

POLITECNICO DI TORINO

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

**Corso di Laurea Magistrale
in Ingegneria Meccanica**

Tesi di Laurea

***Nuovo metodo di gas atomizzazione per ottenere
polveri composite più performanti,
caratterizzazione delle polveri e verifica di
processabilità in macchina SLM***



Relatori

*Prof.ssa Mariangela Lombardi
Prof. Paolo Fino*

Candidato

Cristian Costantino

Dicembre 2022

Indice

Indice	i
Indice delle figure	iii
Indice delle tabelle	vii
Sommario	viii
1 Introduzione	1
2 Tecnologia per la produzione delle polveri per Additive Manufacturing	2
2.1 Atomizzazione al plasma	3
2.2 Atomizzazione centrifuga	4
2.3 Gas atomizzazione	4
2.3.1 Tecnologia fusoria VIGA (Vacuum Inert Gas Atomization)	5
2.3.2 Tecnologia fusoria VIGA-CC (Vacuum Inert Gas Atomization Cold Wall Crucible)	6
2.3.3 Tecnologia fusoria EIGA (Electrode Induction Melting Gas Atomization)	6
2.3.4 Tecnologia fusoria PIGA (Plasma Melting Induction Guiding Gas Atomization)	7
2.3.5 Tecnologia fusoria ESR-CIG (Electroslag Remelting Coldwall Induction Guiding)	8
3 Feeder per polveri	9
3.1 Scopo dell'utilizzo del feeder per polveri	9
3.2 Strumenti per la calibrazione del feeder	10
3.3 Analisi dei risultati	11
4 Materiali metallici per l'Additive Manufacturing	18
4.1 Leghe a base ferro	18
4.2 Leghe di Titanio	19
4.3 Leghe di Nichel	20
4.4 Leghe di Alluminio	22
4.4.1 Lega Al6061	23
4.4.2 Lega Scalmalloy	23
4.4.3 Lega A357	23
4.4.4 Lega AlSi12	23
4.4.5 Lega AlSi10Mg	24
4.5 Materiali compositi	28
5 Tecniche di produzione dei componenti in materiale composito	31
5.1 Tecnologia LENS	31
5.2 Tecnologia LMD	31
5.2.1 AlSi10Mg\TiB2	33
5.3 Tecnologia SLM	34
5.3.1 A205	35
5.3.2 AlSi10Mg\TiB2	37
6 Processo di Gas Atomizzazione	43
6.1 Dimensione del foro dell'ugello di fusione	43
6.2 Temperatura di fusione	43
6.3 Composizione chimica della lega	43
6.4 Gas utilizzato durante il processo	43
6.5 Top Pressure	43
6.6 Die Pressure	44
6.7 Lega all'interno del crogiolo	44

Indice

6.8 Operazioni sul feeder	44
7 Analisi sulle polveri	45
7.1 Analisi granulometrica	45
7.2 Prove reologiche	46
7.3 Analisi LECO ONH 836	47
7.4 Micrografia delle polveri	49
7.4.1 Preparazione del campione	49
7.4.2 Analisi dei risultati	50
8 Conclusioni	55
9 Bibliografia	56

Indice delle figure

- Figura 1: Evoluzione della forma della particella all'interno dell'impianto per la sferoidizzazione*
- Figura 2: Schema impianto con tecnologia al plasma per fili*
- Figura 3: Particelle ottenute attraverso tecnologia al plasma per fili*
- Figura 4: Schema impianto di atomizzazione centrifuga*
- Figura 5: Particelle sferiche prodotte per atomizzazione centrifuga*
- Figura 6: Schema dell'impianto Gas Atomizzatore*
- Figura 7: Schema fonderia a induzione*
- Figura 8: Schema impianto con tecnologia fusoria VIGA mobile*
- Figura 9: Schema impianto con tecnologia fusoria VIGA fisso*
- Figura 10: Schema impianto con tecnologia fusoria VIGA-CC*
- Figura 11: Schema impianto con tecnologia fusoria EIGA*
- Figura 12: Schema impianto con tecnologia fusoria PIGA*
- Figura 13: Schema impianto con tecnologia fusoria ESR-CIG*
- Figura 14: Feeder per polveri*
- Figura 15: Processo per l'ottenimento di particelle composite: (a) il metallo fuso fluisce dalla camera di fusione, le particelle ceramiche vengono spruzzate dal feeder in camera di atomizzazione; (b) il metallo fuso incontra la particella ceramica; (c) il metallo fuso si dispone sulla particella ceramica; (d) il metallo fuso ingloba la particella ceramica; (e) Particella composita solidificata*
- Figura 16: Strumenti per la regolazione feeder*
- Figura 17: Flusso effettivo rispetto al flusso teorico (intervallo 90÷150 g/min)*
- Figura 18: Curva di calibrazione (intervallo 90÷150g/min)*
- Figura 19: Tubo di trasporto delle particelle al di fuori dello spruzzatore*
- Figura 20: Tubo di trasporto delle particelle al di fuori dello spruzzatore*
- Figura 21: Sezione ristretta in corrispondenza dell'uscita del tubo*
- Figura 22: Risultati prova granulometrica su polvere Al₂O₃*
- Figura 23: Setaccio contenente polveri Al₂O₃*
- Figura 24: Risultati prova granulometrica su polveri ZrO₂*
- Figura 25: Manicotto tra tubo d'acciaio e tubo di gomma*
- Figura 26: Sistema di collegamento tra tramoggia e tubo di distribuzione*
- Figura 27: Sistema di collegamento tra tubo di distribuzione e camera di atomizzazione*

Indice delle figure

- Figura 28: Nuovo sistema di collegamento tra tubo di distribuzione e camera di atomizzazione*
- Figura 29: Diagramma di stato Titanio-Alluminio*
- Figura 30: Diagramma delle resistenze specifiche per diverse leghe in base alla temperatura d'esercizio*
- Figura 31: Evoluzione degli elementi di lega aggiunti alle leghe di nichel nell'arco degli anni*
- Figura 32: Microstruttura tipica lega di AlSi10Mg*
- Figura 33: Microstruttura tipica dopo fusione per lega AlSi10Mg lungo il piano di costruzione*
- Figura 34: Micrografie lungo diversi piani direzionali: (a) piano Z ingrandimento 50um; (b) piano Z ingrandimento 10um; (c) piano XY ingrandimento 50um; (d) piano XY ingrandimento 10um*
- Figura 35: Analisi della forma dei grani attraverso ingrandimento della micrografia pari a 2um: (1) zona fusa dal laser; (2), (3) e (4) zone termicamente alterate*
- Figura 36: Analisi delle superfici a rottura: (a) rottura di tipo duttile; (b) ingrandimento della figura a*
- Figura 37: Grafico che rappresenta l'allungamento a rottura e la tensione massima per un componente in AlSi10Mg sottoposto a diversi trattamenti termici*
- Figura 38: Valore della tenacità a frattura in funzione dello spessore che reagisce con l'interfaccia*
- Figura 39: Formula di equilibrio di Young*
- Figura 40: Bagnabilità della goccia in funzione della temperatura*
- Figura 41: Microstrutture per due diversi materiali compositi: (a) distribuzione delle particelle non omogenea; (b) distribuzione delle particelle omogenea*
- Figura 42: Schema della tecnologia LENS*
- Figura 43: Schema della tecnologia LMD*
- Figura 44: Micrografie che rappresentano tre differenti microstrutture: (a) particelle metalliche di forma sferica; (b) particelle ceramiche di forma irregolare; (c) particelle metalliche con all'intorno particelle ceramiche*
- Figura 45: Meccanismo di deposizione degli strati per tecnologia LMD*
- Figura 46: Micrografie per particelle di composito AlSi10Mg/TiB2: (a) particelle di AlSi10Mg/TiB2; (b) ingrandimento della superficie di una particella di AlSi10Mg/TiB2 per evidenziare la superficie*
- Figura 47: Evoluzione della microstruttura di AlSi10Mg/TiB2 in funzione della velocità di traslazione: (a) microstruttura con elevato numero di agglomerati di TiB2; (b) microstruttura con minor numero di agglomerati rispetto ad (a) ma con comparsa di porosità; (c) microstruttura con minore presenza di agglomerati rispetto al caso (b) e pori più larghi*
- Figura 48: Diagramma che riporta il valore della durezza Vickers in funzione del tenore di TiB2*
- Figura 49: Schema della tecnologia SLM*

Indice delle figure

Figura 50: Microstruttura per lega A205

Figure 51: Micrografie per lega A205: (a) Microstruttura per lega A205 con in rilievo pozze di fusione e bordi di grano; (b) ingrandimento rettangolo nero (a), in rilievo presenza di pori e di agglomerati di TiB₂; ingrandimento rettangolo nero (b), in rilievo le particelle ceramiche e gli agglomerati di TiB₂

Figure 52: Micrografia bordi di grano per lega A205

Figura 53: Disposizione del precipitato di TiB₂ rispetto la matrice alfa-Al

Figura 54: Microstruttura polveri di lega AlSi10Mg\TiB₂

Figura 55: Distribuzione granulometrica polveri di lega AlSi10Mg\TiB₂

Figura 56: Influenza della velocità di scansione rispetto la densità relativa: caso OM (blu); misure per Archimede(rosso)

Figura 57: Influenza della potenza del rispetto la densità relativa: caso OM (blu); misure per Archimede(rosso)

Figura 58: Influenza dello spazio tra due tracce di fusione adiacenti rispetto la densità relativa: caso OM(blau); misure per Archimede(rosso)

Figura 59: Influenza della densità di energia volumetrica sulla densità relativa del provino:
(a) microstruttura del campione per densità di energia volumetrica pari a 34 J/mm³;
(b) microstruttura del campione per densità di energia volumetrica pari a 54,7 J/mm³;
(c) microstruttura del campione per densità di energia volumetrica pari a 67,6 J/mm³;
(d) microstruttura del campione per densità di energia volumetrica pari a 117,8 J/mm³

Figura 60: Microstruttura materiale composito AlSi10Mg\TiB₂: (a) microstruttura piano orizzontale;
(b) microstruttura piano verticale

Figura 61: Micrografia piano orizzontale materiale composito AlSi10Mg\TiB₂: (a1) microstruttura tracce di scansione del laser; (a2) microstruttura della sezione ingrandita in a1; (1) microstruttura zona interna alla pozza di fusione; (2) e (3) microstruttura zone di legame tra pozze di fusione

Figura 62: Micrografia piano verticale materiale composito AlSi10Mg\TiB₂: (a1) microstruttura pozza di fusione; (a2) microstruttura della sezione ingrandita in a1; (1) microstruttura zona interna alla pozza di fusione; (2) e (3) microstruttura zone di legame tra pozze di fusione

Figura 63: Frazione percentuale per diametro equivalente di particelle di TiB₂

Figura 64: Proprietà meccaniche per materiale composito AlSi10Mg\TiB₂ e lega AlSi10Mg

Figura 65: Grano materiale composito AlSi10Mg\TiB₂

Figura 66: Granulometro Malvern Mastersizer 3000

Figura 67: Variazione dell'angolo di diffrazione in funzione della dimensione delle particelle con cui interagisce

Figura 68: Distribuzione granulometrica materiale composito AlSi10Mg/TiB₂

Figura 69: Reometro

Indice delle figure

Figura 70: Strumenti standard per effettuare la prova reologica

Figura 71: Rappresentazione del moto del rotore a lame

Figura 72: Risultati prove reologiche sulle polveri di materiale $AlSi10Mg/TiB2$

Figura 73: Risultati analisi LECO per determinare la quantità di ossigeno, idrogeno e azoto

Figura 74: Risultati analisi LECO per determinare la quantità di ossigeno, idrogeno e azoto

Figura 75: Inglobatrice automatica

Figura 76: Campione inglobato

Figura 77: Lucidatrice automatica

Figura 78: Strumento per la deposizione del rivestimento

Figura 79: Microscopio elettronico a scansione

Figura 80: Meccanismo di funzionamento SEM

Figura 81: Differenti tipi di segnale originati dal SEM

Figura 82: Micrografia delle particelle $AlSi10Mg/TiB2$ ingrandimento visibilità 40um

Figura 83: Micrografia delle particelle $AlSi10Mg/TiB2$ ingrandimento visibilità 10um

Figura 84: Microstruttura delle particelle $AlSi10Mg/TiB2$ ingrandimento visibilità 10um

Figura 85: Microstruttura delle particelle $AlSi10Mg/TiB2$ ingrandimento visibilità 10um (backscattering)

Figura 86: Microstruttura delle particelle $AlSi10Mg/TiB2$

Figura 87: Immagine creata attraverso il rilevatore di dispersione di energia

Figura 88: Analisi chimica qualitativa: a) distribuzione elementare Al; b) distribuzione elementare Si; c) distribuzione elementare Ti; d) distribuzione elementare B

Figura 89: Schema dell'albero di raccolta delle polveri

Indice delle tabelle

Tabella 1: Risultati per prove effettuate su polveri ceramiche di TiB₂

Tabella 2: Composizione tipica per leghe d'acciaio inossidabile per AM

Tabella 3: Composizione e tenore di elementi leganti tipica per leghe d'acciaio maraging per AM

Tabella 4: Composizione e tenore di elementi leganti tipica per leghe d'acciaio per utensili per AM

Tabella 5: Elementi che aumentano il tenore della matrice gamma e quelli che aumentano il tenore della fase gamma primo

Tabella 6: Percentuale media degli elementi in lega Inconel 718

Tabella 7: Percentuale degli elementi in lega Al6061

Tabella 8: Percentuale media degli elementi in lega Scalmalloy

Tabella 9: Percentuale media degli elementi in lega A357

Tabella 10: Percentuale media degli elementi in lega AlSi12

Tabella 11: Percentuale media degli elementi in lega di AlSi10Mg

Tabella 12: Composizione tipica per lega A205

Tabella 13: Composizione percentuale lega AlSi10Mg\TiB₂

Tabella 14: Quantità percentuale di ossigeno, idrogeno e azoto

Sommario

Attraverso l'Additive Manufacturing si ha la possibilità di fabbricare componenti con geometrie complesse a volte nemmeno realizzabili con le tecniche tradizionali. Le tecniche di Additive garantiscono un elevato livello di personalizzazione. I componenti prodotti non sono soggetti obbligatoriamente a cicli di trattamenti termici. Questi possono essere messi in opera "as built". L'additive non essendo una tecnica ad asportazione di materiale e avendo una bassa inefficienza porta a un ridotto spreco di materiale. La riduzione dei processi a cui è sottoposto il materiale per diventare un componente finito porta ad una conseguente riduzione dei costi. L'additive manufacturing si avvale di particolari macchine che lavorano con materiali preparati ad hoc. Questi materiali "ingegnerizzati" sono prodotti rispettando determinate caratteristiche per la messa in macchina. Le avanzate tecniche di preparazione permettono di ottenere materiali formati da combinazioni di leghe che con le tecniche tradizionali non potrebbero esistere. La solidificazione dei materiali nelle macchine per l'additive avviene in tempi brevissimi, questo fa sì che il materiale non densifichi, in tal modo si ottengono componenti con caratteristiche inedite rispetto quelli prodotti con le tecniche tradizionali.

L'obiettivo di questo lavoro di tesi è di ottenere polveri AlSi10Mg/TiB_2 attraverso l'impianto gas atomizzatore. Questo viene fatto non attraverso l'inserimento degli elementi che vanno a comporre la matrice e il rinforzante in camera di fusione, oppure attraverso miscelazione e ottenimento del materiale attraverso il processo di produzione in macchine per additive (processi spiegati nei paragrafi seguenti). Il sistema consisterà nel fondere la lega di AlSi10Mg nel crogiolo che si trova in camera di fusione e successivamente quando avviene il processo di atomizzazione per la lega fusa si spruzzano in camera di atomizzazione le particelle di TiB_2 in modo che vengano lambite dalla lega AlSi10Mg , si solidifichino al suo interno e creino una seconda fase. Le particelle ceramiche vengono fatte fluire attraverso un'innovativa tecnica che consiste in un feeder di polveri opportunamente adattato e calibrato. Il risultato che si vorrebbe ottenere sono delle polveri con la TiB_2 distribuita in maniera più omogenea rispetto agli altri casi studiati in letteratura. Dopo aver effettuato le analisi sulle polveri ottenute queste vengono confrontate con polveri commerciali.

Capitolo 1

Introduzione

L'Additive Manufacturing è una delle tecnologie emergenti più promettenti per la realizzazione di componenti con geometrie complesse garantendo elevata precisione, bassi sprechi di materiale, possibilità di avere componenti personalizzati aggiungendo bassi costi e in generale il componente subisce pochi processi per passare da grezzo a finito in modo da poter essere messo in opera. La possibilità di poter costruire componenti complessi con funzioni integrate e di avere dei materiali con dei mix di leghe non ottenibili con le tecniche tradizionali. Questi portano a indefiniti miglioramenti delle performance. I processi per la progettazione delle leghe sono costosi in quanto le conoscenze sono limitate a poche persone in tutto il mondo. Questo porta questo settore ad essere considerato di nicchia. In ambito industriale i settori più coinvolti in questa tecnologia produttiva sono l'aerospaziale, l'aeronautico, il medico e il motorsport.

La lega AlSi10Mg è utilizzata è sperimentata nei settori predetti in quanto ha ridotto peso, buone proprietà meccaniche, resistenza all'ossidazione, gode di buona conducibilità termica ed elettrica. Le particelle di TiB2 usate come rinforzante forniscono un ulteriore incremento delle proprietà meccaniche.

L'obbiettivo del nostro studio è un cambio di paradigma rispetto le attuali tecniche per la creazione del materiale composito AlSi10Mg/TiB2. Con l'attuale tecnica di miscelazione la TiB2 diventa un satellite della lega base Alluminio. Attraverso l'utilizzo del feeder, la formazione del composito avviene in atomizzatore e le particelle di TiB2 si solidificano all'interno della lega base Al. Questo migliorerà il comportamento del materiale composito una volta inserito in macchina per essere processato.

Lo studio è suddiviso come segue. Il capitolo 2 descrive le tecnologie per la produzione di polveri per additive, in particolare viene descritto l'impianto gas atomizzatore. Nel capitolo 3 viene descritto il feeder per polveri, il comportamento della macchina in funzione delle polveri utilizzate e gli accorgimenti utilizzati per migliorare il comportamento durante il processo di atomizzazione. Nel capitolo 4 vengono presentati i materiali utilizzati in additive. Lo studio principale è fatto sulle leghe di alluminio e in particolare viene analizzata la lega AlSi10Mg. Vengono introdotti i materiali compositi. Nel capitolo 5 vengono analizzate le tecniche per la produzione dei materiali compositi, in particolare le tecniche in grado di processare i materiali compositi che hanno come matrice le leghe di alluminio. Il capitolo 6 descrive il processo eseguito per la produzione delle polveri. Il capitolo 7 riporta i risultati ottenuti dall'atomizzazione e la caratterizzazione delle polveri ottenute e il confronto con una commerciale.

Capitolo 2

Tecnologie per la produzione di polveri per Additive Manufacturing

Le polveri metalliche per Additive Manufacturing devono avere delle caratteristiche fondamentali per essere processate in macchina. La prima caratteristica fondamentale è la forma. La tecnologia additiva richiede di poter generare degli strati omogenei di polvere prima di incontrare la sorgente energetica che ha il compito di fonderle in modo uniforme. La presenza di strati omogenei evita che il componente ottenuto abbia vuoti nella struttura. La forma più favorevole per le polveri è quella sferica. La forma sferica aumenta la scorrevolezza. Maggiore sarà questa proprietà più facile sarà la disposizione sul piano di lavoro della macchina in modo da ottenere il giusto impacchettamento delle polveri. La dimensione è un'altra caratteristica fondamentale. Questa è legata al fatto che l'energia in funzione della tecnologia additive che si utilizza sarà più o meno penetrante nel letto di polvere. Storicamente si è osservato che laser con potenza di 150-200W di potenza riuscissero a fondere strati di polvere al di sotto dei 100um. La tecnologia a fascio di elettroni ha una potenza di circa un ordine di grandezza superiore rispetto a quella laser. Attualmente come intervallo di dimensionale si associano polveri tra i 25 e i 45um le tecnologie laser e tra i 45 e i 110um per le tecnologie a fascio di elettroni. È importante avere una distribuzione granulometrica variabile in quanto questo migliora la densificazione delle polveri e le proprietà meccaniche. Le particelle più fini influiscono sulle proprietà meccaniche. Le particelle con dimensioni più grandi determinano lo spesso del layer e hanno un effetto positivo sull'allungamento a rottura. Un'altra caratteristica principale è la composizione chimica. I fattori principali sono la stabilità della composizione chimica, l'omogeneità della composizione chimica e la durabilità della composizione chimica. Le polveri possono presentare un grado di contaminazione. Questo è causato dalla formazione di ossidi o dall'assorbimento di gas. Gli agenti contaminanti peggiorano la densificazione del materiale, di conseguenza le proprietà meccaniche del componente finale. Uno dei fattori che rende la tecnologia additive più economica è quello di poter utilizzare quasi il 100% della materia prima. Questo è un fattore molto importante in quanto la spesa ricorrente per una macchina da additive sarà connessa al continuo rifornimento di materie prime, le quali hanno un costo di qualche ordine di grandezza maggiore se paragonate con quelle utilizzate per i processi tradizionali. Questo è connesso al fatto che ci sono pochi produttori di polveri additive nel panorama mondiale e al sofisticato processo per l'ottenimento delle polveri.

La produzione delle polveri avviene attraverso in tre fasi principali. La fase primaria comprende i processi di estrazione e la lavorazione dei minerali, trasformazione dei minerali in materiali metallici e successivamente formatura di lingotti. La fase secondaria è inerente ai processi che permettono di ottenere le polveri. La fase terziaria consiste nella validazione delle polveri.

Tutte le tecnologie di atomizzazione per la produzione delle polveri si basano su un assunto che la forma sferica è quella fisicamente più stabile. Facendo avvenire la solidificazione rapidamente, in un ambiente non vincolato la solidificazione avverrà da una goccia di materiale di forma sferica. Questo è influenzato dalla viscosità, dalla densità e dalle forze attrattive dei metalli. L'influenza delle proprietà aumenta con il diminuire delle dimensioni delle particelle, in quanto le forze elementari prevalgono rispetto all'interazioni con l'ambiente esterno.

2.1 Atomizzazione al plasma

Le tecnologie al plasma vengono utilizzate negli impianti di sferoidizzazione. Le particelle di piccole dimensioni precedentemente ottenute per macinazione vengono riscaldate con del plasma caldo per ottenere particelle di forma sferica (Figura 1). Un'altra versione può essere ottenuta con il materiale di partenza filiforme (Figura 2) di diametro di circa 1-2mm, le torce di plasma a contatto con il filo lo portano a fusione e contemporaneamente gli forniscono l'energia meccanica per polverizzare il materiale. La svolta tecnologica si ha con la realizzazione di fili di elementi diversi con diametro molto piccolo questi formando un trefolo si comportano rispetto la tecnologia come materiali alligati. Tenendo conto delle dimensioni medie e della densità apparente delle particelle è possibile stimare il tempo di permanenza in camera di atomizzazione in modo da poter garantire la solidificazione, prima di entrare a contatto con le superfici della camera. Le polveri prodotte con tale tecnologia risulteranno di elevata purezza e bassa rugosità. Le polveri risulteranno con un'elevata sfericità e la quasi assenza di satelliti (Figura 3) dovuta all'elevata temperatura del plasma (gas atomizzante caldo) con conseguente elevata energia cinetica. Incrementando la temperatura di fusione si ha la diminuzione del tenore di impurezze, le quali vengono vaporizzate.

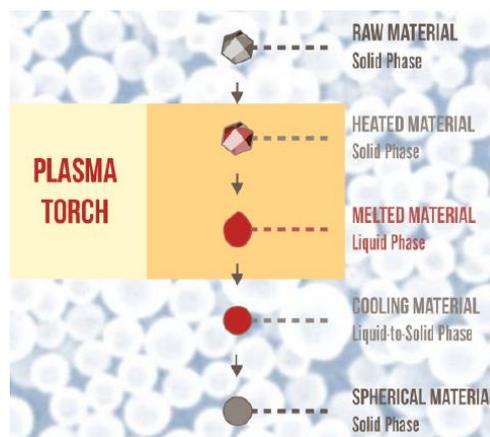


Figura 1: Evoluzione della forma della particella all'interno dell'impianto per la sferoidizzazione

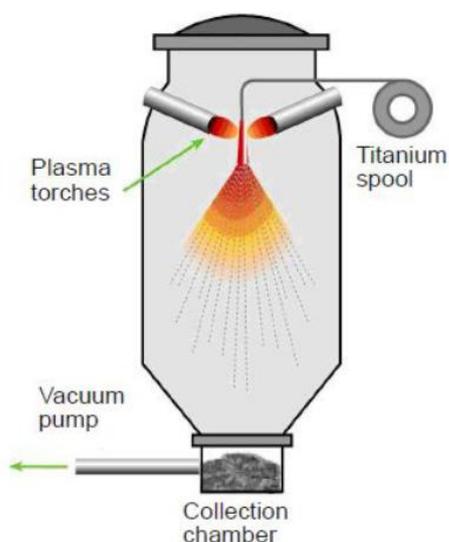


Figura 2: Schema impianto con tecnologia al plasma per fili

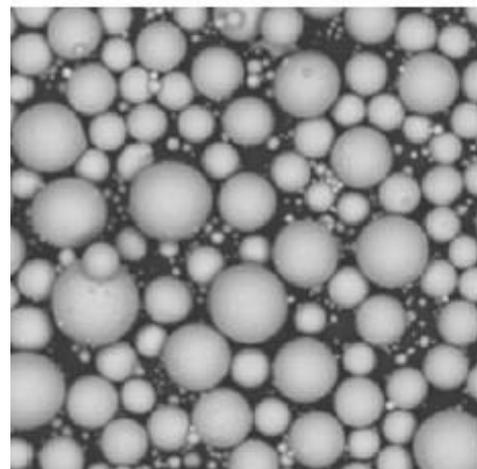


Figura 3: Particelle ottenute attraverso tecnologia al plasma per fili

2.2 Atomizzazione centrifuga

Il processo avviene attraverso il contatto tra la torcia al plasma che fonde l'estremità libera di un lingotto cilindrico rotante (Figura 4). La dimensione delle gocce è ridotta attraverso la forza centrifuga. La forza centrifuga fa disperdere le goccioline all'interno di una camera a forma di disco rotante o cono. Le particelle risultano estremamente sferiche (Figura 5) in quanto sono solidificate prima di entrare a contatto con le pareti della camera. La fusione avviene senza crogiolo quindi le particelle avranno elevata purezza.

