

POLITECNICO DI TORINO

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Meccanica

Tesi di Laurea Magistrale

Caratterizzazione di getti LAM in AISI 316L mediante indentazione strumentata



Relatore

prof. Giovanni Maizza

firma del relatore

Candidato

Andrea Meniconi

firma del candidato

Aprile 2018

Alla mia Famiglia

“CNC and AM need no longer be considered independently, but are to be recast as extremes on the continuous spectrum of hybridized digital manufacturing technologies”

Dr. Jason B. Jones

SME's 2014 Aubin Distinguished paper

Sommario

Il seguente studio è rivolto alla caratterizzazione, tramite un insieme di macro- e nano-indentazioni strumentate, di un provino in acciaio inossidabile AISI 316L prodotto attraverso Laser Additive Manufacturing (LAM).

La macro-indentazione strumentata è una tecnologia tutt'oggi ancora in fase di ricerca e sviluppo, ma al momento risulta essere uno dei test non distruttivi più promettenti per la caratterizzazione dei materiali. Per tale motivo si è voluto approfondire il comportamento del materiale, sottostante una macro-indentazione Vickers, in modo tale da poterne trarre delle conclusioni al fine di perfezionare questa tecnologia.

In questo studio interviene dunque la nano-indentazione. Essa ha permesso di realizzare delle mappe di nano-durezza nella sezione trasversale del provino, passante per una delle due diagonali e il vertice dell'impronta. Ciò è stato effettuato al fine di identificare alcune grandezze ritenute al quanto rilevanti come la forma della zona plastica, generata durante il processo di macro-indentazione del campione, e l'individuazione del relativo raggio plastico. In particolare, quest'ultimo, risulta essere molto interessante al fine della stima della tensione di snervamento.

Nel seguito della trattazione verrà riportata tutta la procedura seguita durante la preparazione dei campioni e durante l'analisi dei dati, i risultati ottenuti e il loro possibile utilizzo al fine di implementare la tecnologia di macro-indentazione, inoltre, verranno spiegati i pro e i contro relativi alla procedura e alla strumentazione utilizzata.

Indice

| | |
|---|-----|
| 1. Introduzione..... | 1 |
| 1.1 Tecnologia di produzione del provino | 1 |
| 1.2 Il provino | 4 |
| 1.3 Scopo dell'analisi..... | 5 |
| 1.4 Obbiettivi..... | 5 |
| 1.5 Proposta di studio inviata al National Institute for Material Science - Japan | 6 |
| 2. Polveri utilizzate per la realizzazione del provino | 7 |
| 3. Macro-indentazione | 9 |
| 3.1 Preparazione dei provini | 12 |
| 3.2 Trattamento di ricottura del provino di AISI 316L | 13 |
| 3.3 Analisi della sezione del provino per la valutazione di porosità..... | 14 |
| 3.4 Attacco chimico | 16 |
| 3.5 Analisi preliminari | 19 |
| 4. Nano-indentazione | 29 |
| 4.1 Macchina per la nano-indentazione | 32 |
| 4.2 Preparazione provini | 34 |
| 4.3 Modello di Johnson per l'individuazione del raggio plastico teorico..... | 38 |
| 4.4 Scelta del carico massimo applicato nei test di nano-indentazione..... | 40 |
| 4.5 Test e analisi dei risultati..... | 45 |
| 5. Conclusioni..... | 93 |
| 6. Appendice..... | 95 |
| 6.1 Specifiche della testa deposizione laser della AMBIT™ | 95 |
| 6.2 Test di certificazione delle polveri | 96 |
| 6.3 Specifiche Hysitron TI 950 TriboIndenter® | 97 |
| 7. Bibliografia..... | 101 |
| 8. Ringraziamenti..... | 103 |

1. Introduzione

Negli ultimi anni l'additive manufacturing ha riscosso molto interesse e la richiesta di un incremento di produttività, senza rinunciare alla flessibilità caratteristica di questa tecnologia, sta spingendo sempre più industrie ad investire nella ricerca e sviluppo di apparecchiature per la produzione più efficienti e produttive.

In questa trattazione si è andati ad analizzare la struttura e il comportamento di un provino in acciaio inossidabile AISI 316L prodotto per LAM (Laser Additive Manufacturing) attraverso una tecnologia innovativa prodotta e brevettata dalla AMBIT™.

Un altro tipo di tecnologia che risulta avere molte potenzialità è la macro-indentazione. Questa tecnologia è tutt'oggi ancora in fase di ricerca e sviluppo, ma al momento risulta essere uno dei test non distruttivi più promettenti per la caratterizzazione dei materiali.

Per tale motivo è risultato molto interessante e ambizioso cercare di sviluppare tale tecnologia attraverso l'utilizzo di un provino prodotto attraverso una tecnologia LAM, la quale porta il materiale ad avere una microstruttura molto particolare, tipica di questi processi.

1.1 Tecnologia di produzione del provino

La sinterizzazione laser è uno dei principali processi commerciali per la fabbricazione di componenti e prototipi funzionali. Il processo permette di creare solidi tri-dimensionali attraverso la fusione di polveri tramite energia laser. In tale processo possono essere utilizzati diversi tipi di materiali, come plastiche di uso ingegneristico, elastomeri elastoplastici, metalli e ceramici.

Il provino in esame è stato realizzato dalla HYBRID MANUFACTURING TECHNOLOGIES [1] attraverso una tecnologia ibrida, prodotta e brevettata dalla AMBIT™ costituita da una macchina CNC equipaggiata con un'attrezzatura tale da permettere la realizzazione e/o la riparazione di componenti per additive manufacturing (AM). Essa permette dunque di passare facilmente da operazioni di fresatura a produzione per aggiunta di materiale rendendo possibile la riparazione di componenti di elevato valore e di produrre direttamente componenti di elevata complessità.

Tale tecnologia ibrida ha come scopo la combinazione dei pro dei due sistemi di produzione in modo da minimizzare i contro (figura 1.1.1), infatti essa permette un minor spreco di materiale rispetto ai processi completamente per asportazione di materiale, una migliore finitura superficiale e una maggiore produttività rispetto ai processi di produzione per AM:

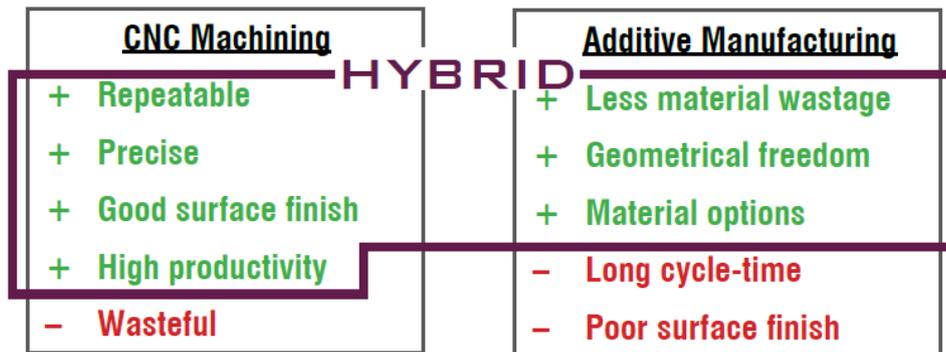


Figura 1.1.1: Aumento dei pro e minimizzazione dei contro ottenuti attraverso l'utilizzo della tecnologia ibrida progettata e brevettata dalla AMBIT™

L'ibridizzazione ha reso possibile la realizzazione del processo di finitura a bordo macchina permettendo di ottenere un'accuratezza e una finitura superficiale paragonabile a quella dei prodotti realizzati per asportazione di truciolo (figura 1.1.2). Ciò ha portato inoltre ad un aumento della produttività grazie all'uso dell'AM a tassi di deposizione più elevati (strati più spessi) dato che la finitura superficiale è ottenuta mediante lavorazione meccanica.

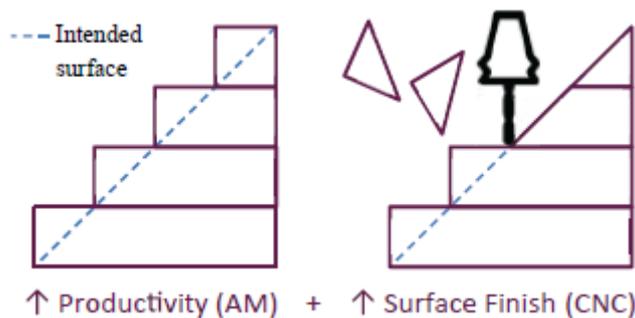


Figura 1.1.2: Processo di finitura a bordo macchina successivo alla produzione per AM

Le teste laser AMBIT™ sono le prime e uniche teste che si inseriscono nel magazzino utensili di una macchina CNC (figura 1.1.3). Questo approccio consente l'utilizzo di teste multiple, ciascuna ottimizzata per un lavoro diverso. Ciò permette una flessibilità superiore per affrontare una vasta gamma di applicazioni, dal rivestimento superficiale di ampie aree e ricostruzione dettagliata della geometria 3D alla perforazione laser e alla ri-fusione superficiale, ecc.



Figura 1.1.3: Magazzino utensili di una macchina CNC

Nell'appendice 6.1 sono riportate le caratteristiche delle principali teste laser prodotte dalla AMBIT™.

Durante la fabbricazione i componenti metallici realizzati per additive manufacturing sono soggetti ad un complesso andamento storico della temperatura coinvolgendo l'estrazione del calore direzionale e la ripetuta fusione e la rapida solidificazione. Molte leghe sono soggette anche a ripetute trasformazioni di fase a stato solido. Questi fattori introducono una complessità nell'analisi dell'evoluzione microstrutturale e delle proprietà non tipicamente presenti nei processi convenzionali.

In generale, le proprietà meccaniche statiche dei materiali metallici AM sono paragonabili a quelle dei materiali metallici tradizionalmente fabbricati. I tassi di raffreddamento relativamente alti raggiunti in molti dei processi AM permettono di ottenere dimensioni ridotte dei grani.

L'anisotropia nelle proprietà microstrutturali e meccaniche è sempre presente in prodotti realizzati per additive manufacturing con la direzione Z generalmente più debole. I difetti di lavorazione (ad esempio, microporosità e finitura superficiale) dominano le proprietà di fatica delle leghe prodotte mediante AM. Tuttavia, utilizzando una HIP (Hot Isostatic Pressing) e lavorando la superficie esterna dei componenti si possono esibire proprietà di fatica comparabili con quelle di leghe non realizzate per AM.

1.2 Il provino

Il provino in analisi è stato realizzato mediante una tecnologia ibrida prodotta e brevettata della AMBIT™ che permette, come precedentemente esposto, di realizzare prima il provino tramite LAM (Laser Additive Manufacturing) e successivamente di andarlo a rifinire attraverso asportazione di truciolo all'interno della stessa macchina.

Tale provino è composto da un substrato in acciaio dolce utilizzato come base e da una parte apportata mediante la tecnologia LAM in acciaio inossidabile 316L come riportato in figura 1.2.1.



Figura 1.2.1: Provino in analisi composto da a) substrato b) materiale depositato e poi rifinito per asportazione di truciolo c) materiale depositato e non rifinito.

La parte prodotta tramite LAM è stata realizzata utilizzando una testa per la deposizione sottile e i seguenti parametri di lavoro:

| | |
|---|------------|
| Potenza media del laser: | 350 W |
| Velocità di avanzamento della Macchina: | 300 mm/min |

1.3 Scopo dell'analisi

Lo studio in questione è rivolto alla caratterizzazione di un provino in acciaio inossidabile AISI 316L tramite un insieme di macro-indentazioni strumentate.

In particolare, essendo la macro-indentazione ancora una tecnica di caratterizzazione dei materiali in via di sviluppo, si è voluto approfondire il comportamento del materiale sottostante una macro-indentazione in modo tale da poterne trarre delle conclusioni al fine di perfezionare questa tecnologia. In questo studio interviene dunque la nano-indentazione, la quale ha permesso di realizzare delle mappe di nano-durezza al fine di identificare alcune grandezze ritenute al quanto rilevanti.

La caratterizzazione di questo materiale è inoltre effettuata anche allo scopo di trarre delle conclusioni basilari sul possibile utilizzo di questo materiale per la realizzazione di tazze vibranti per l'alimentazione di linee di produzione operanti nel settore dell'industria farmaceutica (figura 1.3.1).



Figura 1.3.1: Tazza vibrante per l'alimentazione di linee di produzione

1.4 Obbiettivi

I principali obbiettivi alla base di questo studio sono stati essenzialmente i seguenti:

1. Valutazione di tipo qualitativo sull'utilizzabilità di tale materiale e processo per la produzione di tazze vibranti per l'alimentazione di linee di produzione operanti nel settore farmaceutico.
2. Caratterizzazione del materiale sottostante l'impronta prodotta da un test di macro-indentazione attraverso l'utilizzo di mappe di nano-durezza.
3. Correlazione dei risultati ottenuti nello studio del materiale sottostante l'impronta macro con i parametri del test di macro-indentazione che l'hanno prodotta e le sue dimensioni.

1.5 Proposta di studio inviata al National Institute for Material Science (NIMS) - Japan

Laser Additive manufacturing (LAM) is a revolutionary manufacturing process which allows to produce by CAM technology net shaped components of arbitrary geometry, micro-architecture and texture using a wide range of metals and alloys.

However, the unique mechanical properties of AM parts cannot be assessed by standard mechanical testing techniques and turns out to be currently a serious handicap for the successful spread of this technology on industrial scale.

Five years ago, Politecnico di Torino has started in collaboration with various Italian and European private companies a research plan to develop a macro-instrumented indentation technique with also the purpose of measuring the mechanical properties of LAM samples in a non-destructive manner and yet in direct correlation with the conventional (destructive) tensile test. Macro-indentation employs forces in the range of 2 to 2500 N whereas imprints are in the order of 300 to 1000 μm in diagonal length. Typically, the sensed volume contains most of the representative features of a material microstructure so that macro-instrumented indentation properties can be directly related with the actual tensile properties of the material. The macro-instrumented indentation test method is now entering in the stage of industrial exploitation in Italy.

However, in the specific case of LAM the resulting microstructures though very fine appears to be highly inhomogeneous across multiple scales. It is believed that the actual mechanical properties of LAM product can be better assessed by a combination of nanoscale and macroscale instrumented indentation techniques. As nano-indentation sense the microstructure over a more localized region using very small loads and smaller permits the extraction of mechanical properties at feature scale of microstructure, say across highly purity dendrites and inhomogeneous interdendritic regions being characterized by alloying elements of unknown bonding nature and strength.

Thus, in this Internship nano- and macro-indentation tests will be performed simultaneously on AISI 316L sample produced by LAM to extract its mechanical properties in a non-destructive manner across different scales of microstructure. It is strongly believed that such microstructure features at the nanoscale of LAM samples will exhibit unique and fascinating properties that are worth to be analyzed by nanoindentation.

The use of prior-developed nanoindentation computational models will help understand the mechanical behaviour of LAM features at the nanoscale and cross-link with the macroscale properties of LAM samples.

2. Polveri utilizzate per la realizzazione del provino

Le polveri utilizzate per la produzione del cordone realizzato per additive manufacturing sono state certificate in data 06 agosto 2015 dalla LPW Technology Limited.

La lega va sotto il nome di LPW-316-AABE e le polveri hanno una dimensione variabile che va da 44 a 88 μm .

| Size Analysis | | |
|---------------|--------|---|
| Actual Range | | |
| Size | Unit | % |
| 45 | micron | 3 |

Di seguito sono elencati gli elementi che compongono le polveri della lega in esame.

| Chemical Analysis (wt%) | | | |
|-------------------------|-----------------|---------|---------|
| | Specified Range | | Actual |
| Element | Min | Max | |
| C | | 0.030 | 0.013 |
| Cr | 17.50 | 18.00 | 17.90 |
| Cu | | 0.50 | 0.03 |
| Fe | | Balance | Balance |
| Mn | | 2.00 | 1.38 |
| Mo | 2.25 | 2.50 | 2.36 |
| N | | 0.10 | 0.10 |
| Ni | 12.50 | 13.00 | 12.70 |
| O | | 0.10 | 0.02 |
| P | | 0.025 | 0.013 |
| S | | 0.010 | 0.005 |
| Si | | 0.75 | 0.62 |

In appendice 6.2 è riportato il certificato di prova.

Le curve di indentazione consentono di estrarre alcuni importanti parametri di indentazione:

- h_0 : il punto zero, cioè il primo punto di contatto;
- h_{max} : la massima profondità di penetrazione della punta dell'indentatore nel provino;
- F_{max} : la forza massima applicata;
- S_M : la tangente alla curva di carico nel punto h_{max} ;
- h_{rM} : l'intercetta della tangente alla curva di carico nel punto h_{max} ;
- S : la tangente alla curva di scarico nel punto h_{max} ;
- h_r : l'intercetta alla tangente alla curva di scarico nel punto h_{max} ;
- h_c : la profondità di contatto;
- h_p : la profondità plastica, cioè l'ultimo punto di contatto corrispondente al risultato della deformazione plastica dell'indentazione quando la deformazione elastica è stata completamente recuperata.

La figura 3.2 mostra le superfici e le varie profondità ritenute d'interesse nello studio in questione.

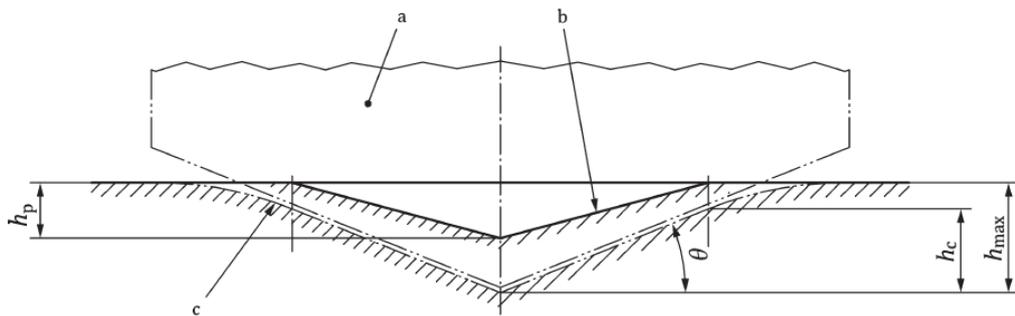


Figura 3.2. rappresentazione schematica della sezione trasversale di un'indentazione nel caso di presenza di sink-in

Dove:

- a : indentatore;
- b : superficie plastica residua relativa ad un'indentazione effettuata su un corpo avente una risposta perfettamente plastica;
- c : superficie del campione testato quando si è alla massima profondità di indentazione con il massimo carico applicato;
- θ : massimo angolo tra la superficie del campione testato e l'indentatore.

I parametri di indentazione permettono di valutare senza la necessità di nessun microscopio e nessuna dipendenza dell'operatore, l'area di contatto A_c coinvolta nella definizione di durezza nel caso di prove di indentazione strumentata.

Come visibile da figura 3.3, è possibile notare come le curve di indentazione permettano di individuare, dall'area sottesa dalla curva di carico e quella di scarico, la presenza di un lavoro elastico e di uno plastico

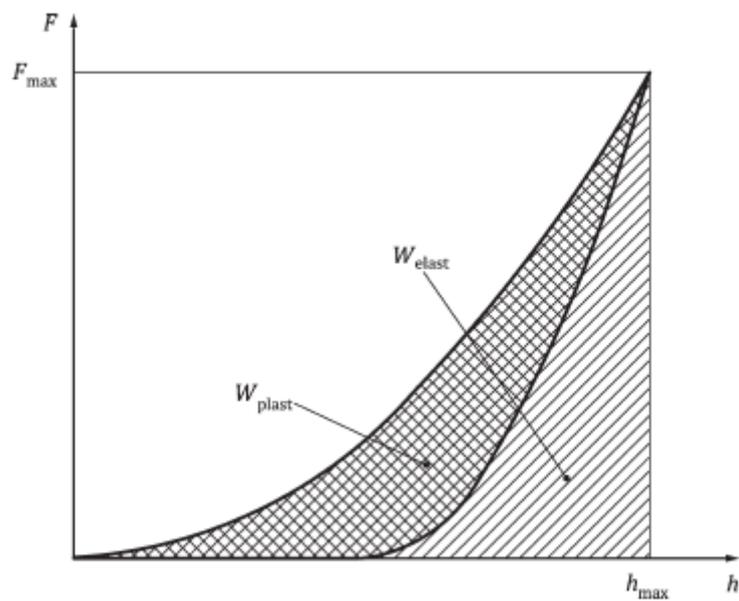


Figura 3.3: Parte elastica e plastica del lavoro di indentazione

3.1 Preparazione dei provini

Dato il provino da analizzare, si è proceduto a tagliare quest'ultimo al fine di ottenere delle sezioni a facce piane e parallele da poi andare a lucidare e utilizzare nelle successive fasi.

Si è dunque effettuata inizialmente la fase di troncatura (figura 3.1.1.a) in cui si è andati a tagliare in più parti il provino al fine di ottenere delle sezioni a facce piane e parallele (figura 3.1.1.b), cosa quest'ultima fondamentale per avere dei risultati sensati nella macro e nano-indentazione.

Il taglio è stato effettuato a bassa velocità (0.025 mm/s) e con elevato flusso d'acqua al fine di non alterare la struttura del componente.

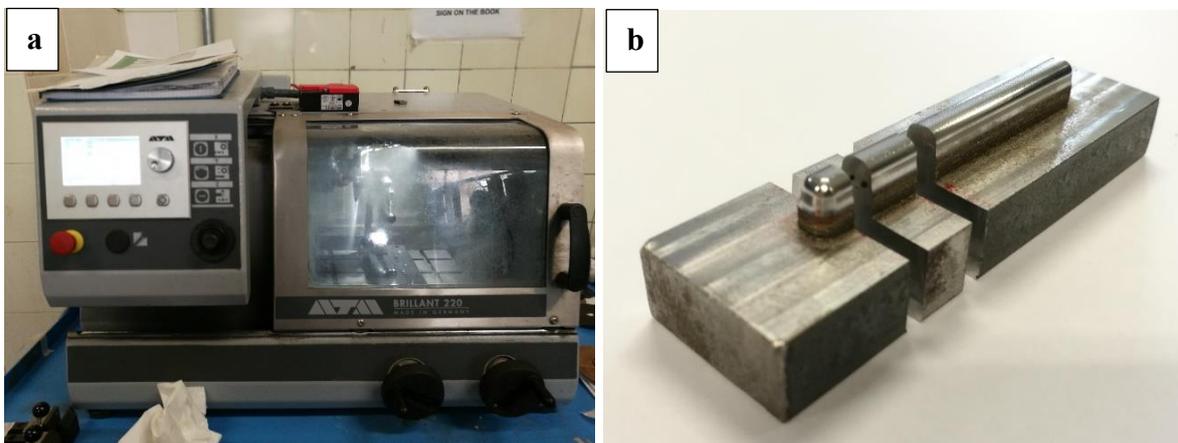


Figura 3.1.1: a) tranciatrice a disco b) provino tagliato

Dopo aver tagliato il provino la fase successiva e necessaria per procedere ad effettuare l'attacco chimico è stata la lucidatura a specchio della sezione del campione. Questa è stata effettuata attraverso una lucidatrice (figura 3.1.2.a) utilizzando inizialmente dei dischi abrasivi e successivamente le sospensioni diamantate da 6, 3 e 1 μm .

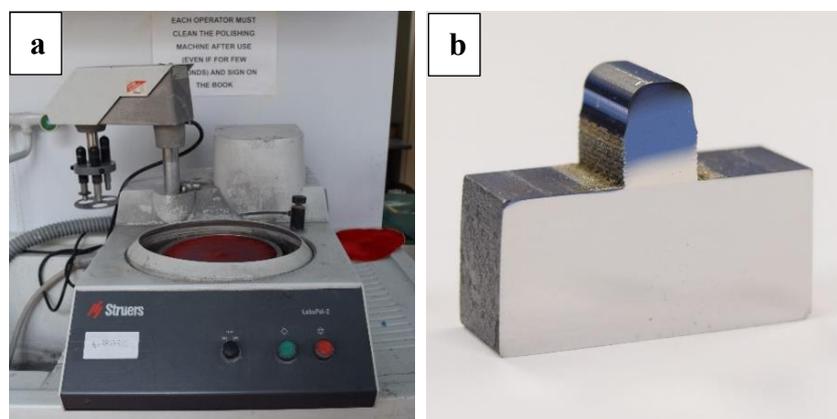


Figura 3.1.2: a) lucidatrice b) provino lucidato a specchio

3.2 Trattamento di ricottura del provino di AISI 316L

Dato l'alto tasso di rischio nella decisione di andare a studiare un materiale realizzato per LAM, si è deciso di realizzare anche un provino, dello stesso materiale, ma ricotto, in modo da ridurre la complessità del problema andando a rimuovere almeno la variabile relativa all'eterogeneità e all'elevata variazione della dimensione dei grani su tutto il provino.

Ciò è stato possibile attraverso un trattamento termico a 950°C in un forno sottovuoto. La temperatura nel forno (figura 3.2.1.a) ha seguito l'andamento riportato in figura 3.2.1.b, essa è stata incrementata con una velocità di $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ fino a raggiungere la temperatura prescelta, è stata tenuta costante per due ore e successivamente decrementata con la stessa velocità di crescita.

