POLITECNICO DI TORINO

Collegio di Ingegneria Chimica e dei Materiali

Corso di Laurea Magistrale

in Ingegneria dei Materiali

Tesi di Laurea Magistrale

Effetto dei principali parametri di processo sulla stabilità della pozza fusa durante un processo additivo di una lega di alluminio

Relatori

Prof.ssa Mariangela Lombardi

Ing. Michele De Chirico

Candidato

Jacopo Carlo Sisti

Marzo 2018

Sommario

1. Introduzione 1
2. Additive manufacturing 3
2.1. Powder Bed Fusion (PBF) 4
2.1.1. Laser Powder Bed Fusion (LPBF) 4
2.1.2. Electron Beam Melting (EBM) 6
3. Directed Energy Deposition (DED) 9
3.1. Polveri 10
3.2. Parametri di processo 12
3.3. Melt pool 14
3.4. Proprietà meccaniche 16
4. AM di alluminio 19
4.1.1. Gas protettivi 27
5. Materiali e Metodi 31
5.1. Polvere 31
5.2. Macchina DED 32
5.2.1. Testa di deposizione 33
5.2.2. Powder Feeder 34
5.2.3. Laser 35
5.2.4. Controllo ossigeno 36
5.3. Campioni 37
5.3.1. Prima campagna prove 38
5.3.2. Seconda campagne prove 39
5.3.3. Terza campagna prove 40
5.4. Caratterizzazione 40
5.4.1. Caratterizzazione on top 40
5.4.2. Caratterizzazione microstrutturale 41
5.4.3. Diffrattometria a raggi X 42
5.4.4. Caratterizzazione delle polveri 42
6. Risultati e discussione 45
6.1. Campioni 45
6.1.1. Prima campagna prove 45
6.1.2. Seconda campagna prove 50
6.1.3. Terza campagna prove 61
6.1.4. Confronto dimensionale provini in azoto e in argon 71
6.2. Polvere 75

6.2.1. Caratterizzazione delle polveri 76
6.2.2. Analisi microscopio ottico 77
6.2.3. Analisi SEM 78
6.2.4. Distribuzione granulometrica 79
6.2.5. Analisi microstrutturale e composizionale 79
7. Conclusioni 83
8. Sviluppi futuri 85
9. Bibliografia 87

1. Introduzione

L'additive manufacturing (AM) è una tecnica che si è sviluppata nel corso degli anni '80 e secondo l'ASTM è definita come: "Il processo di unire tra loro materiali per la realizzazione di oggetti a partire da un modello 3D, solitamente strato dopo strato, al contrario delle tecniche di produzione sottrattive" [1]. A differenza quindi delle tradizionali tecniche di produzione l'AM è basata sulla sovrapposizione di diversi layer di materiale fino al raggiungimento del componente finito. Questa tecnologia, nota in passato con il termine di Rapid Prototyping, veniva usata per la realizzazione di strutture porose e prototipi. Oggi, grazie all'avanzamento della tecnologia e all'impiego di fonti energetiche adeguate, è possibile realizzare componenti con un'ottima densità, con il vantaggio di un'elevata libertà di design e tempi rapidi di fabbricazione; questo consente di ridurre i tempi e i costi per produzioni di piccoli lotti caratterizzati però da un elevato valore e una certa complessità geometrica, permettendo inoltre la produzione in ambienti remoti come campi di battaglia o basi spaziali.

Generalmente con il termine AM ci si riferisce alla produzione di metalli mentre con il termine 3D printing ai polimeri [2]. Il numero di leghe metalliche comunemente utilizzate in tecniche di AM è piuttosto limitato ma è in continuo aumento; finora si sono ottenuti buoni risultati con l'acciaio, le leghe di alluminio, il titanio e alcune sue leghe e con superleghe a base nichel; nella Tabella 1 è possibile vedere alcune leghe commerciali attualmente processate in AM. Tale tecnologia sta trovando applicazione in numerosi campi dell'ingegneria come quello aeronautico e aerospaziale, quello automobilistico e quello biomedicale. L'utilizzo dell'AM permette inoltre di migliorare l'efficienza energetica rispetto le tradizionali tecniche di fabbricazione, specialmente per produzioni che prevedono un numero non elevato di componenti e permette così di abbassare l'impatto ambientale [3].

Titanium	Aluminum	Tool steels	Super alloys	Stainless steel	Refractory
Ti-6Al-4V	Al-Si-Mg	H13	IN625	316 & 316L	MoRe
ELI Ti	6061	Cermets	IN718	420	Ta-W
CP Ti			Stellite	347	CoCr
c-TiAl				PH 17-4	Alumina

TABELLA 1: PRINCIPALI LEGHE METALLICHE COMMERCIALI PROCESSATE ATTRAVERSO TECNICHE DI AM [3].

Il lavoro di tesi è stato incentrato sulle nuove tecnologie additive ed è stato svolto in collaborazione con Prima Industrie SpA, azienda leader nella produzione di macchine per il taglio laser, cha ha sviluppato un prototipo di macchina per produzione additiva nell'ambito di del progetto europeo Borealis appartenente ad Horizon 2020.

Il progetto Borealis ha come scopo la progettazione e realizzazione da parte delle aziende partner di una nuova macchina in grado di combinare tecnologie additive e sottrattive basate su

un laser. La macchina progettata ha dimensioni maggiori di quelle finora prodotte; infatti è provvista di una piattaforma di deposizione che può variare da 250x250x250 mm fino a 4500x2500x1000 mm [4]. Allo stesso tempo questa macchina sarà in grado di produrre componenti con una rugosità submicrometrica, che non richiederanno dunque ulteriori operazioni di finitura. L'alta flessibilità di questa macchina permetterà quindi di privilegiare la produttività o la precisione a seconda delle esigenze.

Il progetto è stato sviluppato specificatamente per quei settori industriali che soffrono di elevati costi di produzione, bassi volumi produttivi e difficoltà nel reperire le materie prime a basso prezzo; per questi motivi i settori industriali che sono stati maggiormente analizzati sono quello medicale, aerospaziale e automotive.

Questo lavoro di tesi, si inserisce all'interno del progetto e si pone l'obbiettivo di valutare l'influenza dei parametri di processo sulle caratteristiche microstrutturali e geometriche di campioni in lega di alluminio (F357), realizzati mediante tecnica additiva Directed Energy Deposition (DED). Le analisi sono state condotte non solo sui campioni prodotti ma anche sulle polveri metalliche nuove e quelle residue del processo DED, in modo da valutare se quest'ultime presentassero ancora caratteristiche microstrutturali e composizionali idonee per un nuovo processo di deposizione.

2. Additive manufacturing

Le varie tecnologie di AM differiscono per lo stato di aggregazione del materiale di partenza, che generalmente è sotto forma di polvere, ma può anche essere costituito da un filo metallico, e per il meccanismo di giunzione dei vari strati del materiale [5].

Le principali tecniche di AM che hanno una maggiore rilevanza a livello industriale sono la Powder Bed Fusion (PBF) e la Directed Energy Deposition (DED). In Figura 1 è possibile vedere la rappresentazione schematica delle tecniche di AM maggiormente utilizzate. Nel caso delle tecniche PBF la polvere viene pre-dispersa su un supporto di costruzione prima dell'interazione con la fonte energetica, nel caso invece della tecnica DED la polvere viene spruzzata sul supporto mediante l'ausilio di uno o più ugelli e contemporaneamente viene investita dal fascio energetico.

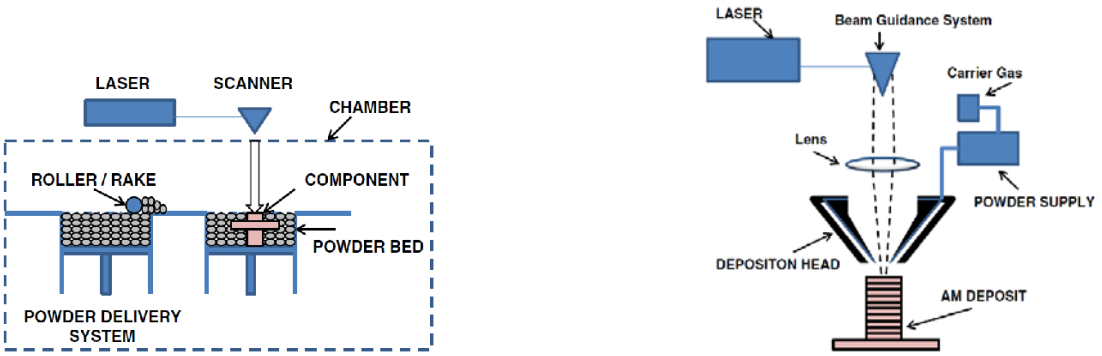


FIGURA 1: RAPPRESENTAZIONE SCHEMATICA DI UN PROCESSO DI POWDER BED FUSION A SINISTRA E DI UNO DI DIRECTED ENERGY DEPOSITION A DESTRA [3].

Tutte le tecniche prevedono una fase preliminare che consiste nella realizzazione di un modello CAD del particolare. Il componente da produrre va ridisegnato in funzione della tecnica di produzione stessa, sfruttando ad esempio la possibilità di ottenere strutture cellulari, in grado di portare a un alleggerimento del pezzo finito. Definito il disegno CAD, questo deve poi essere convertito in un file STL (Standard Tessellation Language), in cui la superficie del componente viene approssimata in una somma di triangoli, in questo modo si ha un file molto più semplice che porta però alla perdita di alcune informazioni geometriche. Dopo di ciò, il file viene "affettato" in un numero di strati tali da includere tutta la geometria del pezzo e convertito nel linguaggio specifico per la macchina a controllo numerico (CNC). Il file può dunque venir caricato nella macchina AM ed essere così costruito. Dopo la rimozione del componente dalla macchina questo può necessitare di post-operazioni di pulizia, rifinitura superficiale o trattamento termico a seconda dell'applicazione e del grado di ottimizzazione della produzione.

Alcune macchine AM possono inoltre includere un sistema di monitoraggio in tempo reale, basato ad esempio su un controllo termico a infrarosso, in grado di visualizzare le parti

sottoposte a maggior gradiente termico, che concentreranno al loro interno delle tensioni residue, e di modificare istantaneamente i parametri di processo al fine di evitare la loro formazione [6]. In Figura 2 a) è visibile una rappresentazione del processo di deposizione DED, mentre in Figura 2 b) è mostrata la mappa termica della zona in cui si crea la pozza di fusione all'interno del materiale.

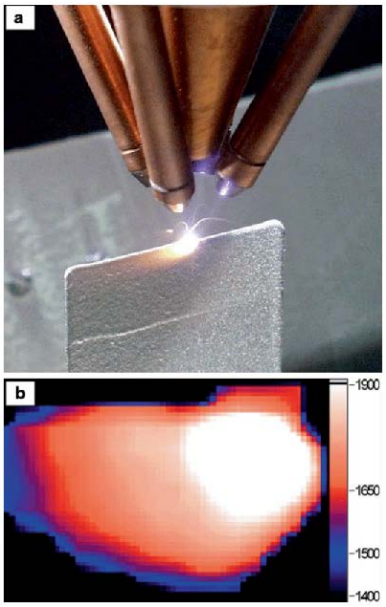


FIGURA 2: A) PROCESSO DI DEPOSIZIONE DED, B) IMMAGINE TERMICA IN TEMPO REALE DELLA POZZA DI FUSIONE [7].

Risulta inoltre molto importante prevedere un continuo controllo e manutenzione dei macchinari e dei dispositivi usati nel processo di AM in quanto molte delle macchine sono ancora a livello prototipale e mancano ancora delle norme precise sul processo produttivo. Bisogna inoltre prestare attenzione anche al controllo della polvere usata nel processo, perché la presenza di umidità o di altre impurezze può compromettere la qualità del processo.

2.1. Powder Bed Fusion (PBF)

Il termine PBF racchiude tutte quelle tecniche in cui un fascio di energia laser (LPBF) o elettronico (EBM) viene sfruttato per fondere selettivamente uno strato di un letto di polvere. Con l'utilizzo della PBF è possibile realizzare componenti con un'alta complessità geometrica e con una migliore finitura superficiale rispetto alle tecniche di DED.

2.1.1. Laser Powder Bed Fusion (LPBF)

Il sistema LPBF (Laser Powder Bed Fusion) prevede un sistema di lenti e uno scanner per indirizzare il fascio laser. La dimensione dello spot del laser è solitamente compresa tra 50 µm e 180 µm [5]. La polvere contenuta in apposite tramogge viene inviata con un sistema di

alimentazione sulla superficie di costruzione e viene distribuita attraverso una racla in uno strato generalmente di 20-60 μm, che verrà poi selettivamente investito dal fascio laser secondo la geometria desiderata. Il substrato ha lo scopo di fornire, assieme al letto di polvere che non viene colpito dal fascio laser, un supporto meccanico per il pezzo in costruzione; infatti dopo che il primo strato è stato completato, la piattaforma si abbassa, viene distribuita nuova polvere e gli strati che sono già depositati non devono muoversi. La piastra di costruzione ha anche l'importante compito di dissipare il calore che si crea durante il processo e in alcuni casi può anche essere riscaldata, al fine di abbassare il gradiente termico con il pezzo in costruzione, che potrebbe portare alla formazione di elevate tensioni residue e conseguente deformazione del componente. Al fine di sfruttare al meglio l'area di lavoro è anche possibile la costruzione di più pezzi all'interno dello stesso letto di polvere. Solitamente il processo LPBF viene condotto in una camera in cui viene insufflato gas inerte al fine di prevenire l'ossidazione del materiale.

Quando la costruzione del particolare è completata, è necessario rimuovere la polvere in eccesso e provvedere alla separazione dal substrato. In alcuni casi è possibile anche effettuare un trattamento termico aggiuntivo volto a distendere le tensioni residue che si sono formate durante il processo di AM. Sebbene sia quindi necessario un post processo nel caso delle tecniche PBF, esse garantiscono una finitura superficiale generalmente superiore a quella che si ottiene tramite DED, questo è dovuto al fatto che nelle macchine a letto di polvere le potenze impiegate sono inferiori a causa della taglia granulometrica più fine delle polveri [8].

In alcuni casi la polvere non utilizzata può essere riutilizzata per un nuovo processo di costruzione, dopo aver effettuato però un'operazione di setacciatura volto a eliminare le particelle più grandi, generate dall'aggregazione di più particelle per effetto dell'interazione con il fascio laser.

Il processo LPBF è caratterizzato da diversi fattori che determinano le proprietà finali dei componenti prodotti, in termini di densità, microstruttura e proprietà meccaniche. In Tabella 2 vengono riassunte le principali variabili del processo LPBF che possono essere divise in proprietà della polvere e parametri di processo [2]. La forma sferica viene comunemente preferita per questa tecnica in quanto garantisce una migliore scorrevolezza, grazie alla quale si ottiene un'ottima uniformità dell'altezza dello strato di polvere, in modo da garantire un assorbimento uniforme del fascio laser [9]. Per queste ragioni viene comunemente usata l'atomizzazione a gas che presenta un costo superiore rispetto all'atomizzazione ad acqua, la quale però porta alla produzione di particelle di forma più irregolare, che non consentono di ottenere una buona uniformità del letto di polvere. Inoltre risulta conveniente avere un'ampia distribuzione granulometrica che può avere un effetto positivo sulla densità del compatto di polvere, permettendo così di raggiungere densità maggiori sui componenti finiti usando una potenza più ridotta del fascio laser [9]. Un altro aspetto che risulta importante nel processo LPBF è il controllo della composizione chimica della polvere, infatti l'elevata area superficiale delle particelle è altamente reattiva e può portare a una contaminazione della polvere attraverso la presenza di umidità, gas adsorbiti, molecole organiche o film di ossidi che possono portare a una scarsa densificazione dei pezzi prodotti oltre a un decremento delle proprietà meccaniche [10], [11].

Proprietà della polvere	Parametri di processo	
Forma delle particelle	Potenza laser	Spessore del layer
Dimensione e distribuzione granulometrica	Velocità di scansione	Strategia di scansione
Composizione chimica	Hatching distance	Orientazione di crescita
Conducibilità termica	Atmosfera protettiva	Flusso del gas
Temperatura di fusione	Raggio del fascio laser	Temperatura del letto di polvere
Assorbività / riflettività	Tipologia laser	

TABELLA 2: FATTORI CHE DETERMINANO LE PROPRIETÀ DEI COMPONENTI **LPBF** [2].

Risulta molto importante ottimizzare i parametri di processo al fine di ottenere una crescita omogenea del materiale in costruzione ed evitare la formazione di difetti e porosità. Nel caso vengano utilizzate basse potenze, elevate velocità di scansione ed elevati spessori del layer da fondere si può incorrere nel fenomeno del *balling* [1], [12]. Questo comporta un'instabilità all'interno della pozza fusa che porta alla creazione di un deposito irregolare costituito da piccole gocce di metallo. Questo fenomeno oltre a deteriorare l'uniformità della superficie può anche influenzare negativamente la deposizione del layer successivo, causando delle disomogeneità all'interno del componente.

2.1.2. Electron Beam Melting (EBM)

Nel processo EBM (Electron Beam Melting) la fonte energetica è costituita essenzialmente da un microscopio elettronico a scansione ad alta potenza, costituito da un filamento che emette gli elettroni e delle bobine magnetiche in grado di collimare e orientare il fascio spazialmente [8]. Tutto l'ambiente di lavoro è posto in alto vuoto (10^{-3} Pa) tramite delle pompe turbomolecolari permettendo così di processare anche polveri che tenderebbero a reagire con l'ossigeno presente nell'aria.

In Figura 3 è possibile vedere una rappresentazione schematica di una macchina Arcam EBM – a GE Additive Company, azienda svedese che sviluppò la prima macchina EBM per AM [13]. L'apparato è costituito dalla colonna dove viene generato il fascio elettronico e viene deflesso tramite un sistema di lenti magnetiche e dalla camera di costruzione. Quest'ultima è costituita dal sistema di alimentazione e distribuzione delle polveri e dalla vasca di deposizione motorizzata.

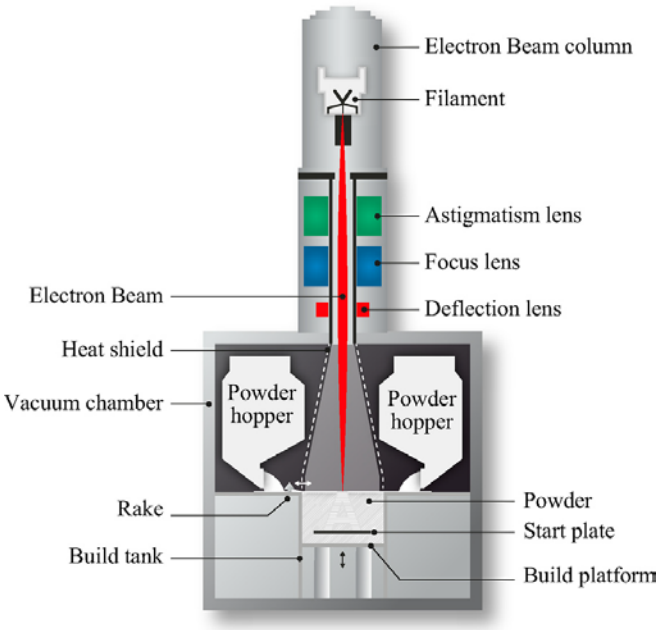


FIGURA 3: RAPPRESENTAZIONE SCHEMATICA DI UNA MACCHINA ARCAM [13].

Le polveri necessitano di un pre-riscaldamento prima di essere investite dal fascio elettronico, al fine di ridurre la differenza di temperatura. La finitura superficiale raggiunta dall'EBM risulta inferiore rispetto alle tecniche LPBF, a causa dell'utilizzo di uno spot del fascio e un'altezza dei layer maggiori.

Il processo EBM viene presentato in Figura 4, come prima cosa è necessario il riscaldamento della piastra di deposizione, successivamente viene deposta la polvere sul substrato in maniera uniforme al fine di ottenere una deposizione planare. A questo punto è necessario preriscaldare lo strato di polvere che viene poi selettivamente fuso dal fascio elettronico. Terminato questo passaggio la piattaforma di deposizione si abbassa e si ripete il procedimento descritto fino ad ottenere il componente finito. Prima di estrarre il componente dalla camera è necessario provvedere a un raffreddamento mediante un aumento di pressione tramite elio [13]. Infine il componente estratto può essere sottoposto a un processo di sabbiatura al fine di rimuovere le particelle di polvere rimaste adese superficialmente.

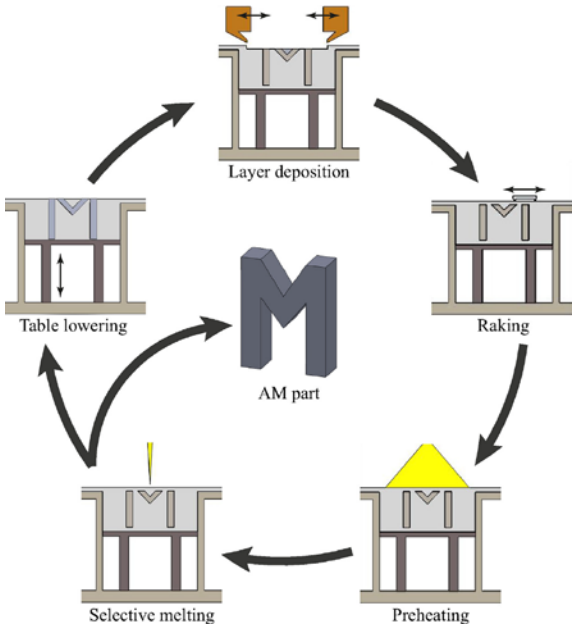


FIGURA 4: SCHEMATIZZAZIONE DEL PROCESSO EBM [13].

Questa tecnologia si sta sviluppando negli ultimi anni soprattutto nel processo di leghe di Ti, che presentano diversi problemi di lavorazione mediante le tecniche tradizionali, come l'elevata temperatura di fusione e l'alta reattività con alcuni elementi presenti nell'atmosfera.

3. Directed Energy Deposition (DED)

La tecnica DED consiste nella fusione del materiale di apporto (polvere o filo) tramite una fonte di energia focalizzata in una regione definita. La fonte di energia fonde contemporaneamente parte della polvere depositata e il substrato, generalmente costituito da un materiale simile a quello in costruzione. Tramite la fusione del materiale di apporto e della piattaforma si crea una pozza fusa (melt pool) che verrà approfondita più a fondo nel paragrafo 3.3. La fonte di generazione del calore è tipicamente costituita da un fascio laser, ma in alcuni casi può essere anche utilizzato un fascio elettronico. Oltre che per la generazione di pezzi massivi la DED può anche essere utilizzata per riparare o rivestire dei componenti già esistenti, grazie alla formazione di una piccola zona termicamente alterata (HAZ), alla buona densità e consolidamento tra gli strati e alla bassissima probabilità di generare distorsioni o microcriccature sul componente [6]. Come si può vedere in Figura 5 ogni scansione del laser crea una traccia di materiale che unito ad altre tracce adiacenti porta alla formazione di un singolo strato. Sovrapponendo poi vari strati di materiale depositato è possibile ottenere componenti dalle geometrie complesse.

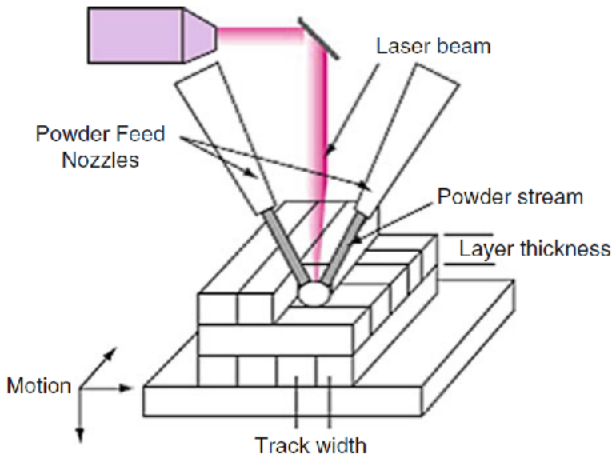


FIGURA 5: RAPPRESENTAZIONE SCHEMATICA DEL PROCESSO DED [14].

Il getto di polvere, che viene spruzzato mediante degli ugelli, può essere direzionato, a seconda dei casi, tramite un movimento della testa di deposizione, tramite la movimentazione della piattaforma di deposizione o tramite una combinazione dei due meccanismi. Come detto precedentemente la polvere viene spruzzata nella pozza fusa del substrato che solitamente assume dimensioni di 0,25-1 mm di diametro e 0,1-0,5 mm di profondità [14]. La dimensione della pozza fusa, è però anche funzione delle caratteristiche ottiche del fascio laser e della dimensione dello spot di polvere. Alcune particelle di polvere raggiungono la fusione quando arrivano sul substrato fuso e solidificano con estrema rapidità appena il fascio laser si sposta nella zona successiva. A causa delle elevate velocità di scansione del laser e della limitata

estensione della pozza fusa il materiale è sottoposto ad elevate velocità di raffreddamento (10^3-10^5 °C/s [14]) che producono una microstruttura differente rispetto alle tradizionali tecniche di colata.

Il vantaggio del processo DED rispetto alle tecniche PBF risiede nella maggior versatilità che consente, oltre alla costruzione di nuovi pezzi anche la riparazione o il rivestimento di parti già esistenti. Inoltre l'utilizzo solitamente di layer di spessore più elevato consente la produzione in tempi più rapidi, rinunciando però all'ottenimento di geometrie complesse (come quelle realizzabili tramite LPBF) e a una elevata finitura superficiale. Al fine di ottenere geometrie più complesse tramite il processo DED, le macchine più recenti includono un maggior numero di assi rispetto ai tre usati tradizionalmente, grazie all'utilizzo di piastre di supporto rotanti e braccia robotiche.

3.1. Polveri

La polvere è la materia prima più utilizzata per il processo DED. Solitamente i materiali metallici facilmente saldabili sono anche facilmente processabili tramite DED, possono però generare alcune complicazioni i metalli con elevata riflettività come il rame, l'oro e alcune leghe di alluminio [14]. Le polveri utilizzate nella DED generalmente possiedono una granulometria compresa tra i 20 e i 150 μm, in modo da essere agevolmente trasportate mediante l'ausilio di un gas di trasporto. Durante la deposizione non tutta la polvere viene catturata dalla pozza fusa, e non viene quindi utilizzata per la costruzione del componente. Questa polvere residua può essere riutilizzata, con degli opportuni trattamenti, per un nuovo processo. Le particelle sferiche sono preferibili in quanto migliorano la scorrevolezza e riducono la possibilità di inglobare all'interno della melt pool il gas protettivo utilizzato nel processo, riducendo così la porosità nel componente finito. Le tecniche produttive più utilizzate per le polveri DED sono l'atomizzazione a gas, l'atomizzazione ad acqua e l'atomizzazione mediante plasma. La quantità di polvere erogata dal sistema di alimentazione varia tipicamente tra 1-10 grammi al minuto [6].

Affinché si crei la pozza fusa il laser deve fornire al volume processato una quantità di energia sufficiente per la fusione. Quando il fascio laser viene focalizzato in uno spot, si crea una zona al di sopra e una zona al di sotto del piano focale dove la densità di energia è sufficiente a formare una pozza di fusione (regione evidenziata di verde nel grafico in Figura 6). Oltre a questo requisito la forma della pozza di fusione è influenzata anche da altri parametri come la velocità di scansione, la potenza del fascio laser e la velocità del flusso di polvere.

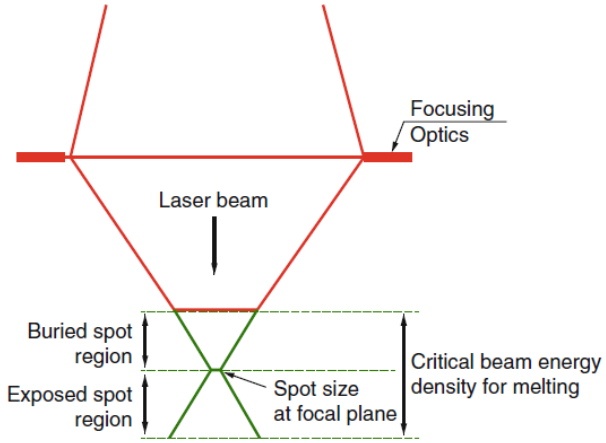


FIGURA 6: RAPPRESENTAZIONE DELL'OTTICA DEL LASER E DELLA REGIONE INVESTITA DALLA MASSIMA DENSITÀ DI ENERGIA [15].

La polvere viene trasporta verso la testa di deposizione mediante l'ausilio di un carrier gas e successivamente focalizzata nella zona di interazione con il laser. Le particelle possono essere focalizzate tramite un ugello coassiale (Figura 7a), un ugello frontale (Figura 7b) oppure tramite quattro ugelli laterali. L'ugello coassiale garantisce una maggiore efficienza nell'utilizzo della polvere, mentre l'ugello frontale garantisce una maggiore semplicità di utilizzo, ma porta a una direzionalità della melt pool che si forma. Per questo motivo spesso si opta per una configurazione con quattro ugelli laterali, che garantiscono un flusso di polveri più uniforme e al contempo una semplicità di utilizzo [14].

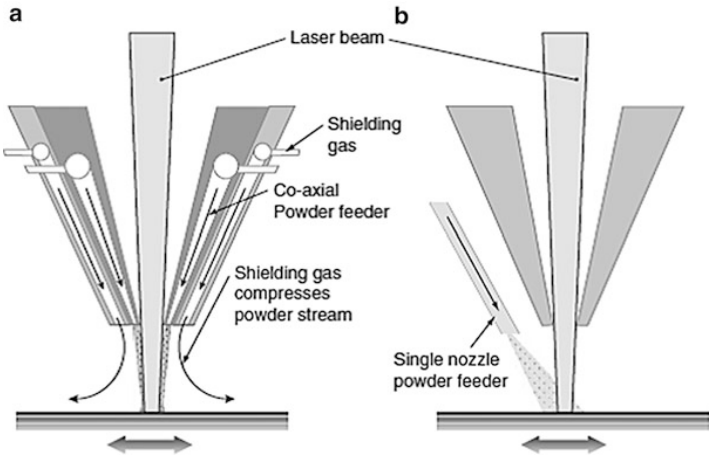


FIGURA 7: RAPPRESENTAZIONE DI DUE DIFFERENTI CONFIGURAZIONI DEGLI UGELLI: A) UGELLO COASSIALE, B) UGELLO FRONTALE [15].