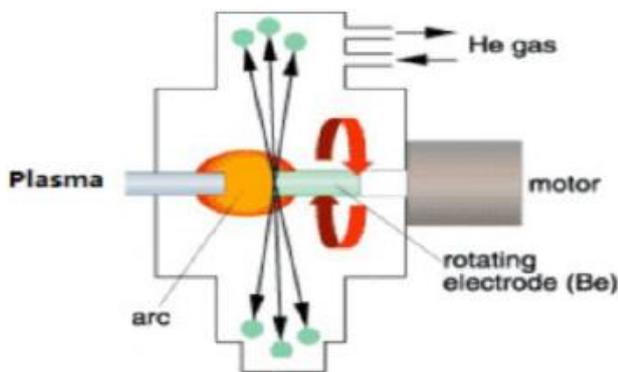


Figura 4: Schema impianto di atomizzazione centrifuga

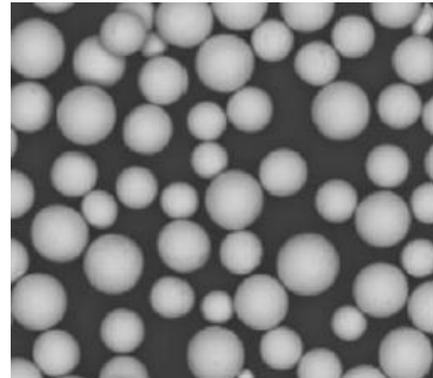


Figura 5: Particelle sferiche prodotte per atomizzazione centrifuga

2.3 Gas Atomizzazione

La gas atomizzazione avviene in un impianto chiamato gas atomizzatore (Figura 6) è una tecnologia che si basa sul passaggio del liquido fuso attraverso un ugello convergente divergente. Il materiale viene fuso all'interno della camera di fusione attraverso un forno a induzione (Figura 7). L'induzione ha il vantaggio di mantenere la circolazione e il mescolamento del liquido durante la fase di fusione. La fusione avviene all'interno di un crogiolo solitamente fatto di allumina. La tenuta è garantita attraverso l'accoppiamento di un componente mobile in allumina chiamato stopper road e di un componente fisso che si innesta sul crogiolo chiamato plug. Il liquido fuso va a fluire nell'ugello convergente divergente. Il liquido sfrutta la differenza di pressione tra la camera di fusione e quella di atomizzazione e il battente metallostatico per passare attraverso l'ugello, inoltre questo è accompagnato all'interno dell'ugello da un flusso di gas inerte a pressioni elevate. All'interno dell'ugello si ha un notevole incremento dell'energia cinetica fino a velocità ipersoniche. I fluidi subiscono un'espansione istantanea. La presenza del gas aiuta la formazione del cono liquido. Questo fa sì che il flusso di materiale sia separato durante l'espansione. La camera di atomizzazione è isolata e viene messa in vuoto attraverso delle pompe per eliminare tutto il gas reattivo all'interno. La camera viene riempita di gas inerte (Azoto, Elio o Argon) in quanto è opportuno avere un'atmosfera non reattiva prima di aprire l'ugello. Il gas che partecipa attivamente al processo di atomizzazione può essere regolato in maniera istantanea attraverso delle manopole. È importante conoscere il comportamento dei materiali in quanto devono essere non reattivi ad alte temperature e alte pressioni. La produzione attraverso gas atomizzazione risulta non inquinata da elementi reattivi. Uno dei vincoli del gas atomizzatore sta nel fatto che il raffreddamento non è istantaneo della goccia come per il raffreddamento come con un mezzo che potrebbe essere l'acqua. Le particelle colpendo la camera di atomizzazione prima di essersi consolidate cambierebbero forma. Questo è risolto avendo camere di atomizzazione con altezze notevoli. Le particelle possono finire nella tramoggia principale che colleziona le particelle micrometriche. Le particelle più fini passano insieme al gas per un ciclone separatore queste vengono raccolte in una tramoggia secondaria oppure da un filtro.

2-Tecnologie per la produzione di polveri per Additive Manufacturing

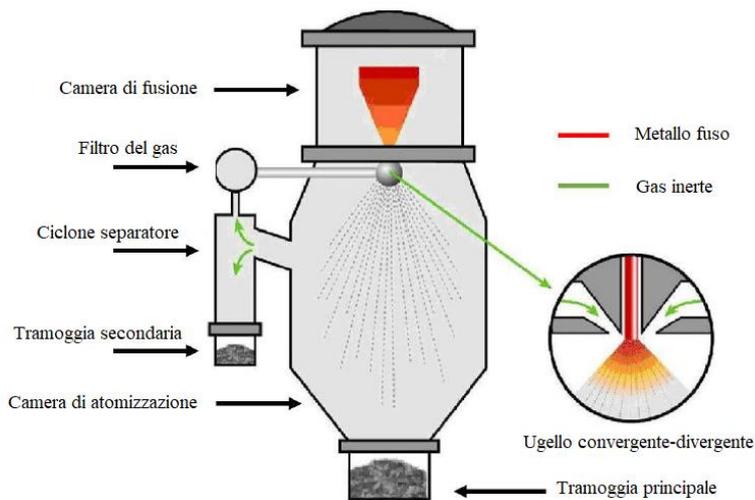


Figura 6: Schema dell'impianto Gas Atomizzatore

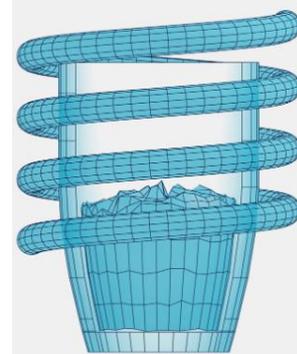


Figura 7: Schema fonderia a induzione

2.3.1 Tecnologia fusoria VIGA (Vacuum Inert Gas Atomization)

Questo sistema fusorio può avere il crogiolo mobile o fisso. Nel caso di crogiolo mobile (Figura 8) si ha un momento di stacco della fusione per induzione della lega e se la lega è composta da elementi con densità e caratteristiche elettriche differenti si avrà una miscelazione della lega. La gestione meccanica del sistema risulta facile in quanto il fluire non dipende dalla rimozione dello stopper road. Il sistema viga con crogiolo fisso (Figura 9) presenta un induttore (spira di rame) intorno al crogiolo. Possibilità di creare le leghe all'interno del crogiolo. Gestione critica nel far fluire il fluido verso la camera sottostante. Il contatto con il crogiolo può fare avvenire fenomeni di ossidazione all'interno della lega.



Figura 8: Schema impianto con tecnologia fusoria VIGA mobile

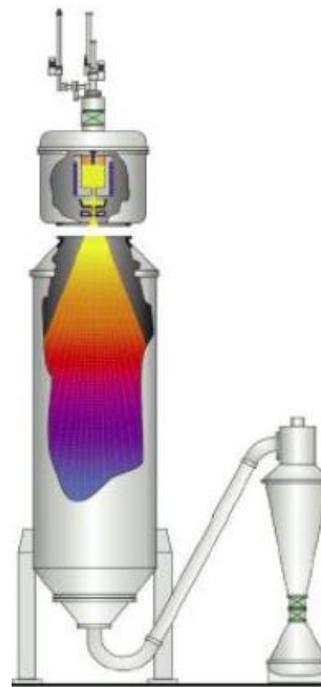


Figura 9: Schema impianto con tecnologia fusoria VIGA fisso

2-Tecnologie per la produzione di polveri per Additive Manufacturing

2.3.2 Tecnologia fusoria VIGA-CC (Vacuum Incert Gas Atomization Cold Wall Crucible)

A differenza della tecnica VIGA precedente il crogiolo è fatto da materiale metallico non ferromagnetico (Figura 10), di conseguenza non è riscaldato dalle correnti parassite generate dall'induttore. Questo è ugualmente raffreddato per non essere fuso dal materiale fuso internamente. Tecnologia più complessa per quanto riguarda la gestione delle temperature del crogiolo. Come vantaggio si ha l'eliminazione del materiale ceramico che potrebbe reagire con il materiale fuso all'interno.



Figura 10: Schema impianto con tecnologia fusoria VIGA-CC

2.3.3 Tecnologia fusoria EIGA (Electrode Induction Melting Gas Atomization)

Il processo di fusione è gestito senza crogiolo (Figura 11). Un lingotto prealligato cilindrico viene fatto scendere dall'alto. Un sistema meccanico lo porta all'altezza di un induttore che non ha contatto con il materiale. L'induttore fonde il materiale che per gravità scende in camera di atomizzazione. La polvere ottenuta sarà con una purezza elevatissima. Lo svantaggio è che si devono avere già lingotti con una determinata composizione non si possono fare miscele per ottenere leghe nuove.

2-Tecnologie per la produzione di polveri per Additive Manufacturing



Figura 11: Schema impianto con tecnologia fusoria EIGA

2.3.4 Tecnologia fusoria PIGA (Plasma Melting Induction Guiding Gas Atomization)

L'operazione fusoria avviene attraverso la fonte di calore che è plasma caldo (Figura 12). Il plasma è ottenuto da gas ionizzato il quale investe la superficie di materiale da fondere. Il crogiolo è fatto tipicamente in rame ed è raffreddato. Il crogiolo è metallico in quanto le particelle devono essere accelerate.



Figura 12: Schema impianto con tecnologia fusoria PIGA

2-Tecnologie per la produzione di polveri per Additive Manufacturing

2.3.5 Tecnologia fusoria ESR-CIG (Electroslag Remelting Coldwall Induction Guiding)

In questo sistema fusorio il lingotto viene utilizzato come elettrodo (Figura 13). L'altro elettrodo è rappresentato dal crogiolo. La fusione del materiale avviene in quanto si fa scoccare l'arco elettrico tra il lingotto e il crogiolo. L'arco elettrico raggiunge temperature elevatissime. Si utilizza un crogiolo in grafite. Questo non fonde alle temperature a cui arriva l'arco elettrico, mentre il lingotto di materiale metallico fonde. Il sistema è molto economico ma ha come svantaggio che il materiale fuso va a contatto con la grafite, questo potrebbe portare una carburazione del materiale.



Figura 13: Schema impianto con tecnologia fusoria ESR-CIG

Capitolo 3

Feeder per polveri

3.1 Scopo dell'utilizzo del feeder di polveri

Attraverso i processi di gas atomizzazione tradizionali o altre tecniche per l'ottenimento di materiali compositi AlSi10Mg/TiB₂ spiegati in seguito, si ha la formazione di agglomerati di materiale ceramico all'interno della microstruttura. Tutte le tecniche portano alla presenza di particelle di TiB₂ saldate sulla superficie del AlSi10Mg. Attraverso il feeder di polveri (Figura 14), strumento nato per disperdere delle cariche all'interno delle vernici, si è tentato di sviluppare un nuovo metodo di gas atomizzazione. Questo strumento che è stato collegato alla camera di atomizzazione, per spruzzare le particelle ceramiche durante il processo di atomizzazione. In camera di fusione sarà presente la lega AlSi10Mg. La lega fusa andrà a inglobare le particelle ceramiche (Figura 15) per poi ottenere la sferoidizzazione del materiale e la solidificazione come nei normali processi di atomizzazione. Rispetto le altre tecniche per l'ottenimento dei compositi se il risultato sarà quello cercato avremo una flowability maggiore. La successiva analisi della microstruttura ci porterà a stabilire se effettivamente si ha il risultato da noi auspicato cioè una struttura più omogenea. Questo porterebbe a una nuova frontiera per tutta una serie di materiali. La combinazione di queste tecnologie potrebbe portare alla rimodulazione del concetto di produzione di leghe. Come spiegato in seguito molte leghe hanno degli elementi presenti in bassa percentuale che svolgono il compito di rafforzamento per precipitazione. Se i risultati della distribuzione sono confermati si avrà un miglioramento delle proprietà meccaniche. Un'altra conseguenza legata alla distribuzione sarà che le leghe seguiranno differenti processi di trattamento termico, in ogni caso le operazioni a cui saranno soggette diminuiranno. Si potrebbe pensare di inserire come rinforzante delle leghe già sferiche con punto di fusione più alto in modo da ottenere soluzioni esotiche con proprietà inedite.

3-Feeder per polveri



Figura 14: Feeder per polveri

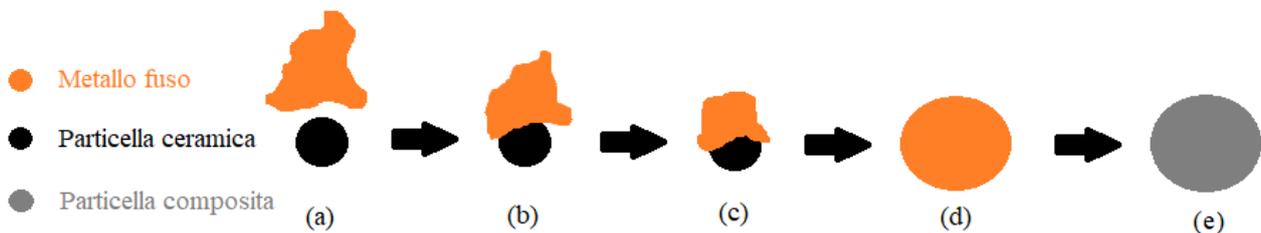


Figura 15: Processo per l'ottenimento di particelle composite: (a) il metallo fuso fluisce dalla camera di fusione, le particelle ceramiche vengono spruzzate dal feeder in camera di atomizzazione; (b) il metallo fuso incontra la particella ceramica; (c) il metallo fuso si dispone sulla particella ceramica; (d) il metallo fuso ingloba la particella ceramica; (e) Particella composita solidificata

3.2 Strumenti per la calibrazione del feeder

Per una maggiore comprensione del macchinario si illustrano gli strumenti che intervengono nella regolazione del flusso di particelle all'uscita dello spruzzatore (Figura 16).

1. Carrier flow: Regola la pressione del gas che trasporta le particelle all'uscita dello spruzzatore. L'unità di misura che esprime tale grandezza è SCFH (Standard cubic feet of gas per hour).
2. Feed rate (display): Indica il flusso di particelle in uscita dal feeder, la scala è teorica e segue valori di taratura usati dal costruttore.
3. Feed rate (regolatore): Regola il flusso di particelle modificando la pressione all'interno della tramoggia.
4. Supply pressure: Regola la pressione del gas all'interno dello spruzzatore.
5. Valvola di regolazione dell'aria: Regola l'aria che alimenta l'agitatore di particelle.

3-Feeder per polveri

Durante le operazioni di taratura si è fatto riferimento ad un'altra grandezza il flow rate. Con flow rate si intende il flusso di particelle effettivo ottenuto durante le diverse misurazioni imposto un determinato valore di feed rate.

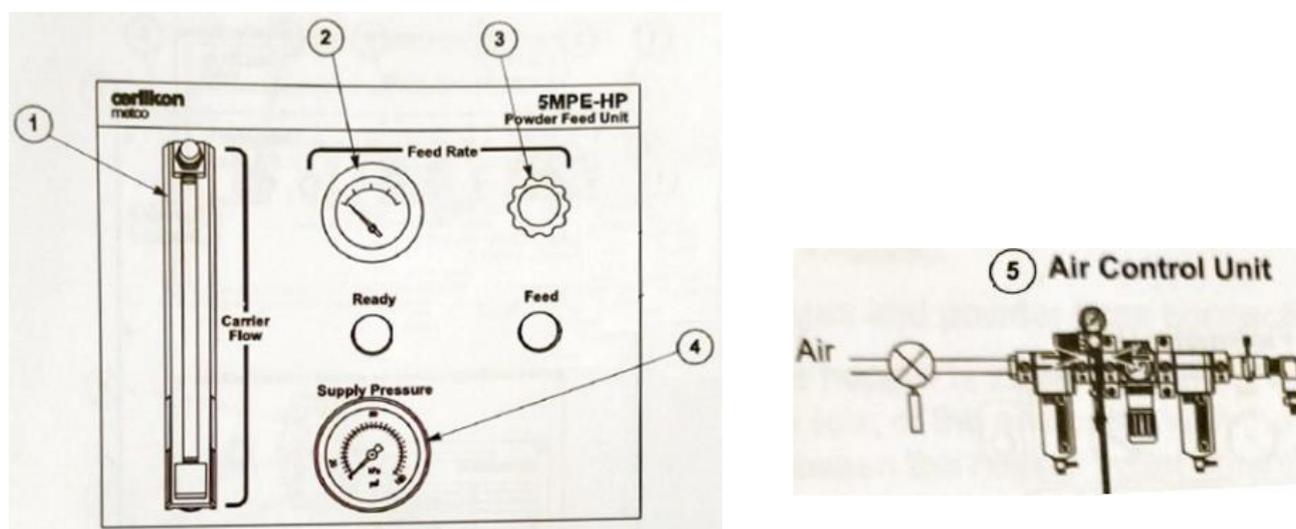


Figura 16: Strumenti per la regolazione feeder

3.3 Analisi dei risultati

Le prove preliminari di calibrazione del macchinario sono state effettuate utilizzando particelle di acciaio 304L. Le particelle hanno un diametro nell'intorno di 200um e sono di forma sferica. Dalle prime prove si è testato che il flusso nell'intorno della dimensione limite di 200um è nullo. A questo punto si è passato a particelle grossolane di acciaio 304L di diametro intorno ai 120um. Si è riscontrato che modificando i parametri carrier flow e feed rate per qualsiasi valore si ha trasporto di particelle. Un importante risultato che si è ottenuto che la forma delle particelle è ininfluenza sul fluire delle particelle. Essendo che le precedenti regolazioni non hanno dato risultati significativi per quanto riguarda la calibrazione, si è scelto un valore di carrier flow fisso per tutta la durata delle prove. Il valore del partial feed air è stato selezionato nell'intervallo di taratura dato dal costruttore. La regolazione è stata effettuata solo modificando il feed rate. Questo ha portato al risultato che la portata varia proporzionalmente alla regolazione del feed rate. Un altro risultato è stato che la macchina con qualsiasi quantità di materiale venga caricata non riesce a processare una quantità pari al 0,04% della sua capacità totale. Effettuando le prove con non elevato contenuto di campione di particelle in tramoggia il flow rate non è stato mai equivalente al feed rate. Per il campione di 400g le prove hanno portato a un valore di flow rate equivalente a quello del feed rate. Si è arrivato a questo risultato in quanto le precedenti prove sono state effettuate con campioni inferiori al 2% in peso della sua capacità. Nelle condizioni di lavoro per cui questa macchina è stata progettata, questa viene ricaricata solo quando la carica nella tramoggia è esaurita. Il materiale viene rabboccato fino a saturare la sua capacità. Analizzando il flow rate per un determinato feed rate in comune tra tutte le prove si può osservare che il peso del campione caricato inizialmente non influisce in maniera significativa sul risultato (Figura 17). Tracciando la curva di calibrazione questa è quasi assimilabile a una retta (Figura 18).

3-Feeder per polveri

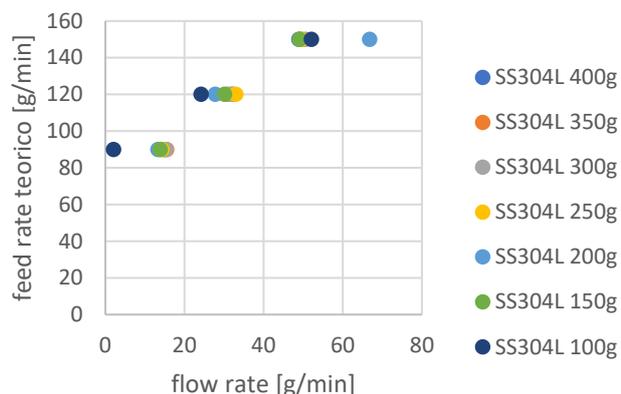


Figura 17: Flusso effettivo rispetto al flusso teorico (intervallo 90÷150 g/min)

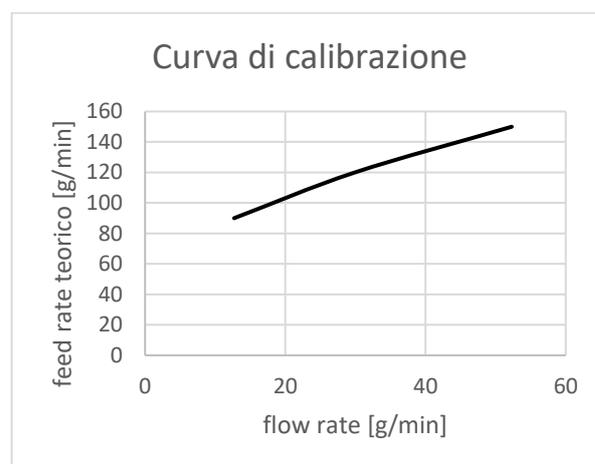


Figura 18: Curva di calibrazione (intervallo 90÷150g/min)

Conoscendo il funzionamento del macchinario sulla base delle precedenti regolazioni si è cercato di provare la ripetibilità dei risultati con polveri di TiB2. La TiB2 ha un diametro che varia tra i 3 e i 9µm. Attraverso l'analisi preliminare dei dati di archivio sulle precedenti gas atomizzazioni sulla lega AlSi10Mg e considerando che in letteratura come verrà riportato in seguito si avrà che il rinforzante sarà presente per almeno il 6% in peso. La regolazione principale è quella ottenuta per le prove per un feed rate che varia tra i 120 e i 150 g/min. Questa per la lega d'acciaio ha una portata che varia tra i 30 e 50g/min. Il primo risultato ottenuto è che avendo cambiato la dimensione delle particelle nello studio la regolazione non risulta equivalente al caso precedente. La prima regolazione ha portato a un aumento del valore del partical feed air. Questa operazione è stata effettuata in quanto le polveri hanno un'elevata tendenza ad agglomerarsi e le vibrazioni aiutano il fluire di queste all'interno dello spruzzatore. Prima di eseguire le prove sono state effettuate delle operazioni per contrastare l'agglomeramento delle polveri. In particolare si è effettuato un trattamento termico a 100°C in vuoto per 12 ore. La seconda operazione è stata quella di setaccio attraverso un setacciatore automatico da banco, la dimensione delle mesh del setaccio è pari a 100µm. Dalle prove effettuate si è osservato che per un feed rate pari a 210. Il flow rate cade nell'intervallo di nostro interesse anche se la variabilità tra i risultati supera il 20% (Tabella 1). Dopo aver rabboccato la tramoggia si sono effettuate ulteriori prove, il feed rate è variato a un valore di 240 g/min. I risultati anche in questo caso cadono nell'intervallo considerato, anche se si può osservare un comportamento anomalo in quanto oltre la variabilità del risultato a parità di feed rate, ad un aumento del feed rate è corrisposta una diminuzione del flow rate rispetto al caso precedente. Provando a ripetere le prove non si è riusciti a ottenere i risultati precedenti in quanto il flusso è risultato nullo. Volendo capire la natura del problema si sono collaudate tutte le componenti. Il problema è stato ricondotto al tubo di collegamento tra l'uscita dello spruzzatore e l'ingresso del serbatoio (Figura 19) di raccolta delle polveri in quanto questo risulta otturato. Questo risultato potrebbe spiegare l'elevata variabilità e il comportamento anomalo del flusso di particelle ottenuto in precedenza. Le successive prove sono state condotte sostituendo il tubo otturato con uno avente diametro interno quasi tre volte pari a quello precedentemente usato (Figura 20). Dopo aver effettuato le prove i risultati ottenuti variano per qualche punto percentuale rispetto a quelli ottenuti in precedenza. Durante la prova si è potuto osservare che il valore del feed rate in regolazione non era costante. Durante l'esperienza si è potuto osservare che l'oscillazione è cessata nel momento in cui un agglomerato è stato evacuato dalla sezione ristretta in corrispondenza della fine del tubo (Figura 21). Una volta rabboccato nuovamente il materiale per effettuare ulteriori prove, esattamente come il caso precedente il materiale ha smesso di fluire. Effettuando il collaudo di tutte le componenti si è verificato che nuovamente il tubo di collegamento tra l'uscita dello spruzzatore e l'ingresso del serbatoio era otturato.