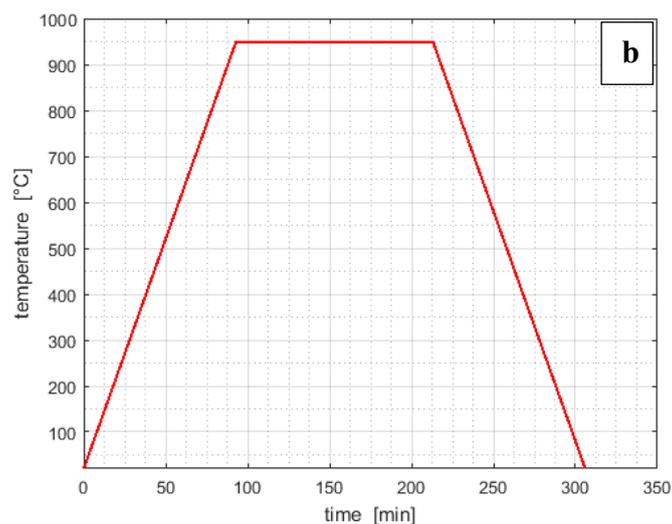
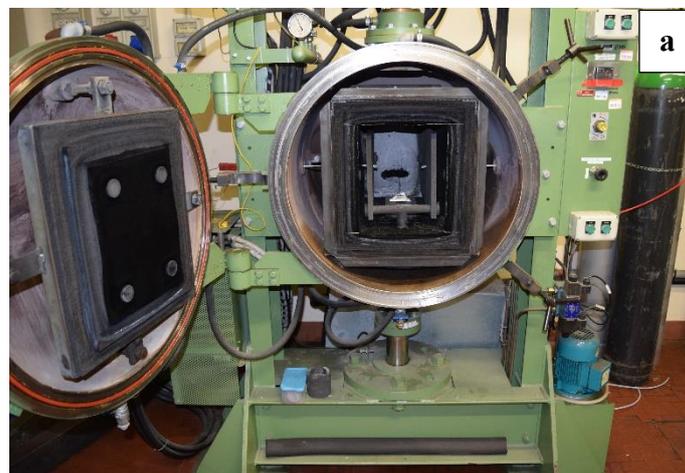
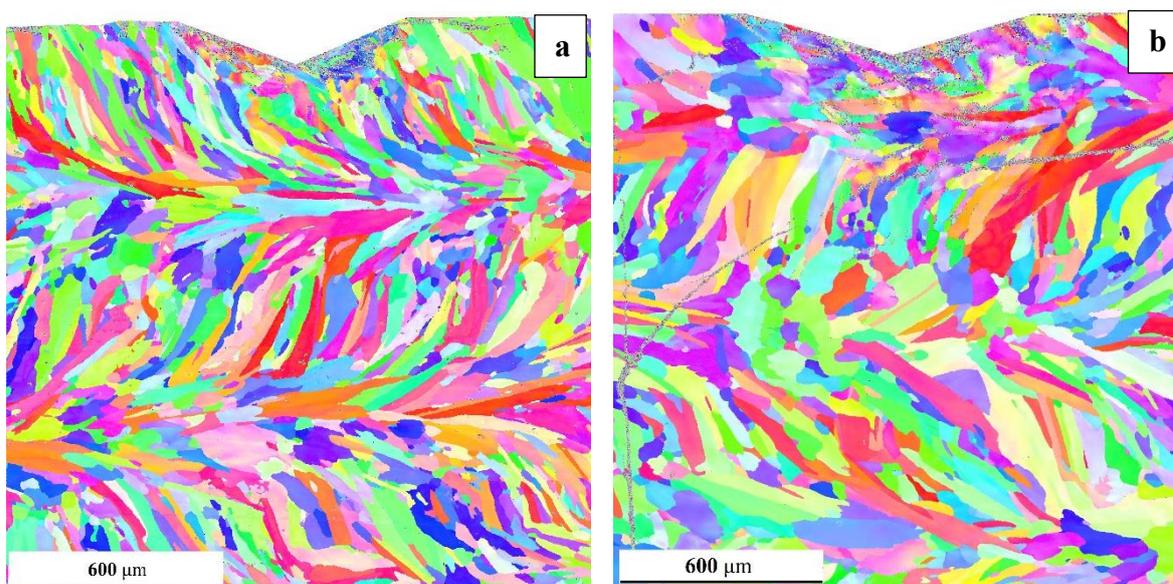


Figura 3.2.1: a) Forno utilizzato per il trattamento termico
b) Andamento della temperatura all'interno del forno.

Successivamente, attraverso un'analisi EBSD, si è notato come il trattamento termico sia andato a buon fine principalmente in una parte limitata del provino in corrispondenza della superficie esterna, infatti si nota soltanto una piccola influenza, data dall'incremento della dimensione dei grani, sulla restante parte del provino. Ciò è mostrato chiaramente in figura 3.2.2 in cui sono riportate le 2 mappe EBSD ottenute sul provino non ricotto e su quello ricotto.



*Figura 3.2.2: Inverse pole figure map dell'acciaio inossidabile AISI 316L
a) non ricotto b) ricotto.*

3.3 Analisi della sezione del provino per la valutazione di porosità

Dopo la lucidatura a specchio della sezione si è passati, prima di effettuare l'attacco chimico, allo studio della sezione, tramite microscopio ottico (figura 3.3.1), per individuare eventuali porosità presenti nel materiale.

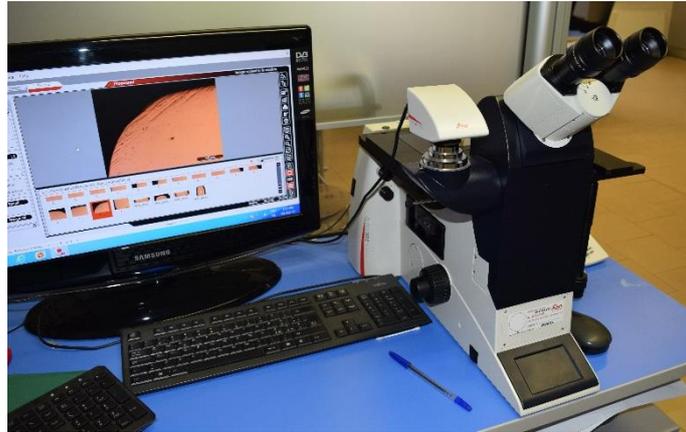


Figura 3.3.1: microscopio ottico

L'analisi ha portato alla luce la presenza di una porosità tipica dei prodotti realizzati per additive manufacturing con pori tutti interni al materiale e con dimensioni variabili dai 35 ai 75 μm come visibile in figura 3.3.2.

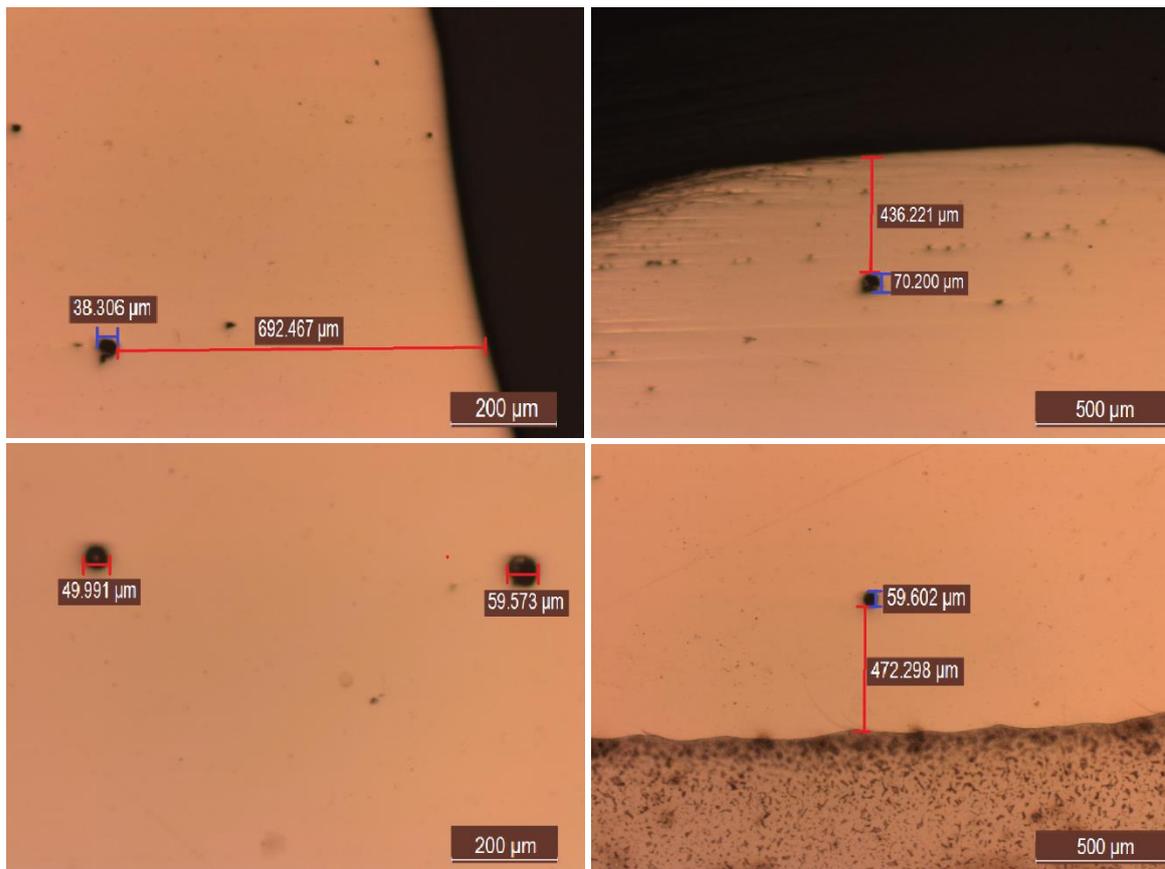


Figura 3.3.2: Porosità portate in luce dall'analisi della superficie del provino lucidata a specchio

Queste porosità, come visibile anche dalle immagini, sono presenti ad una distanza superiore di 0,4 mm dalla superficie esterna e dall'interfaccia.

Tuttavia dall'analisi di sezioni successive si è individuata una porosità maggiore, ma a sua volta sempre minore di 200 micrometri in diametro. Essa è tipica del processo produttivo con cui è stato realizzato questo campione ed è dovuta all'intrappolamento del gas argon utilizzato nel processo.

Per rimediare a questa porosità è possibile intervenire attraverso una pressatura isostatica a caldo (HIP) la quale permette l'eliminazione di quest'ultima e permette di migliorare la microstruttura del materiale.

In conclusione, tutto ciò mostra come tale materiale sia idoneo per la realizzazione di tazze vibranti per l'industria farmaceutica, infatti non si è notato la presenza di una porosità superficiale tale da causare l'intrappolamento di contaminanti. Tale affermazione risulta maggiormente valida se verrà predisposto anche un sistema per la pressatura isostatica a caldo in modo da eliminare anche quella interna e migliorare le caratteristiche del prodotto finito.

3.4 Attacco chimico

Per lo studio della microstruttura del materiale si è inizialmente effettuato un attacco chimico di 40 secondi con Nital, il quale è un composto costituito dal 3% di acido nitrico e per la restante parte da etanolo utilizzato per studiare la microstruttura di acciai al carbonio.

Questa soluzione, come previsto, ha permesso di studiare soltanto la parte non realizzata per additive manufacturing, dando così un'idea del materiale di cui è composto il sub-strato e mostrando, come era logico aspettarsi, la presenza di una zona termicamente alterata all'interfaccia (figura 3.4.1).

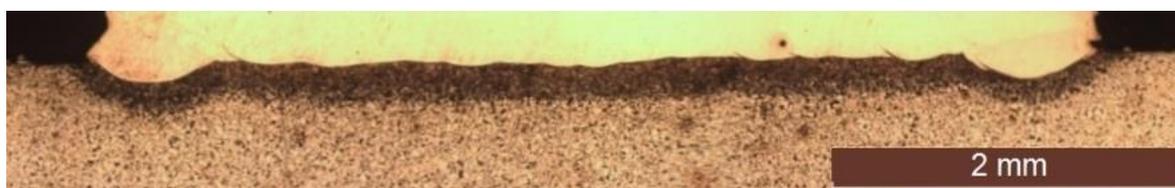


Figura 3.4.1: microstruttura all'interfaccia mostrante la presenza di una zona alterata termicamente tra sub-strato e parte realizzata per deposizione laser.

Effettuando un ingrandimento della zona relativa al materiale non alterato termicamente (figura 3.4.2.a) è possibile notare una struttura del tipo ipoeutetoidico a basso contenuto di

carbonio tipica degli acciai da costruzione. D'altro canto, con un attacco a 40 secondi, non è stato potuto dire niente di sicuro su ciò che è avvenuto all'interfaccia a causa della non elevata chiarezza, in questa zona, delle immagini, dovuta ad un attacco chimico troppo aggressivo (figura 3.4.2.b).

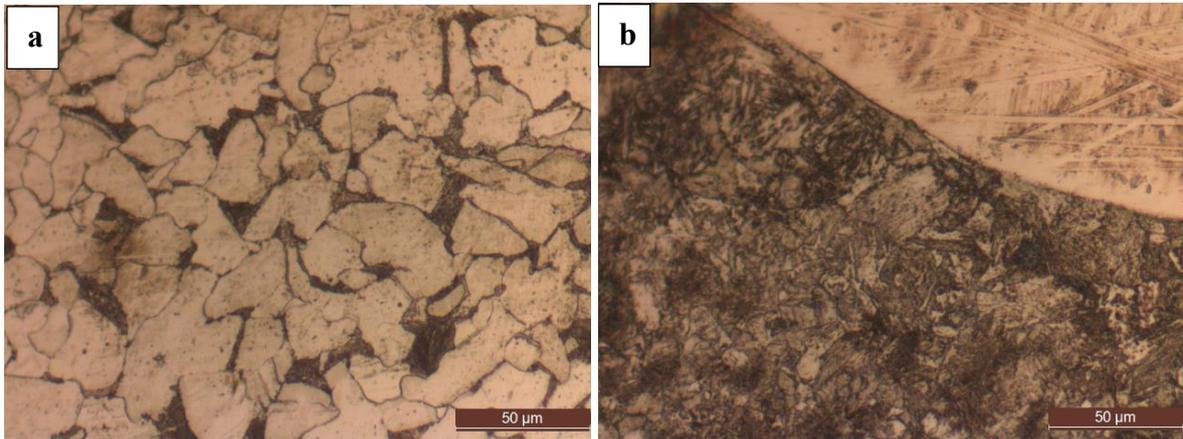


Figura 3.4.2: a) microstruttura sub-strato b) microstruttura sub-strato nella zona all'interfaccia

Per procedere a studiare la microstruttura della parte realizzata per laser deposition si è passati ad utilizzare un differente reagente chimico, atto a rendere visibile anche la microstruttura di materiali altamente resistenti alla corrosione come l'AISI 316L.

L'acido utilizzato non ha ancora un nome e la sua composizione chimica è data dal composto 88 della norma ASTM E407-07:

10 ml HNO₃
20 ml HCl
30 ml H₂O

Effettuando un attacco chimico di 2 minuti è stato possibile studiare la microstruttura della parte realizzata per additive manufacturing. Essa è risultata essere la tipica microstruttura caratterizzante i prodotti realizzati per additive manufacturing come visibile in figura 3.4.3.a dove è stata riportata la metallografia effettuata sull'intero cordone.

In figura 3.4.3.b è possibile invece vedere un ingrandimento della parte centrale del cordone. Qui è ben visibile la tessitura del materiale e quindi come sono stati disposti i layer per ottenere il provino.

Effettuando invece un ingrandimento dello spot laser (figura 3.4.4.a) è possibile notare che la struttura ottenuta risulta per lo più di tipo cellulare, presentando una zona con grani più fini al centro dello spot laser (figura 3.4.4.b) con dimensioni dei 2-3μm e sempre più grandi all'allontanarsi da questo, fino a raggiungere una zona colonnare al bordo dello spot laser (figura 3.4.4.c).

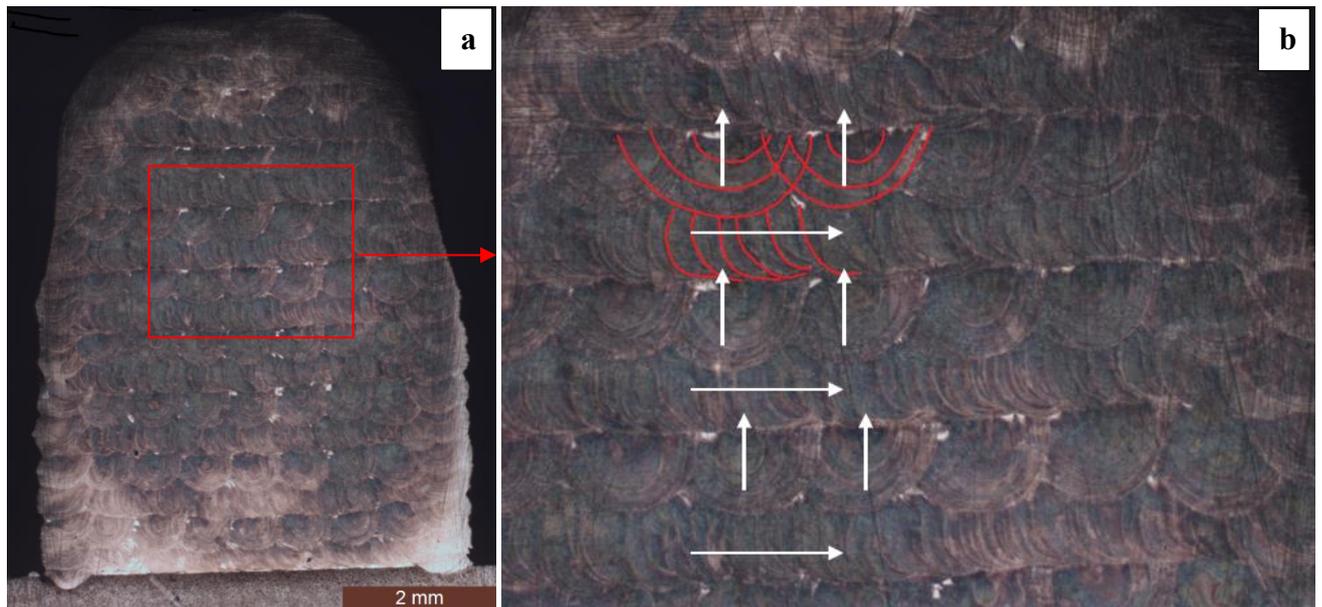


Figura 3.4.3: a) metallografia dell'intero riporto b) ingrandimento di una parte della metallografia per mettere in risalto la tessitura con cui è stato realizzato il riporto.

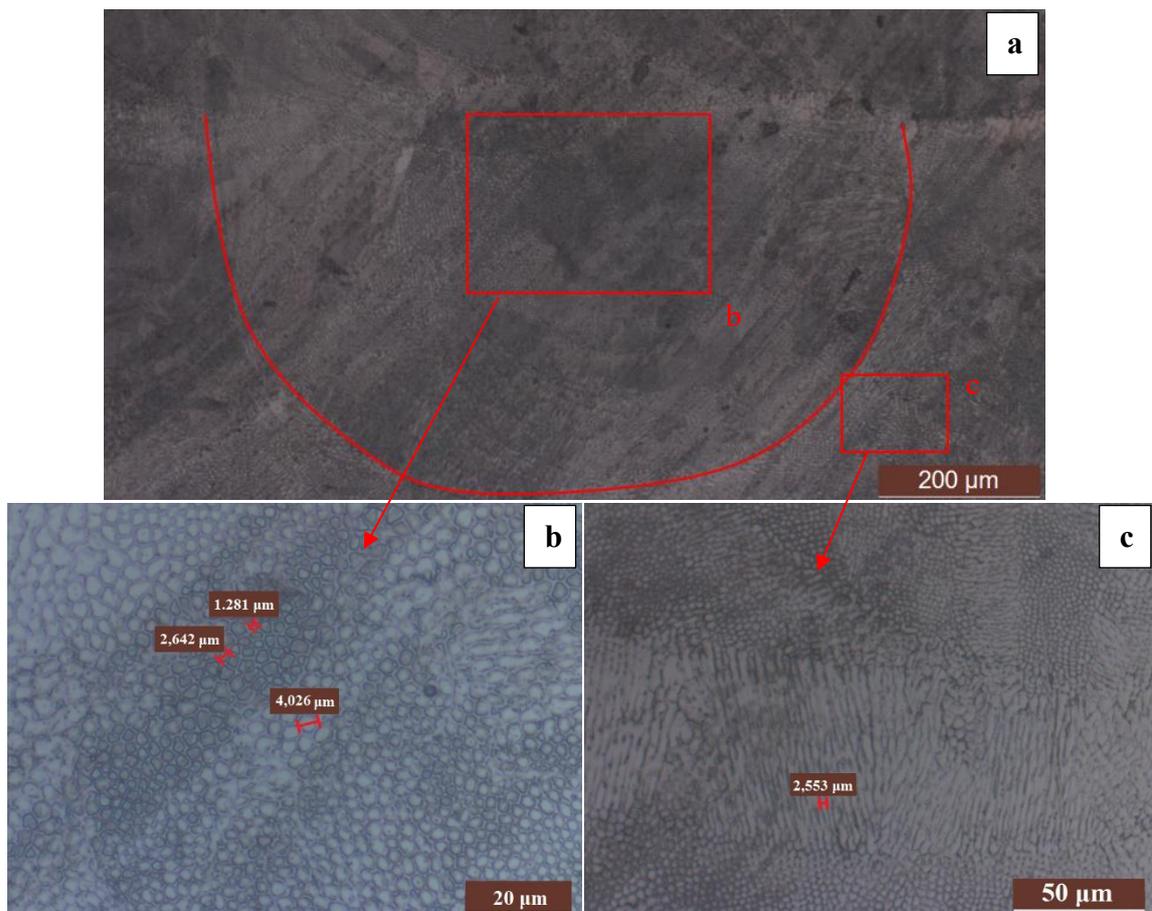


Figura 3.4.4: a) Spot laser b) Microstruttura al centro dello spot laser c) Microstruttura al bordo dello spot laser, situata tra uno spot laser ed il successivo.

3.5 Analisi preliminari

Come precedentemente detto, i provini oggetto di analisi sono i seguenti:

- Acciaio AISI 316L prodotto per LAM;
- Acciaio AISI 316L prodotto per LAM ricotto

Nella prima fase dello studio si è proceduto effettuando vari test di macro indentazione sul provino di AISI 316L non ricotto, variando il carico massimo applicato e studiando in modo statistico i risultati. In particolare ci si è focalizzati sull'analisi dei valori del modulo di indentazione e della durezza HV_{eq} .

Le prove si sono svolte con serie da 10 cicli aventi come tempi caratteristici 30 secondi di carico, 30 di mantenimento e 10 di scarico.

I test di macro indentazione sono stati effettuati utilizzando ogni volta un carico applicato massimo diverso, appartenente al range $100 \div 800N$, procedendo successivamente a valutare la forma delle curve di indentazione ottenute e a elaborare in maniera statistica i valori ottenuti, mettendoli in correlazione con quelli relativi ai test convenzionali di durezza Vickers e della prova di trazione.

Alla fine di questa analisi si è ritenuto interessante procedere ad analizzare il comportamento del materiale quando sottoposto a prove con carico massimo applicato pari a 100 e a 700N.

Per ricavare i parametri di nostro interesse dalla prova di macro-indentazione si è fatto riferimento alla norma ISO/FDIS 14577-1 [2], la quale propone tutta una serie di formulazioni atte a correlare i valori caratteristici della prova di indentazione alle principali caratteristiche meccaniche di interesse.

Volendo correlare la prova di macro-indentazione alla prova di trazione, una delle caratteristiche meccaniche a cui siamo senza dubbio interessati è il modulo di Young.

Dalla prova di macro-indentazione è possibile ricavare il modulo d'indentazione E_{IT} il quale è comparabile con il modulo di Young del materiale. È bene notare che la presenza di pile-up o di sink-in può portare ad una differenza significativa tra i due.

La formulazione proposta dalla ISO 14577-1 per il calcolo del modulo d'indentazione è la seguente:

$$E_{IT} = \frac{1 - (v_s)^2}{\frac{1}{E_{r,n}} - \frac{1 - (v_i)^2}{E_i}}$$

Ove:

v_s = coefficiente di Poisson del campione: assunto pari a 0.28 per acciaio AISI 316L;

v_i = coefficiente di Poisson dell'indentatore: assunto pari a 0.07;

E_r = modulo ridotto del contatto di indentazione;

E_i = modulo dell'indentatore: assunto pari a 1140 GPa;

C_s = deformabilità del contatto $\frac{dh}{dF}$ valutata alla massima forza di test;

A_p = area di contatto proiettata: valore della funzione dell'area dell'indentatore per la profondità di contatto h_c . Per $h_c > 6 \mu\text{m}$ si ha:

$$\begin{aligned} \text{per indentatori Vickers e Berkovich modificato: } & \sqrt{A_p} = 4.950 \times h_c \\ \text{per indentatore Berkovich: } & \sqrt{A_p} = 4.895 \times h_c \end{aligned}$$

Per il calcolo del modulo di indentazione viene introdotto il modulo ridotto E_r .

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

Una prima stima di E_r è data dalla formula sopra riportata. Questo valore dovrà poi essere corretto per lo spostamento radiale della superficie portando ad ottenere $E_{r,n}$ (dove n è il numero di iterazioni usato per la correzione) usando come valore iniziale $E_{r,0}$ il valore stimato per E_r .

Un'altra caratteristica meccanica che siamo interessati a identificare è la durezza del materiale.

La prova d'indentazione permette d'identificare la durezza di indentazione H_{IT} , la quale è una misura della resistenza alla deformazione permanente o del danno.

Essa può essere ricavata, in una prima stima, attraverso la seguente formulazione:

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

Ove:

F_{max} = forza massima applicata;

$A_p(h_c)$ = l'area proiettata (sezione trasversale) del contatto tra indentatore e provino;

La durezza di indentazione H_{IT} può essere correlata alla durezza Vickers, HV, per un ampio range di materiali utilizzando un'ideale funzione di scala. Tuttavia non si deve sostituire la durezza HV_{eq} ricavata da H_{IT} a quella ricavata dalla prova Vickers. Questo è dovuto al fatto che H_{IT} è valutato sotto carico massimo come funzione di h_c , mentre la convenzionale durezza HV viene stimata quando la forza è stata rimossa.

Una semplice funzione di scala per passare da H_{IT} a HV_{eq} può essere ricavata per una geometria perfetta dell'indentatore di Vickers attraverso il rapporto tra area proiettata A_p e l'area di superficie A_s il cui rapporto è una costante per ogni distanza dalla punta:

$$\frac{A_p}{A_s} = \frac{24,50}{26,43} = 0.9269$$

A sua volta, la convenzionale durezza Vickers HV è correlata ad A_S secondo la ISO 6507-1 da:

$$HV = \frac{F}{A_S} = \frac{1}{g_n} \times \frac{A_p}{A_S} \frac{F}{A_p} = 0,09453 H_{IT}$$

Nel caso in cui, invece, si utilizzasse un indentatore di Berkovich si avrà che:

$$HV = 0,09244 H_{IT}$$

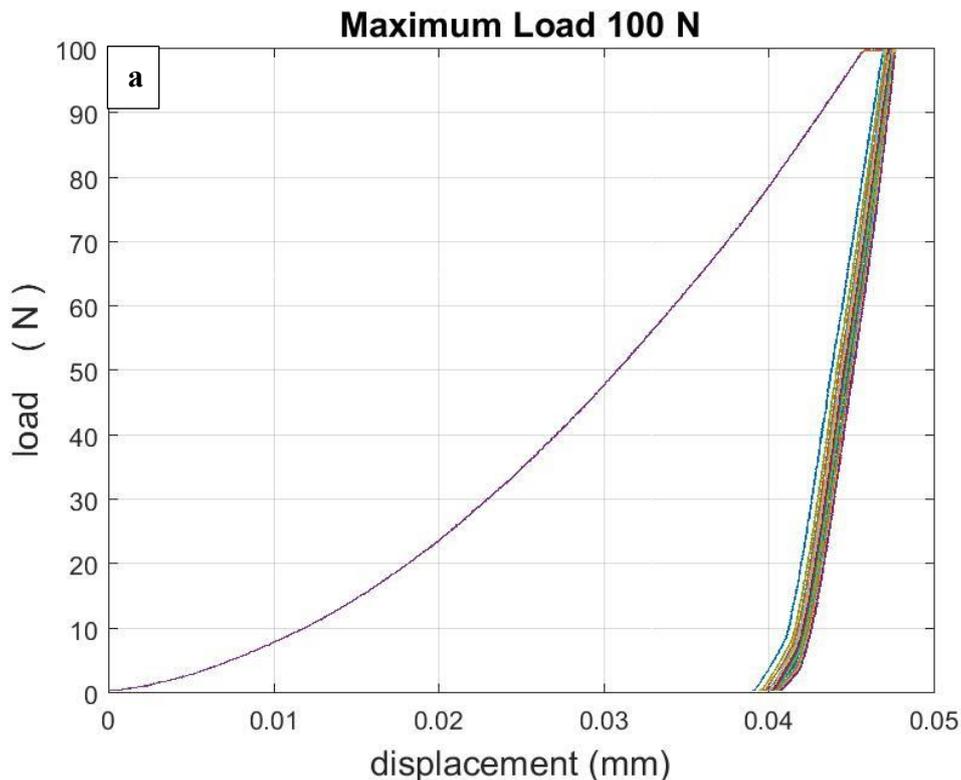
Ove

g_n è l'accelerazione di gravità, pari a $9,80665 \text{ m/s}^2$
 H_{Veq} è espresso in HV e H_{IT} in MPa

Le approssimazioni fatte sono, in generale, sempre peggiori al diminuire della profondità d'indentazione fino ad arrivare a profondità minori di $6 \mu\text{m}$ per cui queste relazioni possono non valere più.