Inoltre lo spot del fascio di polvere (A) può variare la propria posizione relativa rispetto allo spot del fascio laser (O) a seconda della direzione di movimento della testa, causando un differente apporto di polvere all'interno della melt pool (Figura 8). Questo fenomeno,

maggiormente evidente nella configurazione a singolo ugello, può portare alla formazione di una pozza di fusione molto asimmetrica, oltre che influenzare l'altezza stessa del deposito.

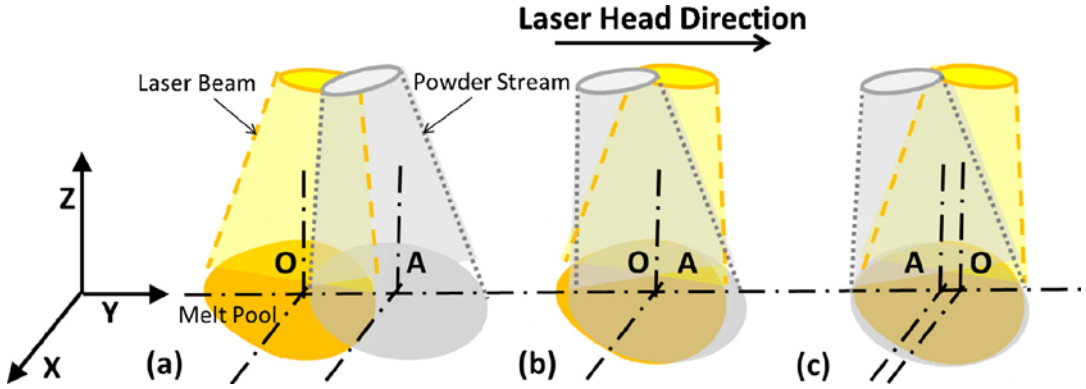


FIGURA 8: POSIZIONE RELATIVA TRA FASCIO LASER E FASCIO DI POLVERE; IL FASCIO LASER O PUÒ PRECEDERE (A), ESSERE ALLINEATO (B) O SEGUIRE (C) IL FASCIO DI POLVERE A [16].

Per valutare la quantità di polvere che viene effettivamente usata durante il processo DED, si ricorre a un parametro chiamato *powder efficiency* (P_e), che consente di calcolare il rapporto tra la polvere utilizzata per la realizzazione del pezzo e quella in uscita dagli ugelli della testa. La *powder efficiency* viene definita come:

$$P_e = \frac{(A_c x S \times \rho_p)}{F} \tag{1}$$

Dove A_c è l'area dello scan, F rappresenta la quantità di polvere inviata, S è la velocità di scansione e ρ_p la densità della polvere. Il valore di P_e dipende dalla geometria degli ugelli, dai parametri di costruzione e dalla taglia delle polveri utilizzate nel processo.

3.2. Parametri di processo

Le macchine DED vengono solitamente vendute con la possibilità di regolare svariati parametri di funzionamento, tra cui i più importanti sono il flusso di polvere in uscita dagli ugelli, la potenza del fascio laser, la velocità di scansione del laser e lo spot size del laser. Tutti questi parametri sono correlati tra loro e vanno regolati in funzione del materiale che si sta processando e in funzione della geometria e dell'applicazione del particolare che si sta producendo. La velocità di scansione ha un effetto diretto sul tempo di produzione del particolare e tipicamente varia tra 1 e 20 mm/s, mentre classici valori di potenza del laser sono 100-5000 W [6]. All'aumentare della velocità di scansione è necessario diminuire allo stesso tempo la potenza del laser a causa del minor tempo di permanenza del fascio laser nello stesso punto e questo porterà a una melt pool di minor dimensione. Oltre alla velocità di scansione occorre prestare attenzione alla direzione della scansione, infatti è possibile sovrapporre layer con differenti orientazioni (ad esempio 0°-90°-0°-90° oppure 0°-45°-90°) al fine di minimizzare le tensioni residue che si creano durante la crescita del materiale. Inoltre un singolo strato può

essere scansionato tramite diverse strategie di deposizione, che influenzano le proprietà geometriche e meccaniche del pezzo prodotto, oltre a incidere sui tempi di costruzione. Le geometrie più utilizzate sono presentate in Figura 9. Lo schema raster viene spesso utilizzato in quanto può essere sfruttato per qualsiasi geometria del componente, mentre strategie come quella offset o quella frattale sono applicabili solo per determinate tipologie di prodotti, ma garantiscono una migliore accuratezza dimensionale e un risparmio energetico. Inoltre al fine di garantire un'altezza omogenea del componente è conveniente variare il punto di inizio della scansione tra i vari layer.

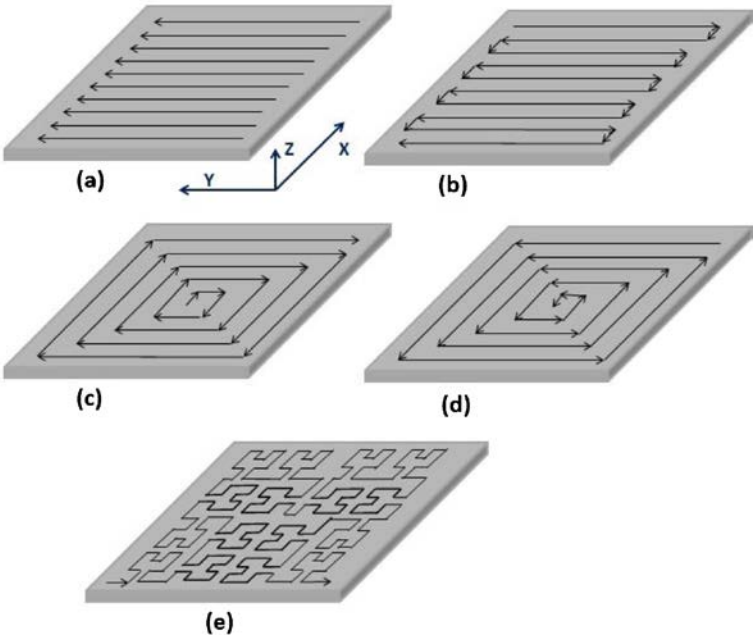


FIGURA 9: DIFFERENTI STRATEGIE DI SCANSIONE, (A) RASTER, (B) BIDIREZIONALE, (C) OFFSET-OUT, (D) OFFSET-IN, (E) FRATTALE [16].

Un importante parametro che viene usato per quantificare l'energia assorbita da una porzione di materiale è la specific energy E (J/mm^2) che viene espressa tramite l'equazione (2), dove P è la potenza del laser, r_b è il raggio del laser e V_{beam} è la velocità di scansione [6].

$$E = \frac{P}{2\, r_b V_{beam}} \tag{2}$$

Altro parametro da considerare è la distanza tra due linee di scansione parallele, la cosiddetta *hatching distance (*HD*)* o *scan spacing*, necessaria al fine di garantire la formazione di un prodotto totalmente denso. L'HD è strettamente correlata alla dimensione dello spot del laser, dal quale dipende lo spessore della traccia depositata, è va valutata correttamente al fine di garantire un certo grado di sovrapposizione (o overlapping) delle pozze di fusione, in modo da limitare al minimo le porosità e garantire una certa omogeneità microstrutturale senza il rischio di delaminazione del materiale. Su et al. hanno studiato tre diversi meccanismi di sovrapposizione, ottenuti utilizzando diversi valori HD [17]. I tre tipi di overlapping sono

visibili in Figura 10: il meccanismo a) prevede la sovrapposizione delle tracce lungo lo stesso layer, il meccanismo b) prevede invece una sovrapposizione delle scansioni del primo layer con il terzo depositato e infine il c) prevede una compresenza dei due meccanismi precedenti. Su et al. hanno riscontrato una maggiore densità nei campioni prodotti con la strategia inter-layer, ottenibile nel caso dei parametri di processo utilizzati nello studio con un valore di HD di 0,2 mm.

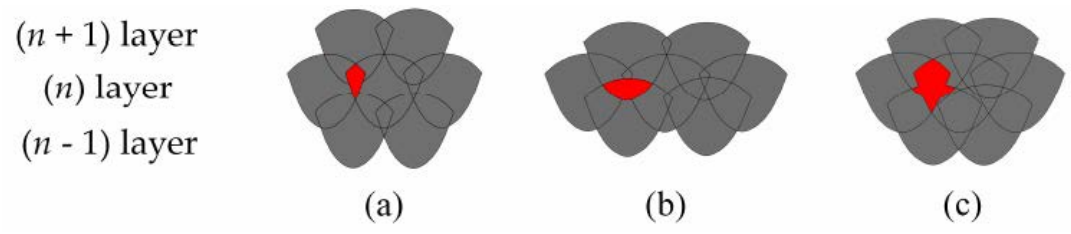


FIGURA 10: DIVERSI TIPI DI OVERLAPPING: A) INTRA-LAYER, B) INTER-LAYER E C) OVERLAPPING MISTO [2].

3.3. *Melt pool*

La melt pool, o pozza di fusione, è la zona costituita da metallo fuso che si trova all'interfaccia tra il fascio laser e il materiale del substrato (Figura 11); di solito ha una forma sferica e si muove sulla superficie con la velocità di scansione. Essa si trova al di sopra di una zona termicamente alterata (HAZ) ed essendo l'inizio della formazione del solido è molto importante modellare opportunamente la sua forma, la temperatura e la bagnabilità con il substrato, al fine di garantire la qualità del pezzo una volta solidificato.

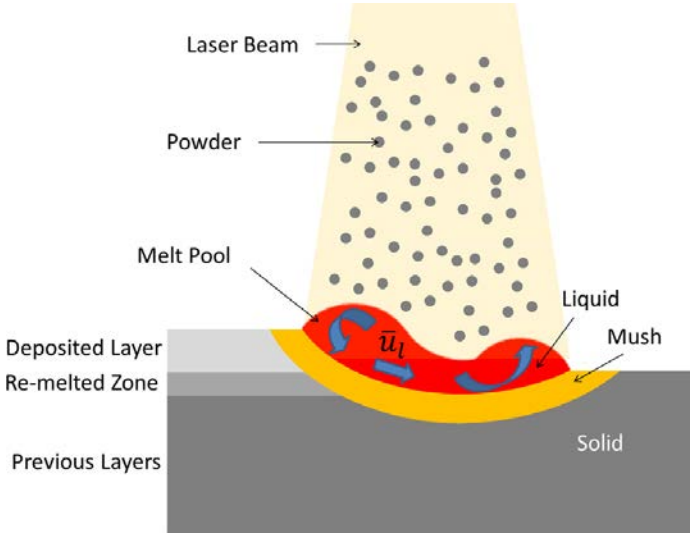


FIGURA 11: RAPPRESENTAZIONE SCHEMATICA DELLA MELT POOL [6].

La temperatura all'interno della melt pool è generalmente superiore a quella di liquidus e decresce rapidamente verso l'esterno con gradienti anche superiori ai 700 K/mm [18]. Come si può vedere rappresentato in Figura 11 all'interno della pozza si generano dei moti convettivi di trasporto di calore, questi sono anche in parte dovuti al cosiddetto effetto Marangoni, che prevede un flusso dal centro della melt pool verso le zone periferiche dovuto a un gradiente di tensione superficiale. Altro fenomeno che avviene all'interno della melt pool, qualora il sovra riscaldamento sia troppo elevato, è la formazione e conseguente crescita di bolle di vapore generate da gas inerte rimasto intrappolato. Quando la pressione di queste bolle di vapore supera la tensione superficiale del liquido, si ha l'espulsione di metallo liquido dalla melt pool, fenomeno che prende il nome di *spattering*.

Peng et al. [19] hanno studiato la correlazione tra la specific energy e le dimensioni della pozza di fusione per una lega di nichel e si è visto che all'aumentare di E aumenta la larghezza, l'altezza e la profondità della traccia depositata. Tipiche altezze della melt pool per un processo DED sono comprese tra gli 0,5 e 1,5 mm, mentre il rapporto tra altezza e larghezza è solitamente compreso tra 1.0 e 1.5 [6].

Durante la solidificazione della melt pool avvengono dei fenomeni di nucleazione eterogenea, il trasferimento di calore/massa nella *mush* o *mushy-zone* e un'evoluzione microstrutturale dovuta al trattamento termico operato dal laser. La *mushy-zone* visibile in Figura 11 è un miscuglio di particelle che si trovano ancora allo stato solido e metallo allo stato fuso.

Al di sotto della melt pool è presente una zona termicamente alterata detta *heat-affected zone* (HAZ) in cui durante il processo si creano dei considerevoli gradienti di temperatura dovuti alla formazione della fase liquida per opera del laser e al successivo trasferimento di calore dato dalla trasformazione di fase. La profondità di questa zona è funzione dell'altezza del provino, della potenza del fascio laser e della temperatura [6]. Durante il processo DED si possono raggiungere elevati flussi di calore dell'ordine di 500 kW/cm^2 che sono responsabili della creazione della pozza di fusione e dell'HAZ. Solitamente si cerca di limitare la dimensione dell'HAZ al fine di minimizzare una possibile rifusione o trattamento termico sugli strati già depositati. Per controllare la temperatura e la dimensione dell'HAZ si ricorre a modelli analitici e simulazioni numeriche già applicate nei processi simili di saldatura.

Occorre anche prestare attenzione al substrato usato nella costruzione dei provini, infatti la sua capacità termica, dimensione e temperatura iniziale possono influenzare la storia termica del materiale in costruzione nonché la sua microstruttura. In alcuni casi infatti può risultare conveniente effettuare un pre-riscaldamento del substrato al fine di ridurre le tensioni residue dei primi layer depositati e ridurre il rischio di formazione di criccature o distorsioni termiche, allo stesso tempo però diminuiscono le velocità di raffreddamento, limitando quindi l'affinamento della microstruttura [6].

3.4. Proprietà meccaniche

Come già anticipato in precedenza la velocità di raffreddamento e la velocità di solidificazione influenzano direttamente la struttura del materiale. In particolare si è notato che aumentando la velocità di solidificazione si ha il passaggio da una microstruttura colonnare a una equiassica, mentre aumentando la velocità di raffreddamento si ha un affinamento della microstruttura [16].

Per quanto riguarda la microdurezza si è visto che, nel caso di deposizione di pareti sottili di acciaio, questa presentava valori più bassi nel centro rispetto alla base e alla sommità del deposito. Questo comportamento è direttamente influenzato dalla velocità di raffreddamento che risulta più elevata alle estremità del deposito, oltre al fatto che la zona centrale è sottoposta a una sorta di ciclaggio termico, che porta alla formazione di una zona termicamente alterata per periodi di tempo maggiori. Il continuo riscaldamento e raffreddamento del componente in costruzione porta inoltre alla generazione di tensioni residue, che sono solitamente meno intense dove inizia il percorso di scansione del laser per aumentare verso la fine della scansione; per questo motivo è quindi importante variare il punto di partenza del percorso del laser all'interno del pezzo, in modo da distribuire le tensioni lungo tutta l'area del provino, ed evitare la formazione di distorsioni nella struttura.

Anche i parametri di processo influenzano la microstruttura del materiale, lavorando con basse potenze e elevate velocità di deposizione si ha la produzione di un raffreddamento rapido e la generazione di una microstruttura molto fine, mentre lavorando con elevate potenze e basse velocità di scansione si ottiene una struttura più grossolana.

Uno dei test più comuni che viene utilizzato per caratterizzare i materiali prodotti tramite DED è la prova a trazione, dove solitamente si ottengono proprietà superiori rispetto a quelle dei medesimi materiali ottenuti per mezzo di tecniche di produzioni convenzionali, grazie all'affinamento della microstruttura. L'unica proprietà in cui spesso i materiali prodotti tramite DED risultano meno performanti è l'allungamento percentuale, dovuto alla presenza di microporosità e inclusioni di ossidi che sono più o meno presenti a seconda del livello di ottimizzazione del processo e del tipo di lega trattata [16]. Inoltre, nel caso di campioni costruiti con strategia raster, vi è una certa anisotropia nella proprietà per la quale le caratteristiche meccaniche risultano migliori parallelamente alla direzione di scansione del laser rispetto alla direzione sempre parallela alla piattaforma di costruzione ma perpendicolare alle linee di scansione. In questo caso infatti i difetti tra le varie tracce sono orientati perpendicolarmente alla direzione del carico ed è quindi favorita la delaminazione tra le varie scansioni. Ancora inferiori risultano le proprietà misurate nella direzione verticale, dove il materiale ha subito maggiori stress termici durante la costruzione. Un modo per migliorare le proprietà meccaniche dei provini DED è quello di sottoporli a un post processo di HIP (Hot Isostatic Pressing) mediante il quale si riducono le porosità presenti e si riduce l'anisotropia del materiale [20].

Un'altra importante proprietà meccanica è la resistenza a fatica, in quanto risulta una delle cause più comuni di cedimento del materiale in numerose applicazioni. Sottoponendo un materiale a un carico ciclico si può arrivare alla rottura del provino dopo un certo numero di cicli, a causa

della generazione e propagazione di una cricca. Il processo di rottura per fatica si suddivide in tre fasi: nucleazione della cricca, che solitamente si sviluppa a partire dai difetti presenti nel materiale, propagazione della cricca e frattura del materiale. La presenza di porosità inclusioni e altri difetti contenuti nei componenti DED ne riduce la vita a fatica. La microstruttura molto fine dei campioni DED può agire positivamente ritardando la formazione delle cricche ma allo stesso tempo ne favorisce la loro propagazione [16].

4. AM di alluminio

I materiali più leggeri finora comunemente processati tramite tecniche di AM sono il titanio, l'acciaio e le leghe di alluminio. Il Ti e le sue leghe come la Ti-6Al-4V trovano applicazione soprattutto in ambito biomedicale grazie all'elevata resistenza alla corrosione e al comportamento a fatica a temperatura ambiente. Per quanto riguarda l'alluminio invece vengono adottate nella maggior parte dei casi le leghe alluminio-silicio per merito dell'elevata fluidità e saldabilità, alta resistenza alla corrosione e basso coefficiente di espansione termica [21]. Le leghe Al-Si vengono definite eutettiche per un contenuto di Si tra l'11% e il 13% in peso, ipereutettiche al di sopra del 13% e ipoeutettiche per percentuali inferiori all'11% [2]. Queste leghe possono inoltre essere rafforzate tramite l'introduzione di alcuni elementi come il magnesio e il rame tramite opportuni trattamenti termici. L'AM inoltre rientra nella categoria dei processi di solidificazione rapida. Grazie a questa caratteristica, i componenti prodotti con tecniche additive sono caratterizzati da una microstruttura molto fine che comporta un ulteriore aumento delle proprietà meccaniche. A differenza delle tradizionali tecniche di solidificazione rapida, l'AM ha il vantaggio di poter ottenere geometrie anche più complesse.

La lavorabilità delle leghe di alluminio risulta più complessa rispetto a quella di altre leghe a causa di alcune caratteristiche che richiedono particolari condizioni di processo. Ad esempio l'alluminio presenta una riflettività molto elevata superiore al 91% e un'elevata conduttività termica che richiedono dunque alte potenze per raggiungere la fusione del materiale [22]. Inoltre l'alta affinità con l'ossigeno porta alla formazione di ossidi che riducono la bagnabilità superficiale dell'alluminio, oltre a causare infragilimento del componente qualora vengano intrappolati all'interno della pozza di fusione. Un'altra complessità nell'utilizzo delle polveri di Al risiede nella loro scarsa scorrevolezza a causa del basso peso e della tendenza ad impaccarsi tra loro, specialmente se presente dell'umidità. Questa problematica risulta evidente specialmente nel caso in cui le polveri vengano spruzzate come nei processi DED. Sicuramente risulta conveniente effettuare un trattamento di essiccazione delle polveri prima della loro lavorazione. In Tabella 3 vengono confrontate le caratteristiche di scorrevolezza, conduttività termica e riflettività di alcune polveri metalliche.

Powder	Flowability (s/50gm)	Thermal conductivity (W/(mK))	Reflectivity (%)
Ti64 47	47	6,7	53-59
Stainless Steel 316	14,6	21,4	60
Al6061	77	172	91
AlSi10Mg	No flow	146	91

TABELLA 3: CONFRONTO PROPRIETÀ DI ALCUNE POLVERI METALLICHE PER LPBF [12].

La maggior parte degli studi riguardo l'AM delle leghe di Al è stato finora rivolto alle tecniche a letto di polvere a causa della maggiore stabilità del processo. Rao et al. hanno studiato le proprietà meccaniche di campioni in lega di Al A357 mediante tecnica PBF e hanno riscontrato proprietà migliori rispetto alla lega A357 ottenuta per colata e trattamento di invecchiamento T6 [23], [24]. I valori ottenuti sono riportati in Tabella 4: come si può vedere tramite un opportuno trattamento di distensione (535 °C per 1 h) è possibile aumentare la duttilità dei campioni a scapito di un abbassamento del valore del modulo elastico e del carico di rottura, dovuto a un rilascio delle tensioni interne e una diminuzione della solubilità del Si nella matrice di Al. Infatti la solubilità del Si nell'Al per i provini LPBF non trattati è stata misurata essere del 5,4% in peso, di gran lunga superiore della solubilità all'equilibrio alla temperatura eutettica (1,6% in peso) [23].

Al alloy A357	Ductility (%)	Yield strength (MPa)	UTS (MPa)
T6-cast alloy	4–9	240–290	320–360
PBF sample	10.1 ± 0.5	279.6 ± 1.0	426.4 ± 2.6
Stress relieved sample	13.6 ± 0.6	165.7 ± 1.4	240.1 ± 0.7

TABELLA 4: DIFFERENTI PROPRIETÀ MECCANICHE TRA LEGA DI ALLUMINIO DA COLATA CON TRATTAMENTO T6, CAMPIONI PRODOTTI TRAMITE LPBF E CAMPIONI LPBF DOPO UN TRATTAMENTO DI DISTENSIONE [23].

Analizzando la microstruttura dei provini ottenuti da Rao et al. (Figura 12) si osserva come il Si sia segregato in maniera continua attorno alla struttura cellulare di Al nei provini non trattati (immagine a), mentre tenda a formare delle particelle uniformemente distribuite dopo trattamento termico (immagine b).

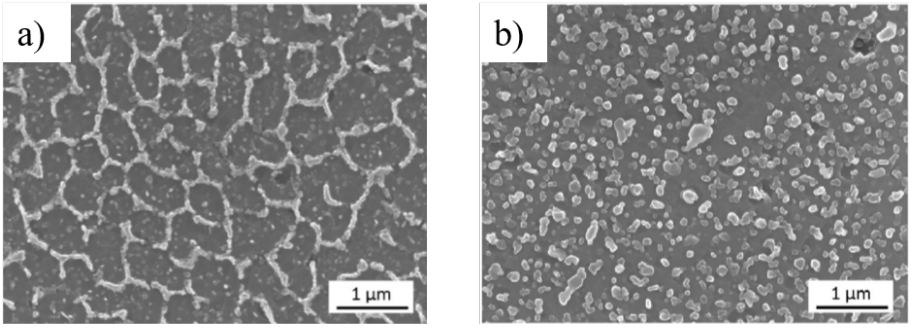


FIGURA 12: IMMAGINI SEM DI UN PROVINO LPBF NON TRATTATO TERMICAMENTE (A) E UN PROVINO LPBF DOPO TRATTAMENTO DI DISTENSIONE (B) [23].

Dalle immagini al TEM (Transmission Electron Microscope) in Figura 13 si possono notare più in dettaglio le celle di Al delimitate dalla presenza di particelle di Si di dimensioni nanometriche nell'immagine a). Nell'immagine b) è invece visibile un campione analogo che

è stato però sottoposto a un trattamento termico a 535 °C per un'ora, durante il quale le particelle di Si sono migrate dai bordi delle celle di Al per coalescere tra loro.

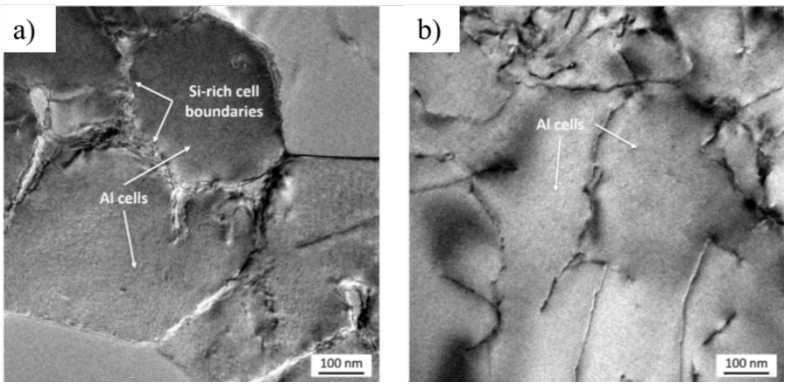


FIGURA 13: MICROGRAFIE TEM DI UN CAMPIONE LPBF DI A357 PRIMA DEL TRATTAMENTO TERMICO (A) E DOPO TRATTAMENTO TERMICO A 535°C PER UN'ORA [23].

Aboulkhair et al. hanno analizzato i diversi tipi di porosità presenti in campioni di AlSi10Mg prodotti mediante LPBF [12]. Il tipo di pori presenti nei campioni di AM si divide in due categorie: i *pori metallurgici* e i *keyholes pores*. I *pori metallurgici*, definiti anche come porosità da idrogeno, sono di forma sferica e con dimensioni inferiori ai 100 µm, mentre i *keyholes pores* presentano una forma più irregolare e dimensioni superiori ai 100 µm. Solitamente i *pori metallurgici* si formano a più basse velocità di scansione e sono dovuti al gas che rimane intrappolato all'interno della melt pool, mentre i *keyholes* si formano ad elevate velocità di deposizione tali da produrre una solidificazione estremamente rapida, che non lascia il tempo al metallo fuso di riempire tutte le cavità. In Figura 14 è possibile vedere le due differenti tipologie di porosità: i *pori metallurgici* nell'immagine a) ottenuti con una velocità di scansione di 250 mm/s e i *keyholes pores* nell'immagine b), ottenuti con velocità di scansione di 1000 mm/s [12].

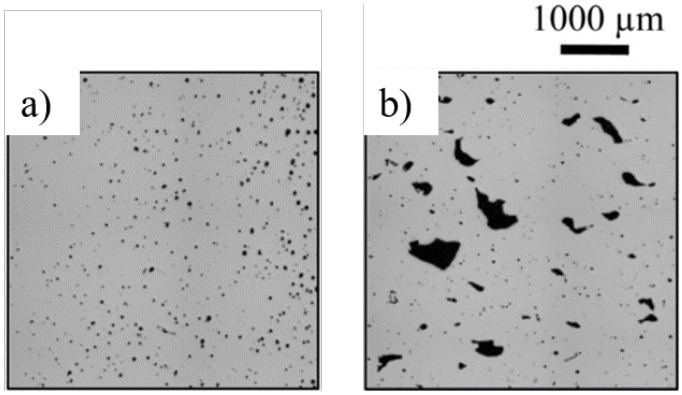


FIGURA 14: MICROGRAFIE AL MICROSCOPIO OTTICO CHE MOSTRANO LE DUE DIVERSE TIPOLOGIE DI POROSITÀ IN CAMPIONI LPBF; IN FIGURA A) ESEMPIO DI PORI METALLURGICI, IN FIGURA B) ESEMPIO DI KEYHOLES PORES [12].

C. Weingarten et al. hanno studiato la formazione di porosità da idrogeno in campioni cubici LPBF prodotti in atmosfera di argon con contenuto di ossigeno inferiore ai 100 ppm, al variare di alcuni parametri di processo [11]. Per prima cosa si è visto che operando un trattamento termico sulle polveri era possibile ridurre il contenuto di umidità e di conseguenza abbassare sensibilmente la porosità da idrogeno nei campioni. Come si può vedere in Figura 15 operando un trattamento a 90 °C la porosità è diminuita fino al 35%, mentre mediante un trattamento a 200 °C vi è stata una diminuzione superiore anche al 50%. Inoltre passando da una velocità di scansione di 1000 mm/s a una velocità di 2500 mm/s si è registrata una riduzione del 60% della porosità.

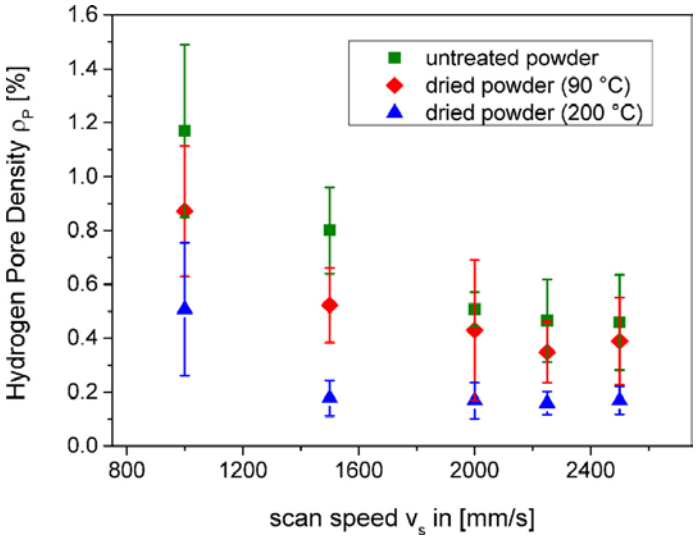


FIGURA 15: CONTENUTO DI POROSITÀ DA IDROGENO AL VARIARE DELLA VELOCITÀ DI SCANSIONE E DELLE CONDIZIONI DI TRATTAMENTO DELLA POLVERE [11].