3-Feeder per polveri

Prova n°	Supply pressure [bar]	carrier flow [SFCH]	feed rate [g/min]	partical feed air[bar]	partical gas feed	Time [min]	peso campione [g]	Tara [g]	peso lordo [g]	peso netto [g]	flow rate [g/min]
1	3	20	210	2	ON	1	97,5	86,4	119,5	33,1	33,1
2	3	20	210	2	ON	1	64,4	119,5	168,5	49	49
3	3	20	240	2	ON	1	105	82,85	114,7	31,85	31,85
4	3	20	240	2	ON	1	73,15	114,7	155,95	41,25	41,25
5	3	20	210	2	ON	1	100	89,8	90,5	0,7	0,7
6	3	20	210	2	ON	1	99,3	90,5	90,6	0,1	0,1

Tabella 1: Risultati per prove effettuate su polveri ceramiche di TiB2

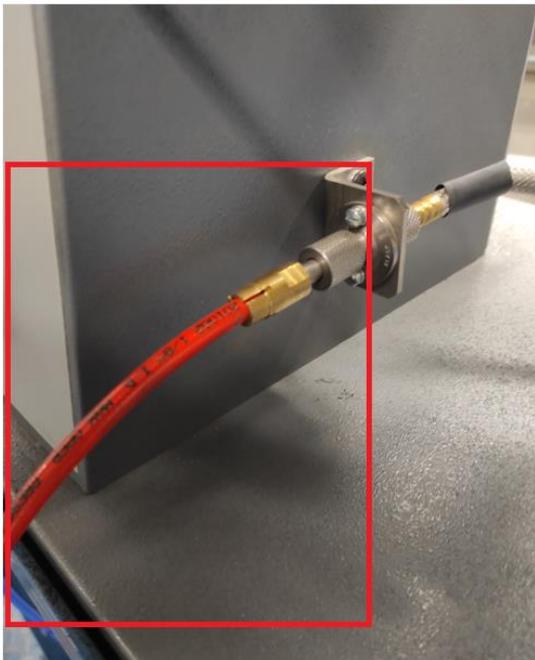


Figura 19: Tubo di trasporto delle particelle al di fuori dello spruzzatore



Figura 20: Tubo di trasporto delle particelle al di fuori dello spruzzatore

3-Feeder per polveri



Figura 21: Sezione ristretta in corrispondenza dell'uscita del tubo

Dalle precedenti prove con la TiB2 si è riscontrato un problema in termini di processo. In maniera cautelativa in modo da poter verificare ugualmente il miglioramento delle proprietà con questa nuovo processo di atomizzazione si è pensato di sostituire le polveri. Le polveri scelte sono delle polveri di Al_2O_3 .

Per verificare che queste abbiano un diametro efficace per le nostre prove si è effettuate una prova granulometrica (Figura 22). Dalla granulometria le polveri risultano adatte per effettuare la prova. Prima delle prove si effettua un trattamento termico di 12h a $100^\circ C$ in forno in vuoto per diminuire il tenore degli agglomerati. L'operazione successiva è stata una setacciatura attraverso il setaccio automatico da banco, il setaccio utilizzato è quello con dimensione della mesh pari a 100um. Dopo l'operazione di setacciatura, osservando le polveri che non sono riuscite ad attraversare le mesh si è notata la presenza di agglomerati con diametro superiori a 3mm (Figura 23). Questo conferma che il movimento delle particelle unite all'elevata forza di attrazione dovuta alla loro dimensione media ha portato alla formazione di agglomerati di elevato diametro. La tendenza di formare agglomerati da parte della polvere fa risultare inutile effettuare prove in macchina, in quanto già in fase preliminare si può affermare che la probabilità di otturazione del tubo di uscita risulta maggiore rispetto alle prove con la TiB2.

3-Feeder per polveri

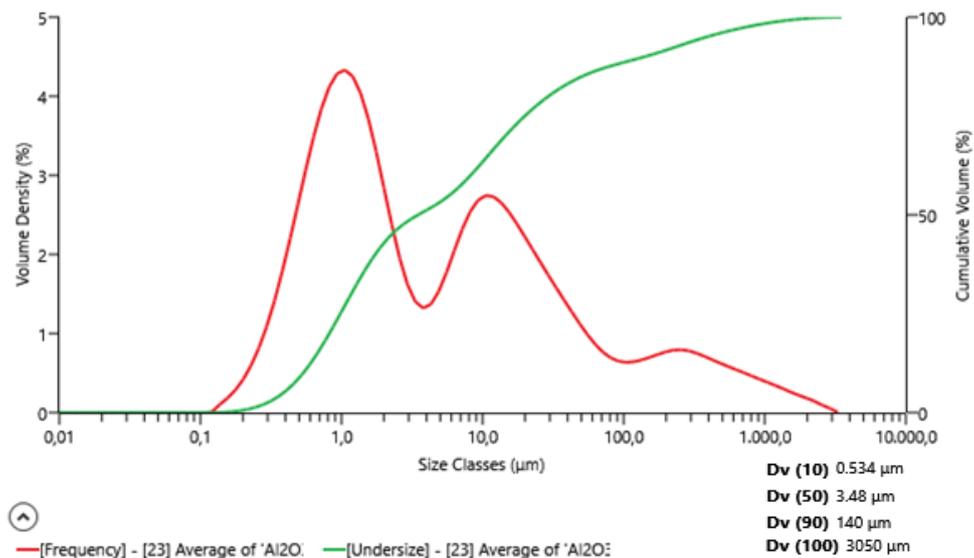


Figura 22: Risultati prova granulometrica su polveri Al₂O₃



Figura 23: Setaccio contenente polveri Al₂O₃

Per ottenere un processo più efficiente si è provato ad utilizzare un altro tipo di polvere ceramica. La polvere ceramica utilizzata è ZrO₂. Per capire se è nel range dimensionale adatto al nostro studio si è effettuata la prova granulometrica (Figura 24). Dalla prova granulometrica risulta che la polvere è nel range di interesse per lo studio. Una volta processata in macchina accade che la polvere non fluisce nel serbatoio. Effettuando il collaudo delle varie componenti si è notato che il tubo utilizzato il quale era stato rigenerato da precedenti prove ha una sezione utile inferiore rispetto al normale flusso. Questo probabilmente è dovuto al fatto che nelle pareti si fosse densificato materiale ceramico e che durante la pulizia questo non è stato evacuato completamente. L'otturazione è avvenuta principalmente nella sezione di raccordo tra il tubo che esce dalla tramoggia con il tubo che porta il materiale al serbatoio (Figura 25).

3-Feeder per polveri

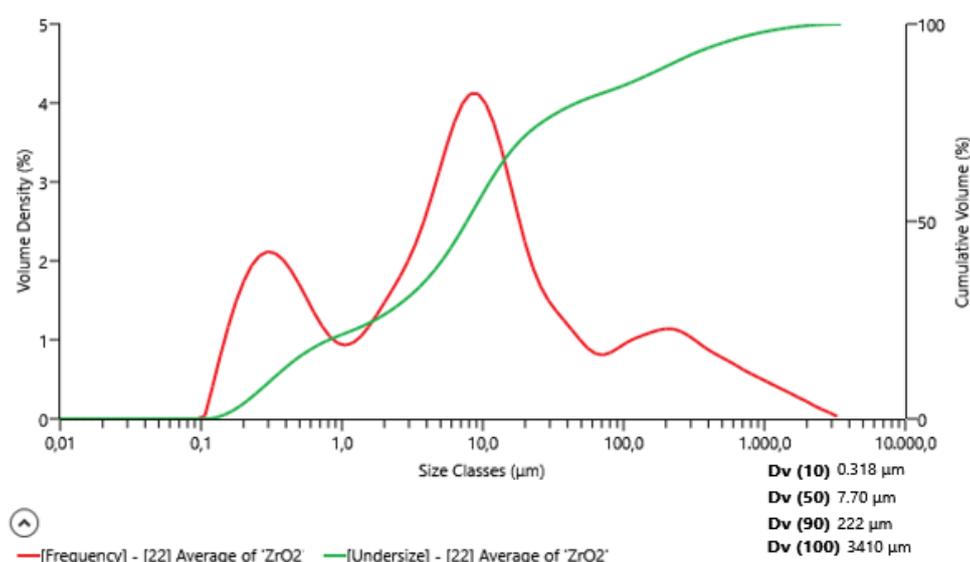


Figura 24: Risultati prova granulometrica su polveri ZrO2



Figura 25: Manicotto tra tubo d'acciaio e tubo di gomma

In conclusione, si è deciso di effettuare il processo di atomizzazione utilizzando le polveri di TiB2. Si è modificato il sistema per la distribuzione delle polveri. La tramoggia è collegata attraverso un raccordo con innesto a baionetta a un tubo per la distribuzione delle polveri (Figura 26). Questo va a by-passare il sistema formato da tubo d'acciaio e tubo di gomma, messi in comunicazione attraverso un manicotto d'acciaio. In questo modo si ha una sezione più ampia per il flusso delle particelle e in più si evitano diversi cambi di sezione che facilitano l'otturazione del tubo. Si è modificato l'attacco d'ingresso del tubo anche sul lato gas atomizzatore. Precedentemente questo era composto da diverse componenti, queste facevano deviare il flusso di particelle di 90° (Figura 27). Il sistema è stato modificato sostituendo le componenti con un raccordo a innesto a baionetta (Figura 28). Con questa modifica le particelle non subiscono la deviazione durante il loro moto, inoltre la sezione di passaggio è più grande rispetto al caso precedenti e il passaggio da cinque componenti a due diminuisce ulteriormente la probabilità di malfunzionamento del sistema. Le modifiche hanno portato anche a minori curve da parte del tubo e dove sono presenti queste formano angoli inferiori

3-Feeder per polveri

rispetto a quelle presenti in precedenza. Questo è stato fatto in modo da evitare punti di accumulo da parte del materiale ceramico e la conseguente otturazione del tubo. Il tubo è stato sostituito con uno avente diametro più di tre volte superiore a quello originale.



Figura 26: Sistema di collegamento tra tramoggia e tubo di distribuzione



Figura 27: Sistema di collegamento tra tubo di distribuzione e camera di atomizzazione



Figura 28: Nuovo sistema di collegamento tra tubo di distribuzione e camera di atomizzazione

Capitolo 4

Materiali metallici per l'Additive Manufacturing

I materiali metallici sono utilizzati in Additive sia come elementi puri che come leghe. Questi offrono un indefinito campo di ricerca per gli studiosi. Le leghe più utilizzate sono quelle a base ferro, il titanio e le sue leghe, le leghe a base Nichel e le leghe a base alluminio.

4.1 Leghe a base ferro

Gli acciai sono leghe che offrono un'elevata resistenza a snervamento, un'elevata durezza e una buona tenacità. Gli acciai utilizzati nell'Additive Manufacturing sono quelli alto-legati con bassissimo contenuto di carbonio. Queste leghe con qualsiasi tecnologia Additive vengono processate portano all'ottenimento della fase metastabile martensitica. Gli acciai più utilizzati nel campo dell'Additive Manufacturing sono del tipo inossidabile, maraging e per utensili. Nei gli acciai inossidabili il tenore di nichel e cromo influisce sulle proprietà meccaniche e sulla resistenza alla corrosione (Tabella 2). Gli acciai maraging (Tabella 3) possiedono un alto tenore di nichel e cobalto. Aumentando il tenore di cobalto e molibdeno consente di avere proprietà meccaniche elevate anche ad alte temperature. Le caratteristiche peculiari di questi acciai rispetto alle altre famiglie sono migliore allungamento a rottura e migliore duttilità. L'impiego particolare che hanno è per la creazione di stampi con sistemi di raffreddamento integrati per materiali plastici. Gli acciai per utensili (Tabella 4) contengono diversi elementi leganti e rispetto le altre famiglie hanno tenori di carbonio più elevati. Queste leghe hanno storicamente buona saldabilità, quindi garantiscono elevata bagnabilità tra gli strati, questo le rende adatte per essere processate attraverso la tecnologia laser. Questi acciai non sono adatti alle tecnologie EBM (Electron Beam Melting) in quanto hanno proprietà elettromagnetiche che vanno in contrasto con il cannone a elettroni. La tecnologia più utilizzata è la DED (Direct Energy Deposition). Questa tecnica a deposizione diretta consiste in un flusso di polveri d'acciaio spruzzate da un ugello su una superficie, queste vengono investite da un fascio laser che colpendole le solidifica. Questa tecnologia trova applicazione per la riparazione di componenti.

Una delle criticità legata alla produzione di componenti in lega di acciaio è il controllo sul processo in quanto i tempi di raffreddamento ridotti uniti alla trasformazione martensitica danno origine a tensioni residue sul componente ottenuto e questi potrebbero portare a rottura del componente.

Composizione materiale	Percentuale Standard	
	Min.	Max
Elementi		
Cr	15	17,5
Ni	3	5
Cu	3	5
Si	-	1
Mn	-	1
C	-	0,07
P	-	0,04
S	-	0,03
Nb + Ta	0,15	0,45
Fe	Percentuale rimanente	Percentuale rimanente

Tabella 2: Composizione e tenore di elementi leganti tipica per leghe d'acciaio inossidabile per AM

4-Materiali per l'Additive Manufacturing

Composizione materiale	Percentuale Standard	
	Min.	Max
Elementi		
Ni	17	19
Co	8	12,5
Mo	3	5,2
Ti	0,15	1,6
Al	0,05	1,6
Fe	Percentuale rimanente	Percentuale rimanente

Tabella 3: Composizione e tenore di elementi leganti tipica per leghe d'acciaio maraging per AM

Composizione materiale	Percentuale Standard	
	Min.	Max
Elementi		
Ni	1,65	2
Cr	0,7	0,9
Mn	0,6	0,8
C	0,37	0,43
Mo	0,2	0,3
Si	0,15	0,3
S	-	0,04
P	-	0,035
Fe	95	96,3

Tabella 4: Composizione e tenore di elementi leganti tipica per leghe d'acciaio per utensili per AM

4.2 Leghe di Titanio

Le leghe di Titanio sono le leghe performanti per eccellenza. Queste possiedono la più elevata resistenza specifica (rapporto resistenza a snervamento/densità). Le leghe di titanio sono ritenute quelle che offrono il massimo dei vantaggi quando si effettua un'ottimizzazione topologica. Questa consiste nel ridurre la massa complessiva e snellire la struttura. Il campo di impiego è limitato solo per gli ambiti industriali più avanzati aeronautico, aerospaziale, motorsport e biomedico in quanto il prezzo del titanio puro è circa uno o due ordini di grandezza superiore se paragonato ad altri elementi o leghe di uso diffuso come potrebbero essere l'alluminio oppure l'acciaio. Il titanio è un elemento biocompatibile, questo unito alle sue proprietà elastiche lo rende ideale per la costruzione di protesi. La lega possiede un elevato punto di fusione il che la rende processabile in macchine EBM, inoltre è in grado di assorbire le deformazioni dovute agli sbalzi termici dovute alle tecnologie fredde esempio SLM (Selective Laser Melting) oppure DED. Dopo la produzione in macchina il componente risultato semifinito, infatti le tecnologie additive riducono i costi di lavorazione del componente di circa il 90-95%. La lega più diffusa è Ti6Al4V. Dal diagramma di stato Ti-Al (Figura 29) si può osservare che nel dominio di esistenza della lega si possono avere due fasi una alfa (struttura esagonale compatta) e una beta (struttura cubica corpo centrato). La fase alfa favorisce la deformabilità del materiale, il quale a temperature più alte riesce ad avere una deformabilità pari al 100%. La fase beta possiede elevata resistenza meccanica. Gli elementi leganti possono favorire una fase oppure un'altra nel caso del Ti6-4 l'alluminio è uno

4-Materiali per l'Additive Manufacturing

stabilizzante di alfa e il vanadio uno stabilizzante di beta, quindi si avranno proprietà miste. I componenti di Ti6-4 prodotti per EBM essendo che si ha passaggio di temperatura da 2000° a 1000° presenteranno una struttura con grani misti sia di alfa che di beta. Le proprietà principali sono: La buona efficacia dei trattamenti termici sulla lega, elevate proprietà meccaniche che si mantengono costanti anche ad alte temperature e discreta formabilità ad alte temperature. Nel caso di tecnologia SLM si ha un passaggio quasi istantaneo dalla temperatura di 2000° a 200°, questo darà origine a componenti con una struttura con grani in prevalenza di beta. Le proprietà principali saranno: componenti facili da trattare termicamente, elevata deformazione plastica ad elevate temperature, elevata resistenza meccanica e bassa duttilità.

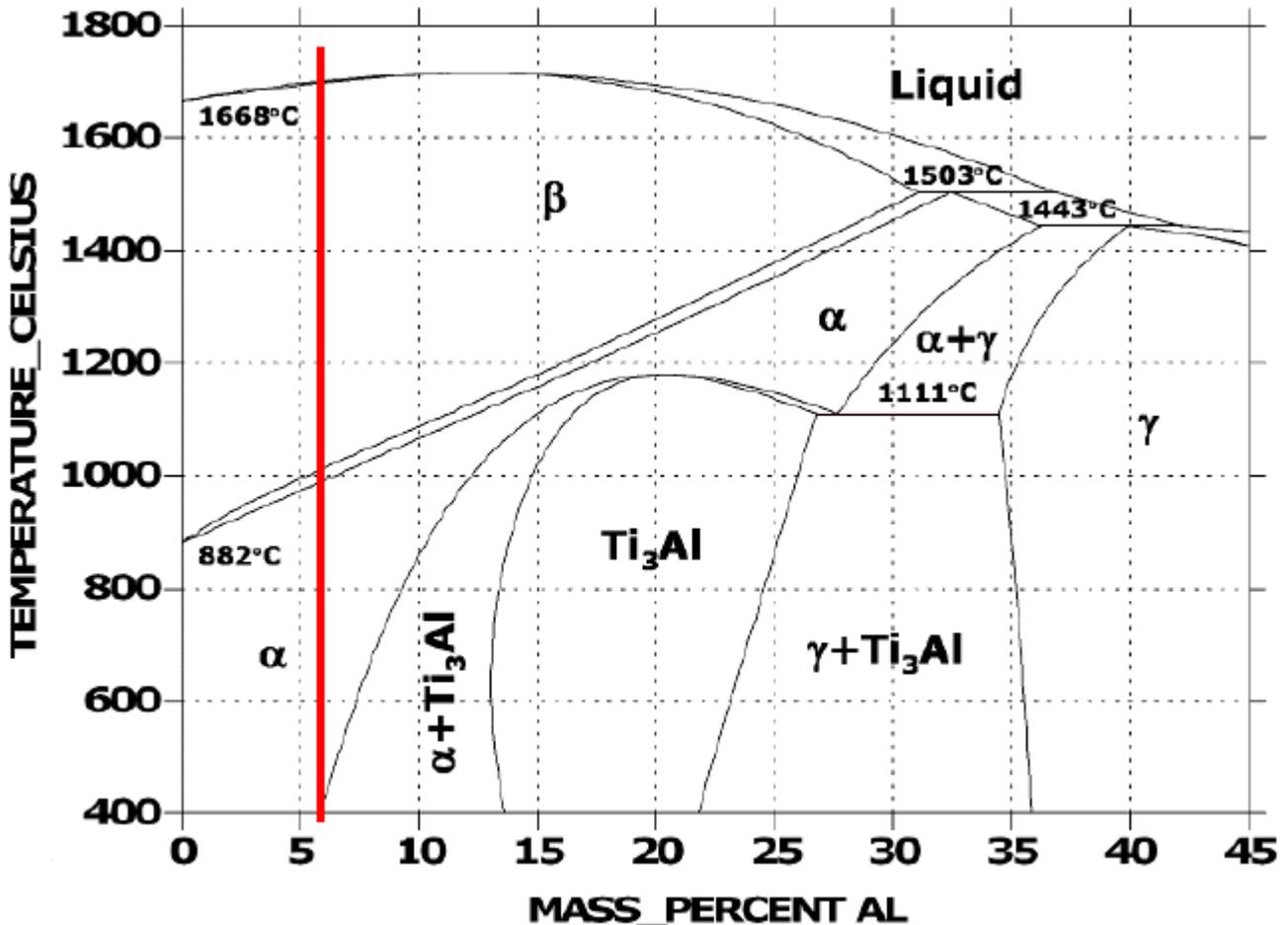


Figura 29: Diagramma di stato Titanio-Alluminio

4.3 Leghe di Nichel

Le leghe di Nichel sono un altro gruppo di leghe altamente performanti. Le performance di queste leghe sono legate all'elevata resistenza specifica a temperature superiori ai 1000°C (Figura 30) si ha la comparazione con altre leghe) e la resistenza a corrosione sia a elevate temperature che a basse temperature. A elevate temperature questa proprietà è conferita dall'alta concentrazione di alluminio che migra verso l'esterno creando uno strato di allumina che passiva il materiale. A basse temperature dal titanio che forma uno strato di ossido che protegge la superficie. Un'altra proprietà notevole è la resistenza al creep. Le leghe di nichel contengono diversi elementi leganti (Figura 31). La matrice primaria gamma è formata da nichel e alluminio (struttura cubica a facce centrate). La fase gamma primo è data da precipitati coerenti a T ambiente. Questi

4-Materiali per l'Additive Manufacturing

sono costituiti da nichel, alluminio, titanio e tantalio. Quelli più usuali sono Ni3Al oppure si hanno delle varianti che possono essere Ni3Ti, Nb3Al o Ta3Al. Gamma e gamma primo rappresentano il 98-99% della struttura delle leghe di nichel, poi ci sono dei precipitati gamma secondo che hanno composizione Ni3Nb e servono a impedire la crescita dei grani cristallini. Altri precipitati si vanno a collare a bordo grano, questi sono carburi o boruri di zirconio che abbassano la tenacità a frattura e impediscono un eccessivo accrescimento dei grani. Una caratteristica singolare delle leghe di nichel che a circa 800° si ha un cedimento della matrice gamma e un rafforzamento della fase gamma primo. Il tenore di determinati elementi leganti (Tabella 5) rispetto ad altri permette di controllare se vi sia una fase predominante di gamma oppure di gamma primo. Questo influisce sulle caratteristiche meccaniche, massimizzando il tenore di gamma primo si avrà un comportamento migliore della lega ad alte temperature. Il componente in lega di nichel prodotto in additive risulta estremamente fragile, per questa regione si devono effettuare trattamenti termici prima di essere messo in opera. Il componente viene solubilizzato per un tempo che va dai 30 minuti alle 2 ore tra una temperatura intorno ai 1000°C fino ad un massimo di 1200°C. La solubilizzazione ha come effetto lo scioglimento dei precipitati con conseguenza una modifica della forma e della dimensione dei grani cristallini. Si ottiene un componente con una resistenza meccanica inferiore rispetto la condizione "as built" ma con migliori caratteristiche di deformazione plastica. La lega di nichel per eccellenza usata in additive è l'Inconel 718 (Tabella 6).

