

POLITECNICO DI TORINO

Collegio di Ingegneria Meccanica

Corso di Laurea Magistrale
in Ingegneria Meccanica

Tesi di Laurea Magistrale

Caratterizzazione di campioni in AlSi10Mg prodotti tramite
tecnologia Laser powder bed fusion



Relatore

Prof.ssa Lombardi Mariangela

Prof. Paolo Fino

Prof. Diego Manfredi

Dott. Enrico Virgillito

Candidato

BARBERO LUCA

Ottobre 2019

Sommario

1. INTRODUZIONE	8
2. FABBRICAZIONE ADDITIVA PER MATERIALI METALLICI	9
2.1 TECNICHE DI FABBRICAZIONE ADDITIVA PER MATERIALI METALLICI	9
2.1.1 Direct Energy Deposition	9
2.1.2 Electron Beam Melting	10
2.2.3 Laser Beam Melting o Selective Laser Melting.....	11
2.2 CARATTERISTICHE, PECULIARITÀ E DIFFUSIONE	14
2.3 AISi10Mg PRODOTTO TRAMITE LASER POWDER BED FUSION	17
2.3.1 Polveri.....	17
2.3.2 Microstruttura	18
2.3.3 Parametri di processo e strategia di scansione	23
2.3.4 Trattamenti termici	31
3. MATERIALI E METODI	36
3.1 PRODUZIONE	36
3.2 LUCIDATURA E ANALISI DELLA POROSITÀ TRAMITE IMMAGINI	37
3.3 CALCOLO DELLA DENSITA' CON METODO DI ARCHIMEDE	39
3.4 MACCHINA DI SELECTIVE LASER MELTING e PARAMETRI DI PROCESSO	41
3.4.1 Parametri di Processo Job 1	42
3.4.2 Parametri di Processo Job 2.....	43
3.5 ATTACCO ACIDO	44
3.6 SEM (Scanning Electron Microscopy) e FESEM (Field Emission Scanning Electron Microscopy)	45
3.7 PROVE DI MICRODUREZZA	46
3.8 PROVE DI NANODUREZZA	47
4 RISULTATI	49
4.1 DENSITÀ OTTENUTA CON ANALISI OTTICA DEL JOB 1	49
4.2 DENSITÀ OTTENUTA CON ANALISI DI ARCHIMEDE DEL JOB 1	56
4.3 CONFRONTO DENSITÀ CON ANALISI OTTICA E ANALISI DI ARCHIMEDE DEL JOB 1	59
4.4 DENSITÀ OTTENUTA CON ANALISI OTTICA DEL JOB 2	60
4.5 DENSITÀ OTTENUTA CON ANALISI DI ARCHIMEDE DEL JOB 2	70
4.6 CONFRONTO DENSITÀ CON ANALISI OTTICA E ANALISI DI ARCHIMEDE DEL JOB 2	75
4.7 ANALISI DI RIPETIBILITÀ PER I CAMIONI 1 E 9 DEL JOB 1	76
4.7.1 Analisi ottica	76
4.7.2 Analisi di Archimede	80

4.8	MISURE DI MICRO DUREZZA	83
4.9	MISURE DI NANODUREZZA	88
5	CONCLUSIONI	90
5.1	MICROSTRUTTURA	90
5.2	DENSITÀ JOB 1.....	95
5.3	DENSITÀ JOB 2.....	97
5.4	MICRO E NANODUREZZA	98
	BIBLIOGRAFIA	101

1. INTRODUZIONE

Il settore dell'Additive Manufacturing, negli ultimi anni, ha registrato un crescente interesse per tali tecnologie ed il loro utilizzo si è incrementato in modo considerevole. Ciò ha provocato un costante progredire del know how tecnologico nella realizzazione e nell'utilizzo di questa tecnica produttiva in numerosi campi applicativi. Le tecnologie che rientrano nell'universo della fabbricazione additiva sono molteplici ed il loro numero è in crescita. Si possono citare, a titolo di esempio, le tecniche a estrusione di filo polimerico come l'FDM (Fused Deposition Modeling) oppure a base di resina come l'SLA (Stereo Lithography), le cui versioni "ludiche", sono acquistabili a poco prezzo.

Parallelamente ai macchinari che processano polimeri ne sono stati sviluppati altri in grado di operare con i metalli come: l'EBM (Electron Beam Melting), l'SLM (Selective Laser Melting) oppure il DED (Direct Energy Deposition). Queste macchine di produzione, pur avendo costi più elevati di quelle a base polimerica, rispondono alle esigenze delle aziende manifatturiere in cui si realizzano manufatti ad elevato valore aggiunto.

Attualmente i metalli che le tecnologie additive processano sono: alcuni tipi di acciai (Inox e Maraging ad esempio), le leghe di titanio (TiAl64V) e alcune superleghe di nichel (Inconel 718). Oltre a questi materiali, in ambito automotive in particolare, è stata evidenziata la possibilità di impiegare alcune leghe di alluminio prodotte tramite tecnologie additive. In virtù di questo si è scelto di studiare l'AlSi10Mg, ovvero una lega comunemente utilizzata in questo tipo di settore.

La fabbricazione, mediante SLM, e le analisi effettuate sui campioni sono state svolte presso la sede di Torino e di Alessandria del Politecnico.

Nel primo capitolo viene presentata un'overview delle tecnologie di additive manufacturing per materiali metallici con attenzione maggiore per il processo di SLM. Basandosi sugli articoli presenti in letteratura, vengono descritti gli effetti della variazione dei parametri di processo nel determinare la densità dei componenti prodotti.

Nel secondo capitolo vengono descritti gli esperimenti messi in campo per la determinazione della densità dei campioni. Inoltre sono state condotte prove di durezza su alcuni campioni ed è anche stata osservata la microstruttura al FESEM.

Nel terzo capitolo vengono riportati i risultati ottenuti con le prove illustrate nel capitolo precedente, in particolare si osserverà l'influenza dei parametri di processo e delle strategie di scansione sulla densità dei campioni, e sulla durezza e microstruttura.

Nell'ultimo capitolo sono riportate le considerazioni finali sulle possibili motivazioni e spiegazioni di quello che si è osservato con gli esperimenti eseguiti.

Fondere in maniera corretta una sezione dopo l'altra permette di ottenere una parte densificata e quindi un componente fisicamente affidabile, ovvero che permetta di non incorrere in rotture premature, a causa della riduzione delle sezioni resistenti residue o per propagazione interna di cricca. Affinare il processo produttivo attraverso la ricerca di parametri di processo e strategie di scansione che permettano di ottenere componenti sufficientemente densi e analizzare come questi parametri mutino il comportamento del materiale in termini di durezza, tensione di snervamento, resistenza a fatica, etc, potrà contribuire a una sempre maggiore diffusione dei processi additive.

2. FABBRICAZIONE ADDITIVA PER MATERIALI METALLICI

Prima di addentarsi nello specifico a parlare dell'Additive Manufacturing (AM) per i metalli è opportuno fornire una definizione generale di tale tecnologia produttiva. Secondo la normativa ASTM F2792-10, l'AM è un processo basato sull'addizione di materiale al fine di creare un componente fisico, partendo dai dati del modello 3D, solitamente strato dopo strato. [1] Spesso, a causa delle loro peculiarità, le tecnologie additive vengono contrapposte alle tecnologie sottrattive (lavorazioni tradizionali di asportazione di truciolo), anche se possono essere utilizzate congiuntamente a tali processi al fine di ottenere componenti funzionali e compatibili con le eventuali richieste tecnologiche. [2] Tra le tecniche di AM, quelle in grado di processare materiali metallici rappresentano un campo in continua crescita ed espansione a causa di un grande interesse da parte del mondo delle industrie (EOS GmbH, GE Additive, etc...) e della ricerca. [2]

2.1 TECNICHE DI FABBRICAZIONE ADDITIVA PER MATERIALI METALLICI

2.1.1 Direct Energy Deposition

Nella tecnologia a deposizione diretta di polvere, o Direct Energy Deposition (DED) le polveri possono essere fatte defluire e depositate sul componente attraverso degli ugelli. Queste vengono fuse, grazie a una sorgente laser posta in prossimità, andando a costruire uno strato di materiale. Il sistema di ugelli e laser sono usualmente montati su una testa di deposizione. Tale testa è spesso parte di sistemi articolati, come bracci robotici, che ne permettono il movimento su più assi. Al fine di limitare gli effetti ossidativi sulla pozza fusa che si crea dall'incontro di laser e polveri, viene insufflato Argon o Elio. (Figura 1) [3]

Questa tecnologia è stata sviluppata ed è ancora oggi molto utilizzata per la riparazione o per il "coating" di parti rovinate o usurate. Infatti, depositando materiale lì dove manca, è possibile

ripristinare la geometria originale direttamente oppure depositando materiale in eccesso e poi lavorandolo per asportazione. [4]

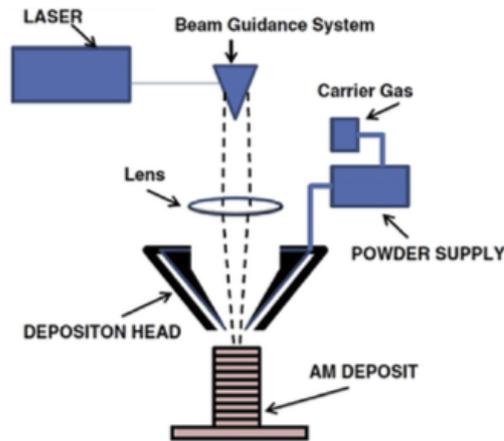


Figura 1-Schema direct energy deposition (DED) [3]

Date le sue peculiarità la tecnologia DED permette la costruzione di componenti di elevate dimensioni ($0,4 \text{ m}^3$) in tempi ridotti data la possibilità di depositare un'elevata quantità di materiale (spessori di layer da 0.04 mm fino a 1 mm e fino a 30 g/min). Tuttavia, non permette la realizzazione di superfici troppo a sbalzo poiché non è prevista la presenza di supporti e quindi la libertà di progettazione è limitata da tale aspetto. [3]

2.1.2 Electron Beam Melting (EBM)

L'EBM è una tecnica a letto di polvere (o Powder Bed Fusion, PBF) che utilizza un fascio elettronico per fondere e legare assieme le polveri che sono state depositate sul piano di lavoro. Il processo avviene sostanzialmente sottovuoto ($P < 10^{-2} \text{ Pa}$ nella camera, mentre attorno al cannone elettronico 10^{-5} Pa) e consiste nel depositare la polvere strato su strato e per ogni strato (layer) si passa a investire le polveri con un fascio elettronico (generato da un filamento di Tungsteno). Dopo ogni fusione la piattaforma di costruzione si sposta verso il basso di una distanza pari all'altezza del layer successivo e si deposita un nuovo strato di polvere metallica. (Figura 2) [1]

Prima della fusione, seguendo la geometria del componente, viene attuato un pre-riscaldamento dell'intero layer affinché la polvere venga pre-sinterizzata e non si disperda nella camera quando entra in contatto

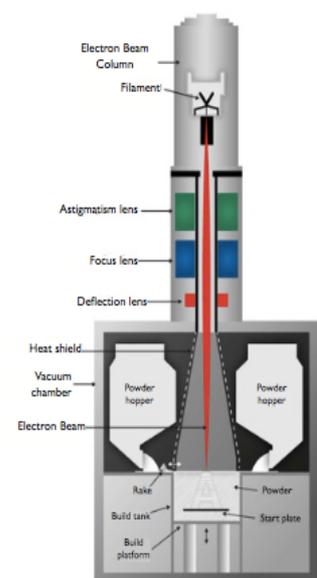


Figura 2-Schema Electron Beam Melting

[2]

con il fascio focalizzato in un punto. La deposizione dello strato di polvere (0.05 mm - 0.2 mm) avviene tramite un “recoater” che deposita uniformemente uno strato di polvere fornita da due appositi serbatoi. Questi sono situati accanto alla zona di costruzione in modo che facciano scendere la polvere per gravità e che quindi il “recoater” possa attingere la quantità di polvere necessaria per lo strato. [3] Le dimensioni tipiche del volume di lavoro sono intorno ai 200x200x350 mm (x,y,z) e su quest’area il fascio elettronico può essere focalizzato o defocalizzato da lenti magnetiche per attuare la fusione o solo la sinterizzazione. [3]

2.2.3 Laser Beam Melting o Selective Laser Melting

Il processo Selective Laser Melting (SLM) o Powder Laser Bed Fusion (LPBF) è una tecnologia a letto di polvere (PBF), in cui il componente viene costruito fondendo, tramite un laser in fibra di Itterbio (Yb) oppure un laser YAG, la polvere metallica precedentemente depositata. Il processo si articola come segue: viene depositata la polvere tramite un recoater; il laser fonde seguendo, grazie a una serie di lenti, la geometria CAD (derivante dal file .STL); la piattaforma di costruzione scende di uno strato pari al layer (0.02 mm - 0.1 mm) e viene depositata nuovamente della polvere, e così via fino al completamento del job. (Figura 3)

I volumi di lavoro di tali macchine non sono eccessivamente elevati: le più grandi presentano dimensioni non superiori a 800 mm x 400 mm x 500 mm (x,y,z). Nonostante questo, la libertà di progettazione grazie all’utilizzo di supporti rende la tecnica SLM una tecnologia sicuramente molto interessante dal punto di vista produttivo. La potenza installata non è eccessiva, infatti le potenze tipiche dei laser in fibra vanno dai 100W a 1kW con lunghezze d’onda vicine all’infrarosso, e spot del laser di diametro indicativo del decimo di millimetro. La camera di costruzione è riempita o di Azoto o di Argon (atmosfera protettiva) a seconda del materiale che si sta processando per evitare ossidazioni. [3]

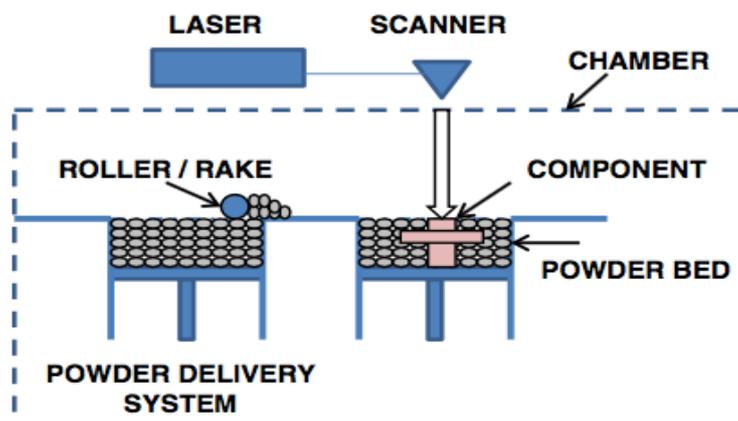


Figura 3-Schema SLM [5]

Tali informazioni hanno valenza generale, in quanto ogni costruttore ha implementato tecnologie (derivanti da brevetti) e parametri, al fine di migliorare il proprio prodotto. È quindi necessario compiere studi approfonditi sulle singole macchine andando ad analizzare i parametri di processo e le strategie adottate al fine di ottenere il risultato desiderato.

I principali parametri che influenzano il processo di SLM possono essere classificati in quattro famiglie, ovvero:

- Relativi al laser
- Relativi alla strategia di scansione
- Relativi alla polvere
- Relativi alla temperatura

Ognuna di queste classi può, a sua volta, essere scorporata in ulteriori parametri che la caratterizzano

- Relativi al laser
 - Potenza del laser
 - Dimensione dello spot del laser
 - Tipologia di laser
- Relativi alla strategia di scansione
 - Velocità di scansione
 - “Scan pattern” (strategia di riempimento della sezione)
 - Distanza tra due passaggi consecutivi (Hd)
- Relativi alla polvere
 - Dimensione delle polveri (distribuzione)
 - Forma delle polveri
 - Spessore del layer
 - Proprietà del materiale
- Relativi alla temperatura
 - Temperatura del letto di polveri
 - Uniformità di temperatura e gas di copertura

Andando a variare opportunamente alcuni di questi parametri e mantenendone altri costanti, normalmente vengono costruiti una serie di campioni con parametri fissati tramite DOE e con diverse combinazioni a seconda che si vogliano ottimizzare alcune proprietà, prima fra tutte la densità. [6] [7] I parametri più direttamente modificabili sono sicuramente quelli più strettamente legati alla macchina di produzione, ovvero: Spessore del layer, velocità di scansione, distanza tra due passaggi

consecutivi (H_d) e potenza del laser. Di notevole importanza è capire come viene eseguita la fusione di una sezione: si inizia a definire il contorno della sezione (contouring) ad una certa potenza del laser e velocità. [8]

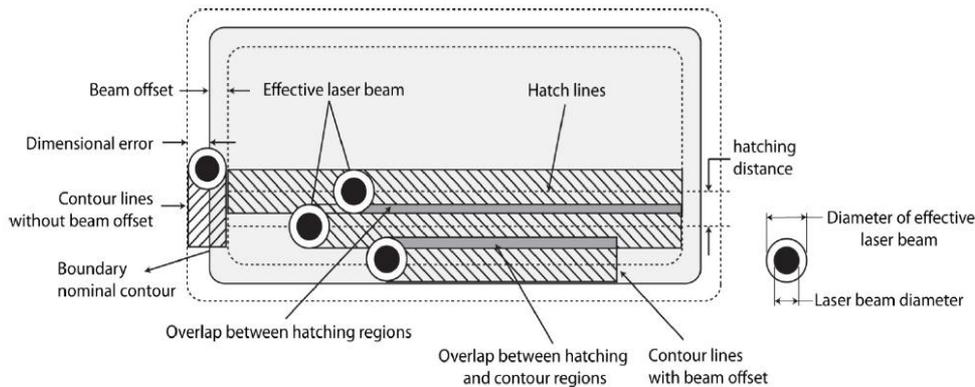


Figura 4-Schema della fusione di una sezione sul piano $x-y$, dove z è la direzione di crescita [8]

Il diametro della zona fusa ha larghezza maggiore dello spot del laser, infatti risulta necessario recuperare tale off-set e dunque il raggio laser deve essere spostato di una distanza pari al raggio effettivo, verso l'interno della sezione, in modo da seguire le geometrie imposte dal CAD, come mostrato in Figura 4. Questa compensazione viene comunemente detta "Beam Offset". Controllare tale parametro è fondamentale, infatti le polveri nella regione desiderata potrebbero: o non essere portate a fusione oppure subire una fusione eccessiva, nel caso in cui il valore del "Beam Offset" risulti minore o maggiore del valore corretto.

Una volta definito il contorno, si procede alla fusione della sezione interna scegliendo un percorso da imporre al raggio laser. In generale viene implementata una traiettoria rettilinea, ovvero la sezione viene fusa facendo seguire al laser linee spezzate. La distanza tra un passaggio e l'altro del laser può essere impostata a piacimento, tuttavia bisogna tener conto della necessità di avere un'area di sovrapposizione tra le passate al fine di creare un componente continuo al suo interno. (Figura 4) [8] Un altro parametro rilevante, come detto in precedenza, è lo spessore del layer, infatti bisogna tener conto della necessità di rifondere parte dello strato precedente al fine di garantire l'adesione tra layers successivi. (Figura 5) [7]

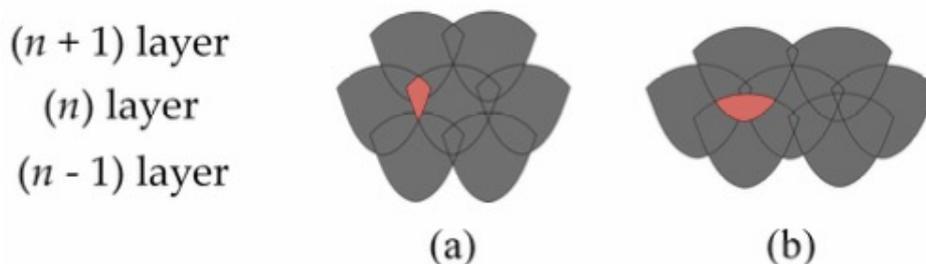


Figura 5-Sovrapposizione tra "melt pool" adiacenti (a); e tra i "melt pool" di un layer e del successivo (b) [7]

Per tenere conto dell'ultimo parametro (Potenza del laser) è sufficiente metterlo in relazione con gli altri, ovvero se si considera che per portare a fusione la polvere è necessaria una determinata energia su unità di volume è sufficiente implementare la seguente equazione:

$$VED = P / (v \times Hd \times Lt)$$

in cui:

- Potenza del laser (P[W]),
- velocità di scansione (v [mm/s]),
- distanza tra una passata e l'altra (Hd detta anche *hatching distance* [mm]),
- spesso del layer (Lt [mm]),
- densità di energia (VED) espresso in ([J/mm³]). [7]

2.2 CARATTERISTICHE, PECULIARITÀ E DIFFUSIONE

Dopo aver presentato le tecnologie produttive che sono state implementate per poter produrre i manufatti, è opportuno analizzare le motivazioni che hanno spinto allo sviluppo di queste tecnologie e i loro principali settori di utilizzo.

Alcune delle motivazioni dello sviluppo e dell'interesse per queste tecnologie si possono riscontrare nei vantaggi che esse offrono:

- Maggiore libertà di progettazione; questa tecnologia ha la peculiarità di avere vincoli di design meno stringenti rispetto alle tradizionali tecniche di formatura, come ad esempio la possibilità di ammettere sottosquadri e poter implementare geometrie *free-form*. Per tali tecnologie la complessità delle parti non rappresenta un limite poiché la realizzazione in macchina di geometrie complesse non presenta particolari difficoltà ("*Complexity for free*"). [2]
- Strutture leggere 3D di tipo trabecolare; tali strutture conferiscono buone proprietà meccaniche ed avendo un'elevata frazione di spazi vuoti al loro interno permettono di alleggerire il componente.
- Realizzazione di canali conformali progettati ad hoc per migliorare i processi di stampaggio; tali canali (in cui scorre il fluido refrigerante) sarebbero impossibili da realizzare con le tecnologie tradizionali, non in grado di seguire geometrie complesse come quelle richieste per stampi.
- Minore spreco di materiale; creando manufatti net-shape o near-net-shape le eventuali asportazioni di materiale durante il post processing sono ridotte solamente ad operazioni di finitura. La fabbricazione additiva inoltre permette di implementate tecniche di ottimizzazione topologica, cioè di progettare componenti in cui il materiale viene impiegato solo laddove è effettivamente necessario.

- Possibilità di ridurre le operazioni di assemblaggio e il numero di parti di un assieme; è possibile realizzare componenti già assemblati.
- L'attrezzaggio della macchina, ovvero l'insieme di elementi necessari alla lavorazione, è ridotto, infatti non si necessita di staffaggi, di utensili o di stampi.
- Customizzazione a "basso prezzo". È sufficiente modificare il design 3D del componente a seconda delle esigenze del cliente che, a questo punto, può generare direttamente il file .STL necessario per la messa in macchina della parte. Tale aspetto è di rilevante importanza, ad esempio, nei casi di protesi e impianti anatomici. [10]

Tali tecnologie tuttavia presentano anche alcuni inconvenienti:

- Necessità di supporti, cioè strutture atte a supportare il manufatto durante il processo di formatura anche se ciò non è indispensabile per tutte le tecnologie che processano metallo. Per l'Electron Beam Melting (EBM) e per la deposizione diretta, ad esempio, i supporti possono non essere inseriti, sono invece necessari per la fusione selettiva laser.
- Difficoltà per produzioni in serie. Tali tecnologie nascono per realizzare prototipi e dunque hanno intrinsecamente presente la caratteristica di essere discontinue e dunque poco adatte per la produzione di massa.
- Volumi ridotti, in particolare per le tecnologie a letto di polvere i volumi risultano contenuti, ovvero difficilmente si superano i $0,25 \text{ m}^3$.
- Possibile anisotropia causata dalla bassa adesione dei "layers" (strati successivi di lavorazione) perpendicolarmente al piano di costruzione.
- Limitata scelta di materiali con cui realizzare i componenti. [11]

Considerato quanto detto in precedenza si può intuire come le tecnologie AM possano trovare applicazione in innumerevoli settori come:

- **Aerospazio/Energia:** Vengono realizzati componenti di ridotta dimensione e di complessità geometrica elevata come combustori, ugelli e palette per turbine. In particolar modo l'utilizzo di tale tecnologia è incentivato dalla riduzione di peso proveniente da una migliore risposta del materiale a parità di sollecitazione di un componente prodotto tramite AM rispetto a uno prodotto con tecnologie tradizionali. Inoltre l'utilizzo di materiali alto prestazionali, processabili solo con tecniche additive per particolari geometrie, ha incentivato la diffusione delle tecnologie AM in questi settori. L'AM in questi settori è anche molto utilizzato per la riparazione di componenti danneggiati o usurati, in particolare palette di giranti. La tecnica a deposizione diretta laser permette infatti di intervenire su "features" già presenti e di ripristinarne la forma e funzione iniziale. (Figura 6) [12]



Figura 6- Ricostruzione di una paletta [2] / Combustore [11] / Paletta con canali conformali per la refrigerazione [11]

- Automotive: Nell'ambito dei 'motorsports' (MotoGP e F1) sono stati riportati diversi esempi dell'utilizzo di tali tecnologie. Al fine di ridurre i pesi e aumentare le performances complessive dei veicoli, sono stati riprogettati alcuni componenti, soprattutto parti di piccole/medie dimensioni come: sospensioni, manicotti di scarico, blocco motore e pompe per l'acqua. Questi ultimi possono avere caratteristiche meccaniche comparabili se non migliori di quelle ottenute per tecniche di formatura tradizionali. (Figura 7) [12]

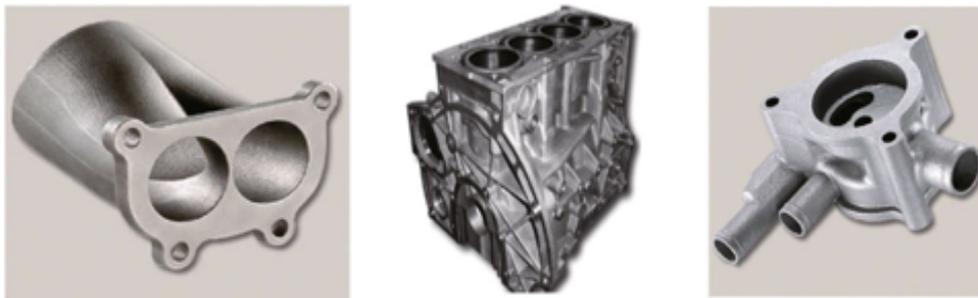


Figura 7- Manicotto di Scarico [12] / Blocco motore [12] / Pompa dell'olio[12]

- Biomedicale: In particolare le tecnologie di AM vengono utilizzate per la realizzazione di impianti ortopedici e dentali. Le protesi possono essere create su misura per ogni paziente e possono assumere geometrie molto complesse per integrarsi al meglio con i tessuti circostanti. Inoltre presentando rugosità superficiali elevate, viene facilitata la osteointegrazione che porta a una riduzione dei tempi di riabilitazione del paziente. In particolare, tramite la tecnologia EBM sono state realizzate coppette acetabolari e protesi dentarie in TiAl64V. (Figura 8) [12]



Figura 8-Protesi dentale [12] /Coppette acetabolari per protesi d'anca [12] /Protesi odontotecnica [12]

2.3 AlSi10Mg PRODOTTO TRAMITE LASER POWDER BED FUSION

Le polveri idonee per AM con composizione della lega AlSi10Mg sono commercialmente note con differenti nomenclature a seconda del distributore o produttore da cui ci si rifornisce (ad esempio “CL31” per Concept Laser oppure “EOS Aluminium AlSi10Mg” per EOS). La lega AlSi10Mg è stata da subito considerata una possibile lega processabile con tecnologia di Selective Laser Melting poiché presenta una composizione chimica prossima all'eutettico, e quindi un intervallo di solidificazione contenuto. Inoltre, essendo una lega da colata, data la presenza del Si, presenta una buona fluidità e un ridotto coefficiente di dilatazione termica in fase di solidificazione. [11]

2.3.1 Polveri

Nel processo di Selective Laser Melting il materiale di partenza è rappresentato da polveri metalliche; come accennato in precedenza, le proprietà del prodotto finito sono funzione delle caratteristiche della materia prima. In particolare i parametri che più influenzano il processo a livello di polveri sono: la loro forma, la loro dimensione, la distribuzione granulometrica, la composizione chimica, la temperatura di fusione e l'assorbanza. Le polveri in questione, solitamente prodotte tramite gas atomizzazione, devono essere il più sferiche possibile in modo tale da poter scorrere sospinte dalla racla senza difficoltà. Tale proprietà detta “flowability”, associata a un elevato grado di compattezza del letto di polveri, è in grado di creare parti dense, una volta fuse le particelle. [7]

Per ottenere un letto di polveri compatto bisogna osservare la distribuzione granulometrica delle particelle. In genere si possono avere particelle di dimensioni tra gli 0.5 e i 50 μm come mostrato in Figura 9; ciò è auspicabile, in quanto un'ampia distribuzione granulometrica fa sì che le particelle più piccole vadano ad occupare gli spazi vuoti tra le particelle più grandi. Tuttavia la presenza di una grande quantità di particelle molto piccole provoca un effetto contrario: infatti esse vanno a formare degli agglomerati attorno a particelle più grandi con dimensioni maggiori di 80 μm , ovvero maggiori dell'altezza standard di un layer, portando a una disomogeneità dello stesso. [13]

Se invece, al posto di utilizzare polveri sferiche, si utilizzano polveri irregolari, esse causano peggiori prestazioni. Per questo motivo si cerca di produrre polveri tramite gas atomizzazione che, rispetto ai metodi meccanici, garantisce maggiore sfericità. [7]

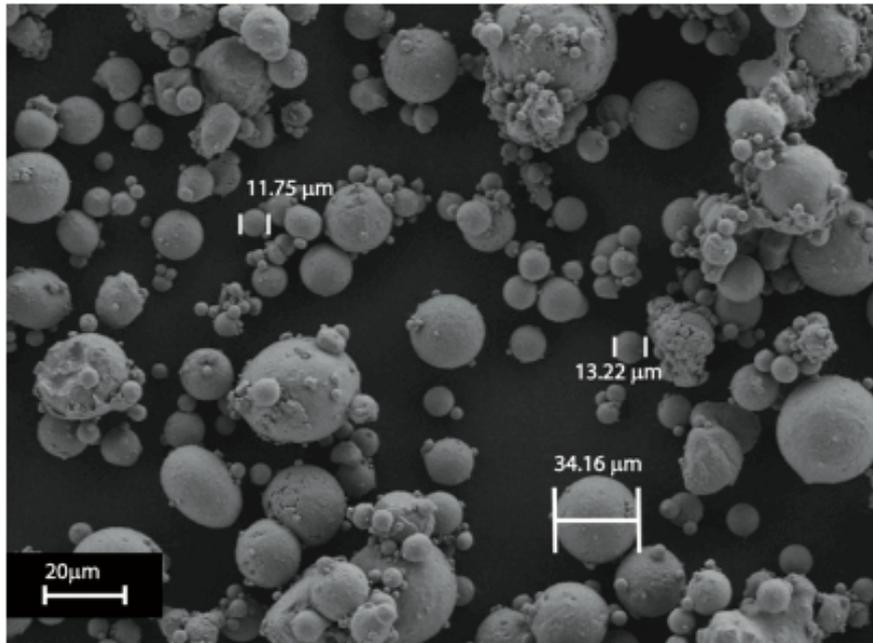


Figura 9-Polveri di Alluminio prodotte tramite gas atomizzazione [13]

Un altro elemento importante è la composizione chimica delle polveri: esse spesso presentano una discreta presenza di contaminanti che possono essere film di ossidi sulle superfici, oppure gas assorbiti al loro interno (porosità interne alle polveri) formatesi nel corso del processo di produzione per gas atomizzazione.

Durante tale processo il gas utilizzato per raffreddare ed accelerare il flusso di metallo fuso può rimanere intrappolato nella goccia di materiale e permanervi durante la solidificazione. Tali contaminanti non solo riducono la possibilità di ottenere un componente consolidato correttamente ma ne vanno anche a inficiare le caratteristiche di resistenza meccanica. [7] [14]

2.3.2 Microstruttura

Nel tradizionale processo di colata, la soluzione solida di Alluminio e Silicio, durante la solidificazione (nelle condizioni di equilibrio) tende a formare una struttura continua di Al e Si di composizione eutettica a lamelle grigie e bianche, come mostrato in Figura 10, ma con la presenza di α -Al primario che appare bianco in Figura 10.

Nel processo di SLM, invece, in cui la solidificazione risulta molto più rapida, si può osservare la presenza di strutture dendritico-cellulari di α -Al primario e negli spazi tra di esse la presenza di Al e Si eutettico molto finemente disperso (di dimensione attorno ai 200 nm). [8]

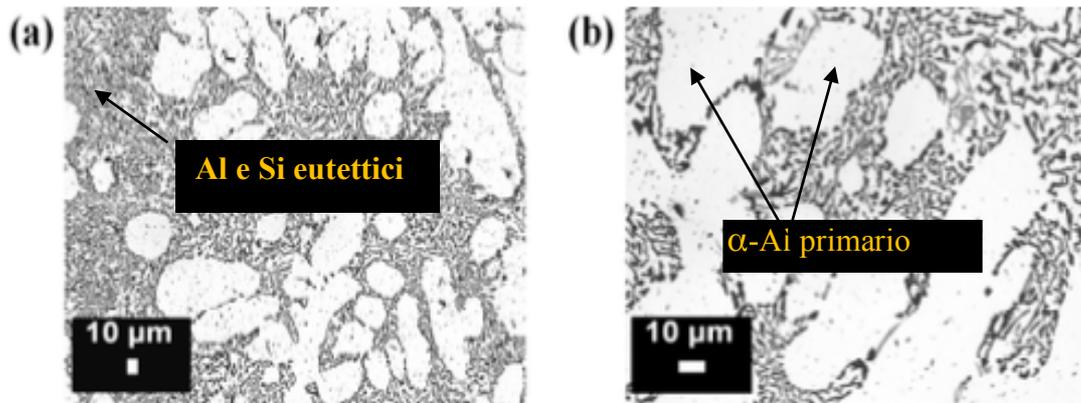


Figura 10-Fasi presenti in un getto di colata di AlSi10Mg [8]

L'alluminio primario dei materiali processati tramite SLM è di dimensioni molto più ridotte (500–1000 nm) rispetto a quello ottenuto per colata. [7] Rispetto alla configurazione da casting si possono osservare le tracce dei pozzetti di fusione causati dal laser sia che si osservi una sezione perpendicolare alla direzione di crescita sia che si osservi una sezione parallela a tale direzione, come evidenziato in Figura 11. [8]

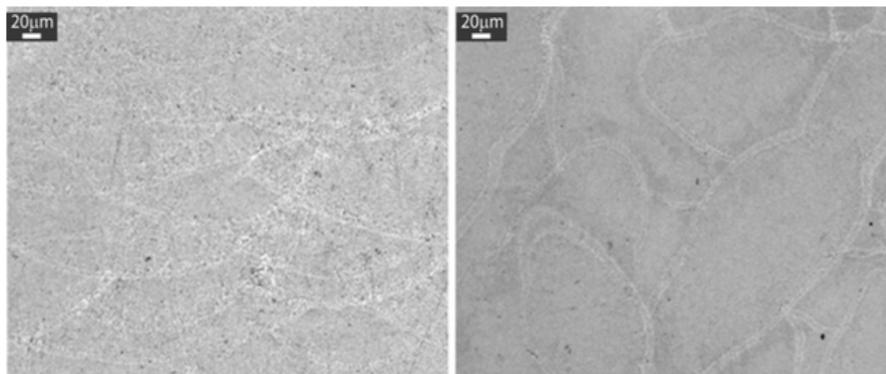


Figura 11-A sinistra una sezione x-z dove z è l'asse di crescita, a destra una sezione x - y , perpendicolare al piano di crescita .
(Strategia EOS, con rotazione di 67° tra i "layers") [8]

Osservando i campioni al FESEM si può notare la finissima struttura di cui accennato in precedenza, infatti l'osservazione a un così elevato ingrandimento permette di notare le differenti dimensioni della fase α -Al e la maggiore o minore quantità di Silicio eutettico disposto attorno ad essa. La presenza di questa configurazione è avvalorata dalla mappa a raggi X in Figura 14, dove si possono notare le zone dendritico-cellulari di Alluminio in blu e le zone più ricche di Silicio eutettico ai loro bordi. [8] Nel compiere tali analisi (raggi X) alcuni studi hanno evidenziato come si possono riscontrare dei precipitati (Mg_2Si) situati sui bordi di α -Al. [15]

Osservando le zone ricche di Silicio eutettico sui bordi di α -Al si può notare una tipica distribuzione dendritica alternata di α -Al e Si eutettico tipica della fase eutettica, come mostrato in Figura 12. [15]

Secondo altri studi tali zone presentano una struttura a grani finissima (5 nm) di Si, intervallati da α -Al, di composizione eutettica, come mostrato in Figura 13. [15]

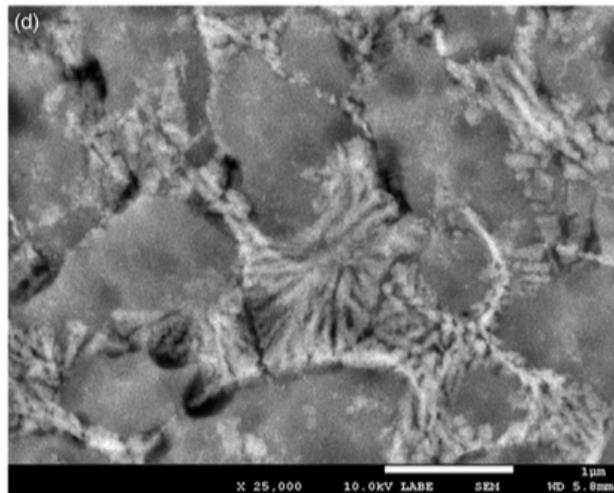


Figura 12-Al e Si eutettico in forma dendritica [15]

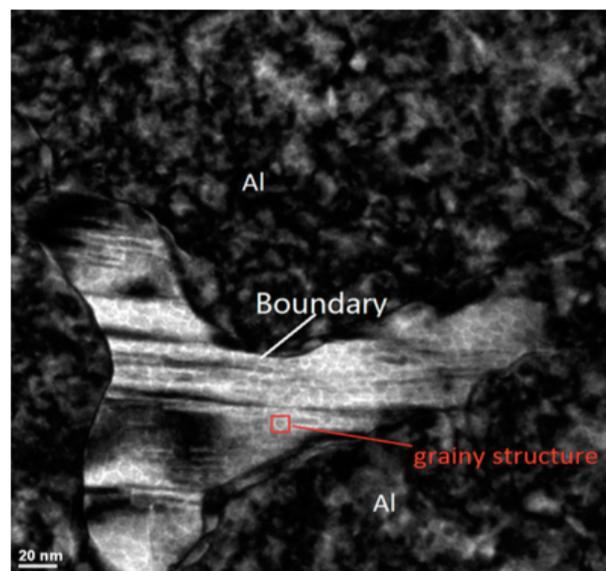


Figura 13-Struttura di silicio eutettico sul bordo di α alluminio (TEM) [5]

Nell'immagine rappresentata in Figura 15 si possono notare 3 zone principali: la zona n°1 è l'area del "melt pool" più interna in cui la solidificazione è stata rapidissima e ha portato alla creazione di zone dendritico-cellulari molto fini, tale zona non ha subito successivi riscaldamenti derivanti dai "melt pool" adiacenti; le zone n°2 e n°3 come si può notare nella Figura 15 sono state affette da riscaldamenti successivi, infatti prendono il nome di "zone termicamente alterate" in cui si può notare una maggiore frammentarietà della fase eutettica e micro-pori [16]; la zona n°4 presenta strutture dendritico-cellulari più grandi dovute al minore gradiente termico. Questa configurazione è dovuta essenzialmente all'elevata velocità di raffreddamento nel "melt pool" che determina strutture molto fini al suo interno mentre, allontanandosi da esso, le strutture risultano più grandi.