Un altro metodo studiato da C. Weingarten et al. per ridurre la porosità è stato quello di operare una pre-scansione sulle polveri depositate con una potenza di 50 W, al fine di liberare l'umidità presente nella polvere, senza portare però a fusione le particelle. In questo modo si è ottenuta una riduzione della porosità fino al 90%. Un importante parametro che può essere usato per predire il quantitativo di porosità è il tempo, t_m, che intercorre tra la formazione del liquido e la sua solidificazione e viene influenzato da vari parametri tra cui la velocità di scansione. Il tempo t_m influenza direttamente la porosità poiché la crescita dei pori da idrogeno è un fenomeno controllato dalla diffusione, che risulta molto più rapida nella fase liquida rispetto a quella solida. Pertanto un breve tempo di solidificazione porta a una bassa porosità da idrogeno [11].

Negli ultimi anni è cresciuto l'interesse verso l'utilizzo di leghe di alluminio anche nei processi DED. Ad esempio Zhao et al. hanno depositato una lega ipereutettica di Al-Si tramite Directed Energy Deposition [25]; analizzando la microstruttura si è visto che le fasi di Si hanno una taglia di 5-10 µm, estremamente più fine rispetto alla medesima lega ottenuta per via

convenzionale che presenta una fase di silicio con dimensione attorno ai 40 µm. Aumentando la velocità di scansione si è visto che la dimensione dei grani di Si eutettico diminuiva e allo stesso tempo aumentava la microdurezza del materiale fino a circa 2,5 volte quella del materiale tradizionale per una potenza del laser di 850 W (Figura 16).

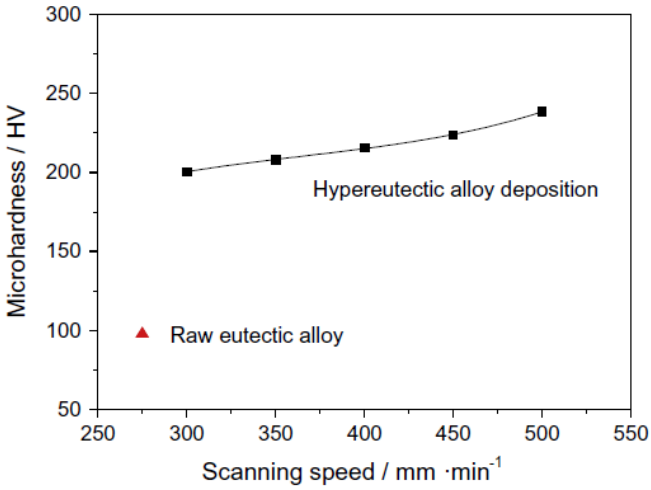


FIGURA 16: ANDAMENTO DELLA MICRODUREZZA PER UNA LEGA OTTENUTA PER DED RISPETTO ALLA STESSA LEGA OTTENUTA PER VIA CONVENZIONALE [25].

Anche M. Javidani et al. hanno realizzato un'analisi microstrutturale e di microdurezza di campioni di AlSi10Mg realizzati tramite DED [26]. Precedentemente Dinda et al. avevano analizzato la microstruttura di una lega di AlSi11 ottenendo una sorta di struttura a bande dove inizialmente, vicino al substrato, si ha una morfologia cellulare che si trasforma in seguito in una crescita dendritica [27]. La morfologia microstrutturale dei campioni risulta molto importante in quanto influenza direttamente le proprietà meccaniche. Javidani et al. confermarono la microstruttura ottenuta da Dinda et al., come si può vedere in Figura 17 il campione è stato diviso in tre zone:

a) A contatto con il substrato, presenta una morfologia cellulare per circa 1,8 mm;
b) Nella maggior parte del campione prevale una microstruttura con dendriti colonnari;
c) Nella parte terminale del campione (circa 0,5 mm) si ha una struttura sempre dendritica ma equiassica.

Allo stesso tempo sono anche stati condotti degli studi sulla porosità del deposito e si è ottenuta una densità del 99,6% sia tramite il principio di Archimede che tramite analisi di immagine, confermando l'ottimo consolidamento del materiale.

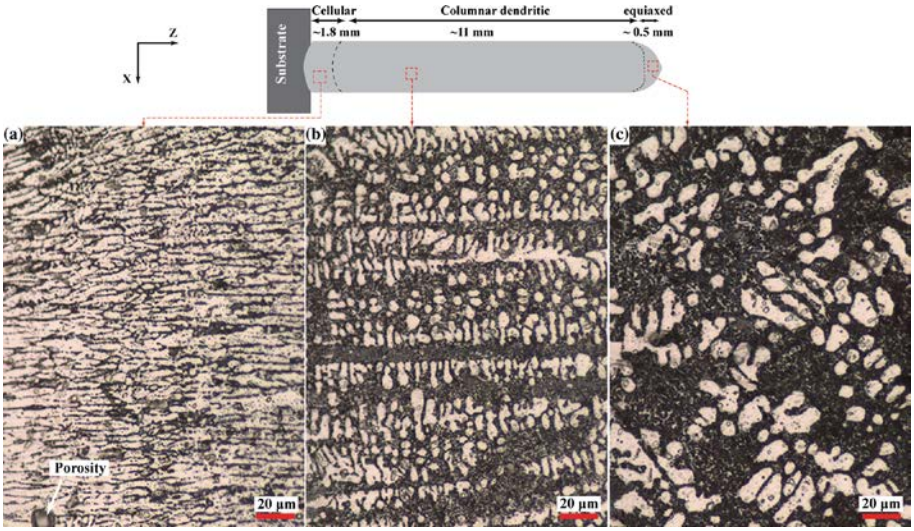


FIGURA 17: DIFFERENTI MORFOLOGIE MICROSTRUTTURALI OTTENUTE DA MICROGRAFIE AL MICROSCOPIO OTTICO [26].

Per meglio comprendere la microstruttura ottenuta in Figura 17, vengono mostrate delle immagini SEM in Figura 18 a diversi ingrandimenti delle tre differenti morfologie ottenute da Javidani et al.:

- In figura a, b, c viene mostrata la regione con morfologia cellulare dove si può notare in colorazione più scura la matrice di α-Al attorno alla quale si dispongono le particelle di Si in colorazione più chiara, oltre alla presenza nella zona di confine delle due fasi di alcuni micropori. Questa microstruttura viene conservata all'incirca solo per i primi cinque layer depositati [26], ed è dovuta all'influenza esercitata dal supporto di deposizione, che agisce come un estrattore di calore, favorendo un rapido raffreddamento.
- In figura d, e, f è visibile la crescita colonnare dendritica della fase costituita da α-Al circondata da particelle di Si con una struttura fibrosa e dalla presenza di pori di dimensioni maggiori che vanno dai 7 a 25 µm [26].
- In figura g, h, i viene visualizzata la parte terminale del campione che presenta una struttura sempre dendritica ma in cui si perde una direzione di crescita specifica e si può inoltre notare come le particelle di Si in questa zona risultino avere dimensioni maggiore rispetto alla regione colonnare.

La microstruttura del deposito viene quindi influenzata dal meccanismo prevalente di asportazione del calore: nella zona cellulare lo scambio di calore avviene prevalentemente per conduzione tramite il substrato e si ha quindi una crescita perpendicolare all'interfaccia tra solido e liquido (figura a). Allontanandosi dal substrato invece, lo smaltimento avviene in parte per conduzione tramite i layer sottostanti e in parte per convezione attraverso l'atmosfera esterna e questo determina una crescita non più a 90°, ma con angoli inferiori di circa 80 ± 5° rispetto al supporto (figura d).

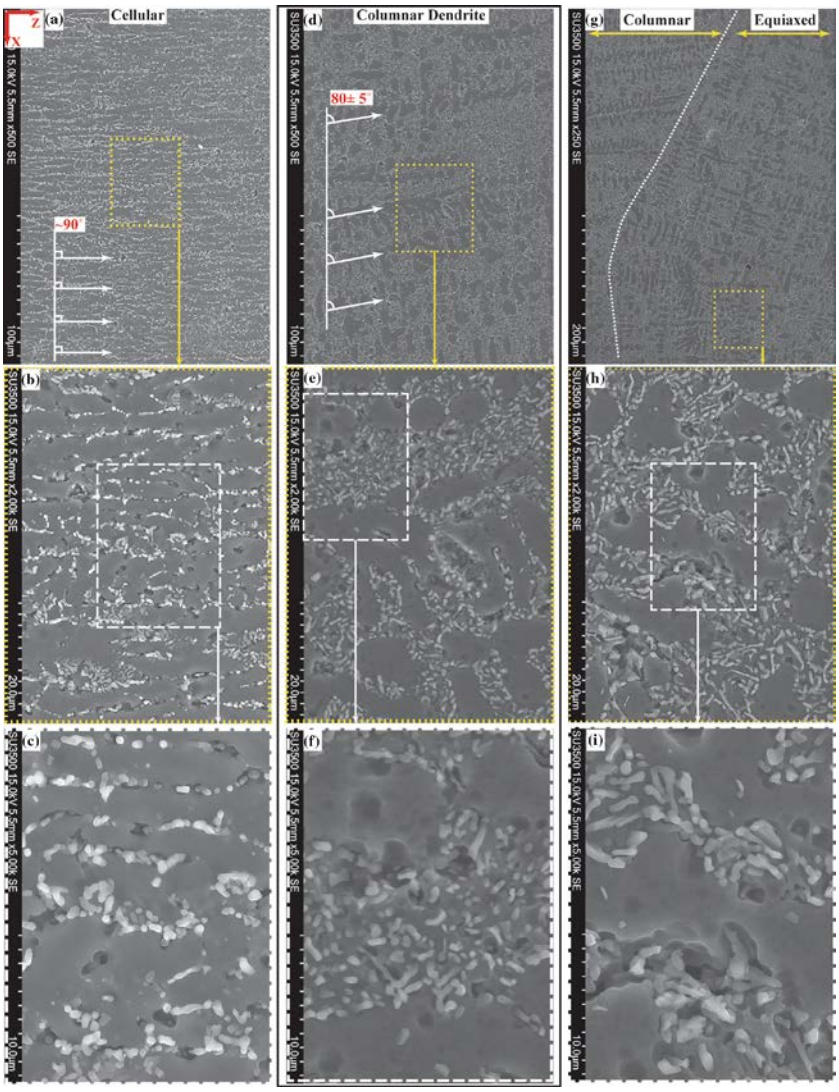


FIGURA 18: IMMAGINI SEM A 500 X, 2000 X E 5000 X DELLA ZONA CELLULARE (A, B, C), DELLA ZONA DENDRITICA COLONNARE (D, E, F) E DELLA ZONA DENDRITICA EQUIASSICA (G, H, I) [26].

Javidani et al. hanno valutato inoltre la variazione tra la spaziatura dei bracci secondari delle dendriti (SDAS) in funzione della velocità di raffreddamento tramite l'equazione (3):

$$\boldsymbol{\lambda = a.R^{-n}} \tag{3}$$

Dove λ è la SDAS in µm, R è la velocità di raffreddamento, a e n sono costanti del materiale pari rispettivamente a 47 e 0,33 per leghe Al-Si eutettiche [26]. Come si può vedere dal grafico in Figura 19 lo SDAS cresce passando da regioni vicino al substrato, che hanno velocità di raffreddamento più elevate, a zone più lontane che risentono quindi meno dello scambio termico con il supporto, dove la velocità di raffreddamento è più lenta. In entrambi i casi la velocità di raffreddamento risulta molto maggiore rispetto quella che subisce la lega nei classici processi di colata (0.833 K/s) [26].

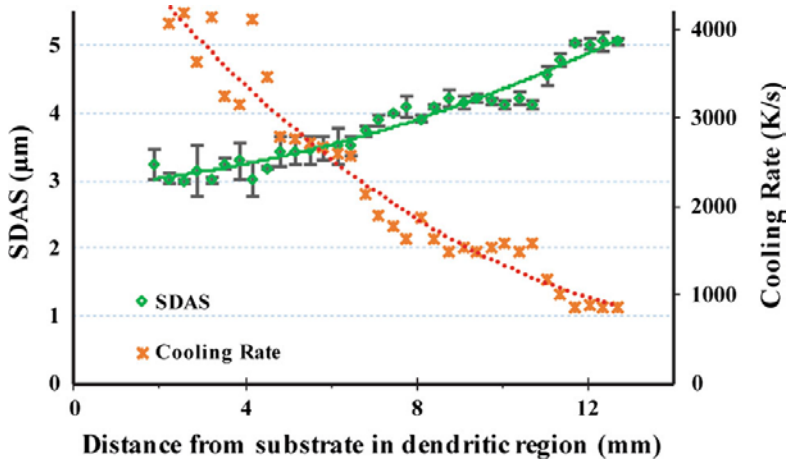


FIGURA 19:ANDAMENTO DEL SDAS IN FUNZIONE DELLA VELOCITÀ DI RAFFREDDAMENTO [26].

Un'analisi della microdurezza media conferma lo stesso andamento registrato nella microstruttura, con i valori massimi di 65 HV registrati nella zona con morfologia cellulare, un valore intermedio di 59 HV nella zona dendritica e il valore minimo di 53 HV nella zona equiassica dovuto alla microstruttura più grossolana rispetto alle due precedenti [26].

Recentemente Amrinder et al. hanno prodotto delle pareti sottili (single wall) e dei cubi in lega di alluminio Al-11.2Si tramite DED per valutare l'applicazione della tecnica a componenti in ambito automotive [28]. A questo scopo si è depositata la lega tramite DED su un substrato di alluminio 6061 ottenuto da colata, in modo da evitare i classici processi di giunzione necessari per saldare assieme diversi componenti in alluminio, con conseguente risparmio di tempo e maggiore libertà di design. Sui cubi e sui single wall depositati sono stati ricavati dei provini per le prove a trazione, i cui risultati sono riportati in Tabella 5. Come si può vedere il carico di rottura risulta circa di 225 MPa, un valore comparabile con quello dei componenti ottenuti per colata, così come l'allungamento percentuale che riporta un valore 9% e il carico di snervamento che risulta più alto nel caso dei cubi e pari a 122.43 MPa rispetto ai 105.43 MPa ottenuto sui single scan.

	Block deposition	Single wall deposition
Yield strenght (MPa)	122.43	105.43
Ultimate tensile strenght (MPa)	225.71	225.6
Elongation (%)	9.0	9.4

TABELLA 5: PROPRIETÀ MECCANICHE DEI PROVINI IN AL-11.2SI [28].

4.1.1. Gas protettivi

Solitamente per processare le leghe di Al mediante AM si deve ricorrere all'utilizzo di un gas protettivo, infatti data l'alta affinità con l'ossigeno dell'Al, c'è il rischio che si arrivi all'ossidazione del materiale, con problemi di sicurezza data la natura fortemente esotermica della reazione. È quindi necessario controllare l'atmosfera nella camera di produzione, mediante il flussaggio di un gas inerte che vada a sostituire l'ossigeno presente nell'aria. Per questo scopo la scelta ricade tra due gas inerti: l'argon e l'azoto. Il primo viene abitualmente preferito poiché, grazie alla maggior densità, tende a depositarsi nella parte bassa della camera di deposizione, dove avviene effettivamente il processo di costruzione. L'azoto tuttavia può costituire una valida alternativa non presentando comunque reattività verso l'alluminio, a differenza di altri materiali come le leghe di titanio con cui forma nitruri. Inoltre l'azoto presenta un costo decisamente inferiore rispetto all'argon, data la maggior presenza nell'atmosfera, e viene quindi preferito nelle macchine in cui le dimensioni della camera di deposizione siano maggiori.

Wang et al. hanno valutato l'effetto di tre diverse atmosfere protettive su cubetti di 10x10x10 mm^3 di Al-12Si prodotti tramite LPBF [29]. Per costruire i provini si sono utilizzati l'argon, l'azoto e l'elio. Dal punto di vista della densità e della durezza Vickers non sembrano esserci differenze tra i provini prodotti con le diverse atmosfere come si può vedere in Figura 20. L' *energy density* per un'unità di volume riportata nel grafico è definita dall'equazione (4), dove P è la potenza in W, v velocità di scansione in mm s^{-1}, h è l'hatching distance in mm e t è lo spessore del layer in mm.

$$\boldsymbol{E} = \frac{\boldsymbol{P}}{\boldsymbol{vht}} \tag{4}$$

Sebbene la densità relativa risulti molto simile per i tre campioni, da un analisi microstrutturale si è notato che nei campioni di elio vi erano delle piccole aree con delle porosità di tipo sferico di circa 50 µm di diametro [29]. La presenza di queste regioni sembra aver influenzato negativamente le proprietà tensili dei provini prodotti in He. In Figura 21 è infatti possibile notare come i campioni prodotti in He possiedano un carico di rottura leggermente inferiore e una sensibile riduzione della duttilità rispetto ai campioni prodotti in Ar e N_2.

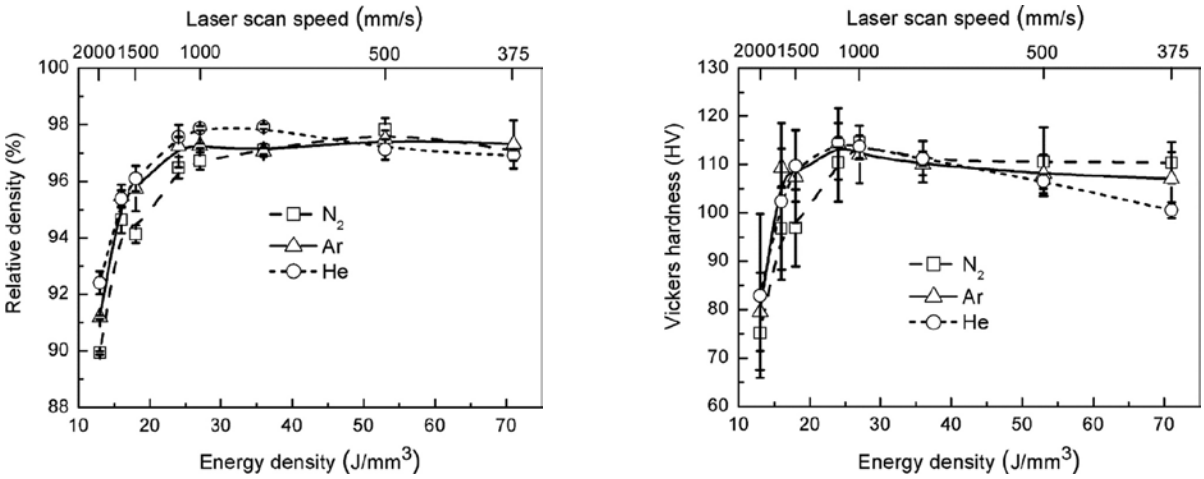


FIGURA 20: A SINISTRA ANDAMENTO DELLA DENSITÀ RELATIVA IN FUNZIONE DELLA DENSITÀ DI ENERGIA, A DESTRA ANDAMENTO DELLA DUREZZA VICKERS IN FUNZIONE DELLA DENSITÀ DI ENERGIA [29].

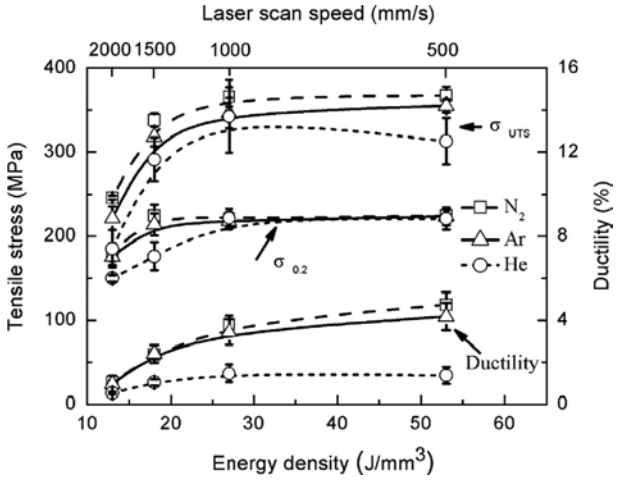


FIGURA 21: ANDAMENTO DI ALCUNE PROPRIETÀ MECCANICHE IN FUNZIONE DELLA DENSITÀ DI ENERGIA [29].

L'utilizzo dell'N_2 come atmosfera di processo può dunque essere preferita rispetto l'Ar visto il costo minore e la parità di proprietà meccaniche. Inoltre Wang et al. hanno anche misurato il contenuto di azoto all'interno dei campioni LPBF e non si sono notate variazioni di concentrazione tra i campioni prodotti con le varie atmosfere e la polvere di partenza. L'effetto dell'atmosfera protettiva sembra dunque solo quello di proteggere i campioni dall'ossidazione senza partecipare attivamente al processo.

Oltre che per motivi di sicurezza, lavorare in un'atmosfera povera di ossigeno risulta conveniente per limitare l'ossidazione degli strati depositati, con un conseguente abbassamento della duttilità e della plasticità del componente finito. Bauer et al. hanno valutato l'effetto della concentrazione di ossigeno nell'atmosfera di processo su leghe di alluminio prodotte tramite LPBF, usando Ar come gas protettivo. Si è visto che lavorando in un'atmosfera contenente 30 ppm di O_2 portava a una riduzione della porosità e migliorava l'allungamento percentuale (6,7%), rispetto a quello ottenuto lavorando con 500 ppm di O_2 (5,8%) [30].

Per questi motivi risulta notevolmente importante controllare in modo accurato la concentrazione di ossigeno all'interno della camera di deposizione al fine di garantire la sicurezza della lavorazione, evitare la formazione di ossidi nella deposizione con conseguente degrado delle proprietà meccaniche e assicurare la riproducibilità del processo.

5. Materiali e Metodi

5.1. Polvere

Come polvere di partenza per la produzione tramite DED dei vari campioni è stata usata una lega di alluminio F357 prodotta specificamente per l'AM dall'azienda Valimet. La F357 è una lega che mantiene proprietà analoghe di resistenza alla trazione e allo snervamento dell'A357 (lega AlSi7Mg0.6), ma con il vantaggio di non contenere il berillio, limitando così le problematiche di sicurezza nel gestire questo elemento pericoloso per la salute. Questa polvere viene prodotta tramite atomizzazione via gas inerte in modo da ottenere una geometria sferica. Le particelle più fini vengono poi eliminate in modo da favorire la scorrevolezza. La composizione chimica dell'A357 espressa in percentuali in peso fornita dal fornitore è visibile in Tabella 6 [31].

Al	Si	Mg	Cu	Ti	Mn	Zn	Fe	Altro
Bilanciato	6.5-7.5	0.45-0.70	<0.20	0.04-0.20	<0.10	<0.10	<0.07	<0.15

TABELLA 6: COMPOSIZIONE CHIMICA DELLA LEGA A357 SECONDO LA SCHEDA TECNICA DEL PRODUTTORE [31].

Sono state analizzate sia le polveri nuove che le polveri rimaste inutilizzate al termine della deposizione, per vedere se quest'ultime potessero essere riutilizzate per un nuovo ciclo di produzione. In Figura 22 si può vedere un'immagine al SEM della polvere utilizzata: le particelle presentano generalmente una simmetria sferica anche se sono presenti alcune particelle con una morfologia più allungata. La presenza di satelliti sulle particelle più grandi risulta limitata, così come la presenza di particelle estremamente fini.

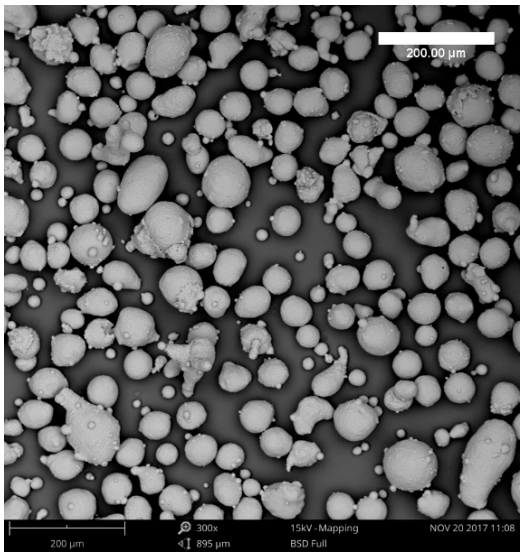


FIGURA 22: IMMAGINE SEM 300 X DELLE POLVERI DI F357 UTILIZZATE NEL LAVORO.

5.2. Macchina DED

I campioni analizzati nella tesi sono stati realizzati mediante un prototipo di macchina DED realizzato da Prima Industrie. Il prototipo integra alcune parti commerciali come la testa di deposizione e il sistema di alimentazione della polvere vendute dall'azienda Optomec, il laser YLS-3000 prodotto da IPG Photonics e un sistema di controllo computerizzato realizzato da Prima Electro. In Figura 23 è possibile vedere un'immagine del prototipo in cui si nota il pannello di controllo per gestire la movimentazione della testa di deposizione tramite controllo numerico, la gestione dei comandi laser (laser on/off e shutter open/closed) e l'avvio e modifica di programmi in linguaggio macchina precedentemente caricati.

FIGURA 23: VISTA ESTERNA DEL PROTOTIPO DED REALIZZATO DA PRIMA INDUSTRIE.

5.2.1. Testa di deposizione

La testa di deposizione LENS (Laser Engineered Net Shaping) in Figura 24 è costituita dagli ugelli di deposizione, dal manifold block e dal sistema di raffreddamento ad acqua necessario quando si utilizzano potenze superiori ai 200 W [32].

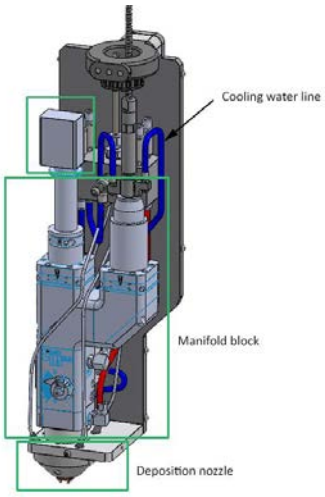


FIGURA 24: RAPPRESENTAZIONE SCHEMATICA DELLA TESTA DI DEPOSIZIONE DI OPTOMEC [32].

Il fascio laser viene trasportato attraverso una fibra di processo alla testa di deposizione e viene fatto passare attraverso la lente di collimazione. Il fascio così collimato incide su di uno specchio dicroico a 45° rivestito con un materiale dielettrico e passa attraverso la lente di focalizzazione per arrivare al substrato. Il fascio laser viene quindi focalizzato nell'area di lavoro per mezzo di una lente montata sulla testa; lo spot del laser dipende dalla catena ottica attraverso cui passa la radiazione ed ha un diametro focalizzato pari a 1,3 mm. Il diametro dello spot delle polveri è di circa 4 mm e questo spiega anche in parte l'efficienza non elevatissima del processo, calcolata in seguito tramite l'equazione (1).

Come si può vedere in Figura 25 la parte terminale è costituita da quattro ugelli radiali per la distribuzione della polvere e un ugello centrale dal quale fuoriesce il fascio laser, oltre alla presenza del sistema di raffreddamento ad acqua.

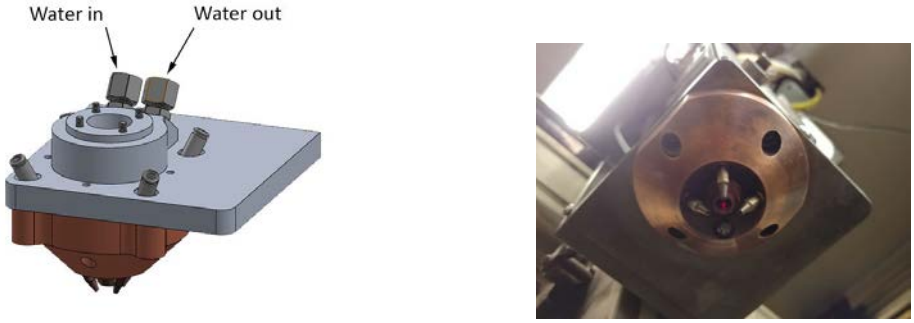


FIGURA 25: UGELLI DI DEPOSIZIONE; VISTA SCHEMATICA A SINISTRA [32], FOTO DAL BASSO A DESTRA.

All'interno del manifold block si ha la divisione attraverso uno splitter della linea di trasporto della polvere da ¼ di pollice in 4 linee da ⅛ di pollice che la convogliano ai 4 ugelli. Inoltre vi è la connessione per l'ingresso dell'acqua di raffreddamento e del gas protettivo.

Prima dell'inizio del processo di deposizione è importante misurare la stand-off distance, ovvero la distanza tra gli ugelli e la superficie di deposizione in modo che il fuoco delle polveri sia localizzato sul piano di lavoro.

5.2.2. Powder Feeder

Il powder feeder di Optomec è un sistema costruito appositamente per l'utilizzo di polveri sferiche durante il processo di DED; può essere alimentato con polveri di granulometria compresa tra i 36 micron e i 150 micron. Com'è possibile vedere in Figura 26 esso è costituito da due tramogge che contengono la riserva di polvere, un pannello di interfaccia utente per il controllo manuale del quantitativo di polvere erogato dal sistema e degli indicatori per regolare la portata del gas di trasporto e di quello di protezione. I contenitori della polvere sono muniti di una finestra di osservazione per monitorare il livello del materiale contenuto.

FIGURA 26: POWDER FEEDER OPTOMEC [33].

La polvere viene iniettata dal powder feeder in un sistema di trasporto fino alla testa di deposizione. Una valvola di sovrappressione garantisce di operare in sicurezza al di sotto dei 10 psi.