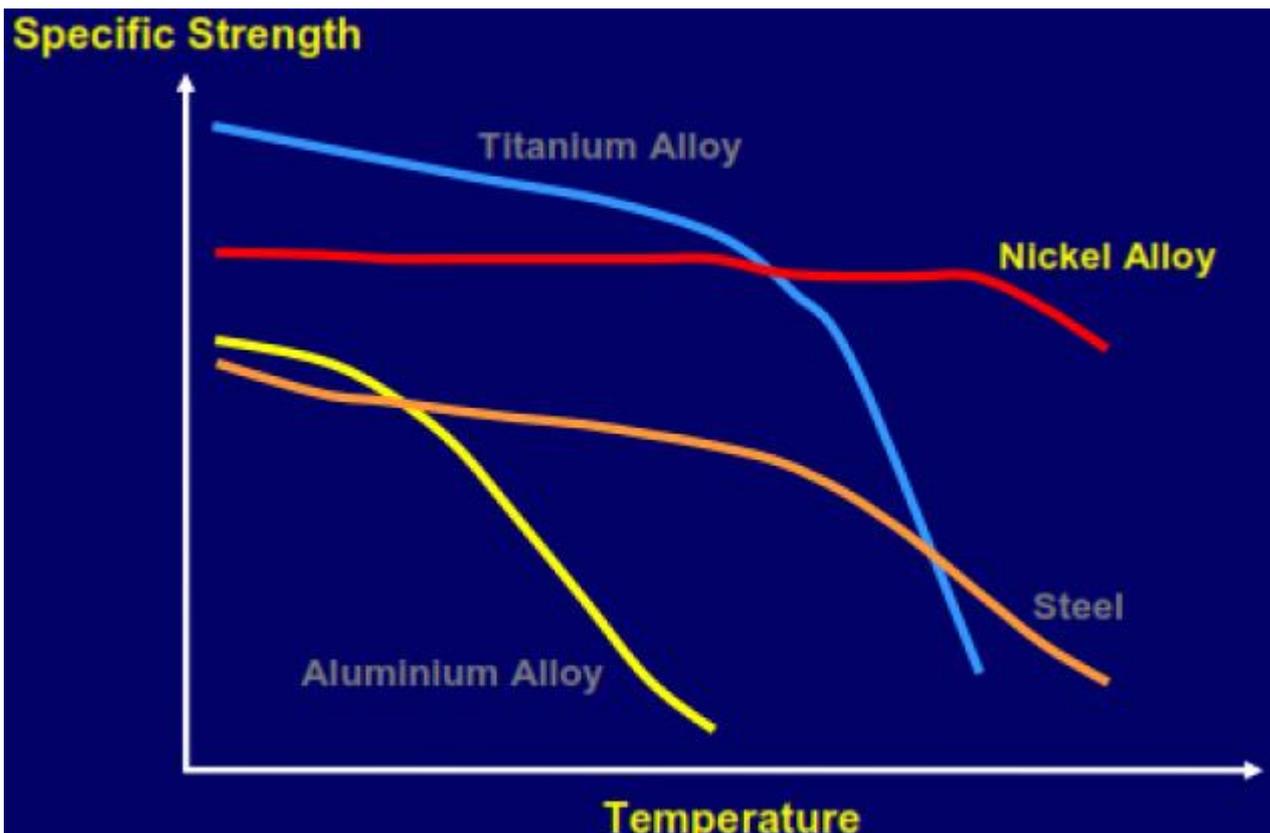


Figura 30: Diagramma delle resistenze specifiche per diverse leghe in base alla temperatura d'esercizio

4-Materiali per l'Additive Manufacturing

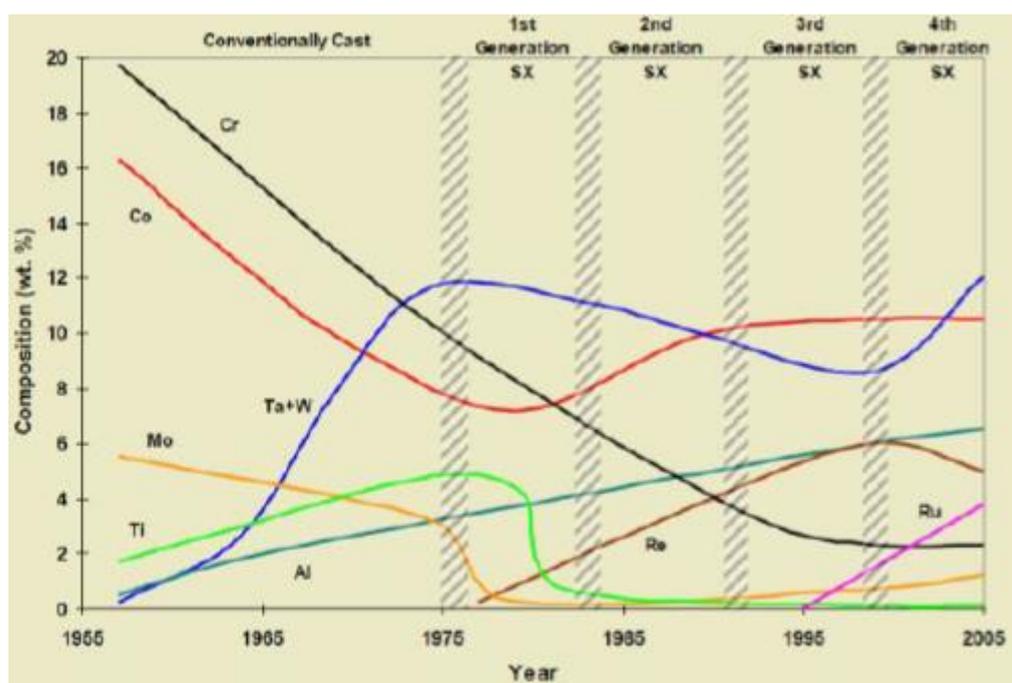


Figura 31: Evoluzione degli elementi di lega aggiunti alle leghe di nichel nell'arco degli anni

Elementi che aumentano il tenore della matrice gamma	V,Cr,Co,Mo,Re,Fe,Cu,Ni
Elementi che aumentano il tenore della fase gamma primo	Al,Ti,Nb,Ta

Tabella 5: Elementi che aumentano il tenore della matrice gamma e quelli che aumentano il tenore della fase gamma primo

Legha	Elementi in percentuale														
Inconel 718	Ni	Cr	Fe	Mo	Nb	Co	Mn	Cu	Al	Ti	Si	C	S	P	B
	50-55	17-21	18,5	2,8-3,3	4,75-5,5	1	0,35	0,2-0,8	0,65-1,15	0,3	0,35	0,08	0,015	0,015	0,006

Tabella 6: Percentuale media degli elementi in lega Inconel 718

4.4 Leghe di Alluminio

Le leghe di alluminio sono leghe particolarmente performanti in Additive Manufacturing in quanto l'alluminio ha una densità bassa e attraverso trattamenti termici e diversi elementi leganti si possono raggiungere buone proprietà meccaniche. L'alluminio è una buona lega per effettuare l'ottimizzazione topologica e diminuire la massa complessiva dei componenti. Le sue leghe vengono impiegate nel settore aeronautico, aerospaziale e motorsport. Le leghe di alluminio possono essere processate solo attraverso tecnologia laser in quanto la macchina EBM avendo un preriscaldamento pari a 1000°C, temperatura notevolmente superiore a quella di fusione dell'alluminio puro che è di 660°C. I principali elementi leganti sono Cu, Mg, Si, Mn, Zn e Fe. Quasi tutti gli elementi leganti migliorano le proprietà meccaniche per precipitazione solida. Usualmente si effettua un trattamento termico di ricottura a 300°C per 2 ore in modo da ridurre le tensioni residue dal componente. Altri trattamenti termici utilizzati sono il T4 e il T6. Inizialmente si ha un riscaldamento fino a 530°C e il pezzo viene mantenuto a questa temperatura per circa 5 ore (solubilizzazione), successivamente si tempra il componente in acqua e infine si effettua l'operazione di invecchiamento per il trattamento termico T6 sarà eseguito per circa 2 ore alla temperatura di 160-170°C. Per il trattamento termico T4 l'invecchiamento sarà eseguito in aria. L'invecchiamento favorisce la precipitazione solida.

4-Materiali per l'Additive Manufacturing

4.4.1 Lega Al6061

Questa lega è una delle più utilizzate nel campo aeronautico. Ha un'ottima resistenza alla corrosione e una buona resistenza meccanica. Dalla composizione (tabella 7) si può osservare che contiene un basso tenore di Si determinerà il fenomeno dello shrinkage. Questo fa aumentare le tensioni residue che portano alla formazione di cricche. Per diminuire l'insorgere delle tensioni residue si porta il piano di costruzione vicino alla temperatura massima di 200°C e si aumenta la potenza del laser per unità di superficie effettuando più passate. Il basso tenore di Si influisce anche sulla bagnabilità tra strato solido e strato fuso, questo rende la lega fortemente anisotropa.

Lega	Elementi percentuale				
	Al	Si	Mg	Cr	Cu
Al 6061	97,9	0,6	1	0,2	0,28

Tabella 7: Percentuale degli elementi in lega Al6061

4.4.2 Lega Scalmalloy

Questa è una lega per esclusivo uso aeronautico. Osservando la composizione (Tabella 8) si hanno tenori alti di Mg e tenori di Sc intorno l'1%. Lo Sc aggiunto in lega permette di raggiungere elevata resistenza meccanica, elevato allungamento ed elevata tenacità a frattura. Confrontando la resistenza specifica di questa lega con il 90% degli acciai, alcune leghe di nichel e di titanio questa risulta superiore.

Lega	Elementi percentuale				
	Al	Se	Mg	Sc	Zr
Scalmalloy	Percentuale rimanente	0,7-1,4	1,8-4,3	0,7-1,4	0,3-0,7

Tabella 8: Percentuale media degli elementi in lega Scalmalloy

4.4.3 Lega A357

Lega utilizzata nel settore aeronautico e automobilistico. Viene utilizzata per componenti che non sono soggette a troppe sollecitazioni. Questa lega deriva dalla manifattura tradizionale, infatti è certificata nel settore automobilistico per un elevato volume di componenti. La presenza del 7% di silicio (Tabella 9) garantisce una buona bagnabilità tra gli strati. Modificando parzialmente la composizione si avrà la lega F357 sempre utilizzata in Additive in quanto migliora parzialmente la resistenza a fatica.

Lega	Elementi percentuale				
	Al	Si	Mg	Ti	Fe
Scalmalloy	92	7	0,55	0,15	0,2

Tabella 9: Percentuale media degli elementi in lega A357

4.4.4 Lega AlSi12

La lega AlSi12 è una lega che non ha una composizione standard (tabella 10). Il silicio in tale percentuale fa sì che la lega si trovi all'eutettico. La composizione eutettica garantisce un'ottima bagnabilità tra gli strati,

4-Materiali per l'Additive Manufacturing

questa permette di ottenere componenti con densità vicina al 100%. Durante la produzione del componente la lega subire un riscaldamento e un raffreddamento molto veloce essendo che la composizione è eutettica questo porterà a valori resistenza meccanica elevati e a valori di allungamento bassi. Essendo che non si ha presenza di elementi che favoriscono il processo di rafforzamento della lega per precipitazione risulta poco utile effettuare trattamenti termici T4 o T6. Si potrebbero effettuare un trattamento termico di ricottura per avere l'ingrossamento del grano e aumentare l'allungamento a rottura.

Lega	Elementi percentuale			
AlSi12	Al	Si	Cu	Fe
	88,4	12,1	0,08	0,2

Tabella 10: Percentuale media degli elementi in lega AlSi12

4.4.5 Lega AlSi10Mg

Lega di Alluminio con elevato tenore di silicio (Tabella 11). È stata la lega di partenza per tutti i centri di studio o produzione per quanto riguarda l'alluminio per Additive Manufacturing. È un materiale standard su tutte le macchine laser per Additive. Ha buone proprietà meccaniche. Le polveri di AlSi10Mg sono facili da produrre hanno basse porosità residue, sono molto sferiche, hanno pochi satelliti e i costi per la produzione sono contenuti. Analizzando la microstruttura questa sarà formata da una struttura eutettica di alluminio e silicio con delle fasi disperse di alfa-Al (Figura 32). Dopo che il materiale viene processato in macchina analizzando la microstruttura (Figura 33) si possono osservare delle strutture dendritiche di alfa-Al più chiare in figura e delle strutture eutettiche che sono quelle presenti in maggior numero. Osservando le micrografie nelle tre direzioni (Figura 34.a), lungo Z (b) si possono individuare i diversi pozzetti di fusione raggiunti dal laser e fusi area per area. Lungo XY si possono osservare dei pozzetti fusi in maniera direzionale. Questo indica la direzione in cui è passato il laser (strip di deposizione), le zone in figura che presentano una forma a bolla in realtà indicano che il laser è andato più in profondità durante la fusione. Osservando sia (b) che (d) quelle linee che dividono le zone, sono le zone termicamente alterate. Analizzando un ingrandimento ancora maggiore (Figura 35) si può osservare la differenza di microstruttura tra le zone interne fuse dal laser (1) e le zone termicamente alterate rifuse dal laser (2, 3 e 4). Un'importante caratteristica dell'AlSi10Mg è che anche nelle zone termicamente alterate il grano ha sempre una struttura equiassica, questo fa sì che il materiale sia molto omogeneo. Per ottenere un grano ancora più omogeneo occorre intervenire sui parametri di processo per ottenere un'ottimizzazione di secondo livello. Modificando il gradiente termico "G" nel bagno fuso e l'intervallo di crescita "R" che è in funzione della velocità di crescita e della direzione che forma il laser rispetto alla direzione di crescita del materiale che solidifica. Dalle micrografie (Figura 36) rappresentante la lega AlSi10Mg prodotta per SLM si può notare che i grani sono più piccoli e maggiori rispetto alla produzione di questa lega per colata. Dall'ingrandimento (b) osservando le creste e le valli si può dedurre che il modo di frattura per il materiale è di tipo duttile. Per eliminare gli stress residui dal componente ottenuto si rimuove questo insieme agli eventuali supporti e si inserisce dentro un forno per subire un'operazione di ricottura a 300°C per 2 ore. Oppure si effettuano i trattamenti termici T4 o T6 i quali porteranno il materiale ad avere una durezza più elevata, una resistenza meccanica più elevata e corrispondentemente diminuisce l'allungamento a rottura (Figura 37).

Lega	Elementi in percentuale								
AlSi10Mg	Si	Fe	Cu	Mn	Nb	Zn	Mn	Ti	Al
	9-11	0-0,55	0-0,05	0-0,45	0,2-0,45	0-0,1	0,35	0-0,15	percentuale restante

Tabella 11: Percentuale media degli elementi in lega di AlSi10Mg

4-Materiali per l'Additive Manufacturing

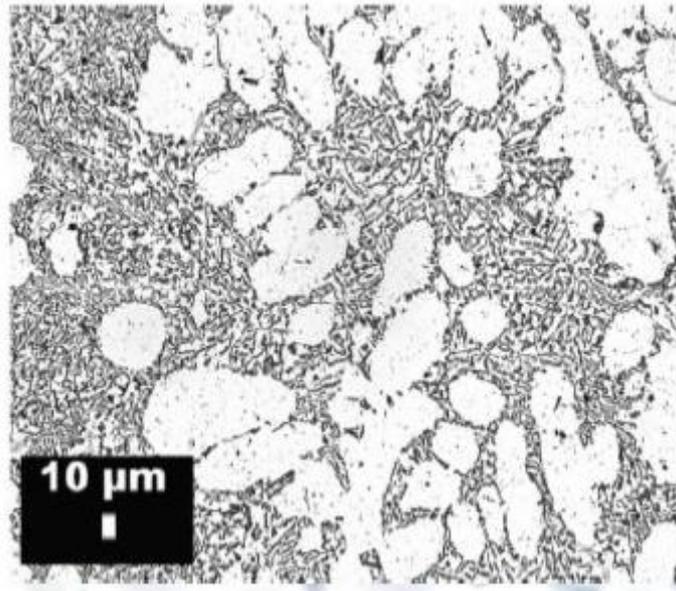


Figura 32: Microstruttura tipica lega di AlSi10Mg

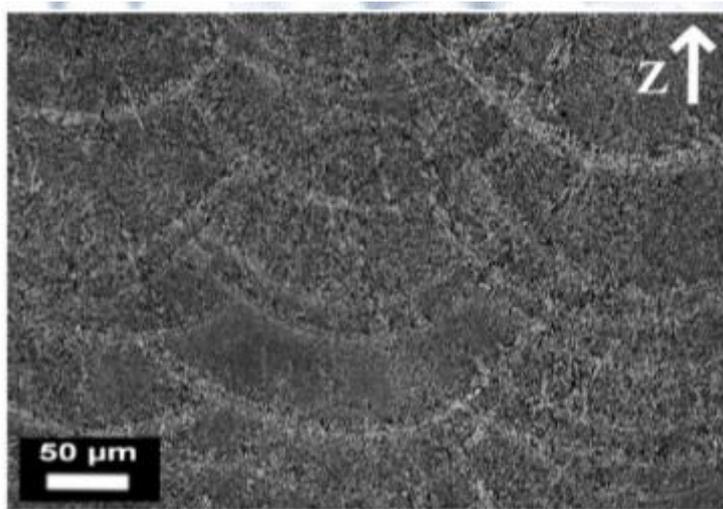


Figura 33: Microstruttura tipica dopo fusione per lega AlSi10Mg lungo il piano di costruzione

4-Materiali per l'Additive Manufacturing

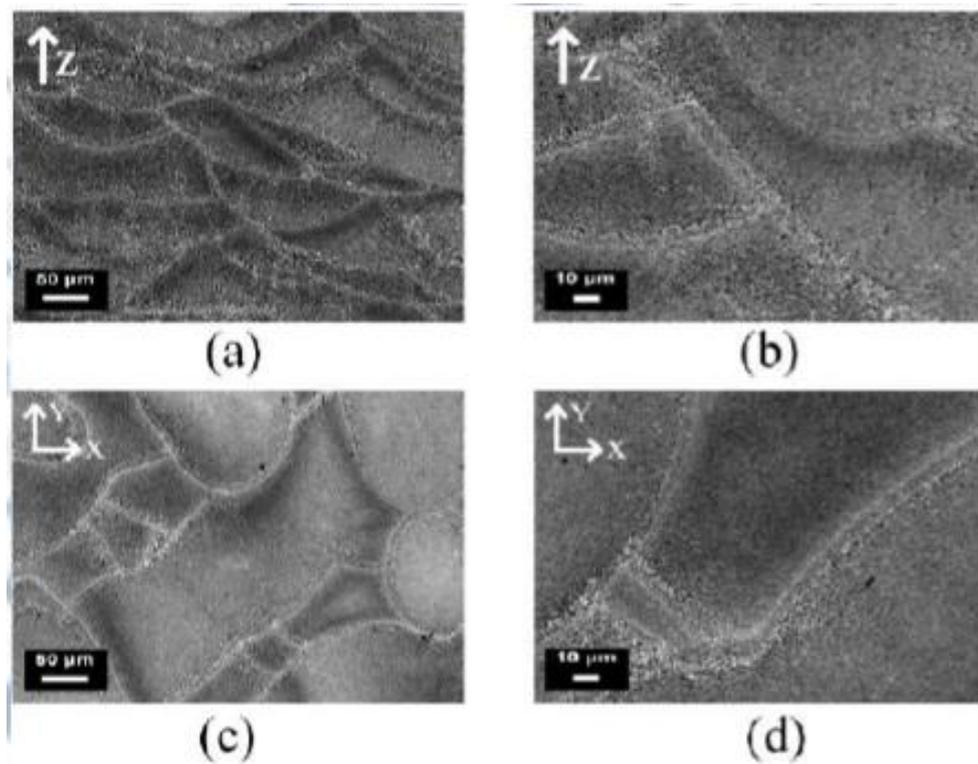


Figura 34: Micrografie lungo diversi piani direzionali: (a) piano Z ingrandimento 50um; (b) piano Z ingrandimento 10um; (c) piano XY ingrandimento 50um; (d) piano XY ingrandimento 10um

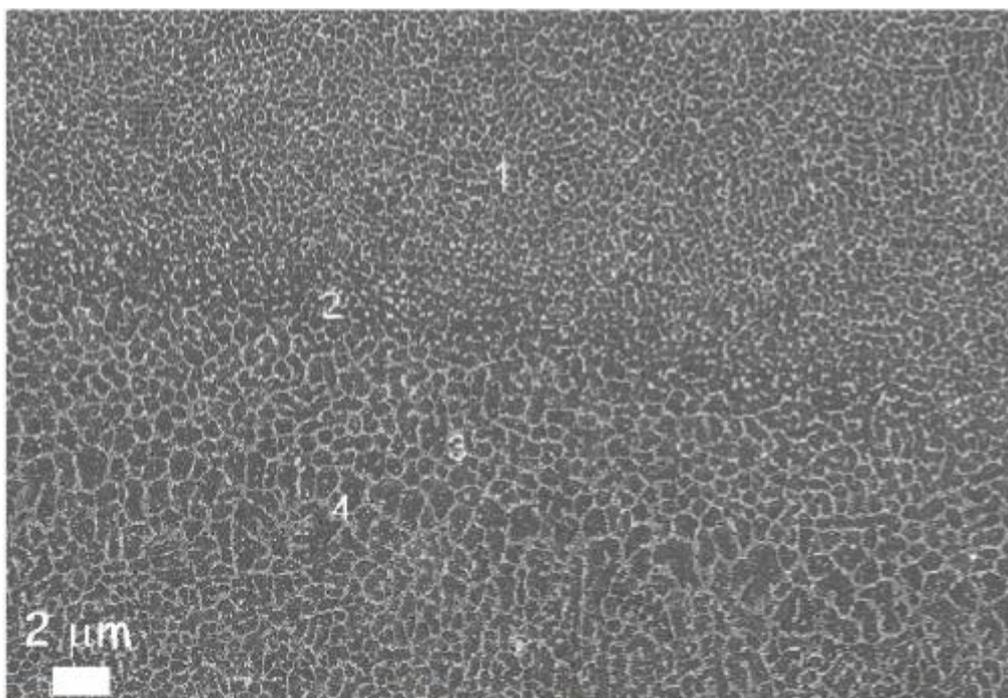


Figura 35: Analisi della forma dei grani attraverso ingrandimento della micrografia pari a 2um: (1) zona fusa dal laser; (2), (3) e (4) zone termicamente alterate

4-Materiali per l'Additive Manufacturing

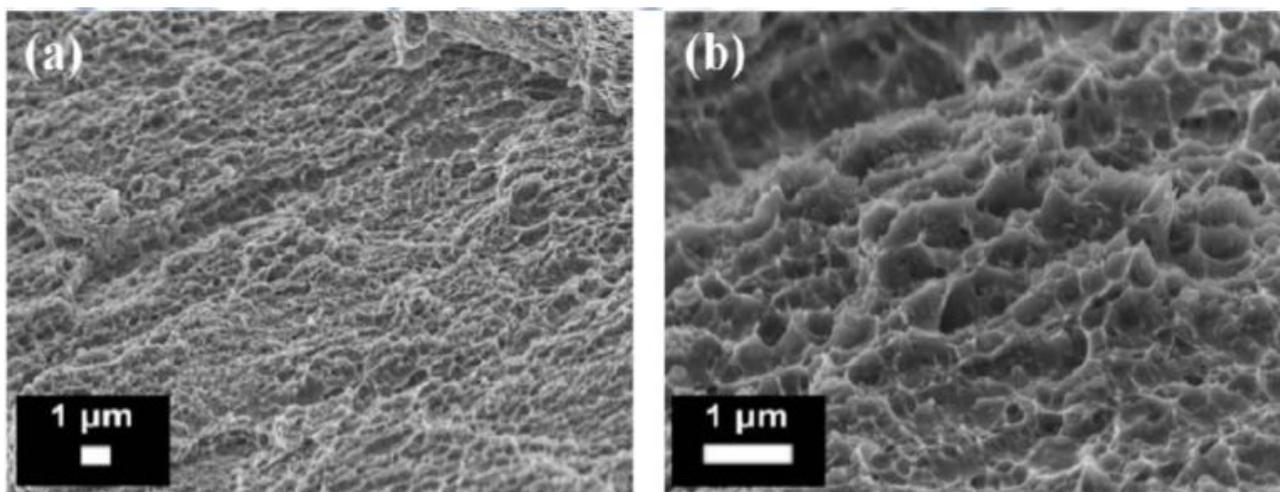


Figura 36: Analisi delle superfici a rottura: (a) rottura di tipo duttile; (b) ingrandimento della figura a

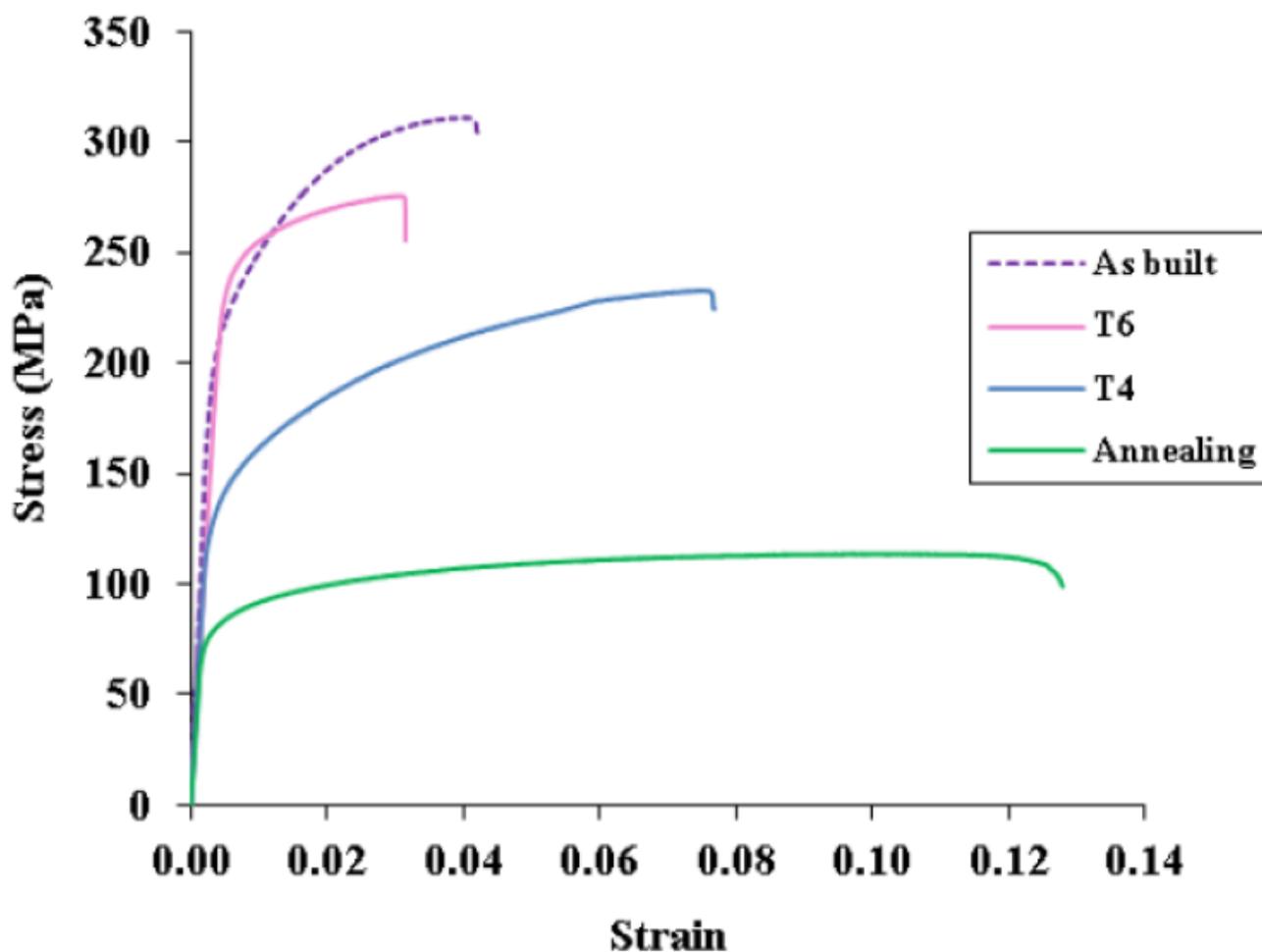


Figura 37: Grafico che rappresenta l'allungamento a rottura e la tensione massima per un componente in AlSi10Mg sottoposto a diversi trattamenti termici

4-Materiali per l'Additive Manufacturing

4.5 Materiali compositi

I materiali composti sono una classe di materiali che tende a fare una sintesi tra materiali che hanno tipiche proprietà metalliche (buona deformabilità, elevata resilienza, elevata tenacità ed elevata resistenza meccanica) con altre classi di materiali. Tendenzialmente il materiale che viene aggiunto il quale è presente in quantità minore. Questo è detto il rinforzante del materiale, solitamente è un materiale di tipo ceramico. Questo conferisce alcune delle sue proprietà a quelle del materiale presente in maggiore quantità. Le principali proprietà che vengono modificate per il composito rispetto al materiale monolitico sono: Elevata rigidità, questo fa sì che possano aggiungere rigidità al materiale metallico. Durezza più elevata, quindi possono aggiungere durezza superficiale e caratteristiche superficiali che modificano le proprietà in applicazione del materiale metallico come minore usura. Una più elevata resistenza specifica dovuta al minor peso del materiale ceramico. Un modulo elastico più elevato essendo la media pesata dei moduli dei due materiali. Aumenta la capacità di non deformarsi sotto sforzo ad alta temperatura in quanto la temperatura d'esercizio non influisce sulle proprietà del materiale ceramico. Diminuisce il coefficiente di espansione termica, caratteristica modulabile in funzione della percentuale di ceramico aggiunta. Minore resilienza e duttilità. Costi più elevati.

