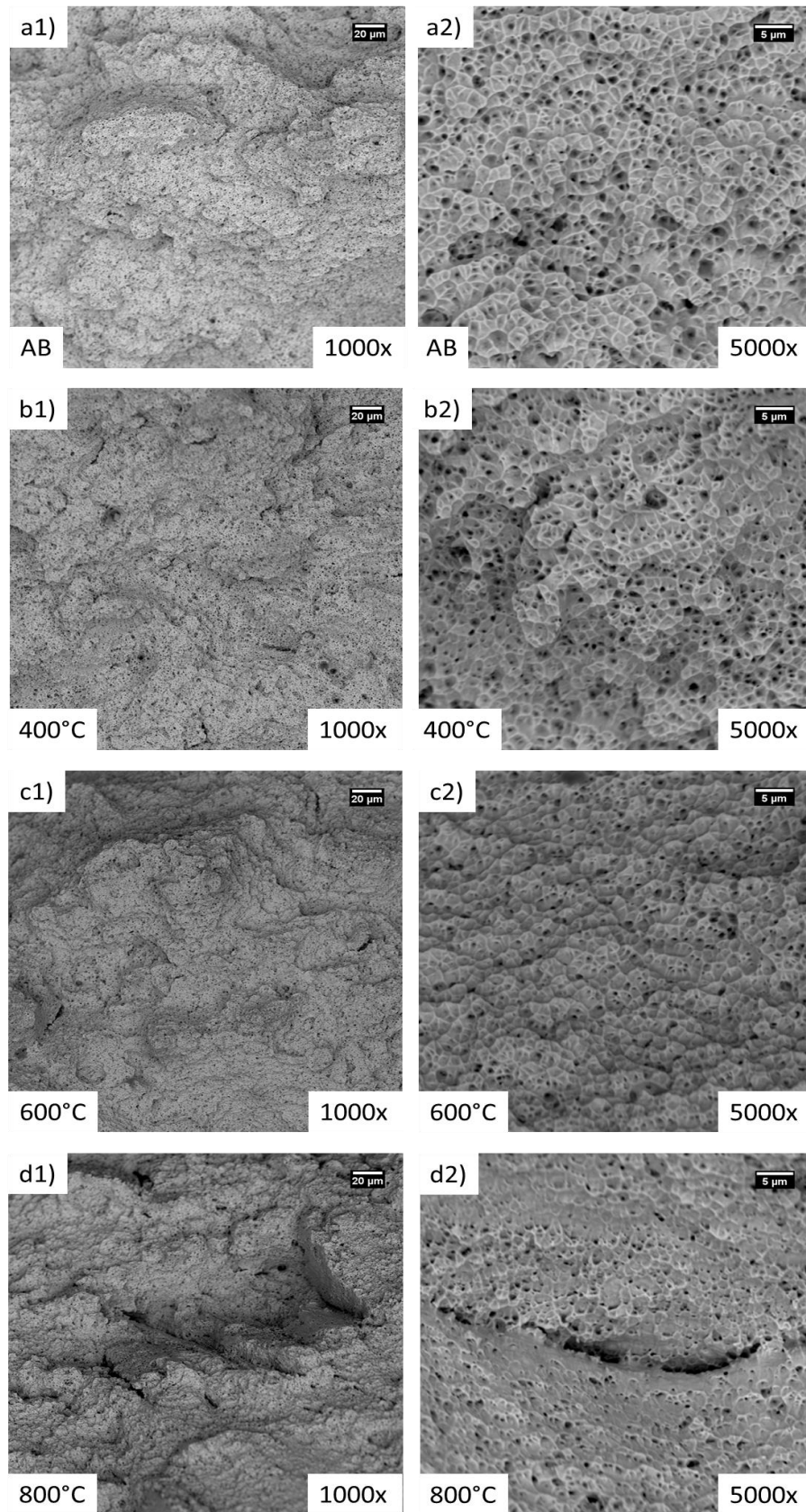


Figura 51: superfici di frattura a diversi ingrandimenti di campioni: a) As built, b) 400°C, c) 600°C, d) 800°C.