Tramite il pannello di controllo del powder feeder (Figura 27) è possibile regolare in manuale il flusso della polvere in uscita dalla testa, questo può essere settato tra valori compresi tra gli 0 e i 24 rpm, oppure può essere settato in automatico e venir regolato direttamente dal programma che viene eseguito sulla macchina.

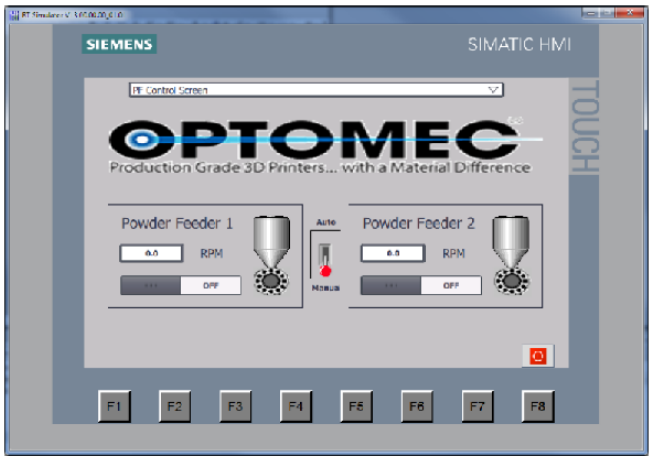


FIGURA 27: PANNELLO DI CONTROLLO POWEDER FEEDER OPTOMEC [33].

Nel caso in cui sia necessario aggiungere polvere alle tramogge è consigliato eseguire successivamente un ciclo di purge, che prevede la pressurizzazione della nuova polvere tramite il gas inerte per un minuto, in modo da ridurre al minimo la presenza di ossigeno residuo.

5.2.3. Laser

Il laser usato nella macchina è prodotto da IPG Photonics e in particolare si tratta del modello YLS-3000 (Figura 28), un laser in fibra drogato agli ioni di itterbio in grado di erogare potenze fino a 3 kW. Questo laser è dotato di un'efficienza wall-plug superiore del 40% [34]. Al laser inoltre è stato accoppiato un chiller al fine di regolarne opportunamente la temperatura per l'utilizzo ottimale.

FIGURA 28: LASER IPG PHOTONICS YLS-3000.

5.2.4. Controllo ossigeno

Poiché l'alluminio presenta dei problemi di reattività con l'ossigeno, è stato necessario costruire un sistema per controllare l'atmosfera presente nella zona di deposizione. A tal fine è stata realizzata una "sacca" (Figura 29) che è stata fissata tra la testa di deposizione e il contenitore all'interno del quale si trovano i supporti per la crescita del materiale. In questo modo facendo flussare il gas inerte per alcuni minuti è stato possibile trattare in sicurezza le polveri di alluminio e inoltre raggiungere i valori ottimali di ossigeno al fine di garantire un deposito metallico più uniforme possibile.

FIGURA 29: SACCA PROTETTIVA PER IL CONTROLLO DELL'ATMOSFERA DI DEPOSIZIONE.

Al fine di misurare il quantitativo di ossigeno presente nella vasca di deposizione, la macchina DED è stata integrata di un sensore di ossigeno Servopro MultiExact Gas Analyser (Figura 30) prodotto dall'azienda Servomex.

FIGURA 30: SERVOMEX SERVOPRO MULTIEXACT GAS ANALYSER [35].

Il sensore è stato collegato alla parte bassa della vasca di deposizione, in modo da misurare un'atmosfera che rispecchiasse il più possibile quella presente nella zona di lavoro. Per misurare il livello di ossigeno viene sfruttata la capacità di alcuni materiali ceramici, ad alte temperature, di condurre elettricità dovuta al movimento degli ioni ossigeno. Per questo scopo il sensore integra al suo interno una struttura reticolare composta da zirconia stabilizzata con un ossido di ittrio o di calcio. A temperature superiori ai 700°C avviene il passaggio di ioni O_2 nei canali del reticolo dal gas a una velocità che dipende dalla differenza di pressione parziale di ossigeno tra il gas che si sta esaminando e il gas di riferimento, di solito aria, che si trova dall'altro lato del reticolo. La corrente generata nel passaggio degli ioni ossigeno è una funzione logaritmica del rapporto della pressione parziale dell'O_2 del gas prova e di quello di riferimento. Nota la pressione parziale dell'O_2 nel gas di riferimento e quindi possibile risalire al contenuto di ossigeno del gas in test.

Prima di iniziare la deposizione di alluminio si è quindi provveduto a sigillare la sacca che contorna la vasca di deposizione e al flussaggio di gas inerte, azoto argon fino al raggiungimento di valori di ossigeno inferiori ai 100 ppm.

5.3. Campioni

I campioni sono stati costruiti su supporti in lega di alluminio 5083, costituita prevalentemente da Al, Mg (4,0-4,9%), Mn (0,4-1%) e Si (0,4%). Per questa fase di studio dell'effetto dei parametri di processo si è scelto di utilizzare una geometria molto semplice denominata *single scan*, ovvero un un'unica linea di deposizione di lunghezza 4 cm. Come si può vedere in Figura 31 su ogni piastra di deposizione sono stati collocati 20 scan, impostando per ognuno di essi dei parametri differenti.

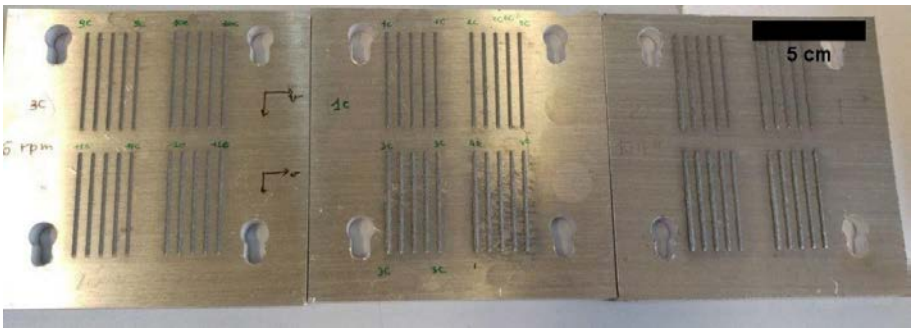


FIGURA 31: IMMAGINI DEI SINGLE SCAN IN F357 SUI SUPPORTI IN LEGA 5083

Gli scan sono stati realizzati tenendo conto di queste variabili:

- Potenza del fascio laser;
- Velocità di scansione della testa di deposizione;
- Velocità di rotazione del powder feeder;
- Portata del gas di trasporto per le polveri.

La scelta dei parametri da utilizzare nella produzione dei single scan è stata effettuata sulla base di alcuni valori consigliati dal fornitore della testa di deposizione e sulla base dei valori che sono stati utilizzati finora in letteratura [25], [28]. Per motivi di segretezza industriale i parametri sono stati normalizzati rispetto ai valori massimi utilizzati nel lavoro di tesi.

5.3.1. Prima campagna prove

La prima campagna prove è stata eseguita usando come gas protettivo l'azoto e utilizzando i parametri riportati in Tabella 7. Questi valori sono stati ripetuti per tre diverse velocità di rotazione del powder feeder (63%, 81% e 100%) con una portata del gas di trasporto delle polveri impostata al 100%, per un totale di 75 provini. La polvere inoltre è stata preventivamente essiccata per 4 ore a una temperatura di 80°C.

Powder feeder 63%			Powder feeder 81%			Powder feeder 100%		
Numero scan	Potenza	Velocità scansione	Numero scan	Potenza	Velocità scansione	Numero scan	Potenza	Velocità scansione
1A	64%	33%	26A	64%	33%	51A	64%	33%
2A	64%	42%	27A	64%	42%	52A	64%	42%
3A	64%	50%	28A	64%	50%	53A	64%	50%
4A	64%	58%	29A	64%	58%	54A	64%	58%
5A	64%	67%	30A	64%	67%	55A	64%	67%
6A	73%	33%	31A	73%	33%	56A	73%	33%
7A	73%	42%	32A	73%	42%	57A	73%	42%
8A	73%	50%	33A	73%	50%	58A	73%	50%
9A	73%	58%	34A	73%	58%	59A	73%	58%

10A	73%	67%	35A	73%	67%	60A	73%	67%
11A	82%	33%	36A	82%	33%	61A	82%	33%
12A	82%	42%	37A	82%	42%	62A	82%	42%
13A	82%	50%	38A	82%	50%	63A	82%	50%
14A	82%	58%	39A	82%	58%	64A	82%	58%
15A	82%	67%	40A	82%	67%	65A	82%	67%
16A	91%	33%	41A	91%	33%	66A	91%	33%
17A	91%	42%	42A	91%	42%	67A	91%	42%
18A	91%	50%	43A	91%	50%	68A	91%	50%
19A	91%	58%	44A	91%	58%	69A	91%	58%
20A	91%	67%	45A	91%	67%	70A	91%	67%
21A	100%	33%	46A	100%	33%	71A	100%	33%
22A	100%	42%	47A	100%	42%	72A	100%	42%
23A	100%	50%	48A	100%	50%	73A	100%	50%
24A	100%	58%	49A	100%	58%	74A	100%	58%
25A	100%	67%	50A	100%	67%	75A	100%	67%

TABELLA 7: PARAMETRI DI PROCESSO USATI NELLA PRIMA CAMPAGNA PROVE.

5.3.2. Seconda campagne prove

Dopo aver analizzato i provini della prima campagna prove, si è deciso di modificare i parametri di processo diminuendo la potenza del laser e la velocità del powder feeder (38%, 50% e 63%), e allo stesso tempo si è provato a vedere l'effetto di velocità di scansione maggiori (Tabella 8), per un totale di 60 single scan. Come gas protettivo è stato utilizzato sempre l'azoto e la portata del gas di trasporto delle polveri è stata ridotta al 60%. Infine si è anche provveduto ad essiccare le polveri prima del processo di deposizione, eseguendo un trattamento termico a 50°C per 24 ore.

Powder feeder 38%			Powder feeder 50%			Powder feeder 63%		
Numero scan	Potenza	Velocità scansione	Numero scan	Potenza	Velocità scansione	Numero scan	Potenza	Velocità scansione
1B	45%	33%	21B	45%	33%	41B	45%	33%
2B	45%	50%	22B	45%	50%	42B	45%	50%
3B	45%	67%	23B	45%	67%	43B	45%	67%
4B	45%	83%	24B	45%	83%	44B	45%	83%
5B	45%	100%	25B	45%	100%	45B	45%	100%
6B	55%	33%	26B	55%	33%	46B	55%	33%
7B	55%	50%	27B	55%	50%	47B	55%	50%
8B	55%	67%	28B	55%	67%	48B	55%	67%
9B	55%	83%	29B	55%	83%	49B	55%	83%
10B	55%	100%	30B	55%	100%	50B	55%	100%
11B	64%	33%	31B	64%	33%	51B	64%	33%
12B	64%	50%	32B	64%	50%	52B	64%	50%
13B	64%	67%	33B	64%	67%	53B	64%	67%
14B	64%	83%	34B	64%	83%	54B	64%	83%

15B	64%	100%	35B	64%	100%	55B	64%	100%
16B	73%	33%	36B	73%	33%	56B	73%	33%
17B	73%	50%	37B	73%	50%	57B	73%	50%
18B	73%	67%	38B	73%	67%	58B	73%	67%
19B	73%	83%	39B	73%	83%	59B	73%	83%
20B	73%	100%	40B	73%	100%	60B	73%	100%

TABELLA 8: PARAMETRI DI PROCESSO USATI NELLA SECONDA CAMPAGNA PROVE

5.3.3. Terza campagna prove

Infine si sono costruiti 60 scan utilizzando gli stessi parametri di processo della seconda campagna prove, ma questa volta utilizzando come gas protettivo l'argon al posto dell'azoto (Tabella 9).

Powder feeder 38%			Powder feeder 50%			Powder feeder 63%		
Numero scan	Potenza	Velocità scansione	Numero scan	Potenza	Velocità scansione	Numero scan	Potenza	Velocità scansione
1C	45%	33%	21C	45%	33%	41C	45%	33%
2C	45%	50%	22C	45%	50%	42C	45%	50%
3C	45%	67%	23C	45%	67%	43C	45%	67%
4C	45%	83%	24C	45%	83%	44C	45%	83%
5C	45%	100%	25C	45%	100%	45C	45%	100%
6C	55%	33%	26C	55%	33%	46C	55%	33%
7C	55%	50%	27C	55%	50%	47C	55%	50%
8C	55%	67%	28C	55%	67%	48C	55%	67%
9C	55%	83%	29C	55%	83%	49C	55%	83%
10C	55%	100%	30C	55%	100%	50C	55%	100%
11C	64%	33%	31C	64%	33%	51C	64%	33%
12C	64%	50%	32C	64%	50%	52C	64%	50%
13C	64%	67%	33C	64%	67%	53C	64%	67%
14C	64%	83%	34C	64%	83%	54C	64%	83%
15C	64%	100%	35C	64%	100%	55C	64%	100%
16C	73%	33%	36C	73%	33%	56C	73%	33%
17C	73%	50%	37C	73%	50%	57C	73%	50%
18C	73%	67%	38C	73%	67%	58C	73%	67%
19C	73%	83%	39C	73%	83%	59C	73%	83%
20C	73%	100%	40C	73%	100%	60C	73%	100%

TABELLA 9: PARAMETRI DI PROCESSO USATI NELLA TERZA CAMPAGNA PROVE.

5.4. Caratterizzazione

5.4.1. Caratterizzazione on top

Come analisi preliminare si sono raccolte delle immagini on top tramite lo stereomicroscopio Leica EZ4W (Figura 32), al fine di valutare la regolarità morfologica degli scan. Lo

stereomicroscopio è in grado di fornire un'immagine tridimensionale del campione mediante l'utilizzo di due microscopi distinti, che formano tra loro un certo angolo.

FIGURA 32: IMMAGINE RAFFIGURANTE LO STEREOMICROSCOPIO LEICA EZ4W USATO PER LE ANALISI ON TOP[36].

5.4.2. Caratterizzazione microstrutturale

Al fine di analizzare la microstruttura gli scan sono stati tagliati lungo il piano XZ e inglobati a caldo con una resina acrilica prodotta da Presi in campioni del diametro di 30 mm tramite la pressa inglobatrice Remet IPA 30 (Figura 33), mentre i campioni di polvere sono stati inglobati a freddo usando la resina Technovit 4000. Sia i campioni di polveri che i single scan sono stati lucidati fino a 1 μm e successivamente attaccati chimicamente per immersione di 10 secondi nella soluzione Keller (HNO_3, HCl, HF).

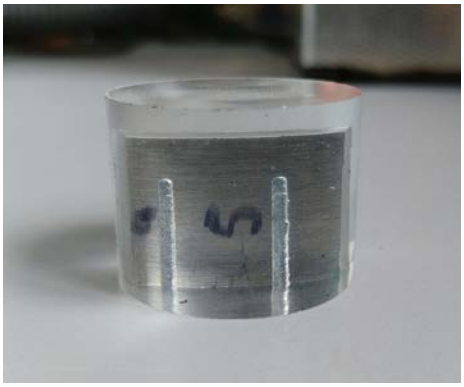


FIGURA 33: ESEMPIO DI UN PROVINO INGLOBATO A CALDO MEDIANTE LA PRESSA INGLOBATRICE REMET IPA 30.

Per analizzare i campioni sono stati usati i seguenti microscopi:

- Microscopio Ottico Leica DMI 5000 (Figura 34 a sinistra), per analizzare i single scan e le polveri in cross section, per misurare le dimensioni geometriche della melt pool e la microstruttura dopo l'attacco chimico.

- Microscopio elettronico a scansione (SEM) Phenom XL (Figura 34 a destra) integrato con il sistema a spettroscopia EDS, per analizzare la granulometria della polvere e la composizione sia della polvere che degli scan. Il SEM non utilizza come sorgente la luce come avviene nel microscopio ottico ma sfrutta come strumento di analisi un fascio elettronico. Questo gli consente di avere un potere risolutivo molto più elevato data la minor lunghezza d'onda degli elettroni rispetto ai fotoni. Inoltre il SEM possiede anche una maggior profondità di campo, consentendo di ottenere ottime immagini anche per campioni non perfettamente planari, come nel caso delle particelle di polvere.

FIGURA 34: A SINISTRA MICROSCOPIO OTTICO LEICA DMI 5000, A DESTRA SEM PHENOM XL.

5.4.3. Diffrattometria a raggi X

La diffrazione a raggi X (XRD) è stata utilizzata per analizzare le polveri nuove usando il sistema PANalytical Xpert[3] in configurazione Bragg Brentano con 40 kV e 40 mA (tra 20° e 100°). Tramite l'analisi a raggi X è possibile definire e quantificare le fasi cristalline presenti in un materiale. Inviando degli elettroni accelerati con un'opportuna differenza di potenziale su un materiale target, vengono emessi dei raggi X caratteristici, che sono poi collimati e inviati sul provino da analizzare. L'interazione dei raggi X con il materiale produce un'interferenza costruttiva quando viene soddisfatta la legge di Bragg. La radiazione X emessa dal materiale viene quindi raccolta da un detector e si ottiene uno spettro di diffrazione dal quale è possibile ricavare le fasi cristalline presenti nel materiale.

5.4.4. Caratterizzazione delle polveri

Al fine di caratterizzare il comportamento delle polveri nuove e residue sono state effettuate prove di hall flow per valutare la scorrevolezza e di tap density per valutarne l'impaccamento. La misura della flowability è stata svolta con un Hall Flowameter, prendendo 50g di polvere e misurando il tempo di deflusso (ASTM B B213 17). La tap density è invece stata effettuata riempendo un cilindro cavo di 25 cm^3 di polvere, misurandone il peso e successivamente ponendo il cilindretto su una piastra vibrante per alcuni secondi in modo da compattare la polvere; si è poi provveduto ad aggiungere altra polvere in modo da riempire nuovamente il

cilindro e a misurarne il peso. Tale processo è stato iterato per due volte e il peso finale misurato è stato considerato per calcolare la ρ_{tapped} nell'equazione 6 e 7. Entrambe le misure sono state ripetute tre volte per ogni campione di polvere. Il picnometro Quantachrome Ultrapyc® 1200e / micro-Ultrapyc 1200e è invece stato utilizzato sulle polveri nuove per valutarne la densità.

6. Risultati e discussione

I risultati sono stati divisi in due sezioni, la prima riguardante le attività sperimentali condotte sulle analisi svolte sui provini prodotti per DED e la seconda parte sulla polvere di alluminio F357.

6.1. Campioni

6.1.1. Prima campagna prove

I single scan della prima campagna prove sono stati inizialmente analizzati on top mediante lo stereomicroscopio Leica EZ4W. Per ognuno dei parametri analizzati è stata raccolta un'immagine a 8 X nella zona centrale dello scan, poiché nella fase iniziale della deposizione il flusso di polvere potrebbe non essere così stabile, in modo da confrontare la regolarità della traccia. Nella Tabella 10 possiamo vedere gli scan ottenuti impostando il 63% della velocità del powder feeder, con potenza del laser crescente da sinistra verso destra e velocità di scansione crescente dall'alto verso il basso. La portata del gas di trasporto delle polveri è stata impostata al 100%.

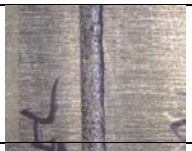
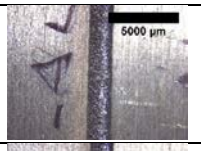
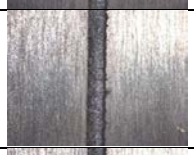
v/P	64%	73%	82%	91%	100%
33%					
42%					
50%					
58%					
67%					

TABELLA 10: IMMAGINI ALLO STEREOMICROSCOPIO DEI CAMPIONI CON IL POWDER FEEDER AL 63 % DI VELOCITÀ.

I single scan con il powder feeder impostato al 63% mostrano un'elevata regolarità morfologica al variare dei parametri di processo, con una larghezza media misurata tramite software di immagine dalle foto on top compresa tra 1300 e 1600 µm.

Analizzando poi i provini ottenuti con l'81% (Tabella 11) e il 100% (Tabella 12) di velocità delle polveri è possibile notare come ci siano alcuni scan con una morfologia piuttosto irregolare. In particolare si può vedere come la forma di questi provini, ad esempio quelli realizzati con l'82% di potenza in Tabella 11, sia deviata verso destra con una larghezza dello scan che supera anche i 3000 µm in alcuni punti. Questa particolare morfologia non segue come si può vedere un comportamento lineare con la potenza del laser o con la velocità di scansione della testa di deposizione; si è anzi notato che gli scan con minor regolarità strutturale erano collocati nella medesima posizione sulla piastra di piastra di deposizione, facendo presupporre la presenza di un flusso polveri non totalmente omogeneo. Ed effettivamente da un successivo controllo sulla testa di deposizione si è osservato che uno degli ugelli era ostruito e pertanto il flusso di polveri non arrivava in maniera uniforme da tutti e quattro gli ugelli.

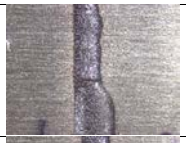
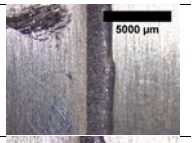
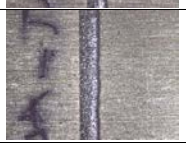
v/P	64%	73%	82%	91%	100%
33%					
42%					
50%					
58%					
67%					

TABELLA 11: IMMAGINI ALLO STEREOMICROSCOPIO DEI CAMPIONI CON IL POWDER FEEDER ALL'81% DELLA VELOCITÀ DI ROTAZIONE.

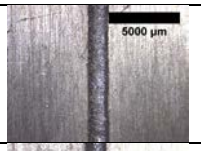
v/P	64%	73%	82%	91%	100%
33%					
42%					
50%					
58%					
67%					

TABELLA 12: IMMAGINI ALLO STEREOMICROSCOPIO DEI CAMPIONI CON IL POWDER FEEDER AL 100% DELLA VELOCITÀ DI ROTAZIONE.

Per valutare più a fondo l'effetto dei parametri di processo sui single scan, questi sono stati tagliati in sezione, inglobati nella resina acrilica e lucidati con le carte in SiC con granulometria 600, 800, 1200, 2400, 4000 e con le paste diamantate di 3 µm e 1 µm. In seguito sono stati osservati al microscopio ottico. In Tabella 13 sono riportate le immagini in cross section dei campioni prodotti con velocità di rotazione del powder feeder del 63%, la potenza aumenta dall'alto verso il basso, mentre la velocità di scansione aumenta da sinistra a destra. Come si può notare dalle immagini la porosità dei campioni risulta elevata per tutti i set di parametri, mentre la forma e la dimensione della pozza di fusione non sembra seguire un trend dipendente dai parametri di processo. È importante sottolineare che le porosità hanno una forma mediamente sferica e sono probabilmente dovute a gas intrappolato nella pozza di fusione durante il processo costruttivo.

In Tabella 14 sono invece riportate le immagini in cross section di alcuni dei provini costruiti con velocità di rotazione del powder feeder del 100%: gli scan con il 64% e l'82% di potenza presentano una forma abbastanza regolare, sebbene la profondità di penetrazione risulti scarsa e la porosità sia piuttosto elevata. I provini prodotti con il 91% di potenza presentano una forma particolare che verrà analizzata in seguito.

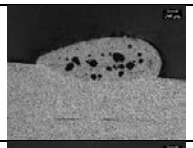
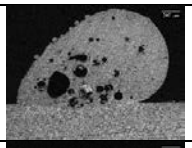
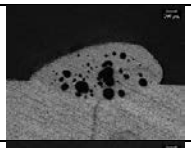
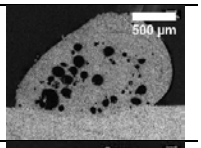
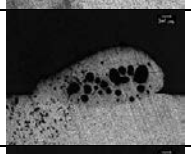
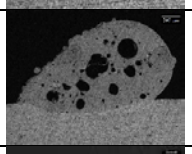
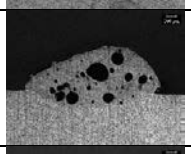
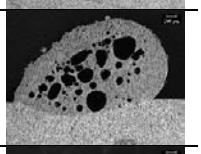
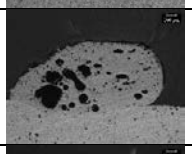
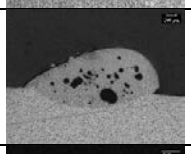
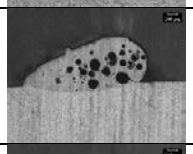
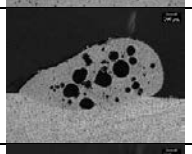
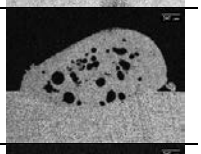
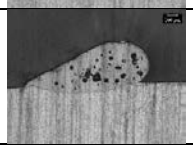
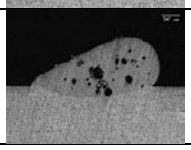
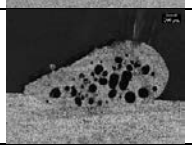
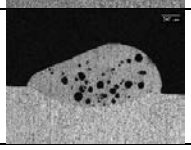
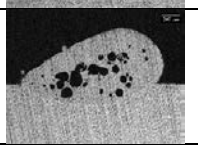
v/P	64%	73%	82%	91%	100%
33%					
42%					
50%					
58%					
67%					

TABELLA 13: IMMAGINI AL MICROSCOPIO OTTICO A 50 X DEI SINGLE SCAN PRODOTTI CON VELOCITÀ DI ROTAZIONE DEL POWDER FEEDER DEL 63%.

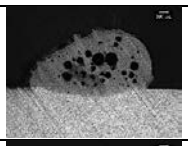
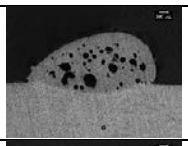
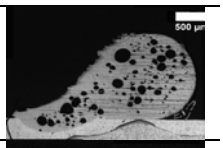
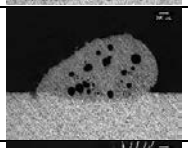
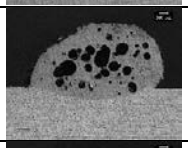
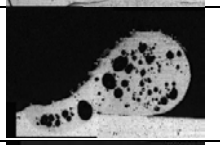
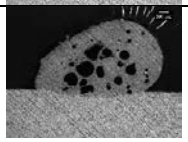
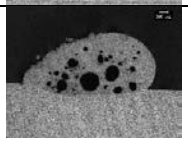
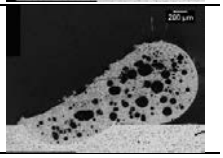
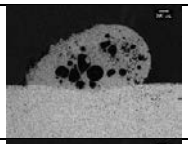
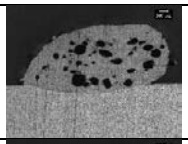
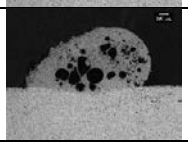
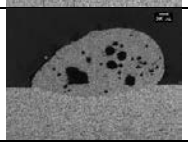
v/P	64%	82%	91%
33%			
42%			
50%			
58%			
67%			

TABELLA 14: IMMAGINI AL MICROSCOPIO OTTICO A 50 X DEI SINGLE SCAN PRODOTTI CON VELOCITÀ DI ROTAZIONE DEL POWDER FEEDER DEL 100%.

In Figura 35 vengono mostrati più in dettaglio due campioni rappresentativi delle due categorie che erano emerse dalle analisi on top e in cross section:

- Campione a) 64% potenza, 42% di velocità di scansione e 63% di velocità del powder feeder, che presentava una morfologia superficiale molto regolare;
- Campione b) 91% di potenza, 58% di velocità di scansione e 100% di velocità del powder feeder, che esibiva una forma deviata lateralmente.

Il campione a) presenta una scarsa penetrazione della melt pool nel substrato, una porosità calcolata tramite analisi d'immagine del 13,4% e una morfologia regolare ma con una certa deviazione verso destra. Il campione b) invece presenta una buona penetrazione nel substrato nella parte sinistra mentre nella parte destra il substrato sembra non aver partecipato alla formazione della melt pool; la porosità risulta ancora superiore al campione a) e pari al 19,6%.

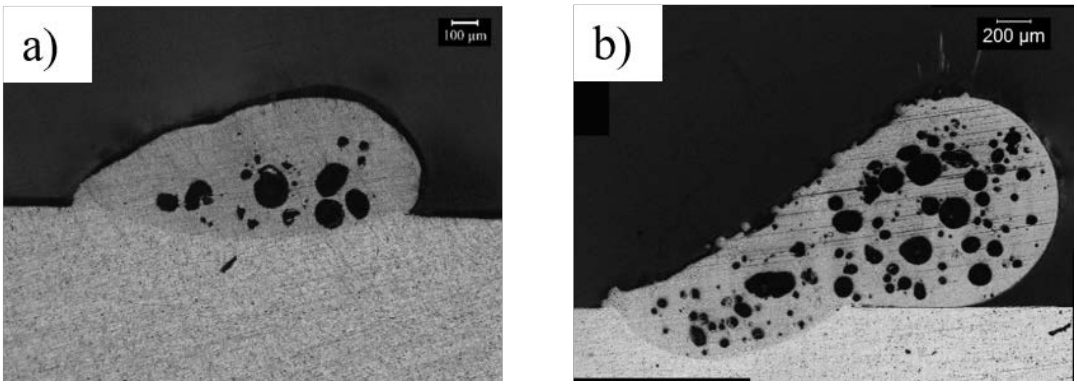


FIGURA 35: IMMAGINI 50 X DEL MICROSCOPIO OTTICO: A) 64% POTENZA, 42% DI VELOCITÀ DI SCANSIONE E 63% DI VELOCITÀ DEL POWDER FEEDER, B) 91% DI POTENZA, 50% DI VELOCITÀ DI SCANSIONE E 100% DI VELOCITÀ DEL POWDER FEEDER.