Uno dei punti più critici dei materiali compositi a matrice metallica riguarda le interfacce. Le interfacce sono le zone in cui la matrice metallica va a contatto con la fase ceramica. Questo perché in fase di utilizzo ho bisogno che l'interfaccia sia più performante possibile. In fase di produzione avviene che il materiale metallico fuso deve bagnare il materiale ceramico solido. Il materiale metallico sarà caratterizzato da un legame di tipo metallico, il materiale ceramico sarà caratterizzato da un legame di tipo ionico. I due materiali presentano caratteristiche (superficiali, elettriche e di compatibilità chimica) differenti. Il materiale ceramico tipicamente è un ossido o un carburo o un boruro o un nitrato. I materiali metallici a seconda della temperatura hanno una tendenza a reagire con boro, ossigeno, azoto e carbonio. Quindi all'interfaccia può avvenire una reazione di scambio. Se si immette a una temperatura intorno ai 1700°C del carburo di silicio all'interno di un bagno fuso di titanio, il titanio ha maggiore tendenza ad attrarre il carbonio. Quindi può avvenire la comparsa di carburo di titanio e del silicio decade all'interno della parte metallica. Questo può accadere anche con le leghe di alluminio, infatti anche il carburo di alluminio è più stabile del carburo di silicio. A seconda dello spessore che reagisce con l'interfaccia avremo delle variazioni molto importanti sulla tenacità a frattura del materiale (Figura 38).

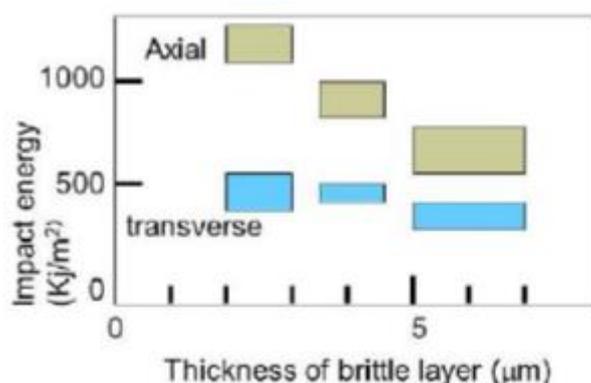
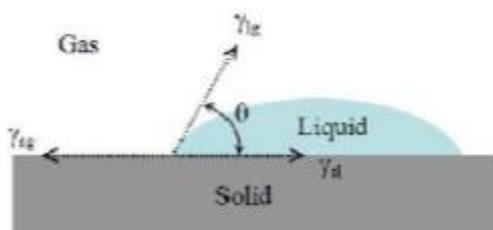


Figura 38: Valore della tenacità a frattura in funzione dello spessore che reagisce con l'interfaccia

I materiali compositi hanno avuto una produzione marginale a causa degli elevati costi di produzione. L'Additive Manufacturing permette un cambio di paradigma anche sfruttando tecniche a bassa complessità. Mescolando all'interno di un miscelatore polveri di materiale metallico e materiale ceramico aventi densità

4-Materiali per l'Additive Manufacturing

diversa. Una volta bloccato il processo le polveri saranno miscelate in modo omogeneo, essendo entrambi corpi solidi l'effetto della densità è contenuto. Il processo di produzione avviene con fusione e rapido raffreddamento permette che il materiale non soffra di problemi di miscelazione. Un altro vantaggio dell'additive è la quasi completa assenza di lavorazioni meccaniche dopo la produzione del componente. A monte si tiene conto delle eventuali connessioni che il componente deve avere, attraverso il CAD 3D si effettua l'ottimizzazione in modo da avere strutture con il minore materiale possibile ridurre al minimo l'usura degli strumenti per effettuare gli interventi di finitura. Altri interventi di finitura possono essere quelli di finitura superficiale per ridurre le rugosità. Tipicamente la disposizione delle polveri consiste in una particella di polvere metallica con intorno molte particelle ceramiche più piccole. Questo dà origine a rotolamenti più difficili. La proprietà connessa allo scorrimento delle polveri con quelle vicine è detta flowability. Se dopo il processo di fusione non si ha un prodotto consolidato bene la flowability è il primo parametro da verificare. La bagnabilità è bassa, questo è dovuto alla bassa compatibilità chimica. Per valutare la bagnabilità si utilizza la formula (Figura 39). I parametri che influiscono sulla bagnabilità sono: La temperatura, il tempo e la composizione chimica. L'unico parametro di processo controllabile è la temperatura (Figura 40). Se in nessuna condizione il materiale ceramico bagna bene il materiale metallico può avere dei problemi. Questi possono essere difetti all'interfaccia oppure una non omogenea distribuzione del rinforzante. La non omogenea distribuzione del rinforzante è data dalla tendenza del materiale metallico fuso che si agglomera con sé stesso e minimizza i contatti con il materiale ceramico (figura 41.a). Un materiale composito ben strutturato presenta la microstruttura (b) con distribuzione omogenea delle particelle. Le particelle ceramiche deposte sulla superficie della particella metallica fungono un po' da schermo per la potenza proveniente dalla sorgente energetica rendendo più difficile la fusione. Per le tecnologie a deposizione diretta le difficoltà sono legate all'elevata usura dell'ugello di deposizione del materiale.



Young's equilibrium equation

$$\gamma_{sl} + \gamma_{lg} \cos \theta_Y = \gamma_{sg}$$

Figura 39: Formula di equilibrio di Young



Figura 40: Bagnabilità della goccia in funzione della temperatura

4-Materiali per l'Additive Manufacturing

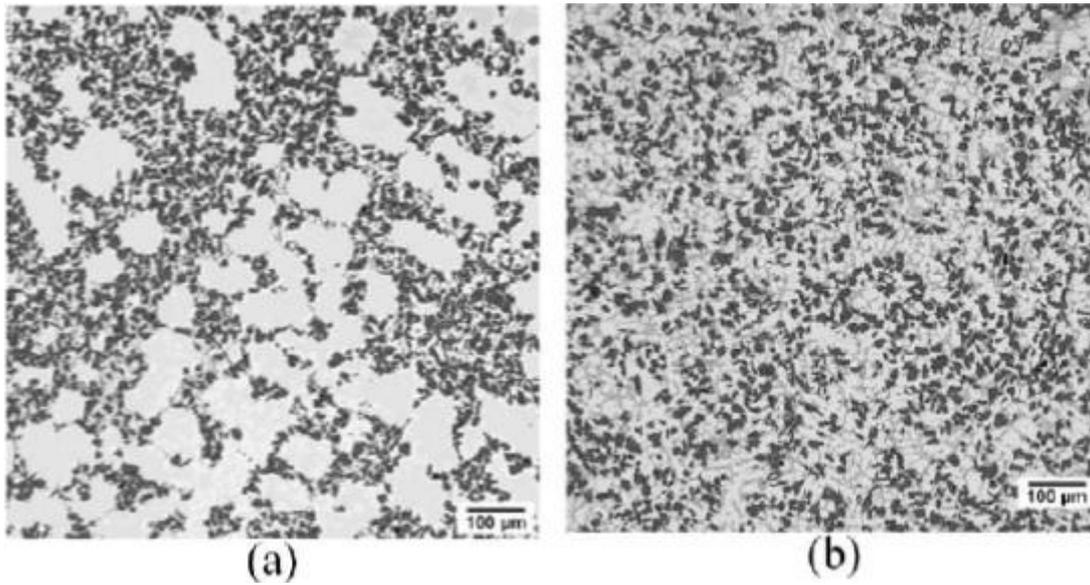


Figura 41: Microstrutture per due diversi materiali compositi: (a) distribuzione delle particelle non omogenea; (b) distribuzione delle particelle omogenea

Capitolo 5

Tecniche di produzione dei componenti in materiale composito

Essendo che lo studio si concentra sulle leghe di alluminio, si sono prese in considerazione le tecnologie laser. Queste sono suddivise in tecnologie a deposizione diretta e tecnologie a letto di polvere. Ogni tipo di tecnologia ha differenti metodi di produzione dei materiali per poi ottenere dopo produzione in macchina d'additive un componente fatto in composito. Può accadere che un componente in materiale composito costruito attraverso una determinata tecnologia d'additive, partendo per esempio da particelle aventi elementi in un determinata composizione percentuale, abbia caratteristiche notevolmente differenti rispetto ad un altro a parità delle condizioni precedentemente elencate. Questo è dovuto essenzialmente al fatto che le polveri utilizzate hanno subito un processo di preparazione differente prima di essere inserite in macchina.

5.1 Tecnologia LENS (Laser Engineered Net Shaping)

La tecnologia LENS è un sistema a deposizione diretta (Figura 42). Il materiale riceve un'alimentazione doppia. La lega metallica viene depositata sotto forma di filo. Questa viene fusa e va a consolidarsi con le polveri di materiale ceramico spruzzate dalla seconda alimentazione.

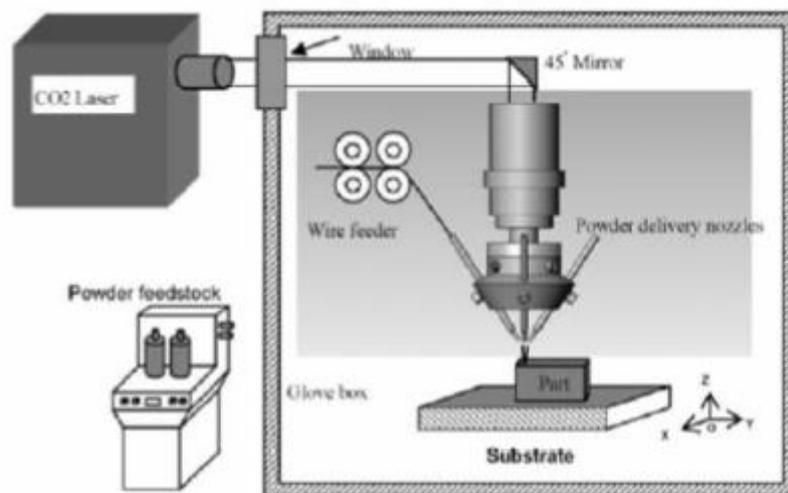


Figura 42: Schema della tecnologia LENS

5.2 Tecnologia LMD (Laser Metal Deposition)

La tecnologia LMD è una tecnologia a deposizione diretta (Figura 43). Inizialmente viene preparata la miscela composta di polveri ceramiche e polveri metalliche (Figura 44) che poi andrà ad alimentare l'ugello. Le particelle ceramiche più piccole in dimensione aderiscono alla superficie delle particelle metalliche. L'obiettivo è che il fascio laser abbia una potenza sufficiente da fondere il materiale sottostante e le particelle metalliche in modo che le particelle ceramiche si inseriscano all'interno della matrice metallica (Figura 45).

5-Tecniche di produzione dei componenti in materiale composito

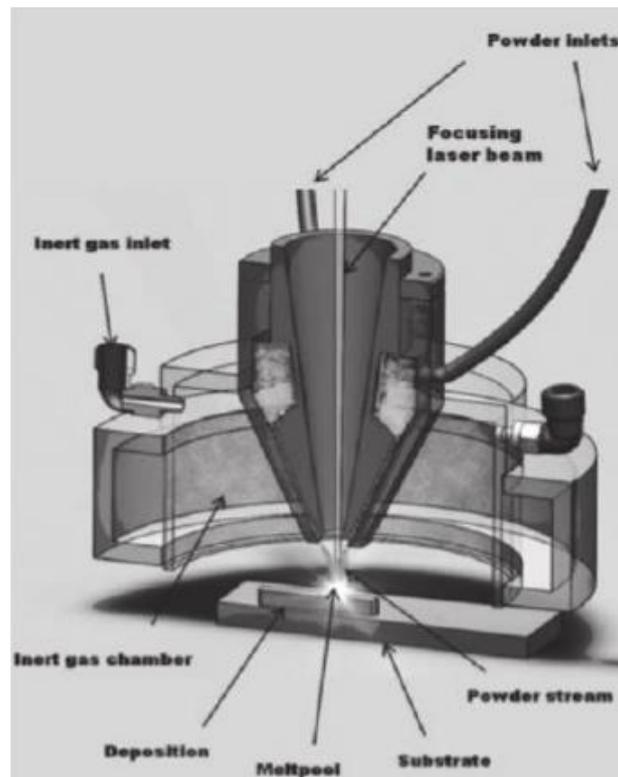


Figura 43: Schema della tecnologia LMD

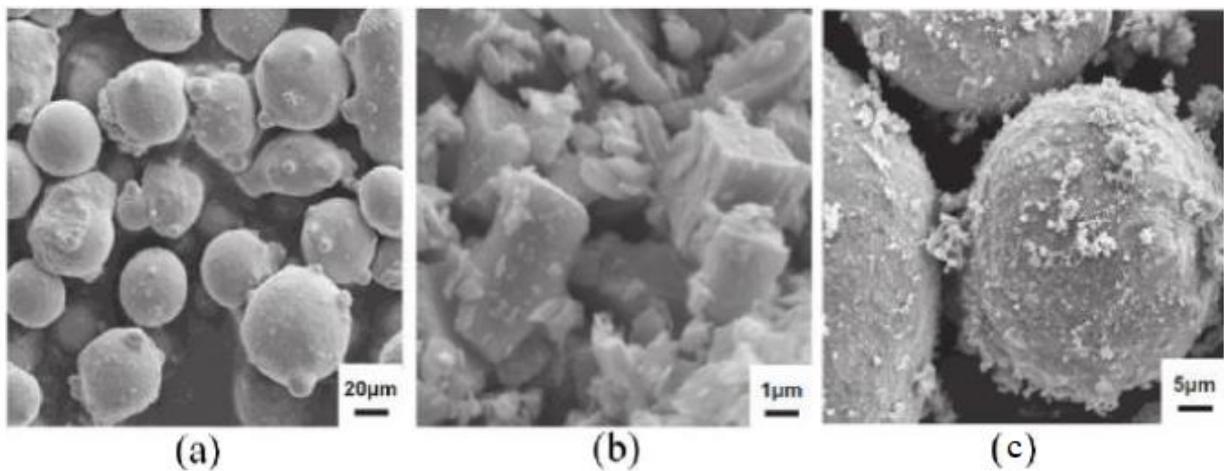


Figura 44: Micrografie che rappresentano tre differenti microstrutture: (a) particelle metalliche di forma sferica; (b) particelle ceramiche di forma irregolare; (c) particelle metalliche con all'intorno particelle ceramiche

5-Tecniche di produzione dei componenti in materiale composito

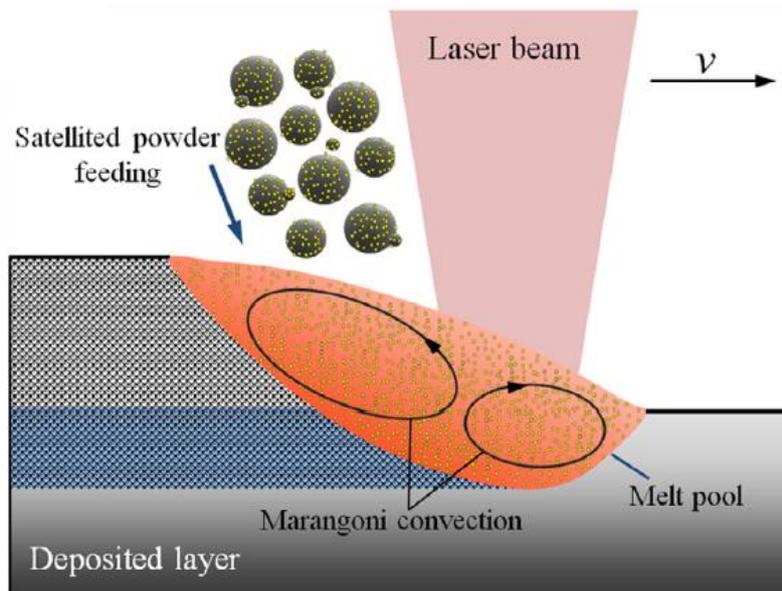


Figura 45: Meccanismo di deposizione degli strati per tecnologia LMD

5.2.1 AlSi10Mg/TiB₂

Questa lega è preparata prima di alimentare la macchina da additive. Il metodo utilizzato viene chiamato metodo dei satelliti. La matrice di particelle di alluminio con dimensione media da 15-45 μ m viene miscelata con particelle di TiB₂ nanometrica e micrometrica con dimensione inferiore ai 3 μ m che variano dal 2 al 6% in peso della miscela. Inizialmente vengono miscelate per circa 20 minuti, successivamente vengono miscelati con dell'alcool polivinilico che ha funzione legante circa 2% in peso della miscela. Vengono miscelati per altri 20 minuti e successivamente subiscono un trattamento termico di 12 ore alla temperatura di 100°C all'interno di un forno in vuoto. Dopo tale operazione viene effettuata un'operazione di setaccio per eliminare le polveri agglomerate con dimensione superiore ai 100 μ m. Analizzando la micrografia (Figura 46.a) per tale ingrandimento non sono percettibili i satelliti di TiB₂ sulla superficie delle particelle metalliche. Dall'ingrandimento (b) è possibile osservarli.

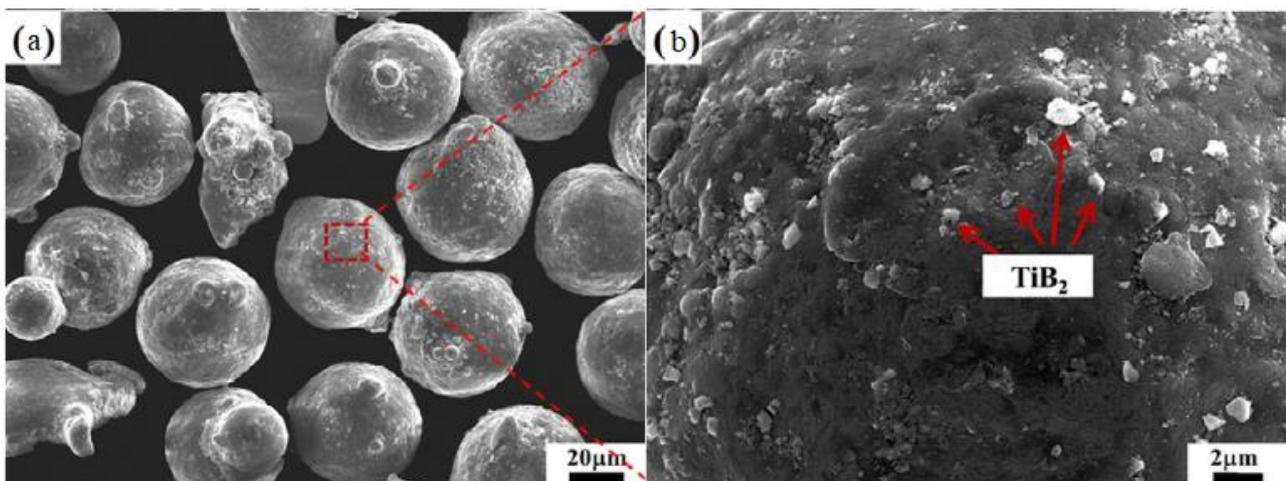


Figura 46: Micrografie per particelle di composito AlSi10Mg/TiB₂: (a) particelle di AlSi10Mg/TiB₂; (b) ingrandimento della superficie di una particella di AlSi10Mg/TiB₂ per evidenziare la superficie

5-Tecniche di produzione dei componenti in materiale composito

È interessante osservare la microstruttura dopo il processo di fusione. Sono presenti macro agglomerati di TiB₂ (Figura 47.a) che causano una diminuzione delle proprietà meccaniche. Questi vanno a diminuire, diminuendo la velocità di traslazione (b), questo è dovuto a un maggiore durata dell'agitazione che causa una maggiore dispersione delle particelle rinforzanti. Il diminuire della velocità di traslazione ha come effetto controproducente l'aumento e l'allargamento dei pori (c). Questo è dovuto al fatto che diminuendo la velocità di traslazione aumenta la quantità di polvere per unità di lunghezza all'interno del bagno fuso con conseguente quantità di gas che rimane intrappolato all'interno.

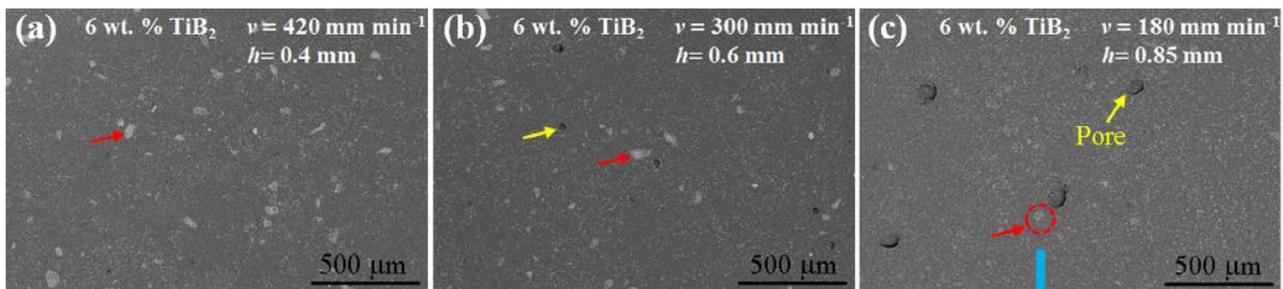


Figura 47: Evoluzione della microstruttura di AlSi10Mg/TiB₂ in funzione della velocità di traslazione: (a) microstruttura con elevato numero di agglomerati di TiB₂; (b) microstruttura con minor numero di agglomerati rispetto ad (a) ma con comparsa di porosità; (c) microstruttura con minore presenza di agglomerati rispetto al caso (b) e pori più larghi

Un ulteriore dato interessante è stato trovato attraverso l'analisi di provini prodotti con gli stessi parametri di produzione. I provini sono rispettivamente di lega AlSi10Mg e di materiale composito AlSi10Mg/TiB₂ rispettivamente 2 e 6% in peso di TiB₂. Dalla prova Vickers si è ottenuto che il materiale composito presenta durezza maggiore rispetto alla lega di base e che la durezza aumenta con l'aumentare del tenore di TiB₂ (Figura 48).

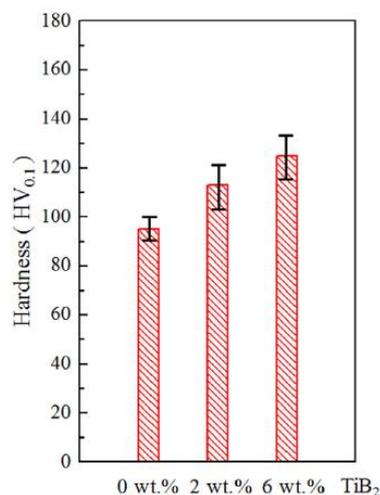


Figura 48: Diagramma che riporta il valore della durezza Vickers in funzione del tenore di TiB₂

5.3 Tecnologia SLM (Selective Laser Melting)

La tecnologia SLM (Figura 49) è una tecnologia a letto di polvere. La polvere precaricata in un serbatoio viene portata all'altezza della superficie del piano di lavoro attraverso una piattaforma che sposta verso l'alto la base del serbatoio. La polvere viene disposta sul piano di lavoro attraverso una racla mobile. È presente un'atmosfera inerte all'interno dell'ambiente di lavoro. Questo permette di non avere reazioni violente da parte di particelle che reagiscono con l'ossigeno e favoriscono il processo di densificazione del materiale. Un

5-Tecniche di produzione dei componenti in materiale composito

fascio laser colpisce alcuni specchi che hanno il compito di direzionare il fascio e di concentrarlo su di una superficie specifica. Il fascio fonde la polvere appena depositata sul piano di lavoro e rifonde parzialmente lo strato sottostante in modo da legarli. Dopo questa operazione la piattaforma di lavoro scende di una altezza pari allo strato di polvere che in seguito si depositerà. Il processo avviene in modo continuo fino a che non si ottiene il componente.