## 4 Conclusioni

Il lavoro di tesi è stato svolto con l'obiettivo di verificare le variazioni microstrutturali e meccaniche indotte da trattamenti termici eseguiti su campioni di acciaio AISI 316L prodotti tramite la tecnica di fabbricazione additiva denominata Direct Energy Deposition. Per fare ciò sono stati realizzati campioni con parametri costruttivi uguali e polvere di partenza nuova.

I campioni prodotti sono stati di due tipologie differenti:

- A forma cubica per eseguire prove di tipo metallografico e di microdurezza
- A forma di parallelepipedo per ottenere provini idonei alle prove di trazione.

In seguito alla fase di produzione dei campioni sono stati fatti tre trattamenti termici rispettivamente a 400°C, 600°C e 800°C e successivamente sono state eseguite analisi microstrutturali e meccaniche al fine di confrontare i risultati con i dati di riferimento relativi alla condizione As Built forniti dall'azienda e ottenuti durante la campagna prove.

Le prove metallografiche eseguite sui campioni sono state effettuate tramite:

- Stereomicroscopio
- Microscopio ottico
- Microscopio SEM dotato di sensore per EDS
- Microscopio FESEM
- Diffrazione XRD

In seguito alle analisi metallografiche è stato possibile verificare come all'aumentare della temperatura del trattamento termico la forma dei melt pool rimanga ben distinguibile sebbene la dimensione dei grani aumenti e si perda la loro direzionalità preferenziale. Questa modifica della microstruttura è da tenere in considerazione in fase progettuale poiché il trattamento termico permette una leggera riduzione dell'anisotropia del prodotto in DED rispetto allo stato As built. Si nota inoltre come la microstruttura inizi a modificare gradualmente, a seguito del trattamento a 600°C, la configurazione dendritica caratteristica dell'acciaio As built perdendola definitivamente a seguito del trattamento a 800°C.

Dal trattamento a 600°C, scendendo ad alti ingrandimenti risulta interessante vedere inoltre la formazione di ferrite delta ( $\delta$ ) a bordo grano. Questa fase posta a bordo grano potrebbe causare un infragilimento del materiale.

Per la caratterizzazione delle proprietà meccaniche sono state svolte prove di:

- Microdurezza Vickers
- Trazione
- Analisi superficie di frattura

In seguito a tali prove è stato possibile registrare una diminuzione dei valori di durezza all'aumentare della temperatura di trattamento registrando fino alla temperatura di 600°C un trend analogo caratterizzato da una decrescita lieve lungo la direzione di crescita dei campioni e una stabilizzazione del valore di durezza a seguito del trattamento a 800°C.

Andamenti analoghi risultano anche per i campioni sottoposti a trazione che vedono una sostanziale riduzione in termini di resistenza allo snervamento solo a seguito del trattamento a 800°C.

È possibile supporre che tali riduzioni in termini di proprietà meccaniche siano dovute all'effetto combinato di ingrossamento del grano, perdita di microstruttura dendritica e formazione di una fase fragile a bordo grano che funge da innesco di cricche come apparso dall'analisi delle superfici di frattura.

In seguito alle prove eseguite è possibile dire che l'esecuzione di un trattamento termico a 800°C è sensata qualora l'applicazione richieda un'omogeneità lungo la direzione di crescita e tollerare una riduzione della resistenza a snervamento; per quanto riguarda trattamenti a temperatura minore non si sono registrate variazioni significative rispetto alla condizione As built tali da giustificare l'impiego.

Un ulteriore obiettivo è stato quello di verificare se l'effetto del trattamento termico fosse analogo tra superficie e interno del campione; per valutare ciò, per ogni trattamento, si è preso in esame la microdurezza di una superficie precedentemente lavorata meccanicamente e poi trattata a confronto di una superficie interna al campione precedentemente trattato. È risultato evidente come non siano emerse differenze sostanziali nei valori e negli andamenti delle durezze lungo i campioni.