In Figura 36 si possono vedere delle immagini a più alto ingrandimento (500 X), di un campione con la medesima morfologia di quello illustrato in Figura 35 b). Nell'immagine a) è visualizzata la porzione di sinistra del single scan dove vi è stata la fusione del substrato che ha portato a una crescita colonnare delle dendriti perpendicolarmente all'interfaccia solido-liquido. Nell'immagine b) invece è indicata la regione di destra del provino, dove non ci è stata la fusione del substrato e il materiale fuso non è penetrato all'interno della piastra di deposizione; in questa zona possiamo notare la microstruttura molto più fine ed equiassica rispetto al caso precedente, dovuta al raffreddamento più rapido del materiale.

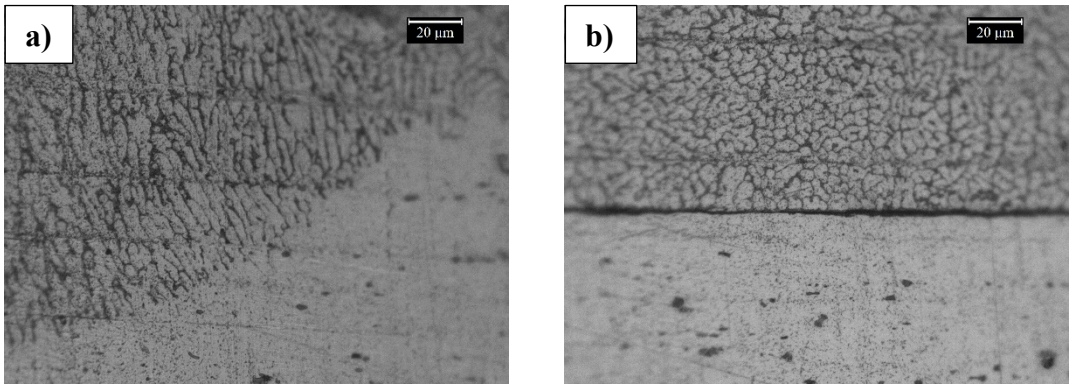


FIGURA 36: IMMAGINI A 500 X AL MICROSCOPIO OTTICO DI DUE DIVERSE ZONE DI INTERFACCIA CON IL SUBSTRATO DEL SINGLE SCAN COSTRUITO CON 91% DI POTENZA, 33% DI VELOCITÀ DI SCANSIONE E 100% DI VELOCITÀ DEL POWDER FEEDER.

6.1.2. Seconda campagna prove

Come già discusso nel paragrafo 5.3.2, per la seconda campagna prove sono stati variati i parametri di processo per cercare di ottenere una geometria più regolare del deposito di polvere e ridurre la porosità interna. In particolare, durante la fase di stoccaggio e movimentazione, l'umidità presente nell'aria potrebbe essere venuta a contatto con le polveri, causando una diminuzione della flowability e impedendo la formazione di un deposito omogeneo [37]. Per questo motivo le polveri sono state pretrattate termicamente per 24 ore a 50°C, al fine di rimuovere la possibile umidità presente e favorire la scorrevolezza delle particelle. Inoltre si è scelto di diminuire la portata del gas di trasporto dal 100%, valore che era stato già usato con successo per depositare polvere di acciaio AISI 316L, al 60%, considerando il peso molto più ridotto delle particelle di Al rispetto a quelle di acciaio. Inoltre data la bassa viscosità dell'Al allo stato liquido nella melt pool, il materiale in via di solidificazione poteva essere destabilizzato da una portata eccessiva del gas di trasporto. Anche per quanto riguarda la velocità di rotazione del powder feeder si è deciso di ridurre la velocità dal 63-81-100% al 38-50-63%, poiché vista la scarsa penetrazione dei single scan all'interno del substrato, si è ipotizzato che una parte della potenza del fascio laser fosse assorbito dall'eccessiva quantità di polvere in uscita dagli ugelli e che quindi non fosse presente abbastanza potenza tale da garantire una sufficiente fusione del substrato. Infine si è scelto di ridurre la potenza applicata e di utilizzare velocità di scansione anche più elevate in modo da ridurre le irregolarità, grazie anche a tempi di costruzione più rapidi.

Dall'analisi di questi provini on top si è osservato che tutti i campioni presentavano un'ottima uniformità lungo tutto il percorso della traccia e la morfologia superficiale risultava più simmetrica rispetto al caso precedente. In Figura 37 è possibile vedere l'immagine on top di un campione costruito con i seguenti parametri: 50% della velocità del powder feeder, 73% di potenza e 83% di scanning speed.

FIGURA 37: IMMAGINE ON TOP 8 X ALLO STEREOMICROSCOPIO DEL SINGLE SCAN CON 50% DI VELOCITÀ DEL POWDER FEEDER, 73% DI POTENZA E 83% DI VELOCITÀ DI SCANSIONE.

Successivamente anche gli scan della seconda campagna prove sono stati troncati, lucidati e osservati in cross section al microscopio ottico. I risultati sono visibili in Tabella 15 (powder feeder al 38%), Tabella 16 (powder feeder al 50%) e Tabella 17 (powder feeder al 63%).

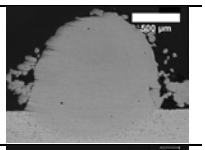
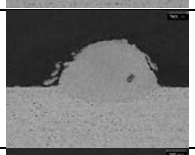
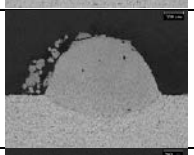
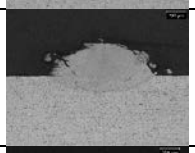
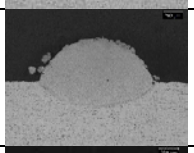
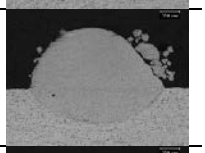
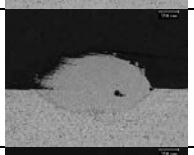
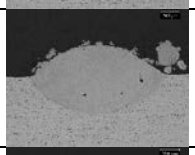
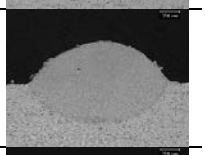
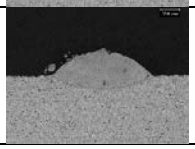
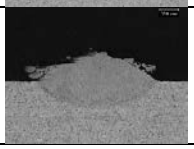
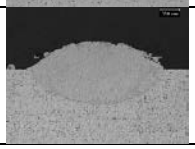
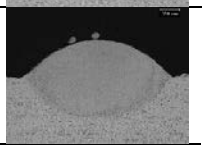
v/P	45%	55%	64%	73%
33%				
50%				
67%				
83%				
100%				

TABELLA 15: IMMAGINI 50 X AL MICROSCOPIO OTTICO DEGLI SCAN CON POWDER FEEDER AL 38% DELLA VELOCITÀ DI ROTAZIONE.

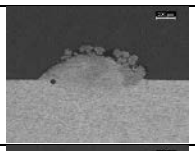
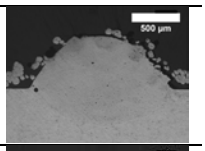
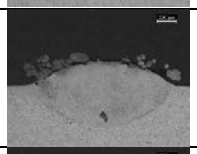
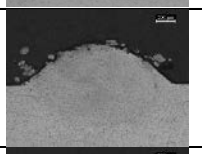
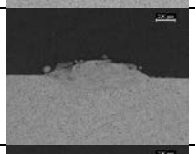
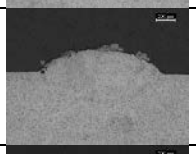
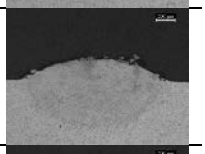
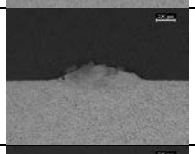
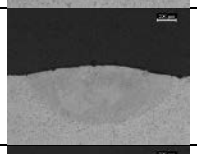
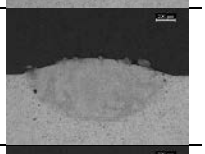
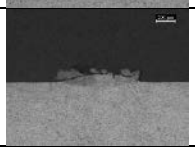
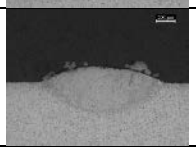
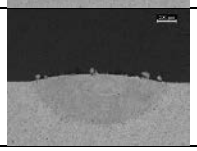
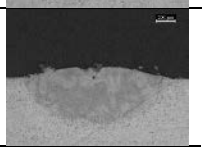
v/P	45%	55%	64%	73%
33%				
50%				
67%				
83%				
100%				

TABELLA 16: IMMAGINI AL MICROSCOPIO OTTICO A 50 X DEGLI SCAN CON IL 50% DI VELOCITÀ DI ROTAZIONE DEL POWDER FEEDER.

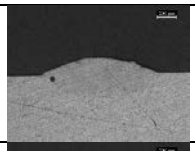
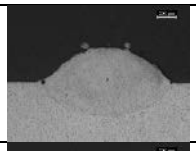
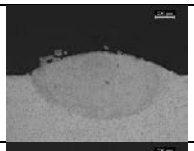
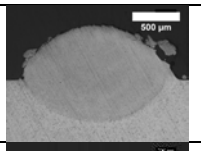
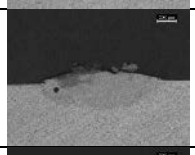
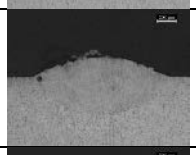
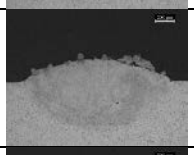
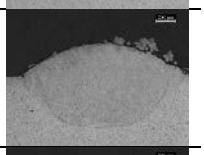
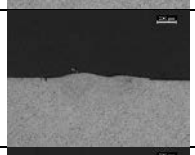
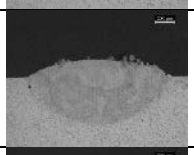
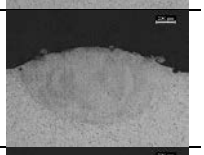
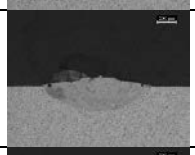
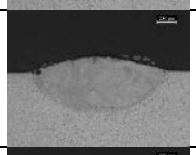
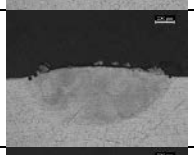
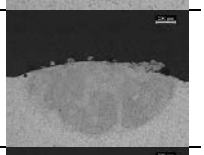
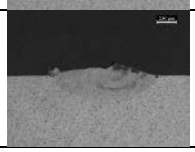
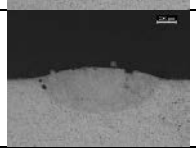
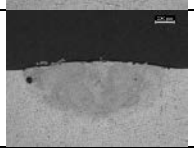
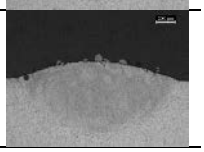
v/P	45%	55%	64%	73%
33%				
50%				
67%				
83%				
100%				

TABELLA 17: IMMAGINI AL MICROSCOPIO OTTICO A 50 X DEGLI SCAN CON IL 63% DI VELOCITÀ DI ROTAZIONE DEL POWDER FEEDER.

Com'è possibile vedere dalle immagini i provini prodotti nella seconda campagna prove presentano una melt pool di forma regolare e una buona penetrazione degli scan nel substrato, sebbene si possa notare la presenza, alle velocità di scansione più basse, di particelle in superficie, non inglobate all'interno della melt pool e che contribuiscono a un aumento della rugosità superficiale. In particolare si è deciso di effettuare delle misurazioni delle immagini dei provini realizzati con velocità del powder feeder al 50% di velocità, poiché presentavano una maggior stabilità dimensionale.

Per prima cosa si è misurato il livello di porosità in percentuale dei campioni, ricavato tramite Image J (Tabella 18) e i risultati sono stati confrontati in funzione del LED (*Linear Energy Density*), definito come il rapporto tra la potenza e la velocità di scansione (equazione 5).

$$\boldsymbol{LED} = \frac{\boldsymbol{P}}{\boldsymbol{v}} \left[\frac{\boldsymbol{J}}{\boldsymbol{mm}}\right] \tag{5}$$

Potenza	Velocità scansione	Porosità	Potenza	Velocità scansione	Porosità
45%	33%	0.581	64%	33%	0.040
	50%	0.000		50%	0.151
	67%	0.187		67%	0.302
	83%	0.439		83%	0.034
	100%	0.655		100%	0.055
55%	33%	0.003	73%	33%	0.083
	50%	0.077		50%	0.125
	67%	0.242		67%	0.065
	83%	0.158		83%	0.189
	100%	0.081		100%	0.128

TABELLA 18: VALORI DI POROSITÀ DEI SINGLE SCAN CON VELOCITÀ DI ROTAZIONE DEL POWDER FEEDER DEL 50%.

In Figura 38 è possibile vedere come la porosità risulti estremamente inferiore rispetto ai provini della prima campagna prove, in cui era superiore al 10%, e presenti il valore massimo dello 0,7%. Fatta esclusione per il grafico con il 45% di potenza che presenta un comportamento anomalo, per gli altri set di potenze possiamo notare un aumento della porosità al crescere del LED fino a registrare un massimo attorno allo 0,75-0,88 J/mm, per poi decrescere all'aumentare del LED e al diminuire quindi della velocità di scansione. Com'è possibile vedere dalle immagini in cross section, si nota spesso la presenza di un poro sferico nella parte sinistra in corrispondenza del confine con la piattaforma, che potrebbe essere dovuto al processo e per questo motivo l'andamento dei grafici potrebbe non risultare così chiaro.

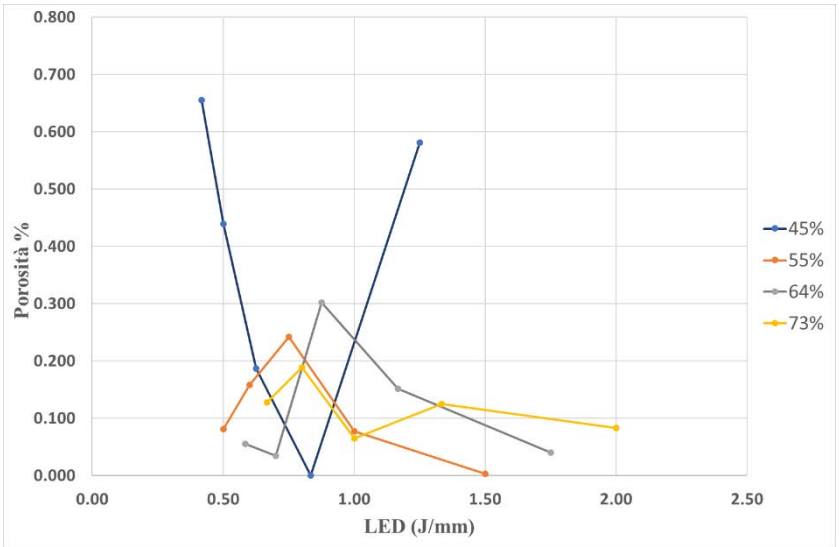


FIGURA 38: GRAFICO POROSITÀ% IN FUNZIONE DEL LED PER SINGLE SCAN CON IL 50% DEL POWDER FEEDER, PER POTENZE DEL 45%, 55%, 64% E 73%.

Le dimensioni della pozza di fusione sono state analizzate secondo i parametri presentati in Figura 39 dove W (width) indica la larghezza della traccia depositata, G (growth) la crescita dello scan, H (height) indica l'altezza complessiva e D (depth) indica la profondità di penetrazione all'interno del supporto. Sono inoltre stati misurati gli angoli formati tra la piattaforma e la superficie esterna dello scan e l'area totale della melt pool.

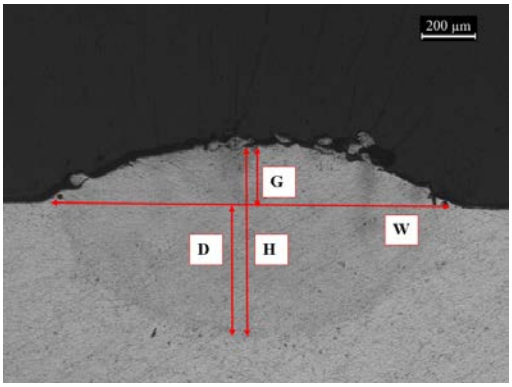


FIGURA 39: PARAMETRI GEOMETRICI DELLA MELT POOL.

Nei grafici sottostanti sono stati riportati i risultati delle varie misure condotte con Image J:

- Nel grafico in Figura 40 viene riportata l'area in funzione del LED; come si può vedere essa aumenta all'aumentare del LED e generalmente aumenta anche al crescere della potenza.
- Nel grafico in Figura 41 possiamo vedere l'andamento di H in funzione del LED per i vari valori di potenza del fascio laser; l'altezza presenta una crescita pressoché lineare

all'aumentare del LED e contemporaneamente presenta valori più elevati all'aumentare della potenza applicata.

- Nel grafico in Figura 42 è riportata la variazione di W in funzione del LED; l'andamento risulta simile a quello trovato per l'altezza, con una crescita all'aumentare della potenza applicata ma in questo caso si ha una minore sensibilità alla variazione del LED, fatta eccezione per il grafico con il 45% di potenza che presenta un netto calo di W per valori del LED inferiori a 0,5 J/mm.
- Nel grafico in Figura 43 invece viene mostrato G in funzione della velocità di scansione: la crescita diminuisce all'aumentare della velocità di scansione e aumenta al crescere della potenza applicata.
- Infine in nel grafico in Figura 44 viene plottata la profondità di penetrazione della pozza di fusione in funzione della velocità di scansione; la D aumenta al crescere della potenza applicata, ma rimane abbastanza costante al variare della velocità di scansione, con comportamenti diversi a seconda della potenza applicata.

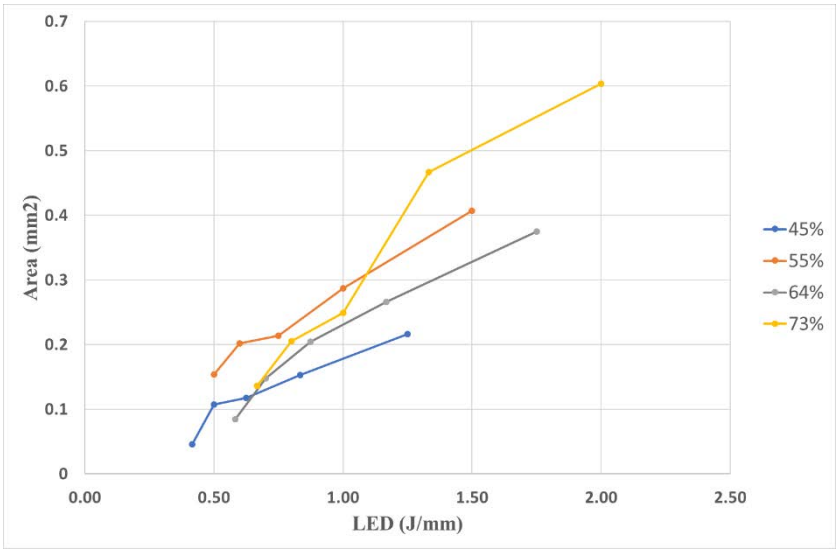


FIGURA 40: AREA POZZA DI FUSIONE IN FUNZIONE DEL LED.

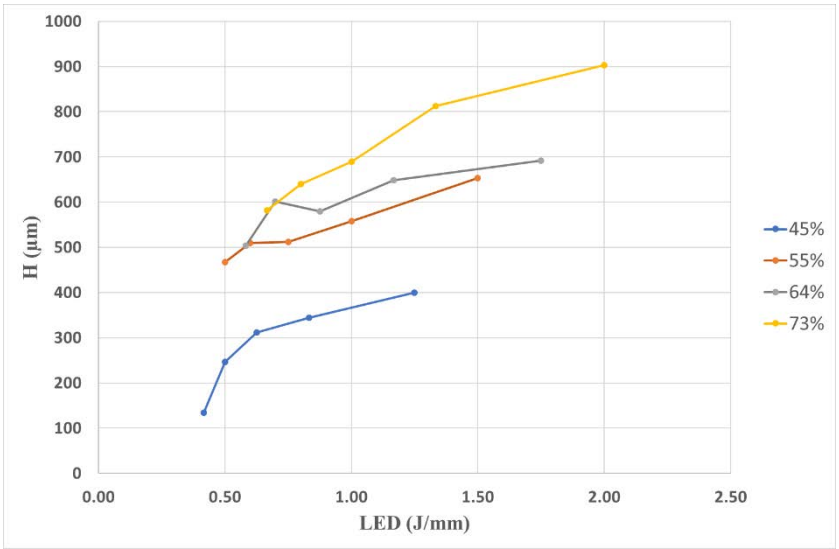


FIGURA 41: MISURA DELL'ALTEZZA DEGLI SCAN IN FUNZIONE DEL LED.

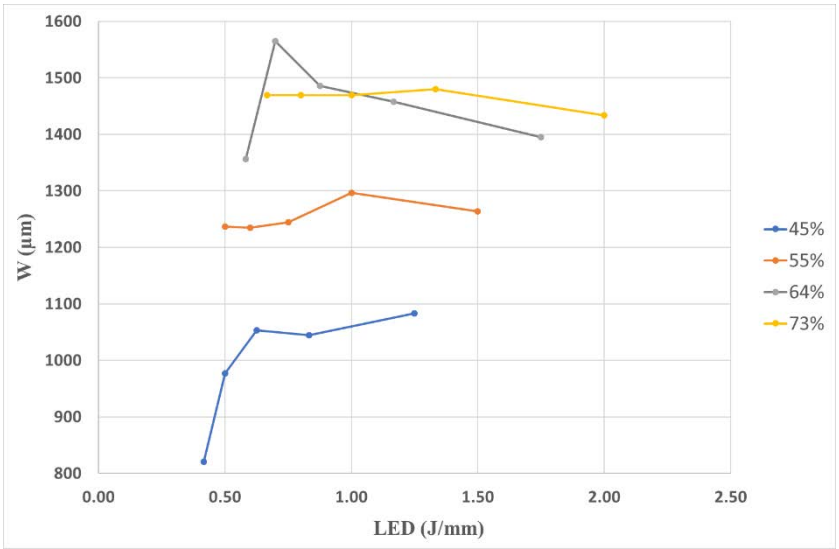


FIGURA 42: MISURA DELLA LARGHEZZA DEGLI SCAN IN FUNZIONE DEL LED.

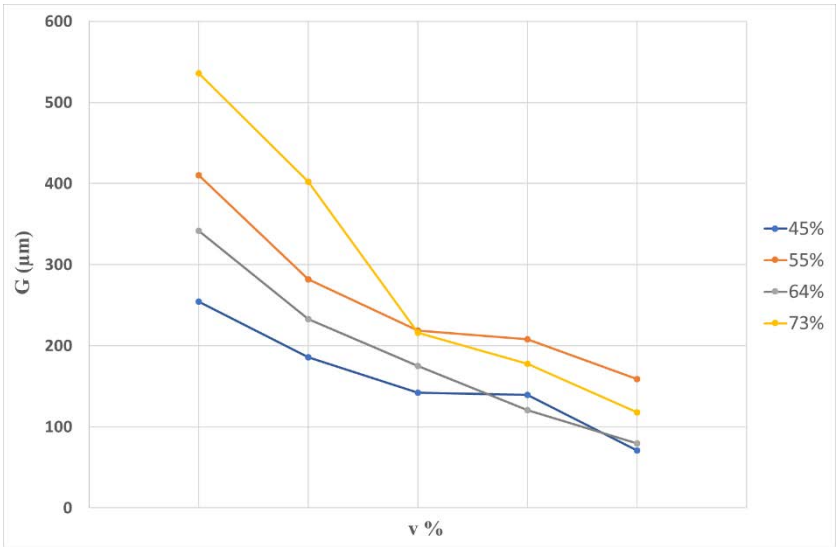


FIGURA 43: CRESCITA DEGLI SCAN IN FUNZIONE DELLA VELOCITÀ DI SCANSIONE.

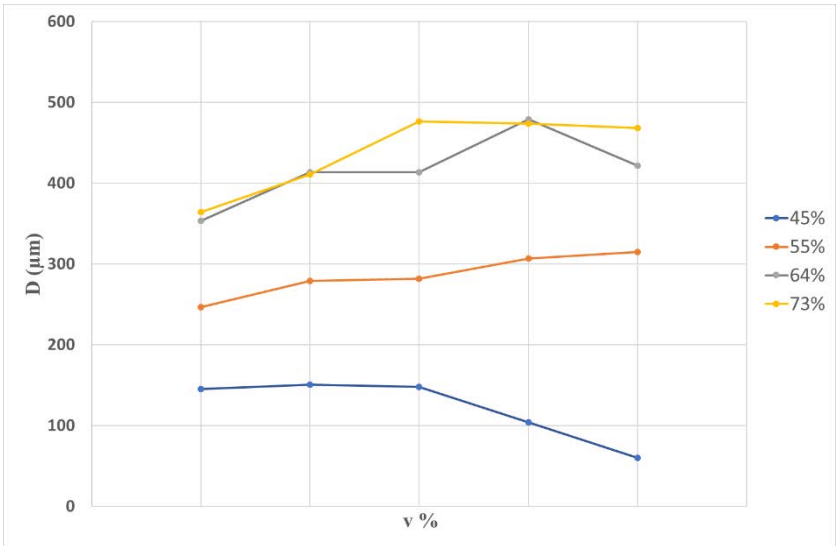


FIGURA 44: PROFONDITÀ DI PENETRAZIONE DEGLI SCAN IN FUNZIONE DELLA VELOCITÀ DI SCANSIONE.

Da queste misure geometriche è stato inoltre valutata la *powder efficiency* tramite l'equazione (1), dove A_c è stata approssimata come l'area della semiellisse con semiasse maggiore W/2 e semiasse minore la crescita G dello scan. Com'è possibile notare in Figura 45 la *powder efficiency* aumenta al crescere delle potenze applicate, mentre non mostra un trend al variare della velocità; i valori risultano compresi tra l'1,7% e l'8,8. Questi valori di efficienza risultano particolarmente bassi, anche se non sono presenti risultati in letteratura per polveri in lega di alluminio con i quali effettuare una comparazione, ed evidenziano l'importanza dello studio effettuato al fine di valutare il riutilizzo per un nuovo processo DED della polvere che non è stata usata per la costruzione del componente.

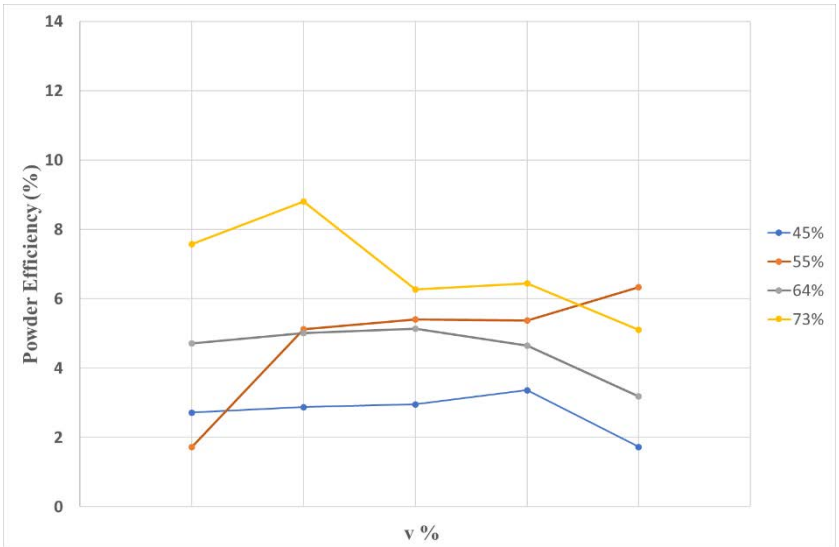


FIGURA 45: POWDER EFFICIENCY IN FUNZIONE DELLA VELOCITÀ % DI SCANSIONE PER I DIFFERENTI VALORI DI POTENZA.

Infine, dopo aver condotto l'attacco chimico con la soluzione Keller per 10 secondi, si è analizzata la microstruttura dei campioni con il 50% di velocità di rotazione del powder feeder. In Figura 46 e in Figura 47 sono riportate delle immagini al microscopio ottico dello scan prodotto con i seguenti parametri: potenza 73% e velocità di scansione 100%. Come si può vedere in figura a) lo scan risulta avere una buona densità, con una minima presenza di porosità. In figura b) possiamo vedere la zona esterna dello scan, a contatto con l'atmosfera ed è possibile notare una microstruttura molto fine, dovuta all'elevato scambio termico. In figura c) invece si può vedere come all'interfaccia tra il substrato e la melt pool vi sia una crescita dendritica colonnare dovuta alla presenza della piattaforma che ha un effetto molto importante sulla direzione del flusso del calore. Le dendriti si sviluppano tramite la medesima orientazione cristallografica del supporto, dovuto alla crescita epitassiale, mediante la quale il substrato agisce come un seme di nucleazione per la crescita colonnare del materiale soprastante [38]. Infine in figura d) è possibile vedere come nella parte centrale della melt pool vi sia la presenza di una microstruttura sempre estremamente fine, ma con un'alternanza di zone a microstruttura più fine e zone più grossolane. Questo comportamento, visibile già nell'immagine a) con ingrandimento 50 X può essere dovuto alla presenza di flussi di calore durante la fusione, imputabili a gradienti di tensione superficiale (effetto Marangoni).