Tale struttura, caratterizzata da celle cubiche a facce centrate dell'alluminio associata alla configurazione del silicio avente struttura simile a quella del diamante rende molto duro il materiale fino a 127 HV. In particolare si può notare che la durezza varia all'interno del "melt pool" a seconda della zona in cui si esegue la prova, più si è vicini al centro del "melt pool" più le particelle di silicio sono distribuite finemente e quindi presentano durezza complessiva maggiore, invece, più ci si allontana più il valore decresce. [7] [17] [18]

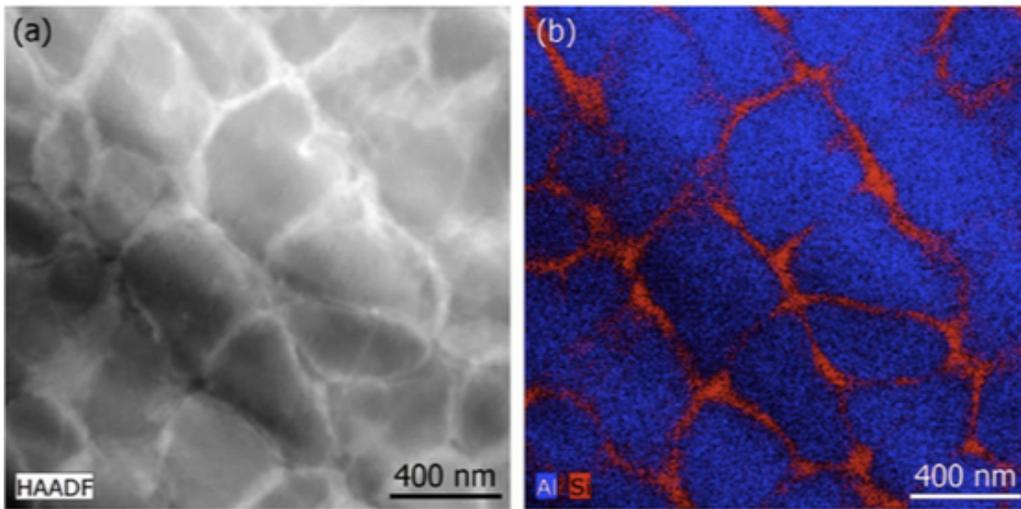


Figura 14- a) Ingrandimento delle fasi di Alluminio e silicio eutettico -b) mappa a raggi X [8]

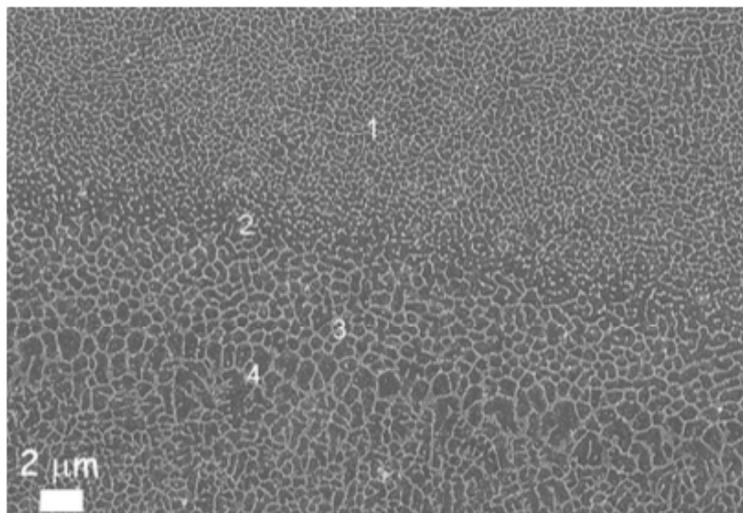


Figura 15-Immagine FESEM del piano x-y perpendicolare alla direzione di costruzione [7]

I parametri che regolano la solidificazione sono principalmente due: G (gradiente termico) e R (velocità di solidificazione). Il gradiente termico (G) è definito come la diminuzione di temperatura lungo una direzione (x) dT/dx , invece la velocità di solidificazione (R) dipende dalla strategia adottata per fondere il materiale, in particolare esso è il prodotto tra il coseno dell'angolo di scansione e la velocità di scansione. Il prodotto di questi due fattori, G ed R, prende il nome di velocità di

raffreddamento ed esso determina la finezza delle fasi. G ed R sono entrambi massimi al centro del melt pool e gradualmente diminuiscono allontanandosi da esso. Tale considerazione trova riscontro anche in quanto detto prima, infatti si può notare come la zona centrale del melt pool presenti zone dendritico-cellulari molto fini a differenza delle zone che si trovano sul bordo in cui se ne riscontrano di più grandi.

La configurazione delle celle di α -Al varia a seconda del piano in cui si osserva: ad esempio sul piano x-y (dove z è la direzione di crescita) le strutture sono equiassiali, mentre sul piano z-y o z-x possono essere riscontrate microstrutture allungate nella direzione di crescita come mostrato in Figura 16. Esse possono essere identificate come due sezioni perpendicolari di un'identica struttura tridimensionale, infatti rappresentano la sezione longitudinale e quella trasversale della fase α -Al. [19]

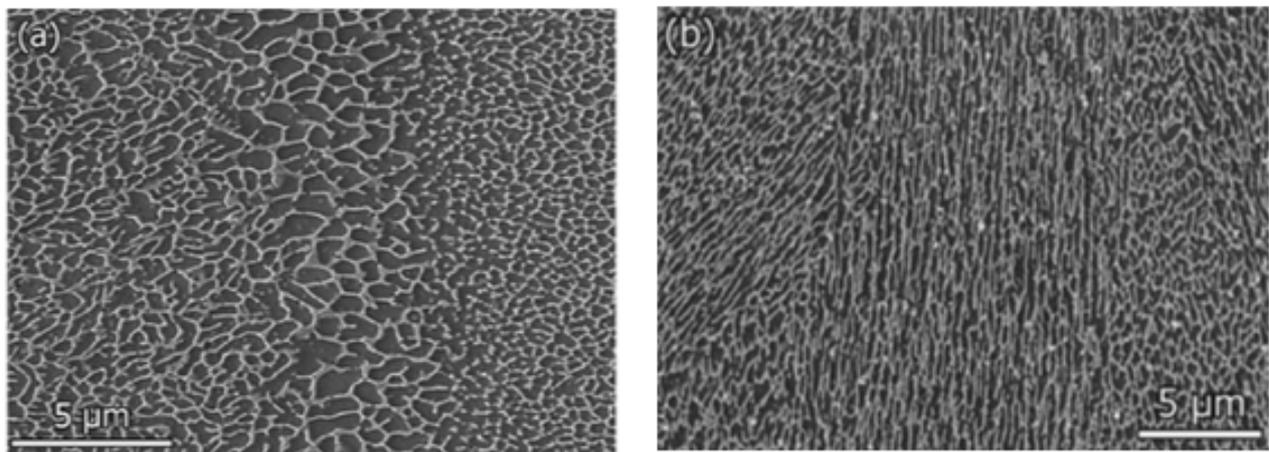


Figura 16- a) Sezione x-y perpendicolare alla direzione di costruzione [19] –b) Sezione x-z parallela al alla direzione di costruzione [19]

La microstruttura dei componenti in AlSi10Mg prodotti tramite SLM è generalmente molto fine con dimensioni del grano attorno ai 10 μm in sezioni perpendicolari al piano di crescita (Figura 17). L'orientazione e la forma dei grani tuttavia varia a seconda della strategia di scansione che si utilizza. Infatti, variando strategia utilizzata varia il gradiente termico e questo provoca differenti orientazioni e la maggiore o minore crescita dei grani.

Essi crescono perpendicolarmente al bordo del melt pool lungo la direzione di costruzione assumendo una forma più equiassiale e dimensioni ridotte più ci si avvicina al centro del melt pool. Tale configurazione si riscontra, ad esempio, quando non viene variato tra un layer e l'altro l'angolo di scansione. [20]

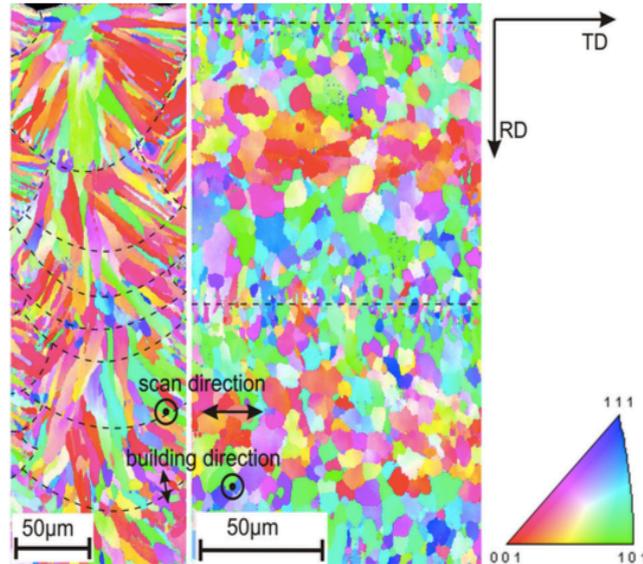


Figura 17-EBSD, orientazione dei grani e forma [20]

2.3.3 Parametri di processo e strategia di scansione

Un aspetto fondamentale che viene influenzato dai parametri di processo e dalla strategia di scansione è il consolidamento del componente. Data la notevole complessità del processo per evitare la creazione di porosità e difetti interni sono stati eseguiti studi e analisi approfondite, volti a trovare la giusta combinazione di parametri e di strategie di scansione. Si è notato che la potenza del laser, la velocità e la distanza di scansione tra tracce consecutive influenzano la densità del componente realizzato. A parità di distanza tra le tracce di scansione (H_d), la densità del pezzo decresce: quando diminuisce la potenza del laser oppure se aumenta la velocità del laser. Solitamente i parametri di velocità di scansione possono variare tra a 200-1600 mm/s, associati a potenze dai 170 ai 200W con H_d pari a 0.1 mm e layer thickness (L_t) di 0.03 mm per avere densità superiori al 90 %.[21] Velocità eccessivamente elevate o potenze troppo basse non rendono possibile il passaggio di fase per creare liquido, provocando dunque la mancata fusione dello strato. [22]

Essendo molteplici i parametri che possono essere variati, sono stati condotti studi escludendo dal calcolo della densità di energia per unità di volume (VED) il parametro dello spessore del layer, ottenendo la densità di energia per unità di area. Vengono dunque variati gli altri tre parametri come di seguito riportato; l'esclusione dello spessore del layer può essere motivato dal fatto che per molti costruttori di macchinari il parametro del "layer thickness" viene mantenuto fisso. [23]

$$VED = P / (v \times H_d)$$

densità di energia per unità di area espresso in (J/mm^2)

Seguendo tale logica alcuni studi mostrano che aumentando la distanza tra le tracce di scansione (H_d) si nota un aumento della porosità, come mostrato in Figura 18, in quanto cresce il gap tra una passata e l'altra. Queste porosità si formano per la ridotta sovrapposizione tra le tracce di scansione e più la spaziatura aumenta più si creano degli spazi vuoti rendendo meno denso il campione. Questo effetto è maggiormente accentuato quando la strategia di scansione è unidirezionale, come si può notare in Figura 18 colonna a destra, viceversa è possibile osservare come l'effetto si riduca modificando la scan strategy; come evidenziato nelle immagini della colonna di sinistra, in cui è stata adottata la strategia standard EOS con layers ruotati di 67° tra il precedente e il successivo. (Figura 18) [23]

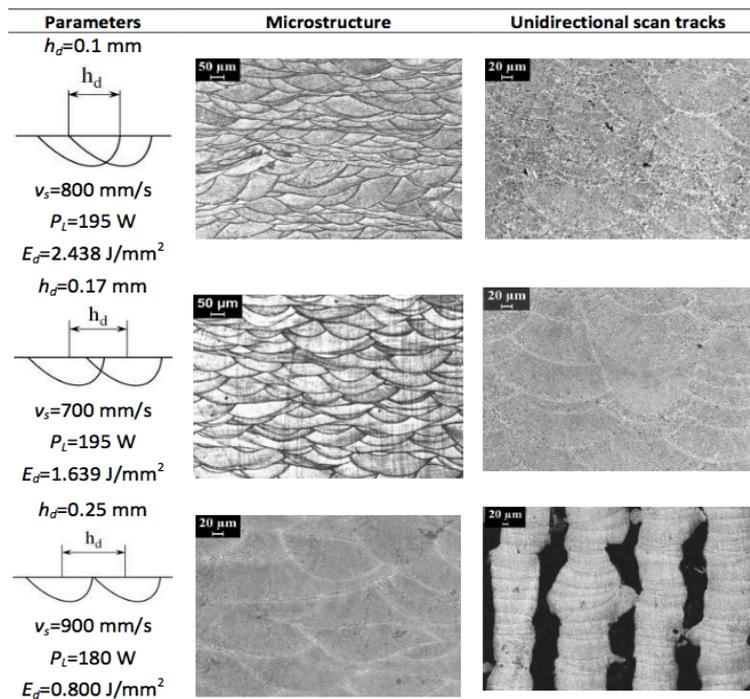


Figura 18-Confronto tra parametri di processo [23]

Sempre osservando la Figura 18 ci si accorge che se si aumenta la velocità di scansione, al fine di mantenere la stessa densità di energia, è possibile diminuire l'hatching distance (H_d), ciò nonostante far decrescere eccessivamente l' H_d potrebbe portare a un accumulo eccessivo di energia con conseguente instabilità del "melt pool". Nell'articolo di Krishnan et al. è stato mostrato come la distanza tra due tracce consecutive influisca molto sulle porosità: in particolare quando si aumenta la velocità di scansione è opportuno ridurre l' H_d al fine di ottenere una densità elevata, ed è stato verificato che sono sufficienti un $H_d=0.17$ e una potenza di 195W con una velocità di scansione di 700mm/s per raggiungono densità superiori al 99% se si opera con una macchina EOS M270 con polveri EOS. [23]

Sono stati condotti ulteriori studi volti ad indagare l'influenza dell' H_d sulla densificazione del materiale ed è stato mostrato che un buon compromesso tra densità e tempi di lavorazione può essere raggiunto applicando una spaziatura tra le tracce compresa tra 0.05 mm e 0.1 mm, con una potenza di 100 W e una velocità di 500 mm/s ottenendo una densità del 98%, come mostrato in Figura 19. [6]

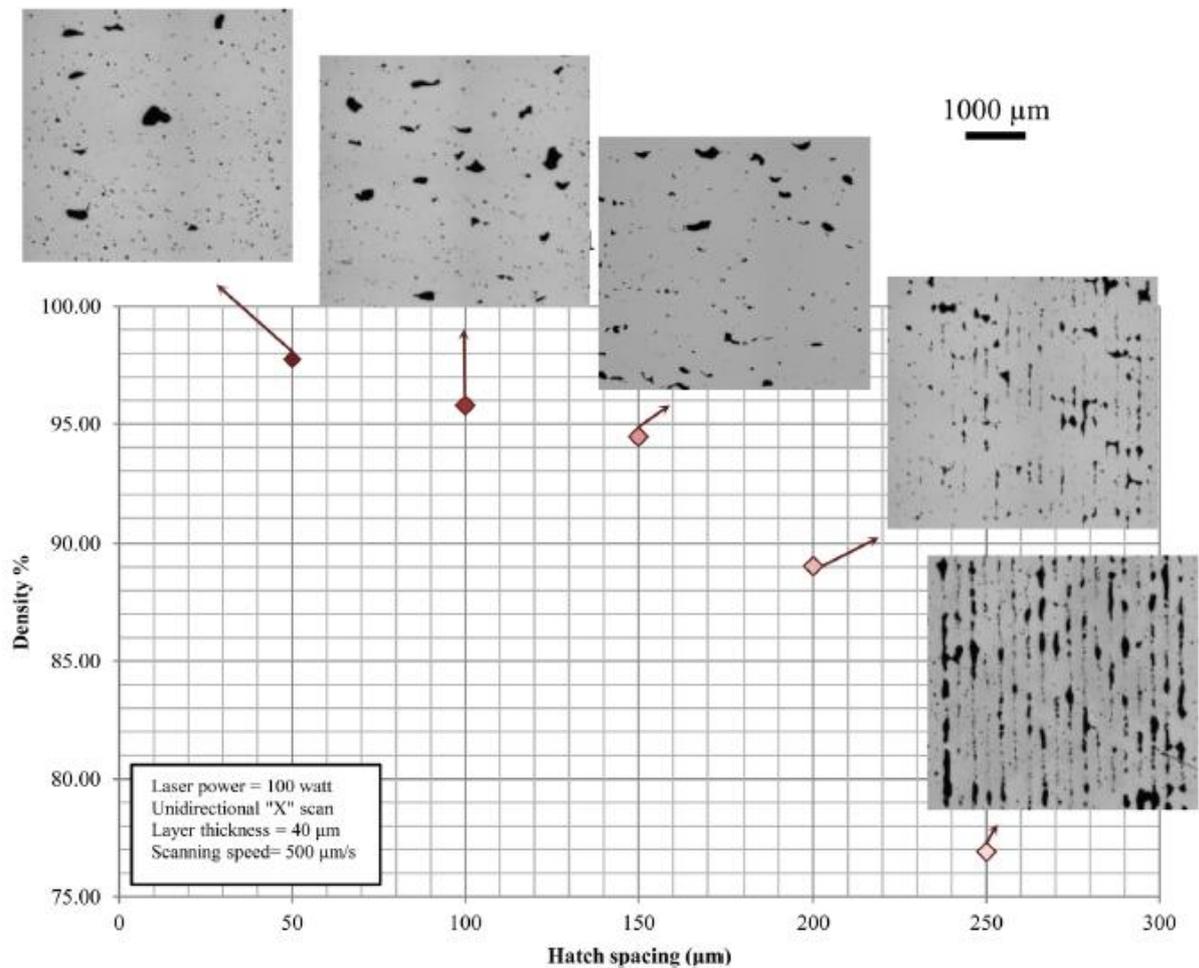


Figura 19-Influenza dell'Hd, sulla densità in campioni realizzati con scansione unidirezionale [6]

Nonostante la costruzione con distanze tra le tracce di scansione elevate possa rappresentare un mezzo per un'accelerazione del processo, al fine di garantire una sovrapposizione ottimale sia tra layers adiacenti che all'interno dei layer stessi, bisogna considerare la necessità di utilizzare layers di spessore inferiore. In funzione di quanto detto precedentemente, il componente per presentare una corretta densificazione, deve essere suddiviso in un numero maggiore di strati e ciò comporta un conseguente incremento dei tempi di produzione.

Sono state condotte varie ricerche mantenendo l'Hd e la potenza del laser costanti e variando la velocità di scansione, come mostrato in Figura 20. I risultati ottenuti hanno soddisfatto le aspettative, infatti si è osservato come con una velocità elevata di scansione si ottengano campioni con porosità maggiore, poiché in questo modo diminuisce l'energia per unità di superficie o di volume (se si considera anche il layer thickness). [6]

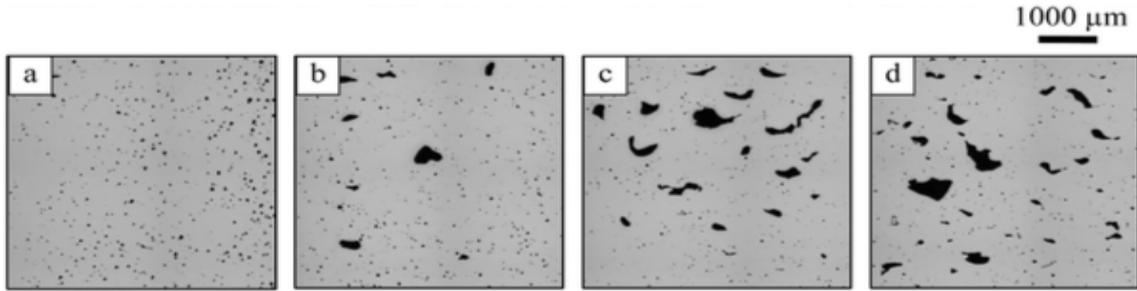


Figura 20-Strategia unidirezionale, influenza della velocità a) 250 mm/s, b)500 mm/s c)750 mm/s d)1000 mm/s [6]

In Figura 20 si sono mantenuti costanti sia l'Hd (pari a 0,1 mm), che la potenza del laser (pari a 100 W) ed è stata variata la velocità: si può notare come i difetti (porosità) mutino al variare di quest'ultimo parametro. A basse velocità la maggior parte dei pori sono dovuti all'idrogeno, questi hanno dimensioni molto ridotte (meno di 100 μm) e forma sferica e prendono il nome di pori metallurgici. Ad alte velocità, invece, è stata riscontrata la presenza di pori di più cospicue dimensioni e forma irregolare ("keyhole pores"), contenenti talvolta polveri non fuse (Figura 21). La causa della presenza di questi pori è principalmente dovuta a parametri di processo non adeguati per una corretta fusione e solidificazione. [6]

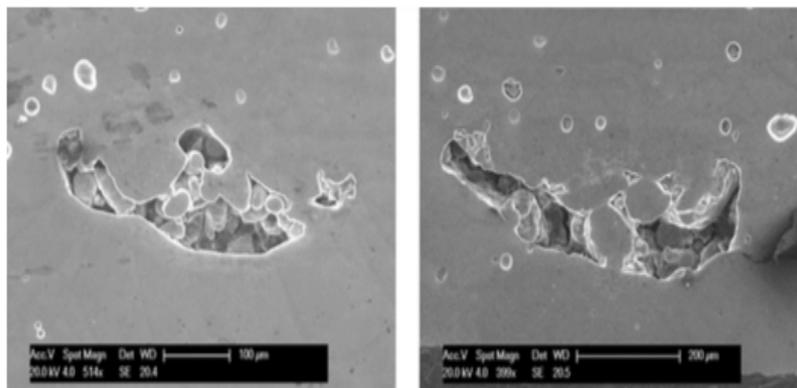


Figura 21-“Keyhole pores” contenenti polvere non fusa [6]

Sono stati condotti anche altri studi in cui insieme alla velocità di scansione è stata variata anche la potenza del laser, mantenendo costante l' Hd : da tali esperimenti si evince come sia possibile ottenere una buona finestra di processabilità (con densità maggiori del 99%) per potenze prossime ai 200W e 1400mm/s di velocità e con un Hd=0.105 mm, come riportato in Figura 22. [21]

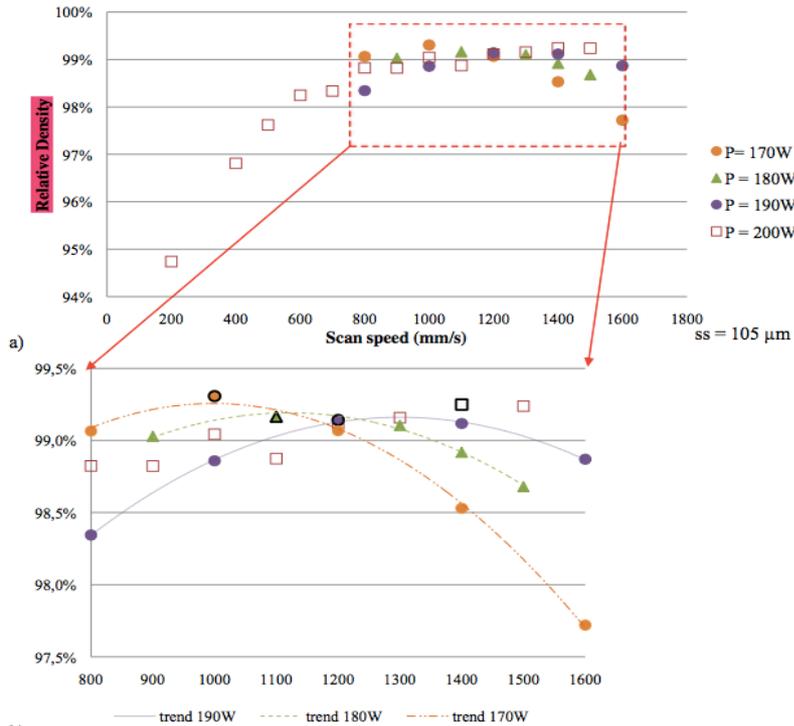


Figura 22-Finestra di processabilità [21]

I valori di densità che sono più prossimi a quella ideale pari a $2,68 \text{ g/cm}^3$ si hanno per VED attorno ai 60 J/mm^3 [7] (Figura 23). Si può, inoltre, notare che a densità di energie più alte, complessivamente la porosità aumenti poiché, cedendo troppa energia al materiale si tende a rendere instabile il melt pool creando un eccesso di fase liquida e la vaporizzazione del materiale, con una conseguente non corretta solidificazione. [7]

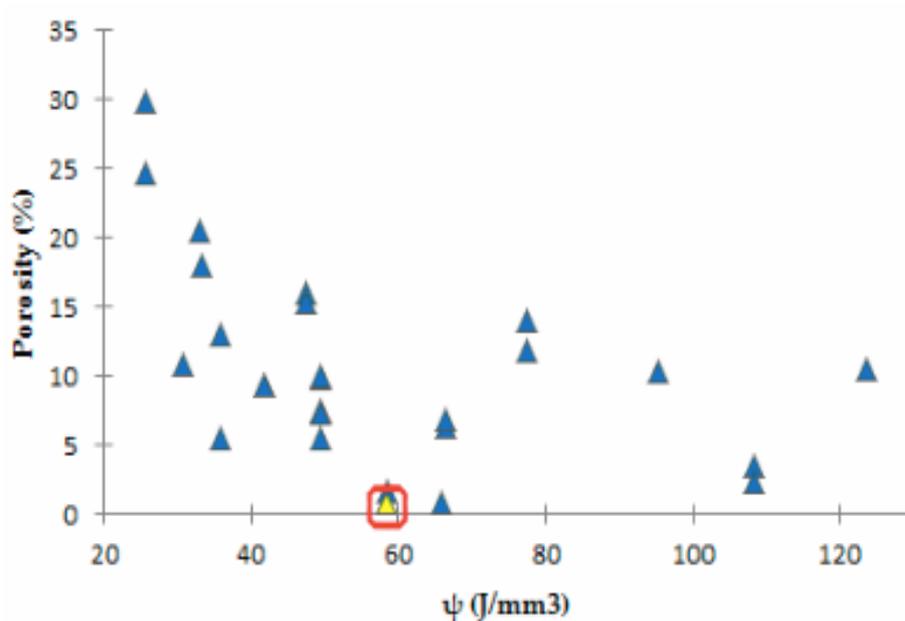


Figura 23-Densità in funzione del VED [7]

Come già accennato nei paragrafi precedenti, la strategia di scansione influenza principalmente tre parametri: la crescita dei grani, la presenza di porosità e gli stress residui. In base al risultato che si vuole ottenere è possibile modificare la strategia di scansione per arrivare ad avere il campione con le caratteristiche desiderate. Utilizzando una macchina EOS è possibile impostare la direzione di scansione: lungo l'asse x otteniamo il risultato mostrato in Figura 24 (a), lungo l'asse y otteniamo ciò che è stato rappresentato in Figura 24 (b), lungo la combinazione degli assi x e y all'interno dello stesso layer si ottiene ciò che è mostrato in Figura 24 (c) oppure alternando x e y nei vari layers si ottiene lo schema mostrato dalla Figura 24 (d). Tuttavia la strategia standard consigliata dal produttore ruota la scansione di 67° tra un layer e l'altro, come visibile nella Figura 24 (e). [8]

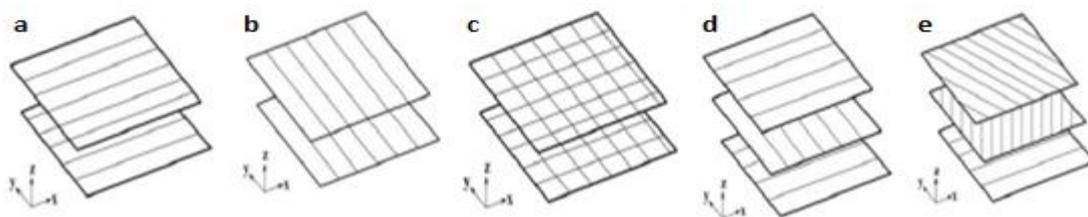


Figura 24-Strategie di scansione macchine EOS [8]

Si è notato come la strategia di scansione con rotazione di 67° tra un layer e l'altro sia effettivamente più efficace di quella tutta orientata lungo x o quella tutta orientata lungo y che presentano maggiori porosità [8], infatti ruotando un layer rispetto all'altro si tendono a ridurre gli effetti della porosità tra melt pool adiacenti. Può essere notata una differenza anche a livello della posizione e forma dei melt pool più regolari nel caso della strategia lungo x o y e meno regolari in quella con la rotazione tra i layers (Figura 25). [17]

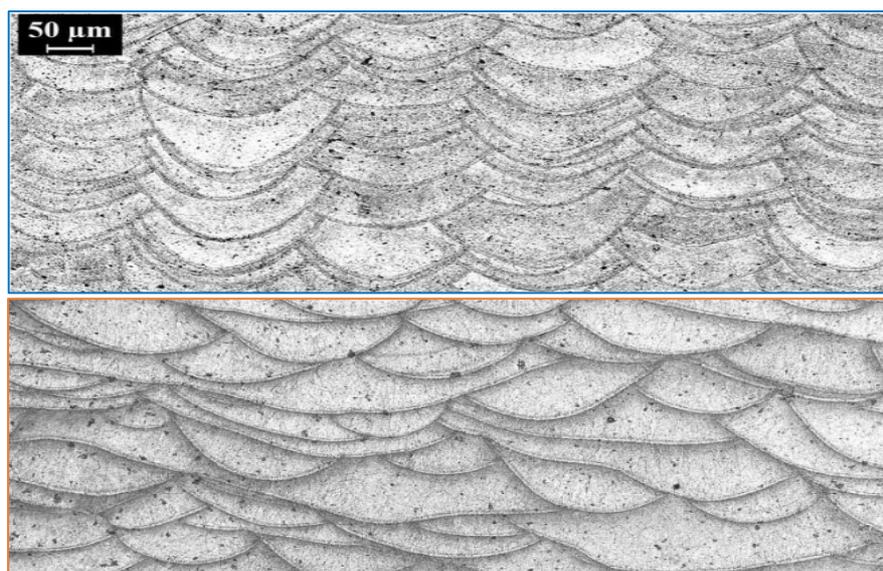


Figura 25- Immagine del piano y - z : sopra strategia di scansione parallela a x ; sotto strategia inclinata di 67° tra un layer e l'altro [17]

Utilizzando un'altra tipologia di macchina (Concept Laser M1) la strategia adottata di default è più complessa: infatti essa si basa sulla suddivisione della sezione in "isole" quadrate di 5 mm di lato che vengono scansionate in modo bidirezionale con uno *shift* di 1 mm da uno strato all'altro e applicando una rotazione di 90° (strategia E in Figura 26). Anche in questo caso sono state implementate altre strategie di scansione come riportato in Figura 26: [20]

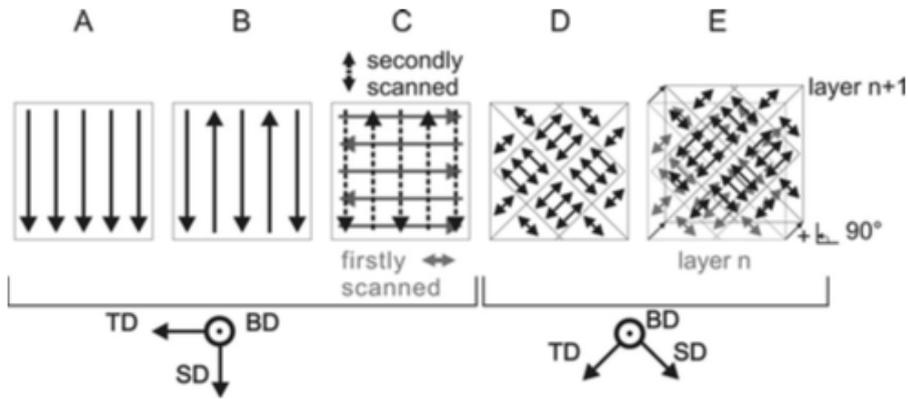


Figura 26-Strategie di scansione Concept Laser [20]

Mantenendo costanti potenza del laser, Hd e velocità di scansione, rispettivamente a 200W e 1400mm/s e 0.105mm si è analizzato quale fosse la migliore strategia di scansione. Quella che ha presentato maggiore densità è stata la strategia C in Figura 26 con densità del 99,4%, tuttavia la densità della strategia E in Figura 26 si attesta intorno al 98.7%. [20]

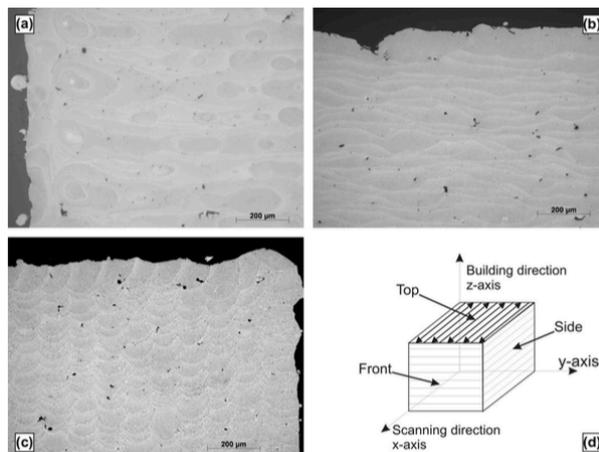


Figura 27-Strategia unidirezionale lungo x: a) vista piano x-y; b) vista piano x-z, c) vista piano y-z [20]

È possibile notare in Figura 27 il differente aspetto dei melt pool a seconda del piano preso in esame: nel dettaglio osserviamo come sul piano y-z si possano vedere le tracce semicilindriche dei melt pool incolonnati ed, in particolare, si può notare come nel punto in cui è stato acceso il laser per iniziare

la scansione, i melt pool siano più estesi e si siano rifusi più strati.

Sono stati condotti anche studi su una macchina Realizer GmbH -50. In questo caso specifico è stata ammessa la possibilità di eseguire una eventuale doppia scansione per ogni strato utilizzando diverse potenze e diversi parametri. Nel dettaglio, il parametro che è stato variato è la velocità di scansione, mentre il layer thickness è stato mantenuto costante e pari a 0.04 mm. Le strategie implementate sono state le seguenti (Figura 28):

Scan strategy	No. of scans per layer	Uni or bi-directional	1st scan parameters		2nd scan parameters	
			Power	HS	Power	HS
X	1	Uni	100	50	-	-
2X	2	Uni	100	50	100	50
Alternating	1	Bi	100	50	-	-
X&Y 2HS	2	Bi	100	100	100	50
Pre-sinter	2	Uni	50	50	100	50
Overlap	2	Uni	100	50	100	50

Figura 28-Strategie di scansione [6]

Dove:

- 'X' è definita come la scansione unidirezionale eseguita una sola volta per layer lungo l'asse x ;
- '2X' è la scansione unidirezionale eseguita due volte per ogni layer lungo l'asse x ;
- 'Alternating' è la doppia scansione lungo l'asse x per il layer precedente e lungo y per il layer successivo; ovvero ruotata di 90° tra un layer e l'altro. Essa è bidirezionale (lungo $+x$ e lungo $-x$) eseguita una sola volta per layer;
- 'X&Y 2HS' si può definire come la strategia 'Alternating' ma con la scansione eseguita due volte per ogni layer con due Hd diversi;
- 'Pre-sinter' consiste nell'esecuzione di una prima 'sinterizzazione' utilizzando solo la metà della potenza del laser e poi una fusione, per ogni strato. I layers vengono ruotati di 90° , e la scansione risulta unidirezionale.
- 'Overlap' Viene eseguita la fusione per il "ayer la prima volta. La seconda volta la traccia del laser si posiziona nella zona definita di *overlap* tra le tracce di scansione. Dunque si può affermare che le tracce di scansione sono sfasate di metà Hd tra un layer e l'altro.

È stato osservato che è possibile ottenere una densità del 99,77% ricorrendo ad una scansione *pre-sinter*, come mostrato in Figura 29: [6]

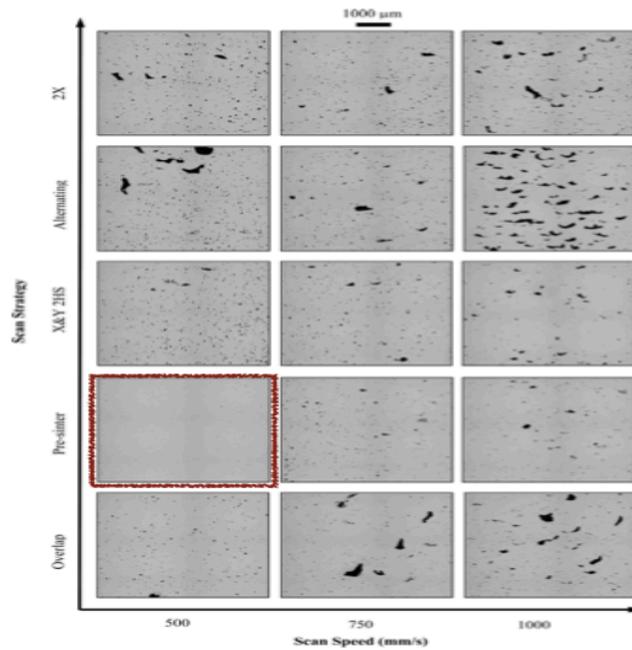


Figura 29-Confronto tra strategie di scansione e velocità di scansione. [6]

2.3.4 Trattamenti termici

I componenti realizzati tramite SLM presentano, come detto in precedenza, una struttura nella configurazione *as built* molto fine, dovuta a un gradiente termico molto elevato che non permette il raggiungimento dell'equilibrio termico. La dimensione ridotta dei grani provoca un notevole incremento della tensione di snervamento, come mostrato dalla legge di Hall-Petch:

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

Infatti se la dimensione “*d*” del grano diminuisce la tensione di snervamento complessiva (σ_0), aumenta (i parametri σ_i e k , invece, sono costanti del materiale in esame). [24] Oltre alla struttura molto fine dei grani, a conferire elevate performances in termini di snervamento, bisogna considerare l'effetto degli elementi di lega che rafforzano per soluzione solida e il rafforzamento derivante dall'interazione delle dislocazioni che vengono ostacolate dalla sub-struttura di α -Al molto fine. [25] Tuttavia vanno considerati altri aspetti fondamentali: le parti prodotte presentano anisotropia lungo la direzione di crescita piuttosto che nelle sezioni trasversali, che a causa del gradiente termico l'orientamento e la forma dei grani può non essere quella desiderata [25], che il processo, per sua natura, induce elevate tensioni residue. [7]

La lega di alluminio AlSi10Mg ha la composizione chimica riportata in Tabella 1; osservando la tabella si nota come in realtà esso è un sistema quaternario di Al-Si-Mg-Fe, le cui fasi sono riportate nel diagramma di stato riportato in Figura 30.

		Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Ni	Zn	Pb	Sn	Ti
Nominal		9.0-11.0	≤ 0.55	≤ 0.05	≤ 0.45	0.20-0.45	≤ 0.05	≤ 0.10	≤ 0.05	≤ 0.05	≤ 0.15
ICP analyzed	Powder	10.73	0.42	-	-	0.17	-	-	-	-	-
	As-built	10.77	0.40	-	-	0.18	-	-	-	-	-

Tabella 1-Composizione chimica AlSi10Mg [25]

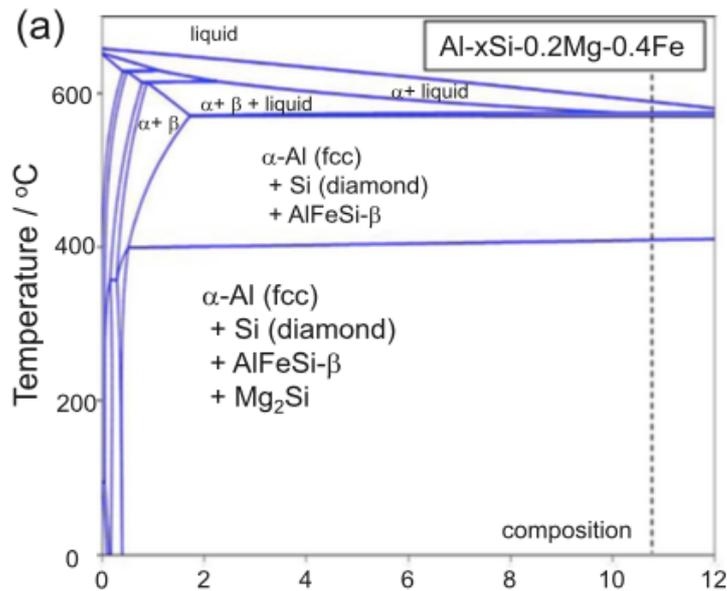


Figura 30-Diagramma di stato AlSi10Mg [25]

Prese in considerazione le problematiche sopra descritte, il trattamento termico di queste leghe risulta interessante, anche perché normalmente l'AlSi10Mg è considerata una lega da *casting* rafforzata con trattamento termico di precipitazione. [25]

Sono stati studiati diversi trattamenti termici applicabili a componenti prodotti per SLM: distensione a 300°C per 2 ore e solubilizzazione a 530°C per 6 ore. Si può notare come, nel primo caso, la fine struttura di α -Al con Silicio eutettico a lamelle attorno alle strutture dendritico-cellulari, cambia, facendo precipitare particelle di silicio in α -Al, ed inoltre aumentano di dimensioni le particelle di silicio tra le fasi α -Al (Figura 31).

Se invece si procede con la solubilizzazione completa, si perdono le lamelle di silicio che crea delle particelle di dimensione elevata nella matrice di alluminio e si possono notare dei composti intermetallici come l'AlFeSi- β . A livello di dimensione dei grani, essi non variano in maniera significativa la loro dimensione con il trattamento di distensione, invece aumentano lievemente nel caso del trattamento di solubilizzazione come schematizzato in Figura 31.