Questo risultato giustifica l'impiego di una prova di durezza in superficie come stima del comportamento interno del materiale, evitando una prova potenzialmente distruttiva in un componente finito.



## 5 Bibliografia

- [1] T. Rienth, «Additive manufacturing: Layer by layer», *MTU AEROREPORT*. [In linea]. Available at: <https://aeroreport.de/en/innovation/additive-manufacturing-layer-by-layer>. [Consultato: 24-giu-2019].
- [2] I. Stroud e P. C. Xirouchakis, «STL and extensions», *Adv. Eng. Softw.*, vol. 31, n. 2, pagg. 83–95, 2000.
- [3] «Chord Error». [In linea]. Available at: [https://www.artwork.com/polygon/gerber/chord\\_error.htm](https://www.artwork.com/polygon/gerber/chord_error.htm). [Consultato: 10-giu-2019].
- [4] L. Iuliano, «Introduzione all'AM per il corso Politecnico». slide corso Tecniche per la fabbricazione additiva, 2017.
- [5] «Siemens e Materialise integrano le tecnologie per la stampa 3D», *Il Progettista Industriale*, 19-apr-2017. .
- [6] S.-H. Huang, L.-C. Zhang, e M. Han, «An Effective Error-Tolerance Slicing Algorithm for STL Files», *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 20, n. 5, pagg. 363–367, 2002.
- [7] «La prototipazione rapida Rapid Prototyping». [In linea]. Available at: <https://www.meccanismocomplesso.org/rapid-prototyping/>. [Consultato: 10-giu-2019].
- [8] J. P. Kruth, «Material Incess Manufacturing by Rapid Prototyping Techniques», *CIRP Ann.*, vol. 40, n. 2, pagg. 603–614, 1991.
- [9] R. Huang *et al.*, «Energy and emissions saving potential of additive manufacturing: the case of lightweight aircraft components», *J. Clean. Prod.*, vol. 135, pagg. 1559–1570, 2016.
- [10] «Additive manufacturing: fusione laser selettiva a letto di polvere per componenti complessi», *Meccanica News*, 06-giu-2016. .
- [11] B. Ferrar, L. Mullen, E. Jones, R. Stamp, e C. J. Sutcliffe, «Gas flow effects on selective laser melting (SLM) manufacturing performance», *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 212, n. 2, pagg. 355–364, feb. 2012.
- [12] «Empa - Coating Competence Center - Selective Laser Melting (SLM)». [In linea]. Available at: <https://www.empa.ch/web/coating-competence-center/selective-laser-melting>. [Consultato: 24-giu-2019].
- [13] B. Vrancken, V. Cain, R. Knutsen, e J. Van Humbeeck, «Residual stress via the contour method in compact tension specimens produced via selective laser melting», *Scr. Mater.*, 2014.
- [14] «Selective Laser Melting - an overview | ScienceDirect Topics». [In linea]. Available at: <https://www.sciencedirect.com/topics/materials-science/selective-laser-melting>. [Consultato: 09-apr-2019].
- [15] Alexandra P., «The Complete Guide to Electron Beam Melting 3D Printing (EBM)», *3Dnatives*, 22-dic-2017. .
- [16] «Electron Beam Melting: What Is It? - Make Parts Fast». [In linea]. Available at: <https://www.makepartsfast.com/what-is-electron-beam-melting/>. [Consultato: 10-giu-2019].
- [17] «La tecnologia DED – Creative Metal 3D Printing». .
- [18] «Laser Cladding 3D, LC3D». [In linea]. Available at: </en/laser-cladding-3d-lc3d>. [Consultato: 24-giu-2019].