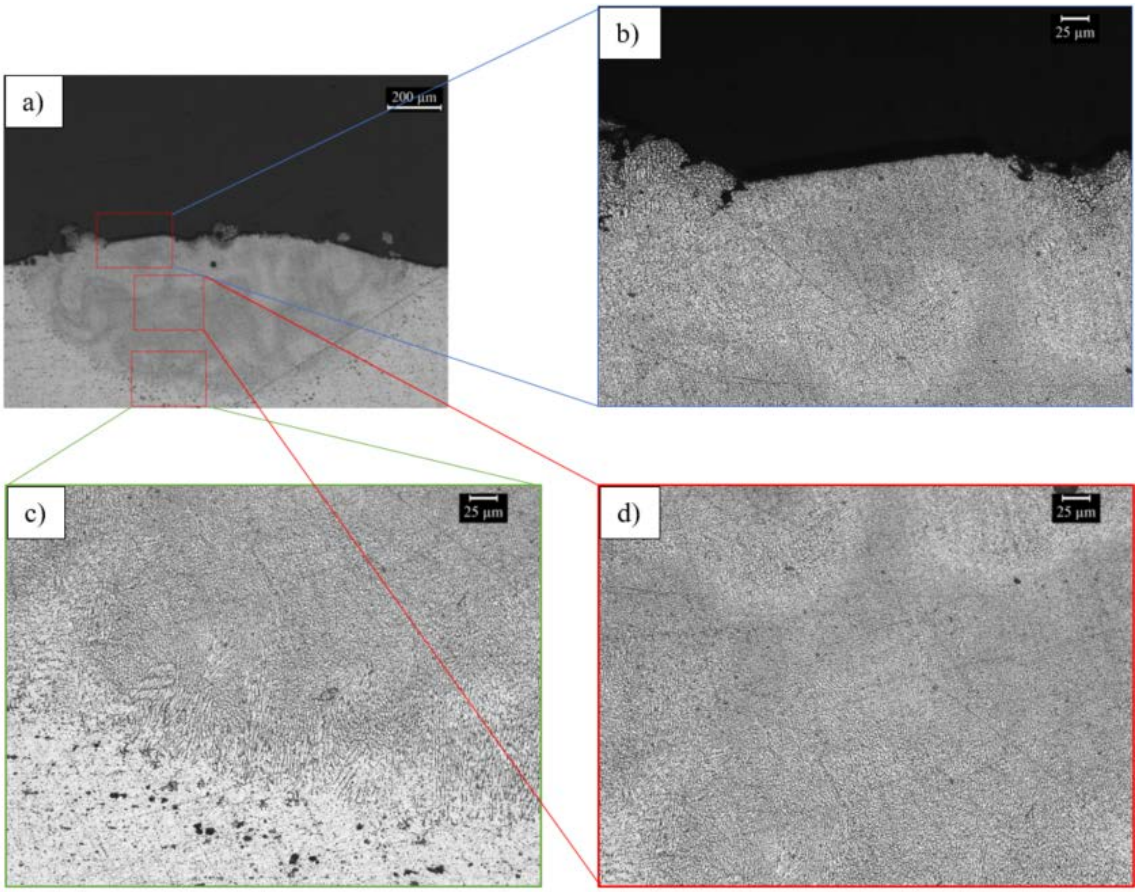


FIGURA 46: A) IMMAGINE A 50 X DELLO SCAN CON POTENZA AL 73%, VELOCITÀ SCANSIONE AL 100% E VELOCITÀ DI ROTAZIONE DEL POWDER FEEDER AL 50%; B), C), D) INGRANDIMENTI A 200 X DI DIFFERENTI AREE DELLA POZZA DI FUSIONE.

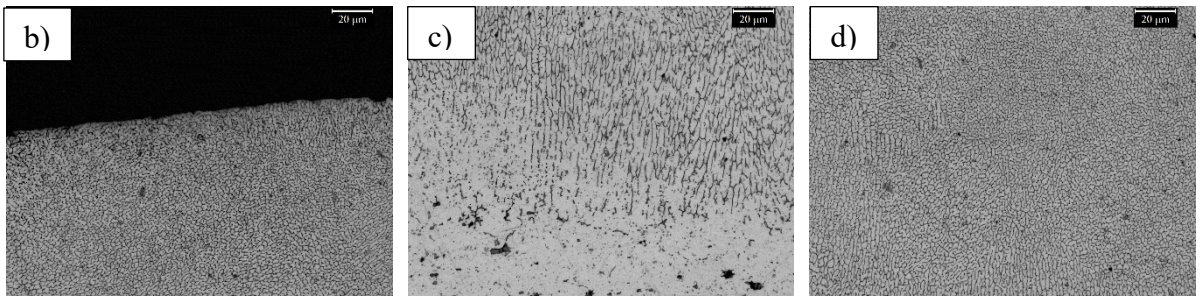


FIGURA 47: INGRANDIMENTI A 500 X, B) PARTE ESTERNA DELLA MELT POOL, C) INTERFACCIA CON IL SUPPORTO E D) CENTRO DELLA MELT POOL.

Al fine di investigare se a questa variazione microstrutturale all'interno della pozza di fusione corrispondesse anche una variazione chimica, sono state condotte delle analisi composizionali mediante l'EDS integrato nel SEM. In particolare sono state effettuate due linee di scansione perpendicolari come si può vedere in Figura 48.

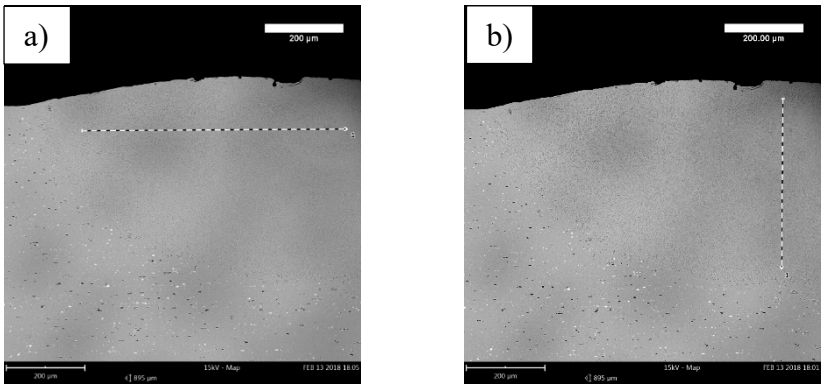


FIGURA 48: PERCORSO DI ANALISI EDS USATO PER VERIFICARE LA COMPOSIZIONE DEI SINGLE SCAN.

Nelle analisi si è osservata la variazione composizionale lungo la linea di scansione dei principali elementi contenuti all'interno della lega F357 ovvero Al, Si e Mg. In Figura 49 possiamo vedere l'andamento dei tre elementi relativo alla linea di scansione illustrata in Figura 48 a), mentre in Figura 50 quello relativo alla scansione verticale visibile in Figura 48 b). Dalle analisi in Figura 49 è possibile vedere come la percentuale dell'alluminio lungo la scansione risulti costante con una media del 97,4% in peso. Il contenuto di Si risulta invece distribuito non omogeneamente, con una concentrazione molto bassa all'inizio e con dei picchi del 6% nella zona centrale della melt pool. Complessivamente il contenuto medio di Si risulta essere dello 0,4% in peso, un valore estremamente più basso del 6,5-7,5% fornito dalla scheda tecnica della polvere, questo potrebbe essere dovuto all'influenza del substrato in Al 5083 che possiede un contenuto medio di Si dello 0,4%. Una considerazione simile può essere fatta anche per il Mg, che sebbene risulti distribuito più omogeneamente all'interno della pozza di fusione, si è registrata una percentuale in peso del 2,2%, superiore allo 0,45-0,7% della polvere, ma inferiore al 4-4,9% contenuto all'interno del supporto.

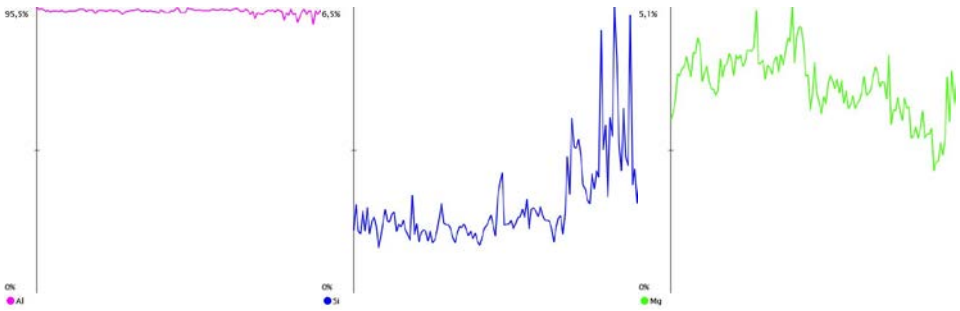


FIGURA 49: CONCENTRAZIONE DI AL, SI E MG LUNGO LA LINEA ORIZZONTALE DELL'ANALISI EDS.

Risultati analoghi si sono ottenuti per la scansione verticale Figura 50 con un contenuto di Al costante lungo la linea di analisi, una concentrazione di Si non uniforme, con dei picchi nella zona centrale della melt pool e un abbassamento muovendosi in direzione del supporto e la concentrazione di Mg relativamente costante e in leggero aumento verso il substrato. Le

concentrazioni in peso rilevate sono del 97,3% per l'Al, del 2,2% per il Mg e dello 0,5% per il Si.

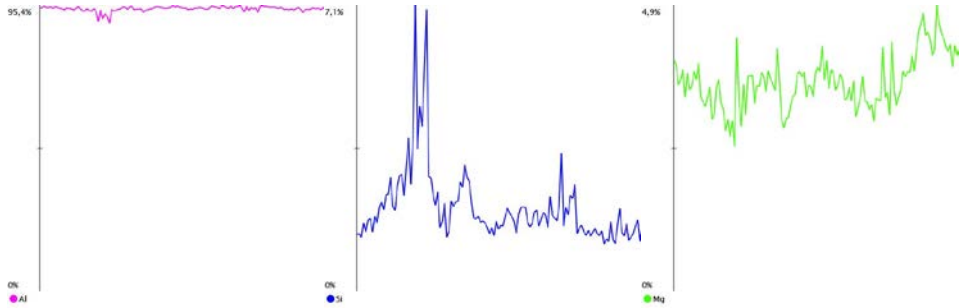


FIGURA 50: CONCENTRAZIONE DI AL, SI E MG LUNGO LA LINEA VERTICALE DELL'ANALISI EDS.

Vista la probabile influenza della piattaforma sulle misurazioni, verranno effettuati studi più approfonditi sulla costruzione di single walls, dove non sarà presente l'effetto del supporto.

6.1.3. Terza campagna prove

Nella terza campagna prove si sono analizzate le possibili differenze geometriche e microstrutturali negli scan, usando come gas protettivo l'argon al posto dell'azoto usato nelle precedenti campagne. Sicuramente l'utilizzo dell'argon prevede costi industriali più ingenti e per questo motivo si è voluto verificare se apportasse dei vantaggi apprezzabili.

Dalle immagini allo stereomicroscopio non sono risultate differenze evidenti rispetto ai provini prodotti in azoto, fatta eccezione per un maggior quantitativo di particelle di polvere depositate superficialmente senza aver subito la fusione da parte del laser. Questo aspetto è osservabile in Figura 51, dove sono raccolte le immagini dello stereomicroscopio ad 8 X per tre diversi single scan con velocità di rotazione del powder feeder al 50% e potenza del laser al 64%.

FIGURA 51: IMMAGINI 8 X ALLO STEREOMICROSCOPIO DI 3 CAMPIONI CON VELOCITÀ DI ROTAZIONE DEL POWDER FEEDER AL 50%, POTENZA 64% E VELOCITÀ DI SCANSIONE DAL BASSO VERSO L'ALTO DEL 50%, 67% E 83%.

Successivamente tutti i campioni sono stati tagliati, inglobati a caldo e lucidati fino a 1 µm. Di seguito sono presentate le foto al microscopio ottico a 50 X dei provini realizzati con il 38% di velocità di rotazione del powder feeder (Tabella 19), con il 50% (Tabella 18) e con il 63% (Tabella 21); la potenza cresce da sinistra a destra e la velocità di scansione dall'alto verso il basso.

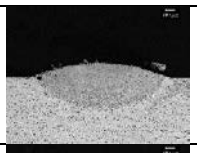
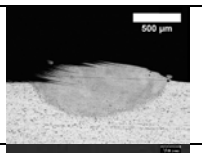
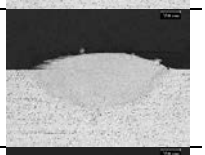
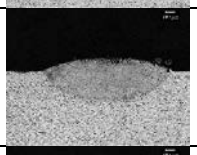
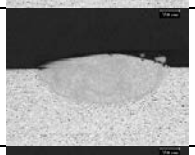
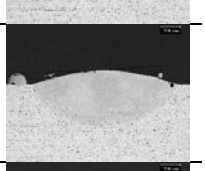
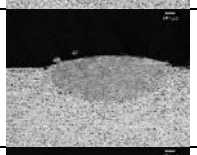
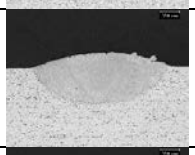
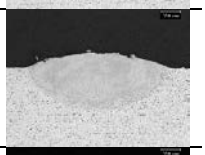
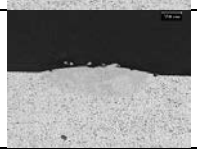
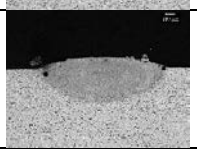
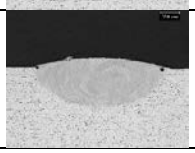
v/P	45%	55%	64%	73%
33%				
50%				
67%				
83%				
100%				

TABELLA 19: IMMAGINI AL MICROSCOPIO OTTICO A 50 X DEI PROVINI CON VELOCITÀ DI ROTAZIONE DEL POWDER FEEDER AL 38% IN ARGON.

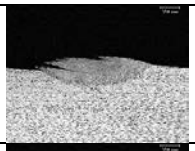
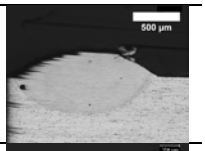
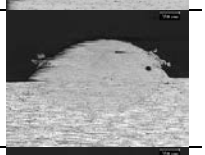
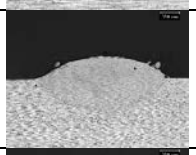
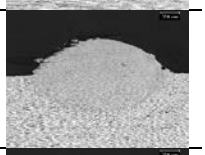
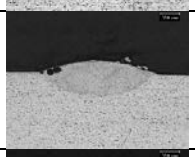
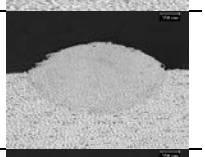
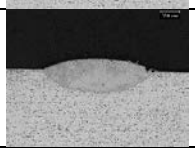
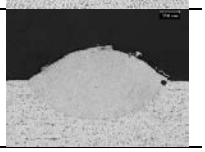
v/P	45%	55%	64%	73%
33%				
50%				
67%				
83%				
100%				

TABELLA 20: IMMAGINI AL MICROSCOPIO OTTICO A 50 X DEI PROVINI CON VELOCITÀ DI ROTAZIONE DEL POWDER FEEDER AL 50% IN ARGON.

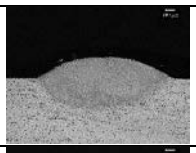
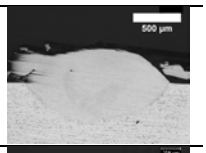
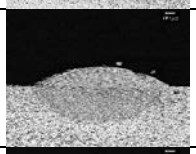
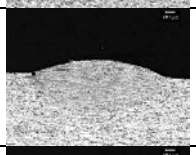
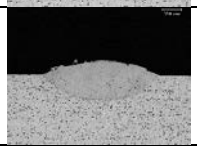
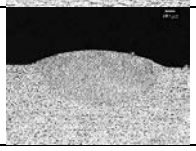
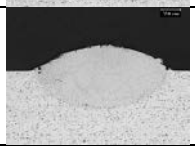
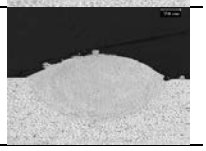
v/P	45%	55%	64%	73%
33%				
50%				
67%				
83%				
100%				

TABELLA 21: IMMAGINI AL MICROSCOPIO OTTICO A 50 X DEI PROVINI CON VELOCITÀ DI ROTAZIONE DEL POWDER FEEDER AL 63% IN ARGON.

Come si può vedere dalle immagini gli scan presentano una forma regolare con una buona finitura superficiale, un basso livello di porosità e una buona penetrazione nel substrato.

Così come per i provini della seconda campagna prove, anche per questi campioni prodotti in argon si è provveduto a delle misurazioni geometriche tramite Image J dei single scan costruiti con la velocità del powder feeder impostata al 50%.

Inizialmente è stata calcolata la porosità degli scan, i valori sono riportati Tabella 22. Successivamente i valori sono stati riportati nel grafico in Figura 52 in funzione del LED con un valore medio di porosità dello 0,29%, superiore allo 0,18% che era stato riscontrato per i provini in azoto, e con un picco dell'1,2% registrato per il provino prodotto con potenza al 45% e velocità di scansione dell'83%. Come si vede dal grafico non è presente un andamento lineare in funzione del LED o della potenza applicata.

Potenza	Velocità scansione	Porosità	Potenza	Velocità scansione	Porosità
45%	33%	0.048	64%	33%	0.178
	50%	0.028		50%	0.067
	67%	0.219		67%	0.645
	83%	3.204		83%	0.120
	100%	0.407		100%	0.156
55%	33%	0	73%	33%	0.467
	50%	0.099		50%	0.481
	67%	0.167		67%	0.209
	83%	0.055		83%	0.328
	100%	0.519		100%	0.38

TABELLA 22: VALORI DI POROSITÀ DEGLI SCAN PRODOTTI IN ARGON CON VELOCITÀ DI ROTAZIONE DEL POWDER FEEDER DEL 50%.

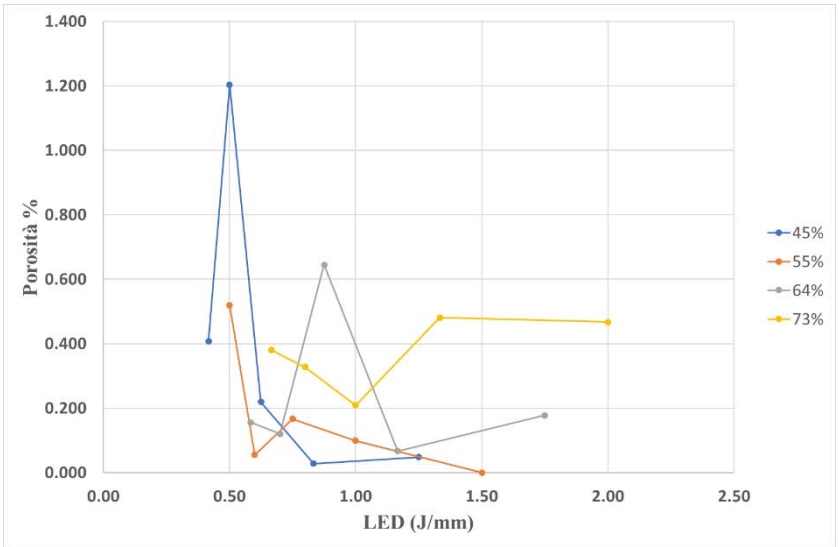


FIGURA 52: VALORI DI POROSITÀ % IN FUNZIONE DEL LED PER LE DIVERSE POTENZE.

Nei grafici sottostanti vengono riportate le varie misure geometriche effettuate sempre sugli scan con il 50% del powder feeder:

- In Figura 53 viene riportata in grafico l'area della pozza di fusione in funzione del LED; come si può vedere l'area cresce all'aumentare della potenza applicata e generalmente cresce all'aumentare del LED, anche se per alti valori di questo parametro rimane circa costante.
- In Figura 54 è riportata l'altezza della melt pool al variare del LED; questo valore risulta essere poco influenzato dal LED e quindi dalla velocità di scansione, mentre presenta un aumento al crescere della potenza, infatti l'altezza raddoppia passando da una media di 367 µm per gli scan con il 45% di potenza ai 755 µm per gli scan con il 73% di potenza.
- Nel grafico in Figura 55 è possibile notare come la larghezza della pozza di fusione, a parità di potenza, non presenti una chiara dipendenza del LED, ma come per H vi sia una crescita all'aumentare della potenza.
- La G in Figura 56 invece mostra un andamento decrescente all'aumentare della velocità di scansione e un aumento molto significativo al crescere della potenza.
- Infine in Figura 57 viene riportata la profondità di penetrazione nel substrato in funzione della velocità di scansione; l'andamento dei grafici non risentono in maniera significativa della velocità di scansione e non secondo un trend comune, ma come per gli altri parametri geometrici la profondità aumenta al crescere della potenza.

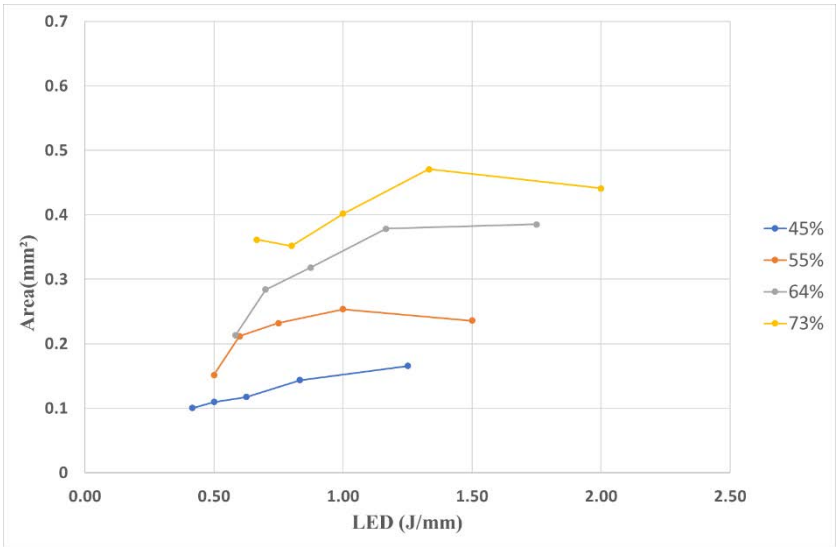


FIGURA 53: ANDAMENTO DELL'AREA DELLA POZZA DI FUSIONE IN FUNZIONE DEL LED.

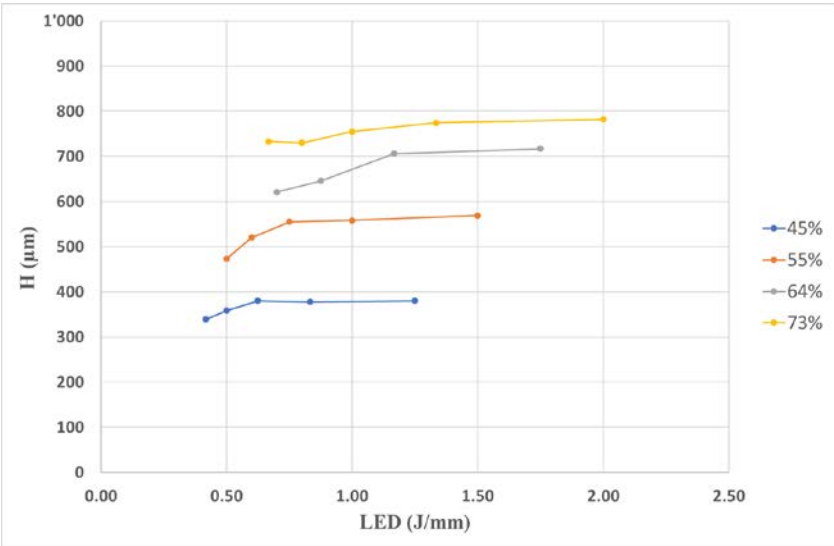


FIGURA 54: MISURA DELL'ALTEZZA DEGLI SCAN IN FUNZIONE DEL LED.

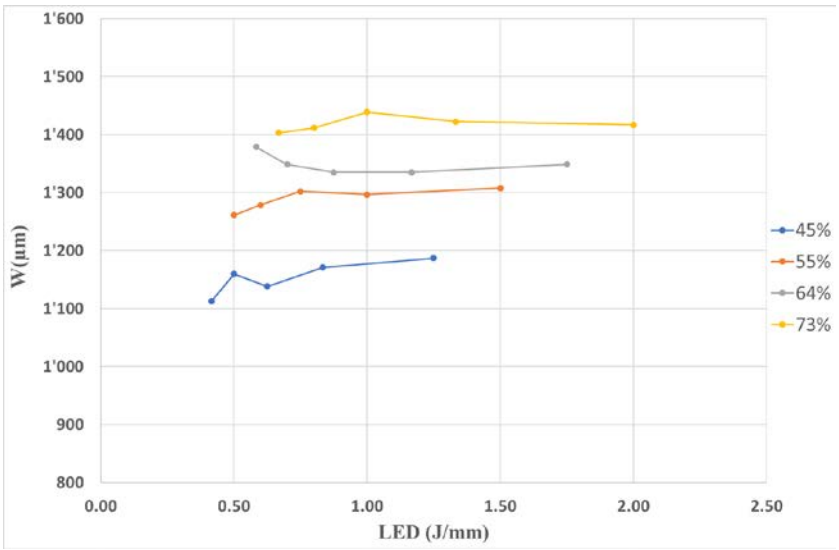


FIGURA 55: MISURA DELLA LARGHEZZA DEGLI SCAN IN FUNZIONE DEL LED.

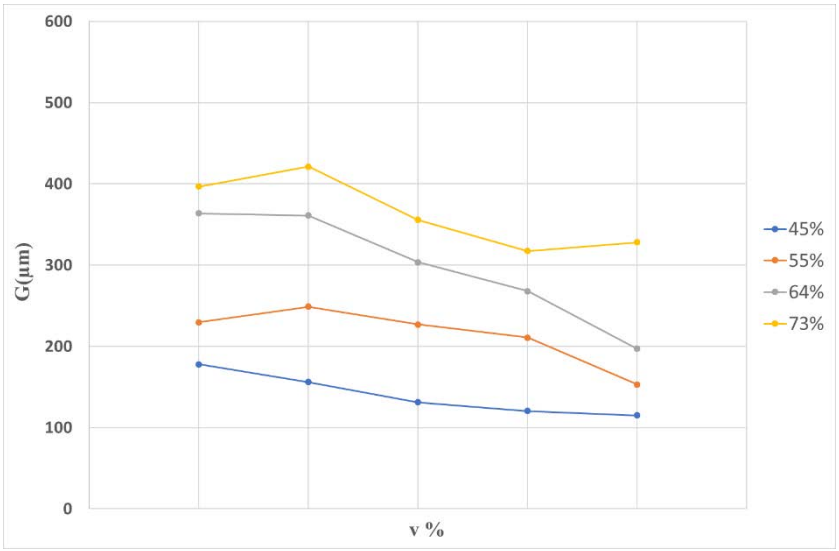


FIGURA 56: MISURA DELLA CRESCITA DEGLI SCAN IN FUNZIONE DELLA VELOCITÀ DI SCANSIONE.

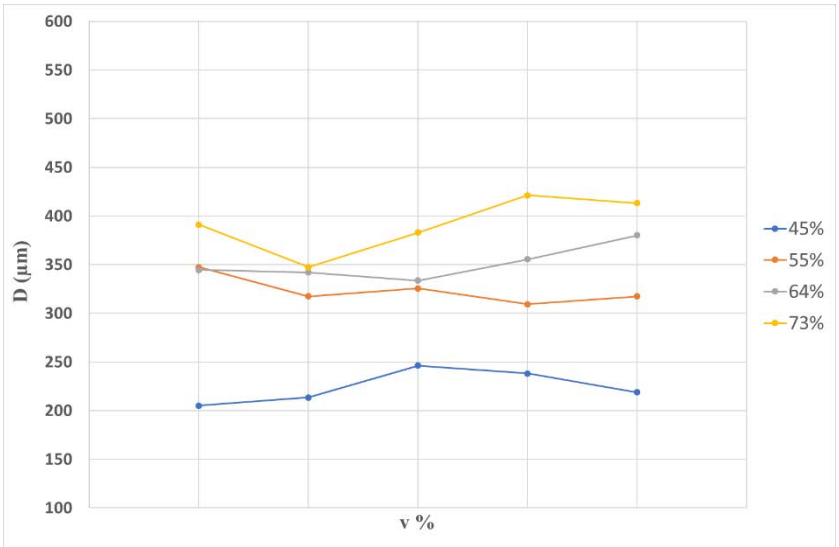


FIGURA 57: MISURA DELLA PROFONDITÀ DEGLI SCAN IN FUNZIONE DELLA VELOCITÀ DI SCANSIONE.

Infine anche per i single scan in argon si è calcolata la *powder efficiency* in funzione della velocità di scansione. L'efficienza media in argon è stata del 6,4% e complessivamente superiore a quella media con atmosfera di azoto che era risultata essere del 4,9%. I risultati della *powder efficiency* in argon sono riportati in Figura 58 in funzione della velocità di scansione: si registra un aumento della *Pe* al crescere della velocità, fatta eccezione per il 55% e il 64% di potenza che presentano una diminuzione della *Pe* oltre l'83% di velocità di scansione. L'utilizzo della polvere risulta invece più efficace lavorando a più alte potenze, in particolare per il 73% di potenza applicata e velocità di scansione al 100% si raggiunge la massima efficienza pari al 13,6%.

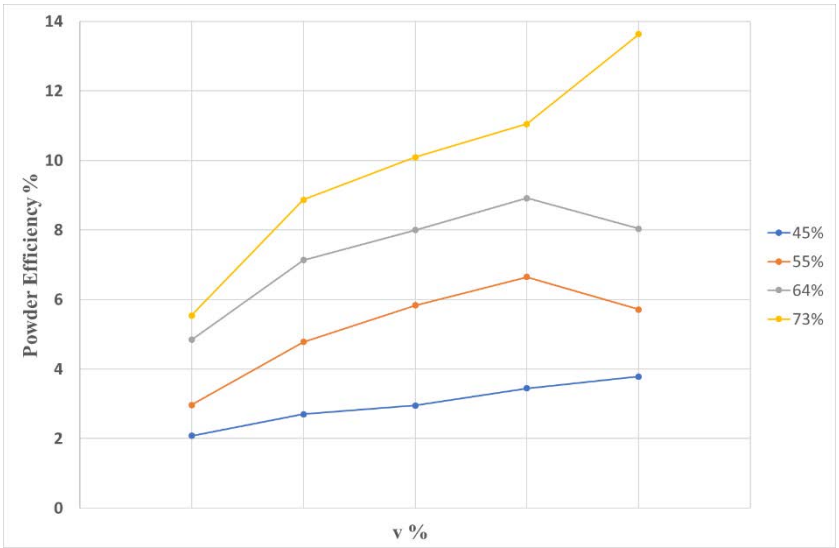


FIGURA 58: ANDAMENTO DELLA POWDER EFFICIENCY IN FUNZIONE DELLA VELOCITÀ DI SCANSIONE PER LE VARIE POTENZE.