Come precedentemente detto, alla fine della prima fase di studio, si è ritenuto interessante approfondire l'analisi dei test effettuati con un carico massimo applicato di 100 e di 700 N e si è scelto di effettuare, per ogni test, 10 cicli con un timing 30, 30, 10.

I test si sono effettuati dapprima sul provino di acciaio AISI 316L ottenendo i seguenti grafici (figura 3.4.1) e dati (tabella 3.4.2 e 3.4.3):



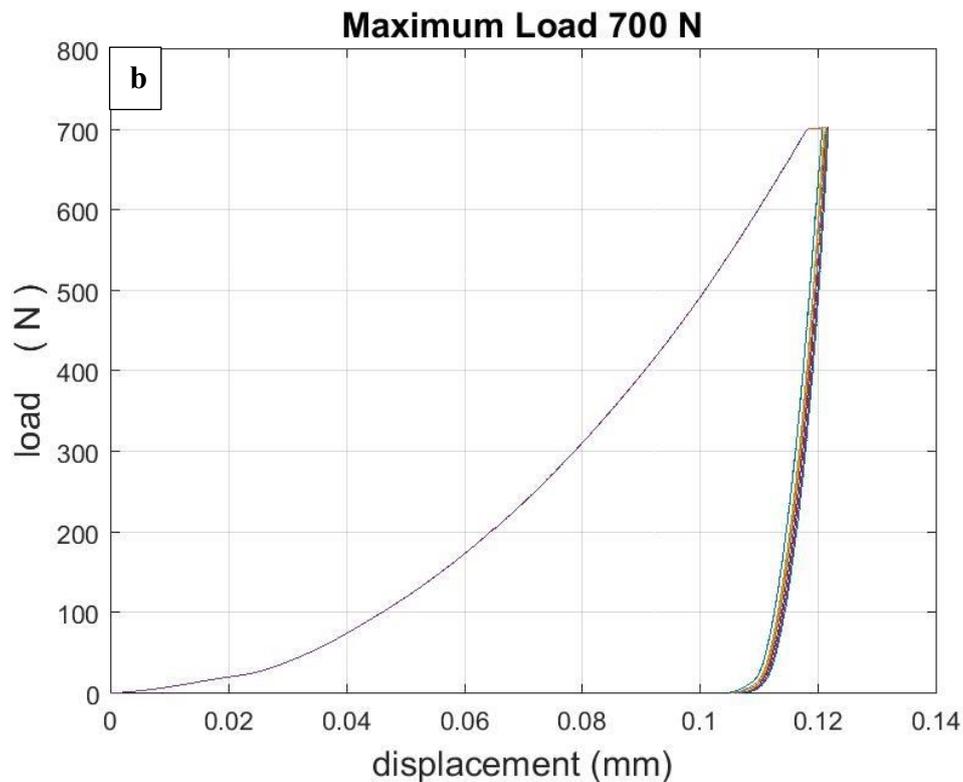


Figura 3.4.1: AISI 316L non ricotto: curve di indentazione strumentata relative alla prova di macro-indentazione effettuata utilizzando un carico massimo applicato di a) 100N e b) 700N

Come si può vedere in figura 3.4.1, le curve hanno un andamento al quanto standard e non presentano anomalie. Le curve che si vorrebbe sempre ottenere, per avere risultati attendibili, hanno infatti questo tipo di andamento.

Successivamente sarà riportato un grafico rappresentante un comportamento anomalo e dovuto, principalmente, al non perfetto appoggio, sul provino, del nottolino all'interno del quale fuoriesce l'indentatore e che ha la funzione di tenere il campione immobile.

- **MODULO DI INDENTAZIONE**

| F_{max} | Eit [Mpa] | Ciclo 1 | Ciclo2 | Ciclo3 | Ciclo4 | Ciclo5 | Ciclo6 | Ciclo7 | Ciclo8 | Ciclo9 | Ciclo10 | Average |
|------------------|-----------|---------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|---------|---------|
| 1 0 0 N | 1 | 88882 | 88608 | 90056 | 90383 | 88466 | 89070 | 88318 | 87542 | 88341 | 86517 | 88618 |
| | 2 | 118548 | 119036 | 116338 | 117602 | 116409 | 118950 | 115795 | 117426 | 116693 | 116511 | 117331 |
| | 3 | 117259 | 120997 | 120488 | 116801 | 118627 | 121382 | 119729 | 119125 | 118724 | 117628 | 119076 |
| | 4 | 126260 | 126760 | 130153 | 126700 | 128946 | 132396 | 123382 | 127048 | 128391 | 124988 | 127502 |
| | 5 | 93147 | 94844 | 96181 | 94561 | 96407 | 96672 | 95047 | 96345 | 96517 | 95420 | 95514 |
| 7 0 0 N | 1 | 101952 | 102673 | 102418 | 101597 | 102499 | 101299 | 102781 | 101134 | 100724 | 101930 | 101901 |
| | 2 | 204248 | 201818 | 200761 | 203334 | 205544 | 201470 | 202933 | 209057 | 206216 | 204531 | 203991 |
| | 3 | 248108 | 242305 | 249890 | 248236 | 243435 | 247036 | 245681 | 252101 | 251980 | 253809 | 248258 |
| | 1 | 71436 | 68303 | 69640 | 70303 | 71331 | 71219 | 70949 | 71368 | 67806 | 70823 | 70318 |
| | 2 | 97151 | 94640 | 95530 | 95910 | 96893 | 96941 | 96941 | 97408 | 95781 | 96469 | 96367 |
| | 3 | 135548 | 124326 | 124050 | 122305 | 122034 | 122305 | 120127 | 118740 | 117518 | 118153 | 122511 |

Tabella 3.4.2: AISI 316L non ricotto: moduli di indentazione ottenuti dai test effettuati di macro-indentazione

Come visibile dalla tabella 3.4.2, il modulo di indentazione ottenuto dai test effettuati non corrisponde esattamente al modulo di Young che ci si aspetta per un acciaio e quindi rientrante nell'intervallo:

$$190 \text{ MPa} \leq E_{IT} \leq 210 \text{ MPa}$$

Ciò mostra come, per tale materiale, il modulo di indentazione non corrisponda al modulo di Young e come per ottenere quest'ultimo sia necessario approfondire e magari implementare la formulazione esposta precedentemente tenendo in considerazione il tipo di materiale con cui si sta lavorando e il carico applicato al fine di ottenere valori coerenti con quelli che ci si aspetterebbe.

- DUREZZA DI INDENTAZIONE

| a | F_{max} | Hit [Mpa] | Ciclo 1 | Ciclo2 | Ciclo3 | Ciclo4 | Ciclo5 | Ciclo6 | Ciclo7 | Ciclo8 | Ciclo9 | Ciclo10 | Average |
|------|-----------|-----------|---------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|---------|---------|
| | 100N | 1 | 2134 | 2117 | 2102 | 2093 | 2094 | 2087 | 2084 | 2082 | 2076 | 2080 | 2095 |
| 2 | | 2399 | 2381 | 2377 | 2364 | 2359 | 2347 | 2347 | 2339 | 2336 | 2330 | 2358 | |
| 3 | | 2964 | 2928 | 2910 | 2910 | 2894 | 2872 | 2873 | 2869 | 2863 | 2858 | 2894 | |
| 4 | | 2443 | 2427 | 2410 | 2408 | 2399 | 2385 | 2396 | 2386 | 2378 | 2381 | 2401 | |
| 5 | | 2433 | 2436 | 2429 | 2434 | 2425 | 2421 | 2420 | 2415 | 2409 | 2410 | 2423 | |
| 700N | 1 | 1987 | 1984 | 1979 | 1976 | 1970 | 1971 | 1966 | 1967 | 1967 | 1962 | 1973 | |
| | 2 | 2129 | 2114 | 2104 | 2096 | 2090 | 2087 | 2081 | 2074 | 2073 | 2071 | 2092 | |
| | 3 | 1664 | 1654 | 1645 | 1641 | 1639 | 1635 | 1633 | 1629 | 1627 | 1625 | 1639 | |
| | 1 | 1129 | 1155 | 1147 | 1143 | 1139 | 1138 | 1138 | 1137 | 1130 | 1140 | 1140 | |
| | 2 | 1965 | 1996 | 1986 | 1979 | 1972 | 1969 | 1966 | 1962 | 1962 | 1956 | 1971 | |
| 3 | 1766 | 1781 | 1771 | 1766 | 1761 | 1755 | 1753 | 1749 | 1745 | 1740 | 1759 | | |

| b | F_{max} | HV _{eq} [HV] | Ciclo 1 | Ciclo2 | Ciclo3 | Ciclo4 | Ciclo5 | Ciclo6 | Ciclo7 | Ciclo8 | Ciclo9 | Ciclo10 | Average |
|------|-----------|-----------------------|---------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|---------|---------|
| | 100N | 1 | 202 | 200 | 199 | 198 | 198 | 197 | 197 | 197 | 196 | 197 | 198 |
| 2 | | 227 | 225 | 225 | 223 | 223 | 222 | 222 | 221 | 221 | 220 | 223 | |
| 3 | | 280 | 277 | 275 | 275 | 273 | 271 | 271 | 271 | 271 | 270 | 273 | |
| 4 | | 231 | 229 | 228 | 228 | 227 | 225 | 226 | 225 | 225 | 225 | 227 | |
| 5 | | 230 | 230 | 230 | 230 | 229 | 229 | 229 | 228 | 228 | 228 | 229 | |
| 700N | 1 | 188 | 187 | 187 | 187 | 186 | 186 | 186 | 186 | 186 | 185 | 186 | |
| | 2 | 201 | 200 | 199 | 198 | 197 | 197 | 197 | 196 | 196 | 196 | 198 | |
| | 3 | 157 | 156 | 155 | 155 | 155 | 155 | 154 | 154 | 154 | 154 | 155 | |
| | 1 | 107 | 109 | 108 | 108 | 108 | 108 | 107 | 107 | 107 | 108 | 108 | |
| | 2 | 186 | 189 | 188 | 187 | 186 | 186 | 186 | 185 | 185 | 185 | 186 | |
| 3 | 167 | 168 | 167 | 167 | 166 | 166 | 166 | 165 | 165 | 164 | 166 | | |

Tabella 3.4.3: AISI 316L non ricotto: (a) durezza di indentazione e (b) durezza Vickers equivalente ottenuta dai test effettuati di macro-indentazione

Dall'analisi dei dati relativi alla durezza Vickers equivalente è stato possibile vedere come quest'ultima rientra in generale negli intervalli tipici del materiale in analisi i quali sono individuabili in letteratura [6] e contenuti nell'intervallo:

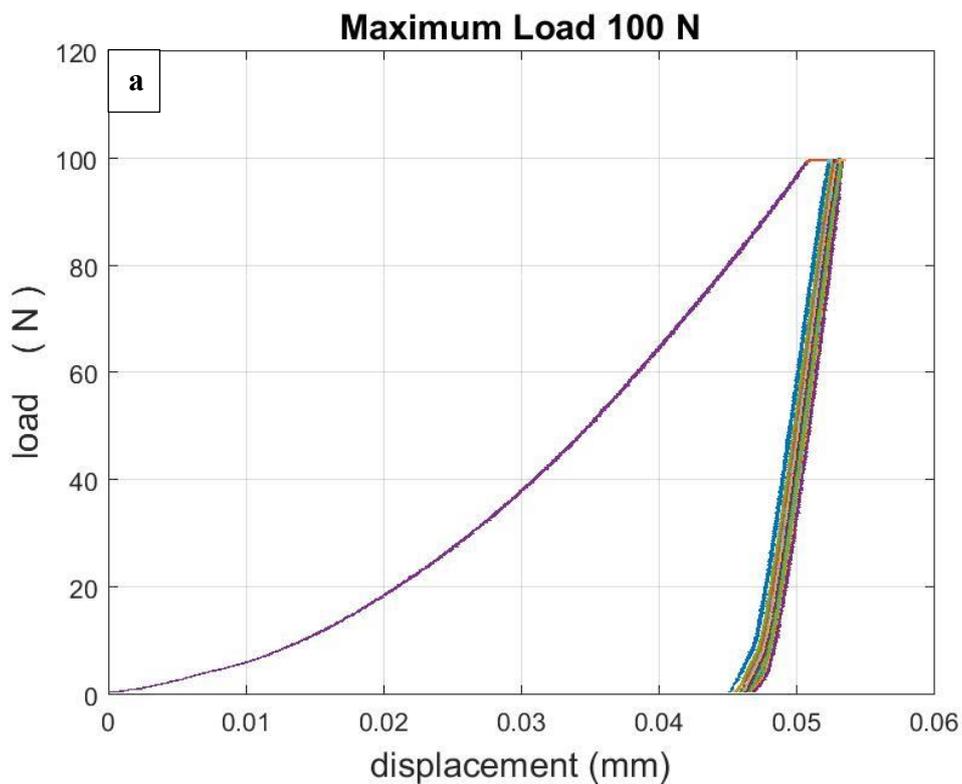
$$150 HV \leq HV_{eq} \leq 250 HV$$

È inoltre bene notare come la dispersione di questi valori intorno al loro valore medio sia maggiore all'aumentare del carico.

Com'è ovvio, i valori che si allontanano di più dal valore medio sono valori errati e che dunque devono essere scartati. La presenza di tali valori può essere dovuta a vari fattori alcuni dei quali sono riportati nella ISO 14577-1 e sono:

- Rugosità superficiale;
- Planarità;
- Temperatura;
- Sink-in e pile-up;
- Anisotropia del materiale.

Tale analisi è stata successivamente svolta sul secondo provino, sempre di acciaio inossidabile AISI 316L, ma questa volta ricotto. I grafici (figura 3.4.4) e i dati (tabella 3.4.6 e 3.4.7) ottenuti vengono di seguito riportati:



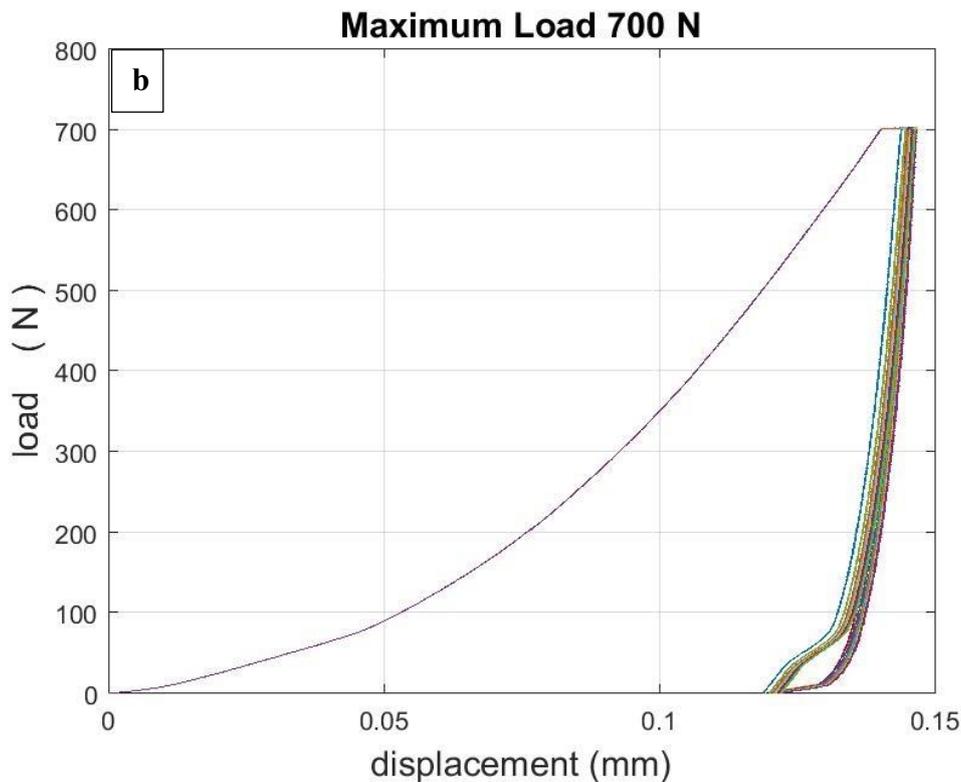


Figura 3.4.4: AISI 316L ricotto: curve di indentazione strumentata relative alla prova di macro-indentazione effettuata utilizzando un carico massimo applicato di a) 100N e b) 700N

Come si può vedere dalla figura 3.4.4, le curve di indentazione ottenute applicando un carico massimo di 100N hanno un andamento standard come desiderato, invece le curve ottenute applicando un carico massimo di 700N presentano un'anomalia causata essenzialmente da un posizionamento non corretto del nottolino da cui fuoriesce l'indentatore e che svolge il compito di vincolare il movimento del campione. Ciò ha portato ad avere una forma delle curve di loading diversa da quella voluta e dei risultati non molto attendibili.

Dunque sulla base della forma delle curve di indentazione è possibile procedere ad eliminare i dati relativi ai test le cui curve hanno un andamento discorde da quello che si dovrebbe ottenere. Un esempio nettamente evidente è riportato in figura 3.4.5.

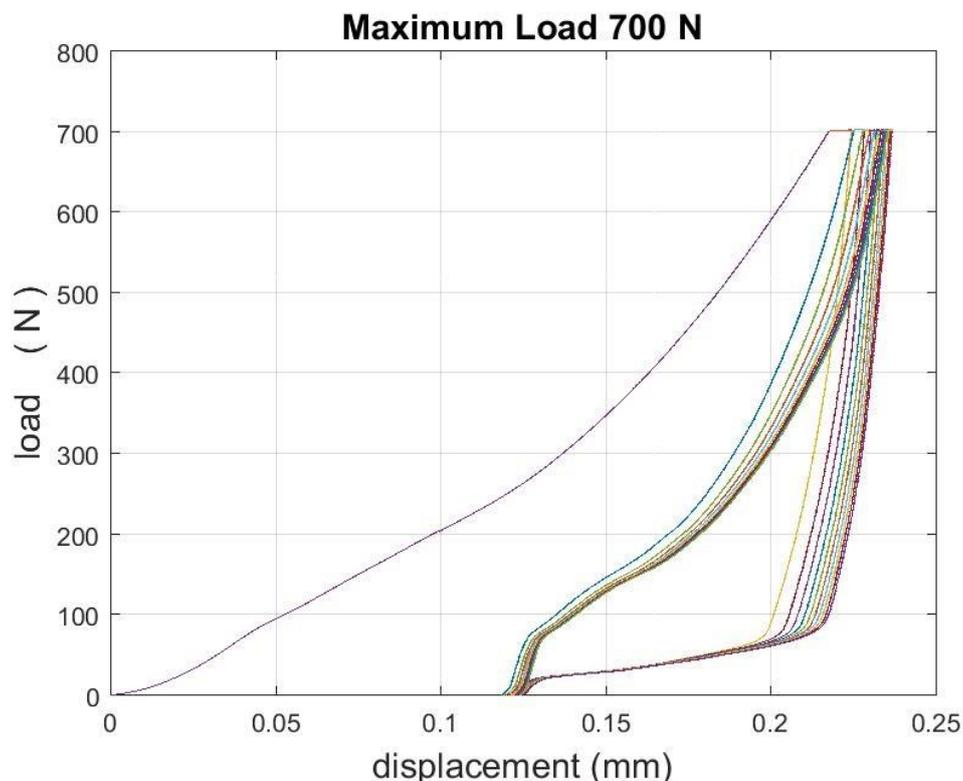


Figura 3.4.5: Curve di macro-indentazioni anomale dovute ad un non corretto appoggio del noddolino

• **MODULO DI INDENTAZIONE**

| F_{max} | Et [Mpa] | Ciclo 1 | Ciclo 2 | Ciclo 3 | Ciclo 4 | Ciclo 5 | Ciclo 6 | Ciclo 7 | Ciclo 8 | Ciclo 9 | Ciclo 10 | Average |
|-------------|----------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|----------|---------|
| 1 0 N | 1 | 75338 | 74963 | 75290 | 74555 | 74276 | 73288 | 73752 | 73377 | 73318 | 76257 | 74441 |
| | 2 | 81533 | 85707 | 85412 | 88026 | 88418 | 85192 | 90209 | 90365 | 87631 | 86693 | 86919 |
| | 3 | 72464 | 69480 | 70166 | 70449 | 69469 | 70670 | 70378 | 71167 | 69462 | 69472 | 70318 |
| 7 0 N | 4 | 39663 | 40690 | 40885 | 40601 | 40953 | 40701 | 40786 | 40733 | 41093 | 41074 | 40718 |
| | 5 | 78161 | 72931 | 73403 | 74056 | 73234 | 73380 | 74078 | 73852 | 74505 | 73939 | 74154 |
| | 6 | 167694 | 157339 | 159056 | 156755 | 157176 | 152944 | 155710 | 154513 | 155353 | 153243 | 156978 |

Tabella 3.4.6. AISI 316L ricotto: moduli di indentazione ottenuti dai test effettuati di macro-indentazione

Anche queste volta i dati ottenuti per il modulo di indentazione differiscono notevolmente da quelli del modulo di Young tipici per un acciaio. Tuttavia è interessante notare come la dispersione dei valori sia notevolmente maggiore nei test effettuati applicando un carico massimo di 700 N e questo è causato dalla presenza, in tutti i test effettuati con questo carico, di un andamento delle curve non esattamente concorde con quello standard.

- DUREZZA DI INDENTAZIONE

| a | F _{max} | Hit [Mpa] | Ciclo 1 | Ciclo2 | Ciclo3 | Ciclo4 | Ciclo5 | Ciclo6 | Ciclo7 | Ciclo8 | Ciclo9 | Ciclo10 | Average |
|---|------------------|-----------|---------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|---------|---------|
| 1 | 1 | 1678 | 1668 | 1659 | 1652 | 1651 | 1649 | 1641 | 1638 | 1634 | 1623 | 1649 | |
| 0 | 2 | 1542 | 1523 | 1520 | 1510 | 1504 | 1505 | 1493 | 1490 | 1491 | 1488 | 1507 | |
| 0 | 3 | 1495 | 1505 | 1501 | 1497 | 1498 | 1496 | 1495 | 1493 | 1496 | 1496 | 1497 | |
| 7 | 4 | 625 | 601 | 589 | 580 | 573 | 568 | 564 | 561 | 557 | 555 | 577 | |
| 0 | 5 | 1331 | 1371 | 1357 | 1346 | 1343 | 1338 | 1333 | 1331 | 1327 | 1325 | 1340 | |
| 0 | 6 | 1451 | 1449 | 1439 | 1433 | 1428 | 1426 | 1422 | 1419 | 1416 | 1415 | 1430 | |

| b | F _{max} | HV [HV] | Ciclo 1 | Ciclo2 | Ciclo3 | Ciclo4 | Ciclo5 | Ciclo6 | Ciclo7 | Ciclo8 | Ciclo9 | Ciclo10 | Average |
|---|------------------|---------|---------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|---------|---------|
| 1 | 1 | 159 | 158 | 157 | 156 | 156 | 156 | 155 | 155 | 154 | 153 | 156 | |
| 0 | 2 | 146 | 144 | 144 | 143 | 142 | 142 | 141 | 141 | 141 | 141 | 142 | |
| 0 | 3 | 141 | 142 | 142 | 141 | 142 | 141 | 141 | 141 | 141 | 141 | 141 | |
| 7 | 4 | 59 | 57 | 56 | 55 | 54 | 54 | 53 | 53 | 53 | 52 | 55 | |
| 0 | 5 | 126 | 130 | 128 | 127 | 127 | 126 | 126 | 126 | 125 | 125 | 127 | |
| 0 | 6 | 137 | 137 | 136 | 135 | 135 | 135 | 134 | 134 | 134 | 134 | 135 | |

Tabella 3.4.7: AISI 316L ricotto: (a) durezza di indentazione (b) durezza Vickers equivalente ottenuta dai test effettuati di macro-indentazione

Anche per questo provino ci si aspettava di individuare una durezza Vickers equivalente simile a quella caratteristica per questo tipo di materiale, che in letteratura risulta situarsi nell'intervallo:

$$140 HV \leq HV_{eq} \leq 180 HV$$

Come si può vedere in tabella 3.4.7.b i tre test effettuati utilizzando un carico massimo applicato di 100N hanno fornito dei valori di HV_{eq} interni al range sopra indicato, invece i tre test effettuati con un carico massimo applicato di 700N hanno fornito valori al di sotto di tale range. La discordanza in quest'ultimi test è dovuta al fenomeno prima discusso, infatti, in particolare, è possibile vedere come il valore di E_{it} e HV_{eq} siano completamente sbagliati per il test numero 4, le cui relative curve di indentazione sono quelle riportate in figura 3.4.5, le quali presentano un comportamento molto diverso da quello standard.

4. Nano-indentazione

L'obiettivo della maggior parte dei test di nano-indentazione è quello di estrarre il modulo elastico e la durezza del materiale testato dalle misurazioni di spostamento e carico [8]

La procedura consente di ottenere il modulo del materiale testato da una misurazione della "rigidità" del contatto. Il modulo elastico del campione può essere determinato dalla pendenza della curva di scarico. Il modulo misurato in questo modo è formalmente chiamato "E_{IT} modulo di indentazione" del materiale di cui è realizzato il campione. Idealmente, il modulo di indentazione ha esattamente lo stesso significato del "modulo elastico" o "modulo di Young", ma questo non è il caso di alcuni materiali. Il valore del modulo di indentazione può essere influenzato molto dal comportamento del materiale che non è tenuto in considerazione nell'analisi dei dati di spostamento del carico.