- [19] J. M. Wilson, C. Piya, Y. C. Shin, F. Zhao, e K. Ramani, «Remanufacturing of turbine blades by laser direct deposition with its energy and environmental impact analysis», *J. Clean. Prod.*, vol. 80, pagg. 170–178, ott. 2014.
- [20] «Acciaio», *Wikipedia*. 13-giu-2019.
- [21] M. Metallurgist, «Metallurgy for Dummies: Phase Diagram Fe3C», *Metallurgy for Dummies*, 26-ott-2009. .
- [22] «Effetto\_degli\_elementi\_di\_lega\_negli\_acciai.pdf». .
- [23] «Microstrutture parte 1.pdf». .
- [24] C. Fausto, «Gli acciai inossidabili: tipologie e caratteristiche. Inox convenzionali e di nuova generazione». [In linea]. Available at: <http://www.centroinox.it/sites/default/files/pubblicazioni/209A.pdf>. [Consultato: 11-giu-2019].
- [25] V. Roshchin e A. Roshchin, *Physics of the solid-phase oxidation and reduction of metals*, vol. 2015. 2015.
- [26] «acciai inossidabili- Movisid». .
- [27] R. Roberti, G. Cornacchia, e M. Faccoli, «Analisi della tenacità a frattura di un acciaio inossidabile bifasico in regime di transizione», gen. 2009.
- [28] V. Boneschi, «Gli acciai inossidabili ferritici», pag. 5, 2007.
- [29] T. Bell, «Characteristics of and Uses for Austenitic Stainless Steel», *The Balance*. [In linea]. Available at: <https://www.thebalance.com/metal-profile-austenitic-stainless-2340126>. [Consultato: 12-giu-2019].
- [30] J. Charles, «Duplex families and applications: a review Part 1: From Duplex Pioneers up to 1991», pag. 5.
- [31] J. M. Bastidas, C. L. Torres, E. Cano, e J. L. Polo, «Influence of molybdenum on passivation of polarised stainless steels in a chloride environment», *Corros. Sci.*, pag. 9, 2002.
- [32] G. A. Çelik, Ş. Polat, Ş. H. Atapek, e G. N. Haidemenopoulos, «Microstructural and Mechanical Characterization of Solidified Austenitic Stainless Steels», *Arch. Foundry Eng.*, vol. 17, n. 3, pagg. 163–167, set. 2017.
- [33] S. El-Hadad, W. Khalifa, e A. Nofal, «Surface modification of investment cast-316L implants: Microstructure effects», *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 48, pagg. 320–327, mar. 2015.
- [34] «progetto Nanocoat (pg 57/58)-Consorzio Innova FVG». .
- [35] T. di L. Crazone, «Caratterizzazione di campioni in acciaio AISI 316L prodotti tramite tecnologia Direct Energy Deposition», pag. 75.
- [36] F. Bartolomeu *et al.*, «316L stainless steel mechanical and tribological behavior—A comparison between selective laser melting, hot pressing and conventional casting», *Addit. Manuf.*, vol. 16, pagg. 81–89, ago. 2017.
- [37] S. Bhattacharya, G. P. Dinda, A. K. Dasgupta, e J. Mazumder, «Microstructural evolution of AISI 4340 steel during Direct Metal Deposition process», *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 528, n. 6, pagg. 2309–2318, mar. 2011.
- [38] P. Guo, B. Zou, C. Huang, e H. Gao, «Study on microstructure, mechanical properties and machinability of efficiently additive manufactured AISI 316L stainless steel by high-power direct laser deposition», *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 240, pagg. 12–22, feb. 2017.
- [39] F. Yan, W. Xiong, e E. J. Faierson, «Grain Structure Control of Additively Manufactured Metallic Materials», *Materials*, vol. 10, n. 11, pag. 1260, nov. 2017.