Invece si può notare come le forme dei melt pool scompaiono soltanto con il trattamento di solubilizzazione, rimanendo, invece visibili, con la semplice distensione. [25]

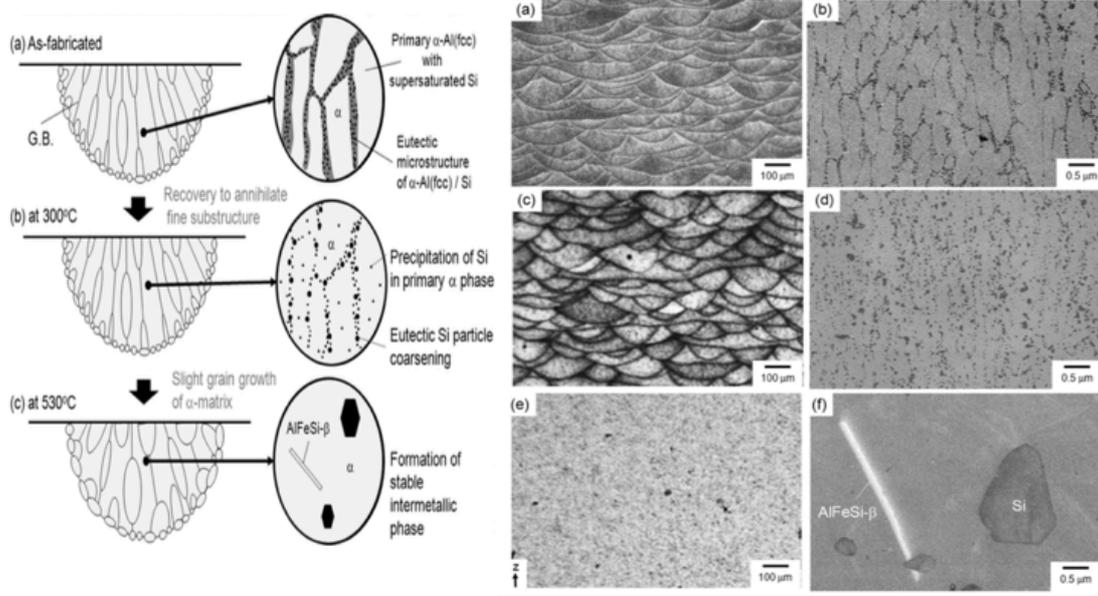


Figura 31 -Schema dell'evoluzione, a destra delle fasi presenti e a sinistra della dimensione dei grani [25] / Immagini delle fasi presenti a destra, a sinistra presenza dei melt pool [25]

Le microstrutture in esame riflettono le loro peculiarità nel momento in cui si eseguono, ad esempio, delle prove di trazione, infatti come ci si può aspettare nella condizione *as built* si avranno tensioni di snervamento maggiori, mentre nella condizione solubilizzata ci si può aspettare un decremento di tale proprietà a fronte di un aumento della duttilità e dunque dell'allungamento a rottura (Figura 32). Quanto descritto sopra è dovuto al fatto che le particelle di silicio non sono più finemente disperse e ciò provoca la riduzione dell'effetto di rafforzamento per soluzione solida in quanto viene ridotta la resistenza allo scorrimento delle dislocazioni. [16]

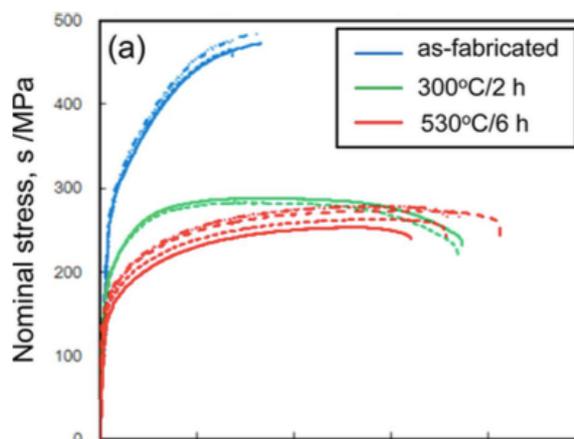


Figura 32-Prove di snervamento in diverse configurazioni [25]

Date le peculiarità del trattamento termico di distensione per l'AlSi10Mg (Temperature non troppo elevate e tempi compatibili con la costruzione di un job) i costruttori stessi hanno introdotto la

possibilità di riscaldare la piattaforma della macchina fino a una temperatura di 300°C. [26] Questo trattamento deve essere effettuato prima di rimuovere il job dalla piattaforma al fine di ridurre le tensioni residue che potrebbero deformare la parte una volta separato dai supporti. [8] Sebbene il riscaldamento della piattaforma non costituisca in sé un trattamento termico uniforme per tutta la parte, può essere funzionale secondo quanto spiegato in precedenza (ridurre le tensioni residue) accorciando i tempi di *post processing*. Di seguito sono riportate le immagini al microscopio metallografico di due campioni realizzati uno con la temperatura della piattaforma a 30 °C e l'altro a 300°C. [26]

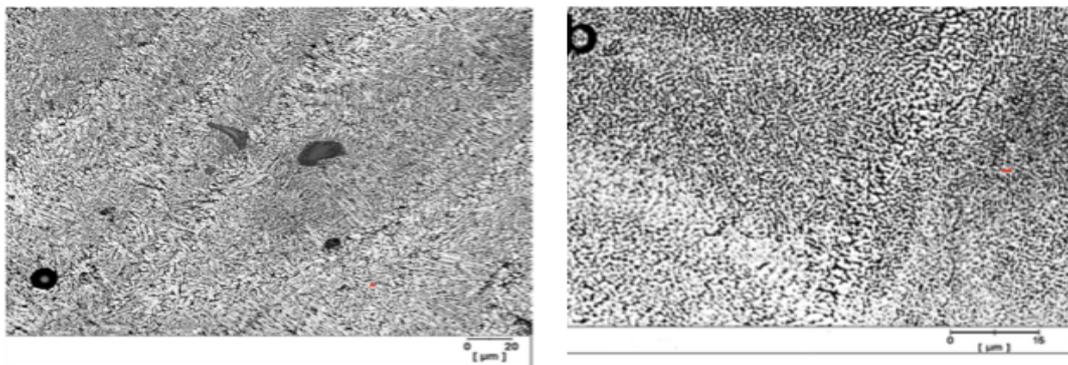


Figura 33-a sinistra: Preriscaldamento della piattaforma a 300°C piano perpendicolare alla direzione di costruzione [26] / a destra: piattaforma a 30°C piano perpendicolare alla direzione di costruzione [26]

Un altro trattamento termico che ha come punto di partenza i due visti precedentemente, consiste nella successione di solubilizzazione e invecchiamento del materiale: tale procedura prende il nome di trattamento T6. In particolare i passaggi principali che questo trattamento segue sono:

- Solubilizzazione per 5 h a 530 °C.
- Tempra in acqua.
- Invecchiamento artificiale per 12 h a 160 °C.

Il trattamento T6 prevede la nucleazione di precipitati tra cui anche particelle di Silicio e Mg_2Si che rafforzano il materiale impedendo lo scorrimento delle dislocazioni essendo esse molto fini, molto numerose e disposte uniformemente. Inoltre con questo trattamento non si osserva più traccia dei melt pool e di anisotropia nel materiale (Figura 34). [7]

La configurazione trattata termicamente presenta una distribuzione uniforme dei precipitati, tuttavia si può notare come il limite di snervamento della configurazione *as built* e quella trattata T6 non siano così differenti (Figura

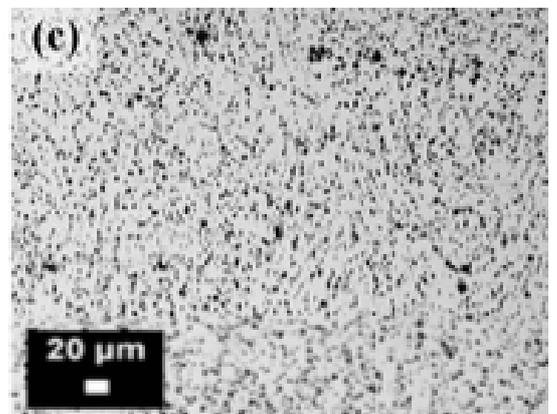


Figura 34-Micrografia dopo trattamento T6 [7]

35). Tuttavia si tende a preferire la struttura T6 piuttosto che *as built* in quanto si può notare che le zone termicamente alterate potrebbero agire da innesco di cricca. [7] [25]

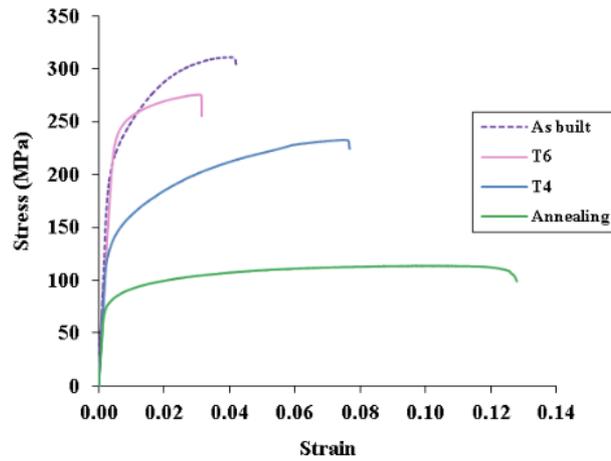


Figura 35-Curva tensione deformazione in funzione dei trattamenti termici [8]

3. MATERIALI E METODI

3.1 PRODUZIONE

I provini vengono realizzati tramite fusione di strati successivi di polvere metallica depositata su di una piattaforma di costruzione. Il processo si articola come segue: (1) stesura della polvere; (2) abbassamento della piattaforma; (3,4,5) fusione; (6) stesura della polvere; come illustrato in Figura 36.

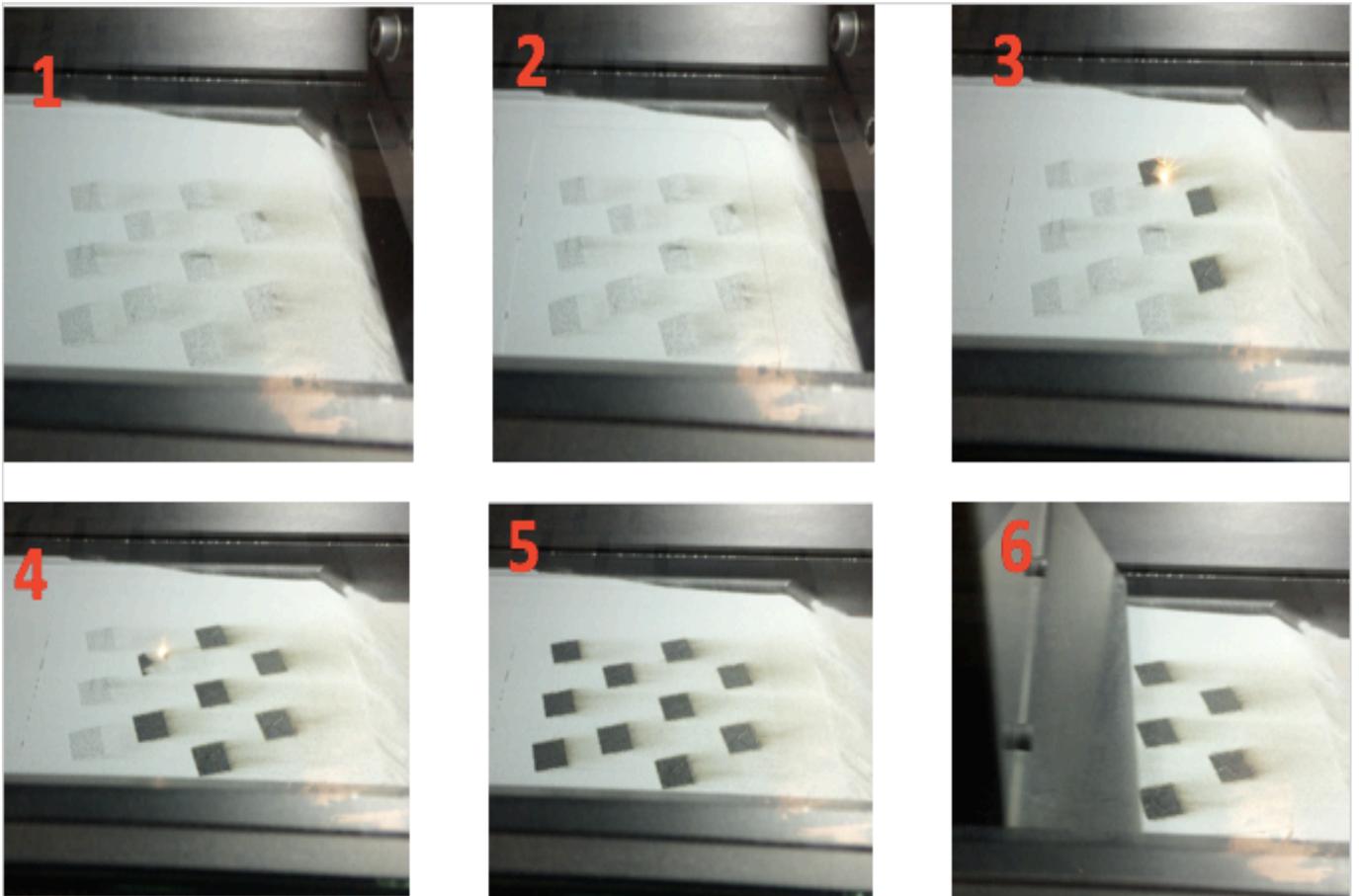


Figura 36-Sequenza del processo di SLM dei provini Concept Laser 'M cusing lab'

A questo punto i campioni sono circondati da polvere non fusa che può essere rimossa tramite l'utilizzo di aspiratori, per poi essere setacciata e parzialmente riciclata. Tuttavia queste operazioni devono essere eseguite in ambienti appositi e con i DPI necessari, poiché si stanno utilizzando polveri molto fini, non biocompatibili, e dunque pericolose. I campioni, una volta ripuliti, appaiono come dei cubi ancorati alla piattaforma sulla quale sono stati fabbricati. Viene di seguito riportata l'immagine del JOB 2 a titolo di esempio (Figura 37).



Figura 37-Campioni del JOB 2 ancorati alla piattaforma di costruzione

3.2 LUCIDATURA E ANALISI DELLA POROSITÀ TRAMITE IMMAGINI

Una volta ottenuti i campioni cubici e separati dalla piattaforma di costruzione (con processo di elettroerosione a filo), per poter eseguire le analisi di porosità e di densificazione si è proceduto:

- con il taglio dei campioni lungo un piano parallelo alla direzione di costruzione x-z o y-z.

Una parte dei campioni viene destinata all'analisi della densità di Archimede, mentre l'altra metà tenendo traccia della direzione di costruzione, viene destinata all'analisi delle porosità sottoponendo i campioni a:

- lucidatura.
- osservazione del campione al microscopio metallografico.

Infine tramite elaborazione delle immagini sono stati ottenuti i valori di porosità.

Per effettuare il taglio dei campioni è stata utilizzata una troncatrice, cioè una macchina utensile dotata di un disco rotante che permette di tagliare i campioni. Essa è anche munita di un tubo con relativo ugello per l'immissione di liquido lubro-refrigerante sulle superfici di contatto lama-componente, in questo modo vengono raffreddati il disco e il campione in modo tale da non surriscaldarsi (evitare lo sprigionarsi di scintille) ed asportare il truciolo. Il campione è tenuto saldamente alloggiato in un sistema di bloccaggio a morse. [27]

Il taglio del campione può avvenire, come descritto in precedenza, lungo un piano parallelo alla direzione di costruzione (direzione consigliata), oppure lungo un piano ad essa perpendicolare: in

caso di buona densificazione (più del 98%) non si riscontrano grandi differenze, invece per densità minori si riscontrano differenze fino al 4%, a causa del processo di fusione incompleto. [28]

Il campione destinato all'analisi ottica necessita di opportuna lucidatura sulla faccia che deve essere analizzata al microscopio metallografico.

La lucidatura viene effettuata utilizzando un disco rotante inaffiato di acqua attraverso un *dispencer a sbalzo*. L'acqua ha la funzione di liquido refrigerante e ha la funzione di facilitare l'eliminazione dei frammenti di materiale asportato.

Inizialmente sono state utilizzate carte di SiC a grana crescente da P400, P800, P1200, P2400 e P4000 (all'aumentare del numero la dimensione media delle particelle disposte sul disco abrasivo diminuisce). I campioni sono stati ruotati di 90° ad ogni cambio di carta in modo tale da essere sicuri di aver lavorato l'intera superficie del campione, infatti finché le righe provocate dalla carta precedente non scompaiono è opportuno continuare l'operazione di lucidatura senza cambiare ulteriormente carta. Un passo successivo è stato l'utilizzo di panni di cotone associati all'utilizzo di pasta diamantata da 3 µm e 1 µm: in questi casi è stato utilizzato un lubrificante differente dall'acqua ovvero *DP-BLU*. Dopo la lucidatura i campioni sono stati sciacquati sotto l'acqua corrente per rimuovere i residui di pasta e asciugati con aria compressa oppure phon. [27]

Una volta lucidati, come descritto, i campioni sono stati osservati con un microscopio ottico metallografico Leica ad un ingrandimento pari a 50X (ingrandimento consigliato). La scelta dell'ingrandimento influenza le misurazioni, infatti si può scegliere di fermarsi a bassi ingrandimenti (10X) e avere una visione più generale della densità del campione oppure aumentare l'ingrandimento e il dettaglio delle immagini per avere una misura più precisa (80X). La qualità della misura varia anche in funzione della densificazione del materiale stesso, infatti se il materiale è molto ben densificato (cioè ha poche porosità) la differenza tra le analisi fatte a grandi o bassi ingrandimenti non è elevata. [28]

Sono quindi state catturate delle istantanee consecutive lungo gli assi coordinati al fine di avere un insieme di fotografie che rappresentino la porosità media del campione, senza che tali immagini siano sovrapposte, come mostrato in Figura 38.

Queste immagini si possono elaborare con un programma open source: ImageJ per riuscire a determinare la percentuale di pori rispetto alla superficie totale coinvolta.

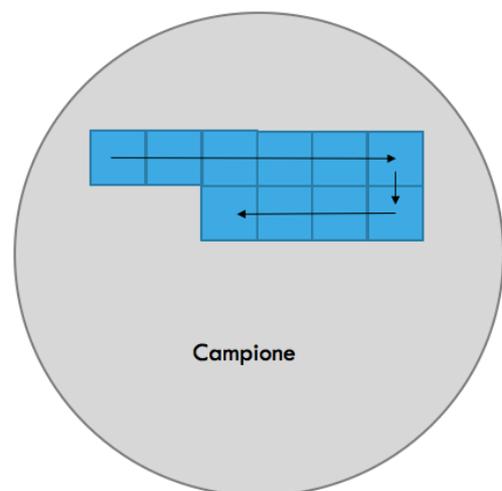


Figura 38- Strategia di acquisizione delle immagini

Il procedimento da seguire per definire la porosità tramite ImageJ è:

- Aprire l'immagine nel programma e convertirla in un file binario.
- Impostare una soglia di grigio oltre il quale il pixel in questione verrà considerato nero o bianco e quindi conteggiato come area appartenente a una porosità oppure appartenente al materiale solidificato.
- Effettuare la conversione, in questo modo si ottiene un'immagine in B/N che può quindi essere analizzata dal programma.
- Selezionare come output dell'analisi la percentuale di *pixels* neri rispetto a quelli bianchi ricavando in questo modo la percentuale di porosità.

Da ogni campione è possibile estrapolare i dati così ottenuti ed è dunque possibile farne la media ottenendo così una grandezza sintetica indice delle porosità presenti nel campione, con annesso scarto tipo indice della variabilità delle misure

3.3 CALCOLO DELLA DENSITA' CON METODO DI ARCHIMEDE

È possibile misurare la densità di componenti prodotti per SLM sfruttando il principio di Archimede. Confrontando il peso del campione in aria e in acqua è possibile risalire alla densità effettiva del campione e andando poi a confrontarla con la densità teorica del materiale è possibile risalire alla percentuale di densificazione. [29]

Il procedimento prevede l'utilizzo di una bilancia di precisione al di sopra della quale viene montata una struttura in cui è possibile pesare (in aria) il campione, ponendolo su un piattino nella parte superiore, mentre nella parte inferiore è presente un piatto reticolato immerso in acqua in cui è possibile pesare lo stesso campione immergendolo in acqua. Per il principio di Archimede il peso del campione in acqua sarà sicuramente inferiore a causa della spinta idrostatica esercitata dall'acqua rispetto a quello in aria. [30] Il metodo di Archimede è semplice, veloce, ripetibile (scarto tipo contenuto), ed economico. Tuttavia i fattori che influenzano la densità, come la temperatura, andrebbero adeguatamente considerati. [28]

È essenziale, preliminarmente, eliminare condizioni di rugosità superficiale eccessiva al fine di evitare l'accumulo di bolle d'aria sulla superficie, che, come vedremo in seguito, potrebbero portare a risultati non corretti, per fare ciò è sufficiente passare le superfici del campione con carte abrasive. [31]

Una volta messa in bolla e tarata la bilancia si poggia il campione, ben asciutto, sul piatto superiore e si ricava il peso (P_{aria}). A questo punto si prende il campione e lo si immerge nell'acqua distillata fino ad appoggiarlo sul piatto inferiore, facendo attenzione a non formare bolle d'aria sulla superficie

del campione (che andrebbero a falsare il risultato), poi si annota il nuovo peso (P_{acqua}). Infine si estrae il campione dall'acqua e si asciuga sommariamente il provino per tenere conto delle porosità superficiali, a questo punto si pesa nuovamente sul piatto superiore e si annota il peso bagnato ($P_{bagnato}$). L'esperimento può essere ripetuto anche utilizzando acetone al posto dell'acqua con analoghi risultati. È possibile calcolare la densità apparente di un materiale con la seguente equazione: [28]

$$\varphi_{apparente, Archimede} = \frac{P_{aria} * \varphi_{acqua}}{P_{aria} - P_{acqua}}$$

Tuttavia tale densità è affetta da errore poiché l'acqua è in grado di penetrare alcuni pori presenti sulla superficie, ed è quindi opportuno calcolare la densità geometrica utilizzando la seguente formula:

$$\varphi_{geometrica} = \frac{P_{aria} * \varphi_{acqua}}{P_{bagnato} - P_{acqua}}$$

Bisogna inoltre, teoricamente, considerare la dipendenza della densità del liquido dalla temperatura, tuttavia per brevità la misura può essere fatta a inizio esperimento e poi considerata costante per tutto lo svolgimento dello stesso. [31] In questo modo è possibile confrontare le densità ottenuta con l'esperimento di Archimede ($\varphi_{geometrica}$) e quella teorica dell'AlSi10Mg pari a $2,68 \text{ g/cm}^3$.

È possibile calcolare la percentuale di porosità aperte, ovvero quelle connesse alla superficie e di porosità chiuse, ovvero quelle all'interno del pezzo e quindi non raggiungibili dall'acqua.

$$\text{Porosità}_{aperte} = \frac{\varphi_{apparente} - \varphi_{geometrica}}{\varphi_{apparente}} * 100$$

$$\text{Porosità}_{chiuse} = \left(\frac{\varphi_{geometrica}}{\varphi_{apparente}} - \frac{\varphi_{geometrica}}{\varphi_{torica \text{ del materile}}} \right) * 100$$

$$\text{Porosità}_{totali} = \text{Porosità}_{chiuse} + \text{Porosità}_{aperte}$$

La procedura sperimentale viene eseguita per tutti i campioni per tre volte facendo attenzione ad asciugare accuratamente con il phon tutti i campioni tra una prova e l'altra. [13]

A questo punto viene fatta una media e calcolato lo scarto tipo delle tre prove e si determina la densità di ogni campione. I risultati hanno una buona ripetibilità data la deviazione standard contenuta. [28]

3.4 MACCHINA DI SELECTIVE LASER MELTING e PARAMETRI DI PROCESSO

Per quanto riguarda la macchina di SLM a disposizione del Politecnico di Torino si tratta di una *Concept Laser 'M cusing lab'*, la composizione delle polveri ottenute per gas atomizzazione viene riportata in Figura 39. Se si osserva la colonna CL31AL (AlSi10Mg) si noteranno le percentuali di elementi chimici più importanti come Si, Fe, Mg, Mn che sono coerenti con la lega dichiarata. Di seguito sono riportati i parametri macchina principali (Figura 40): [32]

	CL 30AL	CL 31AL
Component	Indicative value (%)	Indicative value (%)
Si	10,5 - 13,5	9,0 - 11,0
Mg	0 - 0,05	0,20 - 0,45
Fe	0 - 0,55	0 - 0,55
Mn	0 - 0,35	0 - 0,45
Ti	0 - 0,15	0 - 0,15
Cu	0 - 0,05	0 - 0,10
Zn	0 - 0,10	0 - 0,10
C	0 - 0,05	0 - 0,05
Ni	0 - 0,05	0 - 0,05
Pb	0 - 0,05	0 - 0,05
Sn	0 - 0,05	0 - 0,05
Al	Balance	Balance

Figura 39-Polveri di alluminio Concept laser[32]

Build envelope	50 x 50 mm ² (x, y) 70 x 70 mm ² (x, y) 90 x 90 mm ² (x, y) z = 80 mm
Layer thickness	15 - 30 µm
Production speed	1 - 5 cm ³ /h (depending on material)
Laser system	Fibre laser 100 W (cw)
Max. scanning speed	7 m/s
Focus diameter	approx. 50 µm
Fixation of the building plate	mechanical
Connected loads	Power consumption max. 1.5 kW Power supply 1/N/PE AC 230 V, 16 A
Inert gas supply	1 gas connection provided / Nitrogen or Argon
Inert gas consumption	approx. 0.6 - 0.8 l/min *
Dimension machine	705 x 1848 x 1220 mm (W x H x D)
Dimension handling station	729 x 1391 x 628 mm (W x H x D)
Weight machine	approx. 600 kg
Weight handling station	approx. 100 kg
Operating conditions	15 - 35°C

Figura 40- Macchina "Concept laser M cusing LAB"[32]

Con questa macchina sono stati costruiti dei provini (cubici) al fine di analizzarne la densità e la microstruttura.

Con il *software* “*concept laser*” è possibile variare un discreto numero di parametri, ammettendo in questo modo più possibili soluzioni per ottenere un componente densificato correttamente o con le proprietà desiderate. In particolare è possibile variare con più libertà la strategia di scansione ad esempio “a isole di 5 mm di lato”; “a strip di 5 mm di spessore” o “a copertura completa del campione”. [20]

I provini presentano geometrie semplici, infatti in questo tipo di analisi si vuole indagare l’effetto dei parametri di processo sulla densificazione del materiale, indipendentemente dalla geometria, anche molto complessa, che si vuole creare. In particolare, in questo tipo di prove è stato mantenuto costante lo spessore del layer, la potenza del laser e vengono variati parametri come la velocità di scansione, oppure l’Hd. [2]

Per il presente lavoro di Tesi sono stati appositamente costruiti da una macchina *Concept Laser* “*M cusing lab*” dei provini cubici di 10 x10 x 10 mm in due differenti job.

Nel primo job, denominato “JOB1”, si è voluto indagare l’effetto della strategia di scansione sulla densificazione dei provini, mantenendo costante la densità di energia per unità di volume (VED).

Nel secondo Job, denominato “JOB 2”, è stato indagato l’effetto della variazione del VED sulla densificazione dei campioni adottando soltanto le due strategie di scansione che avevano portato a densità maggiori nel JOB 1.

3.4.1 Parametri Di Processo Job 1

Il JOB1 presenta i seguenti parametri di processo (Tabella 2):

Campione	Nome parametro	N copie	P (W)	v (mm/s)	Hd (mm)	Esposizione	Strategia	Rotazione Tra un layer e l'altro	shift (mm)
1	CL31_1	3	95	650	0,105	Meander	isole	90	1
2	CL31_2	1	95	650	0,105	1D	Full	no	
3	CL31_3	1	95	650	0,105	2D	Full	no	
4	CL31_4	1	95	650	0,105	Meander	Full	no	
5	CL31_5	1	95	650	0,105	1D	Strip 5	no	0,1
6	CL31_6	1	95	650	0,105	2D	Strip 5	no	0,1
7	CL31_7	1	95	650	0,105	Meander	Strip 5	no	0,1

8	CL31_8	1	95	650	0,105	1D	Strip 5	67	0,1
9	CL31_9	3	95	650	0,105	2D	Strip 5	67	0,1
10	CL31_10	1	95	650	0,105	Meander	Strip 5	67	0,1

Tabella 2-Parametri di processo JOB 1

I campioni n°1 e n°9 sono stati costruiti in un numero pari a tre al fine di avere, una volta analizzati, informazioni sulla ripetibilità sia del processo, sia delle procedure sperimentali.

Potenza, velocità di scansione e distanza tra le tracce di scansione (Hd) sono stati mantenuti costanti, come riportato in tabella. Sintetizzando i parametri di processo, con uno spessore di strato (Lt) pari a 0.015mm, è possibile ottenere il VED, comune a tutti i campioni e pari a:

$$VED= P/(v \times Hd \times Lt) = 95/(650 * 0.105 * 0.015) = 92,8 \text{ J/mm}^3$$

L'esposizione rappresenta la modalità di scansione del laser per ogni strato ed essa può essere:

- 1D , ovvero il laser mantiene sempre la stessa direzione e verso e , terminata una traccia, si spegne e, tornato indietro, si riaccende, e spostatosi di un Hd, riinizia la fusione.
- 2D, ovvero il laser mantiene lo stesso verso, ma cambia la direzione di 180° tra una traccia e quella successiva spegnendosi per cambiare il verso.
- Meander, ovvero il laser mantiene lo stesso verso e cambia direzione di 180° tra una traccia e quella successiva rimanendo però acceso durante il cambio di direzione.

La strategia rappresenta la modalità in cui viene fusa la sezione del campione, ed essa può essere:

- Isole, ovvero il laser fonde lo strato seguendo delle isole di 5 x 5 mm
- Full, ovvero il laser fonde tutto lo strato in maniera continua
- Strip 5, ovvero il laser fonde lo strato seguendo delle strisce larghe 5 mm

Tra uno strato e l'altro può avvenire la rotazione dello stesso o di 90° come nel caso delle isole o di 67° come nel caso delle Strip 5 dei campioni 8,9,10. Inoltre nella strategia a isole è stata imposta la traslazione di 1mm tra uno strato e l'altro (*shift*). Nel caso delle "strip", invece, questo *shift* è stato ridotto al minimo possibile, non potendo impostare una traslazione pari a 0

3.4.2 Parametri Di Processo Job 2

Il "JOB 2" presenta i seguenti parametri di processo (Tabella 3):

Campione	P (W)	v (mm/s)	hd (mm)	VED (J/mm ³)	Esposizione	Strategia	Rotazione Tra un layer e l'altro	Angolo rotazione	shift (mm)
1	95	750	0,105	80,4	Meander	isole	si	90	1
2	95	850	0,105	71,0	Meander	isole	si	90	1
3	95	950	0,105	63,5	Meander	isole	si	90	1
4	95	650	0,115	84,7	Meander	isole	si	90	1
5	95	650	0,125	77,9	Meander	isole	si	90	1
6	95	650	0,135	72,2	Meander	isole	si	90	1
7	95	750	0,105	80,4	Meander	Strip5	si	67	0,1
8	95	850	0,105	71,0	Meander	strip 5	si	67	0,1
9	95	950	0,105	63,5	Meander	Strip5	si	67	0,1
10	95	650	0,115	84,7	Meander	Strip5	si	67	0,1
11	95	650	0,125	77,9	Meander	Strip5	si	67	0,1
12	95	650	0,135	72,2	Meander	Strip5	si	67	0,1

Tabella 3-Parametri di processo JOB 2

I campioni 1 e 8,9,10 del JOB 1 presentano densità più elevata rispetto agli altri dello stesso job e si è dunque deciso di adottare le strategie di scansione dei campioni 1 e 10 per il JOB 2, ma variando i parametri di processo in termini di velocità e distanza tra le tracce di scansione per analizzare l'effetto di questi due parametri sulla densificazione dei campioni.

Nel JOB 2 si è variato il VED da un valore di 63,5 J/mm³ fino a un valore massimo di 80,4 J/mm³, tuttavia nel JOB 1 i campioni 1 e 10 presentano un VED di 92,8 J/mm³. In questo modo si è potuto analizzare un *range* maggiore di variazione del VED.

3.5 ATTACCO ACIDO

Per mettere in evidenza la microstruttura del materiale è possibile immergere il campione in soluzione acida. In questo modo le diverse zone o fasi presenti subiranno una corrosione minore o maggiore in funzione della loro natura. In particolare quelle più energetiche subiranno un maggiore attacco rispetto a quelle più stabili, mettendo in risalto queste ultime.

In questo lavoro di tesi è stata utilizzata come soluzione acida il reattivo di Keller la cui composizione chimica è riportata in Tabella 4

SOLUZIONE ACIDA DI KELLER	
HF	1 cm ³
HCl	1.5 cm ³
HNO ₃	2.5 cm ³
H ₂ O	95 cm ³

Tabella 4-Reattivo di Keller [33]

I vari campioni sono stati esposti alla soluzione per immersione per un tempo pari a circa 12 secondi, considerando che la normativa consiglia un tempo tra i 10 e 20 s. Con tale attacco si è voluto mettere in evidenza i melt pool o le tracce di scansione del provino *as-built*. Dopo l'immersione i campioni sono stati spenti in acqua distillata, lavati con acetone e asciugati con aria compressa o aria calda. [33]

3.6 SEM (Scanning Electron Microscopy) e FESEM (Field Emission Scanning Electron Microscopy)

Prima di procedere all'osservazione al SEM (*Scanning Electron Microscopy*) o al FESEM (*Field Emission Scanning Electron Microscopy*) è essenziale che il campione in esame sia conduttivo oppure reso tale, attraverso l'applicazione di un strato di carbonio conduttivo biadesivo su cui incollare il campione. L'altro lato del foglio adesivo va applicato su uno "stub" che può avere diverse forme e può essere di diversi materiali come ad esempio di Alluminio.

Il FESEM (*Field Emission Scanning Electron Microscopy*) è un microscopio elettronico a scansione ovvero uno strumento in grado di fornire immagini e informazioni su di un campione tramite la generazione di un fascio di elettroni. Gli elettroni sono emessi da un filamento di Tungsteno (SEM), oppure da una punta molto fine di Tungsteno (2 nm) (FESEM) in vuoto spinto $\sim 10^{-10}$ Pa. Quando si applica al metallo un campo elettrico sufficiente viene provocare la fuoriuscita di elettroni che nel caso del FESEM è detta: "per effetto di campo". [34]

Il fascio di elettroni generati viene accelerato tramite una differenza di potenziale, focalizzato da una serie di lenti elettromagnetiche e orientato per permettere la scansione di parte del provino. [35]

Quando il fascio colpisce il campione, tramite urti, viene trasferita energia dal fascio agli atomi del campione con successiva emissione di diversi segnali che vengono acquisiti da opportuni lettori ed elaborati creando un'immagine. I segnali più spesso utilizzati per l'analisi SEM/FESEM sono:

- Elettroni retrodiffusi

Gli elettroni del fascio interagiscono con gli elettroni del campione urtandoli in modo elastico o anelastico. Se l'urto è elastico la traiettoria dell'elettrone cambia ma la sua energia cinetica rimane invariata; tali elettroni prendono il nome di elettroni retrodiffusi ovvero "rimbalzati" essi sono utili per determinare la composizione chimica del campione. [36]

- Elettroni secondari (SE).

Se l'urto è anelastico, oltre a mutare direzione, l'elettrone perderà anche parte della propria energia cinetica, dando vita a un elettrone secondario. Ciascun elettrone incidente può generare più elettroni secondari (SE), ed essi vengono sfruttati come segnale d'immagine nel SEM. [34]

Grazie a tali elettroni è possibile risalire alla morfologia del campione, provenendo essi da una zona superficiale (10 nm). A seconda del *detector* che si usa per analizzare il segnale si può ottenere un'immagine con migliore risoluzione con l'*In-Lens detector (SE1)*, oppure una a più bassa risoluzione con l'*SE2 detector*. [36]

- Raggi X

Questi vengono emessi se il fascio primario scalza un elettrone contenuto nel guscio interno di un atomo del provino. In tal caso viene a crearsi una lacuna che viene occupata da un elettrone di un livello energetico superiore, che scendendo di livello libera energia. Data la differenza energetica tra un livello e l'altro viene liberata energia tramite emissione di un raggio "X" che presenta una lunghezza d'onda tipica per ogni elemento chimico presente nel campione. Infatti ogni elemento ha un'emissione differente ed andando a decodificare tale segnale è possibile identificare gli elementi presenti. È possibile ottenere ciò tramite un rivelatore EDS. [36]

È stato utilizzato un *FESEM ZEISS Supra 40*, in dotazione presso il Politecnico di Torino. Per poter studiare la microstruttura del materiale è stato necessario eseguire un attacco chimico (Keller), come illustrato nel paragrafo precedente.

3.7 PROVE DI MICRODUREZZA

Misurare la durezza di un materiale metallico può fornire diverse informazioni sulla resistenza, sulla duttilità e sullo stato di usura del campione.

La durezza di un materiale è rappresentata dalla sua resistenza alla penetrazione effettuata da un indentatore in materiale più duro soggetto ad un carico. La misura della durezza di un campione è ottenuta tramite l'osservazione dell'impronta prodotta dal penetratore. Misurandone le dimensioni, è possibile risalire al valore di durezza: più l'orma di contatto sarà contenuta e più il materiale risulterà duro, più l'impronta sarà estesa più si avranno valori di durezza contenuti. In generale la durezza di un materiale è direttamente proporzionale al carico applicato e inversamente proporzionale all'area

di contatto. Esistono vari metodi per determinare tale grandezza, essi si differenziano a seconda della tipologia di prova e forma dei penetratori.

Nel caso della durezza *Vickers* viene utilizzato un penetratore costituito da un diamante a forma di piramide quadra con un'apertura di 136° . Per poter effettuare la prova è necessario lucidare il campione fino ad arrivare al panno da $1\ \mu\text{m}$ con pasta diamantata affinché la rugosità superficiale non influenzi la misura. Anche la superficie del campione deve essere il più piana e parallela possibile al piano (x-y) dello strumento di misura, dove z è l'asse lungo cui si muove l'indentatore, al fine di ottenere impronte regolari. Il termine microdurezza si differenzia dalla macrodurezza per il carico applicato, infatti nelle prove di microdurezza il carico può variare da 1 a 1000 gf. Quando si eseguono prove di microdurezza è essenziale tenere in considerazione la dipendenza della misurazione dal carico applicato, infatti prima di procedere alla misura è essenziale conoscere con esattezza carico e tempo di permanenza dell'indentatore sul provino per ottenere risultati attendibili. [27]

Per eseguire la misura è essenziale accendere e calibrare il microdurometro: ciò significa identificare lo zero macchina al fine di poter misurare correttamente le diagonali dell'impronta di contatto. A questo punto è possibile individuare, tramite l'oculare, la zona del campione in cui effettuare la misura. È quindi sufficiente ruotare il carosello dalla posizione dotata di lente a quella dotata di indentatore ed effettuare la misura. Al termine di quest'ultima riportandosi sul visore ottico è possibile andare ad osservare l'impronta e misurarne le diagonali. Il microdurometro a questo punto essendo in possesso dei dati: Carico applicato, diagonale1 e diagonale 2, calcola la durezza tramite una relazione $HV=K*P/(d_1*d_2)$, dove K è una costante, P il carico applicato, e d_1 e d_2 le diagonali dell'impronta sul campione. [37]

È opportuno effettuare più impronte per ogni campione facendo attenzione che queste non siano troppo vicine tra di loro e non siano troppo vicine al bordo del campione: viene prescritta una distanza pari o superiore a 2.5 volte la diagonale dell'impronta precedente sia dal bordo sia tra un'impronta e l'altra. Inoltre è opportuno che lo spessore del campione sia decisamente più elevato della massima profondità raggiunta dall'indentatore. Le analisi di microdurezza sono state effettuate presso il Politecnico di Torino, sede di Alessandria. [37] Il microdurometro utilizzato è un *Leica VMHT* e le prove sono state effettuate con 100 gf di carico e con tempo di permanenza di 15 s.

3.8 PROVE DI NANODUREZZA

In una prova di nanoindentazione vengono analizzate le proprietà (nanodurezza) del materiale in esame attraverso lo studio dei grafici: carico applicato (P) / penetrazione dell'indentatore (h).