Una quantità particolarmente significativa è la durezza di indentazione. La pressione media di contatto, quando viene determinata in condizioni di zona plastica completamente sviluppata, viene in genere definita come la "durezza di indentazione" H_{IT} del materiale del campione.

Il penetratore Berkovich è generalmente utilizzato nei test di nano-indentazione poiché i bordi della piramide sono costruiti più facilmente per incontrarsi in un singolo punto, piuttosto che in un'inevitabile linea che si verifica nel caso di indentatore Vickers a quattro lati. L'angolo facciale del penetratore Berkovich normalmente utilizzato per il test di nanoindentazione è di 65,27 °, che fornisce lo stesso rapporto area-profondità proiettato del penetratore Vickers.

Il penetratore Berkovich è più facilmente modellabile rispetto alla geometria Vickers a quattro lati, garantendo così un controllo più preciso del processo di indentazione. La pressione media di contatto è in genere determinata da una misura della profondità di contatto di penetrazione, h_c, in modo tale che l'area proiettata dal contatto sia data da:

$$A = 3\sqrt{3}h_c^2 \tan^2\theta$$

che per $\theta = 65.27^\circ$, vale:

$$A = 24.494h_c^2 \approx 24.5h_c^2$$

e la durezza viene quindi data da:

$$H = \frac{P}{24.5h_c^2}$$

Poiché è consuetudine utilizzare la pressione media di contatto come definizione di durezza nella nano-indentazione, gli indentatori di Berkovich utilizzati nei test di nano-indentazione sono progettati per avere lo stesso rapporto tra area proiettata e profondità d'indentazione dell'indentatore di Vickers per il quale si ha un angolo della faccia di 65,27°.

In una tipica prova di indentazione, la forza e la profondità di penetrazione vengono registrate quando il carico viene applicato da zero ad un valore massimo e poi dalla forza massima a zero come visibile in figura 4.1.

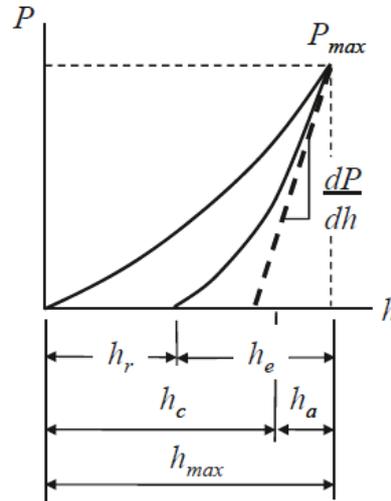


Figura 4.1: Curva carico spostamento

Per un indentare Berkovich, la relazione attesa tra carico e profondità per un contatto elastico-plastico è data da:

$$h = \sqrt{P} \left[(3\sqrt{3}H \tan^2 \theta)^{-\frac{1}{2}} + \left[\frac{2(\pi - 2)}{\pi} \right] \frac{\sqrt{H\pi}}{2\beta E^*} \right]$$

Dopo lo scarico elastico si ha invece:

$$h = \sqrt{P} \left(\frac{\pi}{2E^*} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{\pi}{3\sqrt{3}} \right)^{\frac{1}{4}} \frac{1}{\tan \theta'}$$

dove θ' è l'angolo del penetratore e la forma dell'impronta residua sulla superficie del campione.

Il modulo di indentazione è generalmente determinato dalla pendenza della curva di scarico al carico massimo. Il modulo di indentazione (qui espresso come E^*) in funzione di dP/dh e dell'area di contatto è dato da:

$$E^* = \frac{1\sqrt{\pi}}{2\sqrt{P}} \frac{dP}{dh}$$

La durezza dell'indentazione viene invece calcolata dal carico di indentazione diviso per l'area di contatto proiettata:

$$H = \frac{P}{A}$$

L'area di contatto a sua volta è determinata dal valore di h_c e dalla geometria nota del penetratore. Il valore di h_c viene rilevato analizzando i dati di carico-spostamento.

Per limitare al minimo gli errori di misura, la macchina per la nano-indentazione deve essere isolata contro variazioni di temperatura, vibrazioni e rumori acustici in normali condizioni di laboratorio. I campioni devono essere tenuti immobili riducendo al minimo la deformabilità di montaggio attraverso l'utilizzo di dispositivi di montaggio come magneti, mandrini a depressione o morsetti a molla. In genere il campione viene montato su un supporto per campioni usando uno strato molto sottile di colla

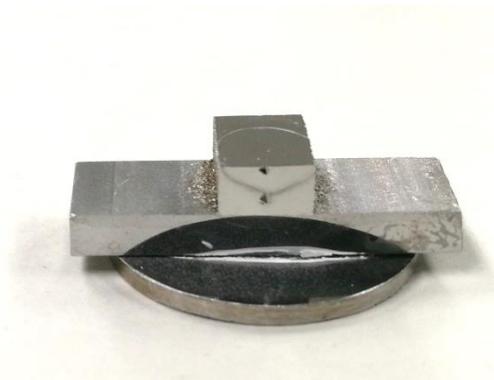


Figura 4.2: Campione montato sul supporto utilizzando un leggero strato di colla

4.1 Macchina per la nano-indentazione

La macchina utilizzata per i test di nano-indentazione è stata la TI 950 TriboIndenter® della Hysitron (figura 4.1.1).

La TI 950 TriboIndenter è una macchina di nuova generazione che offre sensibilità e prestazioni senza precedenti. Essa è stata sviluppata come uno strumento automatizzato ad alto rendimento per supportare le numerose tecniche di caratterizzazione nanomeccanica.

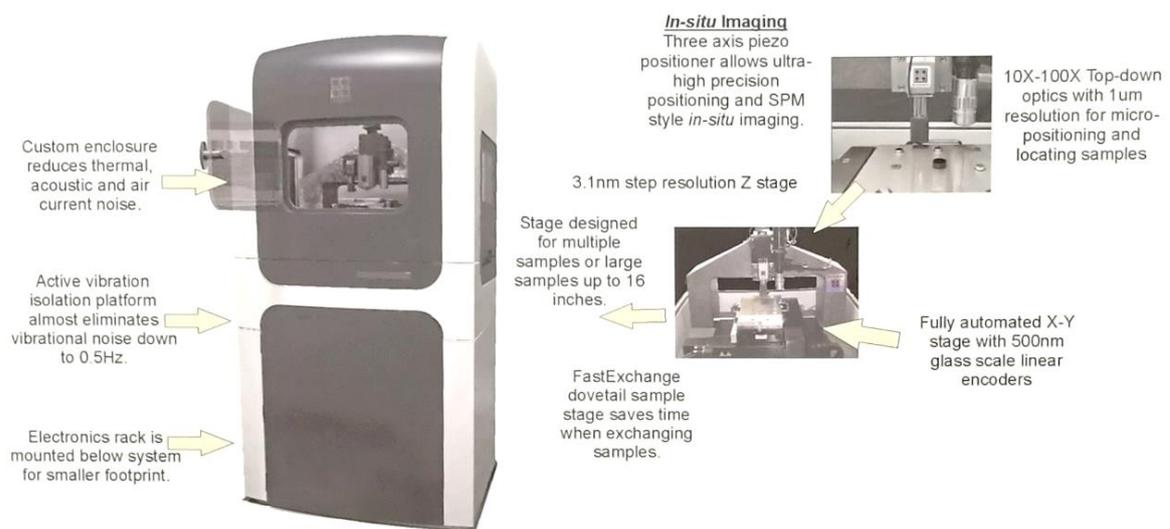


Figura 4.1.1: Hysitron TI 950 TriboIndenter®

L'utilizzo di un trasduttore capacitivo (figura 4.1.2) fornisce una sensibilità di misurazione molto elevata (<30 nN, <0,2 nm) e accuratezza e affidabilità durante il processo di nano-indentazione. L'attuazione elettrostatica utilizza poca corrente, consentendo caratteristiche di deriva superiori che consentono un'acquisizione dei dati più rapida, una maggiore precisione e una migliore ripetibilità.

L'ottica top-down con telecamera CCD a colori (figura 4.1.2) è stata incorporata in questa macchina per l'ingrandimento e l'osservazione visiva delle superfici dei campioni e per la selezione delle posizioni di test. Per una maggiore precisione nel posizionamento della sonda, è possibile utilizzare l'imaging SPM *in situ* per affinare la posizione della sonda entro ± 10 nm. Le due modalità di imaging fornite da Hysitron TI 950 consentono il posizionamento preciso della sonda per adattarsi alla moltitudine di applicazioni per le quali viene utilizzato.

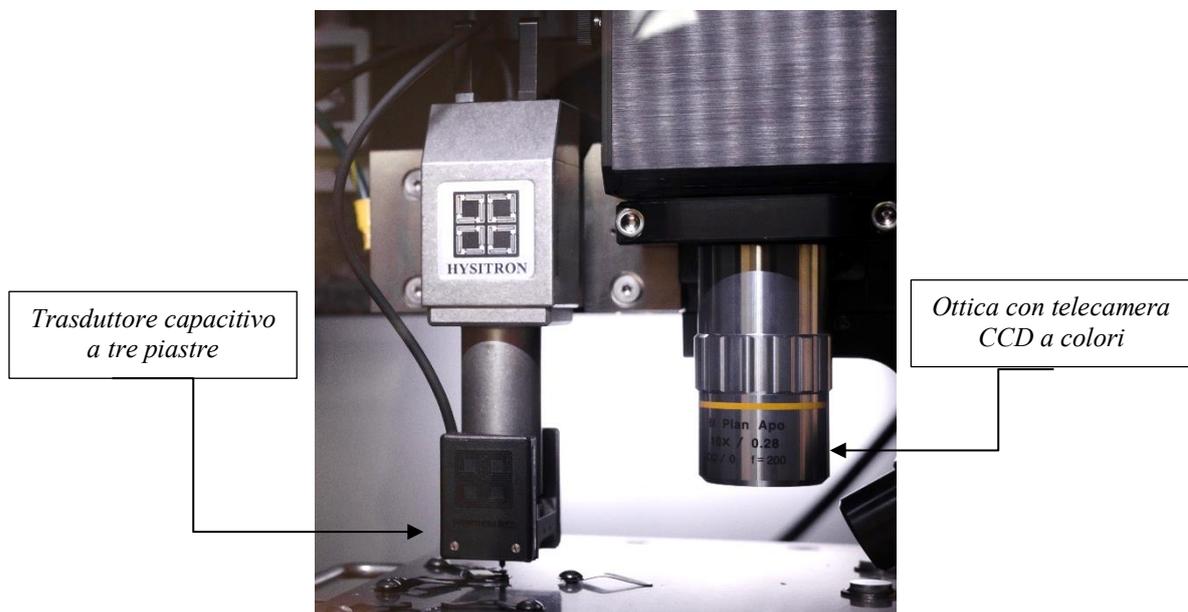


Figura 4.1.2: Trasduttore capacitivo a tre piastre brevettato da Hysitron e ottica top-down con telecamera CCD a colori

In appendice 6.3 sono riportate tutte le caratteristiche della macchina.

4.2 Preparazione provini

Per la preparazione dei provini si è proceduto facendo attenzione a tre aspetti principali.

L'obiettivo iniziale da raggiungere è stato quello di sezionare il provino in corrispondenza di una delle due diagonali della macro-indentazione Vickers realizzata su di esso e poi andare a realizzare su tale sezione delle mappe di nano-durezza.

Nel raggiungere questo obiettivo si è dovuto fare attenzione principalmente a 3 aspetti:

1. Mantenere il parallelismo tra il basamento e la superficie che successivamente sarà nano indentata;
2. Non indurre uno stato di tensione superficiale tale da alterare la validità dei risultati;
3. Ridurre il più possibile ed in modo omogeneo la rugosità del materiale.

Il primo aspetto è stato raggiunto mediante l'utilizzo di un supporto (figura 4.1.1) basato su due superfici di riferimento tali da permettere una lucidatura del componente mantenendo il parallelismo delle superfici e la planarità della superficie lucidata.



Figura 4.1.1: Supporto per la lucidatura a facce piane e parallele

Per il secondo aspetto e cioè per non introdurre uno stato di tensione superficiale le possibili soluzioni sono state due:

- Lucidatura chimico-meccanica;
- Elettrolucidatura.

La soluzione più idonea per il problema in questione è risultata essere quella basata sull'utilizzo della lucidatura chimico-meccanica, infatti l'utilizzo dell'elettrolucidatura ha portato alla luce, per l'acciaio inossidabile AISI 316L, essenzialmente due problemi:

1. Tale tipo di lucidatura provoca un'alterazione della forma dell'impronta della macro-indentazione, passando da una forma piramidale (figura 4.1.2.a) ad una molto arrotondata (figura 4.1.2.b), cosa assolutamente non voluta;

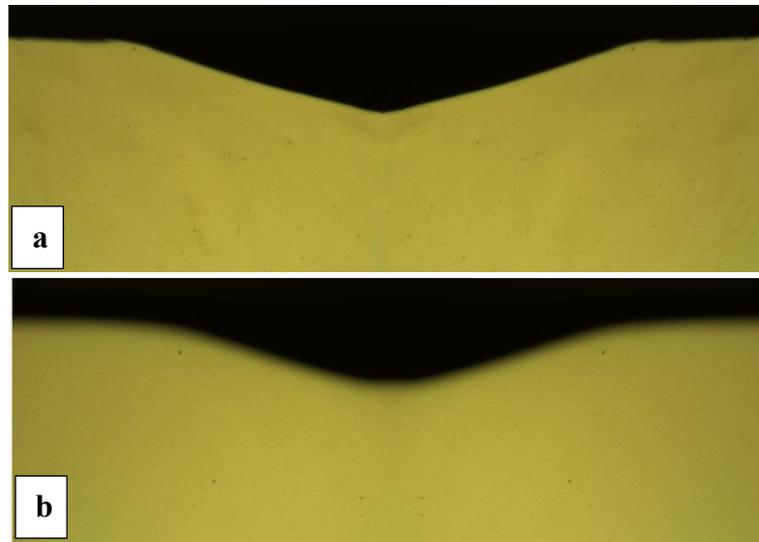


Figura 4.1.2: variazione della forma della macro-indentazione Vickers da a) piramidale ad b) una molto più arrotondata

2. La superficie risultante, anche se risulta molto buona al fine della nano-indentazione, presenta molti picchi (figura 4.1.3.a) che mettono a rischio la buona riuscita del test nella modalità automatica causando a volte anche errori dovuti all'urto dell'indentatore su questi picchi.

In figura 4.1.4 è riportata anche un'immagine tridimensionale della superficie nano-indentata con un carico di 5000 μN nel caso di superficie preparata mediante lucidatura chimico-meccanica e mediante elettrolucidatura.

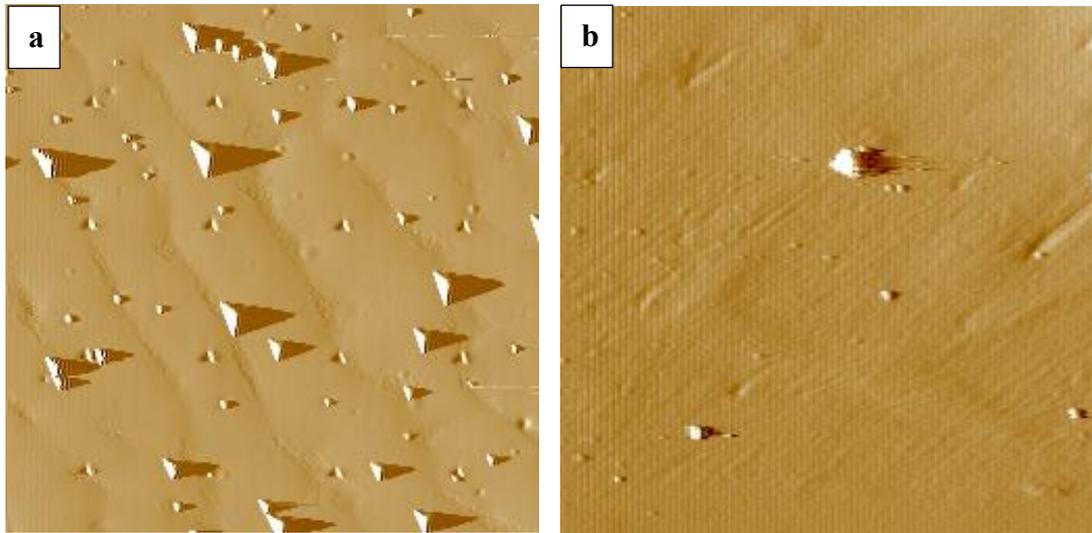


Figura 4.1.3: a) Superficie risultante dalla lavorazione di elettrolucidatura; b) Superficie risultante dalla lavorazione di lucidatura chimico-meccanica

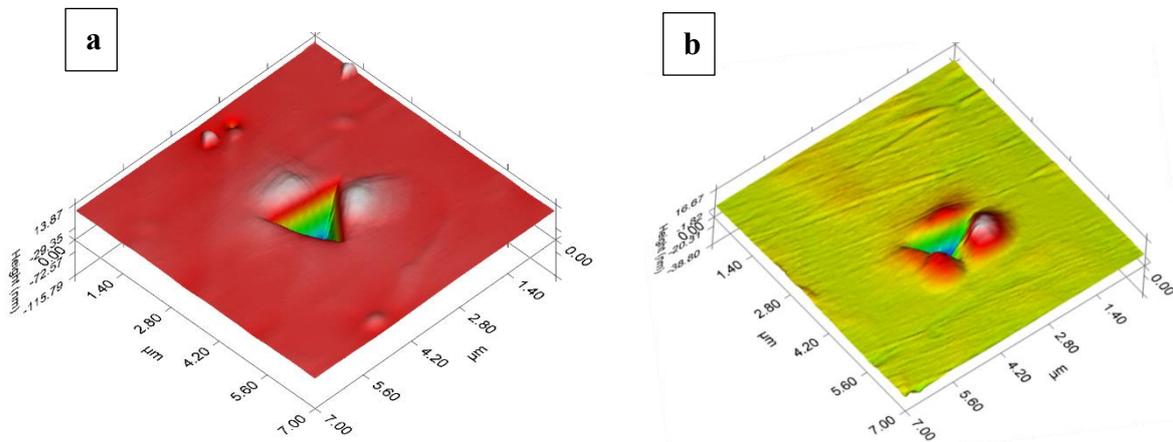


Figura 4.1.4: a) Superficie risultante dalla lavorazione di elettrolucidatura e di b) lucidatura chimico-meccanica nano-indentata

Per finire, il terzo aspetto, ovvero la rugosità, dopo aver scelto come metodo di lucidatura quello chimico-meccanico, è funzione della pressione esercitata sul provino durante la lucidatura, il tempo impiegato per lucidare il componente, il tipo di tampone di lucidatura montato sulla lucidatrice e la sospensione utilizzata. In questo caso si è proceduto ad utilizzare [9]:

- ChemoMet della Buehler (figura 4.1.5.a) il quale è un tampone di lucidatura sintetico morbido, poroso e chimicamente resistente. È progettato per fornire un'eccellente planarità e previene sbavature durante la lucidatura finale chimico-meccanica.
- La sospensione di silice colloidale della Buehler la quale è progettata per rimuovere lo strato finale di deformazione superficiale e preparare il campione per l'analisi. In particolare quella utilizzata è stata la MasterMet (figura 4.1.5.b) le cui caratteristiche sono le seguenti:
 - Sospensione di silice colloidale amorfa
 - $0.06\mu\text{m}$
 - $\sim 10\text{pH}$



Figura 4.1.5: a) Tampone di lucidatura della Buehler chiamato ChemoMet; b) MasterMet: sospensione di silice colloidale della Buehler.

4.3 Modello di Johnson per l'individuazione del raggio plastico teorico

Usando una versione semplificata del modello di Johnson sulla zona plastica, si può determinare la dimensione della zona plastica attorno a un contatto o, in alternativa, determinare il limite di snervamento misurando la zona plastica. Il modello teorico contiene tre parametri: carico di indentazione, forza di snervamento e raggio plastico, in modo che conoscendone due si possa ottenere il terzo [10]:

$$r_{y,th} = \sqrt{\frac{3P}{2\pi\sigma_{ys}}}$$

dove P è il carico di indentazione e σ_{ys} è la tensione di snervamento uniassiale.

Tale formulazione è dimostrata sperimentalmente per una serie di monocristalli (Fe-3wt% Si, tungsteno, zinco) e policristalli (alluminio 1100-0, rame e alluminio 2024-T6).

Più recentemente, uno studio su tre leghe indentate con indentatori a punta conica aventi diversi angoli, a carichi elevati, ha dimostrato l'applicabilità dell'equazione sopra mostrata.

Questo modello semplificativo deriva, come già detto, dall'analisi di Johnson delle sollecitazioni nella regione plastica, di un contatto elastico-plastico, il quale fornisce:

$$\sigma_r = -\frac{2}{3}\sigma_{ys} \left[1 + \ln\left(\frac{c}{r}\right)^3 \right]$$

$$\sigma_\theta = \frac{1}{3}\sigma_{ys} \left[1 - 2\ln\left(\frac{c}{r}\right)^3 \right]$$

Questo soddisfa la condizione di snervamento, $\sigma_{ys} = \sigma_\theta - \sigma_r$ definita sia dalla condizione di Tresca che di Von Mises, sia anche dall'equilibrio locale dato da:

$$\frac{d\sigma_r}{dr} + 2\frac{\sigma_\theta - \sigma_r}{r} = 0$$

e le condizioni elasto-plastiche al bordo:

$$\sigma_r(c^-) = \sigma_r(c^+) = -\frac{2}{3}\sigma_{ys}$$

Nel modello di Johnson sono presenti solo sollecitazioni idrostatiche nella regione centrale, perciò inizialmente si pensava che solo le sollecitazioni radiali sostenevano il carico. Inoltre, poiché gli spostamenti del materiale al disotto dell'indentatore, per un penetratore smussato, sono approssimativamente radiali, le sollecitazioni $\tau_{r\phi}$ lungo la superficie di snervamento sarebbero pari a zero.

Detto questo, si può stabilire un equilibrio con le forze radiali, $\sigma_r(\cos\phi)$, che agisce sulla regione sferica soggetta a deformazione plastica. Notando che l'area di una calotta sferica è data da:

$$c^2 \sin\phi \int_0^{\pi/2} \sin\phi \cos\phi d\phi \int_0^{2\pi} d\theta$$

E che il bilancio di forza è:

$$P = c^2 \sigma_r(c) \int_0^{\pi/2} \sin\phi \cos\phi d\phi \int_0^{2\pi} d\theta$$

Si ottiene:

$$P = \pi c^2 \sigma_r(c)$$

Che, esplicitando $\sigma_r(c)$, è esattamente l'equazione mostrata all'inizio.

In letteratura esiste anche un'altra formulazione dovuta all'analisi di Johnson, la quale è funzione dell'angolo dell'indentatore ed è data da:

$$\frac{c}{a} = \sqrt[3]{\frac{E * \tan\beta}{6\sigma_{ys}(1-\nu)} + \frac{2}{3} \left(\frac{1-2\nu}{1-\nu} \right)}$$

dove l'angolo "β" è quello tra il fianco dell'indentatore e la superficie, "a" è il raggio di contatto, "c" è il raggio della zona plastica e "ν" il rapporto di Poisson.

Tuttavia, l'analisi di Johnson dell'equazione sopra riportata richiede 5 parametri per determinare l'estensione della zona plastica intorno ad una indentazione e quindi è di più difficile utilizzo.

4.4 Scelta del carico massimo applicato nei test di nano-indentazione

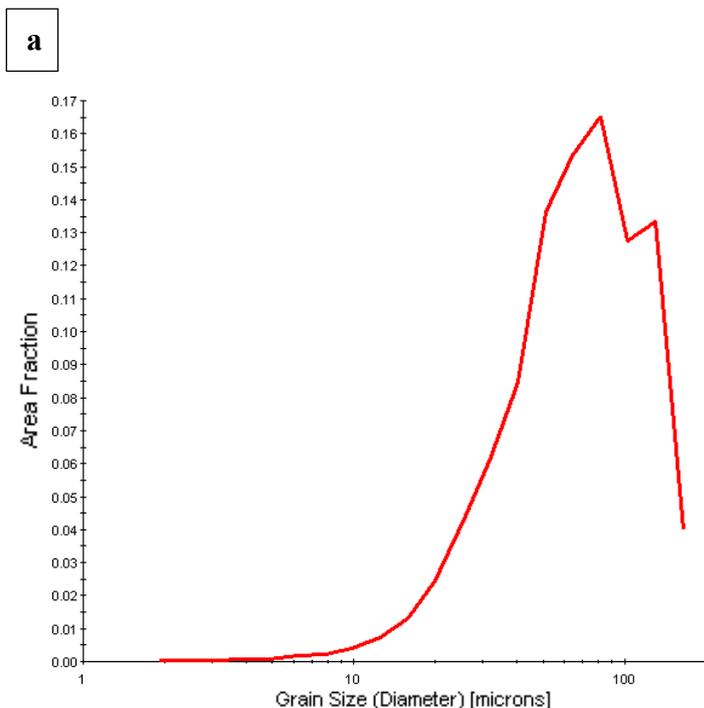
La scelta del carico massimo applicato durante i test di nano-indentazione si è basata fondamentalmente su due obiettivi:

- Utilizzare un carico massimo abbastanza elevato in modo da ridurre il più possibile l'influenza della condizione della superficie;
- generare un'impronta di dimensioni non eccessivamente grandi.

Per poter comprendere la dimensione massima dell'impronta accettabile si è proceduto ad effettuare un'analisi EBSD al fine di rilevare la dimensione minima dei grani dei materiali analizzati.

Da questa analisi si sono ottenuti i grafici e i relativi dati numerici riportati in figura 4.4.1 per i due materiali in analisi.