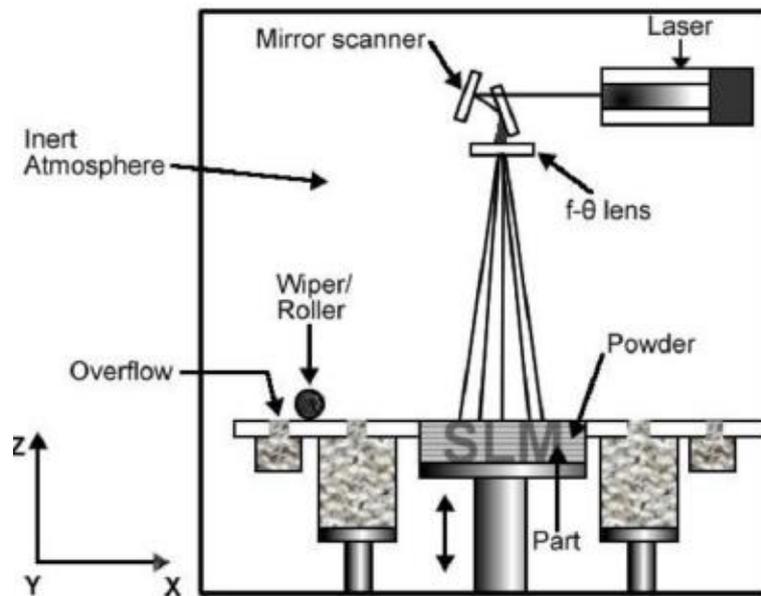


Figura 49: Schema della tecnologia SLM

La tecnologia SLM è una tecnica altamente performante nell'ambito dell'additive metallico. Attraverso di questa possiamo produrre direttamente parti complesse. Le parti saranno caratterizzate da elevata densità e dimensioni precise. L'SLM viene utilizzata per produrre strutture a reticolo leggero (lattice) e strutture con funzionalità integrate. I tempi di raffreddamento estremamente ridotti $10^3 - 10^6 \frac{K}{s}$ fanno sì che il componente ottenuto abbia una microstruttura estremamente fine. Tale microstruttura influisce sulle elevate proprietà meccaniche che il componente presenta. La tecnica SLM si presta perfettamente alle necessità dell'industria moderna di cercare prestazioni elevate e metalli leggeri. Le leghe di alluminio ad alta resistenza sono adatte per queste esigenze. Attraverso la creazione di materiali compositi con matrice di alluminio le proprietà vengono ancora incrementate. Per la tecnologia SLM il processo per ottenere un componente costituito da materiale composito non è univoco.

5.3.1 A205

La lega A205 (Tabella 12) è prodotta attraverso gas atomizzazione. La composizione presenta un tenore di Ti superiore a quello del rapporto stechiometrico rispetto al B. Questo è dovuto in quanto in questa lega si vuole sfruttare la teoria di nucleazione duplex. Durante la solidificazione il titanio soluto segrega nelle particelle di TiB₂ stabili, all'interfaccia si forma uno strato di fase intermetallica di Al₃Ti. Al₃Ti funge da sito di nucleazione per alfa-Al attraverso la reazione peritettica $Al_3Ti + Al(l) \rightarrow \alpha-Al(s)$. Un altro meccanismo di rafforzamento è dato dal Cu per invecchiamento. Il processo di invecchiamento avviene durante il processo di costruzione in macchina SLM. Analizzando la microstruttura (Figura 50) si può osservare che le particelle sono di forma sferica. Sulla superficie presentano satelliti e alcuni di questi hanno forma ellittica. Dopo la lavorazione in macchina SLM il componente ottenuto può arrivare a una densità pari al 99,5%. Dalla micrografia (Figura 51.a) si può osservare la presenza di alfa-Al e di particelle di TiB₂. La microstruttura (Figura 51.b e c) presenta basse porosità e alcune zone dove sono presenti agglomerati di particelle di TiB₂. La TiB₂ può essere sia di dimensioni nanometriche che micrometriche non superiore ai 1,5µm. La struttura dei grani

5-Tecniche di produzione dei componenti in materiale composito

di alfa-Al risulta fine e i grani sono equiassici e non hanno direzionali preferenziali. Attraverso ingrandimenti maggiori (Figura 52) si possono osservare fasi Al₂Cu. Alcuni di questi si vanno a collocare a bordo grano, altri invece sono all'interno dell'alfa-Al che vanno a inserirsi al posto di pori di grandezza nanometrica. È interessante osservare che la TiB₂ all'interno della matrice di alluminio ha un'interfaccia semi-coerente (Figura 53). Il materiale presenta una tensione massima di trazione pari a 401 Mpa e un allungamento massimo a rottura pari al 17,7%. La durezza Vickers è pari a 103HV.

Lega	Elementi in percentuale							
	Al	Cu	Ti	B	Ag	Mg	Si	Fe
A205	89,9	4,5	3,25	1,25	0,74	0,27	0,08	0,05

Tabella 12: Composizione tipica per lega A205



Figura 50: Microstruttura per lega A205

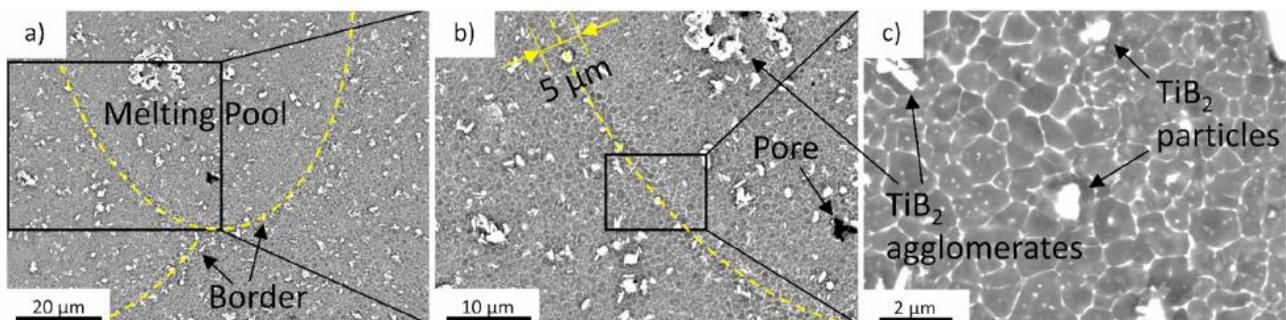


Figure 51: Micrografie per lega A205: (a) Microstruttura per lega A205 con in rilievo pozze di fusione e tracce laser; (b) ingrandimento rettangolo nero (a), in rilievo presenza di pori e di agglomerati di TiB₂; (ingrandimento rettangolo nero (b), in rilievo le particelle ceramiche e gli agglomerati di TiB₂

5-Tecniche di produzione dei componenti in materiale composito

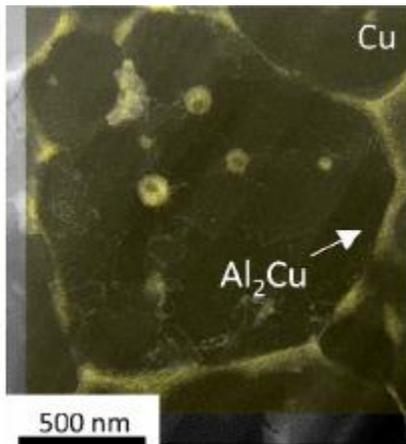


Figura 52: Micrografia bordi di grano per lega A205

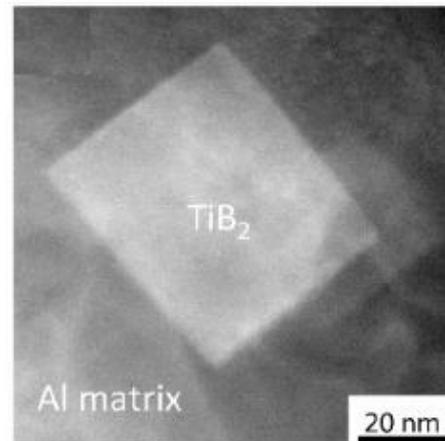


Figura 53: Disposizione del precipitato di TiB₂ rispetto la matrice alfa-Al

5.3.2 AlSi10Mg/TiB₂

Le polveri composite sono ottenute attraverso la reazione di un mix di sali durante il processo di gas atomizzazione. La composizione (Tabella 13) fa sì che sia presente la TiB₂ con una percentuale in peso pari al 6,5%. Osservando la morfologia delle polveri (Figura 54), queste presentano una superficie sferica. Si ha un'elevata presenza di satelliti tutti di diametro inferiore ai 10µm. La distribuzione granulometrica (Figura 55) risulta nei range 18-55µm con una dimensione media di 33µm. Per misurare la densità relativa si sono costruiti dei provini in macchina SLM. Modificando le grandezze velocità di scansione (Figura 56), potenza del laser (Figura 57) e distanza tra due tracce di fusione adiacenti (Figura 58). Ogni prova è stata condotta modificando il parametro che si sta studiando e mantenendo inalterate le altre grandezze. Attraverso questa prova si è ottenuta l'influenza di ogni singolo parametro rispetto la densità relativa. Dai risultati si evince il parametro che influisce maggiormente sulla densità del materiale è la velocità di scansione. La velocità di scansione è il parametro più influente in quanto una bassa velocità relativa corrisponde a una più elevata energia per unità di tempo assorbita dalla polvere. Questo può determinare l'evaporazione di una maggiore quantità di elementi dalla pozza di fusione per unità di volume. Riferendosi alle misure con il metodo di Archimede, la densità relativa media arriva a circa il 95%, in presenza di ottimizzazione di tutti i e tre i parametri arriva a un valore intorno al 99%. La densità relativa non supera questo valore in quanto vi è sempre la presenza di pori dovuti a dei gas o vapore intrappolato all'interno della struttura metallica.

Lega	Elementi in percentuale						
	Al	Si	Mg	Ti	B	Fe	Cu
AlSi10Mg/TiB ₂	81,5	10,86	0,68	4,18	2,35	0,17	0,26

Tabella 13: Composizione percentuale lega AlSi10Mg\TiB₂

5-Tecniche di produzione dei componenti in materiale composito

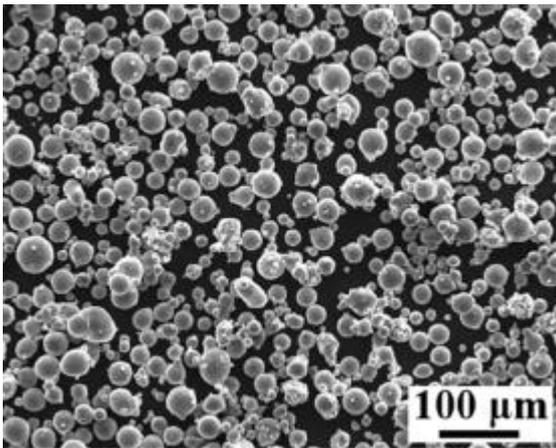


Figura 54: Microstruttura polveri di lega AlSi10Mg\TiB2

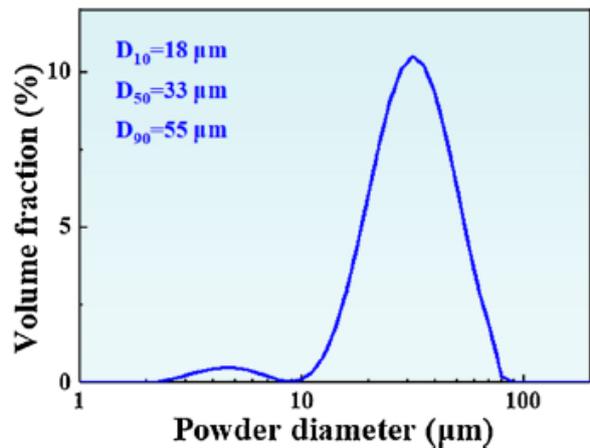


Figura 55: Distribuzione granulometrica polveri di lega AlSi10Mg\TiB2

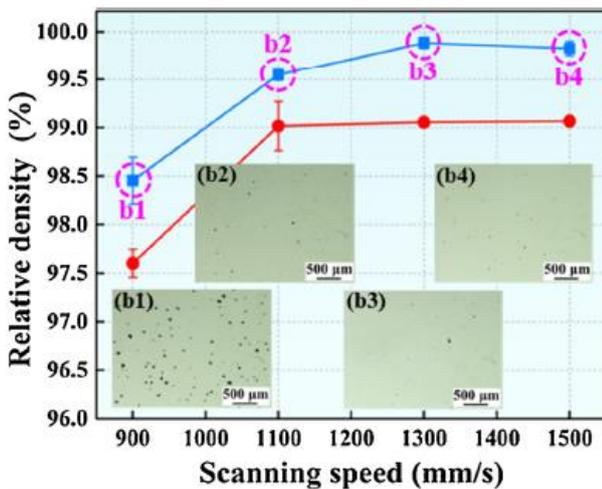


Figura 56: Influenza della velocità di scansione rispetto la densità relativa: caso OM (blu); misure per Archimede (rosso)

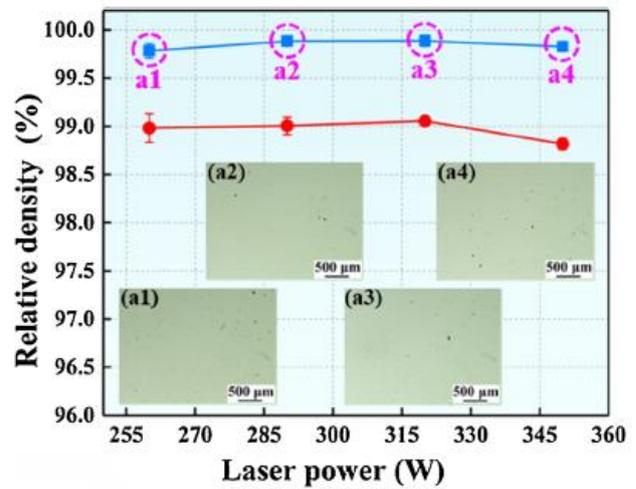


Figura 57: Influenza della potenza del rispetto la densità relativa: caso OM (blu); misure per Archimede (rosso)

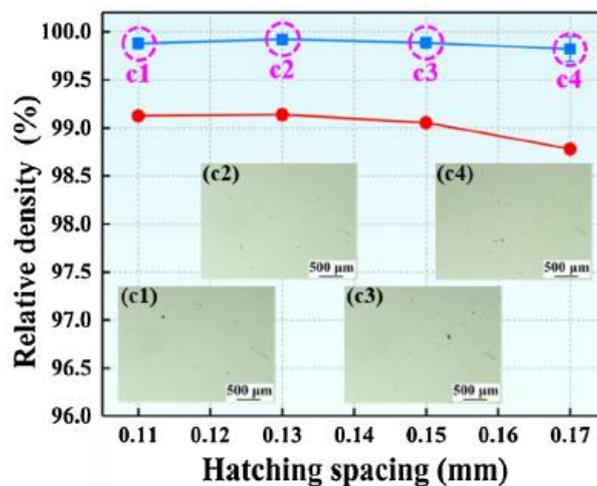


Figura 58: Influenza dello spazio tra due tracce di fusione adiacenti rispetto la densità relativa: caso OM (blu); misure per Archimede (rosso)

Un parametro per il quale varia la densità relativa (Figura 59.a) che è funzione dei parametri citati in precedenza è la densità di energia volumetrica:

5-Tecniche di produzione dei componenti in materiale composito

$$E_v = \frac{P}{v * t * h}$$

P = Potenza del laser;

v = Velocità di scansione;

t = Spessore di ogni singolo strato;

h = Spazio tra due tracce adiacenti;

Per un determinato range di valori la densità relativa è superiore al 99,8%. I valori di densità di energia volumetrica per il materiale composito se confrontati con la lega AISI10Mg risultano inferiori. Questo è dovuto al coefficiente di assorbimento che è stato provato per polveri di TiB₂ nell'intorno dei 5µm avere valori che fluttuano tra i 0,34 ai 0,49 notevolmente superiori ai valori per la lega base che oscillano tra i 0.19 e i 0,32. Il coefficiente di assorbimento dipende dal tipo e dalla dimensione della polvere. Essendo il composito formato da polveri ceramiche con diametro un ordine di grandezza inferiore alla matrice metallica questo farà sì che migliori il coefficiente di assorbimento. L'apporto di insufficiente E_v (b) si traduce in un basso valore di bagnabilità. La polvere fusa formata non è sufficiente a riempire tutti gli spazi vuoti in tempo durante il processo di solidificazione. Questo si tradurrà nell'insorgere di porosità da fusione. Queste come conseguenza porteranno a un più basso livello di densificazione del materiale. In caso di un più elevato apporto di E_v (c) e (d), si avrà il miglioramento della bagnabilità della polvere e della fluidità della matrice metallica, si avrà la riduzione della viscosità dinamica. Si otterrà un componente con elevata densificazione. Per E_v molto elevati (e) si ha che la fluidità della matrice metallica è impedita a causa dell'eccessivo effetto Marangoni dato dall'elevato apporto energetico. Questo porta all'intrappolamento di gas e vapori. I pori arrivano a un accrescimento fino a 100µm. Come conseguenza si ha un basso valore di densità relativa circa il 97%.

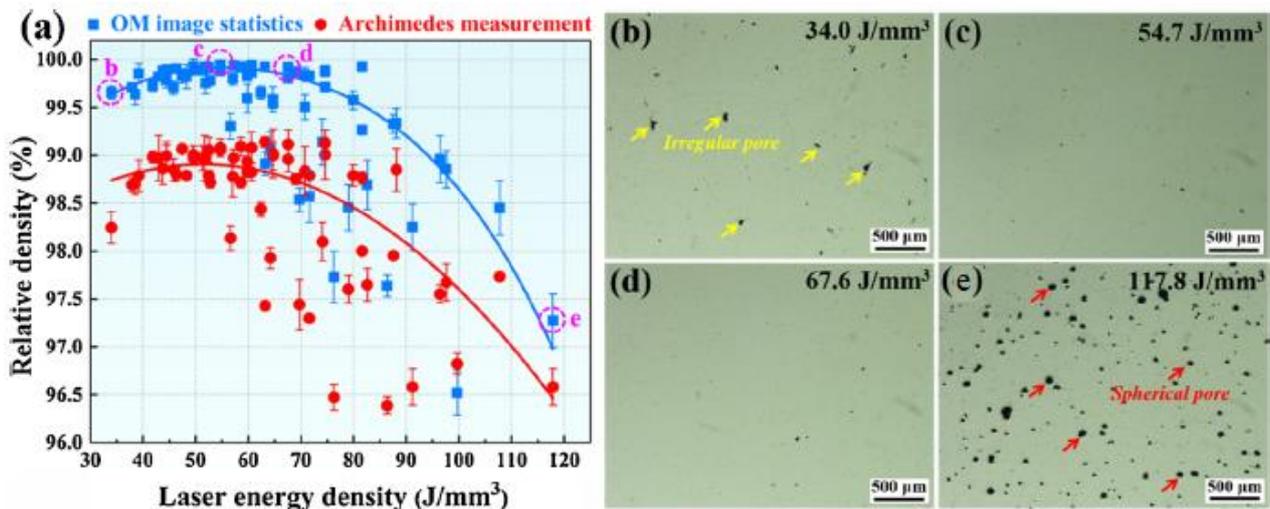


Figura 59: Influenza della densità di energia volumetrica sulla densità relativa del provino:

(a) microstruttura del campione per densità di energia volumetrica pari a 34 J/mm³; (b) microstruttura del campione per densità di energia volumetrica pari a 54,7 J/mm³; (c) microstruttura del campione per densità di energia volumetrica pari a 67,6 J/mm³; (d) microstruttura del campione per densità di energia volumetrica pari a 117,8 J/mm³

Analizzando la microstruttura del campione in materiale composito sul piano orizzontale (Figura 60.a) si osservano le passate di scansione del laser. Dall'ingrandimento si possono osservare le particelle di TiB₂ all'interno della microstruttura. Osservando la microstruttura sul piano verticale o di costruzione (b), si possono osservare alcune porosità al confine tra le diverse pozze di fusione. Da maggiori ingrandimenti si può osservare che il consolidamento tra gli strati è avvenuto in maniera eccellente in quanto la rifusione del materiale già depositato è avvenuta per una profondità considerevole.

5-Tecniche di produzione dei componenti in materiale composito

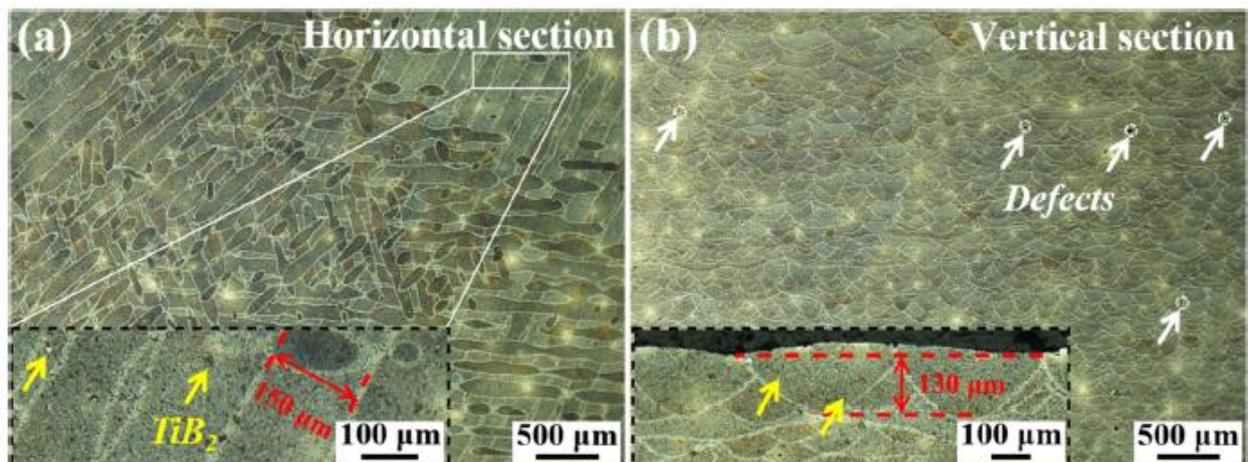


Figura 60: Microstruttura materiale composito AlSi10Mg/TiB2: (a) microstruttura piano orizzontale; (b) microstruttura piano verticale

Analizzando a ingrandimenti maggiori le tracce di scansione del laser (Figura 61.a2) si può osservare una distribuzione di TiB₂ diffusa a tutte le zone del materiale. Le particelle di TiB₂ all'interno del materiale composito (a2) non impediscono la disomogeneità dovuta al gradiente termico subito dal materiale. La zona all'interno (1) della pozza di fusione presenta una struttura fine. Le celle sono formate da alluminio alfa e presentano al loro interno precipitati di silicio. I bordi che dividono una cella dall'altra sono formati da alluminio eutettico. Le zone di legame tra le pozze di fusione (2) presentano la stessa microstruttura per il caso fine, l'unica differenza sta nella dimensione più grande della cella di Al. La zona termicamente alterata (3) presenta una struttura dai casi precedenti in quanto parte del Al eutettico si trasforma in Al grossolano globulare e aumenta il tenore dei precipitati di Si il quale si trova in soluzione solida sovrassaturata per alti tenori. Il Si forma un'interfaccia coerente con alfa-Al. Se si considerano in direzione verticale gli ingrandimenti della pozza di fusione (Figura 62.b2) si è in presenza di zone con differenti trattamenti termici. Le microstrutture (1, 2 e 3) ottenute sono uguali a quelle analizzate per il caso precedente.