Il carico viene applicato gradualmente sull'indentatore che penetra nel materiale, fase di carico, fino al raggiungimento del massimo carico stabilito, impostato nella prova (P_{max}). Dopo aver raggiunto questo punto, durante la fase di scarico, viene tolto il carico. La fase di carico indentatore - campione si compone di una prima fase di penetrazione elastica e poi una plastica. Durante lo scarico viene recuperata soltanto la deformazione elastica del materiale. In virtù di ciò il campione, una volta rimosso il carico, presenta una deformazione dovuta solo alla componente plastica di deformazione che sarà minore della deformazione totale che si ha, invece, considerando anche la parte elastica (Figura 41). [38]

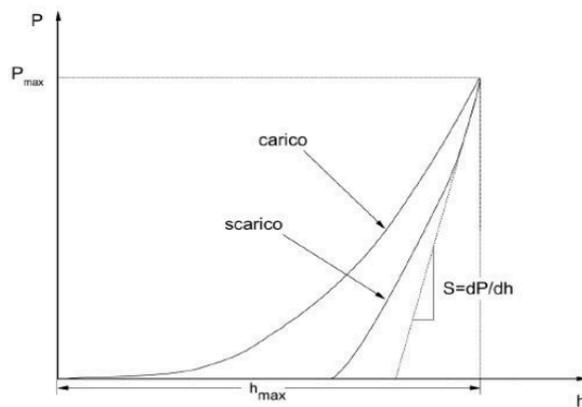


Figura 41-Curva: Carico-profondità di penetrazione [38]

Analizzando le curve di carico e scarico è possibile risalire alla rigidità di contatto (S) espressa come: $S=dp/dh$, dove h è la profondità di penetrazione e p è il carico applicato. Misurando l'area di contatto A e sapendo la rigidità di contatto S si può risalire al modulo di Young (E) e alla nanodurezza (H) del campione, definita come $H=P_{max}/A$. [40]

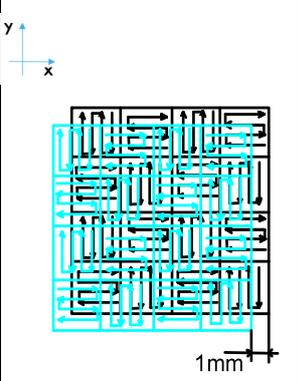
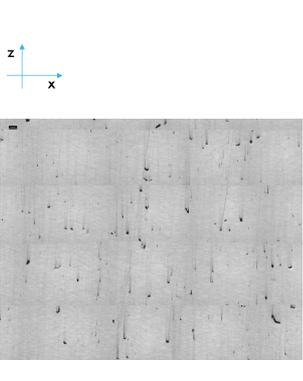
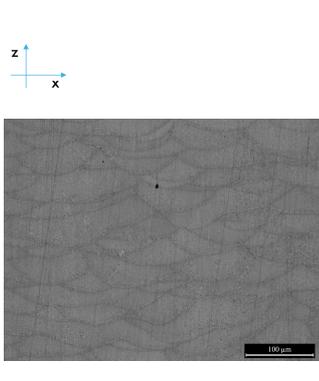
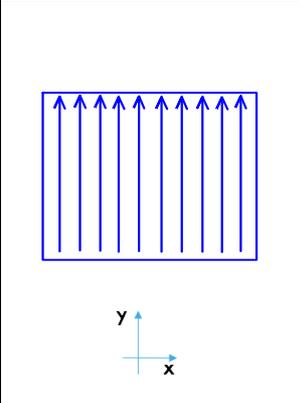
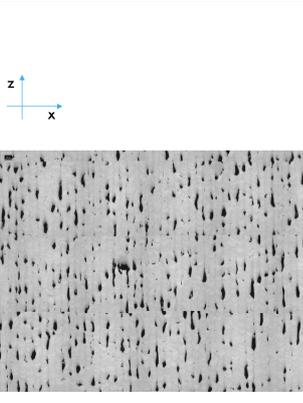
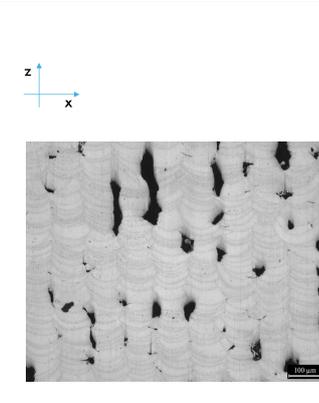
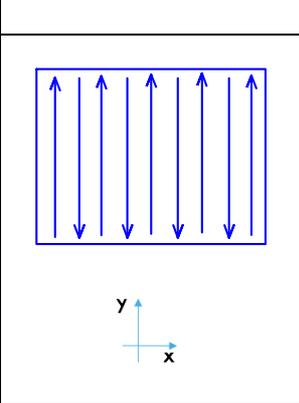
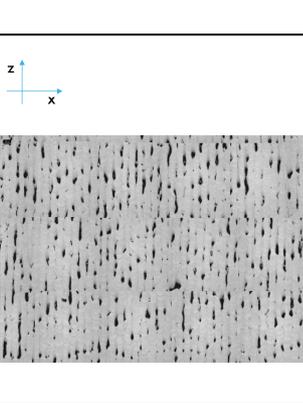
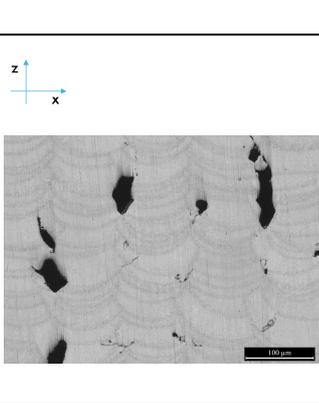
Anche in questo caso possono essere utilizzati penetratori di forma differente, il più diffuso è denominato *Berkovich* ed è costituito da una piramide a base triangolare con apertura di 142° . [39][27]

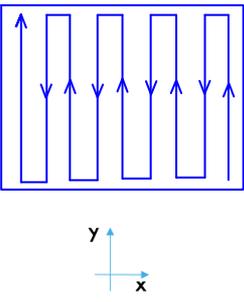
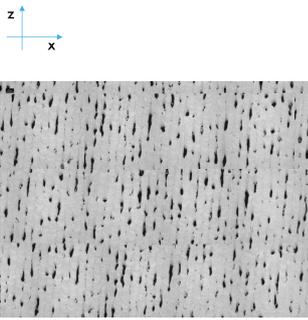
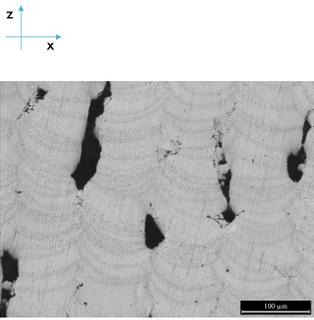
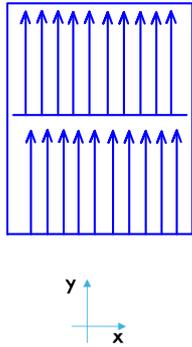
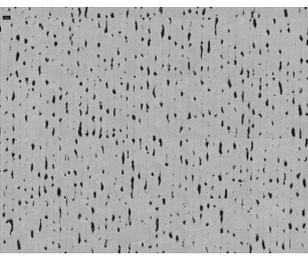
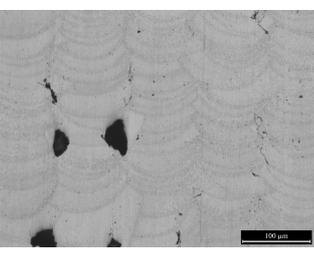
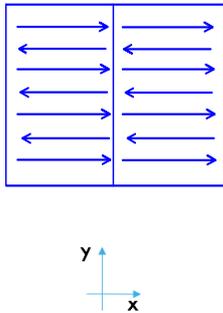
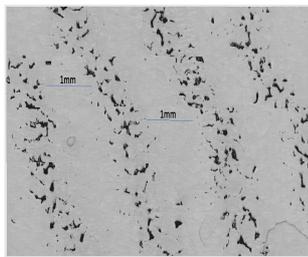
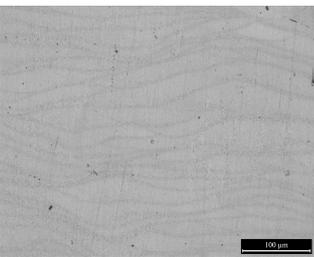
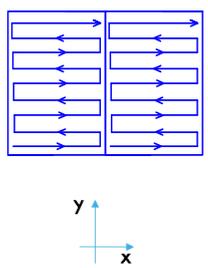
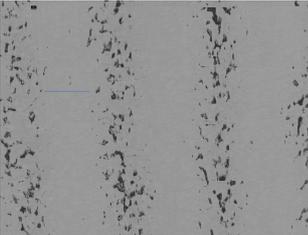
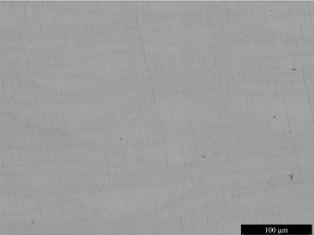
Il modulo di Young calcolato con questo metodo viene detto ridotto: è proporzionale alla rigidità di contatto S e inversamente proporzionale alla radice quadrata dell'area di contatto A . Esso tiene conto del ritorno elastico legato alle deformazioni in tutto lo spazio e deve essere depurato dei contributi nei piani diversi da quelli in cui viene applicato il carico per ottenere il modulo di Young effettivo. [40]

4 RISULTATI

4.1 DENSITÀ OTTENUTA CON ANALISI OTTICA DEL JOB 1

I risultati delle analisi di densità e microstruttura sono riassunti in Tabella 5 assieme alle rappresentazioni delle strategie di scansione usate per ogni campione:

N	Strategia scansione	Immagine strategia scansione	Immagine campione globale	Particolare	Densità
1	ISOLE 5X5 mm, Ruotate di 90° e con <i>shift</i> di 1 mm ogni layer.				99,656%
2	Strategia "FULL" unidirezio nale (1D), senza rotazione tra un layer e l'altro.				94,127%
3	Strategia "FULL" bidirezio nale (2D), senza rotazione tra un layer e l'altro.				93,929%

4	<p>Strategia "FULL" Meander, senza rotazione tra un layer e l'altro.</p>				95,155%
5	<p>Strategia "STRIP 5", unidirezio nale (1D) ,senza rotazione tra un layer e l'altro.</p>				95,180%
6	<p>Strategia "STRIP 5", Bidirezio nale (2D) ,senza rotazione tra un layer e l'altro.</p>				95,894%
7	<p>Strategia "STRIP 5", Meander ,senza rotazione tra un layer e l'altro.</p>				95,894%

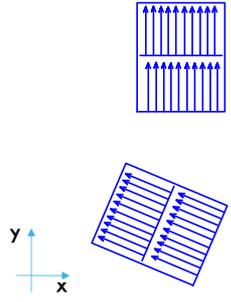
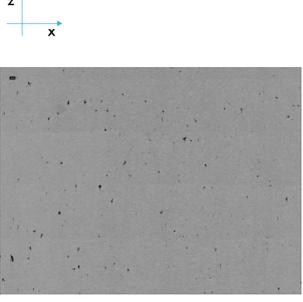
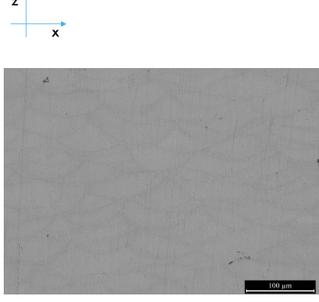
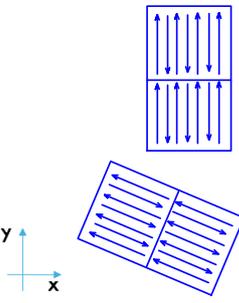
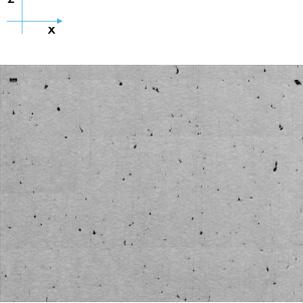
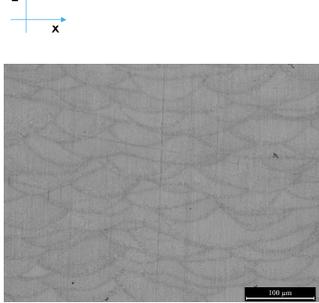
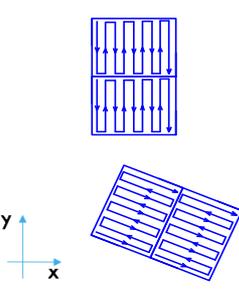
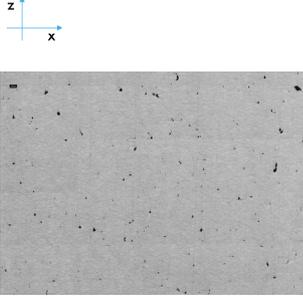
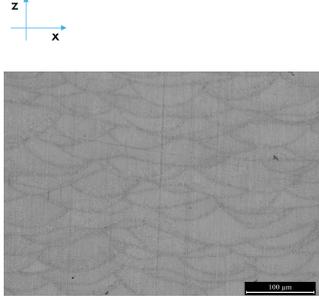
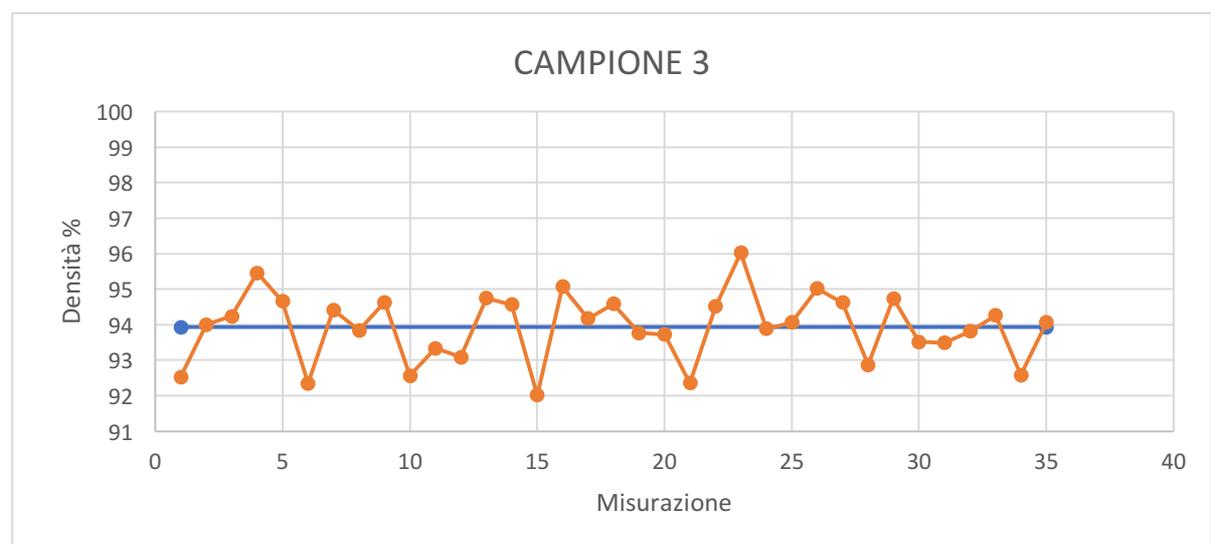
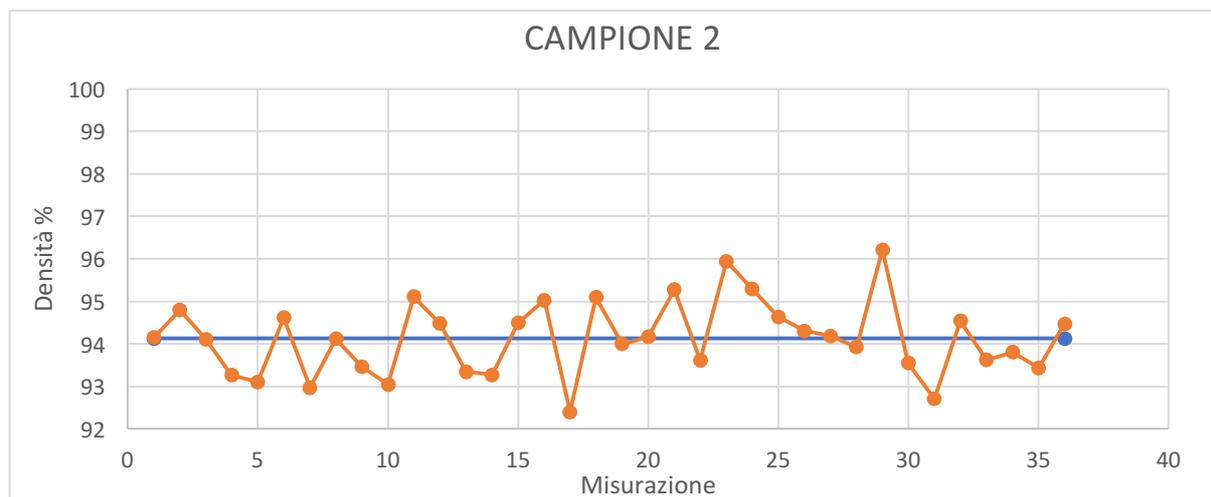
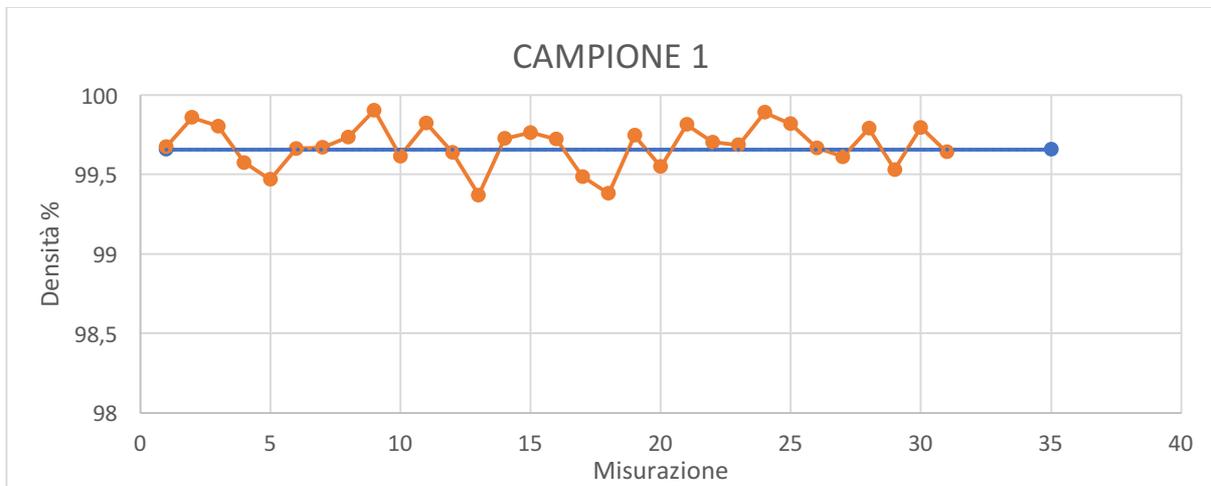
8	Strategia "STRIP 5", unidirezionale (1D), con rotazione di 67° tra un layer e l'altro.				99,697%
9	Strategia "STRIP 5", bidirezionale (2D), con rotazione di 67° tra un layer e l'altro.				99,544%
10	Strategia "STRIP 5", Meander, con rotazione di 67° tra un layer e l'altro.				99,535%

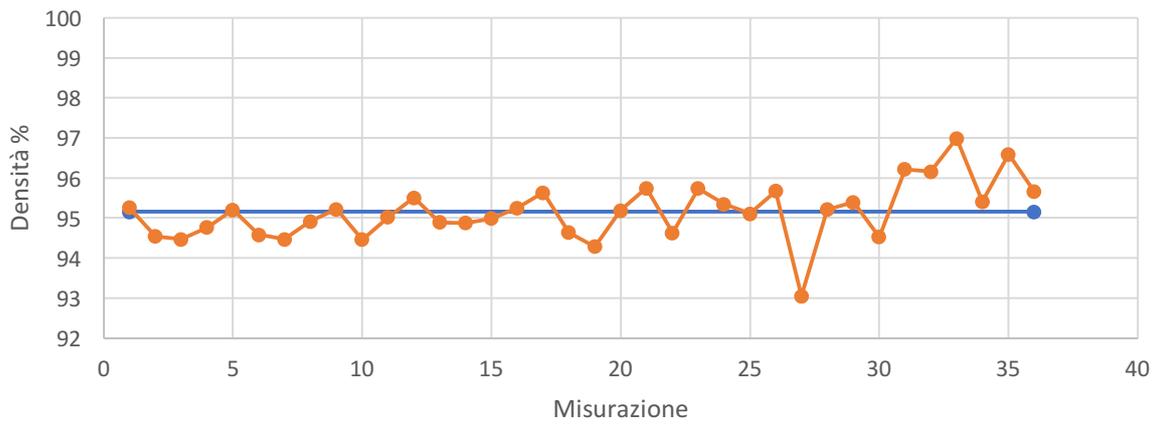
Tabella 5-Dati analisi ottica JOB 1

A livello di microstruttura è possibile notare le diverse forme e disposizioni delle tracce dei "melt pool" a seconda della strategia di scansione adottata. Anche le porosità variano la loro disposizione all'interno del campione in funzione della strategia di scansione come è ben evidenziato dai campioni 2,3,4.

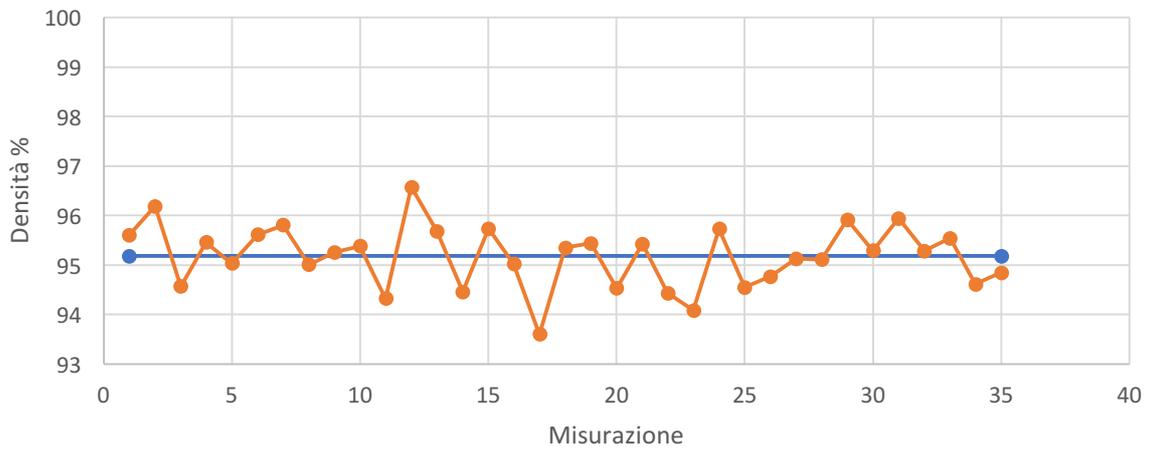
Le densità ottenute dall'analisi di immagine sono state correlate alle deviazioni standard provenienti dalle analisi delle singole immagini (almeno 30 per ogni campione). Per completezza vengono riportati i grafici delle singole misurazioni per ogni campione del "JOB 1" (Figura 42).



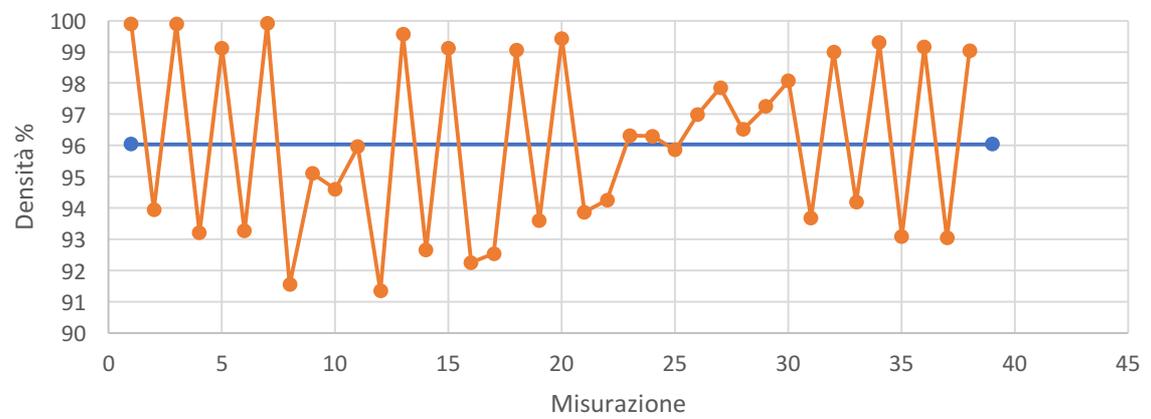
CAMPIONE 4

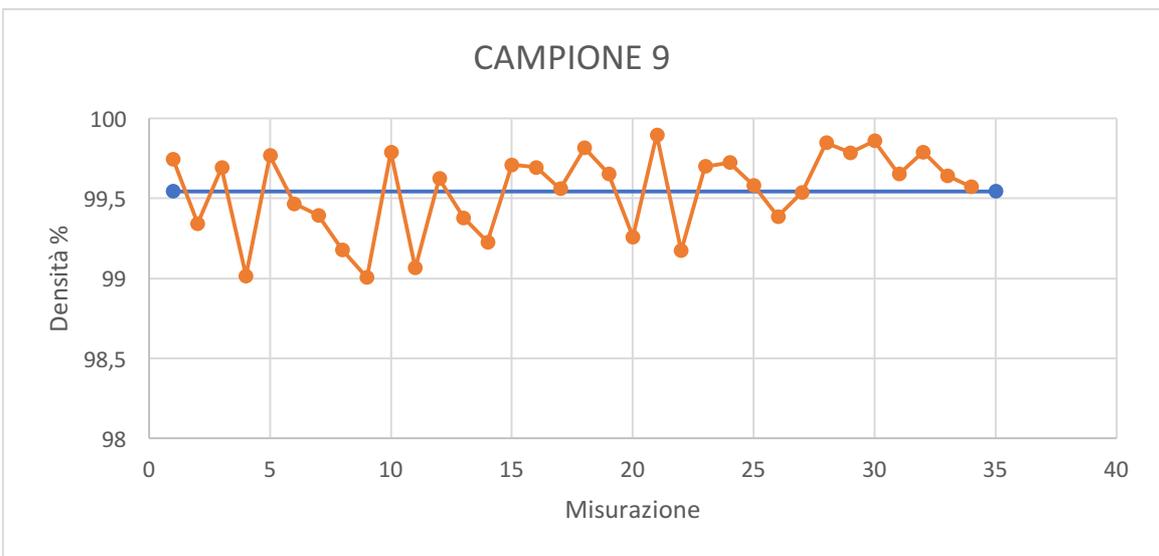
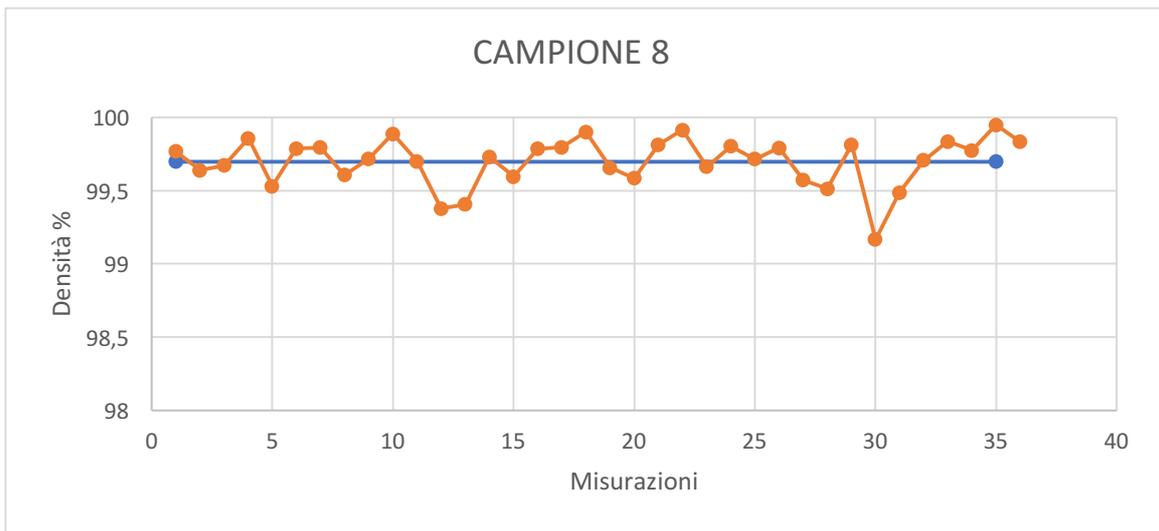
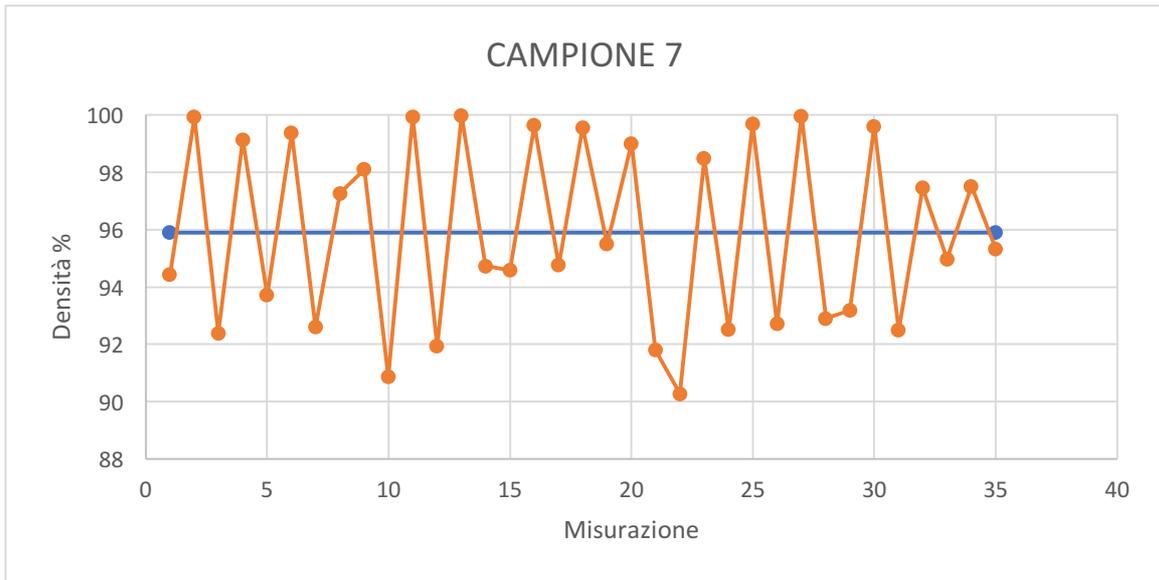


CAMPIONE 5



CAMPIONE 6





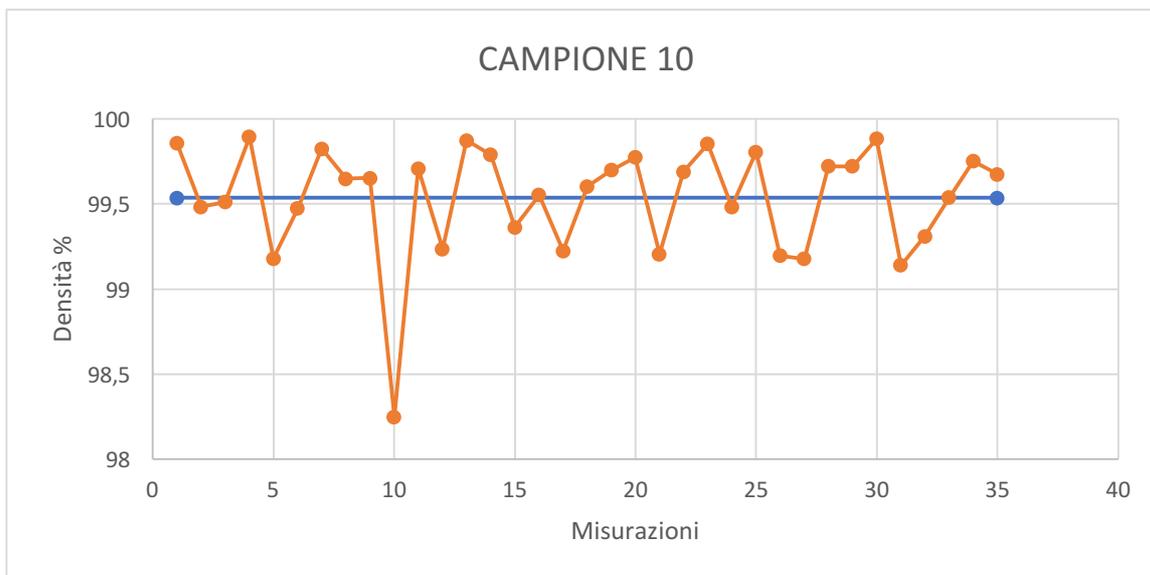


Figura 42- Grafici delle misurazioni per l'analisi ottica del "JOB 1"

Dai dati riportati si ricava lo scarto tipo o deviazione standard, per ogni campione. I valori ottenuti sono riportati in Tabella 6:

CAMPIONE	Densità Media	Scarto Tipo
1	99,650	0,160
2	94,127	0,880
3	93,929	0,950
4	95,153	0,716
5	95,180	0,630
6	96,043	2,792
7	95,894	3,190
8	99,697	0,167
9	99,544	0,258
10	99,535	0,327

Tabella 6-Risultati del "JOB 1" (analisi ottica)

Dai grafici e dalla Tabella 6 riportante medie e deviazione standard si può notare una dispersione dei risultati più contenuta per i campioni con più elevata densità, mentre per quelli che presentano densità minori questa sale, fino ad arrivare a un massimo di +/- 3,1 % per il campione n°7.

Correlando le densità così ottenute e utilizzando il dato della deviazione standard come errore sulla

singola misurazione è possibile riassumere i risultati nel grafico seguente (Figura 43):

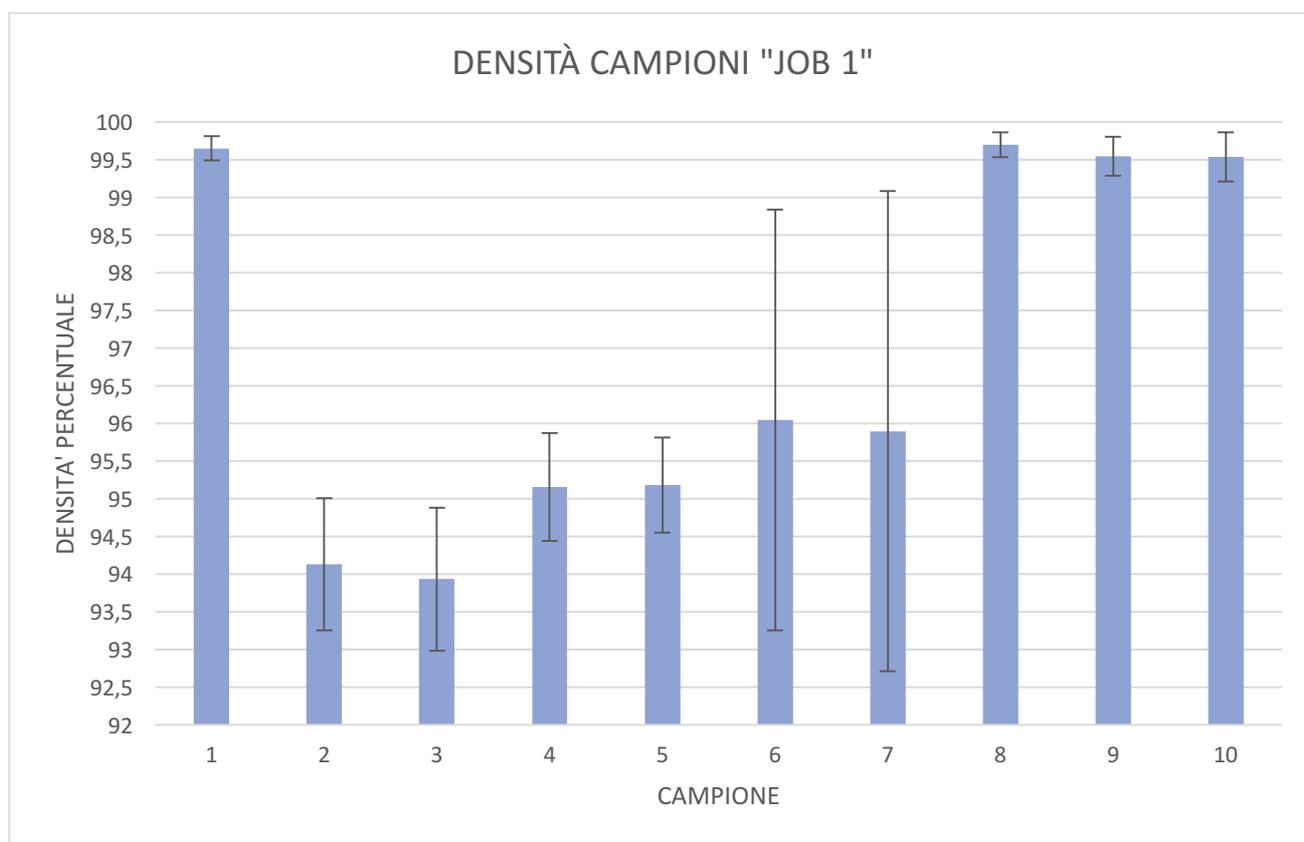


Figura 43- Grafico dei risultati dell'analisi ottica del JOB1

Dall'analisi ottica i campioni più densi risultano i campioni 1,8,9,10, che presentano tutti densità superiori al 99%, in particolare il campione più denso risulta il n°8. In generale si può notare come a parità di VED, la strategia di scansione faccia variare la densità anche di più del 5%.

4.2 DENSITÀ OTTENUTA CON ANALISI DI ARCHIMEDE DEL JOB 1

La metà residua dei campioni provenienti dal taglio è stata lucidata con carta P600 su tutte le facce ed è stata ripetuta tre volte la misurazione dei pesi per l'analisi di Archimede per ogni campione. Anche in questo caso è stato calcolato lo scarto tipo delle misurazioni e utilizzato come errore di misura per la grandezza mediata.

I risultati ottenuti sono riportati nella seguente tabella (Tabella 7), tenendo conto che la densità teorica del AlSi10Mg è pari a $2,68 \text{ g/cm}^3$ e come densità dell'acqua distillata è stato considerato un valore pari a $0,997 \text{ g/cm}^3$.

N°	P_{aria} [g]	P_{acqua} [g]	$P_{bagnato}$ [g]	Densità di Archimede, apparente [g/cm ³]	Densità geometrica [g/cm ³]	Porosità aperte (%)	Porosità chiuse (%)	Porosità totali (%)	Densità di Archimede, apparente percentuale della densità teorica (%)	Densità geometrica percentuale
1	0,6372	0,4002	0,6385	2,681	2,666	0,5	0,0	0,5	100,0	99,5
1	0,6371	0,3985	0,6380	2,662	2,652	0,4	0,7	1,0	99,3	99,0
1	0,6371	0,3981	0,6389	2,658	2,638	0,7	0,8	1,6	99,2	98,4
2	0,6359	0,3837	0,6374	2,514	2,499	0,6	6,2	6,8	93,8	93,2
2	0,6357	0,3841	0,6369	2,519	2,507	0,5	6,0	6,5	94,0	93,5
2	0,6357	0,3836	0,6371	2,514	2,500	0,6	6,2	6,7	93,8	93,3
3	0,8187	0,4952	0,8224	2,523	2,495	1,1	5,8	6,9	94,1	93,1
3	0,8187	0,4933	0,823	2,508	2,476	1,3	6,3	7,6	93,6	92,4
3	0,8188	0,4948	0,8196	2,520	2,513	0,2	6,0	6,2	94,0	93,8
4	0,4668	0,283	0,4685	2,532	2,509	0,9	5,5	6,4	94,5	93,6
4	0,4668	0,2843	0,4679	2,550	2,535	0,6	4,8	5,4	95,2	94,6
4	0,4667	0,2838	0,4677	2,544	2,530	0,5	5,0	5,6	94,9	94,4
5	0,6144	0,3735	0,6158	2,543	2,528	0,6	5,1	5,7	94,9	94,3
5	0,6143	0,3728	0,6136	2,536	2,543	-0,3	5,4	5,1	94,6	94,9
5	0,6144	0,3729	0,6158	2,536	2,522	0,6	5,3	5,9	94,6	94,1
6	0,6392	0,3887	0,64	2,544	2,536	0,3	5,1	5,4	94,9	94,6
6	0,6392	0,3888	0,6399	2,545	2,538	0,3	5,0	5,3	95,0	94,7
6	0,6393	0,3883	0,6402	2,539	2,530	0,4	5,2	5,6	94,8	94,4
7	0,5535	0,3385	0,5553	2,567	2,545	0,8	4,2	5,0	95,8	95,0
7	0,5536	0,3375	0,5558	2,554	2,528	1,0	4,7	5,7	95,3	94,3
7	0,5535	0,3369	0,5542	2,548	2,540	0,3	4,9	5,2	95,1	94,8
8	0,541	0,3369	0,5415	2,643	2,636	0,2	1,4	1,6	98,6	98,4

8	0,541	0,3375	0,5421	2,651	2,636	0,5	1,1	1,6	98,9	98,4
8	0,5409	0,3372	0,5419	2,647	2,634	0,5	1,2	1,7	98,8	98,3
9	0,6663	0,4155	0,6678	2,649	2,633	0,6	1,2	1,8	98,8	98,2
9	0,6663	0,4151	0,6675	2,645	2,632	0,5	1,3	1,8	98,7	98,2
9	0,6664	0,4148	0,6668	2,641	2,637	0,2	1,5	1,6	98,5	98,4
10	0,6454	0,4038	0,6465	2,663	2,651	0,5	0,6	1,1	99,4	98,9
10	0,6455	0,4025	0,6469	2,648	2,633	0,6	1,2	1,7	98,8	98,3
10	0,6454	0,4018	0,6458	2,641	2,637	0,2	1,4	1,6	98,6	98,4

Tabella 7-Dati dell'analisi di Archimede del JOB 1

Calcolando lo scarto tipo delle misurazioni e riportando i dati in una tabella riassuntiva (Tabella 8) si ottiene:

Campione	Densità Media (%)	Scarto tipo
1	98,95	0,524
2	93,36	0,163
3	93,08	0,702
4	94,20	0,516
5	94,44	0,414
6	94,57	0,148
7	94,69	0,322
8	98,34	0,038
9	98,27	0,089
10	98,52	0,353

Tabella 8-Riassunto risultati derivanti dall'Analisi di Archimede del "JOB 1"

Vengono riportati i risultati così ottenuti in un grafico (Figura 44):

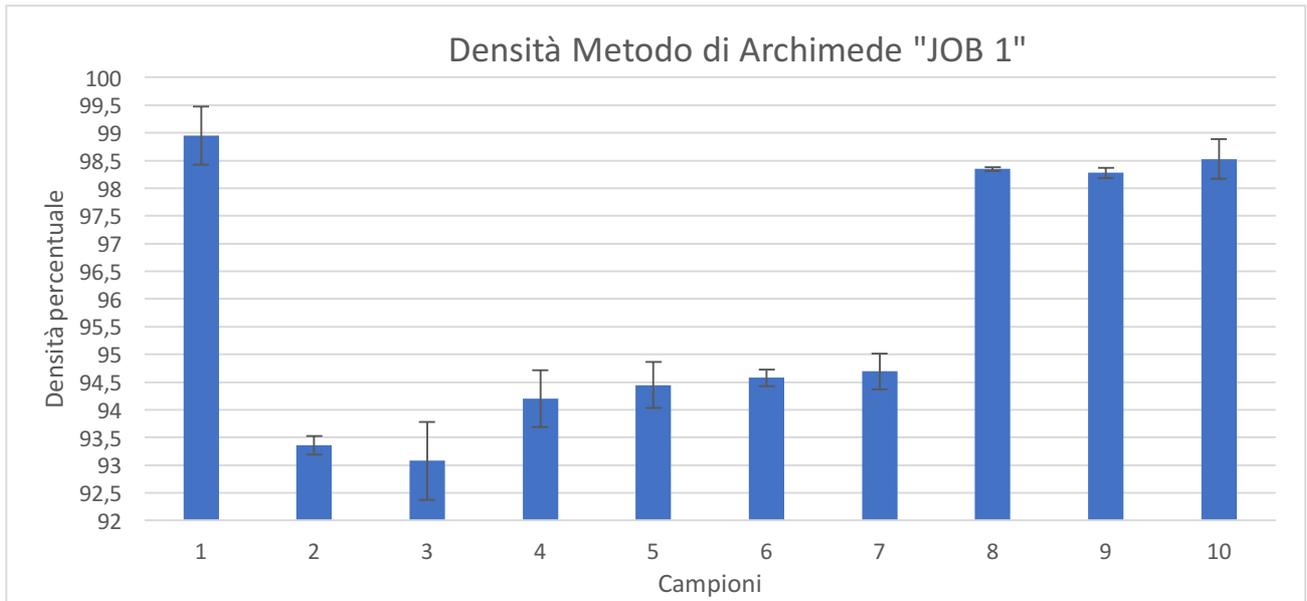


Figura 44-Risultati derivanti dall'analisi di Archimede del "JOB 1"

Come si può notare dal grafico, anche dall'analisi di Archimede, i campioni con migliori densità risultano essere l'1,8,9,10. In assoluto il campione 1 risulta, da questa analisi, quello con densità maggiore, tuttavia essa risulta inferiore al 99%.