- **Acciaio inossidabile AISI 316L**



| Diameter [μm] | Area Fraction |
|----------------------------|---------------|
| 1,91996 | 0,000319299 |
| 2,42664 | 0,000362677 |
| 3,06705 | 0,00039085 |
| 3,87645 | 0,000608188 |
| 4,89947 | 0,000866667 |
| 6,19246 | 0,00165016 |
| 7,82668 | 0,00236343 |
| 9,89218 | 0,004171 |
| 12,5028 | 0,0071784 |
| 15,8023 | 0,0131369 |
| 19,9726 | 0,0247134 |
| 25,2435 | 0,0423782 |
| 31,9053 | 0,0612275 |
| 40,3253 | 0,0845506 |
| 50,9673 | 0,136429 |
| 64,4179 | 0,153533 |
| 81,418 | 0,165182 |
| 102,905 | 0,127496 |
| 130,062 | 0,133412 |
| 164,385 | 0,0400317 |

- Acciaio inossidabile AISI 316L ricotto

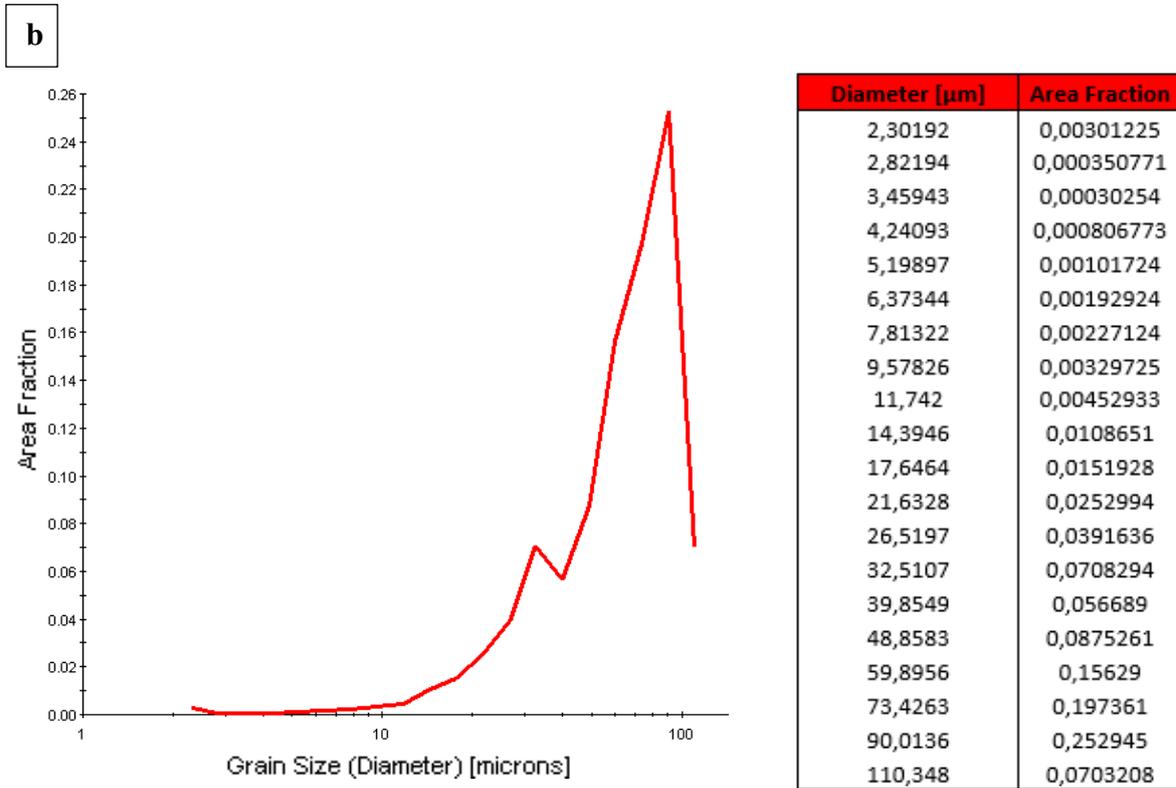


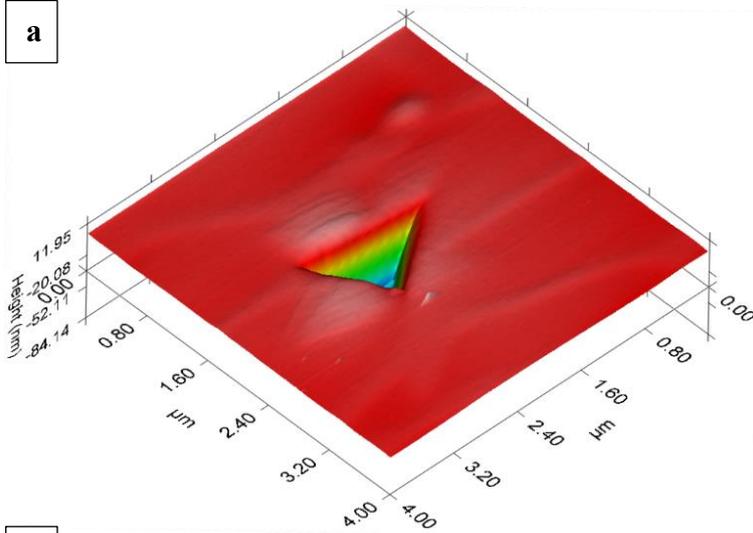
Figura 4.4.1: Grafico e tabella riportanti i diametri dei grani in funzione della frazione d'area occupata da quest'ultimi nel caso a) Acciaio inossidabile AISI 316L e b) Acciaio inossidabile AISI 316L ricotto

Ottenuti questi dati e volendo ricavare un carico massimo da applicare idoneo per entrambi i materiali, per non avere problemi relativi ai bordi di grano, si è andati a considerare come dimensione limite del lato medio delle impronte generate dal test di nano-indentazione un valore di 1.5 μm che è circa 3/4 il valore del diametro del grano più piccolo che si è rivelato.

Definito questo limite si è proceduto a rilevare i valori medi dei lati delle nano-indentazioni effettuate utilizzando diversi carichi massimi.

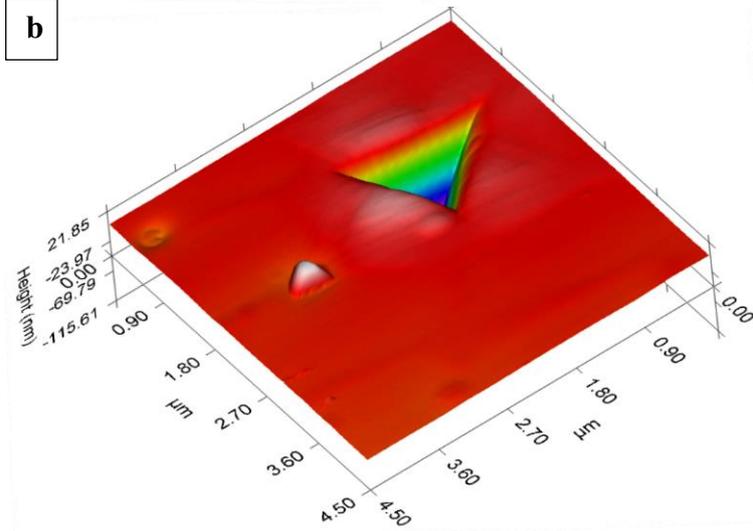
Si riportano di seguito le immagini tridimensionali delle varie impronte effettuate con 3000, 5000 e 6000 μN per i due materiali in analisi con i relativi valori medi dei lati (figura 4.4.2 e 4.4.3).

a



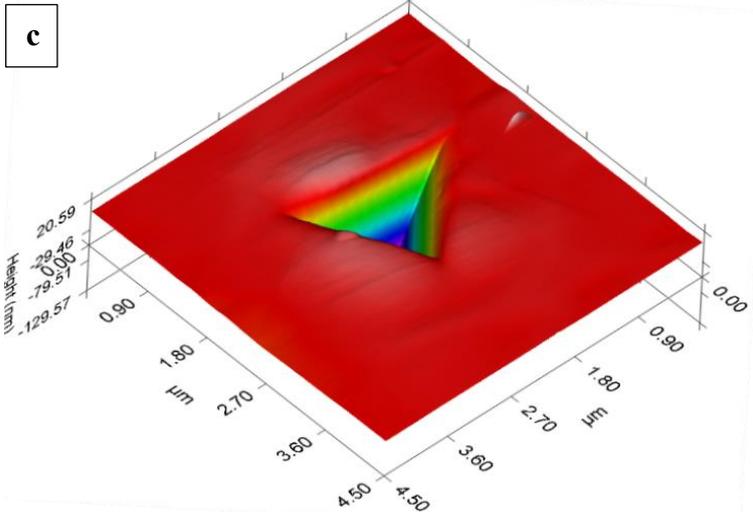
Lato medio = 1.00 μm

b



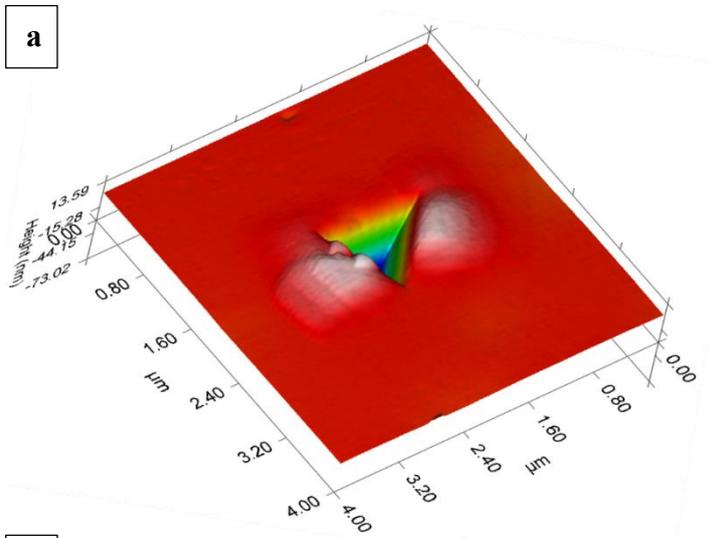
Lato medio = 1.25 μm

c

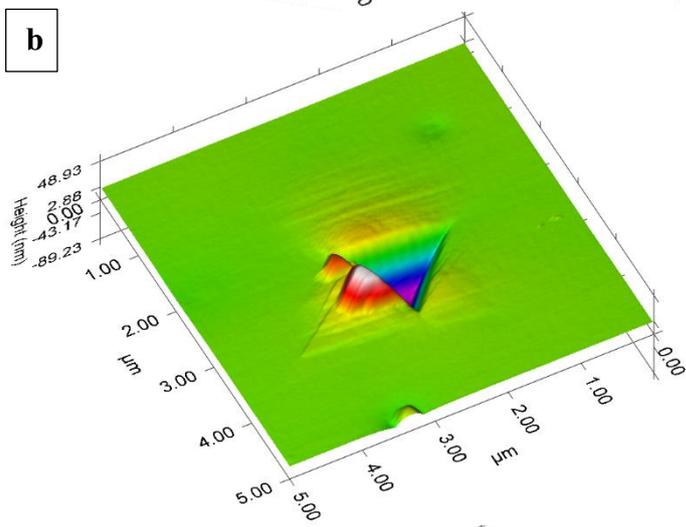


Lato medio = 1.70 μm

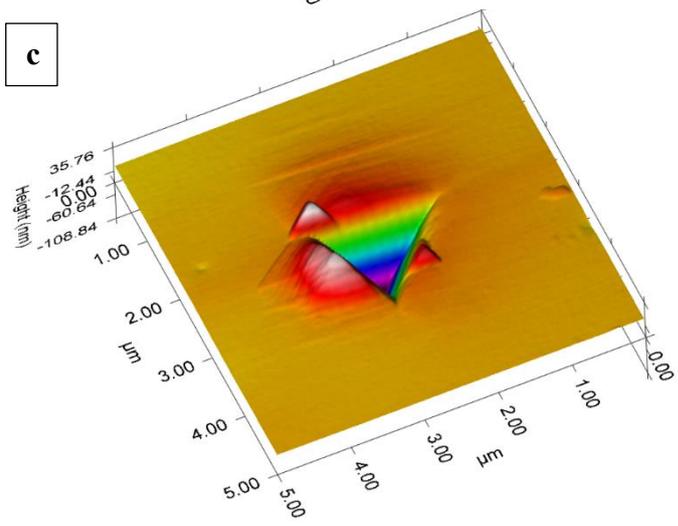
Figura 4.4.2: Impronte effettuate con carichi massimi di a) 3000 b) 5000 c) 6000 μN sull'acciaio AISI 316L



Lato medio = 1.00 μm



Lato medio = 1.40 μm



Lato medio = 1.70 μm

Figura 4.4.3: Impronte effettuate con carichi massimi di a) 3000 b) 5000 e c) 6000 μN sull'acciaio AISI 316L ricotto

Tale analisi ha portato a scegliere dunque come carico massimo 5000 μN .

Scelto il carico massimo da utilizzare si è proceduto a tenere tutti gli altri valori come da standard ottenendo il ciclo di carico riportato in figura 4.4.4.

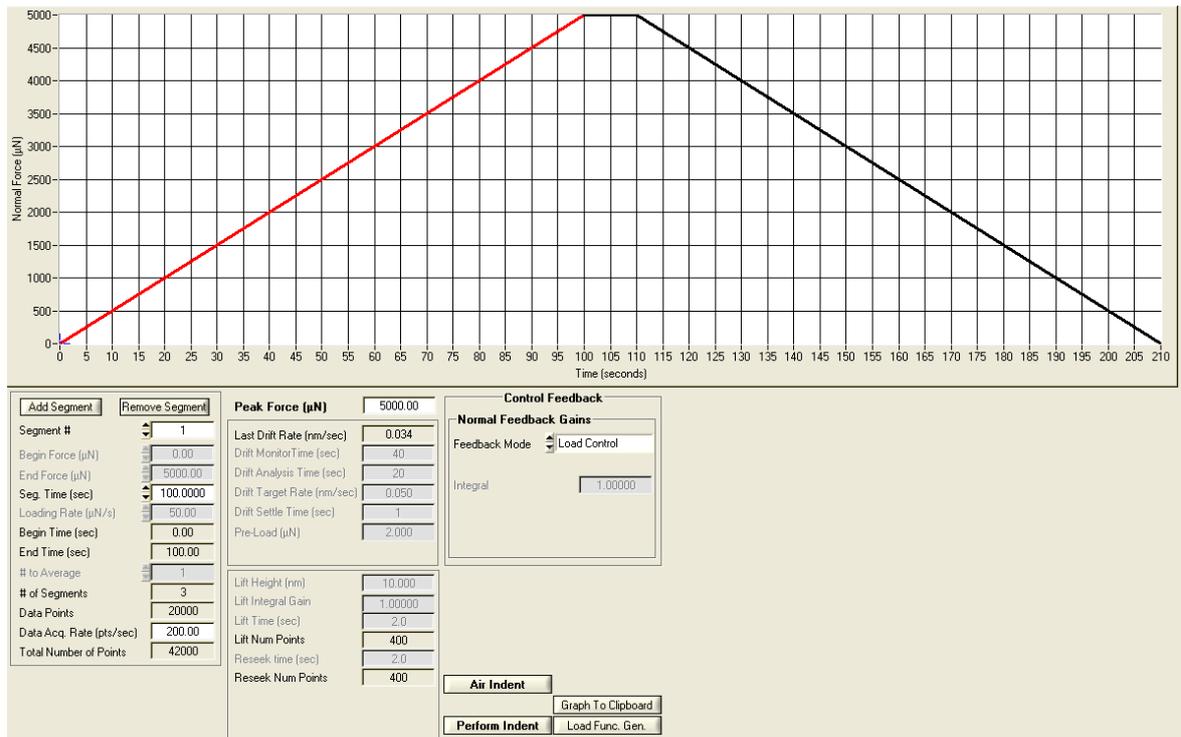


Figura 4.4.4: Ciclo di carico utilizzato nei test di nano-indentazione

Ottenendo così, per ogni nano-indentazione, una serie di grafici come quelli riportati in figura 4.4.5 e i relativi valori ad essi correlati.

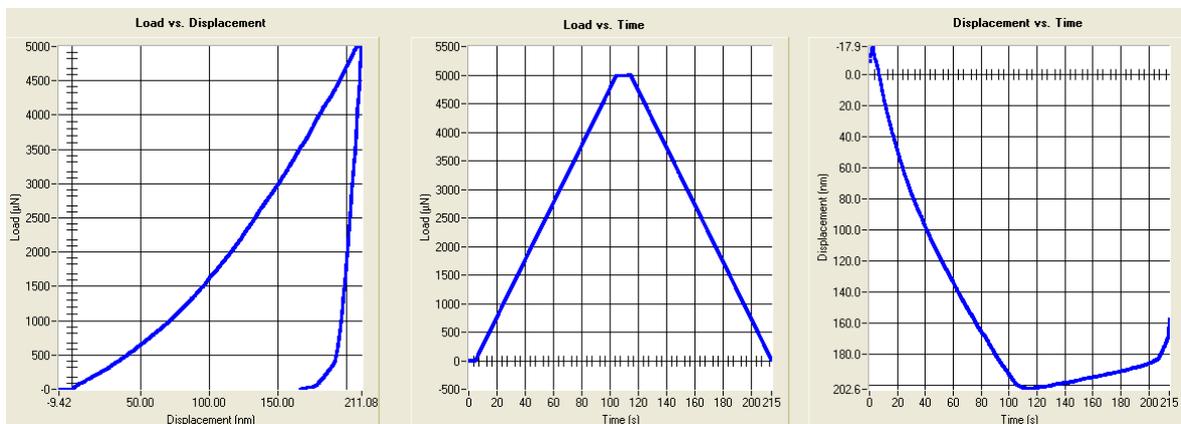


Figura 4.4.5: Grafici carico-spostamento, carico-tempo e spostamento tempo relativi ad una nano-indentazione

4.5 Test e analisi dei risultati

I test di nano-indentazione sono stati effettuati sui seguenti campioni:

- Acciaio inossidabile AISI 316L prodotto per LAM;
- Acciaio inossidabile AISI 316L prodotto per LAM e ricotto;

L'obiettivo di questi test è stato quello di individuare, per questi materiali, il raggio plastico sottostante l'impronta di macro-indentazione realizzata da due test di macro-indentazione utilizzando due diversi carichi massimi applicati, 100 e 700 N.

Dopo la preparazione dei provini e la determinazione del carico massimo ideale per effettuare i test di nano-indentazione, si è proceduto ad individuare il raggio plastico di uno solo dei due provini in questione attraverso lo studio della sola verticale passante per il vertice della macro indentazione in modo da iniziare a vedere gli andamenti e ad individuare i primi possibili problemi.

Il carico massimo scelto per effettuare i test di nano-indentazione è stato, come precedentemente detto, di 5000 μN e si è deciso di utilizzare fin dall'inizio un approccio di tipo statistico per la valutazione dei dati.

Per fare questo si è proceduto ad analizzare ogni punto sottostante l'impronta della macro-indentazione, effettuando 9 nano-indentazioni e poi andando a calcolare il valore medio da queste.

Il primo provino ad essere analizzato è stato quello di acciaio inossidabile AISI 316L prodotto per LAM e non ricotto ed in particolare si è proceduto ad individuare il raggio plastico sottostante la macro-indentazione realizzata utilizzando un carico massimo di 100N.

➤ ACCIAIO INOSSIDABILE AISI 316L

Le indentazioni, come precedentemente detto, sono state effettuate sulla sezione contenente una delle due diagonali della macro-indentazione ed in particolare lungo la verticale passante per il vertice della macro indentazione (figura 4.4.1).

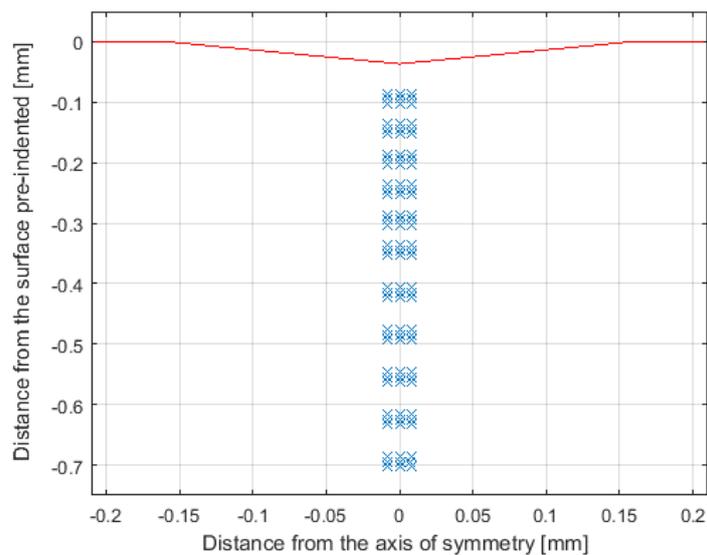


Figura 4.4.1: posizione delle nano-indentazioni effettuate sulla verticale passante per l'apice della macro-indentazione effettuata con carico massimo di 100N

Andando ad analizzare i dati ricavati e a graficare l'andamento della durezza in funzione della superficie pre-indentata, quello che si è ottenuto è stato l'andamento riportato in figura 4.4.2 dove in blu è riportato il valore medio della durezza delle 9 nano-indentazioni che costituiscono quel punto ed in rosso il range tra il valore massimo e quello minimo ottenuto da queste 9 nano-indentazioni.

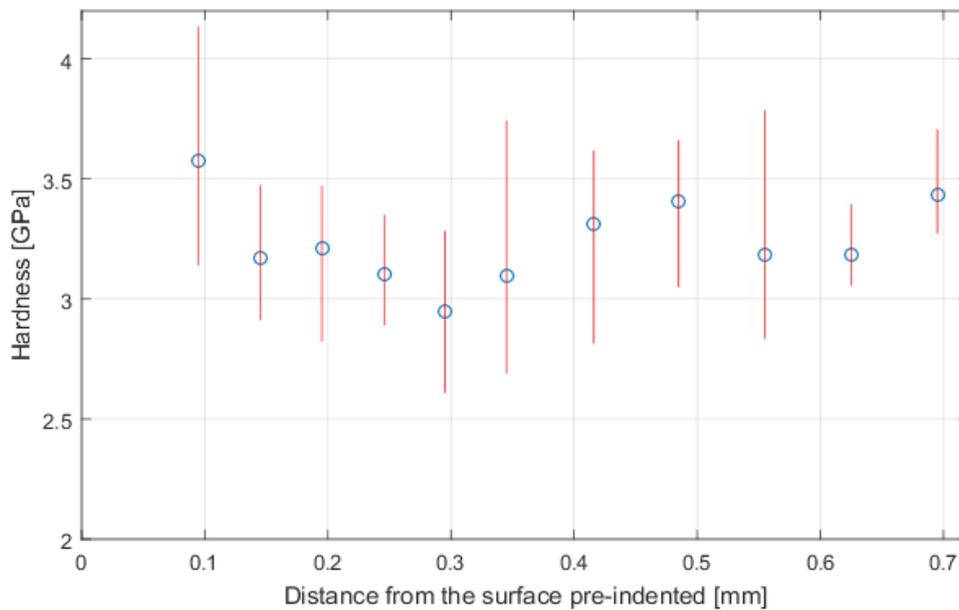


Figura 4.4.2: Andamento durezza-distanza dalla superficie pre-indentata

Come si può vedere dalla figura 4.4.2 si ha un'elevata dispersione dei valori e essi non mostrano un chiaro andamento incrudente come ci si aspetterebbe.

Una delle cause di tutto ciò è visibile dal grafico che rappresenta la fluttuazione del modulo di indentazione al variare della distanza dalla superficie pre-indentata (figura 4.4.3), infatti quest'ultimo non dovrebbe risentire dell'influenza dell'incrudimento e mantenersi pressoché costante.

La presenza di una dispersione così elevata dei valori del modulo di indentazione mostra con evidenza la presenza di errori durante la procedura di misura che devono essere eliminati eliminando tutte le nano-indentazioni con valori che si discostano troppo dal valore medio del modulo di indentazione.

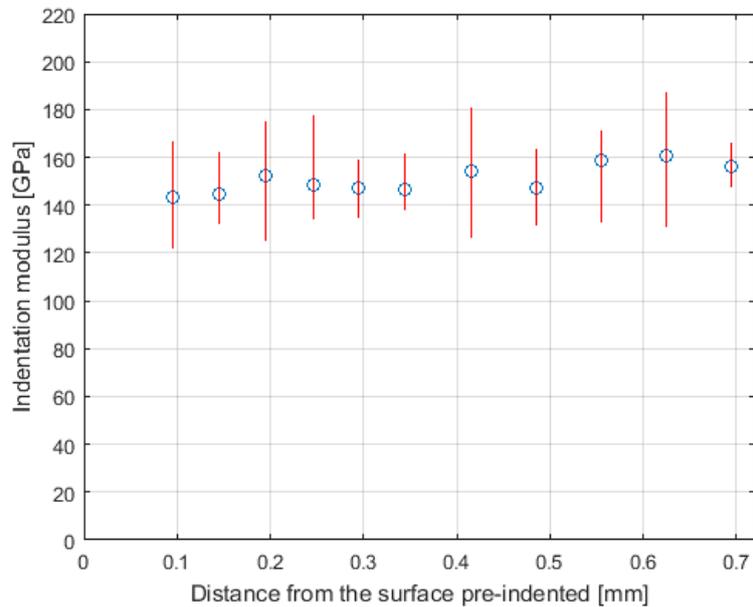


Figura 4.4.3: Fluttuazione del modulo di indentazione al variare della distanza della superficie pre-indentata

Per effettuare ciò si può ricorrere ad un approccio statistico.

L'approccio statistico più comune e semplice è quello che porta a considerare la distribuzione dei valori del modulo di indentazione secondo una distribuzione gaussiana e andare a calcolare il valore medio, σ , e la deviazione standard, s , di tale distribuzione e andare a scartare tutti i valori superiori a $\sigma+s$ e inferiori a $\sigma-s$.

In figura 4.4.4 è possibile vedere come effettivamente l'andamento dei valori del modulo di indentazione segue una distribuzione pressoché gaussiana.

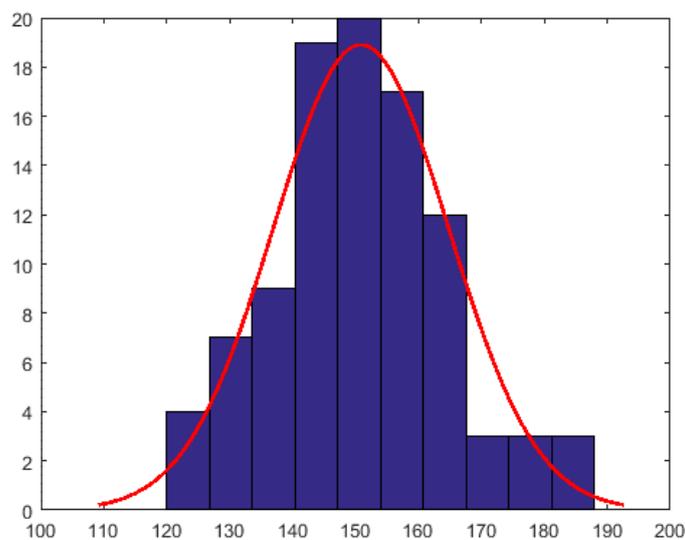


Figura 4.4.4: Distribuzione dei valori del modulo di indentazione

Effettuando quest'unica correzione si rileva, come ovvio, una notevole riduzione della fluttuazione dei valori del modulo di indentazione (figura 4.4.5.a) e un andamento della curva durezza in funzione della distanza dalla superficie pre-indentata più vicino a quello che ci si aspettava (figura 4.4.5.b).