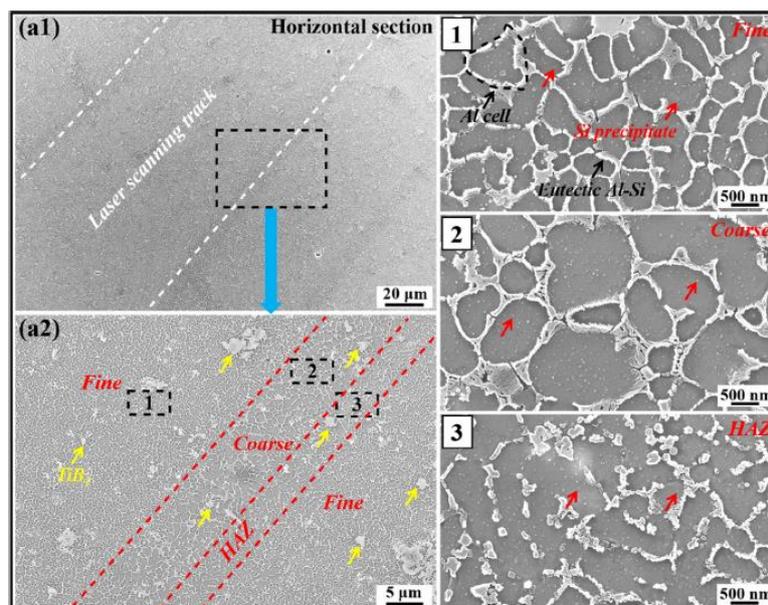


Figura 61: Micrografia piano orizzontale materiale composito AlSi10Mg/TiB2: (a1) microstruttura tracce di scansione del laser; (a2) microstruttura della sezione ingrandita in a1; (1) microstruttura zona interna alla pozza di fusione; (2) e (3) microstruttura zone di legame tra pozze di fusione

5-Tecniche di produzione dei componenti in materiale composito

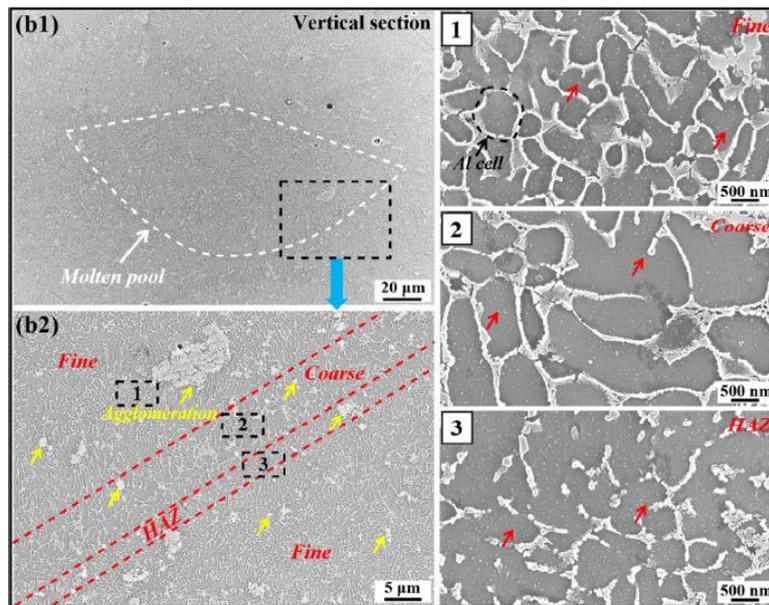


Figura 62: Micrografia piano verticale materiale composito AlSi10Mg/TiB₂: (a1) microstruttura pozza di fusione; (a2) microstruttura della sezione ingrandita in a1; (1) microstruttura zona interna alla pozza di fusione; (2) e (3) microstruttura zone di legame tra pozze di fusione

La TiB₂ contenuta nel materiale composito dopo essere processata nella macchina SLM mantiene la stessa forma che aveva in precedenza. La frazione delle particelle ceramiche se considerate per diametro varia (Figura 63), ma la variazione non cambia la distribuzione in modo significativo. Le particelle di TiB₂ non variano la loro distribuzione rispetto alla condizione precedente al processo in macchina SLM. Questo è dovuto alle eccellenti proprietà della TiB₂ che ne garantisce stabilità chimica e termica. La stabilità della struttura chimica delle particelle consente a queste di non reagire con alfa-Al e con il Si. Il punto di fusione della TiB₂ è 3230°C, questo consente che le particelle non vengano fuse insieme alle particelle in lega di alluminio durante il processo in macchina SLM. Si arriva alla conclusione che gli agglomerati ottenuti dopo il processo in macchina SLM sono ereditati dalla polvere composita.

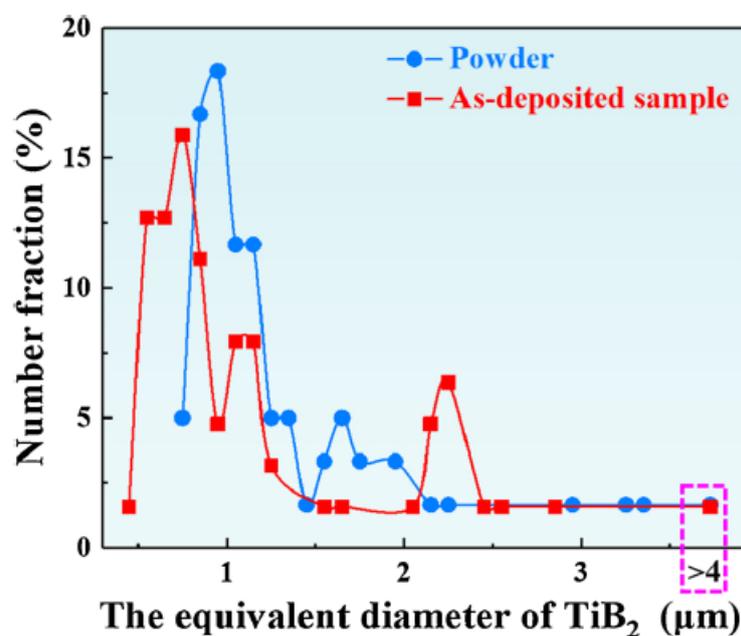


Figura 63: Frazione percentuale per diametro equivalente di particelle di TiB₂

5-Tecniche di produzione dei componenti in materiale composito

Il materiale composito presenta una elevata differenza tra il carico massimo di rottura e il carico massimo di snervamento, questo comporta un'elevata capacità del materiale a incrudirsi (Figura 64). La resistenza massima e l'allungamento a rottura differiscono per qualche percentuale se si comparano la direzione orizzontale "H" e la direzione verticale "V". Queste se paragonate alla lega AlSi10Mg sono notevolmente superiori. Le proprietà meccaniche sono migliorate dalla presenza della struttura eutettica Al-Si in combinazione con le particelle di TiB₂, in quanto i cicli di dislocazione prodotti nei cristalli di alluminio intorno al silicio eutettico contribuiscono all'elevata capacità del materiale a incrudirsi. Lo stesso effetto si ha con l'aggiunta di particelle dure all'interno dei grani (Figura 65), questo migliora ulteriormente la capacità del materiale di incrudirsi. La resistenza a snervamento non è omogenea nelle due direzioni, questo è dovuto alla diversa densità di bordi di grano.

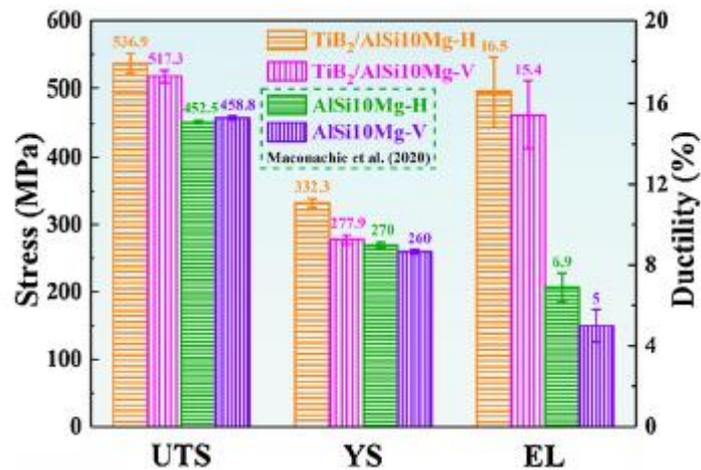


Figura 64: Proprietà meccaniche per materiale composito AlSi10Mg\TiB₂ e lega AlSi10Mg

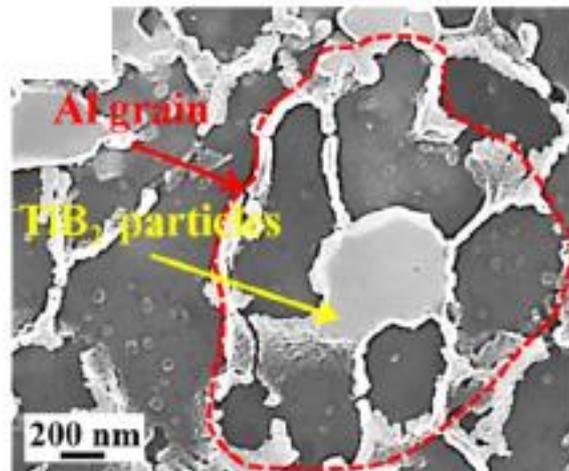


Figura 65: Grano materiale composito AlSi10Mg\TiB₂

Capitolo 6

Processo di Gas Atomizzazione

In questo capitolo vengono illustrati le variabili di processo che influenzano il processo di gas atomizzazione. Questi parametri influenzano le caratteristiche sui prodotti finali. Successivamente vengono descritti i passi seguiti per la regolazione del feeder durante il processo di atomizzazione.

6.1 Dimensione del foro dell'ugello di fusione

Questo influenza la dimensione delle particelle che si vanno a formare. La dimensione del foro modifica le condizioni fluidodinamiche del metallo che scorre all'interno. All'aumentare delle dimensioni del foro si ha un conseguente aumento del diametro medio delle particelle. Il foro ha un diametro standard di 1,5mm questo subisce un ingrandimento superiore al 50%.

6.2 Temperatura di fusione

La temperatura di fusione e il conseguente surriscaldamento del materiale influiscono sulla viscosità cinematica del materiale. Il diminuire della viscosità cinematica ha come conseguenza l'incremento della portata massica. Alla variazione della temperatura si ha una variazione della massa. È importante valutare bene la temperatura a cui si porta il materiale fuso, in quanto una temperatura troppo elevata potrebbe portare all'ebollizione del metallo nel crogiolo. Questo potrebbe causare un non corretto funzionamento del sistema oppure all'evaporazione degli elementi bassofondenti. L'evaporazione degli elementi altererebbe la composizione finale che ci aspettiamo di trovare. Solitamente il range di temperature di surriscaldamento è inferiore ai 250°C. In questo caso dalle prove visive la fusione dell'alluminio è iniziata intorno a una temperatura di 530°C. Il materiale si è portato a una temperatura di circa 820°C prima di iniziare l'atomizzazione.

6.3 Composizione chimica della lega

Questa influisce sulla viscosità cinematica della lega e di conseguenza sulla portata massica. Il cambio di composizione chimica influisce sulla microstruttura e sul diametro medio del prodotto finale.

6.4 Gas utilizzato durante il processo

La temperatura e il tipo di gas possono influenzare diversi parametri di atomizzazione. Il primo parametro ad essere influenzato sarà la viscosità cinematica. Un altro parametro è il numero di Weber questo sarà responsabile della rottura delle gocce di materiale fuso al contatto con il gas. Un altro parametro ad essere influenzato è la portata di gas. Un aumento della temperatura del gas diminuisce la dimensione media delle particelle. Questo effetto è dovuto all'aumento dell'energia cinetica all'interno del flusso di gas. La preferenza cade su gas che hanno bassa densità ed elevato scambio termico con le particelle in modo da avere un'elevata velocità di raffreddamento. Il gas utilizzato durante l'atomizzazione è stato l'Argon.

6.5 Top Pressure

Con Top Pressure si intende la differenza di pressione tra la camera di fusione e quella di atomizzazione. A differenze di pressione maggiori corrisponde una portata massica di metallo fuso maggiore. Si deve imporre

6-Processo di Gas Atomizzazione

un valore di Top Pressure maggiore di quello minimo in quanto permette il fluire del materiale senza che avvenga un congelamento della portata massica ed una equivalente interruzione dell'atomizzazione. Il valore della top pressure non può superare i 0,55 bar in quanto questo viene preso come valore di sicurezza, superato questo valore si ha la rottura della guarnizione di tenuta in grafite e l'uscita in sicurezza del gas verso l'esterno. In questo caso la top pressure è stata impostata a un valore pari a 0,3 bar.

6.6 Die Pressure

La Die Pressure o pressione di atomizzazione è un parametro che modifica direttamente la velocità del gas. L'aumento della pressione porta alla diminuzione della portata massica. La pressione di atomizzazione influenza l'intervallo dimensionale in cui si collocano le particelle. Una pressione troppo bassa potrebbe portare all'ottenimento di particelle grossolane. Un altro problema che potrebbe insorgere è che la bassa velocità del gas potrebbe portare alla non rottura del film metallico fuso. Durante l'atomizzazione si è scelto un valore di pressione presente in archivio pari a 36bar.

6.7 Lega all'interno del crogiolo

La lega all'interno del crogiolo influisce sull'atomizzazione in quanto allo stato fuso maggiore è il volume di materiale fuso maggiore sarà la pressione del battente metallostatico. Questo influisce sulla portata massica che attraversa la camera di fusione. Nell'atomizzazione effettuata si è inserita una quantità di lega AlSi10Mg pari a 1580g. Si è scelta questa quantità in quanto il feeder garantendo il flow rate minimo si allinea ai dati di letteratura che riportano il 6% di materiale rinforzante come quantità minima.

6.8 Operazioni sul feeder

La prima operazione effettuata è stata inserire le polveri in forno a 100°C per 60 ore a pressione atmosferica. Quando si è effettuata l'operazione di setacciatura attraverso un setaccio avente dimensione delle mesh di 100um si è potuto osservare la completa assenza di agglomerati. Il materiale è stato rimosso circa quattro ore prima di essere caricato in tramoggia. Da un'ispezione visiva in tramoggia una volta caricato il materiale si è osservato che questo è completamente fluito. Rispetto le prove precedenti il filtro per particelle superiori ai 200um risultava assente di agglomerati. All'interno della tramoggia è stata inserita una quantità pari a 180g di TiB2. Il feeder è stato attivato circa 30 secondi prima dell'inizio del processo di atomizzazione. Questa operazione è stata effettuata per sfruttare l'elevata volatilità della TiB2 in modo da saturare la camera di atomizzazione. Questo viene spento una volta completata l'atomizzazione che ha avuto una durata di circa tre minuti. Durante tutto il tempo di utilizzo il feeder ha mantenuto un feed rate costante pari a $180 \frac{g}{min}$. Questo può essere connesso al nuovo sistema di distribuzione delle particelle e alla minore tendenza della polvere di TiB2 nel formare agglomerati che ha evitato l'otturazione per tutta la durata del processo. Alla fine del processo di atomizzazione esaminando la tramoggia si è potuto determinare che la totalità delle particelle ceramiche sono fluite all'interno della camera di atomizzazione.

Capitolo 7

Analisi sulle polveri

7.1 Analisi granulometrica

Come prima prova si è effettuata l'analisi granulometrica. Lo strumento utilizzato per l'analisi è il granulometro (Figura 66). Lo strumento utilizza la diffrazione laser per misurare la distribuzione delle dimensioni delle particelle. Il campione precedentemente caricato in un accessorio utilizzato per i campioni asciutti viene fatto scorrere lungo un percorso attraverso l'utilizzo di un gruppo vibrante alimentato ad aria. Le particelle disperse scorrono all'interno del corpo principale dello strumento dove avviene la misurazione. Il campione viene investito da un raggio laser. Lo strumento misura la variazione angolare della luce diffusa. La dimensione delle particelle è inversamente proporzionale all'angolo di diffrazione della particella stessa (Figura 67). Una volta effettuata l'analisi dell'intensità della diffusione angolare si passa al calcolo delle dimensioni delle particelle. Queste saranno riportate come diametro della sfera equivalente al volume.



Figura 66: Granulometro Malvern Mastersizer 3000

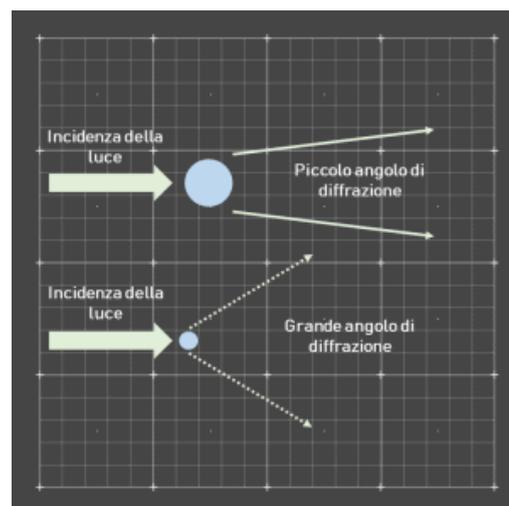


Figura 67: Variazione dell'angolo di diffrazione in funzione della dimensione delle particelle con cui interagisce

Osservando la distribuzione granulometrica (Figura 68) per la taglia di particelle utili per il processo in macchina SLM si può osservare che la distribuzione è buona e non si ha un picco di particelle con un intervallo dimensionale stretto. Questo che migliora la scorrevolezza delle particelle. Questo risultato è direttamente confrontabile con distribuzioni presentati in letteratura sulla lega AlSi10Mg.

7-Analisi sulle polveri

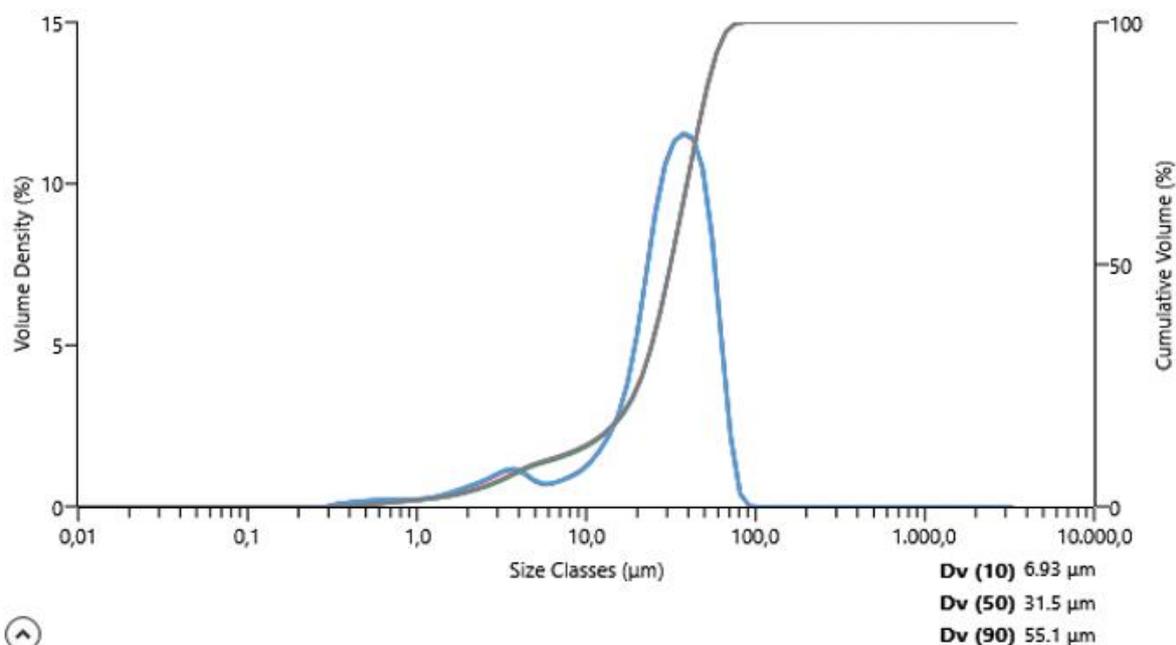


Figura 68: Distribuzione granulometrica materiale composito AlSi10Mg/TiB2

7.2 Prove reologiche

Per avere altre informazioni riguardo la scorrevolezza delle polveri si sono effettuate le prove reologiche utilizzando lo strumento reometro (Figura 69). La prova è effettuata all'interno di un contenitore standard di diametro pari a 25mm nel quale è inserito un rotore a lame di diametro pari a 23,5mm (Figura 70). Per stabilire un modello di flusso preciso al rotore a lame viene imposto un moto di rotazione verso l'alto oppure verso il basso. Questi movimenti combinati generano le interazioni tra le particelle e lo scorrimento tra di esse. La resistenza che incontra il rotore rappresenta le proprietà di scorrimento delle particelle. Il reometro misura la resistenza rotazionale "Torque" e quella verticale "Force" (Figura 71). Le prove sono state effettuate per flow rate variabili, in modo da valutare l'energia di flusso (Figura 72). La scorrevolezza delle particelle è valutata attraverso l'indice FRI (Flow Rate index) che è il rapporto tra l'undicesima prova e l'ottava prova effettuata. L'indice ha un valore pari a 2. Dalle interpretazioni dei dati fornite dal costruttore in funzione della prova effettuata per un valore di RFI compreso tra 1,5 e 3 le polveri stanno nel normale range di scorrevolezza.



Figura 69: Reometro



Figura 70: Strumenti standard per effettuare la prova reologica

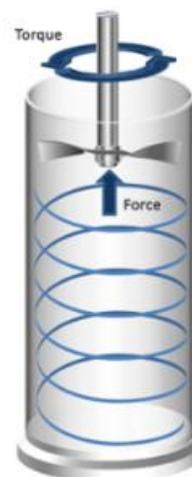


Figura 71: Rappresentazione del moto del rotore a lame

7-Analisi sulle polveri

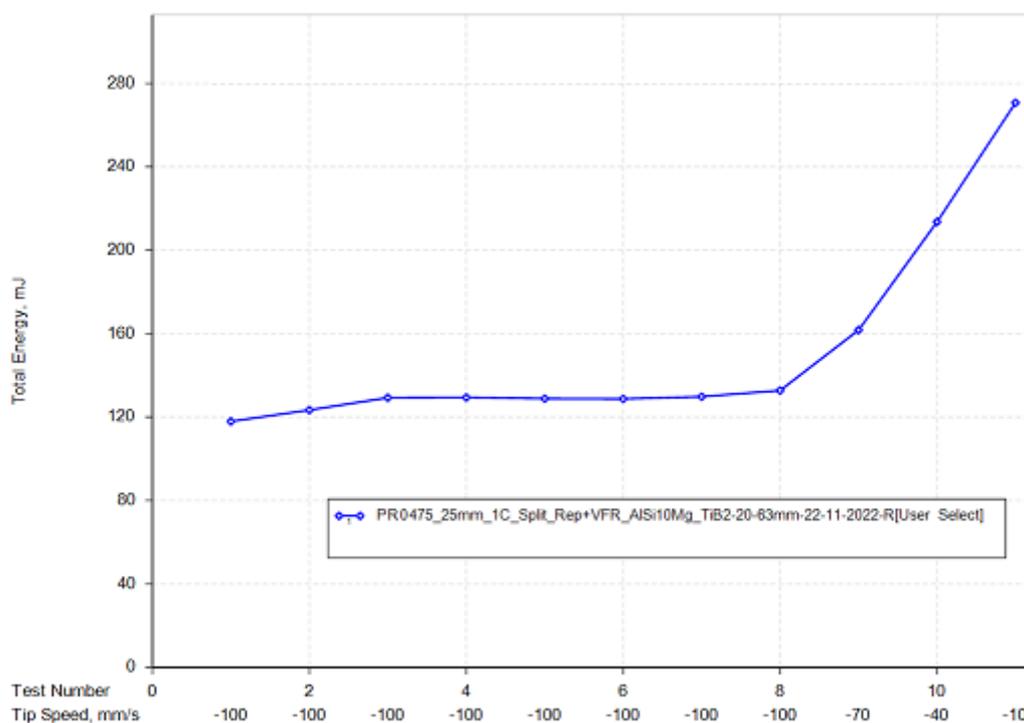


Figura 72: Risultati prove reologiche sulle polveri di materiale AISi10Mg\TiB2

7.3 Analisi LECO ONH 836

Il macchinario per l'analisi LECO (Figura 73) viene utilizzato per valutare la presenza di ossigeno, idrogeno e azoto all'interno delle particelle. Il campione di particelle viene pesato e viene inserito in un crogiolo in grafite. Questo viene riscaldato attraverso un forno ad impulsi in modo che il campione rilasci i gas al suo interno. L'ossigeno presente nel campione reagisce con la grafite formando CO e CO₂. Successivamente viene utilizzato un gas vettore l'elio che ha il compito di veicolare al di fuori del forno i gas liberati dal campione. Questa operazione viene eseguita attraverso controllori di flusso di massa e rilevatori. La quantità di CO e di CO₂ viene rivelata attraverso delle celle a infrarossi di tipo non dispersivo. Durante lo scorrimento il gas incontra un reagente riscaldato che favorisce la trasformazione del CO in CO₂ e si ha la formazione di H₂ che ossidandosi diviene H₂O. Queste fluiscono attraverso delle celle a infrarossi che sono in grado di misurare la quantità di CO₂ e H₂O. A questo punto vengono espulsi dal flusso del gas vettore. Per il rilevamento dell'azoto viene utilizzato un rilevatore di conducibilità termica. Questo misura la differenza di conducibilità termica tra il gas vettore e il gas che fuoriesce dal campione. I valori misurati di O, H₂ e N₂ (Figura 74) sono bassi. Le polveri possono essere considerate di buona qualità. Confrontando questi valori con quelli in letteratura si ha che l'ossigeno anche se presente in bassa quantità è circa presente per un ordine di grandezza in più e anche i valori di idrogeno e azoto sono quasi il doppio. Questo è normale in quanto la tramoggia dove erano contenute le polveri ceramiche non ha un sistema per creare il vuoto quindi anche se in misura bassissima viene introdotta dell'aria in camera di atomizzazione. Di seguito sono riportati i valori percentuale (Tabella 14)

7-Analisi sulle polveri



Figura 73: Macchinario per l'analisi LECO

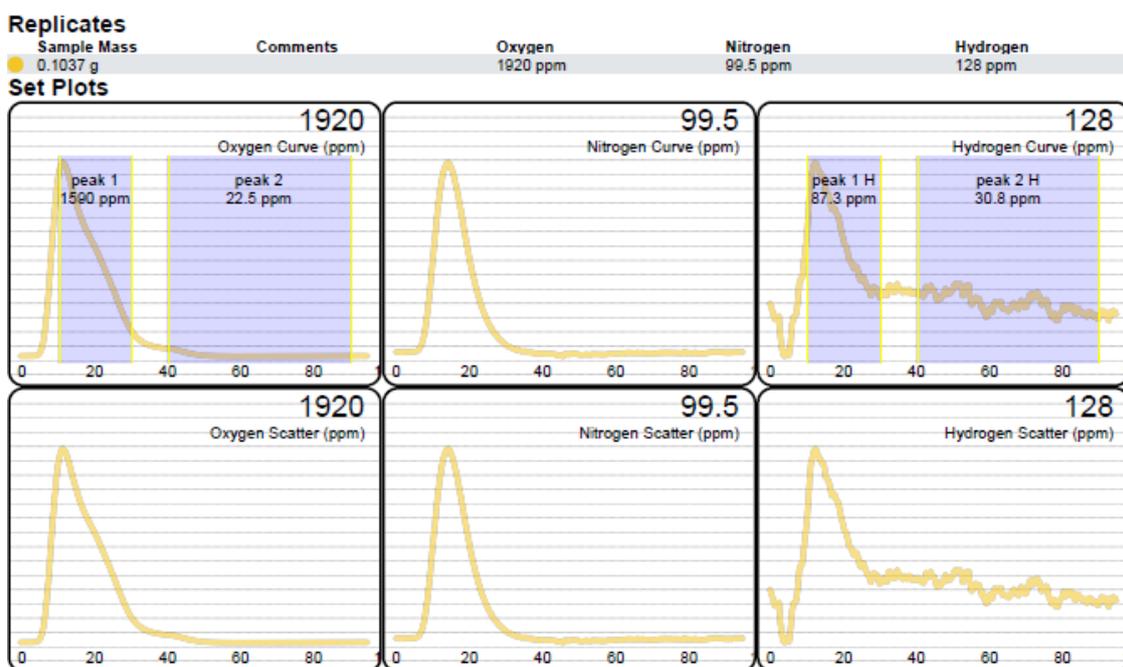


Figura 74: Risultati analisi LECO per determinare la quantità di ossigeno, idrogeno e azoto

	O ₂	H ₂	N ₂
Quantità percentuale	0.192%	0.00995	0.0128

Tabella 14: Quantità percentuale di ossigeno, idrogeno e azoto

7-Analisi sulle polveri

7.4 Micrografia delle polveri

7.4.1 Preparazione del campione

Prima di effettuare le analisi i campioni di polvere devono essere preparati attraverso strumenti per la metallografia. Queste sono state inglobate attraverso una inglobatrice automatica (Figura 75) all'interno di una resina epossidica. Una pressa polimerizza la resina tramite il calore e sotto la pressione in modo da ottenere un cilindretto. Questo contiene su di una delle due circonferenze esterne il campione (Figura 76). La superficie contenente il campione viene lucidata attraverso una lucidatrice automatica (Figura 77). La finitura è avvenuta attraverso l'utilizzo di dischi con grana differente. L'operazione successiva è la metallizzazione del campione attraverso uno strumento che fonde dell'oro e fornisce un rivestimento a spruzzo sulla superficie del campione (Figura 78).