- [40] A. Yadollahi, N. Shamsaei, S. M. Thompson, e D. W. Seely, «Effects of process time interval and heat treatment on the mechanical and microstructural properties of direct laser deposited 316L stainless steel», *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 644, pagg. 171–183, set. 2015.
- [41] R. Casati, J. Lemke, e M. Vedani, «Microstructure and Fracture Behavior of 316L Austenitic Stainless Steel Produced by Selective Laser Melting», *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 32, n. 8, pagg. 738–744, ago. 2016.
- [42] (9th Edn) D. Benjamin, C.W. Kirkpatrick (Eds.), Vol. 3, ASM Int. Met. Park (1980), pp. 113-121, *Handbook, Properties and selection: stainless steels, tool materials and special-purpose metals, Met. Handbook*. .
- [43] S. User, «Trattamenti Termici». [In linea]. Available at: <https://www.fulgosi.com/index.php/it/supporto/trattamenti-termici>. [Consultato: 25-giu-2019].
- [44] L. T. Jurado, R. M. Arévalo Hernández, e E. Rocha-Rangel, «Sol-Gel Synthesis of Mullite Starting from Different Inorganic Precursors», *J. Powder Technol.*, vol. 2013, pag. 7, 2013.
- [45] «thermal process information book». .
- [46] M. L. M. Sistiaga, S. Nardone, C. Hautfenne, e J. V. Humbeeck, «Effect of Heat Treatment Of 316L Stainless Steel Produced by Selective Laser Melting (SLM)», pag. 8.
- [47] D. Singh e S. Dangwal, «Effects of process parameters on surface morphology of metal powders produced by free fall gas atomization», *J. Mater. Sci.*, vol. 41, n. 12, pagg. 3853–3860, giu. 2006.
- [48] «316LM scheda tecnica Cogne Acciai Speciali.pdf». .
- [49] P. Fino, «Slide Materiali per la fabbricazione additiva». anno accademico-2017.
- [50] «Forni tubolari e accessori», *Nabertherm produzione forni industriali*. [In linea]. Available at: [//www.nabertherm.it/produkte/details/it/labor\\_rohroefenzubehoer](http://www.nabertherm.it/produkte/details/it/labor_rohroefenzubehoer). [Consultato: 21-giu-2019].
- [51] «Mecatome T330 - PRESI - Métallographie - Machines pour analyse micrographique». [In linea]. Available at: <https://www.presi.com/en/cutting-machines/7-mecatome-t330.html>. [Consultato: 21-giu-2019].
- [52] T. | C. Studio, «PROVE METALLOGRAFICHE», *Quality Control SRL*. [In linea]. Available at: <http://www.qualitycontrolsrl.it/prove-metallografiche.html>. [Consultato: 21-giu-2019].
- [53] «Che cos'è il SEM? Spieghiamo la tecnologia del Microscopio elettronico a scansione | Microscopia Elettronica da banco». [In linea]. Available at: <http://www.microscopiaelettronicaadabanco.it/come-funziona-il-sem>. [Consultato: 21-giu-2019].
- [54] «What is the difference between SEM and FESEM?», *ResearchGate*. [In linea]. Available at: [https://www.researchgate.net/post/What\\_is\\_the\\_difference\\_between\\_SEM\\_and\\_FESEM](https://www.researchgate.net/post/What_is_the_difference_between_SEM_and_FESEM). [Consultato: 26-giu-2019].
- [55] «Politecnich of Turin - Carbon Group». [In linea]. Available at: [https://areeweb.polito.it/ricerca/carbongroup/fac\\_fesem.html](https://areeweb.polito.it/ricerca/carbongroup/fac_fesem.html). [Consultato: 21-giu-2019].
- [56] «Phenom XL | ALFATEST Materials science». [In linea]. Available at: <https://www.alfatest.it/prodotti/phenom-xl>. [Consultato: 26-giu-2019].
- [57] «Davighi International | Deformazione plastica dell'acciaio». [In linea]. Available at: <https://www.davighi-international.com/altro/la-durezza>. [Consultato: 24-giu-2019].
- [58] «Vickers Hardness Test - Leaving Certificate Engineering Notes». [In linea]. Available at: <https://sites.google.com/site/gobanengineeringnotes/materials-testing/hardness-testing/vickers-hardness-test>. [Consultato: 08-lug-2019].
- [59] ASTM International, «Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials Designation: E8/E8M – 16a». .
- [60] «Affinamento del grano», *Wikipedia*. 17-lug-2019.

[61] Mario Guagliano, «L'applicazione della diffrazione dei raggi X per l'analisi del cedimento dei componenti meccanici», Politecnico di Milano, Dipartimento di Meccanica, Via La Masa 34, 20156 Milano.