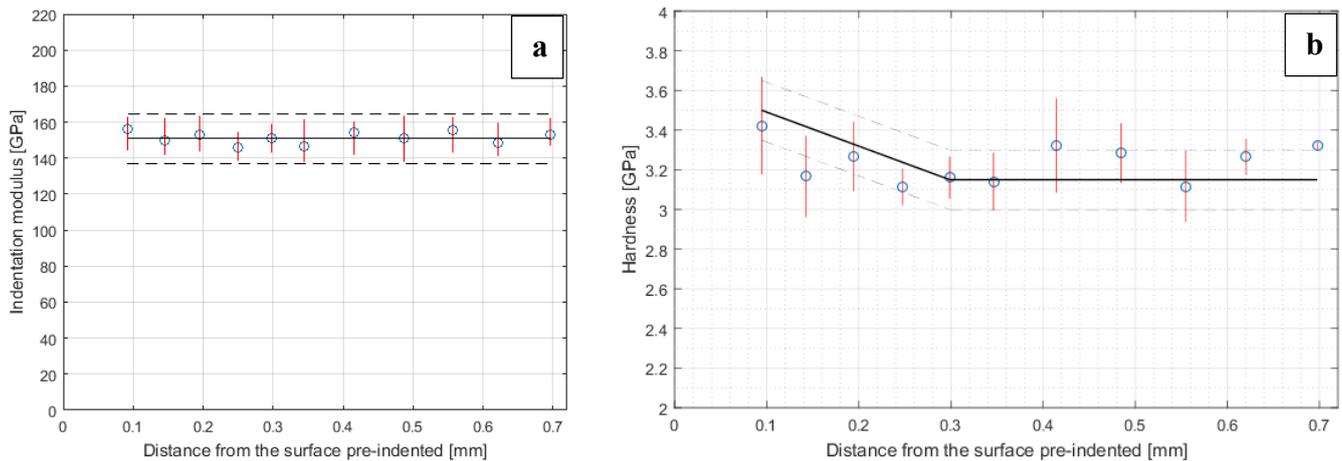


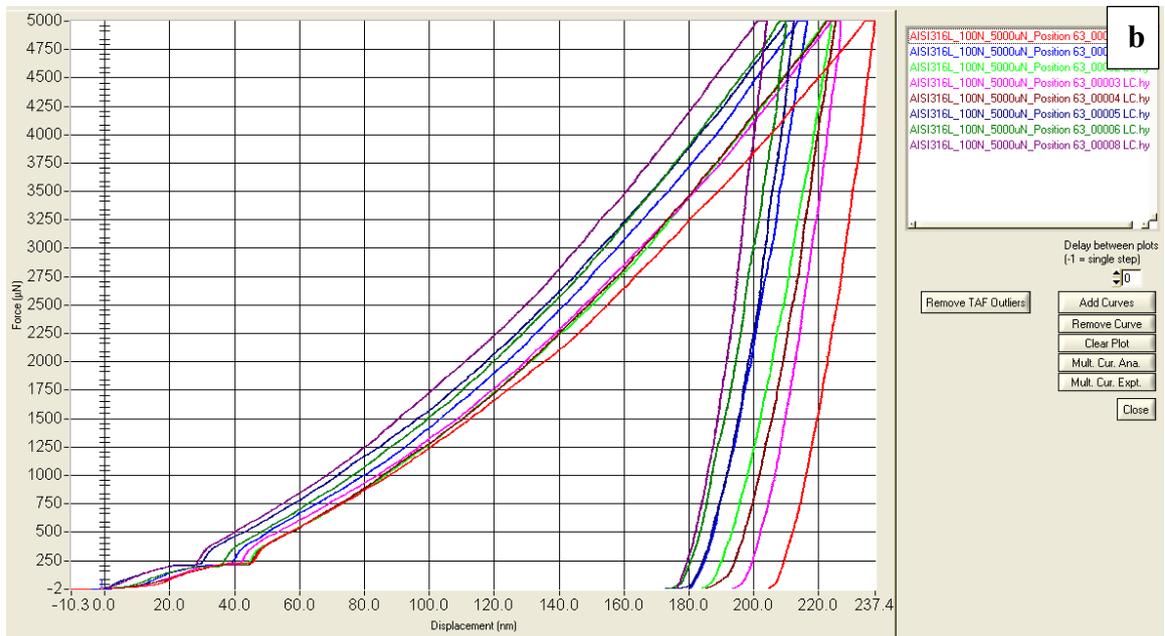
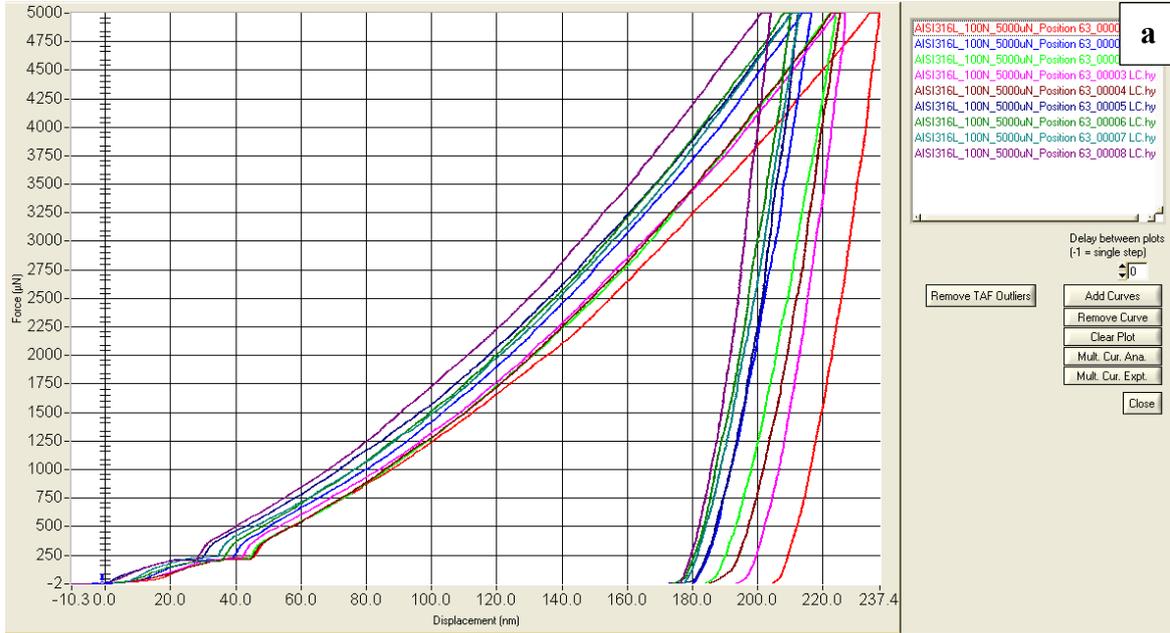
Figura 4.4.5: a) Fluttuazione del modulo di indentazione; b) Andamento della durezza al variare della distanza dalla superficie pre-indentata.

Come è possibile vedere dalla figura 4.4.5.b non si ha ancora un andamento chiaro e delineato. Questo è dovuto a diversi fattori che sono i seguenti:

- Rugosità della superficie;
- Microstruttura del materiale;
- Difetti superficiali;
- Errori nella misura delle grandezze in gioco.

Per quanto la superficie possa essere preparata in modo idoneo è al quanto impossibile ottenere una superficie ideale e quindi è necessario anche, successivamente all'analisi statistica, andare ad individuare ed eliminare i dati relativi alle nano-indentazioni non corrette sulla base dei grafici forza – spostamento.

Infatti, come visibile in figura 4.4.6 tali curve non sono ancora perfettamente coincidenti nella parte della curva di loading e ciò significa che non tutte le indentazioni rimanenti sono corrette. In particolare, nel caso sotto riportato, che fa riferimento ad un solo punto della verticale analizzata, la correzione basata sull'analisi statistica del modulo di indentazione, ha portato ad eliminare solamente una delle nove indentazioni, invece quella basata sull'analisi delle curve forza-spostamento ha portato ad eliminarne altre 5.



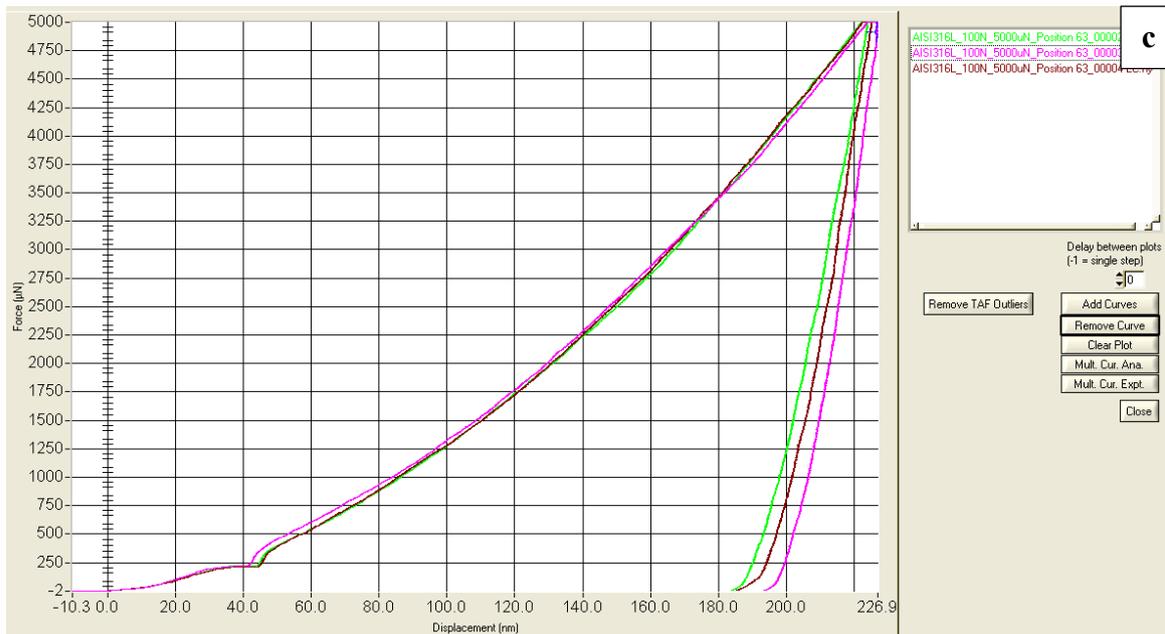


Figura 4.4.6: Curve forza spostamento per il punto situato a 0,42 mm dalla superficie pre-indentata
 a) prima della correzione statistica b) dopo tale correzione c) dopo la correzione basata
 sull'analisi delle curve forza-spostamento

Effettuando questa correzione si ottiene un andamento prossimo a quello desiderato, come visibile dalla figura 4.4.7 con una fluttuazione dei valori del modulo di indentazione al quanto limitato, come visibile in figura 4.4.8.

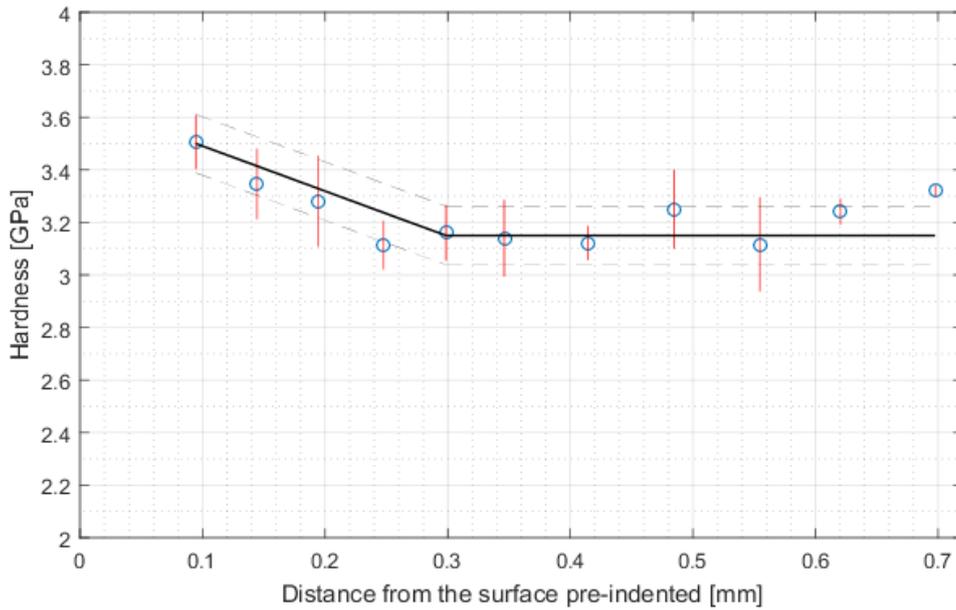


Figura 4.4.7: Andamento durezza – distanza dalla superficie pre-indentata dopo aver effettuate tutte le correzioni necessarie

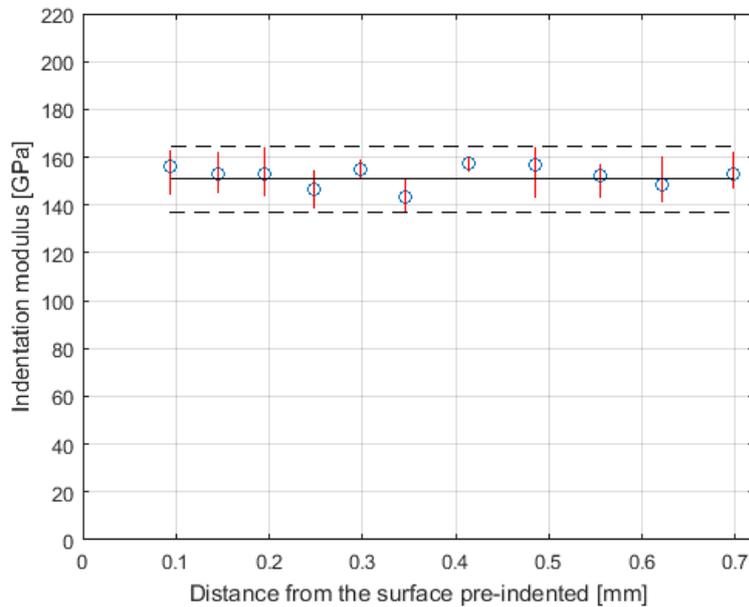


Figura 4.4.8: Fluttuazione del modulo di indentazione al variare della distanza dalla superficie pre-indentata dopo aver effettuate tutte le correzioni necessarie

Dopo aver individuato il metodo di analisi dei dati ricavati attraverso i test di nano-indentazione, si è proceduto a studiare le altre verticali parallele alla prima (figura 4.4.9) al fine di creare una mappa di durezza.

In figura 4.4.9 ogni punto è stato realizzato effettuando 9 nano-indentazioni distanti $13\ \mu\text{m}$ sia nella direzione x che nella direzione y (figura 4.4.10) applicando un carico massimo di $5000\ \mu\text{N}$.

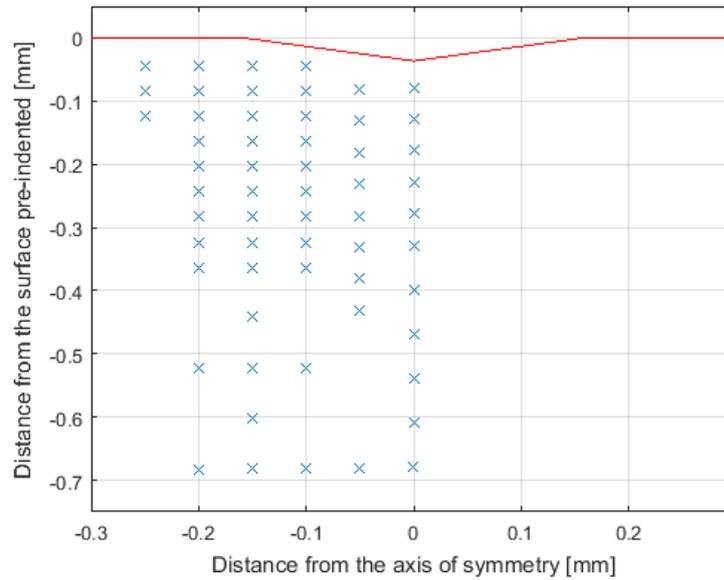


Figura 4.4.9: Acciaio AISI 316L macro-indentato con un carico massimo di 100N: Posizione dei punti, costituiti ognuno da 9 nano-indentazioni, al di sotto dell'impronta di macro-indentazione

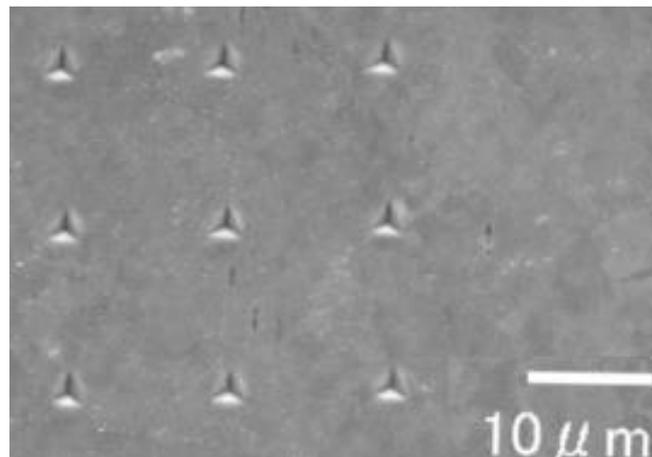
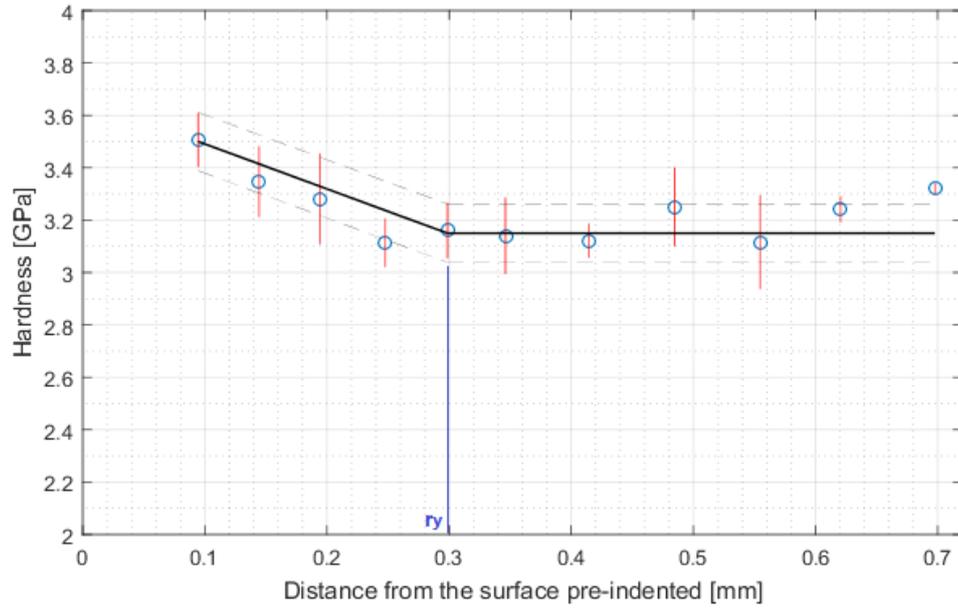


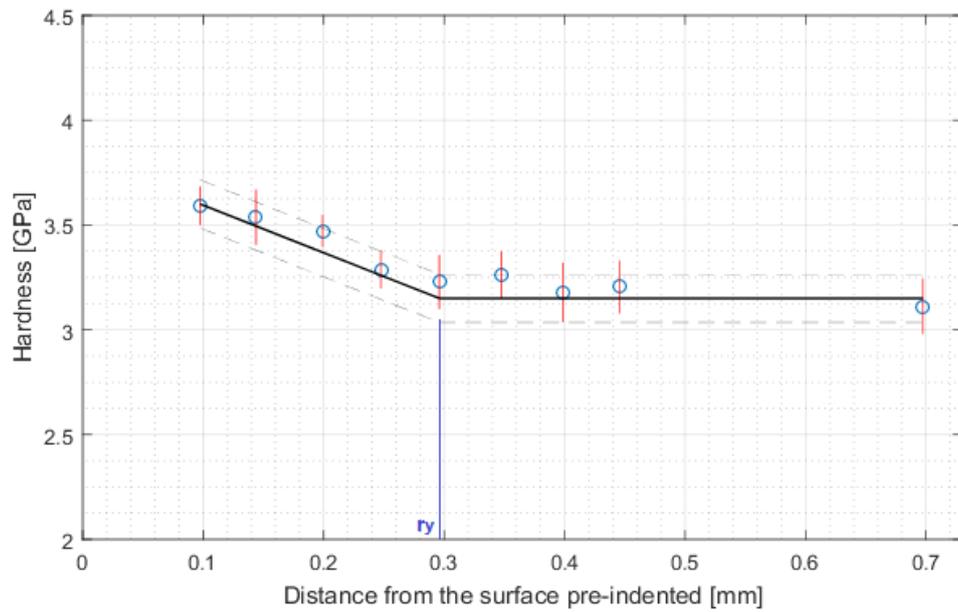
Figura 4.4.10: Pattern utilizzato per ogni punto

Analizzando una linea alla volta ed effettuando le correzioni precedentemente mostrate si ottengono le seguenti curve durezza - distanza dalla superficie pre-indentata:

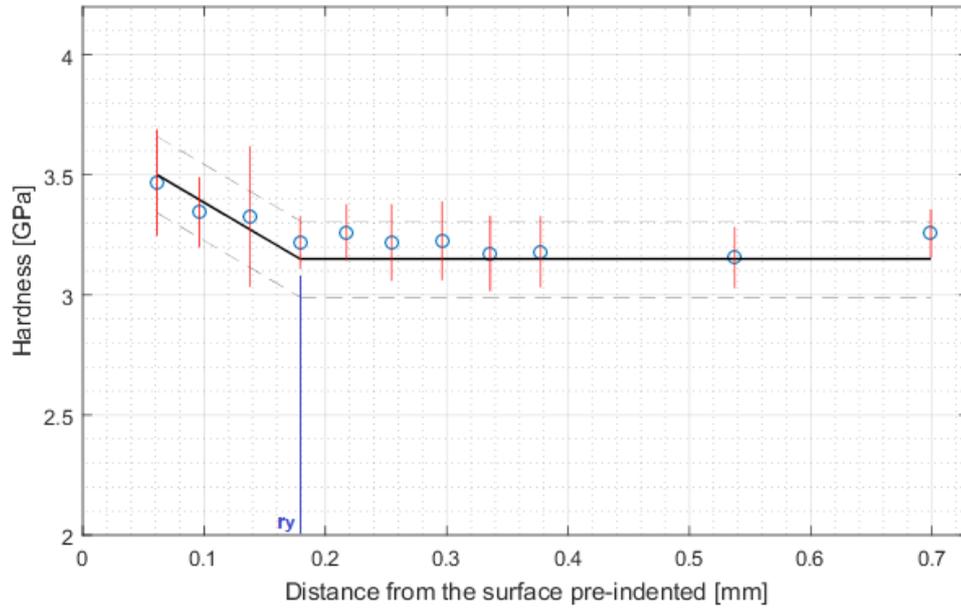
- **Linea 1**



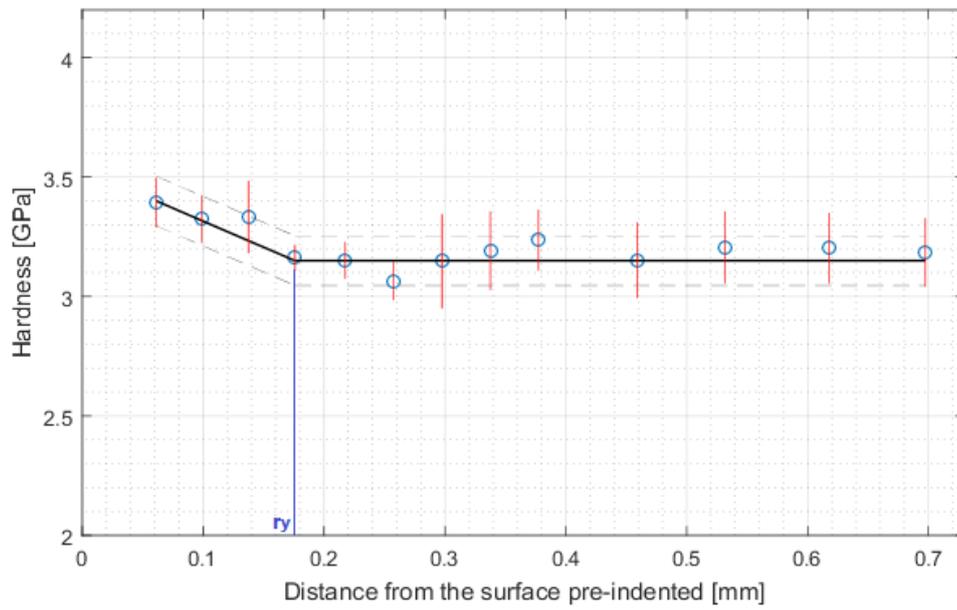
- **Linea 2**



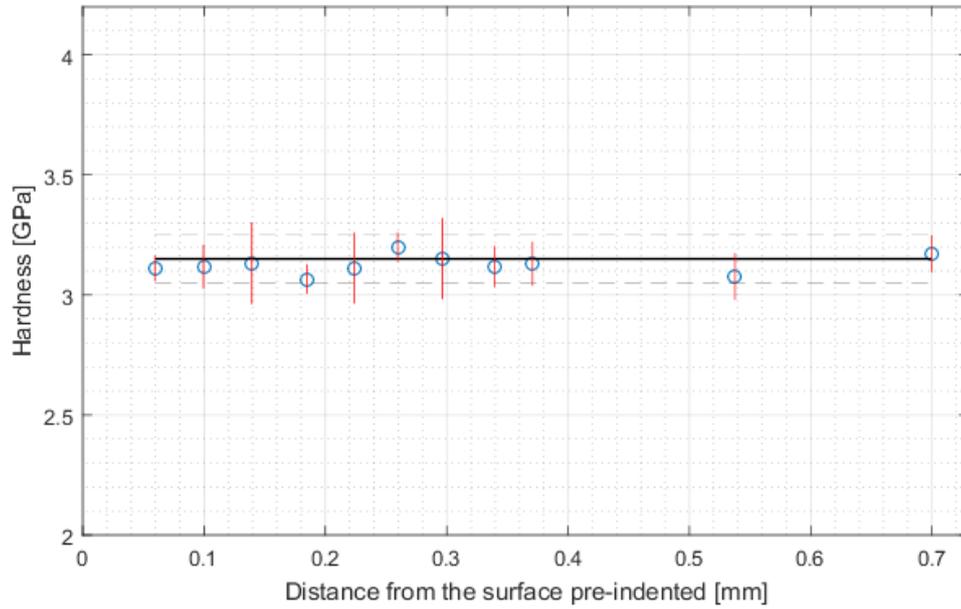
- **Linea 3**



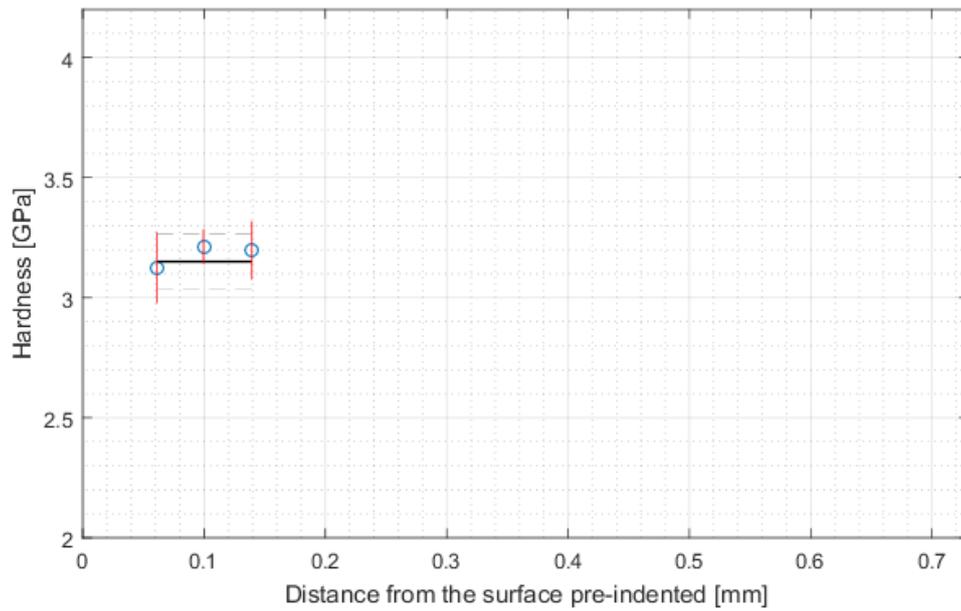
- **Linea 4**



- **Linea 5**



- **Linea 6**



Mettendo insieme tutti i dati è possibile rappresentare il tutto attraverso una mappa di durezza in due dimensioni ove la variazione di durezza è visibile attraverso l'utilizzo di linee di diverso colore come mostrato in figura 4.4.11.