In questo caso è possibile notare deviazioni standard massime di 0,7% e quindi più contenute di quelle riscontrate nell'analisi ottica.

4.3 CONFRONTO DENSITÀ CON ANALISI OTTICA E ANALISI DI ARCHIMEDE DEL JOB 1

È possibile confrontare i risultati ottenuti con le due metodologie di calcolo della densità (Figura 45):

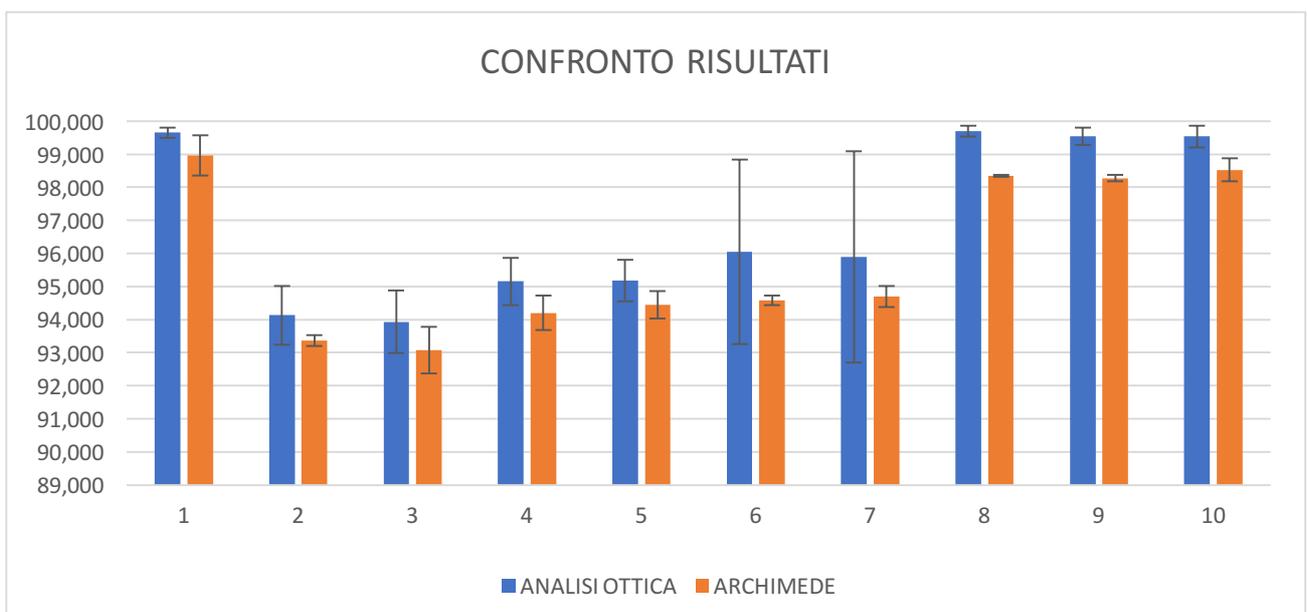


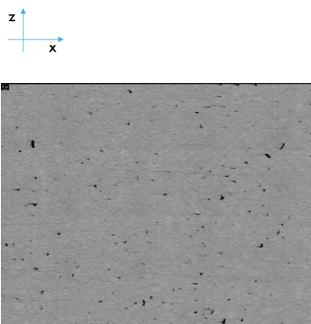
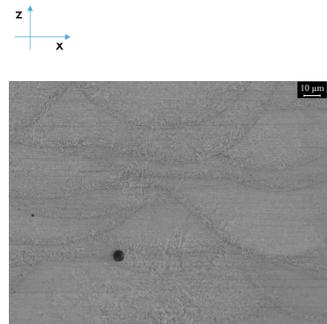
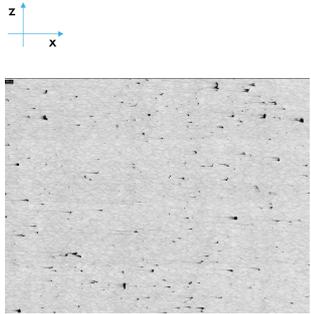
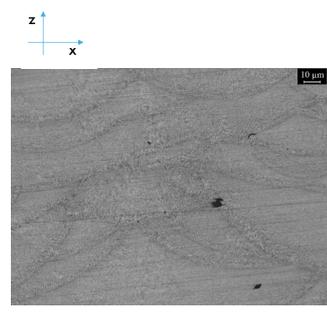
Figura 45- Confronto dei risultati ottenuti con analisi ottica e analisi di Archimede del JOB 1

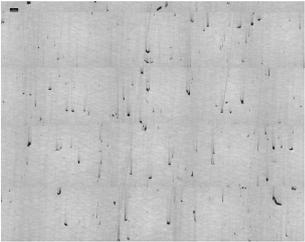
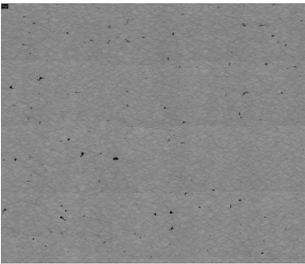
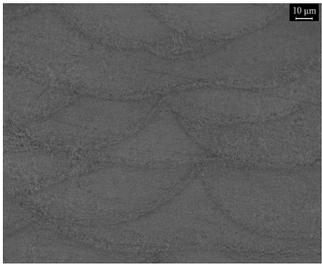
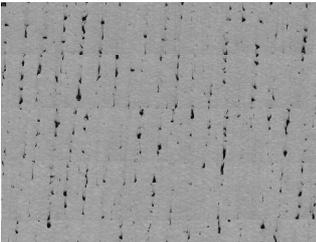
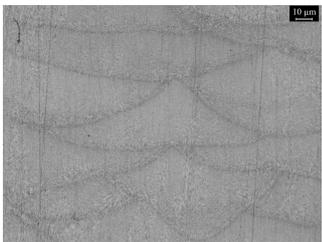
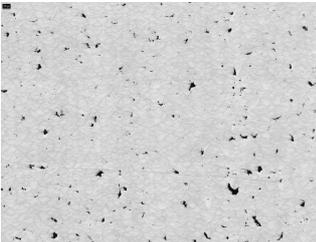
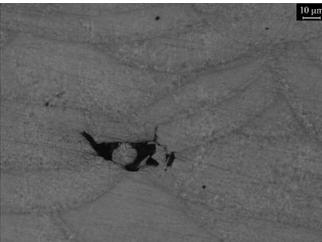
Dal grafico mostrato si può notare lo stesso andamento generale. Le densità calcolate con il Metodo Di Archimede risultano in generale minori di quelle calcolate con analisi ottica: infatti, si riscontra fino a un punto e mezzo percentuale di differenza di densità.

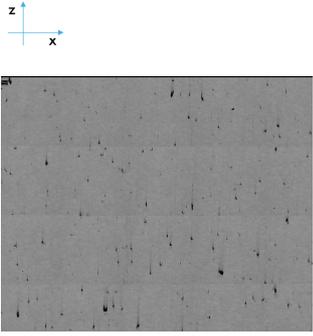
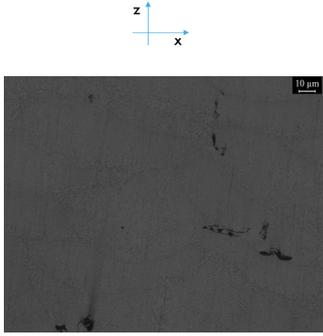
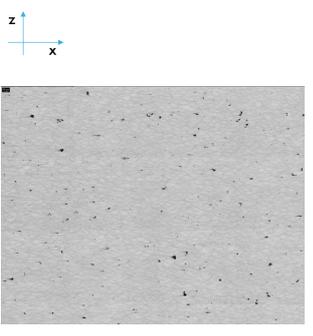
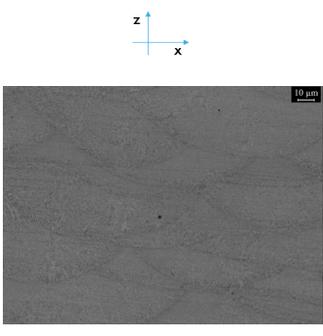
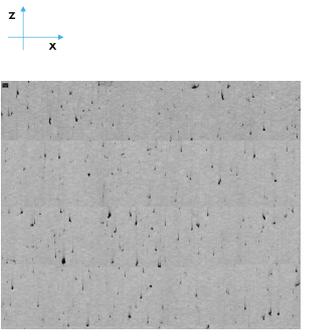
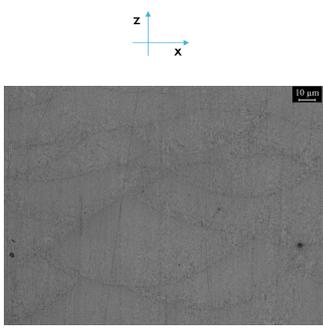
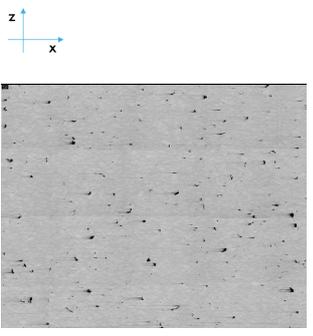
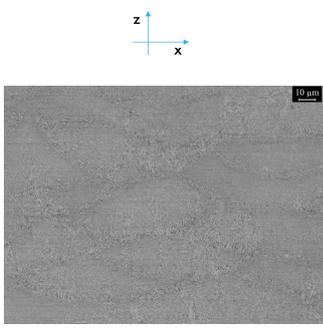
4.4 DENSITÀ OTTENUTA CON ANALISI OTTICA DEL JOB 2

I campioni del “JOB 2” sono stati rimossi dalla macchina ripuliti dalla polvere e separati dalla piattaforma di costruzione come per i campioni del “JOB 1”.

Attraverso il microscopio ottico sono state catturate delle immagini del campione, come per i campioni del job precedente, ed analizzate per calcolarne la densità. Queste misurazioni sono state riassunte in Tabella 9:

N	Strategia scansione	VED, Hd, Velocità	Immagine campione globale	Particolare	Densità
1	ISOLE 5X5 mm, Ruotate di 90° e con <i>shift</i> di 1 mm ogni layer.	VED= 80,4 J/mm ³ Hd= 0,105 mm Vel= 750 mm/s			99,399%
2	ISOLE 5X5 mm, Ruotate di 90° e con <i>shift</i> di 1 mm ogni layer.	VED= 71,0 J/mm ³ Hd= 0,105 mm Vel= 850 mm/s			99,152%

3	ISOLE 5X5 mm, Ruotate di 90° e con <i>shift</i> di 1 mm ogni layer.	VED= 63,5 J/mm ³ Hd= 0,105 mm Vel= 950 mm/s			99,122%
4	ISOLE 5X5 mm, Ruotate di 90° e con <i>shift</i> di 1 mm ogni layer.	VED= 84,7 J/mm ³ Hd= 0,115 mm Vel= 650 mm/s			99,588%
5	ISOLE 5X5 mm, Ruotate di 90° e con <i>shift</i> di 1 mm ogni layer.	VED= 77,9 J/mm ³ Hd= 0,125 mm Vel= 650 mm/s			98,488%
6	ISOLE 5X5 mm, Ruotate di 90° e con <i>shift</i> di 1 mm ogni layer.	VED= 77,9 J/mm ³ Hd= 0,135 mm Vel= 650 mm/s			99,020%

7	Strategia "STRIP 5", Meander ,con rotazione di 67° tra un layer e l'altro.	VED= 80,4 J/mm ³ Hd= 0,105 mm Vel= 750 mm/s			99,379%
8	Strategia "STRIP 5", Meander ,con rotazione di 67° tra un layer e l'altro.	VED= 71,0 J/mm ³ Hd= 0,105 mm Vel= 850 mm/s			99,359%
9	Strategia "STRIP 5", Meander ,con rotazione di 67° tra un layer e l'altro.	VED= 63,5 J/mm ³ Hd= 0,105 mm Vel= 950 mm/s			99,322%
10	Strategia "STRIP 5", Meander ,con rotazione di 67° tra un layer e l'altro.	VED= 84,7 J/mm ³ Hd= 0,115 mm Vel= 650 mm/s			99,406%

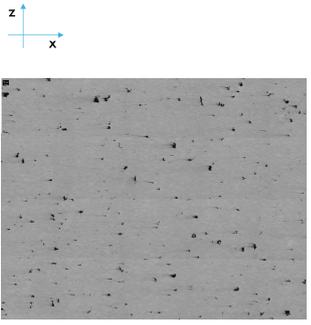
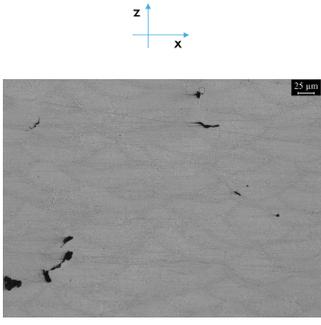
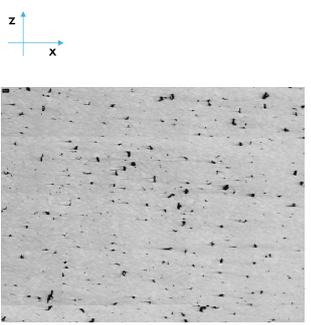
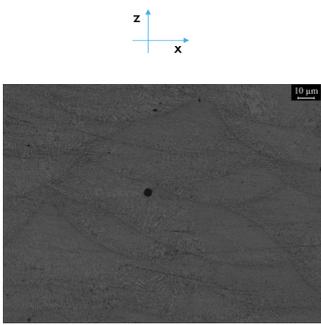
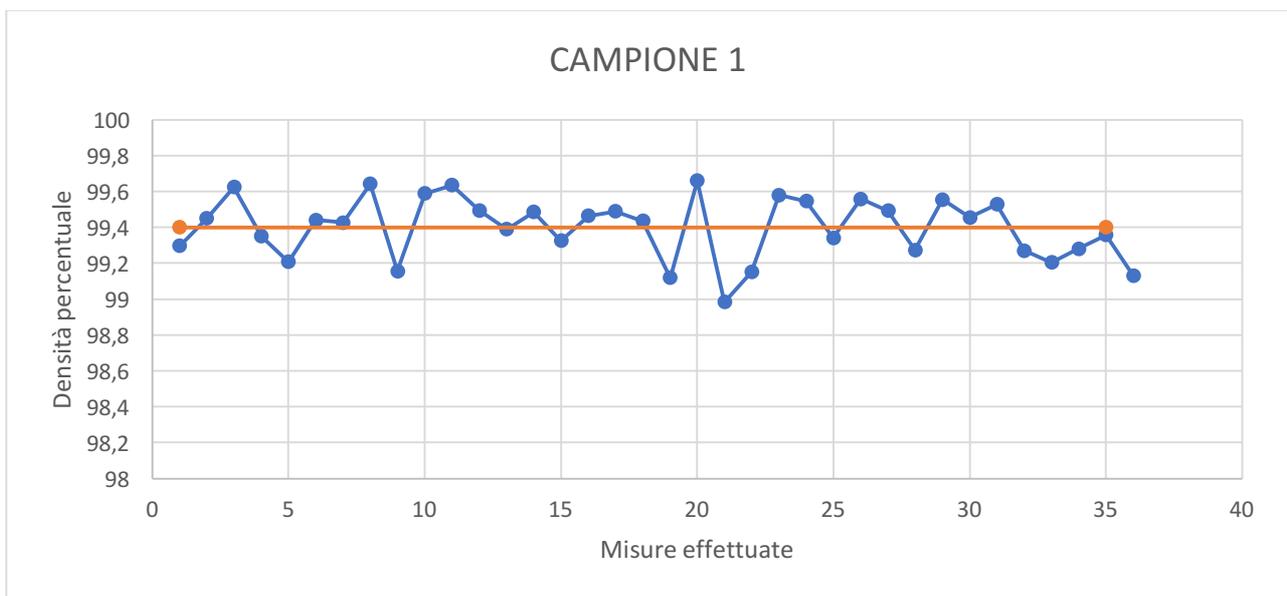
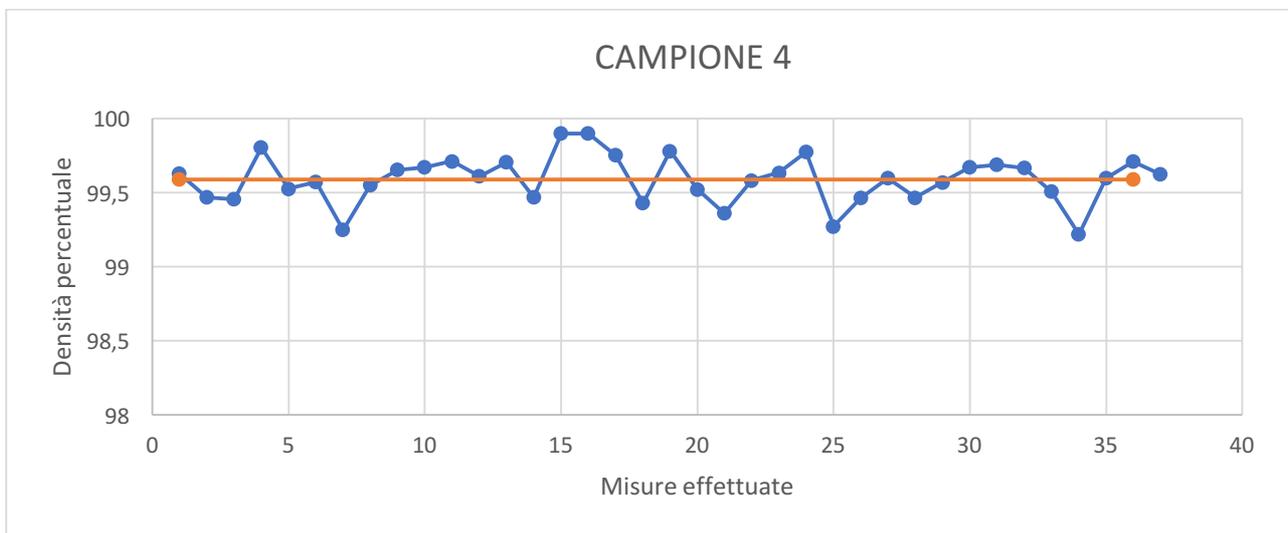
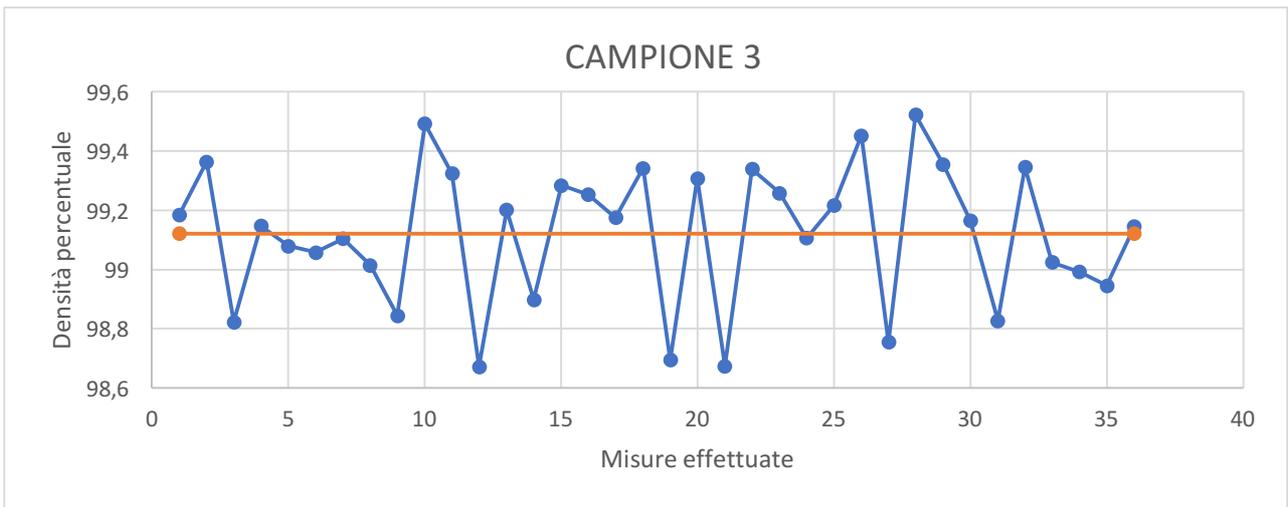
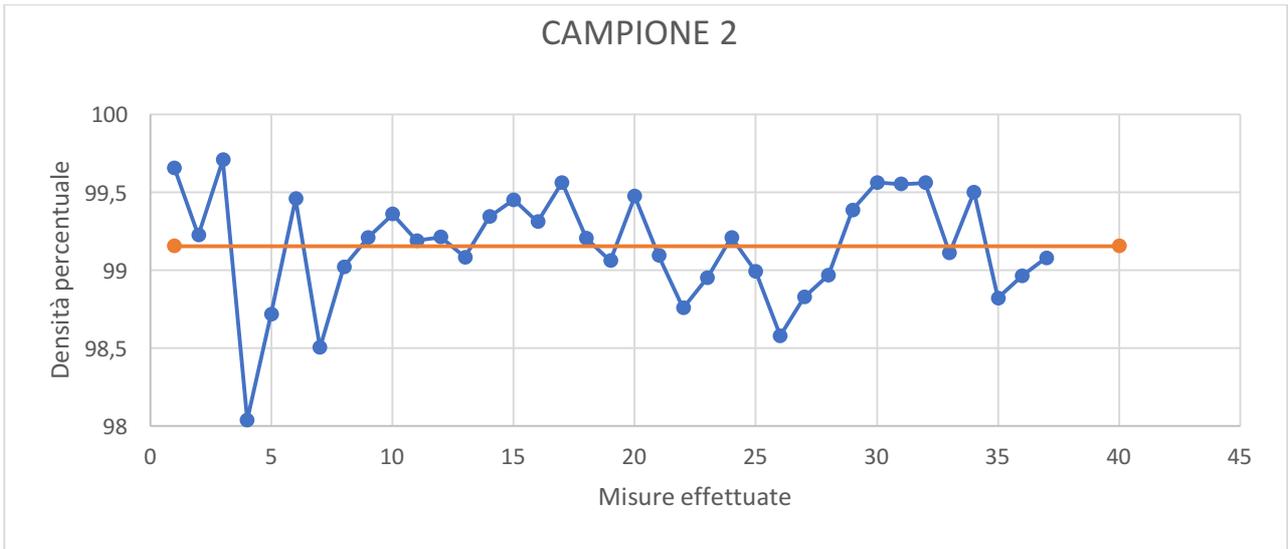
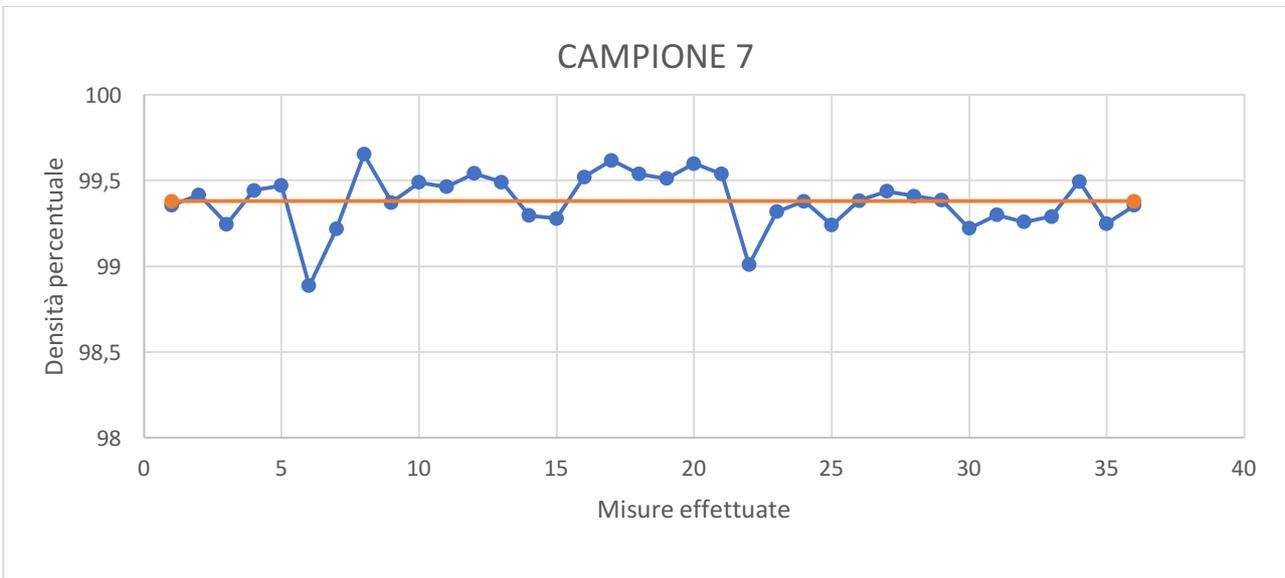
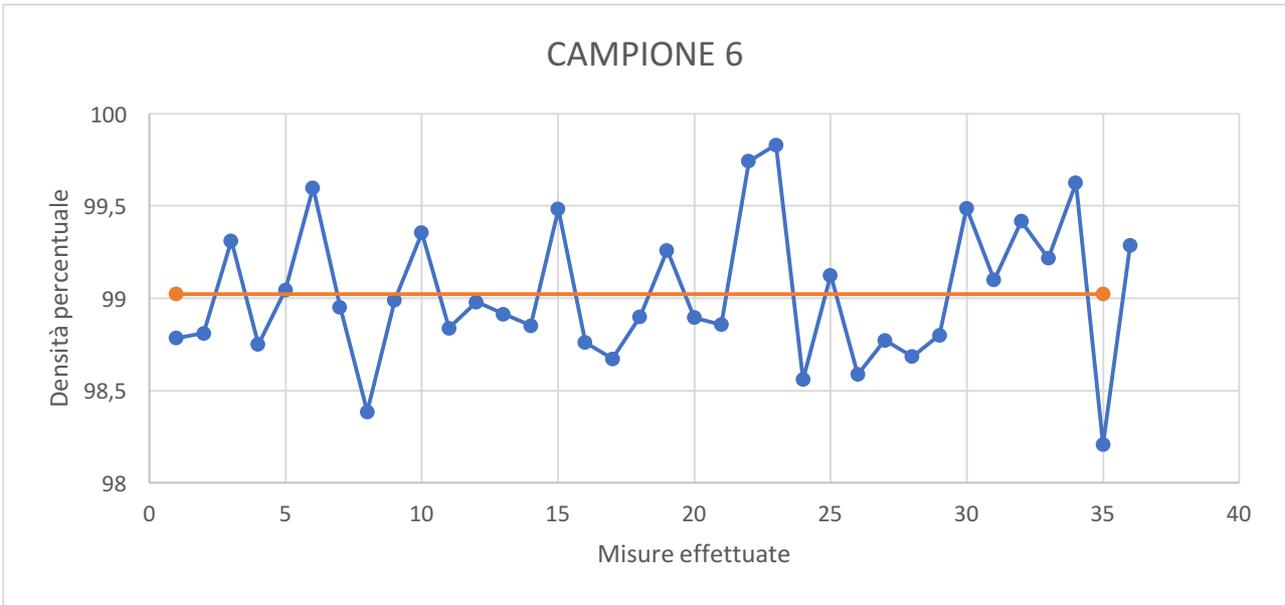
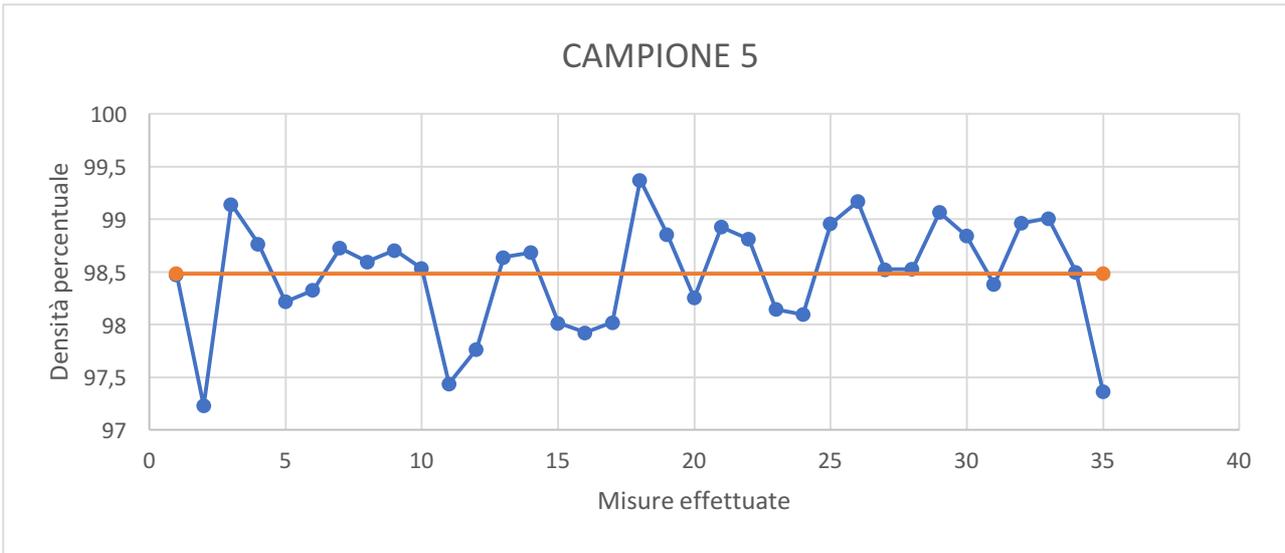
11	Strategia "STRIP 5", Meander, con rotazione di 67° tra un layer e l'altro.	VED= 77,9 J/mm ³ Hd= 0,125 mm Vel= 650 mm/s			99,315%
12	Strategia "STRIP 5", Meander, con rotazione di 67° tra un layer e l'altro.	VED= 77,9 J/mm ³ Hd= 0,135 mm Vel= 650 mm/s			99,004%

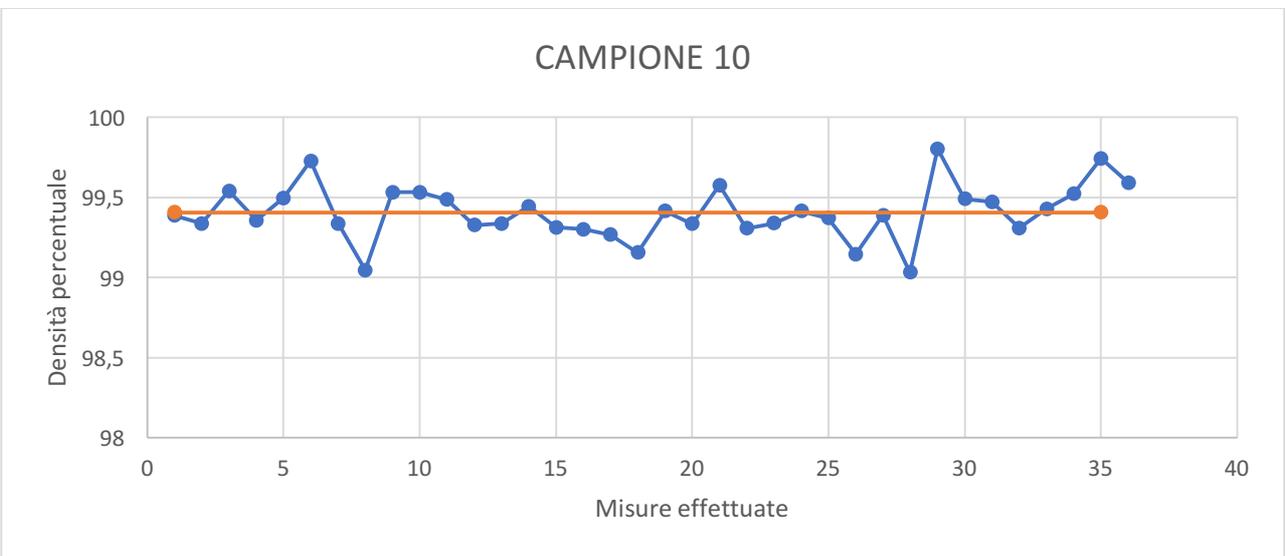
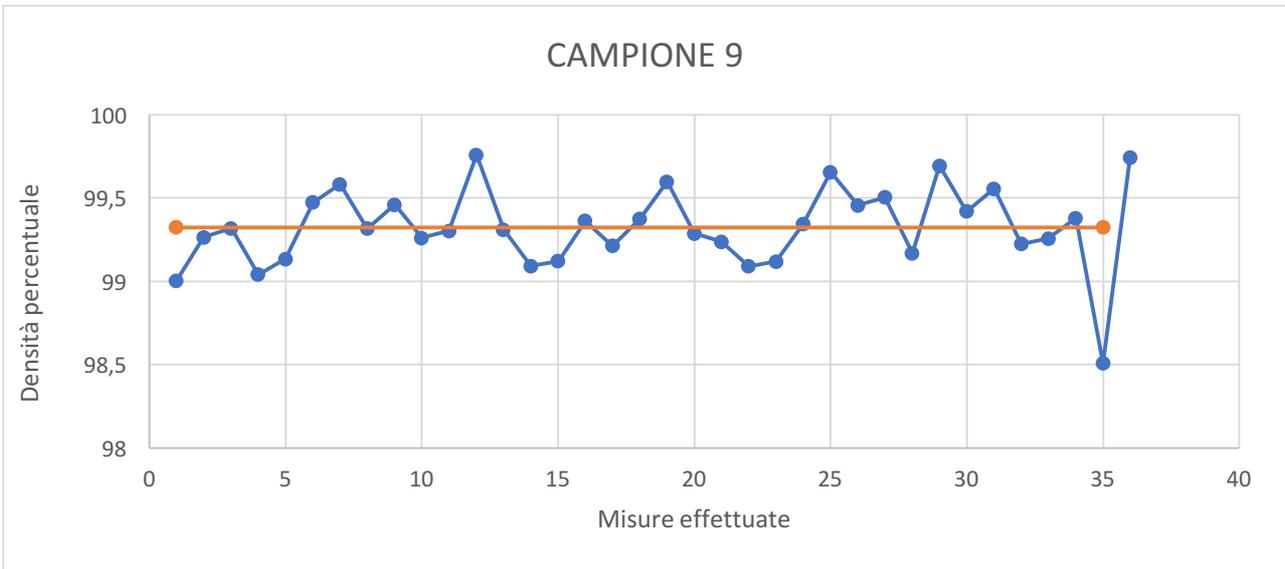
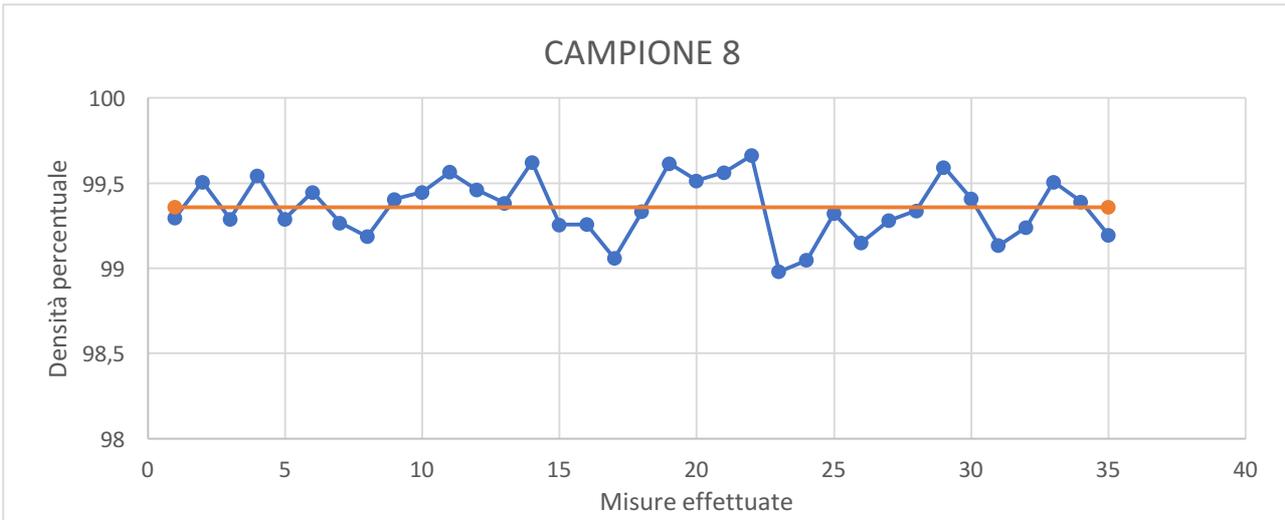
Tabella 9-Dati dell'analisi di immagine del JOB 2

Le densità così ottenute sono state correlate alle deviazioni standard provenienti dall'analisi ottica delle singole immagini (almeno 30 per ogni campione). Per completezza vengono riportati i grafici (Figura 46) delle singole misurazioni per ogni campione del "JOB 2".









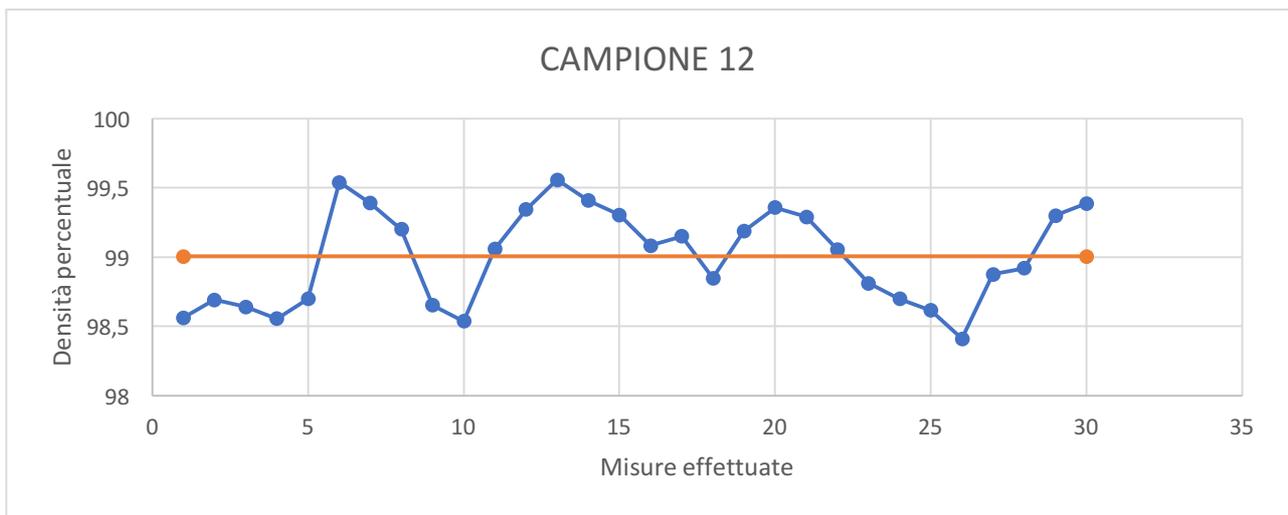
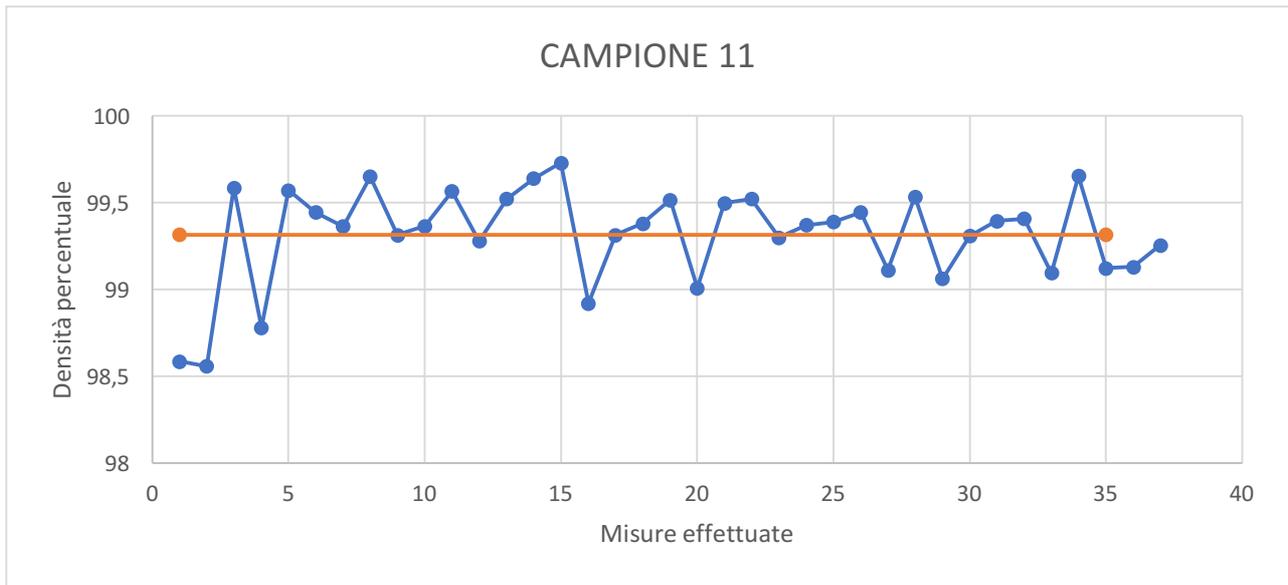


Figura 46-Grafici delle misurazioni del "JOB 2"

Dai dati presentati si ricava lo scarto tipo o deviazione standard per ogni campione che viene riportato in tabella (Tabella 10):

Campione	Densità ottica	Deviazione standard
1	99,399	0,1708
2	99,152	0,3547
3	99,122	0,2348

4	99,588	0,1618
5	98,488	0,5278
6	99,020	0,3792
7	99,379	0,1597
8	99,351	0,1755
9	99,322	0,2427
10	99,406	0,1709
11	99,315	0,2812
12	99,00	0,3423

Tabella 10-Risultati JOB 2 (analisi ottica)

Vengono di seguito riportati i risultati del JOB 2 associati ai campioni 1 e 10 del JOB 1 (Figura 47).