Figura 75: Inglobatrice automatica



Figura 76: Campione inglobato



Figura 77: Lucidatrice automatica



Figura 78: Strumento per la deposizione del rivestimento a spruzzo

7-Analisi sulle polveri

7.4.2 Analisi dei risultati

Le analisi sulle polveri vengono effettuate attraverso il SEM (Figura 79). Il meccanismo di scansione (Figura 80) consiste in un fascio di elettroni che scansiona il campione seguendo un determinato pattern. Gli elettroni vengono generati da una sorgente, questi nel loro cammino vengono accelerati da un anodo. Il processo avviene in vuoto in modo da evitare contaminazioni esterne e ridurre la qualità dell'immagine. Il vuoto aumenta le capacità dei vari sensori di captare i segnali generati. Il fascio di elettroni incontra prima le lenti condensatrici che hanno il compito di stabilire le dimensioni del fascio di elettroni. Queste determinano la risoluzione. Le seconde lenti sono quelle obiettivo. Queste hanno il compito di focalizzare il fascio sul campione. L'interazione degli elettroni con il campione genera due tipi di elettroni utilizzati per l'imaging. Gli elettroni retrodifussi (backscattering) e gli elettroni secondari. Gli elettroni retrodifussi appartengono al fascio incidente, questi tornano indietro quando avviene la collisione tra gli elettroni e il campione (Figura 81). Questi provengono da una zona più profonda del campione. Gli elettroni secondari vengono originati dagli atomi del campione e sono originati da un'interazione anelastica tra il fascio di elettroni e il campione stesso. Questi sono originati da una zona più superficiale.

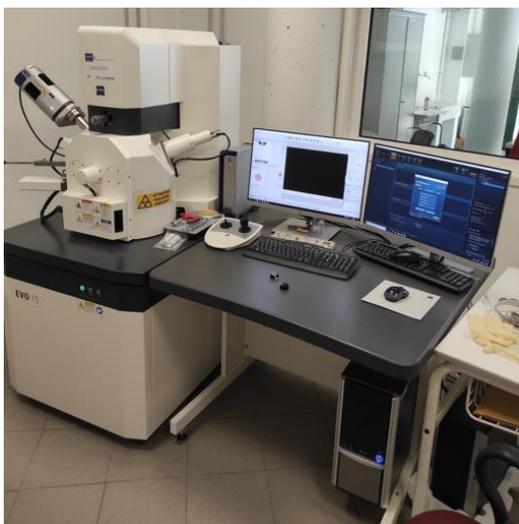


Figura 79: Microscopio elettronico a scansione

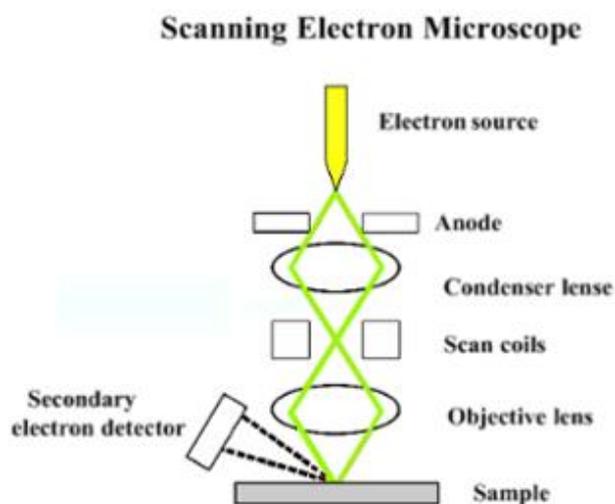


Figura 80: Meccanismo di funzionamento SEM

7-Analisi sulle polveri

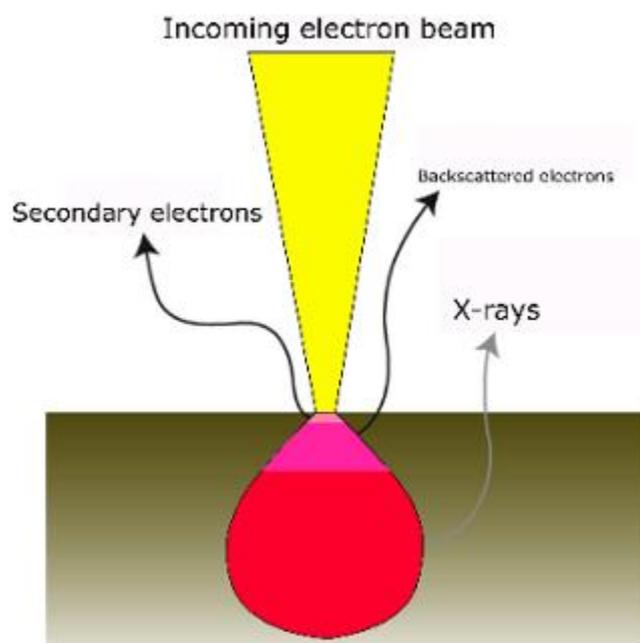


Figura 81: Differenti tipi di segnale originati dal SEM

Dall'analisi SEM sulle particelle inglobate non lucidate, queste risultano sferiche (Figura 82). L'analisi visiva conferma i risultati del granulometro in quanto si ha una larga distribuzione dimensionale. Alcune particelle di AlSi10Mg presentano sulla loro superficie delle particelle più piccole saldate (Figura 83). La superficie presenta anche delle particelle ceramiche di TiB₂ in bianco saldate su di esse. Il tenore di particelle superficiali è notevolmente inferiore rispetto alle tecniche che consistono nella coesione di particelle di TiB₂ superficialmente alla lega AlSi10Mg presenti in letteratura. Questo risultato era prevedibile in quanto il risultato sulla scorrevolezza precedentemente ottenuto era direttamente confrontabile con quello per lega AlSi10Mg tradizionale.



Figura 82: Micrografia delle particelle AlSi10Mg/TiB₂

7-Analisi sulle polveri

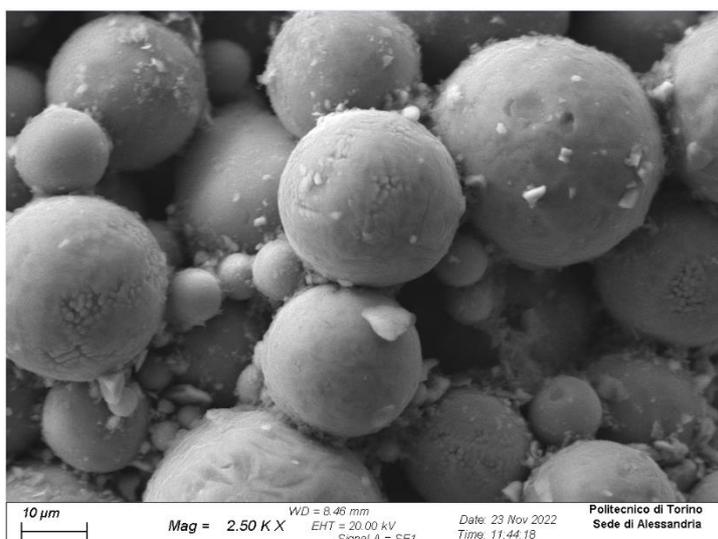


Figura 83: Micrografia delle particelle AlSi10Mg/TiB2

Osservando un'altra zona del campione (Figura 84), si ha la presenza di particelle che hanno subito l'asportazione di diversi strati di materiale. Effettuando l'ingrandimento sulle particelle evidenziate (Figura 85), si può osservare la presenza di particelle di TiB₂ all'interno della AlSi10Mg. Questo dimostra che le ipotesi iniziali sull'esperimento hanno avuto successo. La prova visiva sulle diverse superfici delle particelle conferma che non si ha la presenza di agglomerati. Le particelle di TiB₂ sulla superficie hanno una distribuzione di tipo casuale.

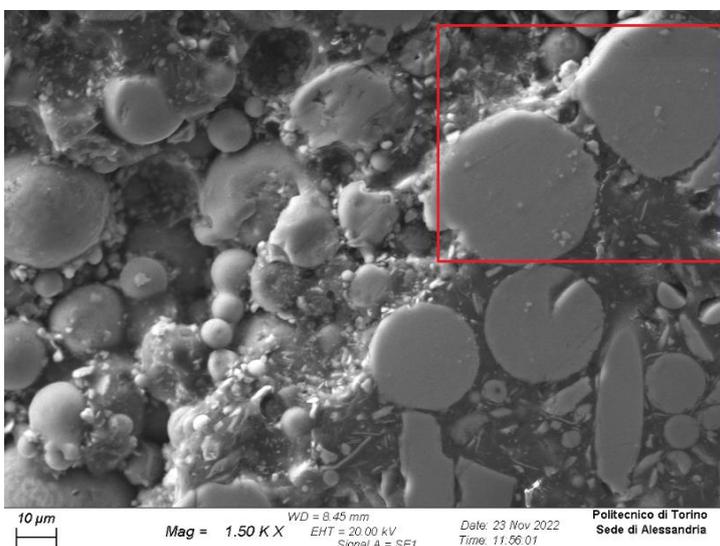


Figura 84: Microstruttura delle particelle AlSi10Mg/TiB2

7-Analisi sulle polveri

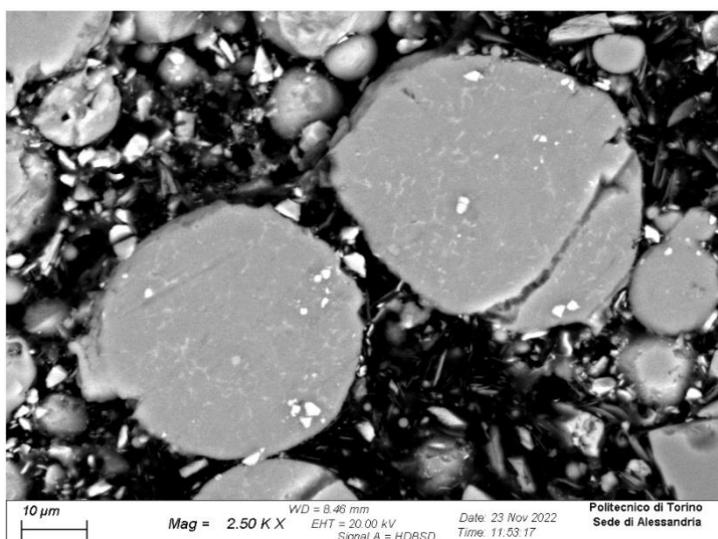


Figura 85: Microstruttura delle particelle AISi10Mg/TiB2 (backscattering)

Per avere conferma delle analisi preliminari si è effettuata un'analisi chimica qualitativa sulle superfici di particelle nel quale è stata asportata porzione di materiale (Figura 86). Questa viene effettuata misurando l'energia e la distribuzione dei raggi X generati dal fascio elettronico sul campione utilizzando un rivelatore a dispersione di energia EDS (Figura 87). È stato scelto un punto denominato "Spettro 5" che visivamente dovrebbe corrispondere a una particella di TiB2 posta all'interno della particella di AISi10Mg. Il punto "Spettro 4" in corrispondenza di una particella di TiB2 posizionata sulla superficie di una particella di AISi10Mg. Con lo "Spettro 6" si sceglie un punto dove dovrebbe essere presente solo la lega AISi10Mg. Le particelle hanno una distribuzione di Al e Si come le tradizionali leghe AISi10Mg (Figura 88.a) e (b). I punti dove si è ipotizzato visivamente la presenza di particelle di TiB2 sono effettivamente formati da queste (c) e (d). In conclusione, l'analisi qualitativa conferma le ipotesi fatte con l'analisi visiva.

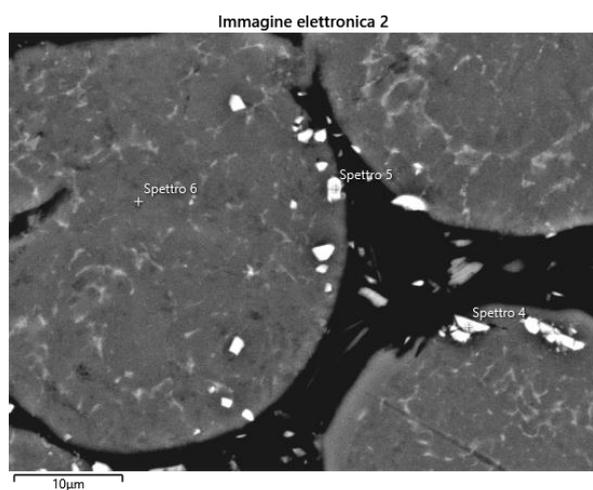


Figura 86: Microstruttura delle particelle AISi10Mg/TiB2

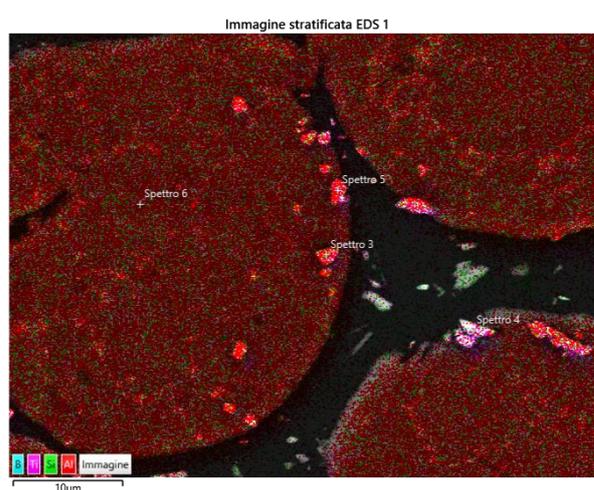


Figura 87: Immagine creata attraverso il rivelatore di dispersione di energia

7-Analisi sulle polveri

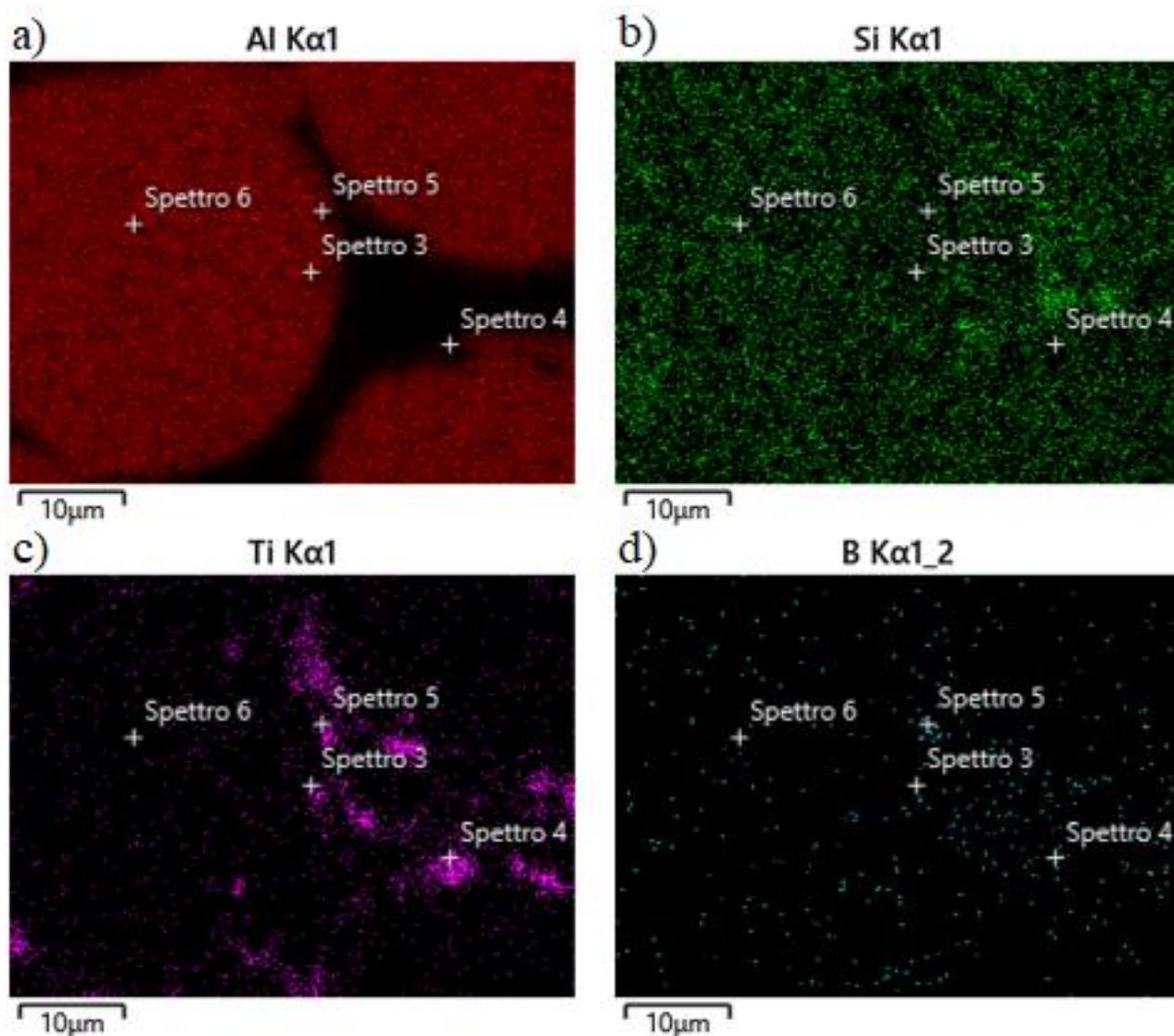


Figura 88: Analisi chimica qualitativa: a) distribuzione elementare Al; b) distribuzione elementare Si; c) distribuzione elementare Ti; d) distribuzione elementare B

Capitolo 8

Conclusioni

Il nuovo metodo di Gas Atomizzazione ha portato all'ottenimento dei risultati auspicati. Le particelle risultano sferiche, hanno una scorrevolezza molto simile a quella della lega di base e internamente presentano una distribuzione di tipo casuale del rinforzante. Il rinforzante in tutti i casi analizzati al SEM non è presente in forma di agglomerati. Non è stato possibile valutare la quantità media di rinforzante all'interno di ogni particella, in quanto si deve effettuare un'analisi chimica all'esterno dei nostri laboratori. Per effettuare con successo l'atomizzazione si sono dovuti risolvere sia problemi di carattere scientifico che di carattere tecnologico. I problemi di carattere scientifico erano legati all'elevata capacità delle particelle di agglomerarsi. Le metodiche usate in letteratura per risolvere questo tipo di problema risultavano inefficaci. Il nuovo metodo pensato per stabilizzare le particelle una volta estratte dal forno è risultato valido, in quanto tutte le ispezioni sia precedenti che successive all'atomizzazione non hanno portato alla presenza di agglomerati. I problemi a livello tecnologico sono dovuti al fatto che il feeder non era predisposto a funzionare con una taglia media di particelle con questa grandezza. I problemi principali che si erano evidenziati erano connessi al sistema di distribuzione delle particelle verso la camera di atomizzazione. In quanto l'elevata tendenza delle particelle a aderire alle superfici degli organi di distribuzione fa sì che la sezione si restringa fino a che il sistema risulti otturato. Questo problema è stato risolto cambiando il sistema di distribuzione, rendendolo diretto tra l'uscita della tramoggia e l'ingresso della camera di atomizzazione. Evitando restringimenti e cambi di sezione. Se si volesse aumentare il flow rate di particelle ceramiche all'interno della camera di atomizzazione laddove il rinforzante all'interno delle particelle fosse in percentuale non sufficientemente adeguata a raggiungere proprietà meccaniche che ci interessano è sufficiente modificare il gruppo valvola (Figura). Sostituendo le componenti di tenuta e l'albero di raccolta delle polveri (componenti evidenziate in rosso) con uno di diametro superiore. Così da aumentare il diametro del foro di ingresso delle polveri (indicato in figura con una freccia). Questo aumento portava di polvere in ingresso alla camera di atomizzazione.

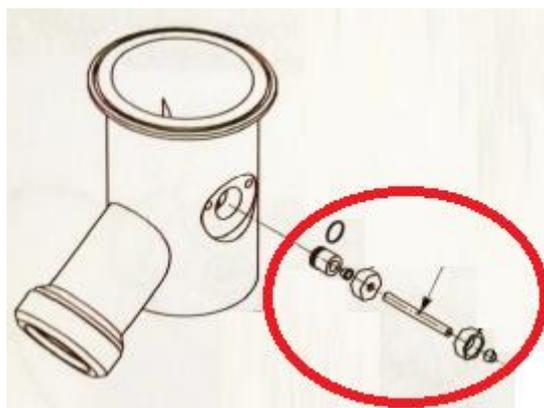


Figura 89: Schema dell'albero di raccolta delle polveri

Capitolo 9

Bibliografia

1. **Prof. Paolo Fino.** Dispense del corso di Materiali per la Fabbricazione Additiva
2. **Dott. Enrico Virgillito.** Metallic powders production via Gas Atomization: Material development for Laser Powder Bed Fusion
3. **Hua Tan, Dapeng Hao, Kamaal Al-Hamdani, Fengying Zhang, Zhengkai Xu, Adam T.** Laser Direct metal deposition of TiB₂/AlSi10Mg composites using satellited powders
4. **Dongdong Gu, Ying Yang, Lixia Xi, Jiankai Yang, Mujian Xia.** Laser absorption behavior of randomly packed powder-bed during selective laser melting of SiC and TiB₂ reinforced Al matrix composites
5. **P. Mair, L. Kaserer a, J. Braun a, N. Weinberger b, I. Letofsky-Papst c, G. Leichtfried.** Microstructure and mechanical properties of a TiB₂-modified Al–Cu alloy processed by laser powder-bed fusion
6. **Zhe Feng, Hua Tan, Yanbo Fang, Xin Lin, Weidong Huang.** Selective laser melting of TiB₂/AlSi10Mg composite: Processability, microstructure and fracture behavior
7. **Himmelwerk.com.** Fonderie induttive
8. **mineraliindustriali.it** MASTERSIZER 3000 – Tecnologia in Laboratorio
9. **leco.com** Analizzatore elementale Serie 836. Rilevazione di ossigeno, azoto e idrogeno
10. **microscopiaelettronicaadabanco.it.** Che cos'è il SEM? Spieghiamo la tecnologia del microscopio elettronico a scansione