Per quanto riguarda la microstruttura non si riscontrano differenze rispetto a quella già analizzata degli scan prodotti in azoto. In Figura 59 e in Figura 60 è mostrata la microstruttura di un single scan prodotto in atmosfera di argon, dopo immersione nella soluzione Keller per 10 secondi: nella parte esterna della melt pool (figura b) si ha una microstruttura molto fine, dovuta alle elevate velocità di raffreddamento, in prossimità del supporto (figura c) si ha invece la crescita di dendriti colonnari dirette verso la direzione di asportazione del calore e nella parte centrale (figura d) si ha l'alternanza di zone con dendriti molto fini e zone con dendriti più grossolane, orientate in direzioni diverse, a seconda dei moti convettivi che si instaurano all'interno della melt pool.

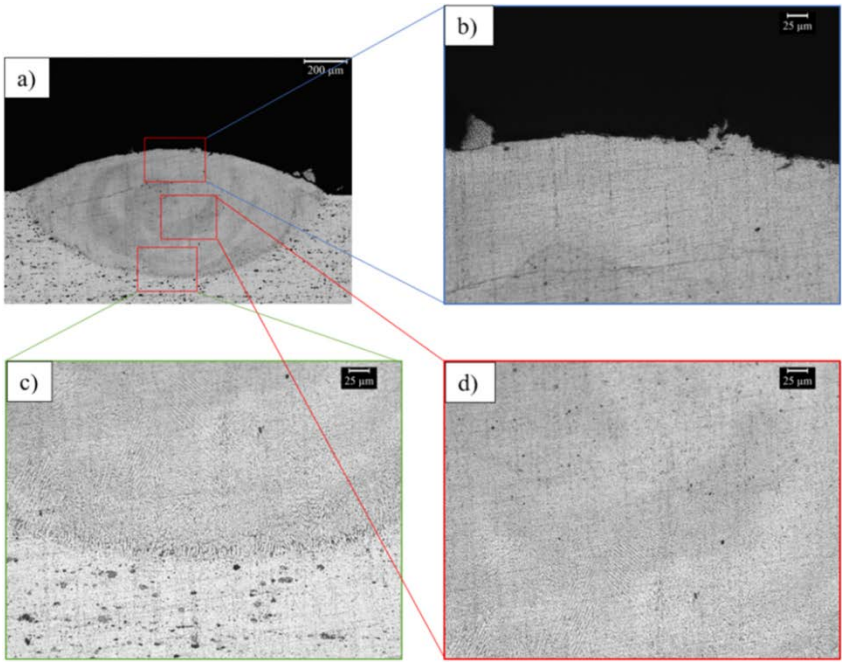


FIGURA 59: A) IMMAGINE A 50 X DELLO SCAN CON POTENZA AL 64%, VELOCITÀ SCANSIONE AL 100% E VELOCITÀ DELLE POLVERI AL 50%; B), C), D) INGRANDIMENTI A 200 X DI DIFFERENTI AREE DELLA POZZA DI FUSIONE.

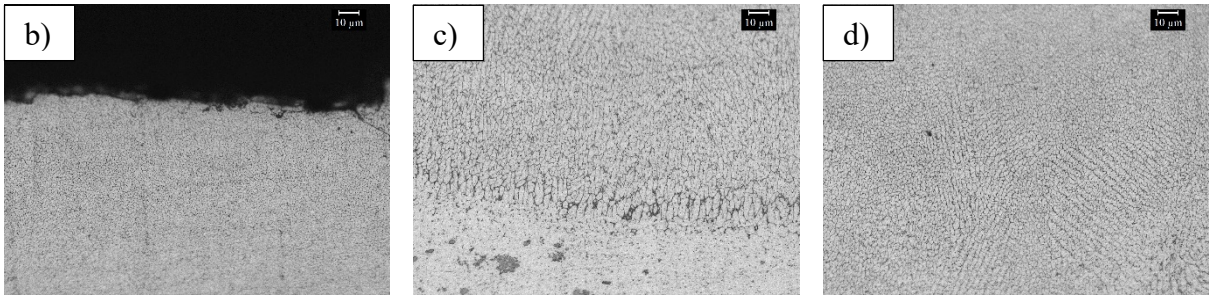


FIGURA 60: IMMAGINI A 500X DELLO SCAN CON POTENZA AL 64%, VELOCITÀ SCANSIONE AL 100% E VELOCITÀ DELLE POLVERI AL 50%, B) ESTERNO DELLA MELT POOL, C) INTERFACCIA CON IL SUPPORTO E D) CENTRO DELLA MELT POOL.

Al fine di verificare l'omogeneità della composizione chimica all'interno della melt pool sono state eseguite delle scansioni orizzontali (Figura 61 a) e verticali (Figura 61 b) all'interno dello scan.

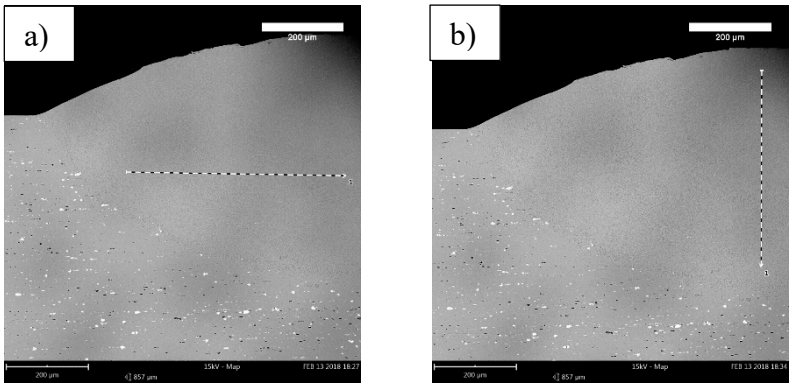


FIGURA 61: SCANSIONE LINEARE EDS LUNGO L'ORIZZONTALE A) E LUNGO LA VERTICALE B) DEL SINGLE SCAN CON POTENZA AL 64%, VELOCITÀ DI SCANSIONE DEL 100% E VELOCITÀ DI ROTAZIONE DEL POWDER FEEDER DEL 50%.

La composizione all'interno della melt pool risulta simile a quella riscontrata nei single scan della seconda campagna prove. Per quanto riguarda la composizione lungo la linea orizzontale (Figura 62) risulta il 96,7% in peso di Al, il 2,5% di Mg e lo 0.8% di Si. Con un andamento abbastanza lineare per quanto riguarda il contento di Al, una maggiore concentrazione del Si e del Mg nella parte esterna della melt pool, con una diminuzione verso l'interno.

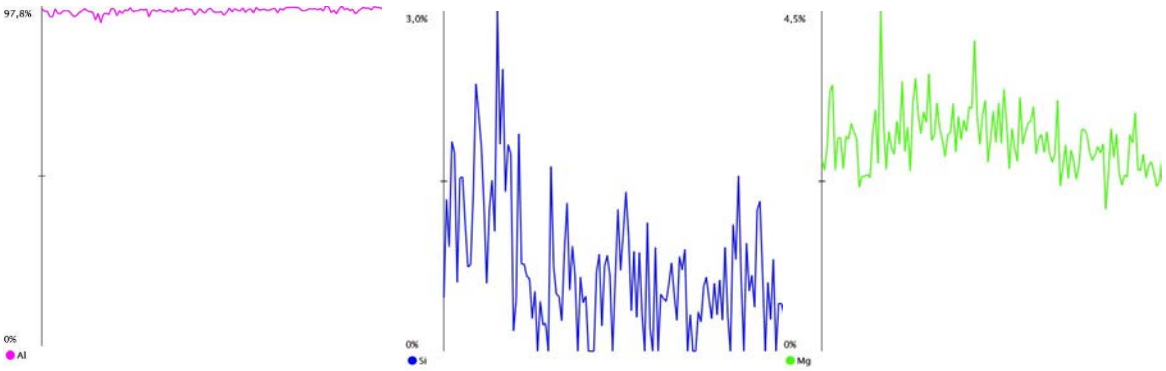


FIGURA 62: ANALISI EDS DELLA COMPOSIZIONE LUNGO LA LINEA ORIZZONTALE DI AL, SI E MG.

La concentrazione dei tre elementi lungo l'analisi verticale (Figura 63) evidenzia sempre un andamento lineare per l'Al, una distribuzione piuttosto irregolare del Si e un aumento del contenuto di Mg spostandosi verso il substrato, che possiede infatti un maggior contenuto di Mg rispetto la polvere. Le percentuali in peso dei tre elementi sono risultate del 96,6% di Si, del 2.3% di Mg e dell'1,1% di Si.

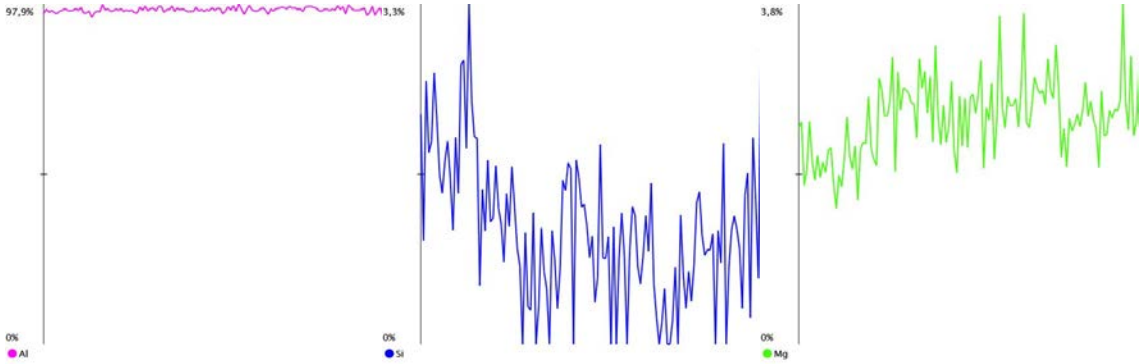


FIGURA 63: ANALISI EDS DELLA COMPOSIZIONE LUNGO LA LINEA ORIZZONTALE DI AL, SI E MG.

Come per i campioni processati in azoto, anche in questo caso la composizione rilevata negli scan risulta differente a quella riscontrata nella polvere di F357, per questo motivo saranno condotte analisi future su provini che non risentano dell'effetto del substrato.

6.1.4. Confronto dimensionale provini in azoto e in argon

Al fine di evidenziare le differenze dimensionali tra i provini prodotti in atmosfera di azoto e quelli prodotti in argon si è confrontata la larghezza (W) e l'altezza (H) per i single scan prodotti con il 64% di potenza e il 73%, in funzione del LED. Di seguito vengono riportati i grafici per i provini prodotti in argon (blu) e i provini prodotti in azoto (arancione):

- In Figura 64 e in Figura 65 possiamo vedere come la larghezza dei provini prodotti in azoto risulti mediamente superiore, specialmente per quelli prodotti con il 64% di potenza;
- In Figura 66 e Figura 67 invece, si può notare come l'altezza dei provini prodotti in argon sia mediamente superiore per i provini con il 64% di potenza e con una crescita graduale al crescere del LED in maniera molto simile ai provini prodotti in azoto. Per i provini prodotti con il 73% di potenza si ha sempre una crescita di H con il LED, ma l'altezza dei provini in argon risulta superiore solo fino a valori di LED attorno a 1,2 J/mm dopo i quali l'altezza degli scan prodotti in azoto risulta superiore.

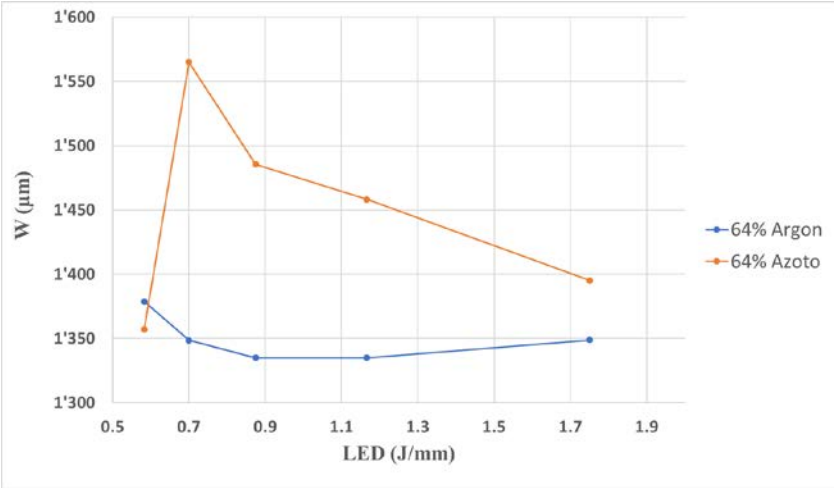


FIGURA 64: CONFRONTO LARGHEZZA SCAN IN FUNZIONE DEL LED TRA PROVINI PRODOTTI IN ARGON E IN AZOTO CON POTENZA DEL 64% E VELOCITÀ DI ROTAZIONE DEL POWDER FEEDER DEL 50%.

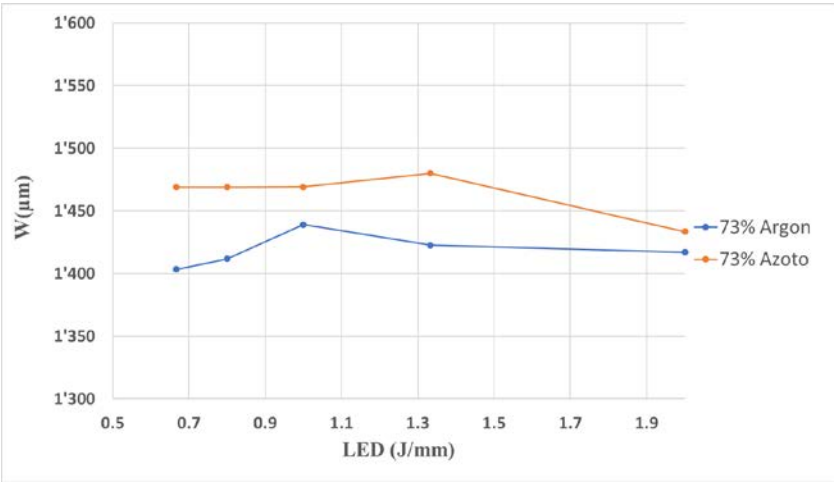


FIGURA 65: CONFRONTO LARGHEZZA SCAN IN FUNZIONE DEL LED TRA PROVINI PRODOTTI IN ARGON E IN AZOTO CON POTENZA DEL 73% E VELOCITÀ DI ROTAZIONE DEL POWDER FEEDER DEL 50%.

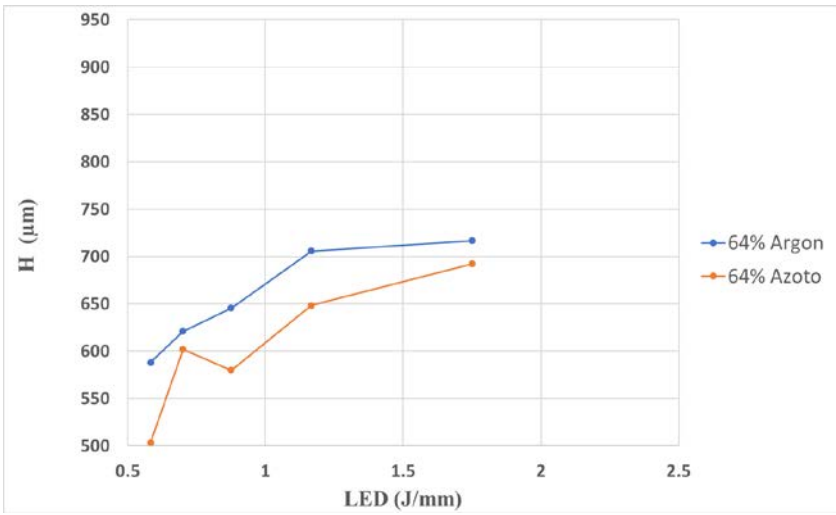


FIGURA 66: CONFRONTO ALTEZZA DEGLI SCAN IN FUNZIONE DEL LED TRA PROVINI PRODOTTI IN ARGON E IN AZOTO CON POTENZA DEL 64% E VELOCITÀ DI ROTAZIONE DEL POWDER FEEDER DEL 50%.

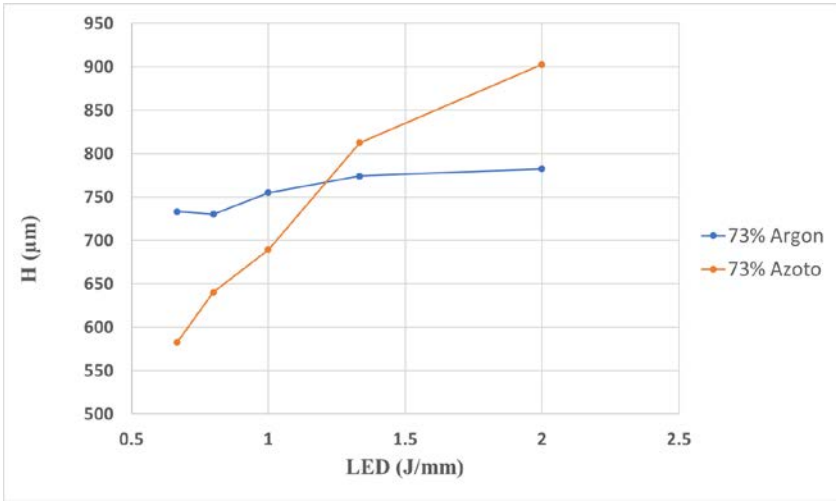


FIGURA 67: CONFRONTO ALTEZZA DEGLI SCAN IN FUNZIONE DEL LED TRA PROVINI PRODOTTI IN ARGON E IN AZOTO CON POTENZA DEL 73% E VELOCITÀ DI ROTAZIONE DEL POWDER FEEDER DEL 50%.

Nei grafici sottostanti viene invece riportata la crescita G dei single scan nel caso di potenza applicata del 64% (Figura 68) e del 73% (Figura 69). Come si può notare l'andamento riportato segue in maniera abbastanza uniforme il trend che era stato riscontrato per l'altezza totale degli scan, con una maggiore crescita nel caso di atmosfera protettiva di Argon per i provini prodotti con il 64% di potenza, mentre lavorando con il 73% della potenza si riscontrano valori di G maggiori in Ar per valori di LED inferiori a 1,4 J/mm, mentre al di sopra di questo valori i provini prodotti in N_2 hanno subito una crescita maggiore.

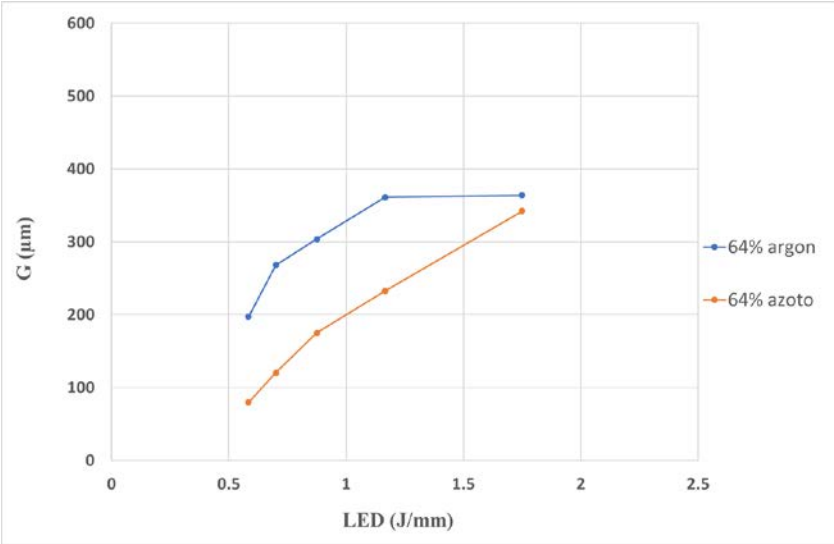


FIGURA 68: CONFRONTO CRESCITA DEGLI SCAN IN FUNZIONE DEL LED TRA PROVINI PRODOTTI IN ARGON E IN AZOTO CON POTENZA DEL 64% E VELOCITÀ DI ROTAZIONE DEL POWDER FEEDER DEL 50%.

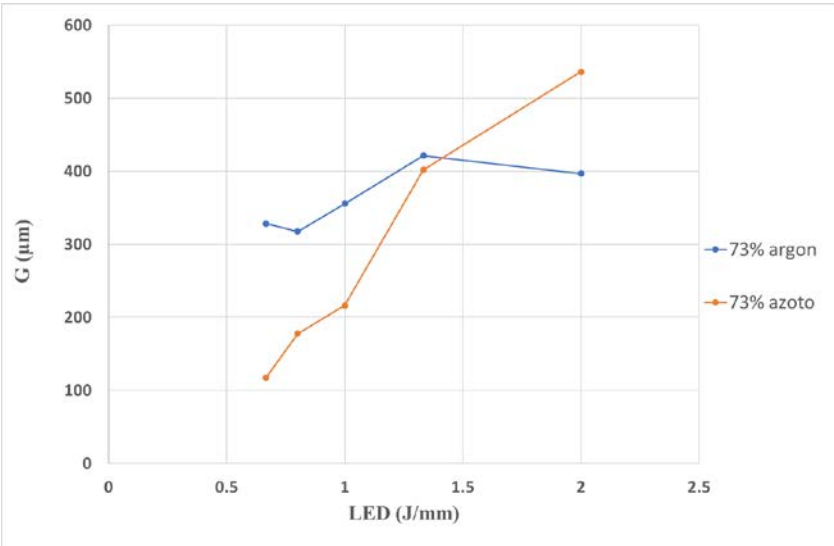


FIGURA 69: CONFRONTO CRESCITA DEGLI SCAN IN FUNZIONE DEL LED TRA PROVINI PRODOTTI IN ARGON E IN AZOTO CON POTENZA DEL 73% E VELOCITÀ DI ROTAZIONE DEL POWDER FEEDER DEL 50%.

Infine si è messo a raffronto l'angolo medio esterno formato tra il single scan e la piattaforma. Come è possibile vedere in Figura 70 e in Figura 71 i single scan prodotti in N_2 sono caratterizzati da un angolo decisamente superiore, in alcuni casi maggiore anche di 20° rispetto ai provini prodotti in Ar. Fanno eccezione i campioni prodotti a più bassa velocità di scansione, i cui risultati potrebbero essere stati influenzati da una non perfetta lucidatura, trovandosi in posizione estremale del provino da lucidare.

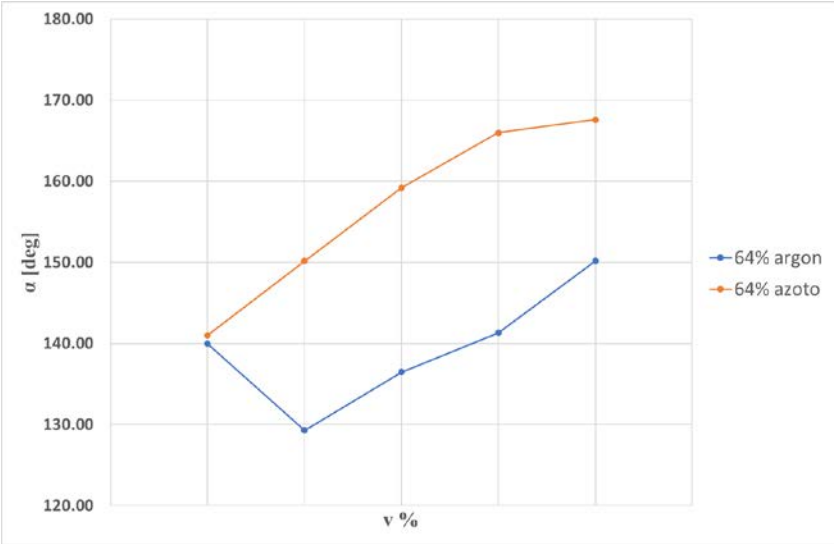


FIGURA 70: CONFRONTO ANGOLO ESTERNO TRA LA PIATTAFORMA E GLI SCAN IN FUNZIONE DELLA VELOCITÀ DI SCANSIONE, PER PROVINI PRODOTTI IN ARGON E IN AZOTO CON POTENZA DEL 64% E VELOCITÀ DI ROTAZIONE DEL POWDER FEEDER DEL 50%.

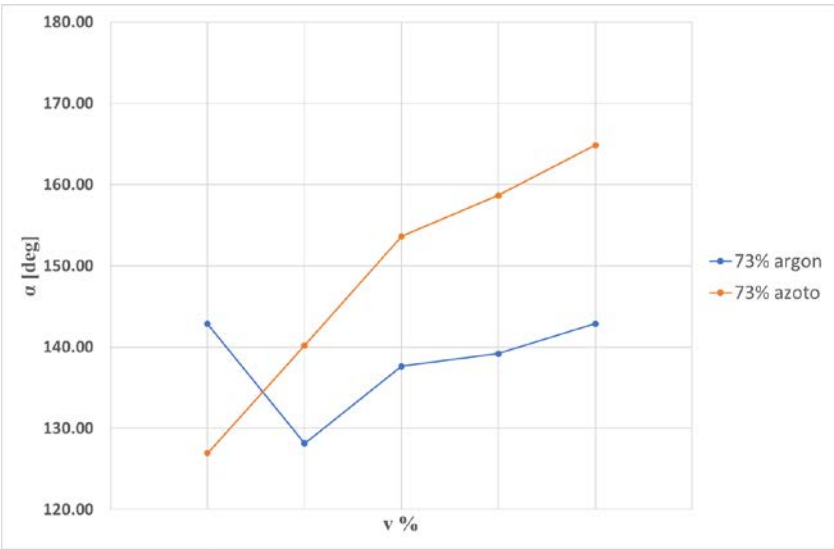


FIGURA 71: CONFRONTO ANGOLO ESTERNO TRA LA PIATTAFORMA E GLI SCAN IN FUNZIONE DELLA VELOCITÀ DI SCANSIONE, PER PROVINI PRODOTTI IN ARGON E IN AZOTO CON POTENZA DEL 64% E VELOCITÀ DI ROTAZIONE DEL POWDER FEEDER DEL 50%.

6.2. Polvere

Sono state analizzate sia le polveri nuove, sia le polveri nuove essiccate che le polveri residue da un processo di deposizione. In questo modo si è cercato di capire se le polveri usate rispettassero i requisiti microstrutturali e composizionali per un nuovo processo DED.

6.2.1. Caratterizzazione delle polveri

Per prima cosa si è provveduto a fare una prova di flowability delle polveri di F357 nuove, di quelle nuove ma sottoposte a essiccamento e di quelle essiccate, residue dal processo DED e sottoposte a setacciatura con una maglia di 180 µm. Come si può vedere nel grafico in Figura 72 la polvere nuova essiccata presenta il minor tempo di deflusso con una media di 36.3 s, contro i 41,7 s della polvere usata e i 46,3 s della polvere nuova non trattata. Per questo motivo dopo la prima campagna prove è stato ritenuto opportuno sottoporre le polveri ad essiccamento in modo da ottenere una migliore uniformità del flusso in uscita dagli ugelli.

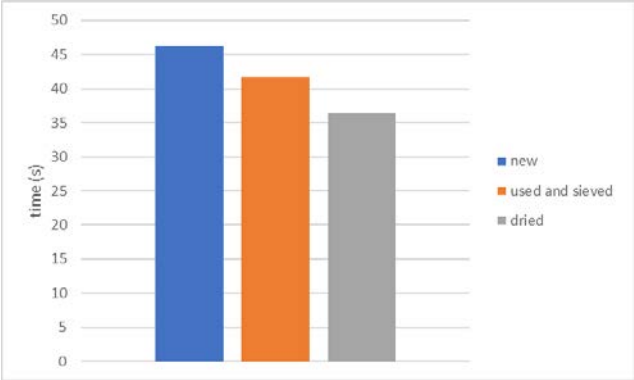


FIGURA 72: MISURA HALL FLOW SUI TRE CAMPIONI DI POLVERE.

In seguito è stata eseguita una prova di tap density sui tre campioni di polvere dalla quale sono stati ricavati il *Compressibility Index* (equazione 6) e l'*Hausner Ratio* (equazione 7), due parametri in grado di valutare il livello di scorrevolezza della polvere [39]. Con ρ_{tapped} si indica la densità raggiunta dalle polveri dopo aver sottoposto la polvere a compattazione mediante l'applicazione di vibrazioni, mentre ρ_{bulk} indica la densità della polvere tal quale.

$$\boldsymbol{Compressibility\ index\ (CI) = 100 \times \frac{\rho_{tapped} - \rho_{bulk}}{\rho_{tapped}}} \tag{6}$$

$$\boldsymbol{Hausner\ ratio\ (HR) = \frac{\rho_{tapped}}{\rho_{bulk}}} \tag{7}$$

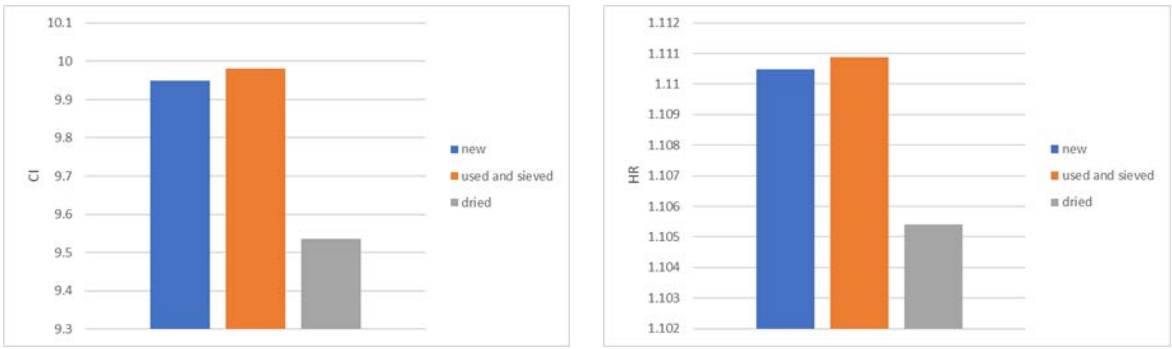


FIGURA 73: VALORI DEL COMPRESSIBILITY INDEX (A SINISTRA) E DELL' HAUSNER RATIO (A DESTRA).