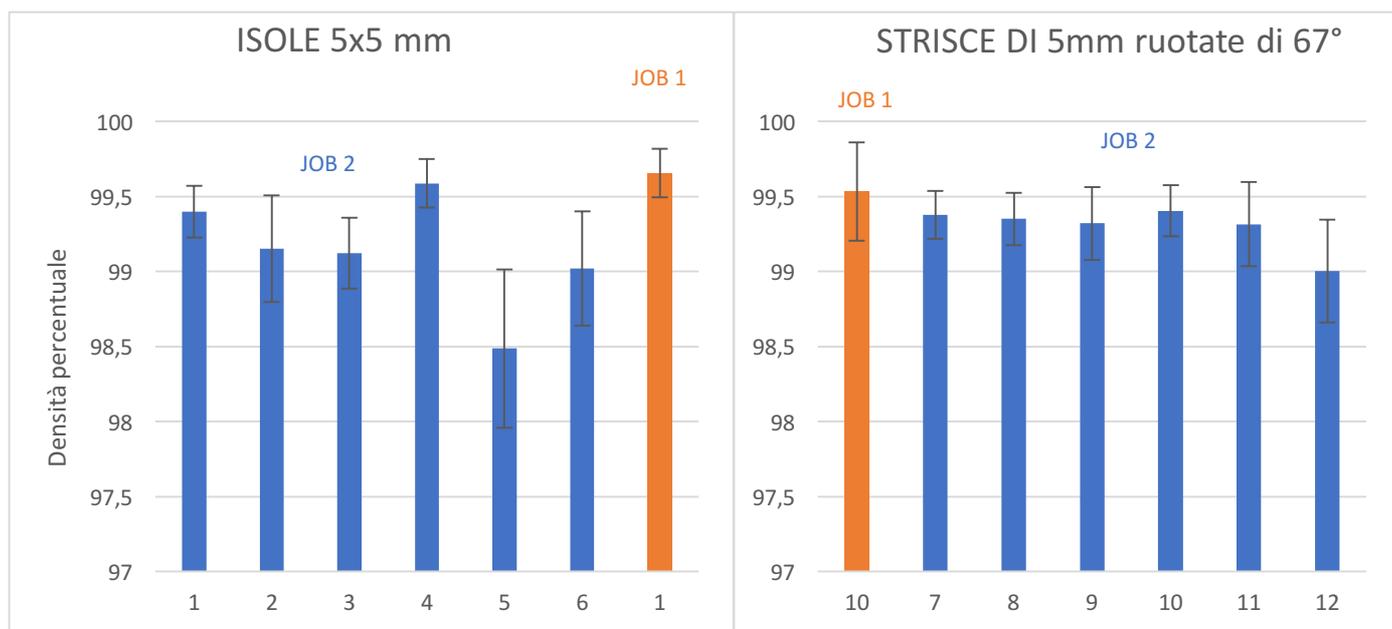


Figura 47-Risultato analisi ottica del JOB 2 in funzione della strategia di scansione adottata

Si può notare come le deviazioni standard risultano contenute, ovvero non maggiori di 0.53 punti percentuale. I campioni con maggiore densità, a parità di strategia di scansione, risultano quelli appartenenti al JOB 1.

In generale si riscontrano comunque densità maggiori del 99% ad eccezione del campione n°5 che presenta evidenti porosità, talvolta incolonnate.

Non si riscontrano grandi differenze in termini di densità pur avendo variato il VED anche in maniera significativa.

Per maggiore comprensione si possono riportare i grafici delle misurazioni in funzione della variazione di VED (Figura 48).

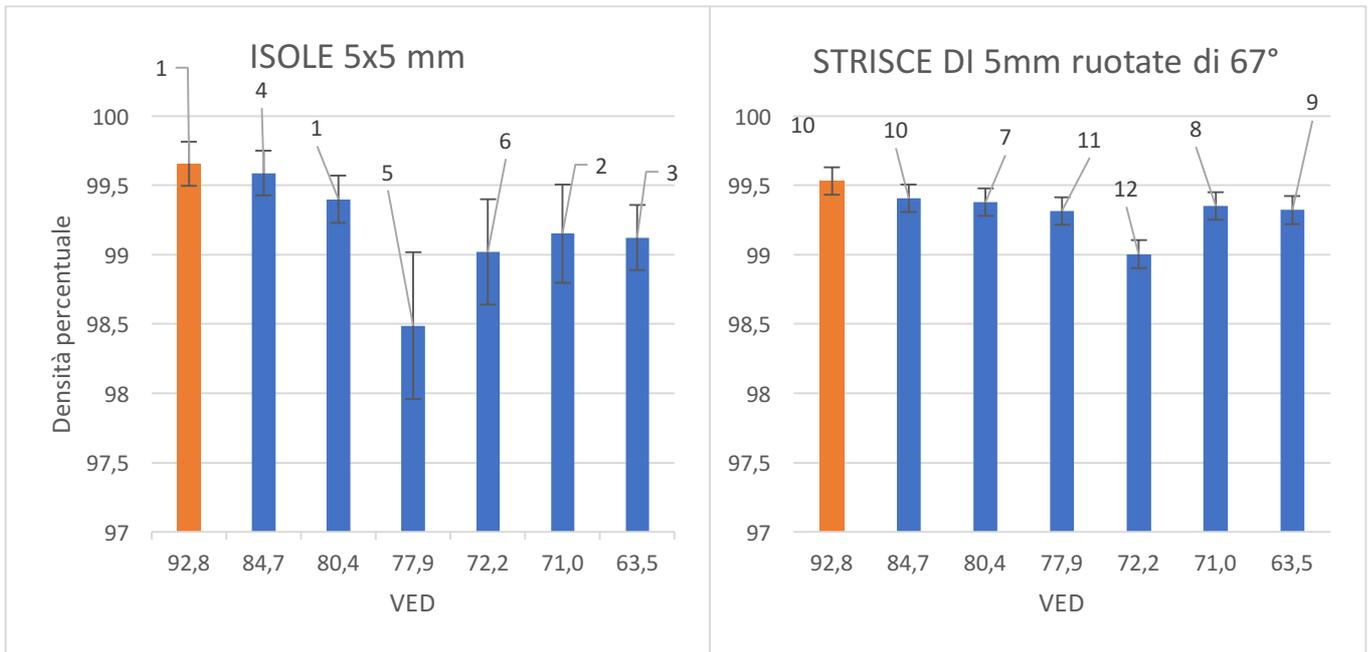


Figura 48-Risultati ottenuti dall'analisi ottica in funzione del VED per il JOB 2

Dal grafico riportato alla Figura 48 si nota che non vi è una correlazione diretta tra diminuzione di VED e diminuzione di densità, infatti il valore minimo di densità si ha per un VED di 77,9 J/mm³. In virtù di ciò è opportuno analizzare l'influenza maggiore o minore dei parametri Velocità e Hatching Distance sulla densificazione (Figura 49).

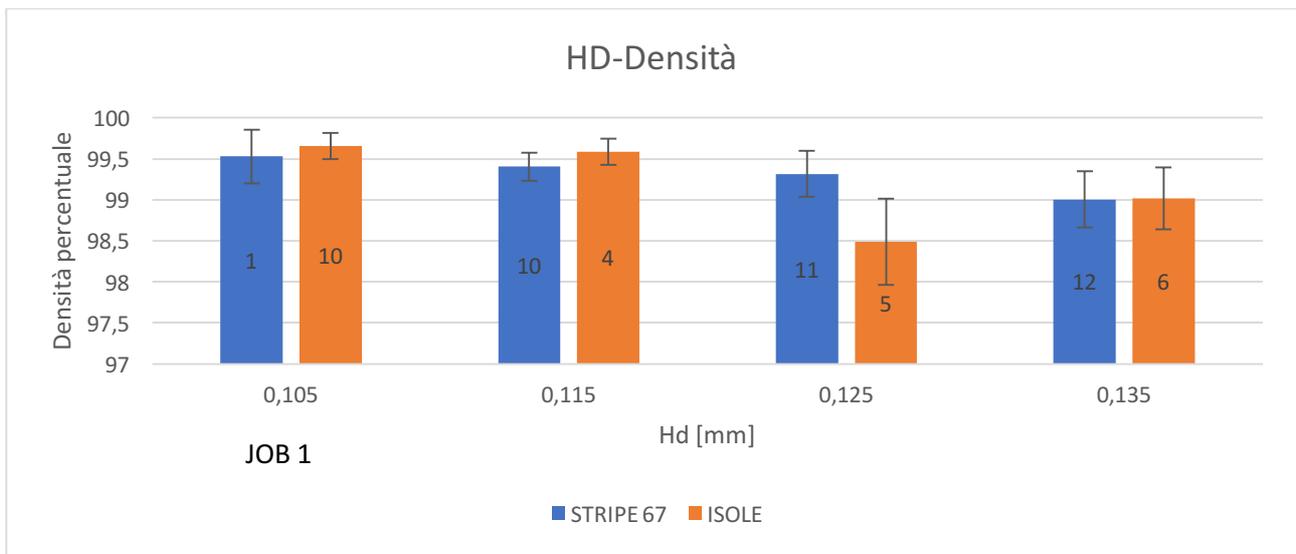


Figura 49-Grafico della densità dei campioni in funzione dell' Hd del "JOB 2"

Dal grafico riportato in Figura 49 si nota come via sia una notevole influenza dell'Hd sulla densificazione del materiale, che si attesta intorno all'1 punto percentuale per variazioni di 0.03 mm, sia nel caso di strategia di scansione a Isole che di strategia di scansione a Strip.

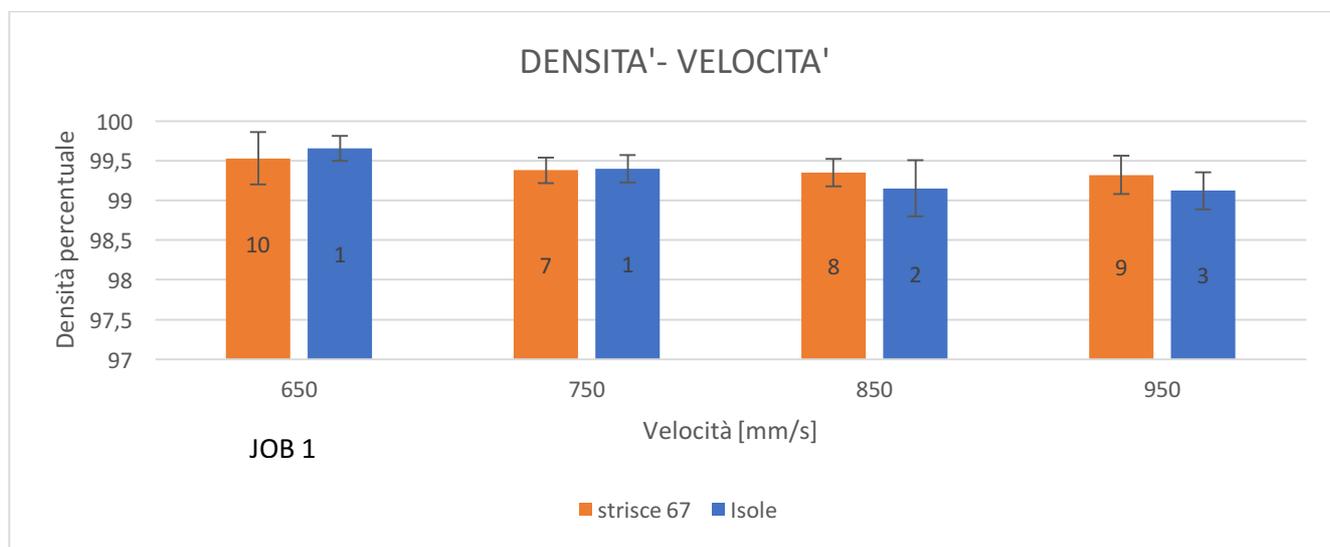


Figura 50-Grafico della densità dei campioni in funzione della velocità di scansione del JOB 2

Dal grafico riportato (Figura 50) si nota come via sia una minore influenza della velocità sulla densificazione del materiale. Essa si attesta intorno agli 0.16 punti percentuale per variazioni di 300 mm/s di velocità nel caso di strategia di scansione a Strip. Mentre nel caso di strategia a isole la differenza è di 0.5 punti percentuale per la stessa differenza di velocità.

4.5 DENSITÀ OTTENUTA CON ANALISI DI ARCHIMEDE DEL JOB 2

Analogamente a quanto fatto per il JOB 1 sono state condotte tre misure per ogni campione al fine di calcolarne la densità, che verrà poi correlata alla deviazione standard (Tabella 11).

N°	P_{aria} [g]	P_{acqua} [g]	$P_{bagnato}$ [g]	Densità di Archimede, apparente [g/cm ³]	Densità geometrica [g/cm ³]	Porosità aperte (%)	Porosità chiuse (%)	Porosità totali (%)	Densità di Archimede, apparente percentuale (%)	Densità geometrica percentuale (%)
1	842,2	528,3	845,4	2,675	2,648	1,0	0,2	1,2	99,8	98,8
1	842	528,1	845,5	2,674	2,645	1,1	0,2	1,3	99,8	98,7
1	842,2	526,2	842,9	2,657	2,651	0,2	0,8	1,1	99,1	98,9

2	826,3	515,2	827,6	2,648	2,637	0,4	1,2	1,6	98,8	98,4
2	826,1	516	827,2	2,656	2,647	0,4	0,9	1,2	99,1	98,8
2	826	515,9	827,8	2,656	2,640	0,6	0,9	1,5	99,1	98,5
3	946,9	591,0	949	2,653	2,637	0,6	1,0	1,6	99,0	98,4
3	946,8	590,6	948	2,650	2,641	0,3	1,1	1,4	98,9	98,6
3	946,9	591,1	948	2,653	2,645	0,3	1,0	1,3	99,0	98,7
4	811,3	507,5	812,1	2,662	2,656	0,3	0,7	0,9	99,3	99,1
4	811,2	506,9	812	2,658	2,651	0,3	0,8	1,1	99,2	98,9
4	811,5	507,7	812,5	2,663	2,654	0,3	0,6	1,0	99,4	99,0
5	699,3	434,9	700,9	2,637	2,621	0,6	1,6	2,2	98,4	97,8
5	699,2	435,2	699,8	2,641	2,635	0,2	1,5	1,7	98,5	98,3
5	699,4	435,2	700,8	2,639	2,625	0,5	1,5	2,0	98,5	98,0
6	810,1	507,4	812,6	2,668	2,646	0,8	0,4	1,3	99,6	98,7
6	810,1	505,5	810,9	2,652	2,645	0,3	1,1	1,3	98,9	98,7
6	810,2	505,3	811,9	2,649	2,635	0,6	1,1	1,7	98,9	98,3
7	807,2	504,2	807,6	2,656	2,653	0,1	0,9	1,0	99,1	99,0
7	806,9	504,1	807,3	2,657	2,653	0,1	0,9	1,0	99,1	99,0
7	806,9	504,4	807,7	2,659	2,652	0,3	0,8	1,0	99,2	99,0
8	919,8	575	921	2,660	2,650	0,3	0,8	1,1	99,2	98,9
8	919,7	574,1	919,9	2,653	2,652	0,1	1,0	1,1	99,0	98,9
8	919,9	574,6	920,7	2,656	2,650	0,2	0,9	1,1	99,1	98,9
9	904,1	565,8	906,4	2,664	2,646	0,7	0,6	1,3	99,4	98,7
9	903,8	564,3	904,3	2,654	2,650	0,1	1,0	1,1	99,0	98,9
9	904,1	564,5	905,2	2,654	2,646	0,3	1,0	1,3	99,0	98,7
10	820,4	515,1	823,1	2,679	2,656	0,9	0,0	0,9	100,0	99,1
10	820,2	511,7	820,8	2,651	2,646	0,2	1,1	1,3	98,9	98,7
10	820,5	512,2	821	2,653	2,649	0,2	1,0	1,2	99,0	98,8

11	900,2	561,7	900,7	2,651	2,647	0,1	1,1	1,2	98,9	98,8
11	900,1	562,3	901,3	2,657	2,647	0,4	0,9	1,2	99,1	98,8
11	900,4	562,5	902,1	2,657	2,643	0,5	0,9	1,4	99,1	98,6
12	790,1	492,3	791,5	2,645	2,633	0,5	1,3	1,8	98,7	98,2
12	790,3	492,8	792,1	2,649	2,633	0,6	1,2	1,8	98,8	98,2
12	790,8	492,2	792,1	2,640	2,629	0,4	1,5	1,9	98,5	98,1

Tabella 11-Dati dell'analisi di Archimede dei campioni del JOB 2

Mediando i dati e calcolando lo scarto tipo sulle misurazioni si ottiene la Tabella 12:

CAMPIONE	DENSITÀ	DEVIAZIONE STANDARD
1	98,808	0,120
2	98,557	0,180
3	98,550	0,151
4	99,014	0,091
5	98,022	0,257
6	98,577	0,236
7	98,983	0,017
8	98,905	0,033
9	98,786	0,091
10	98,884	0,180
11	98,732	0,215
12	98,188	0,191

Tabella 12-Risultato dell'analisi di Archimede del JOB 2

Vengono riportati nel grafico in Figura 51 i dati di media e scarto tipo delle misurazioni effettuate:

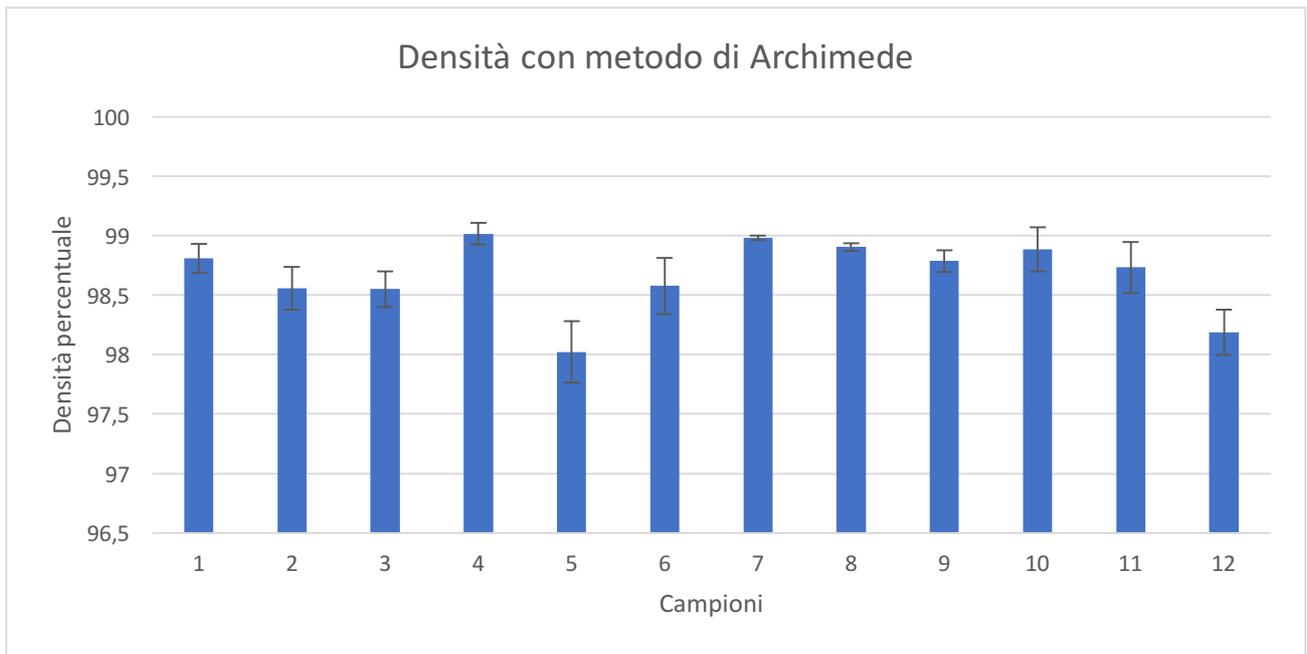


Figura 51-Grafico dei risultati delle densità ottenute con l'analisi di Archimede del "JOB 2"

Anche con questo metodo si riscontra una minore densità per il campione numero 5 e, per tutti i campioni, uno scarto tipo contenuto che non supera gli 0,24 punti percentuale. Quasi tutti i campioni presentano densità maggiori del 98,5% ad eccezione del campione n°5. La densità massima tra i campioni del JOB2 è riscontrabile nel campione n°4 ed è corrispondente al 99,385% della densità teorica. Tuttavia bisogna notare che se si prendono in considerazione anche i campioni 1 e 10 del JOB1, a differenza dell'analisi ottica, essi risultano meno densi del campione n°4 del JOB 2 (Figura 52).

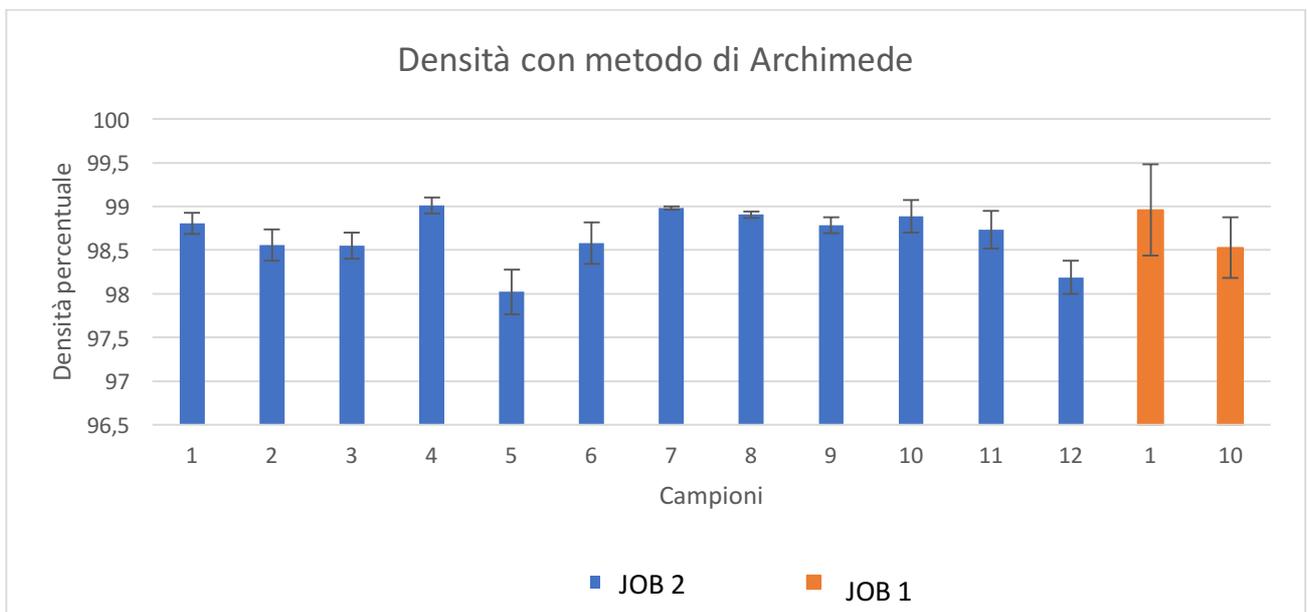


Figura 52-Grafico delle densità con metodo di Archimede del JOB2 e dei campioni 1 e10 del JOB 1

In virtù di quanto osservato dal grafico riportato sopra vengono mostrati i grafici che legano VED a densità (Figura 53):

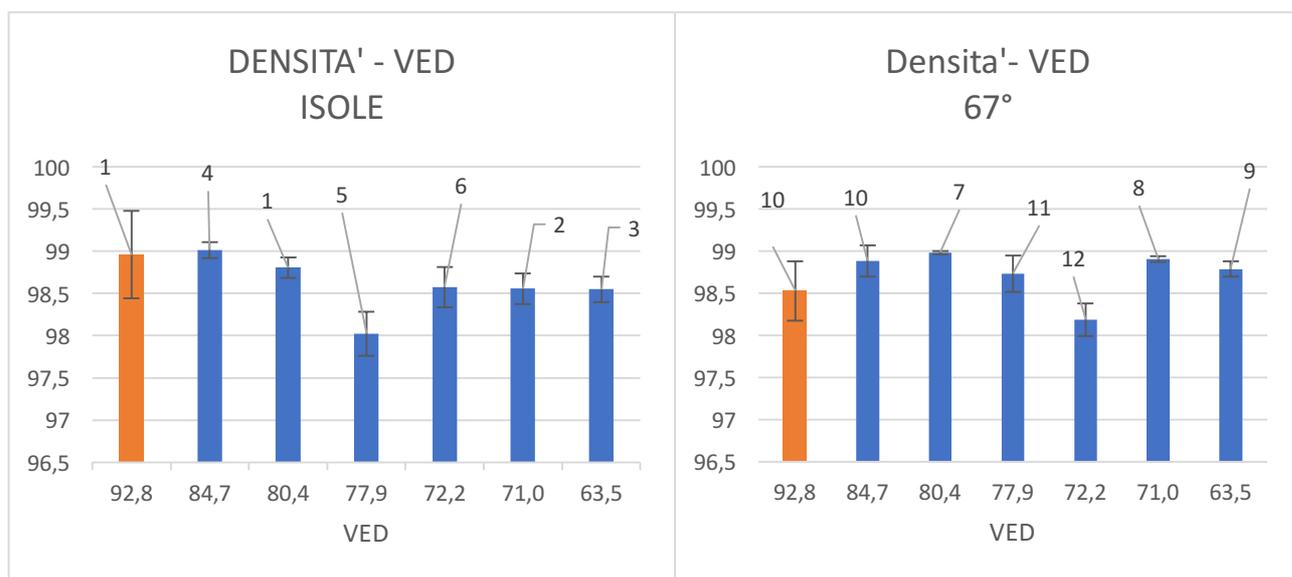


Figura 53-Densità dei campioni ottenuta con analisi di Archimede in relazione al VED

In questo caso si osserva che i campioni con maggiore densità sono i campioni n° 4 e il campione n°7 del JOB 2 nel caso della strategia a isole e della strategia a strip di 5 mm ruotate di 67°, rispettivamente.

Dunque i migliori VED a seconda delle strategie di scansione risultano 84,7 J/mm³ oppure 80,4 J/mm³. Tuttavia il campione n°1 del JOB1 ha densità circa pari a quella del campione n°4 del JOB 2. Data la differenza tra i risultati ottenuti con i due metodi è opportuno osservare l'influenza di Hd e velocità di scansione sulla densificazione del materiale (Figura 54), (Figura 55):

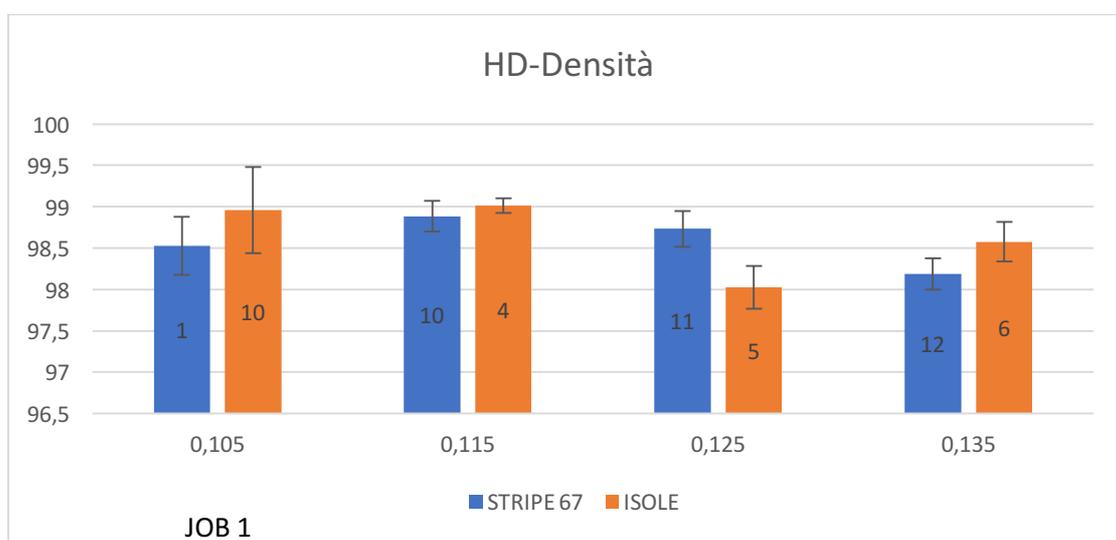


Figura 54-Densità ottenuta con analisi di Archimede in relazione all'Hd

Con il metodo di Archimede, come già mostrato in precedenza, si nota che il campione n°4 del JOB 2 sia il campione più denso del JOB 1 e 2, in contrasto con l'analisi ottica. Si nota anche una maggiore influenza dell'Hd sulla densità del materiale, in accordo con l'analisi ottica.

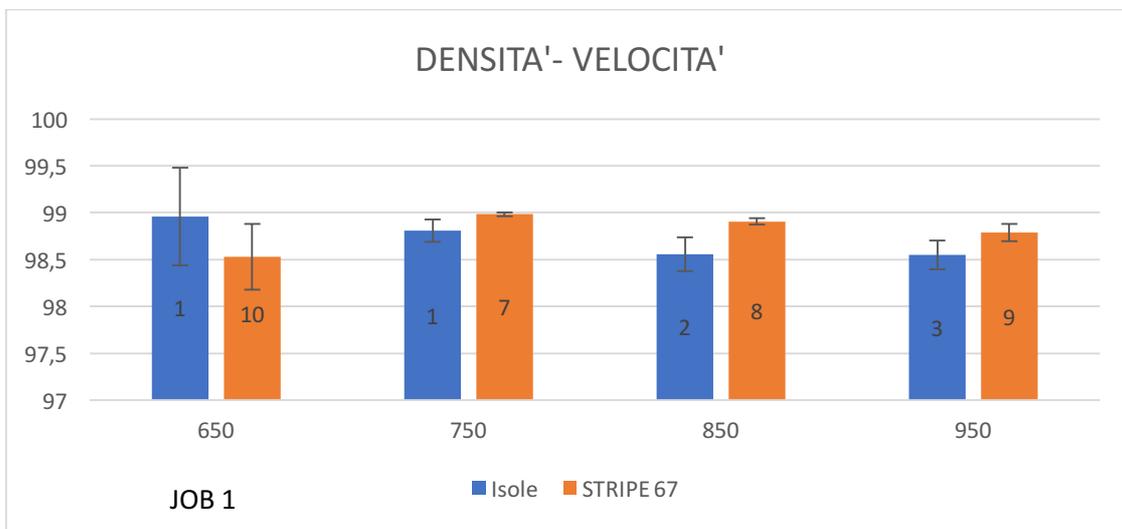


Figura 55-Densità in funzione della velocità di scansione

Si nota che il campione n°7 del JOB2 sia più denso del campione n°1 e n°10 del JOB 1, in contrasto con l'analisi ottica. Si nota anche una minore influenza della velocità di scansione sulla densità del materiale e, sempre in accordo con l'analisi ottica, si riscontra un maggiore effetto dell'Hd sulla densificazione nel caso in cui si utilizzi una strategia di scansione a isole rispetto a quella a strip.

4.6 CONFRONTO DENSITÀ CON ANALISI OTTICA E ANALISI DI ARCHIMEDE DEL JOB 2

È possibile confrontare i risultati ottenuti con le due metodologie di calcolo della densità del JOB 2 (Figura 56):

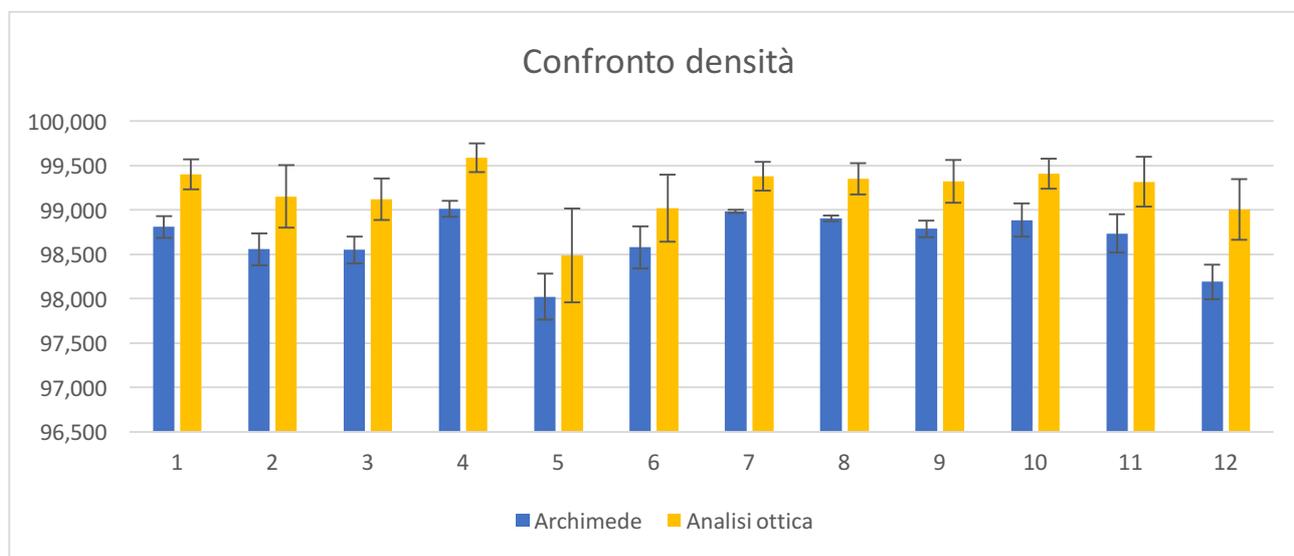


Figura 56-Confronto tra densità ottenute con metodo di Archimede e analisi ottica

Dal grafico mostrato si può notare, in generale, lo stesso andamento, delle densità calcolate con entrambi i metodi. Le densità calcolate con il metodo di Archimede risultano in generale minori di quelle calcolate con analisi ottica, come mostrato anche dai risultati del JOB1, tale differenza tuttavia risulta sempre minore di mezzo punto percentuale. Inoltre le deviazioni standard sono confrontabili per entrambi i metodi.

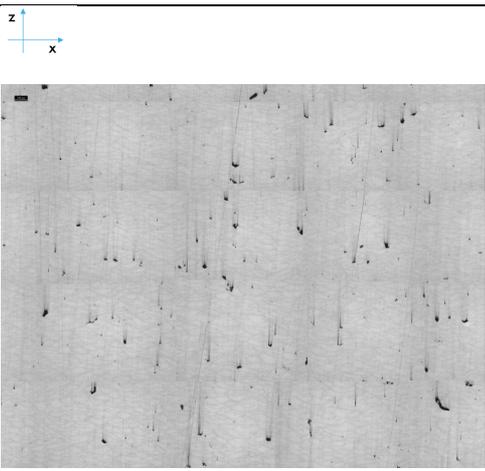
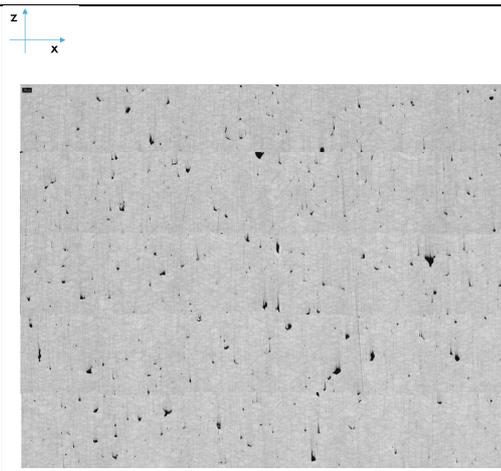
4.7 ANALISI DI RIPETIBILITÀ PER I CAMPIONI 1 E 9 DEL JOB 1

I campioni n° 1 e n° 9 del JOB 1 sono stati realizzati in triplice copia per poter ripetere le analisi di densità ottica e di Archimede, al fine di validare la qualità dei risultati ottenuti.

Anche in questo caso sono stati tagliati tramite troncatrice ed è stata destinata una metà dei campioni alla lucidatura e analisi ottica e una parte destinata all' analisi di Archimede.

4.7.1 Analisi ottica

Vengono riportate le densità ottenute tramite analisi di immagine (Figura 57) associate allo scarto tipo proveniente dalle singole misurazioni delle immagini (Figura 58).

Densità N°1	CAMPIONE 1 N°1	CAMPIONE 1 N°2	Densità N°2
99,605%			99,655%

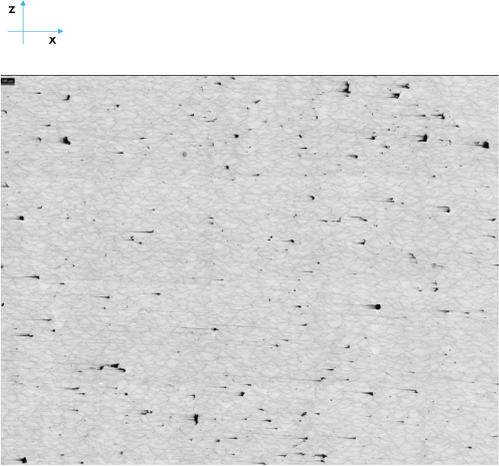
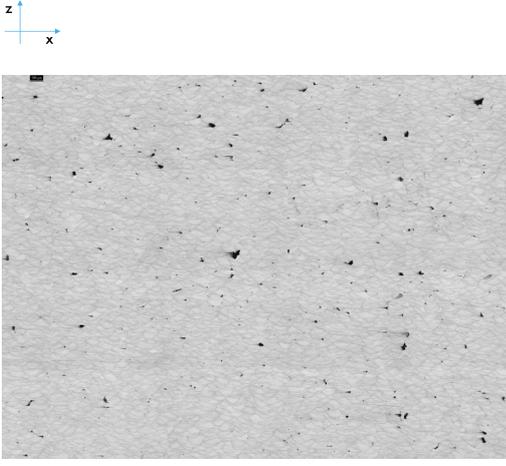
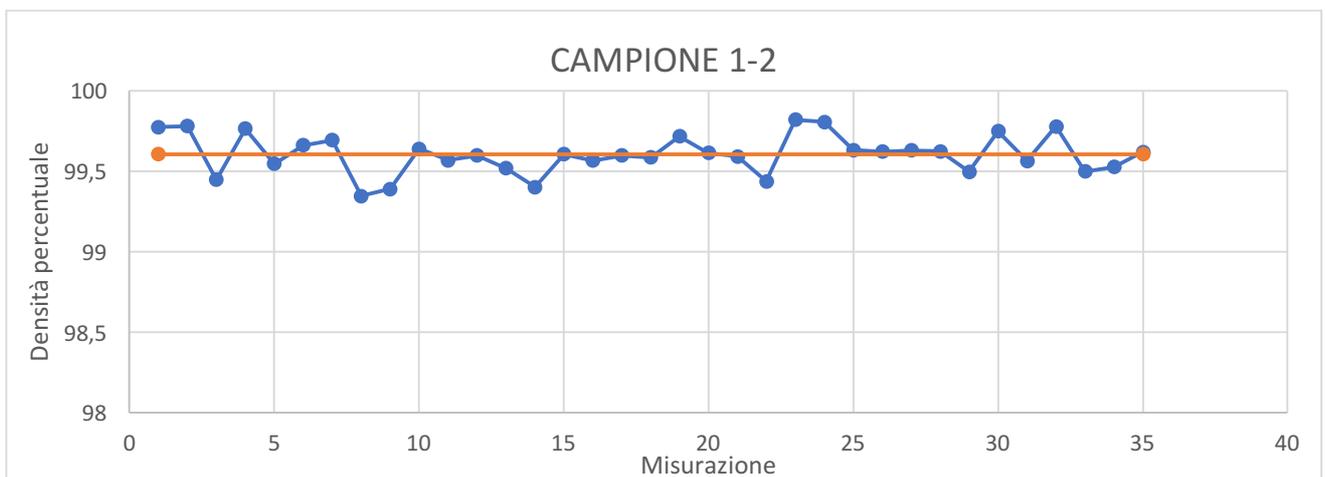
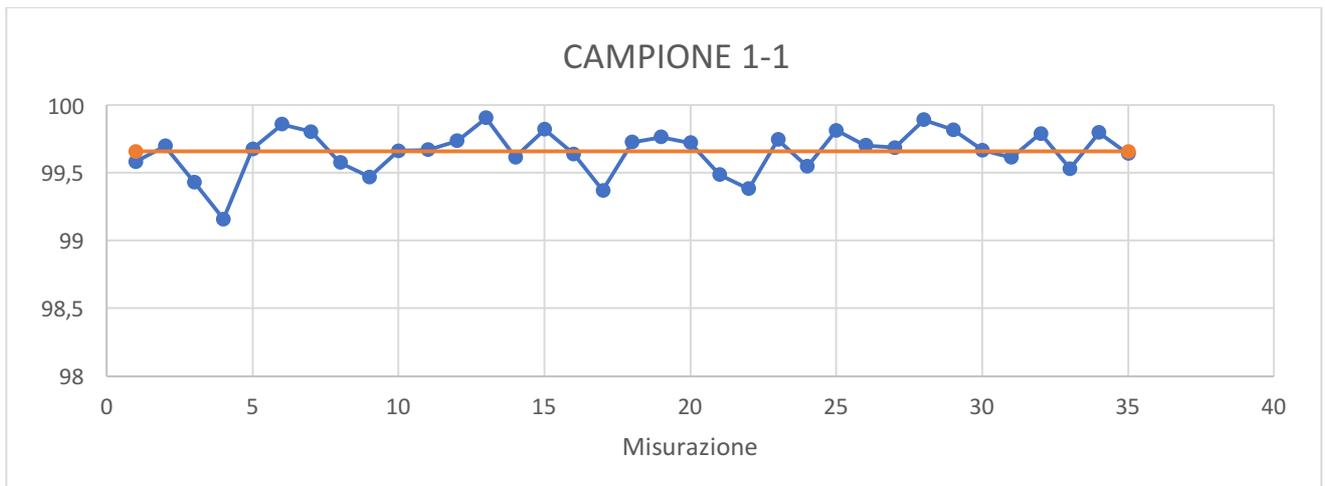
Densità N°1	CAMPIONE 9 N°1	CAMPIONE 9 N°2	Densità N°2
99,544%			99,559%

Figura 57-Immagine globale dei campioni 1 e 9 (JOB 1) per l'analisi ottica



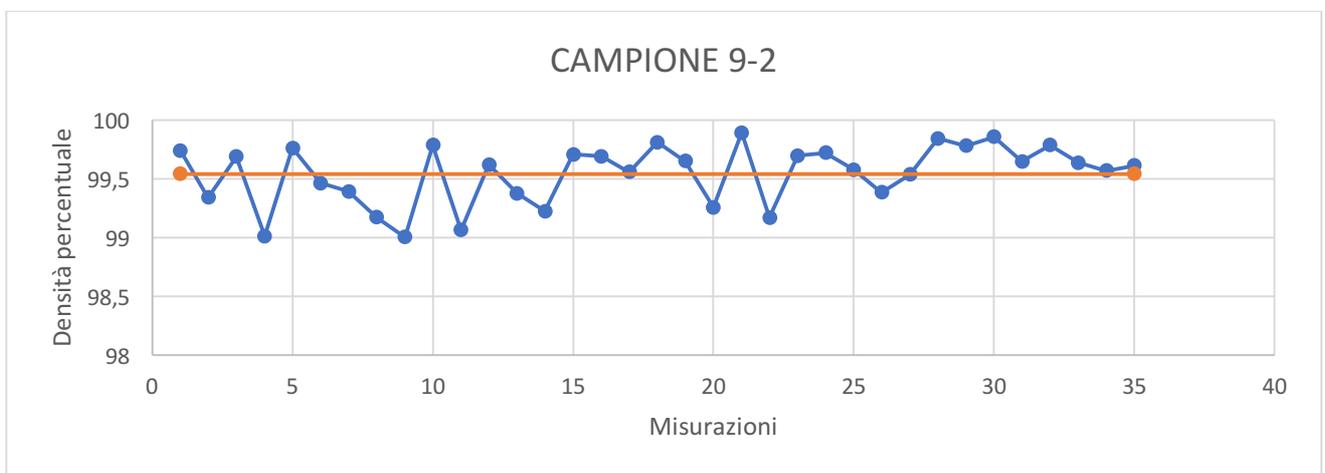
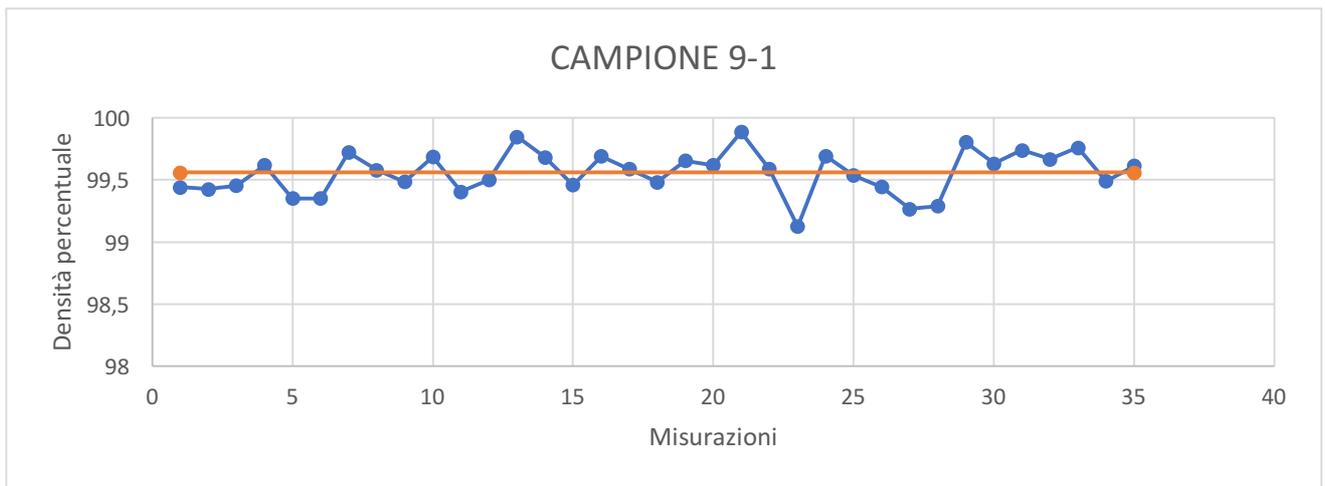


Figura 58-Misure di densità ottica ottenute per i provini 1 e 9 del JOB1

Dai grafici riportati si può notare che la distribuzione statistica dei dati analizzati è confrontabile per i due campioni n°1 e per i due campioni n°9 (Tabella 13).

CAMPIONE	VERSIONE	DENSITÀ	SCARTO TIPO
1	n°1	99,657	0,163
	n°2	99,605	0,122
9	n°1	99,544	0,258
	n°2	99,560	0,171

Tabella 13-Misure di densità ottica per i campioni 1 e 9 del JOB 1

Inserendo in un grafico i dati ottenuti si ottiene (Figura 59), (Figura 60):

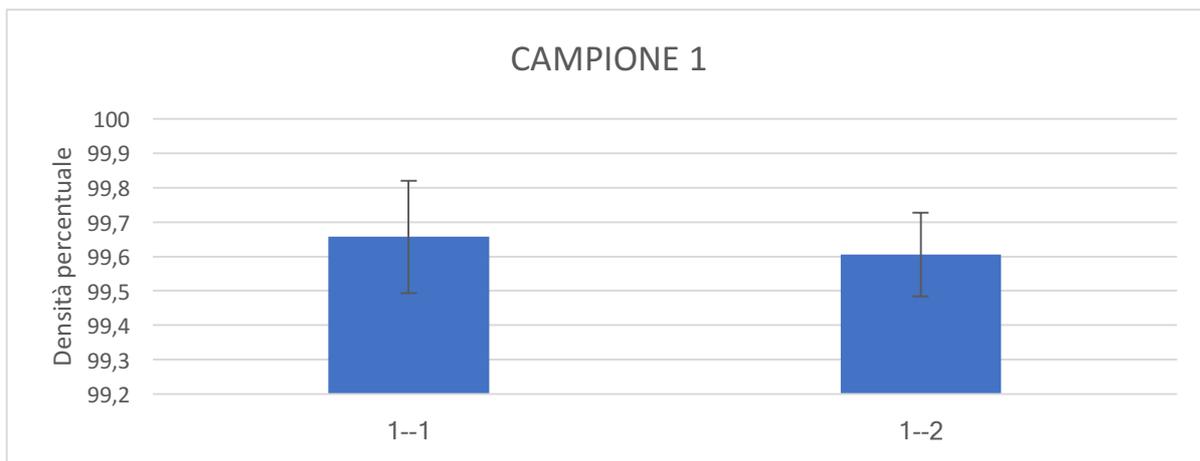


Figura 59-Confronto densità tra i campioni n°1 del JOB 1 (analisi ottica)

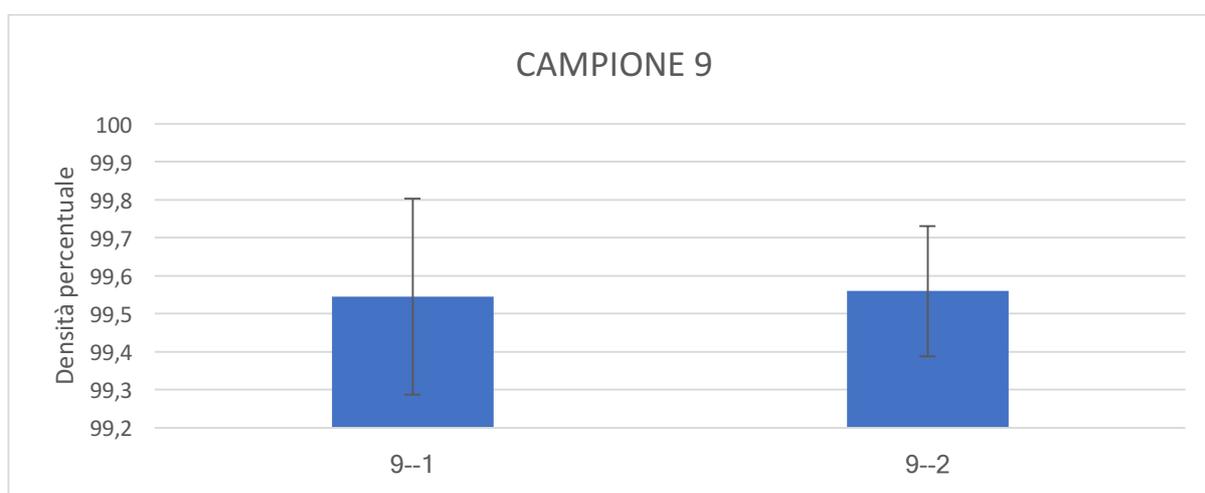


Figura 60-Confronto densità tra i campioni n°9 del JOB 1 (analisi ottica)

Dai grafici riportati si può notare come le misurazioni siano confrontabili. È possibile calcolare di quanto differiscano le misurazioni come mostrato in (Tabella 14), (Tabella 15):

CAMPIONE 1		
DIFFERENZA PERCENTUALE MEDIA	0,0001531	0,01531%
DIFFERENZA PERCENTUALE MASSIMA	0,004168	0,4168%

Tabella 14- Differenza percentuale tra i due campioni n°1 (analisi ottica)

CAMPIONE 9		
DIFFERENZA PERCENTUALE MEDIA	0,0005178	0,05178%
DIFFERENZA PERCENTUALE MASSIMA	0,003376	0,3376%

Tabella 15-Differenza percentuale tra i due campioni n°9 (analisi ottica)

La differenza percentuale massima tra una misurazione e l'altra presenta una differenza in generale minore dello 0,4%. La massima differenza è stata calcolata considerando i valori estremi ottenuti come media sommata allo scarto tipo e media sottratta allo scarto tipo delle due versioni di ogni campione. Invece la differenza percentuale media è stata calcolata considerando le medie dei due campioni.

4.7.2 Analisi di Archimede

Effettuando la procedura per l'analisi di Archimede sui campioni n°1 e n°9 del JOB 1 si ottiene (Tabella 16):

N°	P_{aria} [g]	P_{acqua} [g]	$P_{bagnato}$ [g]	Densità di Archimede, apparente [g/cm ³]	Densità geometrica [g/cm ³]	Porosità aperte (%)	Porosità chiuse (%)	Porosità totali (%)	Densità di Archimede, apparente percentuale (%)	Densità geometrica percentuale (%)
1-1	0,6372	0,4006	0,6385	2,685	2,670	0,5	-0,2	0,4	100,2	99,6
1-1	0,6371	0,3985	0,6380	2,662	2,652	0,4	0,7	1,0	99,3	99,0
1-1	0,6371	0,3981	0,6389	2,658	2,638	0,7	0,8	1,6	99,2	98,4
1-2	0,614	0,3858	0,6158	2,683	2,662	0,8	-0,1	0,7	100,1	99,3
1-2	0,6139	0,386	0,6167	2,686	2,653	1,2	-0,2	1,0	100,2	99,0
1-2	0,6138	0,3843	0,6162	2,666	2,639	1,0	0,5	1,5	99,5	98,5

9-1	0,6663	0,4155	0,6678	2,649	2,633	0,6	1,2	1,8	98,8	98,2
9-1	0,6663	0,4151	0,6675	2,645	2,632	0,5	1,3	1,8	98,7	98,2
9-1	0,6664	0,4148	0,6668	2,641	2,637	0,2	1,5	1,6	98,5	98,4
9-2	0,7113	0,4433	0,7135	2,646	2,625	0,8	1,3	2,1	98,7	97,9
9-2	0,7111	0,4421	0,7121	2,636	2,626	0,4	1,7	2,0	98,3	98,0
9-2	0,7117	0,4439	0,7128	2,650	2,639	0,4	1,1	1,5	98,9	98,5

Tabella 16-Dati dell'analisi di Archimede dei campioni 1 e 9 del JOB 1

Riassumendo i dati di media e scarto tipo delle misurazioni di Archimede si ottiene (Tabella 17):

Campione	SCARTO TIPO	MEDIA
1--1	0,609	99,00
1--2	0,427	98,92
9--1	0,089	98,27
9--2	0,293	98,12

Tabella 17-Risultati delle analisi di ripetibilità (Archimede) dei campioni 1 e 9 del JOB 1

Riportando in Figura 61 i risultati ottenuti in Tabella 17 si ottiene:

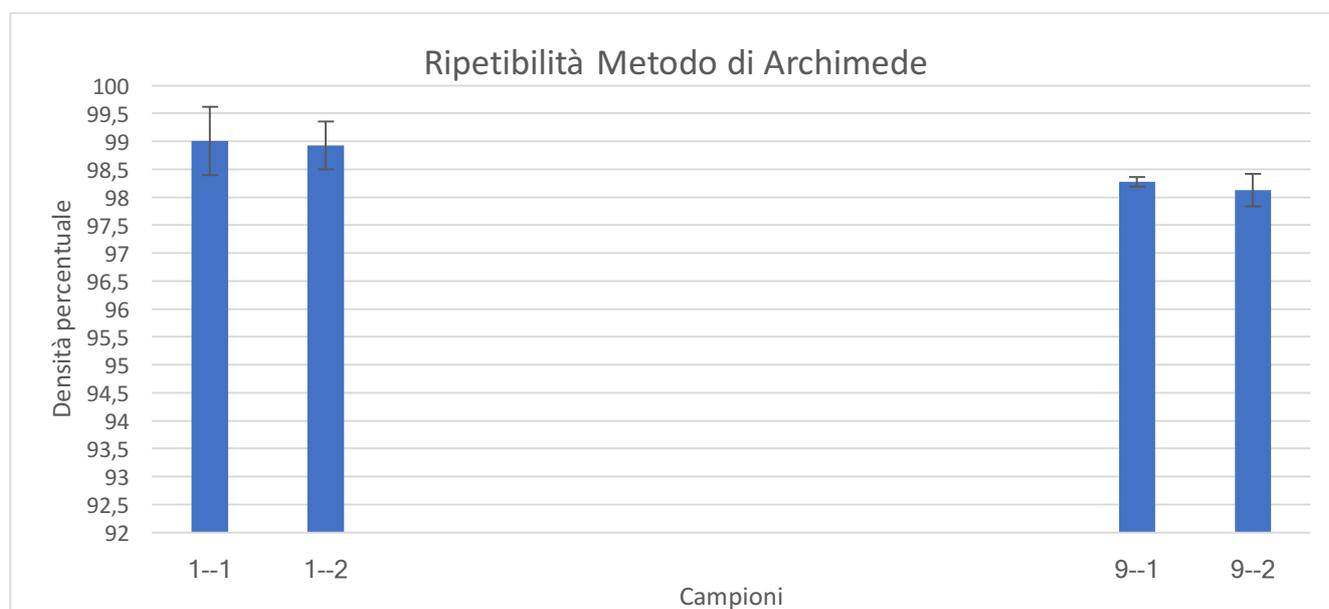


Figura 61-Grafico dell'analisi di Archimede dei campioni 1 e 9 del JOB 1

Dal grafico riportato si può notare come le misurazioni siano confrontabili anche con il metodo di Archimede. È possibile calcolare di quanto differiscano le misurazioni (Tabella 18)(Tabella 19):

CAMPIONE 1		
DIFFERENZA PERCENTUALE MEDIA	0,000860	0,086%
DIFFERENZA PERCENTUALE MASSIMA	0,01326	1,326%

Tabella 18-Differenza percentuale tra i due campioni n°1 (Analisi di Archimede)

CAMPIONE 9		
DIFFERENZA PERCENTUALE MEDIA	0,00155	0,155%
DIFFERENZA PERCENTUALE MASSIMA	0,00338	0,338%

Tabella 19-Differenza percentuale tra i due campioni n°9 (Analisi di Archimede)

La differenza percentuale massima tra una misurazione e l'altra presenta una differenza in generale minore dello 1,3%.

4.8 MISURE DI MICRO DUREZZA

Sono state condotte misurazioni di micro durezza sui campioni risultati più densi del JOB1 e del JOB 2.

Per ogni campione sono state eseguite 10 penetrazioni e conseguenti misurazioni delle diagonali dell'impronta fatta con il penetratore Vickers.

Di seguito sono riportate le misurazioni eseguite per i campioni 1, 8, 9 del JOB1 e 1, 4, 7, 10 del JOB 2.

- **CAMPIONE 1 JOB 1**

MISURAZIONE	Diag1 (μm)	Diag2 (μm)	HV
1	35	36,9	143,7
2	39,7	36,1	129,1
3	35,5	38,7	134,8
4	39,9	33,6	139,8
5	38	45,6	106,1
6	41	36	125
7	35	41,6	126,5
8	40,9	34,7	129,8
9	39,2	33,2	138,2
10	40,6	35,5	128,2
MEDIA	38,48	37,19	130,12
DEV. STANDARD	2,450	3,844	10,47

Tabella 20-Misure di durezza del campione 1 del JOB 1

Dalla Tabella 20 si osserva un valore di durezza pari a 130,12 HV.

- **CAMPIONE 8 JOB 1**

MISURAZIONE	Diag1 (μm)	Diag2 (μm)	HV
1	38,3	38,3	126,5
2	38	36,4	134
3	36,4	37	137,7

4	36,9	36,1	139,1
5	36	37,4	137,4
6	38,4	39,3	123
7	37,7	35,9	137,2
8	35,8	37,7	138,7
9	37,9	37,1	132,1
10	38,4	36,2	128,2
MEDIA	37,38	37,14	133,39
DEV. STANDARD	1,015	1,078	5,71

Tabella 21-Misure di durezza del campione 8 del JOB 1

Dalla Tabella 21 si ottiene un valore di durezza pari a 133,39 HV

- **CAMPIONE 9 JOB 1**

MISURAZIONE	Diag1 (μm)	Diag2 (μm)	HV
1	35,1	37,6	140,2
2	39,2	36,1	130,9
3	36,6	39,8	127,1
4	36,1	38,3	134
5	40	37,6	123
6	36,1	38,3	134
7	39,4	35,9	130,9
8	35,9	39,3	131
9	40,9	36,8	123
10	37,3	40,6	122,3
MEDIA	37,66	38,03	129,64
DEV. STANDARD	2,03	1,55	5,802

Tabella 22-Misure di durezza del campione 9 del JOB 1

Dalla Tabella 22 si ottiene un valore di durezza pari a 129,64 HV.

Riassumendo i risultati del Job 1 in un grafico si ottiene:

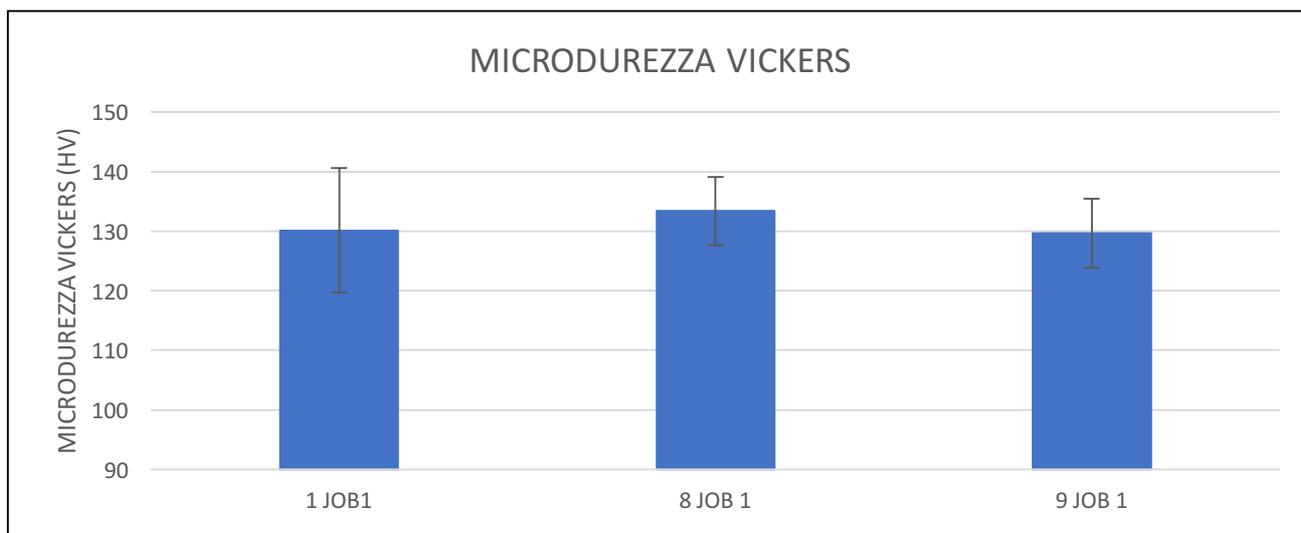


Figura 62-Misure di durezza del campione del JOB 1

Dal grafico in Figura 62 si può notare che il campione con maggiore durezza sia il campione n°8 presentando una durezza superiore ai 130 HV. Può ancora essere osservato che i campioni presentano una durezza confrontabile, in quanto la combinazione di valor medio e scarto tipo ricadono circa negli stessi intervalli numerici.

- **CAMPIONE 1 JOB 2**

MISURAZIONE	Diag1 (µm)	Diag2 (µm)	HV
1	39,5	38,6	113,9
2	35,1	37,2	144,2
3	40,3	38,9	118,7
4	38	37,1	130,9
5	37,2	37,1	134,4
6	37,1	37,6	136,5
7	36,3	38,2	133,9
8	38	37,4	130,8
9	44,1	44,9	93,6
10	41,3	40,8	109,9
MEDIA	38,5	35,6	126,12
DEV. STANDARD	2,45	10,2	14,25

Tabella 23-Misure di durezza del campione 1 del JOB 2

Dalla Tabella 23 si ottiene un valore di durezza pari a 126,12 HV.

- **CAMPIONE 4 JOB 2**

MISURAZIONE	Diag1 (µm)	Diag2 (µm)	HV
1	38,4	37,6	128,5
2	38,3	38,2	126,8
3	38,3	38,1	127,1
4	37	37,6	133,1
5	40,3	38,8	118,7
6	38,4	38,2	126,5
7	39,6	37,5	124,9
8	36,7	37,7	134,2
9	37,8	37,4	131,2
10	37,4	38,9	127,4
MEDIA	38,22	38	127,84
DEV. STANDARD	1,10	0,53	4,41

Tabella 24-Misure di durezza del campione 4 del JOB 2

Dalla Tabella 24 si ottiene un valore di durezza pari a 127,84 HV.

- **CAMPIONE 7 JOB 2**

MISURAZIONE	Diag1 (µm)	Diag2 (µm)	HV
1	38,1	37,6	129,5
2	38	37,1	131,8
3	37,9	38,9	126,4
4	37,8	37,1	132,1
5	37,1	38,9	128,5
6	38,3	37,1	130,3
7	36,5	36,7	138,3
8	27,3	36,8	134,9
9	37,6	37,6	131,4
10	40,3	38,9	118,4
MEDIA	36,89	37,67	130,16
DEV. STANDARD	3,50	0,89	5,29

Tabella 25-Misure di durezza del campione 7 del JOB 2

Dalla Tabella 25 si ottiene un valore di durezza pari a 130,16 HV.

- **CAMPIONE 10 JOB 2**

MISURAZIONE	Diag1 (μm)	Diag2 (μm)	HV
1	37,4	37,4	132,8
2	37,3	46,8	134,9
3	37,8	38,8	126,5
4	36,9	36,7	137,1
5	36,8	37,6	134
6	39,2	38,1	124,2
7	37,4	38,2	129,9
8	38	36,5	133,8
9	31,1	37,3	133,8
10	37,5	37,1	133,1
MEDIA	36,94	38,45	132,01
DEV. STANDARD	2,15	3,0	3,97

Tabella 26-Misure di durezza del campione 10 del JOB 2

Dalla Tabella 26 si ottiene un valore di durezza pari a 132,01 HV.

Riassumendo i dati ottenuti in Figura 63 si ottiene:

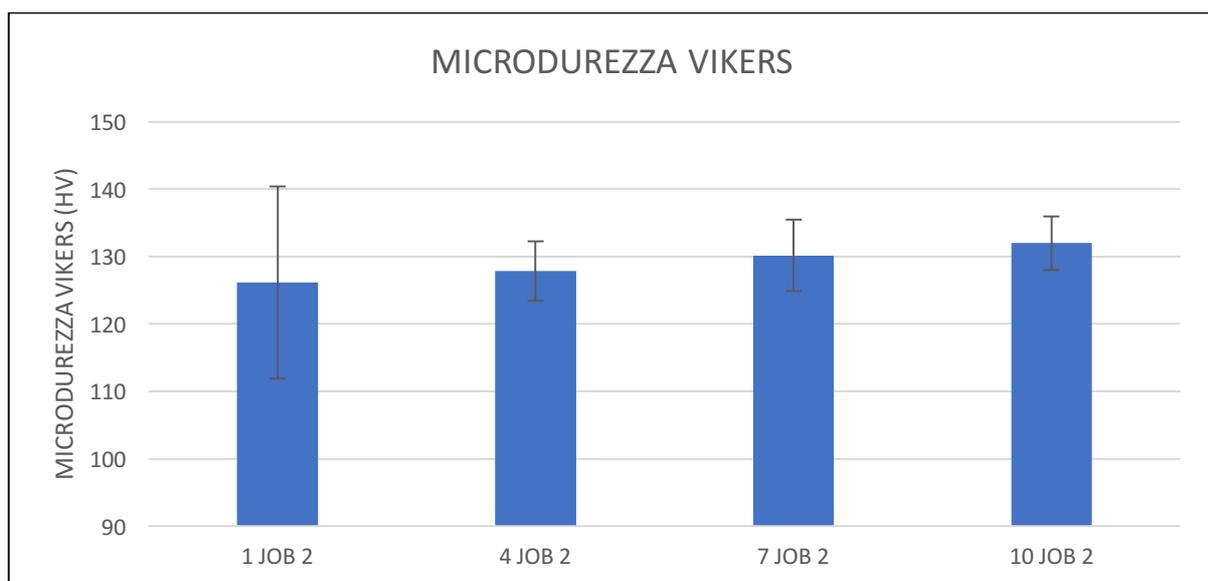


Figura 63-Misure di micro durezza del JOB 2

In particolare il campione che presenta maggiore durezza è il campione n°10, che ha durezza di poco superiore ai 130 HV. Anche in questo caso, le durezze dei campioni sono confrontabili tra loro.

4.9 MISURE DI NANODUREZZA

Sono state eseguite delle prove di nano indentazione sui campioni 1 e 8 del JOB 1. Vengono riportate le mappe di nanodurezza (Figura 64) delle zone analizzate dei due campioni:

- **CAMPIONE 1 JOB 1**

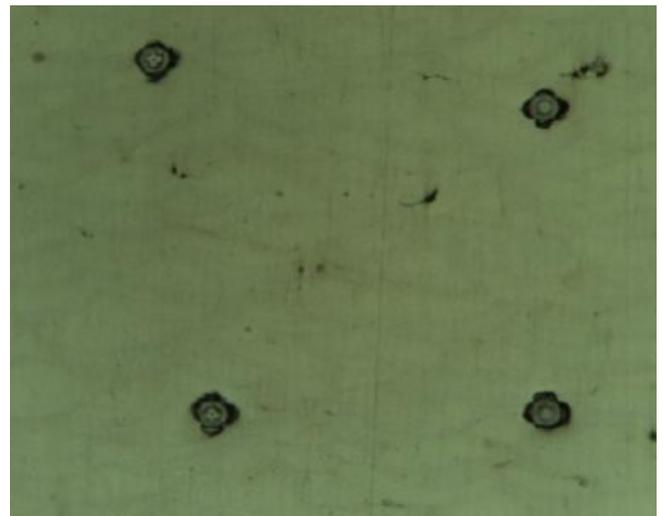
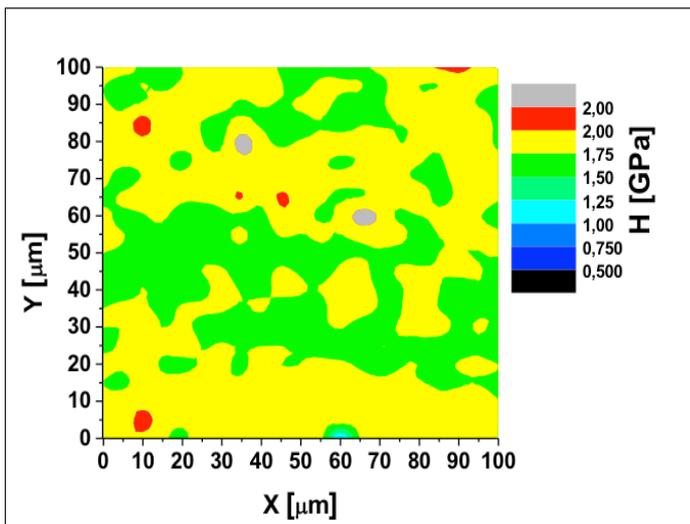


Figura 64- Mappa di nanodurezza campione n°1 JOB 1 /Immagine della zona di misurazione campione n°1 JOB 1

Si riscontrano le diverse durezze a seconda della posizione all'interno della traccia del “melt pool” causate dalla presenza in maggiore o minore quantità delle diverse fasi (Al e Si). Si può notare come non vi siano zone con nanodurezza superiore a 2,2 GPa.

- **CAMPIONE 8 JOB 1**

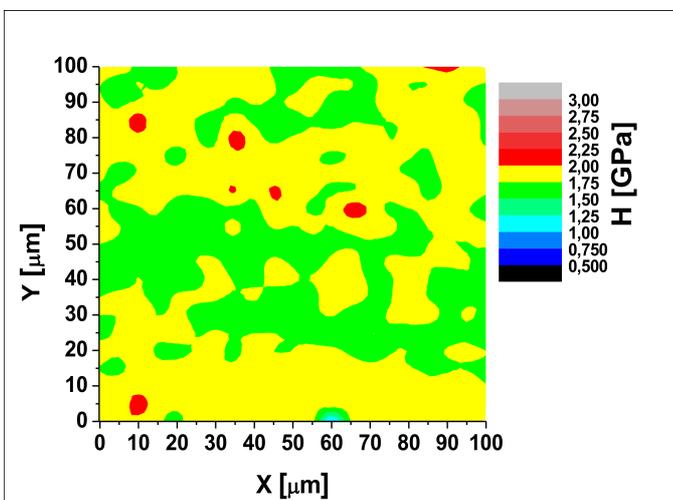


Figura 65-Mappa di nanodurezza campione n°8 JOB 1 /Immagine della zona di misurazione campione n°8 JOB 1

Anche in questo caso la mappa riporta le differenti durezze a seconda delle fasi presenti all'interno delle tracce dei melt pool. Si riscontrano nano durezze paragonabili a quelle misurate sul campione 1 dello stesso Job.

Le misure di durezza, dopo essere state mediate per ogni campione, possono essere riassunte nel seguente grafico (Figura 66):

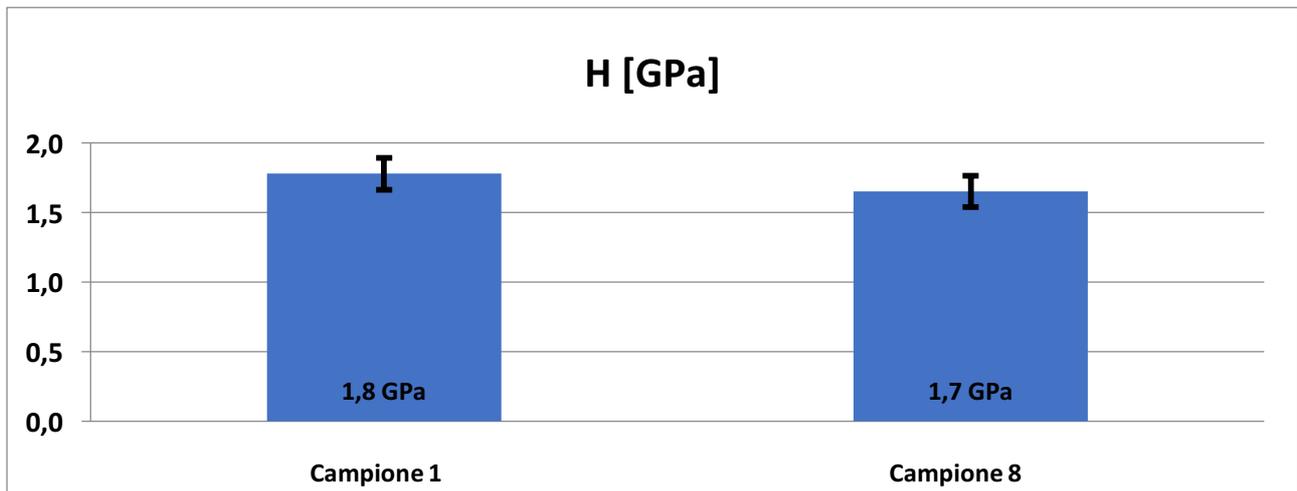


Figura 66-Riassunto delle misurazioni di nano durezza dei campioni 1 e 8 del JOB 1

È possibile anche calcolare il modulo elastico E (ridotto) che viene riportato nel grafico seguente (Figura 67) per entrambi i campioni

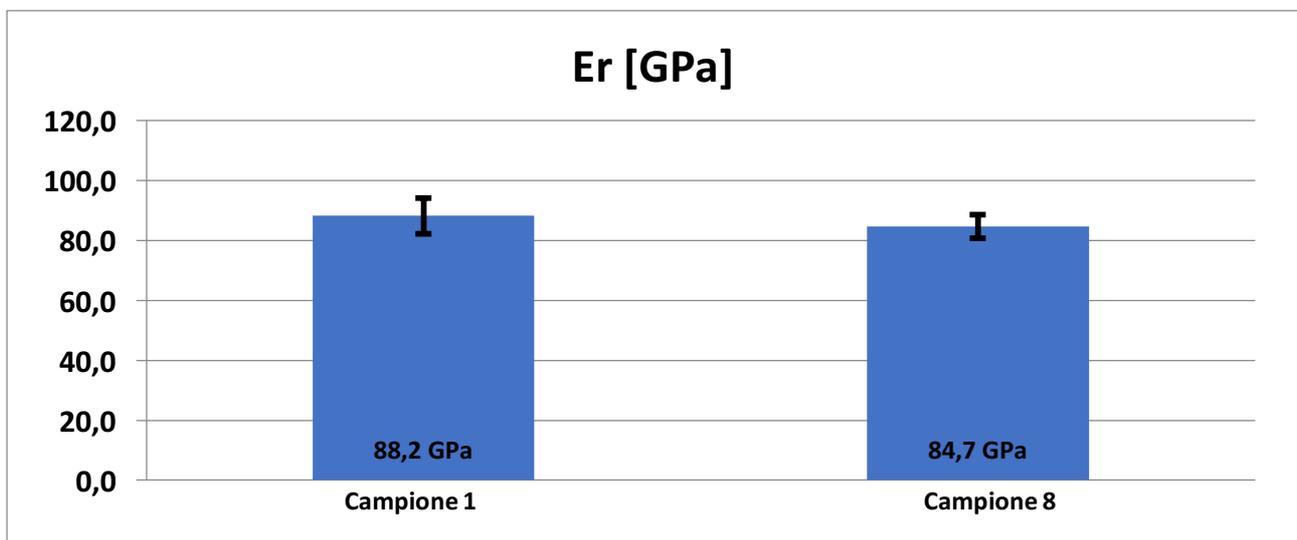


Figura 67-Riassunto delle misurazioni del Modulo elastico ridotto dei campioni 1 e 8 del JOB 1

Il modulo elastico ridotto risulta superiore a 84,7 GPa e minore di 88,2 GPa (Figura 67). È possibile notare una differenza tra i moduli elastici dei due campioni pari a 3,5 GPa, tale differenza non è significativamente elevata infatti risulta inferiore alla deviazione standard delle misure di ogni campione.

5 CONCLUSIONI

5.1 MICROSTRUTTURA

Osservando al FESEM, ad elevati ingrandimenti i campioni n°1 e n°8 del JOB1, è possibile notare la presenza delle fasi presenti (Figura 68, Figura 69). Si possono riconoscere strutture di α -Al in grigio contornate da zone ricche di Silicio di composizione eutettica di colore bianco. Le dimensioni della fase α -Al variano dai 250 ai 900 nm (Figura 74), ovvero dimensioni molto ridotte, mentre le zone ricche di Si hanno spessori attorno ai 200-250 nm (Figura 72). La fase α -Al sul piano x-z è allungata lungo il verso del gradiente termico e le sue dimensioni variano a seconda della posizione all'interno della traccia del melt pool. Infatti sul bordo del melt pool la fase α -Al risulta di grandezza maggiore rispetto al centro dello stesso, in particolare in Figura 69 si può notare come la zona 1 (centrale) abbia fase α -Al più piccola di quella nella zona 3 (bordo del melt pool). Tra il centro del melt pool e la zona del bordo si può anche osservare la zona termicamente alterata (zona 2) in cui si nota una maggiore frammentarietà della fase eutettica.

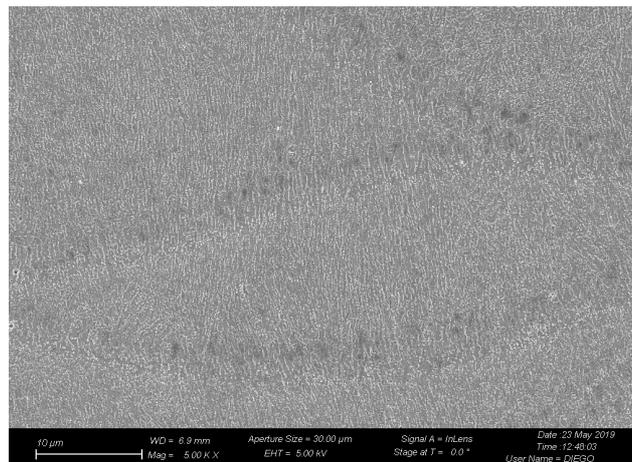


Figura 68-Immagine FESEM campione n°1 JOB1

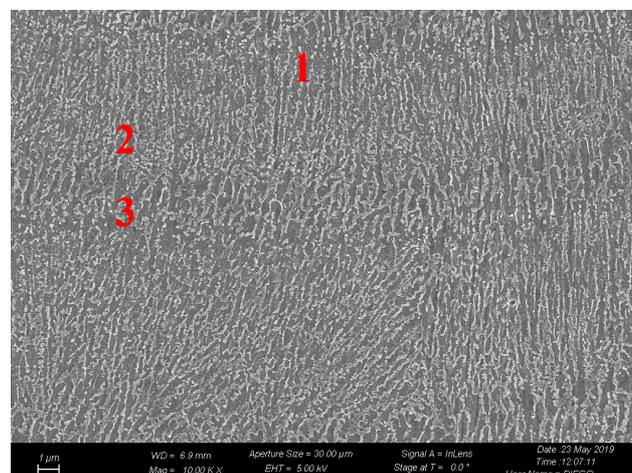


Figura 69-Immagine FESEM campione n°1 JOB1

Si notano alcuni precipitati all'interno della fase α -Al che possono essere costituiti da particelle di Si oppure Mg_2Si come mostrato in Figura 71. La fase eutettica attorno alla fase α -Al risulta frastagliata e di dimensione elevata, talvolta paragonabile alla dimensione trasversale delle zone di α -Al (Figura 70), questo perchè i provini in questione sono stati costruiti con un VED elevato ($92,8 J/mm^3$) che porta alla formazione di maggiore fase eutettica.