Come si vede in Figura 73 le polveri nuove e quelle usate presentano dei valori molto simili sia di CI che di HR, mentre la polvere essiccata presenta dei valori leggermente più bassi, ma in entrambi i casi le polveri rientrano in un intervallo di eccellente scorrevolezza come si può vedere in Tabella 23.

Compressibility Index (%)	Flow Character	Hausner Ratio
≤10	Excellent	1,00-1,11
11-15	Good	1,12-1,18
16-20	Fair	1,19-1,25
21-25	Passable	1,26-1,34
26-31	Poor	1,35-1,45
32-37	Very poor	1,46-1,59
>38	Very, very poor	>1,60

TABELLA 23: SCORREVOLEZZA DELLE POLVERI ESPRESSA TRAMITE I VALORI DI CI E HR [39].

Tramite il picnometro è stata anche valutata la densità media della polvere nuova che è risultata essere di 2,686 g/cm^3.

6.2.2. Analisi microscopio ottico

I campioni di polvere sono stati inglobati, lucidati e osservati al microscopio ottico. Come si può vedere in figura Figura 74 le particelle di polvere non hanno subito una trasformazione della loro forma durante il processo di deposizione che si è mantenuta pressoché sferica, inoltre non è stato riscontrato un aumento rilevante di porosità al loro interno.

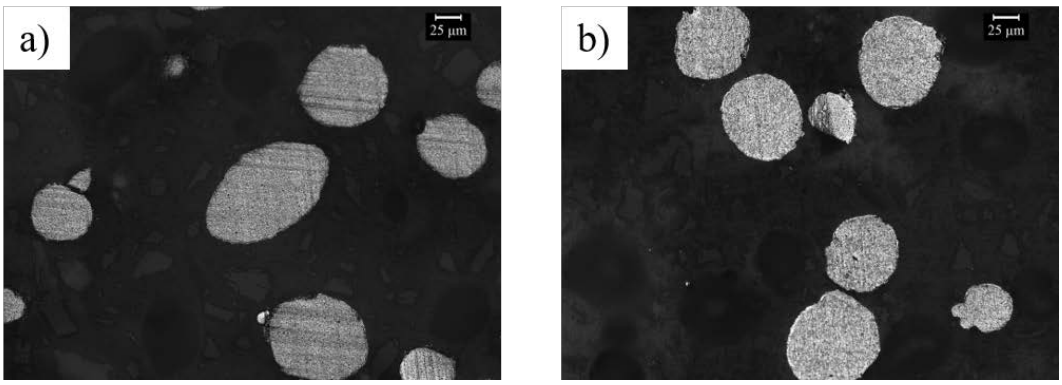


FIGURA 74: IMMAGINI 200 X DELLA POLVERE F357 NUOVA ESSICCATA IN FIGURA A) E RESIDUA DAL PROCESSO DI DEPOSIZIONE IN FIGURA B).

6.2.3. Analisi SEM

Per le analisi al SEM le polveri sono state depositate sugli appositi porta campioni adesivi e sono state opportunamente picchiettate in modo da espellere le particelle non perfettamente adese. In Figura 75, Figura 76 e Figura 77 è possibile vedere le immagini a tre differenti ingrandimenti delle polveri di F357 analizzate.

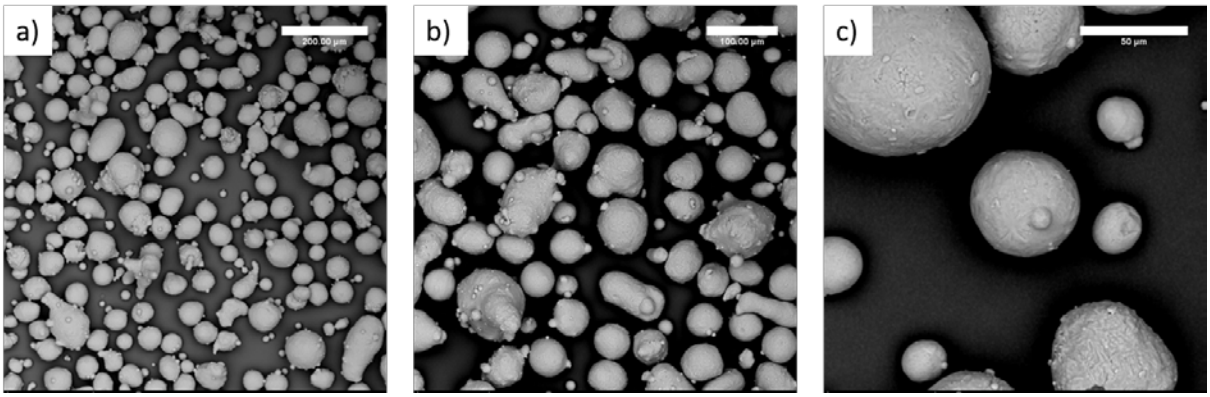


FIGURA 75:IMMAGINI SEM DELLE POLVERI NUOVE DI F357 A) 300 X, B) 500 X E C) 1500 X.

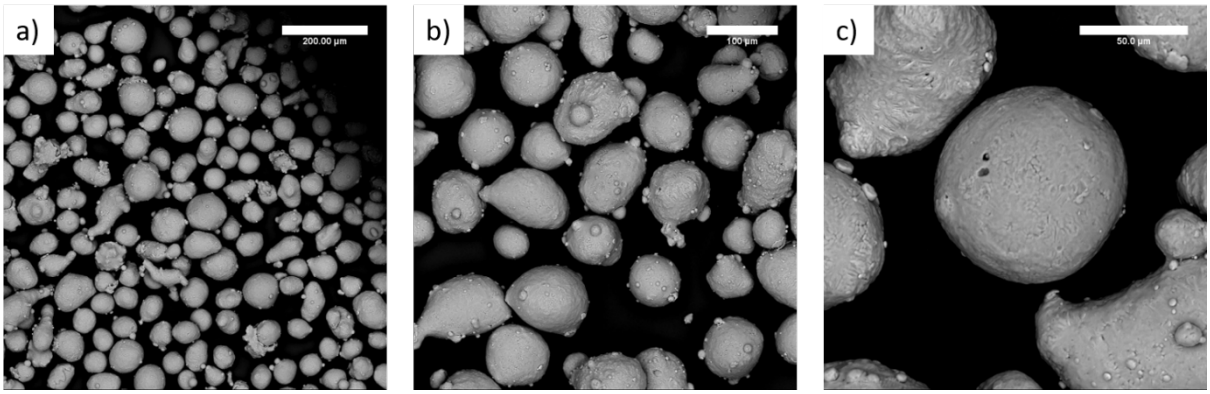


FIGURA 76: IMMAGINI SEM DELLE POLVERI ESSICCATE DI F357 A) 300 X, B) 500 X E C) 1500 X.

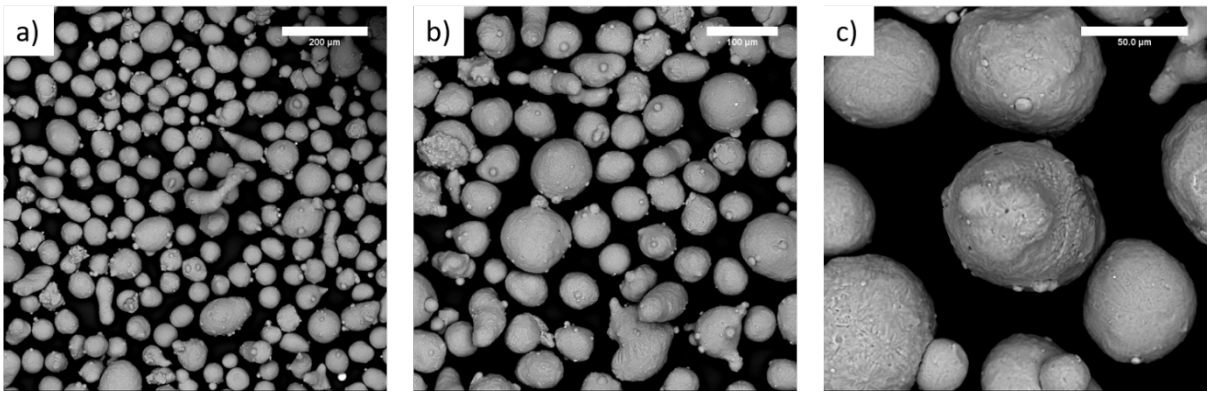


FIGURA 77: IMMAGINI SEM DELLE POLVERI RESIDUE DI F357 A) 300 X, B) 500 X E C) 1500 X.

6.2.4. Distribuzione granulometrica

L'analisi della distribuzione granulometrica è stata condotta tramite il software di analisi di immagine Image J calcolando la distribuzione in numero. A tale scopo sono state prese in considerazione 4 differenti immagini SEM ad un ingrandimento di 300 X, dalle quali è stato ricavato il diametro di Feret (corrisponde all'approssimazione del diametro con la distanza tra le due parallele tangenti al perimetro dell'area proiettata dalla particella) delle particelle presenti, sia per le polveri nuove che per quelle residue dal processo DED. I risultati sono stati riportati nel grafico in Figura 78: entrambe le distribuzioni hanno un andamento simile, ma è possibile notare come nella polvere nuova c'è una maggiore prevalenza di polveri fini con granulometria compresa tra i 15 e i 40 µm, mentre nella polvere usata vi è una maggiore prevalenza di particelle con diametro superiore agli 80 µm e una scarsa presenza di particelle con dimensioni inferiori ai 52 µm.

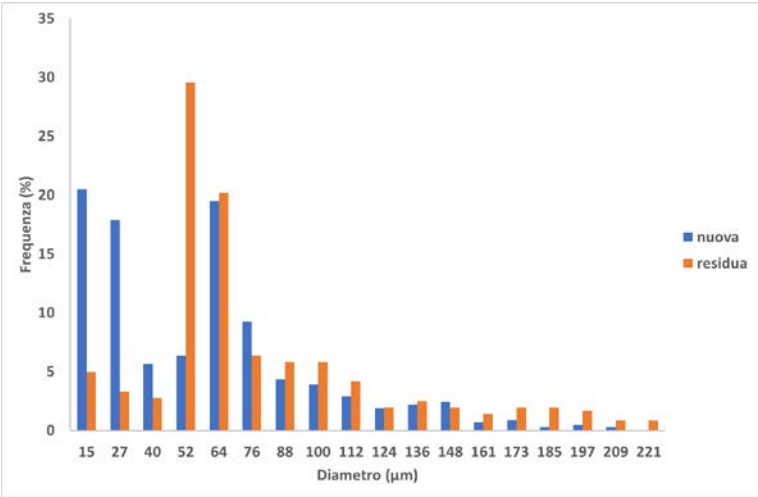


FIGURA 78: DISTRIBUZIONE GRANULOMETRICA IN NUMERO OTTENUTA ATTRAVERSO ANALISI D'IMMAGINE.

6.2.5. Analisi microstrutturale e composizionale

Inoltre è stata condotta un'analisi XRD sulle polveri nuove i cui risultati sono visibili in Figura 79. Dal grafico è possibile riconoscere i picchi caratteristici dell'Al a 38.47°, 44.74°, 65.13°, 78.23° e 82.48° e quelli caratteristici del Si a 28.50°, 47.41° e 56.25°. I picchi del Si risultano avere una bassa intensità in quanto parte del silicio si trova in soluzione solida nell'alluminio. Non si riscontra la presenza di altre fasi.

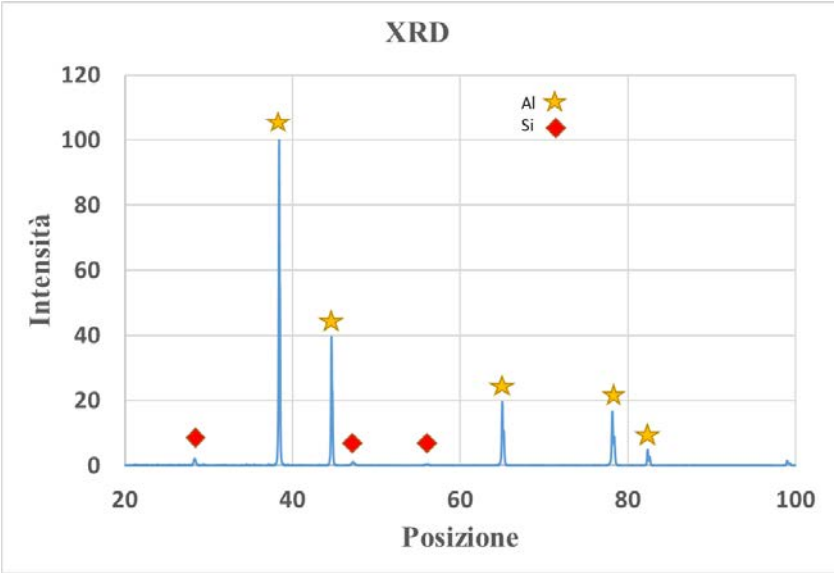


FIGURA 79: ANALISI XRD SULLE POLVERI DI F357 NUOVE.

Sono state poi condotte delle analisi EDS per valutare se la composizione fosse omogenea sulla superficie delle particelle di polvere. A questo scopo sono state prese in considerazione le due aree riportate in Figura 80: nell'immagine a) si è analizzata una zona uniforme della particella mentre nell'immagine b) si è analizzata una particella di pochi micron ancorata a una particella più grande.

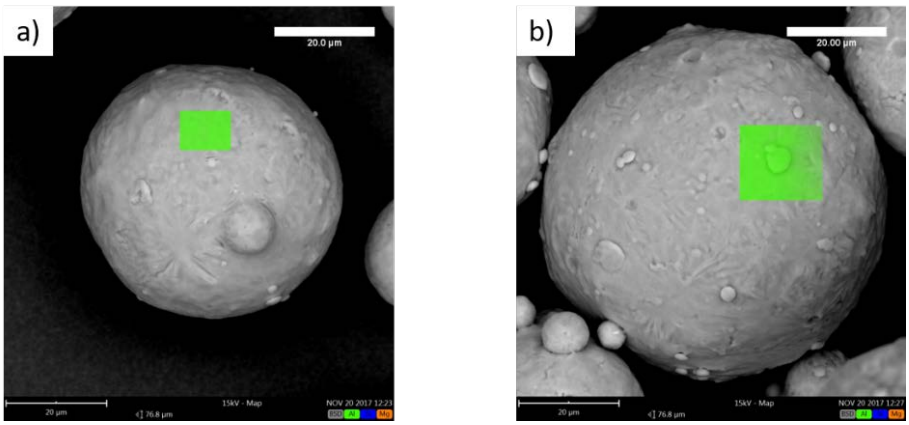


FIGURA 80: AREE IN CUI SONO STATE SVOLTE LE ANALISI EDS.

Come emerge dai risultati riportati in Tabella 24 il contenuto di Si nell'immagine a) risulta del 10,29% in peso, un contenuto superiore rispetto a quello riportato sulla scheda della polvere, mentre l'immagine b) contiene il 7,26% in peso di Si che cade perfettamente nell'intervallo di 6,5-7,5% in peso fornito dal produttore della polvere.

(% in peso)	Immagine a	Immagine b
Al	89.01	91.96
Si	10.29	7.26
Mg	0.71	0.77

TABELLA 24: RISULTATI DELLE ANALISI EDS NELLE DUE DIVERSE ZONE.

Allo stesso modo sono state svolte delle analisi EDS anche sulle polveri essiccate, su quelle usate prima della setacciatura e su quelle usate già setacciate, i risultati sono riassunti in Tabella 25: com'è possibile vedere non vi è un'apprezzabile differenza di composizione tra le polveri che hanno subito il processo DED e quelle nuove, quindi da questo punto di vista si può concludere che le polveri usate sono idonee al fine di essere riutilizzate per un nuovo processo di deposizione.

(% in peso)	Nuova Essiccata	Usata da setacciare	Usata setacciata
Al	90.11	88.44	90.10
Si	9.10	9.40	9.14
Mg	0.79	0.77	0.76

TABELLA 25: RISULTATI DELLE ANALISI EDS SULLE POLVERI NUOVE, USATE DA SETACCIARE E USATE SETACCIATE.

7. Conclusioni

All'interno di questo lavoro di tesi si è analizzato l'effetto dei parametri del processo DED sulle caratteristiche geometriche e microstrutturali dei campioni prodotti in lega di Al F357. Lo studio si è articolato in due sezioni, la prima riguardante la caratterizzazione dei single scan e la seconda riguardante l'analisi della polvere adottata nel processo.

Dalle analisi sui provini della prima campagna prove è emerso come per tutti i parametri di processo adottati la porosità fosse superiore al 10%, che la forma geometrica della pozza di fusione avesse una forma non regolare e che ci fosse una scarsa profondità di penetrazione all'interno del substrato, specialmente per alcuni provini posizionati nel medesimo punto nella piastra di deposizione. L'utilizzo, all'interno della seconda campagna prove, di potenze più basse, velocità di scansione superiori, velocità di rotazione del powder feeder maggiori e portata del gas di trasporto inferiori, unito a un maggior tempo di essicazione delle polveri hanno portato all'ottenimento di provini con una geometria più regolare e una porosità media dello 0,18%. Quale sia stato il fattore determinante nel generare delle differenze tra le due produzioni non è possibile affermarlo con certezza e andrà indagato più in dettaglio, ma sicuramente ha influito il non corretto funzionamento da parte di un ugello della testa di deposizione che ha portato alla generazione di un flusso di polveri non omogeneo all'interno della melt pool. I risultati migliori in termini di stabilità della pozza di fusione si sono ottenuti lavorando con il powder feeder al 50% della velocità di rotazione, mentre velocità di scansione più elevate, comprese tra il 67% e il 100%, hanno portato ai migliori risultati in termini di finitura superficiale. Per quanto riguarda invece la powder efficiency risulta conveniente lavorare con potenze del 64% e del 73% che assicurano il miglior utilizzo della polvere. Come si è visto dalle immagini al microscopio ottico i campioni prodotti possiedono una microstruttura cellulare estremamente fine nella zona esterna della pozza di fusione a causa dell'alta velocità di raffreddamento, una struttura con dendriti più o meno fini nella parte centrale a seconda dei flussi di calore presenti all'interno e una crescita dendritica colonnare in prossimità del substrato. Infine nella terza campagna prove si è voluto analizzare l'effetto sui single scan dell'utilizzo dell'argon come gas protettivo al posto dell'azoto usato nelle due precedenti campagne. Dalle analisi effettuate non sono emerse differenze significative a livello microstrutturale e a livello composizionale, sebbene il contenuto del Si risulti, anche nel caso dell'utilizzo dell'atmosfera protettiva di azoto, estremamente basso all'interno della pozza di fusione e per questo sarà necessario condurre delle ulteriori analisi in cui si escluda l'effetto del substrato sulla composizione. Per questi motivi l'utilizzo dell'azoto come gas protettivo sembra la scelta consigliata visto il costo molto più contenuto, tenendo però in conto che dalle analisi geometriche i provini prodotti in azoto posseggono una maggiore larghezza della pozza di fusione, specialmente quelli prodotti con il 64% della potenza, mentre l'altezza della pozza di fusione sia superiore per i provini prodotti in argon.

Per quanto riguarda invece le analisi condotte sulla polvere possiamo concludere da quanto emerso che risulta importante effettuare un trattamento termico di essiccazione preventivo

all'utilizzo delle polveri nel processo DED. Infatti le polveri sottoposte a un trattamento termico di 50°C per 24 ore presentavano migliori caratteristiche in termini di flowability. Sempre dal punto di vista della scorrevolezza le polveri usate hanno ottenuto valori in linea con le polveri nuove e anche dal punto di vista della granulometria questa non si discosta molto dai valori calcolati sulla polvere prima del processo. Inoltre la composizione chimica calcolata tramite analisi EDS risulta equiparabile a quella della polvere nuova, quindi da questi risultati la polvere residua dal processo DED sembra idonea per essere reimmessa in nuovo ciclo di produzione, non prima però di aver effettuato un'operazione di setacciatura, utile al fine di eliminare le particelle più grosse e garantire l'omogeneità del materiale di partenza.

8. Sviluppi futuri

Il prossimo passo verso la produzione tramite DED di oggetti in lega di Al F357 sarà quello di analizzare l'interazione tra diversi single scan affiancati tra loro a formare un layer di materiale. In questo modo si potrà vedere l'effetto sulla microstruttura della traccia già solidificata nel depositare una nuova scansione adiacente. Inoltre sarà da verificare la presenza o meno di porosità tra un single scan e l'altro, poiché oltre ai parametri di processo discussi in questa tesi si aggiunge l'ulteriore parametro della distanza reciproca tra le tracce adiacenti (hatching distance). Una volta individuati i valori ottimali di hatching distance si passerà alla creazione di cubetti, dove bisognerà valutare se i parametri di processo saranno corretti per una crescita uniforme del campione, senza collasso della struttura e formazione di porosità interna. Inoltre la sovrapposizione di diversi layer dello stesso materiale permetterà di svolgere un'analisi composizionale più accurata, in modo da trascurare l'effetto del substrato presente nei single scan. Infine risulterebbe interessante effettuare una caratterizzazione meccanica dei provini in termini di microdurezza e resistenza a trazione, in modo da confrontare i risultati con quelli della lega da colata e valutare la qualità del processo.

9. Bibliografia

[1] F. Calignano *et al.*, “Overview on additive manufacturing technologies,” *Proc. IEEE*, vol. 105, no. 4, pp. 1–20, 2017.

[2] F. Trevisan *et al.*, “On the Selective Laser Melting (SLM) of the AlSi10Mg Alloy: Process, Microstructure, and Mechanical Properties,” 2017.

[3] W. E. Frazier, “Metal additive manufacturing: A review,” *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 23, no. 6, pp. 1917–1928, 2014.

[4] “http://www.borealisproject.eu/project/.” .

[5] D. Herzog, V. Seyda, E. Wycisk, and C. Emmelmann, “Additive manufacturing of metals,” *Acta Mater.*, vol. 117, pp. 371–392, 2016.

[6] S. M. Thompson, L. Bian, N. Shamsaei, and A. Yadollahi, “An overview of Direct Laser Deposition for additive manufacturing; Part I: Transport phenomena, modeling and diagnostics,” *Addit. Manuf.*, vol. 8, pp. 36–62, 2015.

[7] D. Gu, *Laser Additive Manufacturing of High-Performance Materials*. 2015.

[8] W. J. Sames, F. A. List, S. Pannala, R. R. Dehoff, and S. S. Babu, “The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing,” *Int. Mater. Rev.*, vol. 61, no. 5, pp. 315–360, 2016.

[9] B. Liu, R. Wildman, C. Tuck, I. Ashcroft, and R. Hague, “Investigation the Effect of Particle Size Distribution on Processing Parameters Optimisation in Selective Laser Melting Process,” *Sff*, no. mm, pp. 227–238, 2011.

[10] E. O. Olakanmi, “Selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of pure Al, Al-Mg, and Al-Si powders: Effect of processing conditions and powder properties,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 213, no. 8, pp. 1387–1405, 2013.

[11] C. Weingarten, D. Buchbinder, N. Pirch, W. Meiners, K. Wissenbach, and R. Poprawe, “Formation and reduction of hydrogen porosity during selective laser melting of AlSi10Mg,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 221, pp. 112–120, 2015.

[12] N. T. Aboulkhair, N. M. Everitt, I. Ashcroft, and C. Tuck, “Reducing porosity in AlSi10Mg parts processed by selective laser melting,” *Addit. Manuf.*, vol. 1, pp. 77–86, 2014.

[13] M. Galati and L. Iuliano, “A literature review of powder-based electron beam melting focusing on numerical simulations,” *Addit. Manuf.*, vol. 19, pp. 1–20, 2018.

[14] I. Gibson, D. Rosen, and B. Stucker, “Additive Manufacturing Technologies,” no. Dmd, pp. 245–268, 2015.

[15] I. Gibson, D. Rosen, and B. Stucker, *Additive Manufacturing Technologies: 3D Printing, Rapid Prototyping, and Direct Digital Manufacturing*. 2015.

[16] N. Shamsaei, A. Yadollahi, L. Bian, and S. M. Thompson, "An overview of Direct Laser Deposition for additive manufacturing; Part II: Mechanical behavior, process parameter optimization and control," *Addit. Manuf.*, vol. 8, pp. 12–35, 2015.

[17] X. Su and Y. Yang, "Research on track overlapping during Selective Laser Melting of powders," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 212, no. 10, pp. 2074–2079, 2012.

[18] R. Ye, J. E. Smugeresky, B. Zheng, Y. Zhou, and E. J. Lavernia, "Numerical modeling of the thermal behavior during the LENS®process," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 428, no. 1–2, pp. 47–53, 2006.

[19] L. Peng *et al.*, "Direct laser fabrication of nickel alloy samples," *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, vol. 45, no. 11, pp. 1288–1294, 2005.

[20] P. A. Kobryn and S. L. Semiatin, "Mechanical properties of laser-deposited Ti-6Al-4V," *Solid Free. Fabr. Proc.*, pp. 6–8, 2001.

[21] N. D. Alexopoulos and S. G. Pantelakis, "Quality evaluation of A357 cast aluminum alloy specimens subjected to different artificial aging treatment," *Mater. Des.*, vol. 25, no. 5, pp. 419–430, 2004.

[22] D. D. Gu, W. Meiners, K. Wissenbach, and R. Poprawe, "Laser additive manufacturing of metallic components: materials, processes and mechanisms," *Int. Mater. Rev.*, vol. 57, no. 3, pp. 133–164, 2012.

[23] J. H. Rao, Y. Zhang, X. Fang, Y. Chen, X. Wu, and C. H. J. Davies, "The origins for tensile properties of selective laser melted aluminium alloy A357," *Addit. Manuf.*, vol. 17, pp. 113–122, 2017.

[24] H. Rao, S. Giet, K. Yang, X. Wu, and C. H. J. Davies, "The influence of processing parameters on aluminium alloy A357 manufactured by Selective Laser Melting," *Mater. Des.*, vol. 109, pp. 334–346, 2016.

[25] L. Z. Zhao, M. J. Zhao, L. J. Song, and J. Mazumder, "Ultra-fine Al-Si hypereutectic alloy fabricated by direct metal deposition," *Mater. Des.*, vol. 56, pp. 542–548, 2014.

[26] M. Javidani, J. Arreguin-Zavala, J. Danovitch, Y. Tian, and M. Brochu, "Additive Manufacturing of AlSi10Mg Alloy Using Direct Energy Deposition: Microstructure and Hardness Characterization," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 26, no. 4, pp. 587–597, 2017.

[27] G. P. Dinda, A. K. Dasgupta, and J. Mazumder, "Evolution of microstructure in laser deposited Al-11.28%Si alloy," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 206, no. 8–9, pp. 2152–2160, 2012.

[28] A. Singh, A. Ramakrishnan, and G. P. Dinda, "Direct Laser Metal Deposition of Eutectic Al-Si Alloy for Automotive Applications," vol. 35, no. 4, pp. 71–80, 2017.

[29] X. J. Wang, L. C. Zhang, M. H. Fang, and T. B. Sercombe, "Materials Science & Engineering A The effect of atmosphere on the structure and properties of a selective laser melted Al – 12Si alloy," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 597, pp. 370–375, 2014.

[30] D. M. Bauer, K. Dietrich, M. Walter, P. Forêt, F. Palm, and G. Witt, "Effect of Process Gas and Powder Quality on Aluminum Alloys Processed by Laser Based Powder Bed Melting Process," *Proc Int Solid Free. Fabr. Symp.*, pp. 419–425, 2016.

[31] "Chemical and Physical Characteristics of Valimet Spherical Aluminum Silicon Powders Sieve Analysis Microtrac Analysis (Nominal Values)," vol. 103, no. 209, p. 95206, 2017.

[32] J. Vollbrecht and K. D. Arezzo, "LENS Print Engine Deposition Head User Manual."

[33] Z. Stevens and K. D. Arezzo, "LENS Powder Feeder User Manual."

[34] IPG Photonics, "Industrial fiber lasers for materials processing - IPG product guide." 2016.

[35] O. Manual, "Operator manual," vol. 48560, no. June, pp. 1–26, 2009.

[36] "https://www.leica-microsystems.com/it/applicazioni/didattica/dettagli/product/leica-ez4-w/." .

[37] "http://www.insidemetaladditivemanufacturing.com/blog/reducing-hydrogen-pores-formation-in-alsi10mg- processed-by-selective-laser-melting," p. 10.

[38] X. Cao, W. Wallace, J. P. Immarigeon, and C. Poon, "Research and progress in laser welding of wrought aluminum alloys. II. Metallurgical microstructures, defects, and mechanical properties," *Mater. Manuf. Process.*, vol. 18, no. 1, pp. 23–49, 2003.

[39] "http://www.pharmacopeia.cn/v29240/usp29nf24s0_c1174.html." .