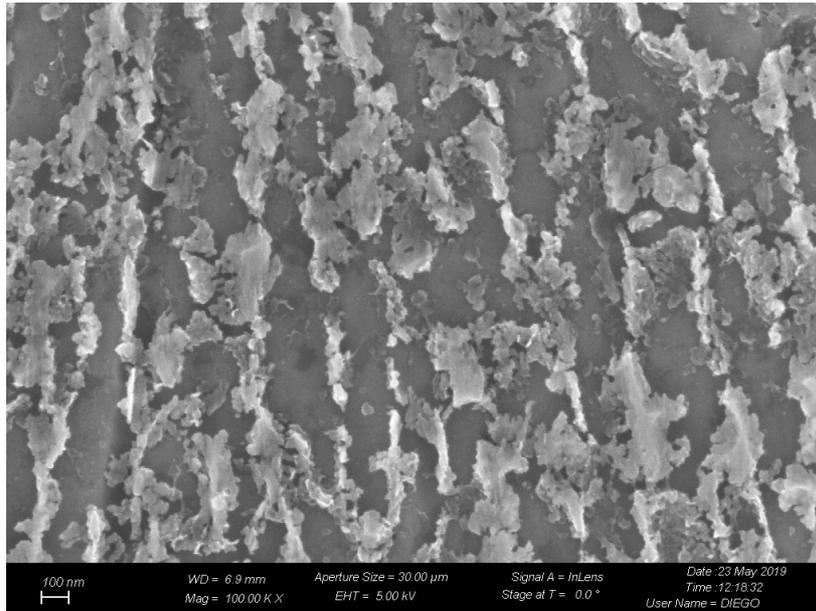


Figura 70-Immagine FESEM campione n°1 JOB1

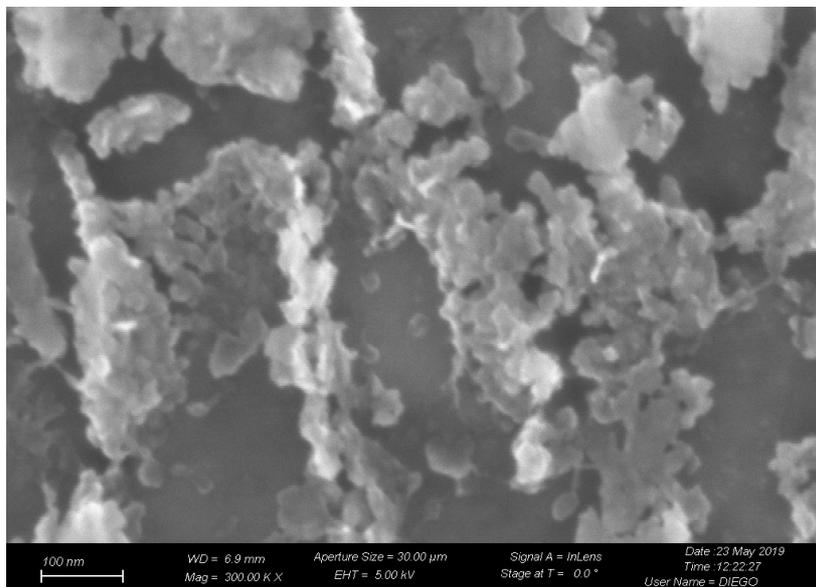


Figura 71-Immagine FESEM campione n°1 JOB1

Se si osservano invece i campioni a VED minori ($63,5 J/mm^3$), come ad esempio il campione n° 9 del JOB2, si può notare, anche in questi casi, la classica configurazione di α -Al (contornata da fase eutettica) che varia di dimensione a seconda della posizione all'interno del melt pool, tuttavia la fase

eutettica presenta dimensioni leggermente minori (dimensioni attorno ai 60-150 nm), come mostrato in Figura 73 rispetto ai campioni a VED maggiore ($92,8 \text{ J/mm}^3$) in Figura 72.

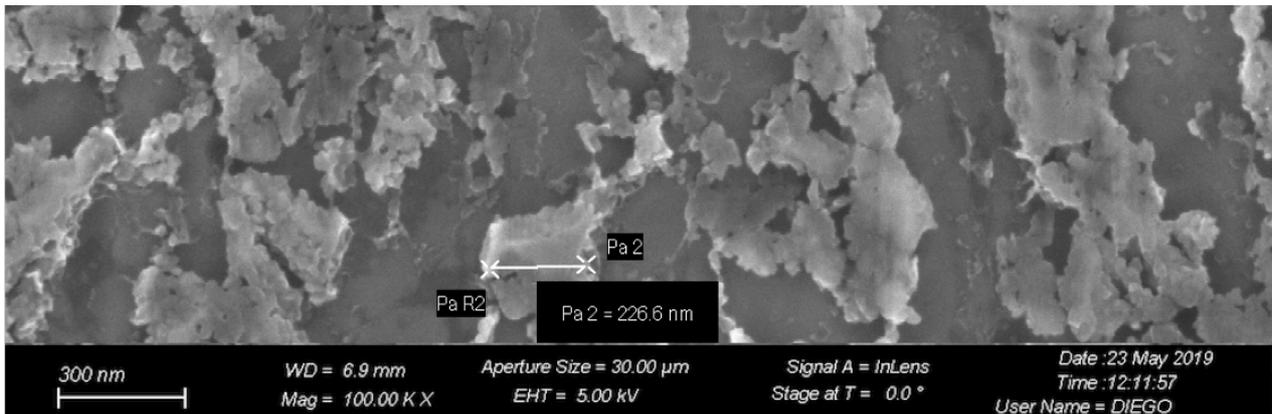


Figura 72-Dimensioni della fase eutettica (campione n°1 JOB1)

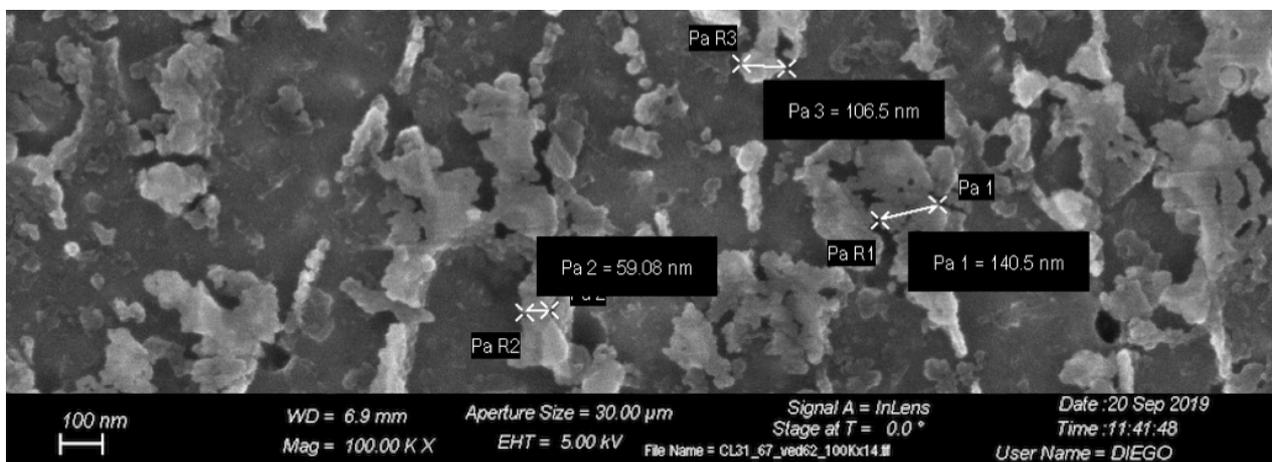


Figura 73-Dimensioni della fase eutettica (campione n°9 JOB 2)

La fase α -Al è di dimensioni confrontabili sia per i campioni a VED maggiore (Figura 74) che per quelli a VED minore (Figura 75).

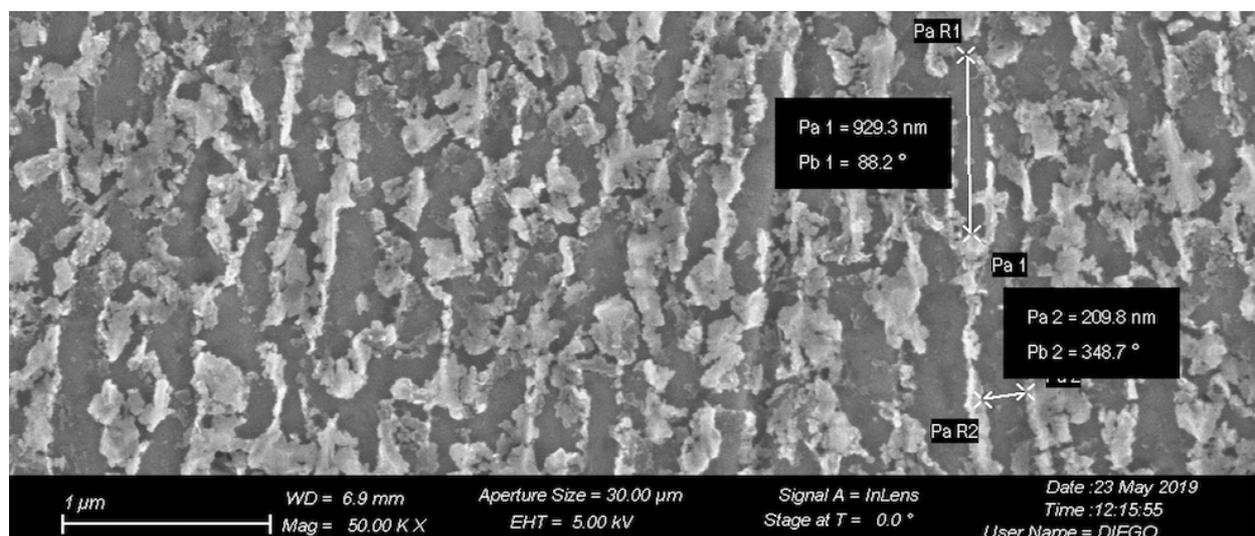


Figura 74-Dimensione della fase α -Al (campione 1 JOB 1)

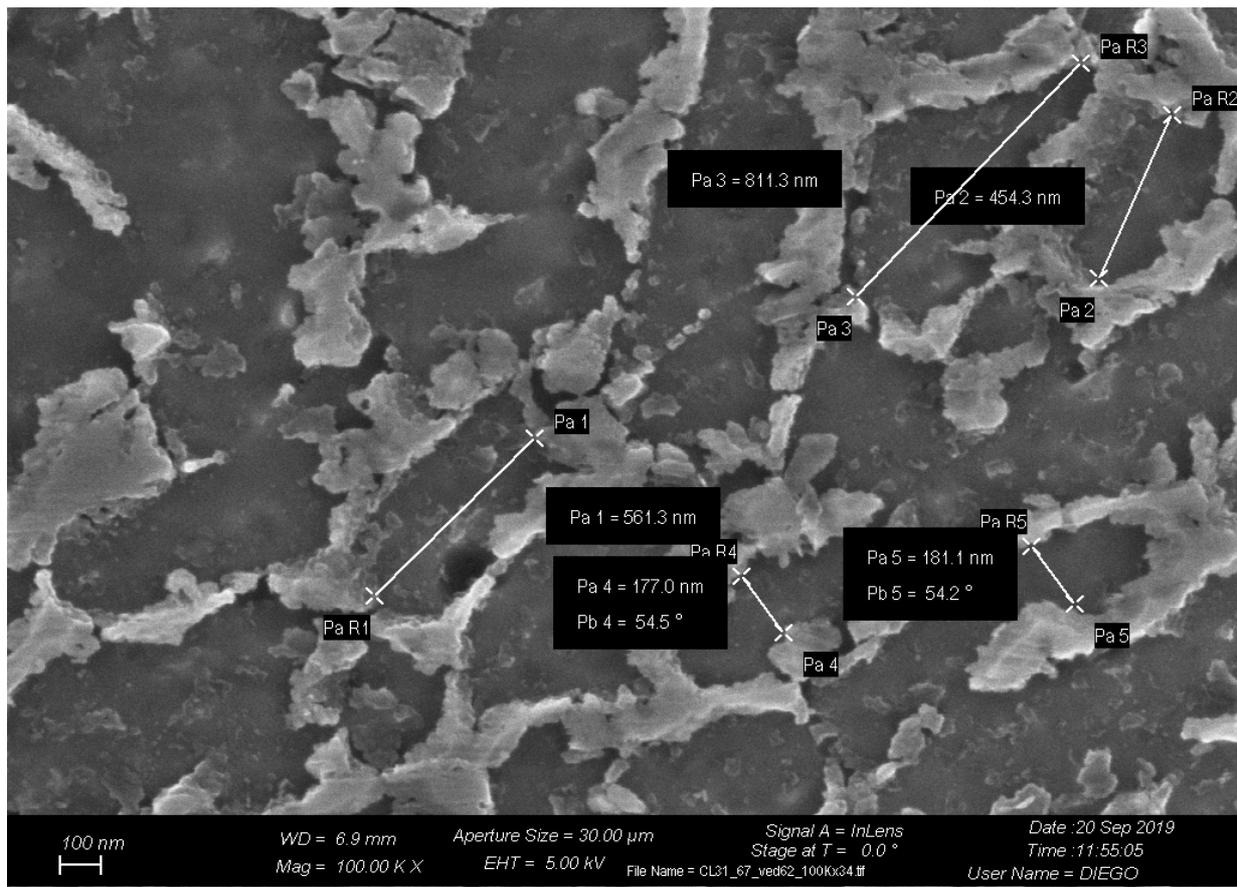


Figura 75-Dimensione della fase α -Al (campione 9 JOB2)

La differenza nella dimensione del Silicio eutettico è legato principalmente al VED, infatti se questo è elevato, ovvero viene fornita più energia al materiale, si osservano strutture di dimensioni maggiori. Se invece il VED diminuisce si possono notare strutture eutettiche di più contenuta estensione, infatti viene data minore energia al materiale, accelerando ulteriormente la fase di raffreddamento. La disposizione delle fasi non è influenzata dalla strategia di scansione, infatti sono stati analizzati al FESEM sia il campione n°1 del JOB1 (Strategia a Isole) che il campione n°8 (Strategia a Strip) dello stesso job e non si sono riscontrate differenze degne di nota.

Se si prende come esempio un campione prodotto con la stessa tecnologia su di una macchina EOS M270, la differenza nelle dimensioni della fase eutettica è ancora più evidente. Infatti con la macchina in questione viene utilizzato un VED pari a $47,8 \text{ J/mm}^3$ ($P=195 \text{ W}$, $v=800\text{mm/s}$, $Hd=0,17\text{mm}$ e $Lt=0,03\text{mm}$) e, nonostante la piattaforma riscaldata a 100° C , la fase eutettica risulta molto più definita e di dimensioni decisamente ridotte rispetto a quelle osservate nei campioni dei due Job prodotti con la macchina Concept Laser Mlab (Tabella 27).

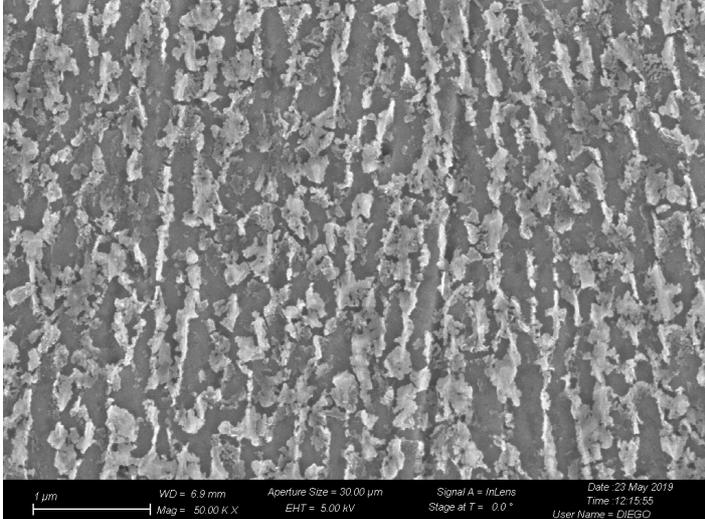
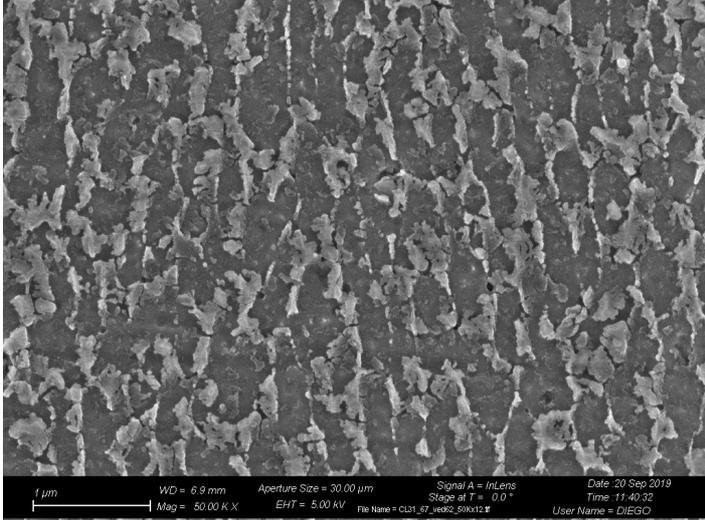
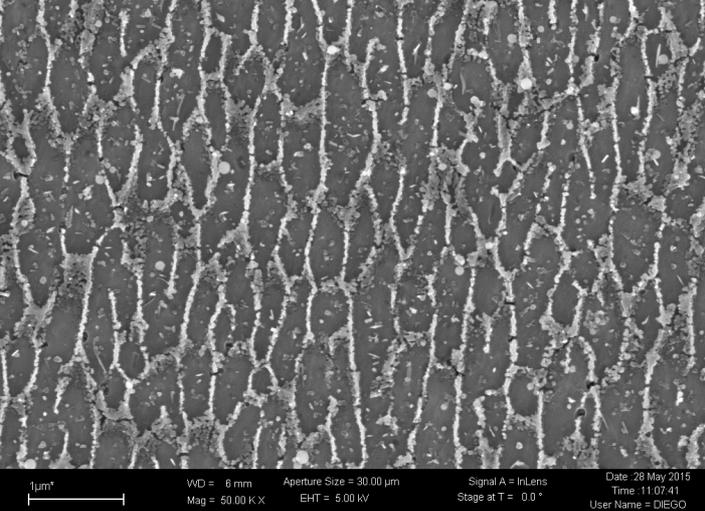
IMMAGINE FESEM (piano x-z)	Parametri e macchina
 <p>1 μm WD = 6.9 mm Aperture Size = 30.00 μm Signal A = InLens Date = 23 May 2019 Mag = 50.00 K X EHT = 5.00 kV Stage at T = 0.0 ° Time = 12:15:55 User Name = DIEGO</p>	<p>Macchina: Concept Laser MLab VED: 92,8 J/mm³ Strategia: STRIP ruotate di 67° Piattaforma non riscaldata</p>
 <p>1 μm WD = 6.9 mm Aperture Size = 30.00 μm Signal A = InLens Date = 20 Sep 2019 Mag = 50.00 K X EHT = 5.00 kV File Name = CL31_57_wed02_50x12.tif Stage at T = 0.0 ° Time = 11:40:32 User Name = DIEGO</p>	<p>Macchina: Concept Laser MLab VED: 63,4 J/mm³ Strategia: STRIP ruotate di 67° Piattaforma non riscaldata</p>
 <p>1 μm WD = 6 mm Aperture Size = 30.00 μm Signal A = InLens Date = 26 May 2015 Mag = 50.00 K X EHT = 5.00 kV Stage at T = 0.0 ° Time = 11:07:41 User Name = DIEGO</p>	<p>Macchina: EOS M270 VED: 47,8 J/mm³ Strategia: Layer ruotati di 67° Piattaforma riscaldata a 100°C</p>

Tabella 27-Confronto microstrutture

5.2 DENSITÀ JOB 1

Osservando i campioni al microscopio ottico è possibile notare le tracce delle pozze di fusione sul campione, come mostrato in Figura 76. Le tracce dei melt pool sono di forma e dimensione differenti, infatti il campione n°8 è stato costruito ruotando ogni layer di 67° . Tutti i campioni che sono stati costruiti imponendo una rotazione tra i layer (90° oppure 67°) presentano configurazione simile a quella in Figura 76, ovvero i campioni n°1,8,9,10 del JOB1 e tutti i campioni del JOB 2. Gli altri campi del JOB1 (dal n° 2 al n° 7), invece presentano una struttura con i melt pool incolonnati (Figura 77).

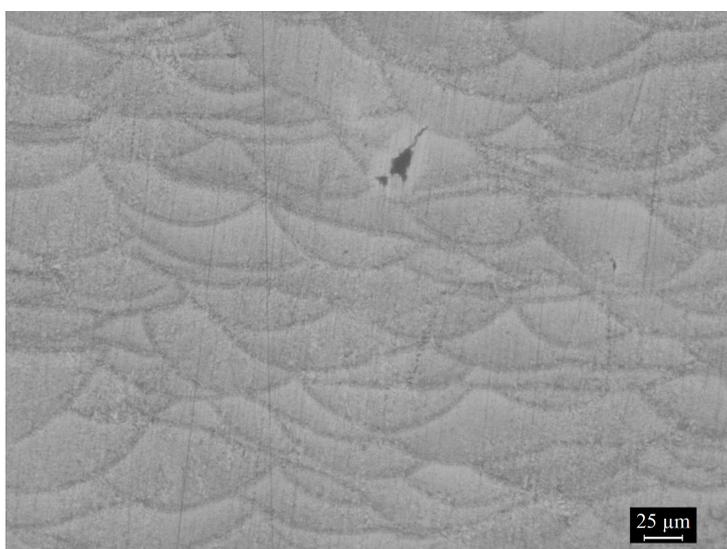


Figura 76-Immagine del campione n° 8 del JOB1 al microscopio ottico dopo attacco acido

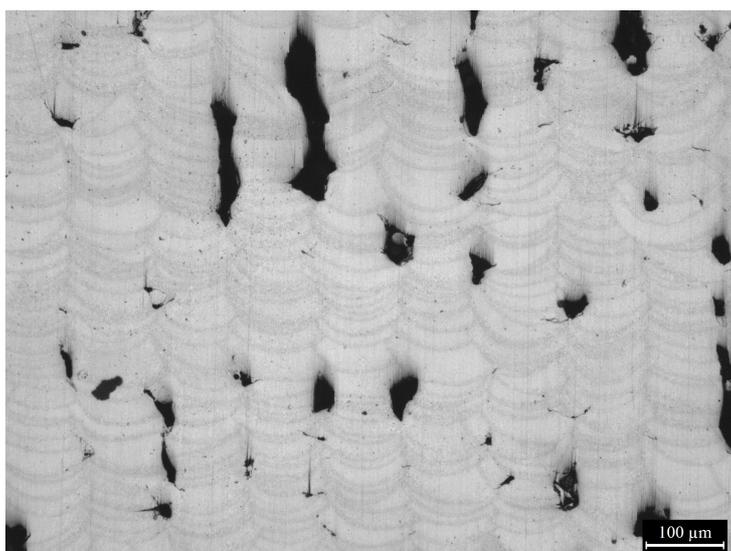


Figura 77-Immagine del campione 2 del JOB 1 al microscopio ottico

Dalle immagini riportate (Figura 76, Figura 77) si può notare che, a parità di VED, la strategia di scansione del campione n°8 sia nettamente migliore in termini di assenza di porosità rispetto a quella del campione n°2. Un altro aspetto da notare è inerente la disposizione delle porosità: nel campione n°2, esse sono disposte nella zona di *overlap* tra le tracce di scansione, mentre nel campione n°8 sono disposte casualmente. In virtù di quanto sopra esposto si può affermare che, ruotando i layers tra loro, le porosità nelle zone di *overlap* tra una traccia e l'altra diminuiscono notevolmente, portando a un campione più denso. Si può notare che con le strategie di scansione a layer, che non ruotano rispettivamente, sia necessaria una Hd decisamente più ridotta e di conseguenza un VED più elevato per poter garantire una corretta adesione tra melt pool adiacenti.

La differenza di densità a seconda dell'esposizione (1D, 2D, Meander), anche se non eccessivamente evidente, mostra come in caso di esposizione Meander si presentino densificazioni migliori a causa di una maggiore uniformità nell'esposizione della sezione, dovuta probabilmente al non spegnimento del laser.

Inoltre si può notare come, talvolta, la traccia del melt pool presenti maggiore profondità (25 μm) rispetto a quella del "layer thiknes" (15 μm), ciò è causato dal fatto che al passaggio del laser viene rifusa una zona con altezza maggiore di quella di un singolo strato.

Le porosità osservate possono essere ricondotte a porosità da gas (Figura 78) riconoscibili dalla forma sferica e dalle dimensioni contenute. Queste si notano con chiarezza nei campioni maggiormente densificati e contribuiscono alla non completa densificazione. Nei campioni con densità minori si possono riscontrare porosità più estese con la presenza di zone non correttamente densificate (Figura 79) causate dal ritiro in fase di solidificazione del materiale oppure causate dalla mancata fusione e solidificazione delle polveri in alcune zone.

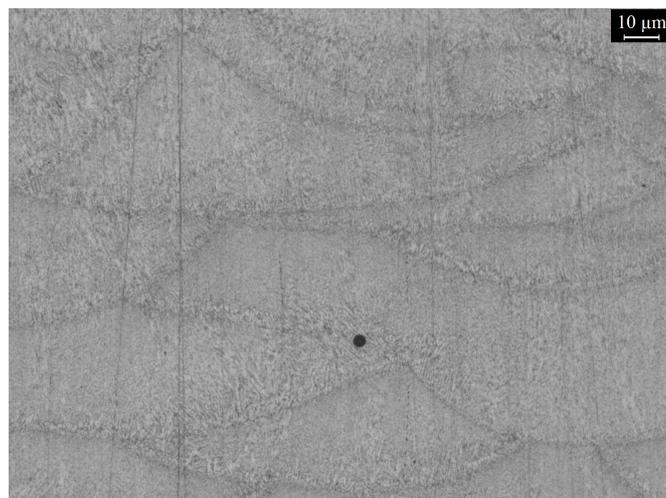


Figura 78-Porosità da gas (Campione n° 4 JOB 2)



Figura 79-Porosità da ritiro/ mancata fusione di polveri (Campione n° 5 JOB 2)

5.3 DENSITÀ JOB 2

Le strategie a “ISOLE” e a “STRIP” presentano entrambe la rotazione tra un layer e il successivo, esse sono state usate per analizzare l’effetto di velocità di scansione e Hd (Hatching distance) sulle densificazioni dei campioni.

L’aumento dell’Hd provoca una visibile diminuzione della densità dei campioni per entrambe le strategie, questo è dovuto principalmente alla creazione di porosità derivanti dall’eccessiva distanza che intercorre tra una traccia di scansione e l’altra, che non permette ai melt pool di sovrapporsi a sufficienza. Tuttavia questo effetto non è visibile come nei campioni 2,3,4,5,6,7 del JOB 1, poiché la strategia di scansione, ruotando i layer, rifonde parzialmente anche queste zone.

L’effetto dell’aumento della velocità, per le variazioni prese in esame in questo elaborato, incide in maniera minore sulla densificazione dei campioni.

Le densità migliori si possono riscontrare in un range di VED compreso tra i 92,8 e gli 84,7 J/mm³ per la strategia a ISOLE. Invece utilizzando la strategia a STRIP si ha la possibilità di scendere fino a un valore di VED pari a 80,4 J/mm³.

Per entrambi i metodi di analisi della densità (ottico e Archimede) si può notare come la strategia a STRIP risulta non variare significativamente le densità nel range di VED impostato ad eccezione di quando si aumenta l’Hd a 0,135 mm; risultando meno sensibile alla riduzione di VED rispetto a quella a ISOLE (Figura 80). La strategia a ISOLE risulta efficace, ovvero presenta elevate densità, se i parametri sono ottimizzati in maniera corretta, infatti si può notare come per ottenere campioni ben densificati si debba ricorrere a parametri e quindi a un VED ben preciso.

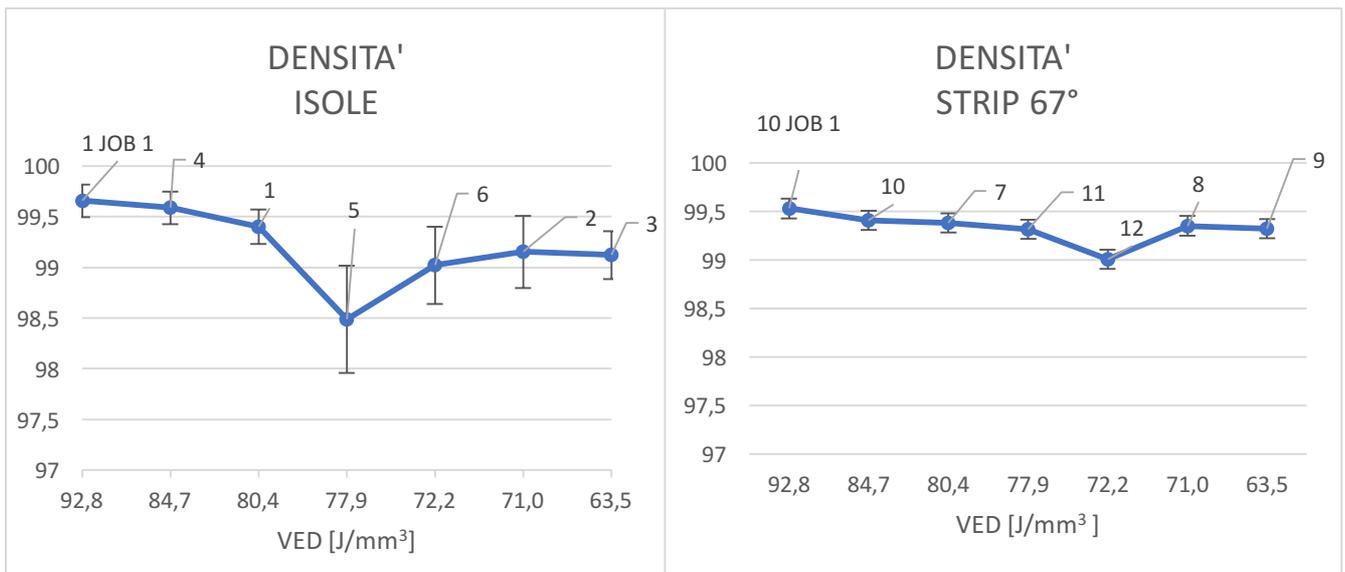


Figura 80-Andamento delle densità in funzione del VED a parità di strategia di scansione

Con la strategia di scansione a STRIP, con un VED di 63 J/mm³ (P=95W, Hd= 0,105 Lt=0,015, V=950mm/s) si possono ottenere comunque densità prossime al del 99,50%. Ottenere componenti ben densificati a VED minori è un vantaggio che si può tradurre o in minori consumi energetici o in maggiori velocità di realizzazione dei componenti. A titolo di esempio la macchina EOS M270 utilizza di default una strategia con layers ruotati reciprocamente di 67° e con un VED di 47,8 J/mm³, per ottenere parti in AlSi10Mg ben densificate. Ciò è in accordo con la tendenza riscontrata nell'utilizzo della strategia a STRIPE, che risulta sostanzialmente uguale a quella standard EOS, in quanto, con questa strategia, non si osserva un netto calo delle densità al diminuire di VED.

5.4 MICRO E NANODUREZZA

Eseguendo le prove di durezza (Figura 81) sui campioni maggiormente densificati si ottengono durezza che variano dai 127 ± 4 HV ai 133 ± 6 HV.

Questi valori di durezza risultano maggiori dei valori della stessa lega ma ottenuta come getto di fonderia. Sono paragonabili o addirittura maggiori dei valori ottenibili da un trattamento termico T6, eseguito sullo stesso materiale. Valori di durezza elevati in un materiale metallico sono spesso sintomo di elevate proprietà meccaniche. In questo caso specifico le elevate performances nei test di durezza sono derivanti dalla struttura molto fine di Al e Si che si crea con questa tecnica produttiva oltre che da meccanismi di rafforzamento per soluzione solida e per affinamento del grano.

A livello di microdurezza non si osservano sostanziali differenze causate dalla variazione di parametri come la strategia di scansione. Per quanto riguarda l'influenza del VED bisogna notare che i campioni

che sono stati analizzati non presentano una variazione di VED significativamente elevata tra loro, ed è quindi comprensibile ritrovare gli stessi valori.

Inoltre i valori di microdurezza sono valori medi nel campione, infatti come si può notare dalla Figura 81-Immagine di un'impronta di microdurezza Vickers, l'impronta di durezza insiste su una discreta area, senza discriminare le diverse zone del melt pool, in cui la presenza di fasi di dimensioni e forma differenti, provoca una variazione localizzata di tale proprietà che si può riscontare nelle prove di nanodurezza.

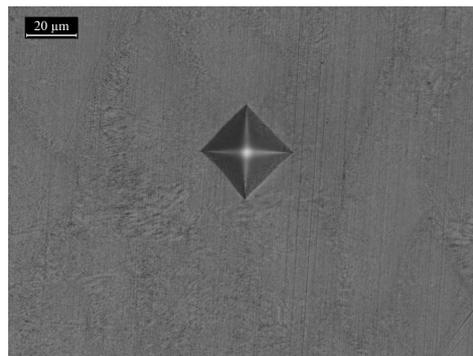


Figura 81-Immagine di un'impronta di microdurezza Vickers

Dalle prove di nanodurezza condotte sui campioni n°1 e n°8 del JOB1 si riscontrano valori simili tra di loro, tuttavia se si confrontano con analisi effettuate sulla stessa lega processata con una macchina EOS (EOS M 270) si può notare come esse presentino nanodurezza decisamente inferiore, come mostrato nel grafico in Figura 82

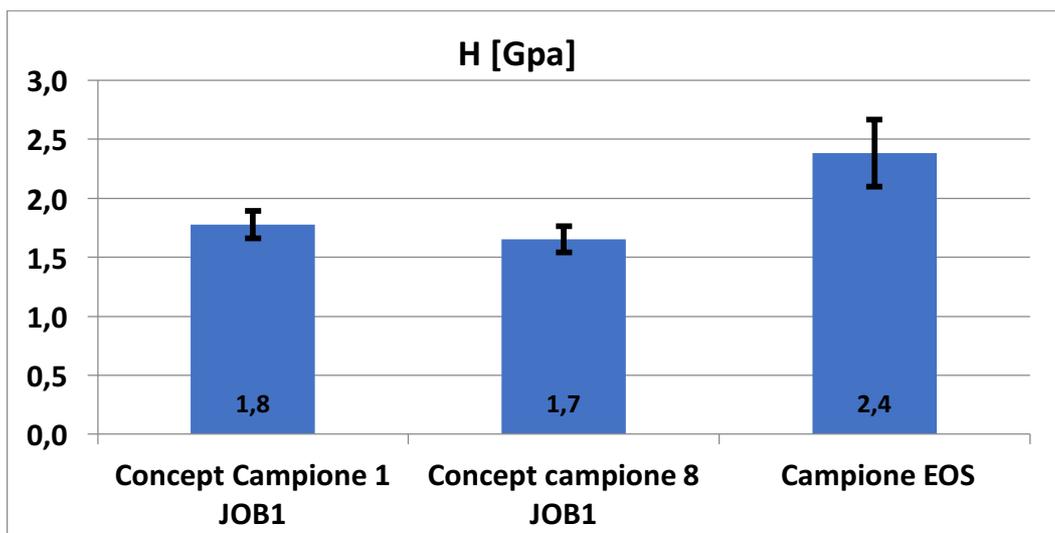


Figura 82-Confronto nanodurezze Concept Laser-EOS

Questo comportamento non è dovuto alla strategia di scansione, infatti la strategia del campione n°8 del JOB1 della Concept Laser è paragonabile a quella del campione della EOS (layers inclinati tra di

loro di 67°), ma al VED a cui i campioni sono sottoposti. Infatti i campioni n°8 e n°1 sono stati costruiti con VED circa doppio del campione EOS (92,8 J/mm³ per i campioni n°1 e n°8, mentre 47,8 J/mm³ per il campione EOS). Con un VED minore si assiste a un raffreddamento più veloce che con VED maggiori, portando alla creazione di una struttura fine di eutettico che contribuisce a fornire maggiori proprietà meccaniche. Questa è una conferma delle differenze osservate al FESEM e illustrate precedentemente Tabella 27.

BIBLIOGRAFIA

- [1] F2792-12a: Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies (ASTM International, West Conshohocken, PA, 2012)
- [2] EPMA, Promoting Powder Metallurgy Technology, Additive Manufacturing Technology (Leaflet). Online version: www.epma.com/am
- [3] HERZOG, Dirk, et al. Additive manufacturing of metals. *Acta Materialia*, 2016, 117: 371-392.
- [4] ADEKANYE, Adefemi, et al. Additive manufacturing: the future of manufacturing. *ADDITIVE MANUFACTURING*, 2017, 709: 715.
- [5] FRAZIER, 33am E. Metal additive manufacturing: a review. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2014, 23.6: 1917-1928.
- [6] ABOULKHAIR, Nesma T., et al. Reducing porosity in AlSi10Mg parts processed by selective laser melting. *Additive Manufacturing*, 2014, 1: 77-86.
- [7] TREVISAN, Francesco, et al. On the selective laser melting (SLM) of the AlSi10Mg alloy: process, microstructure, and mechanical properties. *Materials*, 2017, 10.1: 76.
- [8] MANFREDI, Diego, et al. Additive manufacturing of Al alloys and aluminium matrix composites (AMCs). In: *Light Metal Alloys Applications*. IntechOpen, 2014.
- [9] CAFFREY, T., WOHLERS, T. and CAMPBELL, R.I., 2016. Executive summary of the Wohlers Report 2016. Fort Collins, Colorado: Wohlers.
- [10] THOMPSON, Mary Kathryn, et al. Design for Additive Manufacturing: Trends, opportunities, considerations, and constraints. *CIRP annals*, 2016, 65.2: 737-760.
- [11] ATZENI, Eleonora; SALMI, Alessandro. Economics of additive manufacturing for end-usable metal parts. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2012, 62.9-12: 1147-1155.

- [12] GUO, Nannan; LEU, Ming C. Additive manufacturing: technology, applications and research needs. *Frontiers of Mechanical Engineering*, 2013, 8.3: 215-243.
- [13] MANFREDI, D., et al. Direct metal laser sintering: an additive manufacturing technology ready to produce lightweight structural parts for robotic applications. *La metallurgia italiana*, 2013, 10.
- [14] POPOVICH, Anatoliy; SUFIAROV, Vadim. Metal powder additive manufacturing. In: *New Trends in 3D Printing*. IntechOpen, 2016.
- [15] L.P. Lam, D.Q. Zhang, Z.H. Liu & C.K. Chua (2015): *Phase analysis and microstructure characterisation of AlSi10Mg parts produced by Selective Laser Melting*, *Virtual and Physical Prototyping*.
- [16] KIM, Dong-Kyu, et al. Evaluation of the stress-strain relationship of constituent phases in AlSi10Mg alloy produced by selective laser melting using crystal plasticity FEM. *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, 714: 687-697.
- [17] Y.J. Liu, Z. Liu, Y. Jiang, G.W. Wang, Y. Yang, L.C. Zhang, Gradient in microstructure and mechanical property of selective laser melted AlSi10Mg, *Journal of Alloys and Compounds* (2017), doi: 10.1016/j.jallcom.2017.11.020.
- [18] TANG, Ming; PISTORIUS, Petrus Christiaan. Anisotropic mechanical behavior of AlSi10Mg parts produced by selective laser melting. *Jom*, 2017, 69.3: 516-522.
- [19] WU, J., et al. Microstructure and strength of selectively laser melted AlSi10Mg. *Acta Materialia*, 2016, 117: 311-320.
- [20] THIJS, Lore, et al. Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder. *Acta Materialia*, 2013, 61.5: 1809-1819.
- [21] KEMPEN, K., et al. Process optimization and microstructural analysis for selective laser melting of AlSi10Mg. In: *Solid Freeform Fabrication Symposium*. 2011. p. 484-495.

- [22] Olakanmi, EO, Cochrane, RF and Dalgarno, KW (2015) A review on selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of aluminium alloy powders: Processing, microstructure, and properties. *Progress in Materials Science*, 74. 401 - 477. ISSN 0079-6425
- [23] KRISHNAN, Manickavasagam, et al. On the effect of process parameters on properties of AlSi10Mg parts produced by DMLS. *Rapid Prototyping Journal*, 2014, 20.6: 449-458.
- [24] KEMPEN, Karolien, et al. Processing AlSi10Mg by selective laser melting: parameter optimisation and material characterisation. *Materials Science and Technology*, 2015, 31.8: 917-923.
- [25] TAKATA, Naoki, et al. Change in microstructure of selectively laser melted AlSi10Mg alloy with heat treatments. *Materials Science and Engineering: A*, 2017, 704: 218-228.
- [26] BRANDL, Erhard, et al. Additive manufactured AlSi10Mg samples using Selective Laser Melting (SLM): Microstructure, high cycle fatigue, and fracture behavior. *Materials & Design*, 2012, 34: 159-169.
- [27] Kay Geels, in collaboration with Daniel B. Fowler, Wolf-Ulrich Kopp, Michael Ruckert - Metallographic and Materialographic Specimen Preparation, Light Microscopy, Image Analysis and Hardness Testing ASTM International.
- [28] SPIERINGS, Adriaan B.; SCHNEIDER, M.; EGGENBERGER, R. Comparison of density measurement techniques for additive manufactured metallic parts. *Rapid Prototyping Journal*, 2011, 17.5: 380-386.
- [29] CONTAINING, M.; THAN, L.; PERCENT, T. Standard Test Methods for Density of Compacted or Sintered Powder Metallurgy (PM) Products Using Archimedes' Principle 1. vol. i, 2012, 1-6.
- [30] TAYLOR, Robert P.; MCCLAIN, Stephen T.; BERRY, J. T. Uncertainty analysis of metal-casting porosity measurements using Archimedes' principle. *International Journal of Cast Metals Research*, 1999, 11.4: 247-257.

- [31] Standard Test Method for Density of Powder Metallurgy (PM) Materials Containing Less Than Two Percent Porosity
- [32] Concept Laser a GE Additive company MLab cusing R, Metal laser sintering systems (ge.com/additive)
- [33] ASTM, E. 407-99: Standard Practice for Microetching Metals and Alloys. ASTM, West Conshohocken, 1999.
- [34] GOLDSTEIN, Joseph I., et al. Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis. Springer, 2017.
- [35] KOCHAT, Vidya, et al. High contrast imaging and thickness determination of graphene with in-column secondary electron microscopy. Journal of Applied Physics, 2011, 110.1: 014315.
- [36] Supra 40 Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) Manual from Carl Zeiss.
- [37] Designation: E384 – 17 Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials.
- [38] W.C. Oliver ,G.M. Pharr ,Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology Journal of Materials Research , September 2003.
- [39] R. Wimmer, B. N. Lucas, T. Y. Tsui, W. C. Oliver ,Longitudinal hardnessand Young's modulus of sprucetracheidsecondarywalls using nanoindentation technique, Wood Science and Technology31(1997)131-141, Springer-Verlag1997 .
- [40] Xiaodong Li, Bharat Bhushan, A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications, Materials Characterization, December 2001.