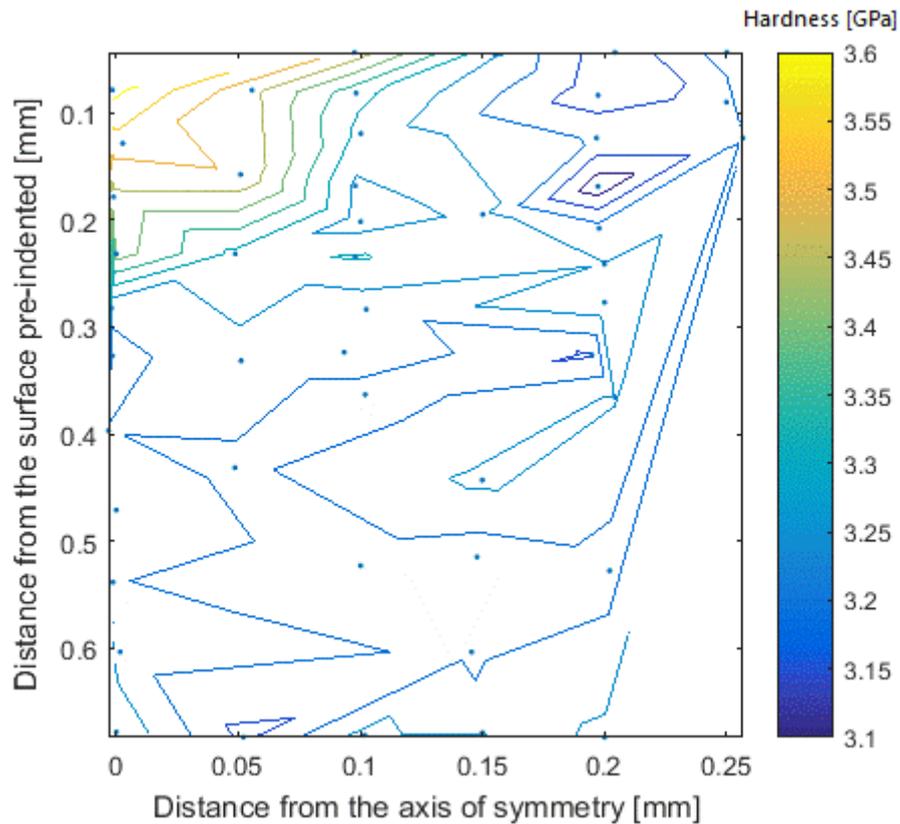


Figura 4.4.11: Acciaio AISI 316L macro-indentato con un carico massimo di 100N: Mappa di durezza bidimensionale realizzata con il comando “contour” di MATLAB

Attraverso l'utilizzo di Matlab è possibile anche ottenere una rappresentazione grafica di tale mappa più facilmente interpretabile come visibile in figura 4.4.12.

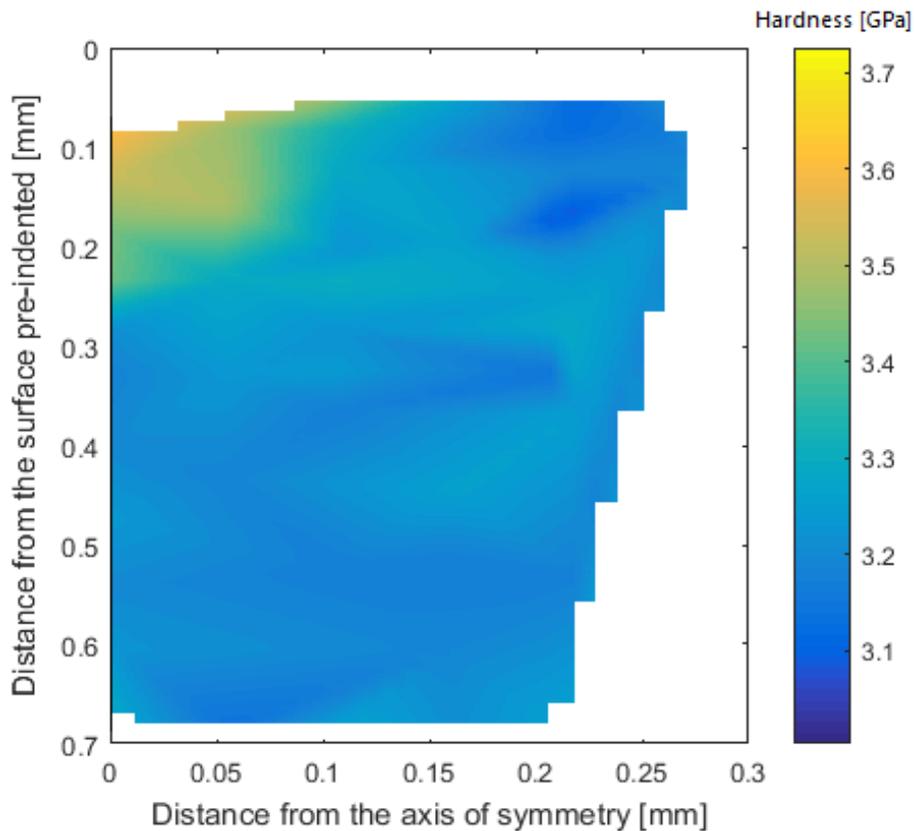


Figura 4.4.12: Acciaio AISI 316L macro-indentato con un carico massimo di 100N: Mappa di durezza bidimensionale realizzata con il comando “trisurf” di MATLAB

Tale risultato è stato confermato anche attraverso l'utilizzo dell'EBS.

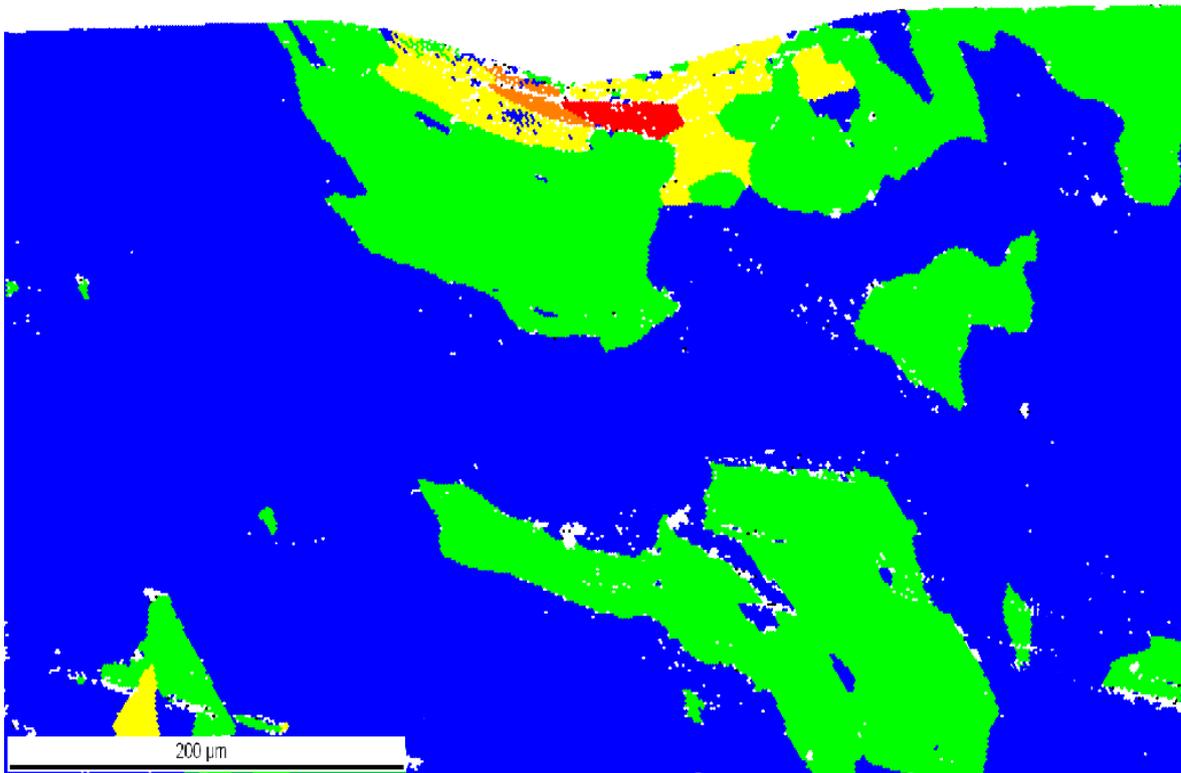
Attraverso quest'ultimo è stato possibile visualizzare e valutare la dimensione dei grani, la loro distorsione e ottenere una stima approssimativa del raggio plastico come visibile in figura 4.4.13.

La stima del raggio plastico ottenuta attraverso l'utilizzo dell'EBS è stata possibile attraverso la mappa del Grain Orientation Spread realizzata in maniera automatica dal software fornito con la macchina. Tale mappa presenta 5 colori i quali, passando dal blu, che indica assenza di deformazione, al rosso, che indica una zona molto deformata, permettono di individuare la zona plasticamente deformata dalla macro-indentazione. Bisogna inoltre precisare che le zone di colore diverso dal blu, lontane dall'impronta di macro-indentazione, sono dovute a delle tensioni residue che non si è riuscito ad eliminare attraverso la lucidatura chimico-meccanica.

Tuttavia è bene notare che la stima ottenuta da questa mappa risulta però inferiore a quella ottenuta attraverso la mappa di durezza realizzata attraverso i test di nano-indentazione.

Questa discordanza tra i due dati potrebbe essere dovuta al fatto che gli ultimi grani deformati durante il processo di macro-indentazione vengono deformati soltanto in maniera marginale venendo così non riconosciuti, dal software, come deformati.

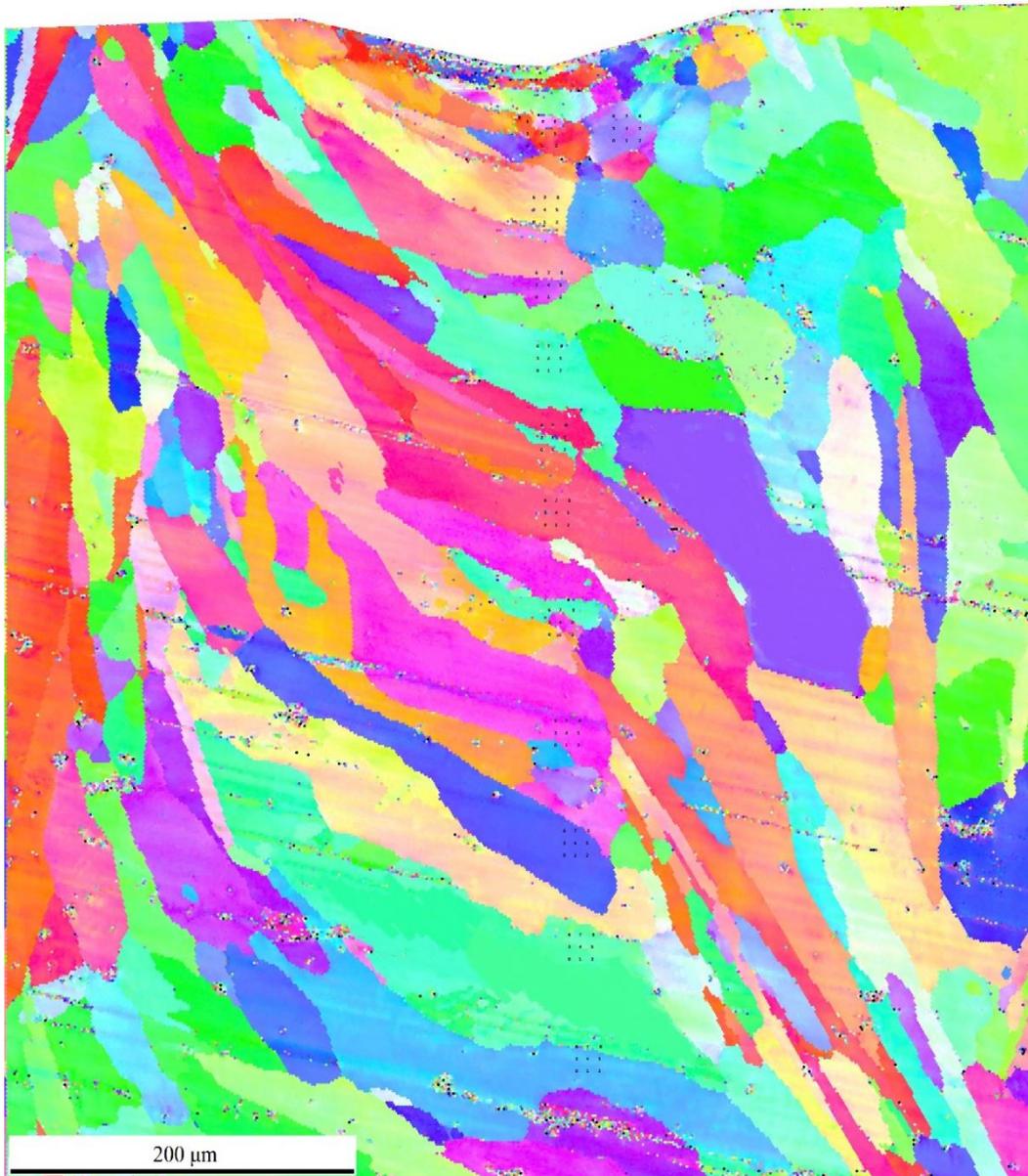
In figura 4.4.14. viene riportata anche la mappa EBSD che mostra la microstruttura del materiale sottostante la macro-indentazione.



Color Coded Map Type: Grain Orientation Spread

| | Min | Max | Total Fraction | Partition Fraction |
|--------|---------|---------|----------------|--------------------|
| Blue | 0 | 2.01367 | 0.670 | 0.670 |
| Green | 2.01367 | 4.02734 | 0.239 | 0.239 |
| Yellow | 4.02734 | 6.04102 | 0.015 | 0.015 |
| Orange | 6.04102 | 8.05469 | 0.001 | 0.001 |
| Red | 8.05469 | 10.0684 | 0.002 | 0.002 |

Figura 4.4.13: Acciaio AISI 316L macro-indentato con un carico massimo di 100N:
Mappa EBSD del Grain Spread



Color Coded Map Type: Inverse Pole Figure [001]

Austenite

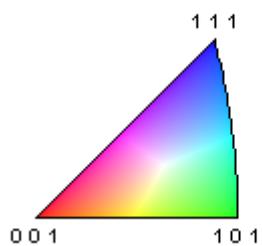


Figura 4.4.14: Acciaio AISI 316L macro-indentato con un carico massimo di 100N:
 Microstruttura del materiale nella sezione del provino sottostante la macro-indentazione

Riassumendo, i valori di raggio plastico ottenuti grazie alla mappa di durezza realizzata attraverso i test di nano-indentazione e all'analisi EBSD sono i seguenti:

- Raggio plastico ricavato dalla mappa di durezza: 300 μm
- Raggio plastico ricavato mediante analisi EBSD: 180 μm

Come detto nel capitolo 4.3, è possibile ricavare una stima teorica del raggio plastico attraverso il modello di Johnson:

$$r_{y,th} = \sqrt{\frac{3P}{2\pi\sigma_{ys}}}$$

Il quale, considerando una tensione di snervamento di 240 MPa [11] e un carico massimo di 100 N, fornisce un raggio plastico teorico di: 446 μm .

Tale procedimento può essere ripetuto anche per il campione, sempre di AISI 316L prodotto per additive manufacturing, sul quale è stato effettuato un test di macro-indentazione con un carico massimo di 700 N, ottenendo i seguenti risultati:

Le nano-indentazioni sono state realizzate secondo lo schema riportato in figura 4.4.15, utilizzando per ogni punto lo stesso pattern utilizzato nel caso precedente.

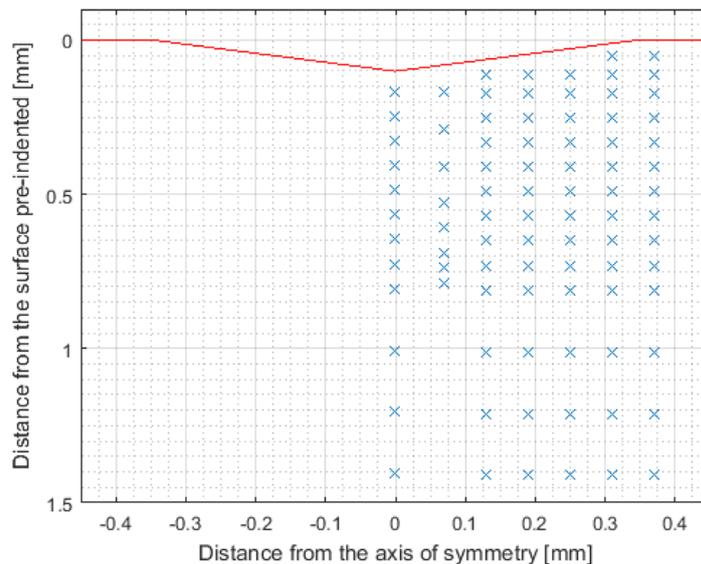
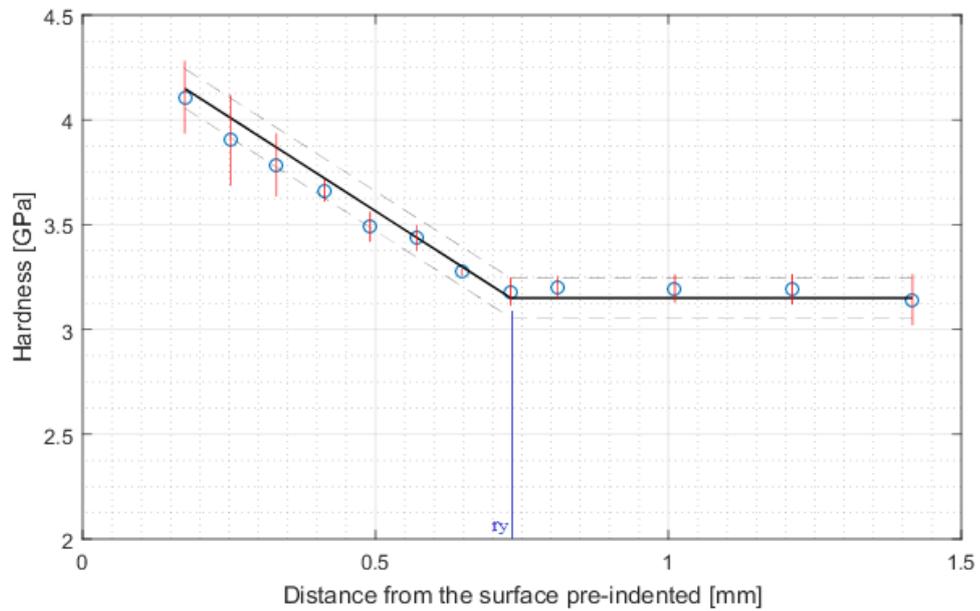


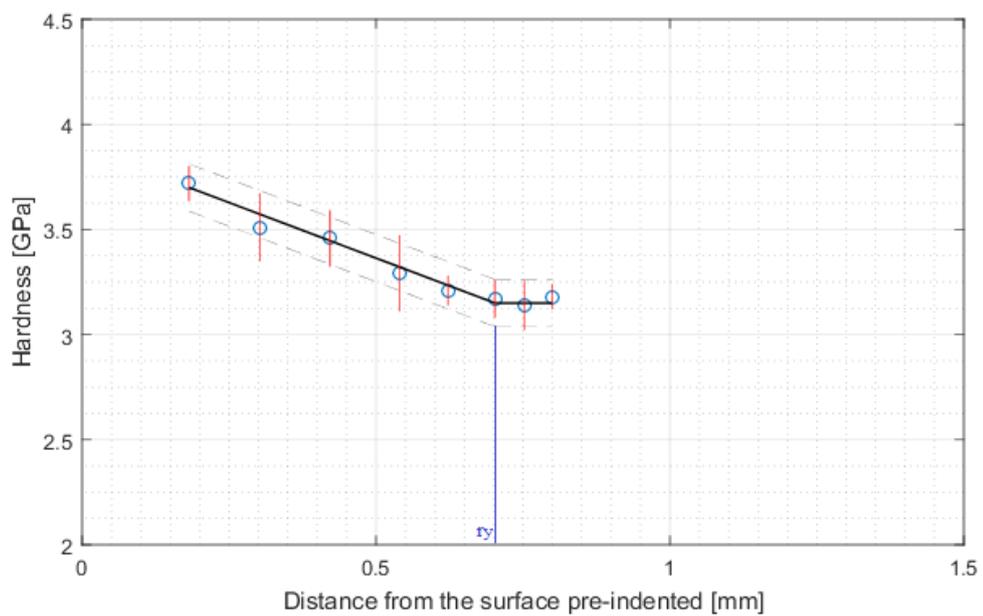
Figura 4.4.15: Acciaio AISI 316L macro-indentato con un carico massimo di 700N: Posizione dei punti, costituiti ognuno da 9 nano-indentazioni, al di sotto dell'impronta di macro-indentazione

Come precedentemente effettuato si procede, anche in questo caso, ad analizzare una linea verticale alla volta, ottenendo le seguenti curve durezza distanza dalla superficie pre-indentata:

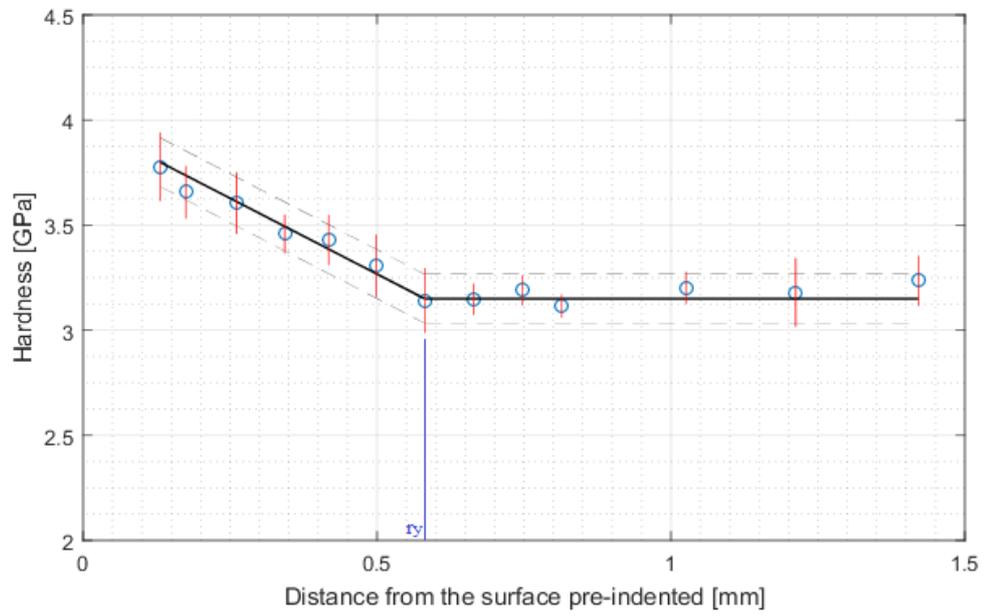
- **Linea 1:**



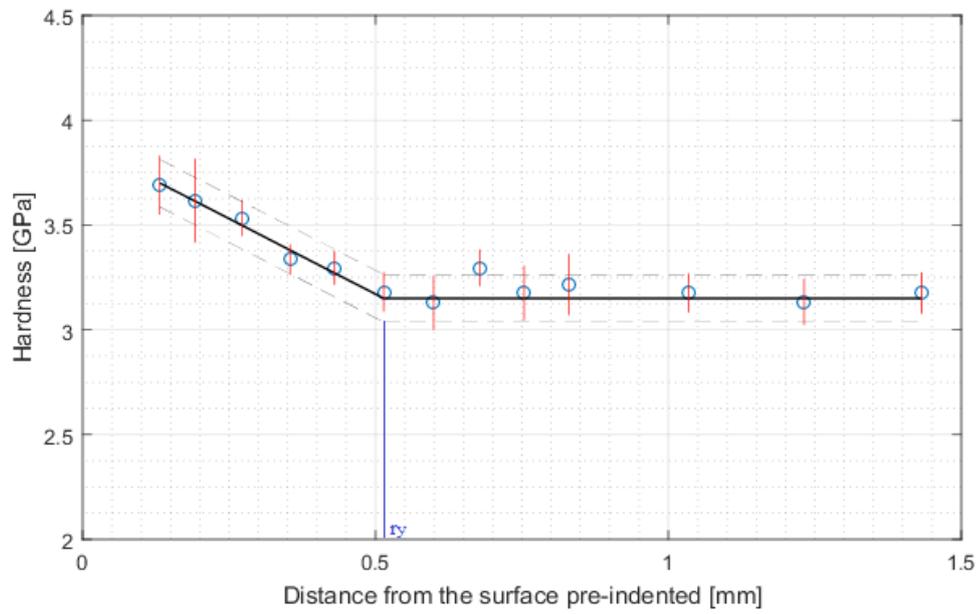
- **Linea 2:**



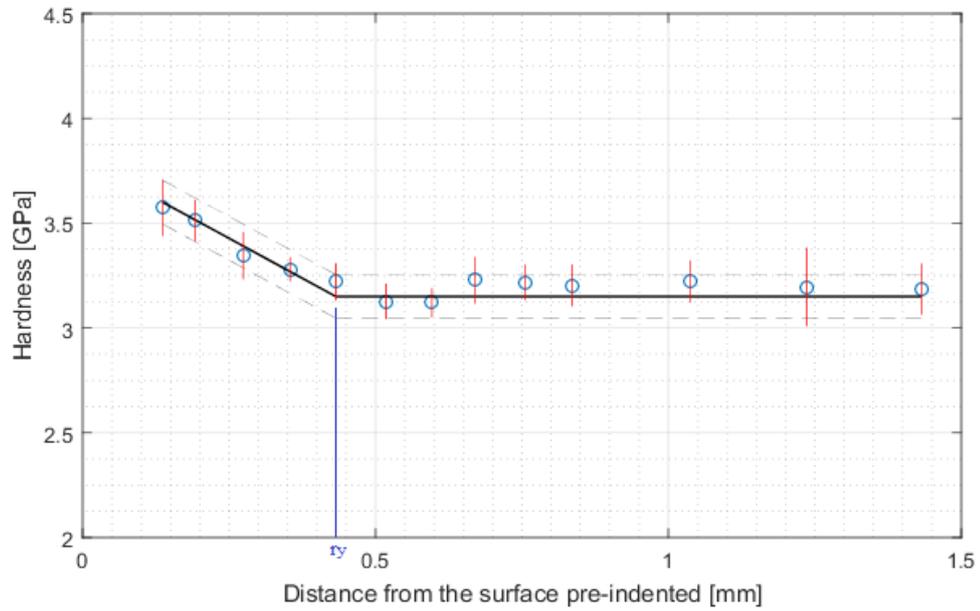
- **Linea 3:**



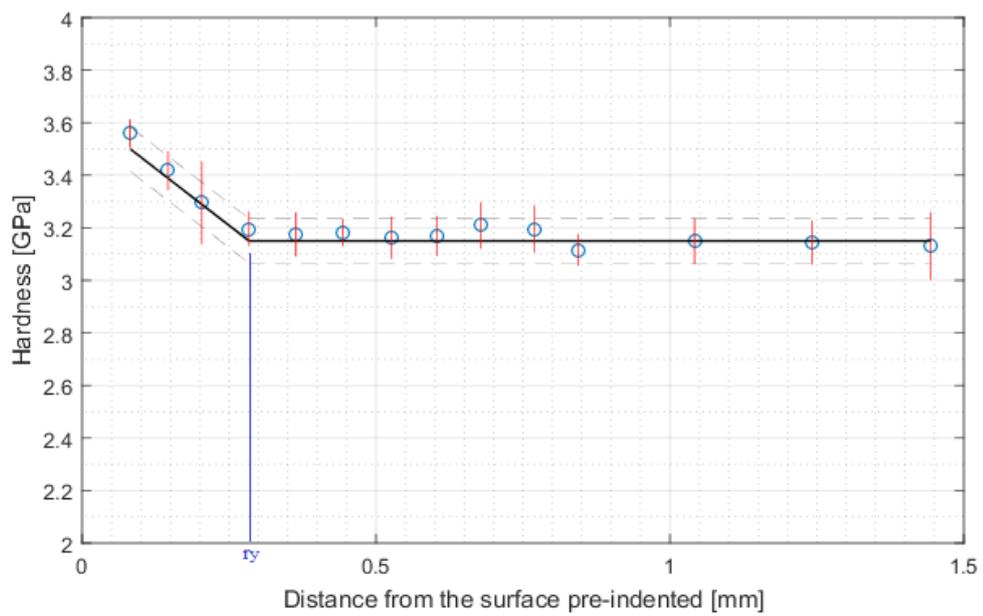
- **Linea 4:**



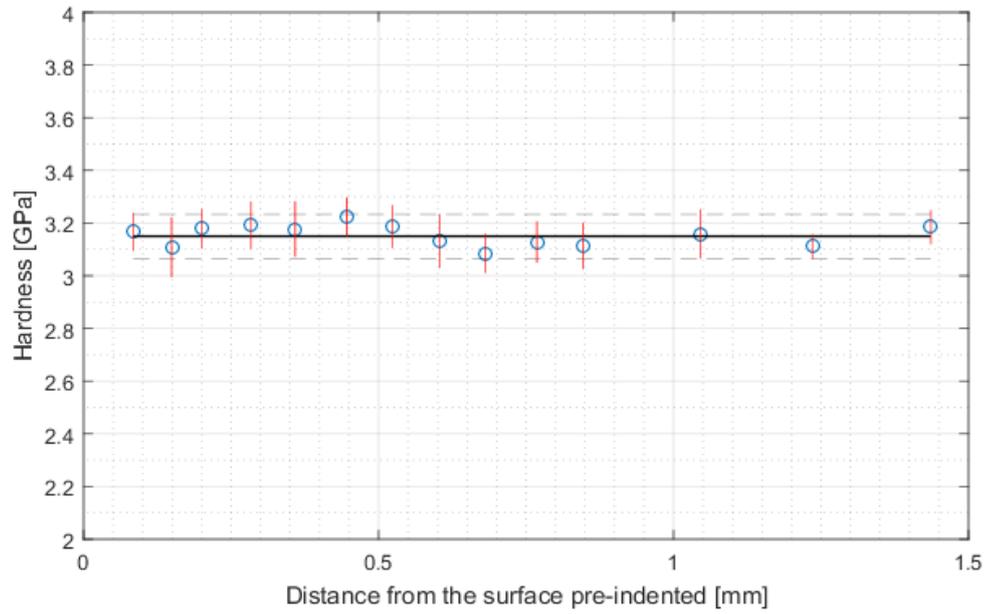
- **Linea 5:**



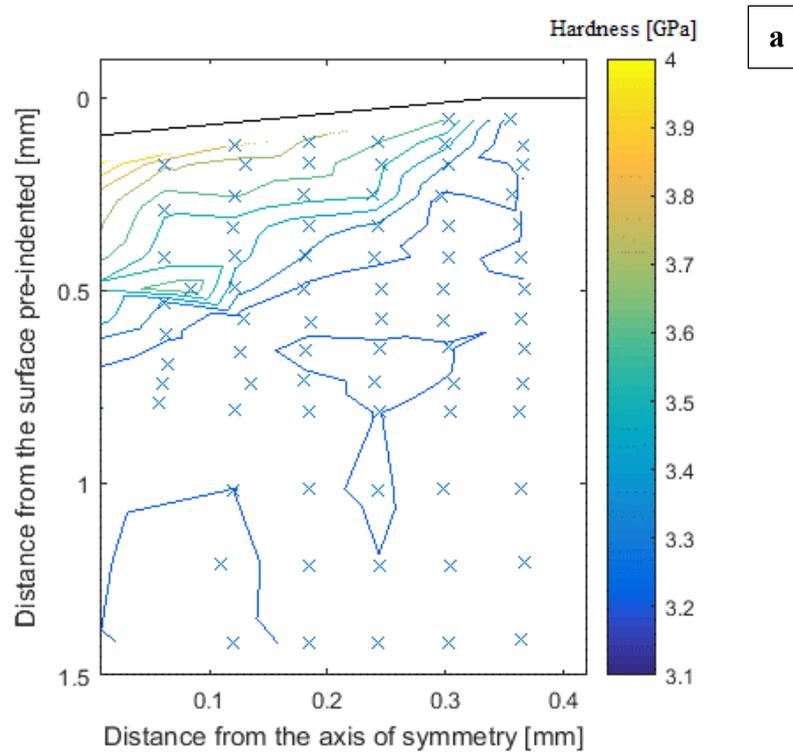
- **Linea 6:**



- **Linea 7:**



Mettendo insieme tutti i dati è possibile a questo punto ottenere le seguenti mappe di durezza (figura 4.4.16).



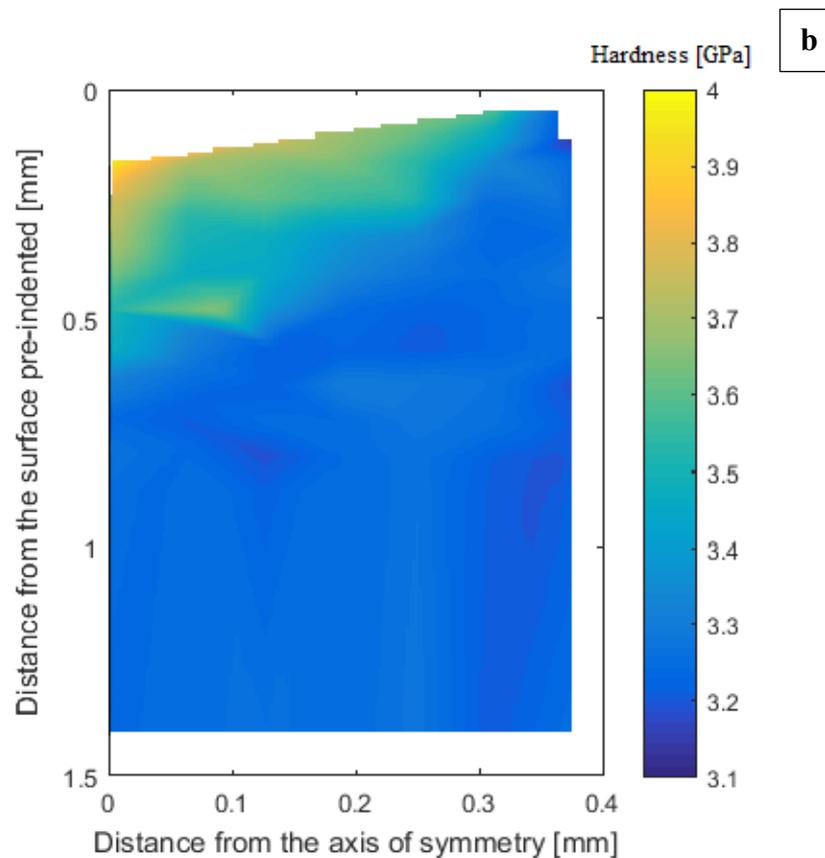


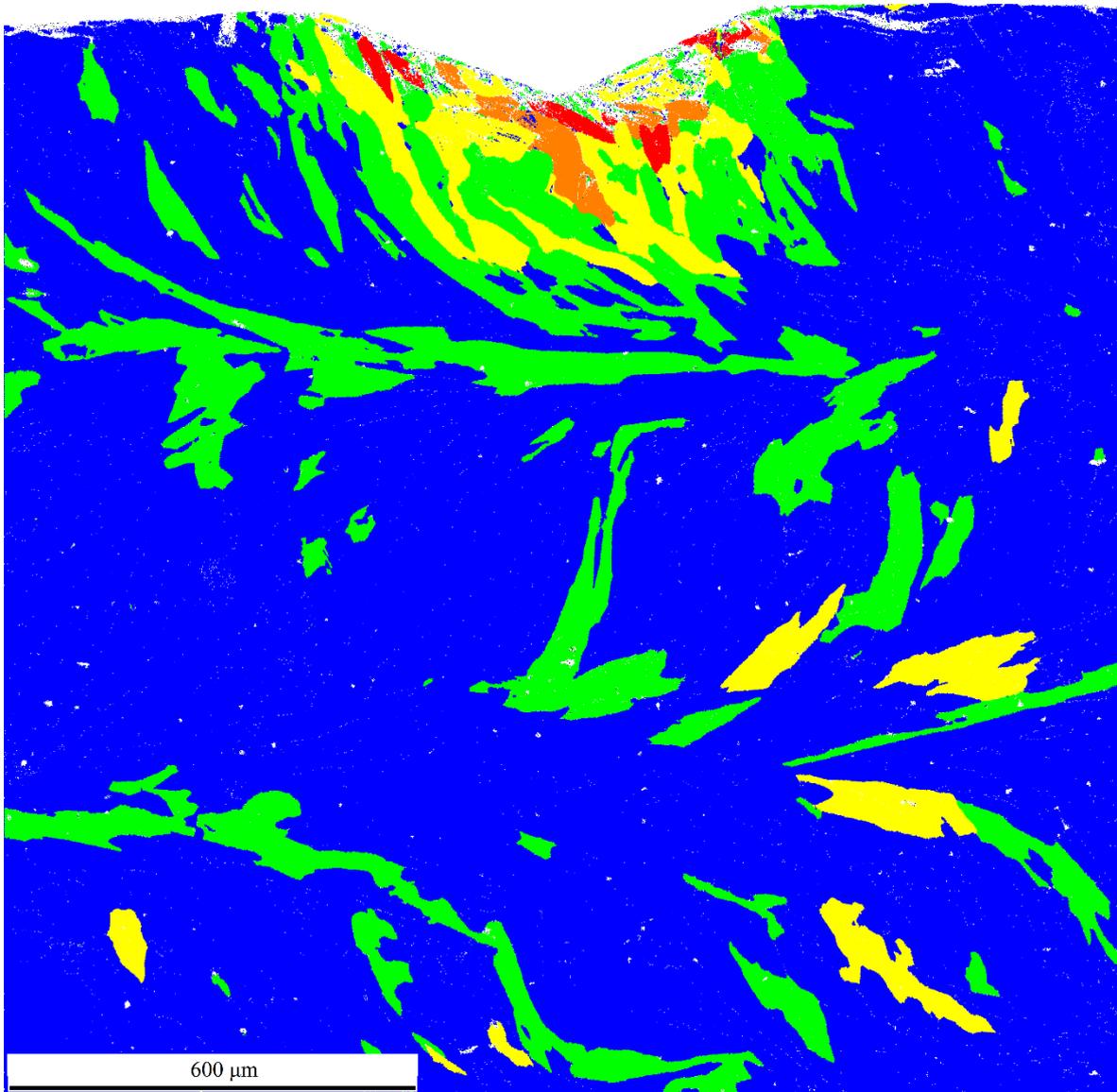
Figura 4.4.16: Acciaio AISI 316L macro-indentato con un carico massimo di 700N:
 Mappa di durezza bidimensionale realizzata con il comando a) “*contour*” b) “*trisurf*” di MATLAB

Tale risultato, anche in questo caso, è stato confermato attraverso l’utilizzo dell’EBSD con il quale è stato possibile ottenere una stima approssimata del raggio plastico come visibile dalla mappa del Grain Spread in figura 4.4.17.

Questa stima risulta anche in questo caso inferiore a quella ottenuta attraverso la mappa di durezza realizzata attraverso i test di macro-indentazione.

Questa discordanza porta a rafforzare l’ipotesi per cui la differenza tra i due valori di raggio plastico è dovuta al fatto che gli ultimi grani deformati durante il processo di macro indentazione vengono deformati soltanto in maniera marginale venendo così non riconosciuti, dal software, come deformati.

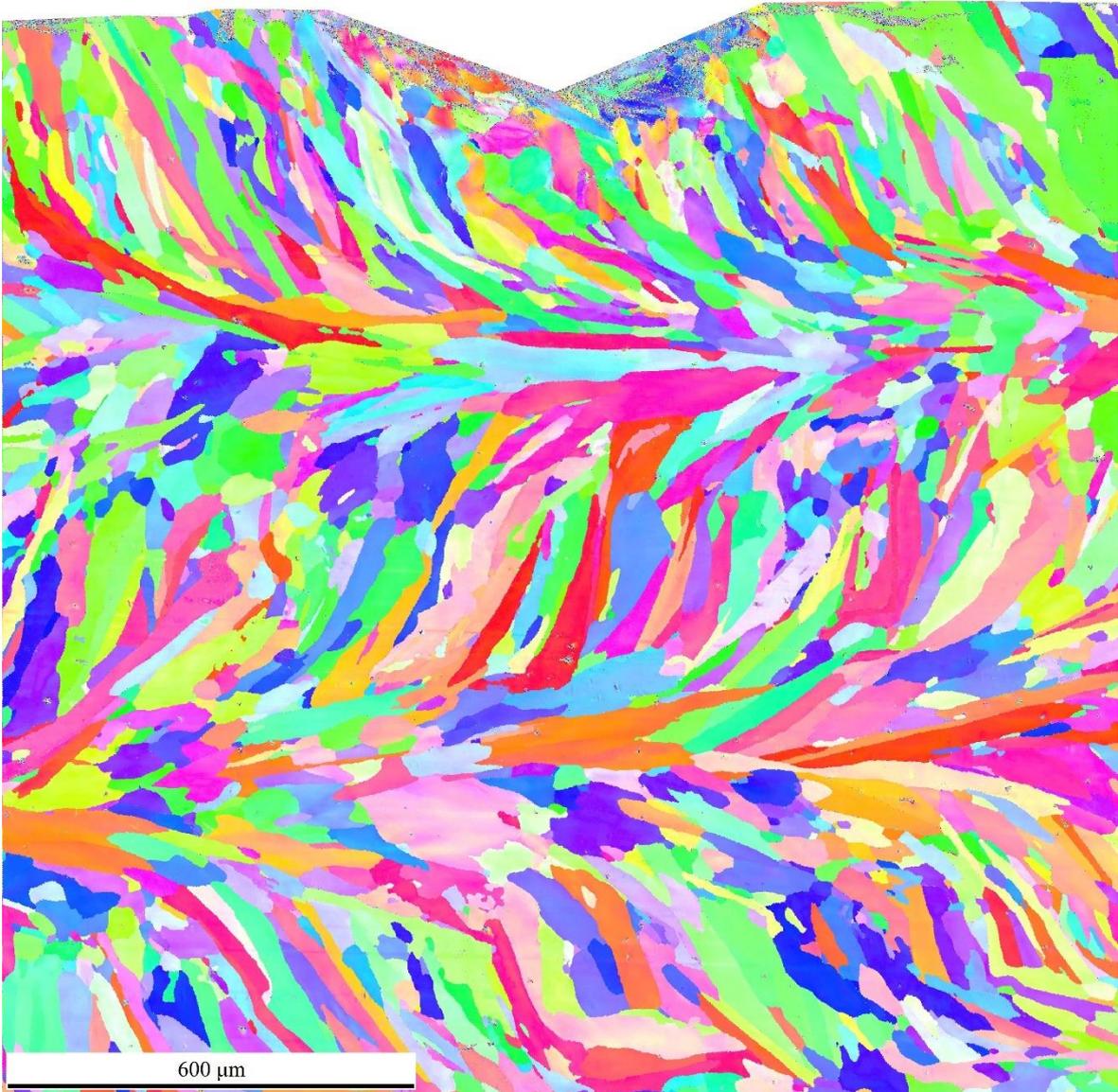
In figura 4.4.18. viene riportata invece la mappa EBSD che mostra la microstruttura del materiale sottostante la macro-indentazione.



Color Coded Map Type: Grain Orientation Spread

| | Min | Max | Total Fraction | Partition Fraction |
|---------------------------------------|---------|---------|----------------|--------------------|
| ■ | 0 | 1.56343 | 0.742 | 0.742 |
| ■ | 1.56343 | 3.12685 | 0.154 | 0.154 |
| ■ | 3.12685 | 4.69028 | 0.046 | 0.046 |
| ■ | 4.69028 | 6.2537 | 0.006 | 0.006 |
| ■ | 6.2537 | 7.81713 | 0.004 | 0.004 |

*Figura 4.4.17: Acciaio AISI 316L macro-indentato con un carico massimo di 700N:
Mappa EBSD del Grain Spread*



Color Coded Map Type: Inverse Pole Figure [001]

Austenite

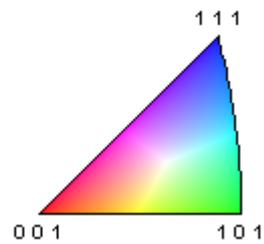


Figura 4.4.18: Acciaio AISI 316L macro-indentato con un carico massimo di 700N:
 Microstruttura del materiale nella sezione del provino sottostante la macro-indentazione

È possibile ora riassumere i valori di raggio plastico ottenuti grazie alla mappa di durezza realizzata attraverso i test di nano-indentazione e all'analisi EBSD i quali sono i seguenti:

- Raggio plastico ricavato dalla mappa di durezza: 730 μm
- Raggio plastico ricavato mediante analisi EBSD: 500 μm

È possibile inoltre ricavare, come precedentemente effettuato, anche una stima teorica del raggio plastico attraverso il modello di Johnson, il quale, considerando come precedentemente una tensione di snervamento di 240 MPa, ma questa volta un carico massimo di 700 N, fornisce un raggio plastico teorico di: 1180 μm .

Esso risulta anche questa volta superiore ai dati sperimentali ricavati.

➤ ACCIAIO INOSSIDABILE AISI 316L RICOTTO

Successivamente allo studio di tale provino, si è ritenuto interessante effettuare il medesimo studio anche su un campione dello stesso materiale sottoposto ad un trattamento termico di ricottura tale da far avvenire la rigenerazione del grano.

Le macro-indentazioni che si è voluto studiare sono state, come anche nel campione precedente, quelle realizzate con un carico massimo di 100 e 700N.

Si procede di seguito a mostrare i risultati ottenuti nello studio della macro-indentazione realizzata con un carico massimo applicato di 100N.

Le nano-indentazioni sono state realizzate secondo lo schema riportato in figura 4.4.19, utilizzando per ogni punto lo stesso pattern utilizzato nei casi precedenti.

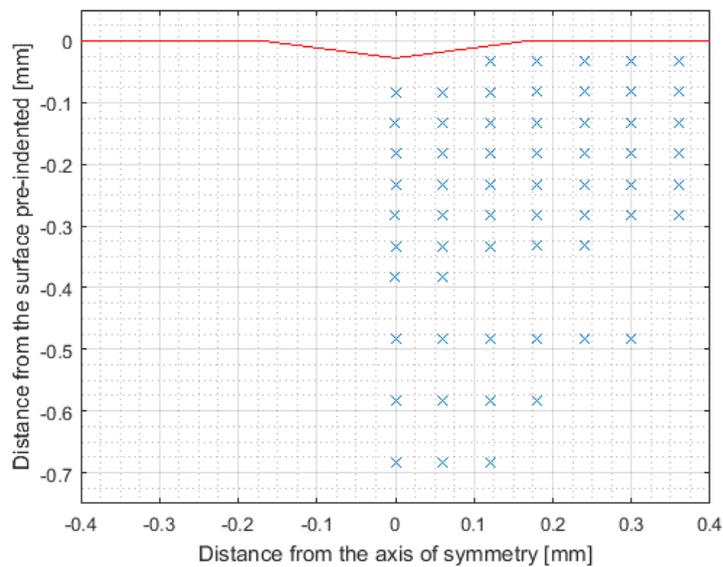
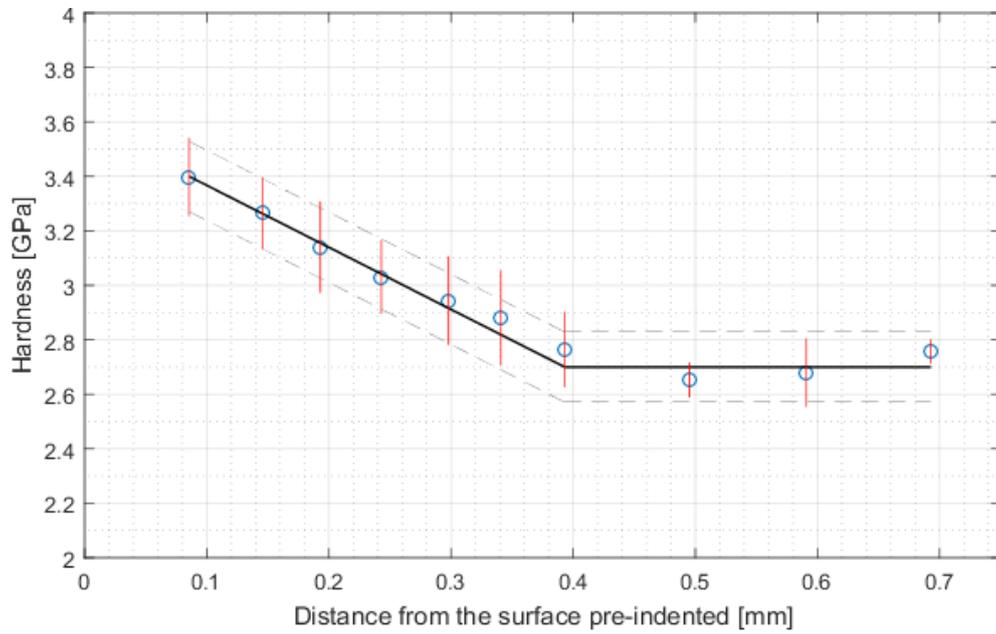
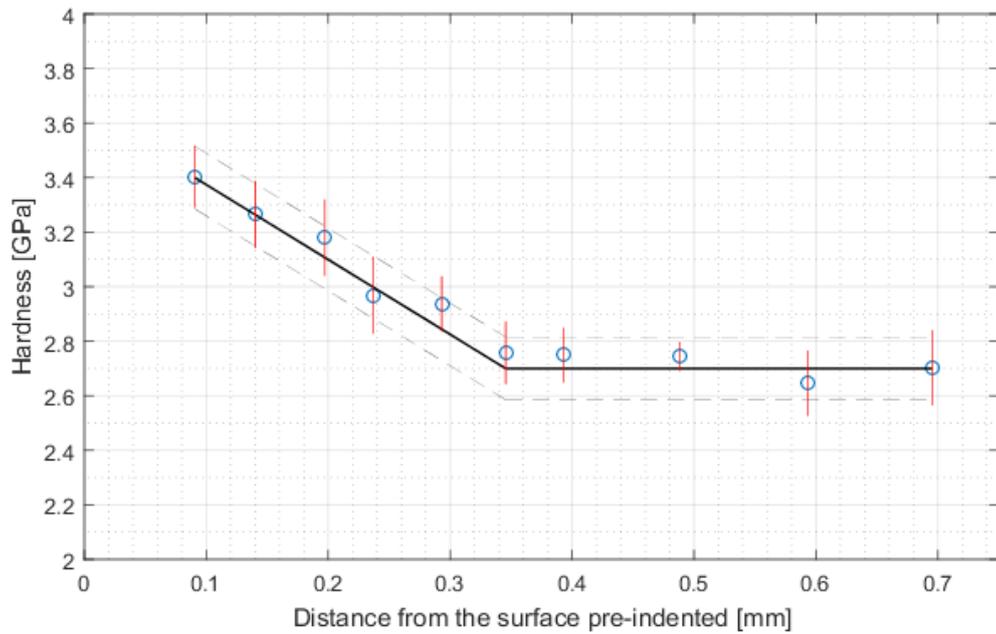


Figura 4.4.19: Acciaio AISI 316L Ricotto macro-indentato con un carico massimo di 100N: Posizione dei punti, costituiti ognuno da 9 nano-indentazioni, al di sotto dell'impronta di macro indentazione

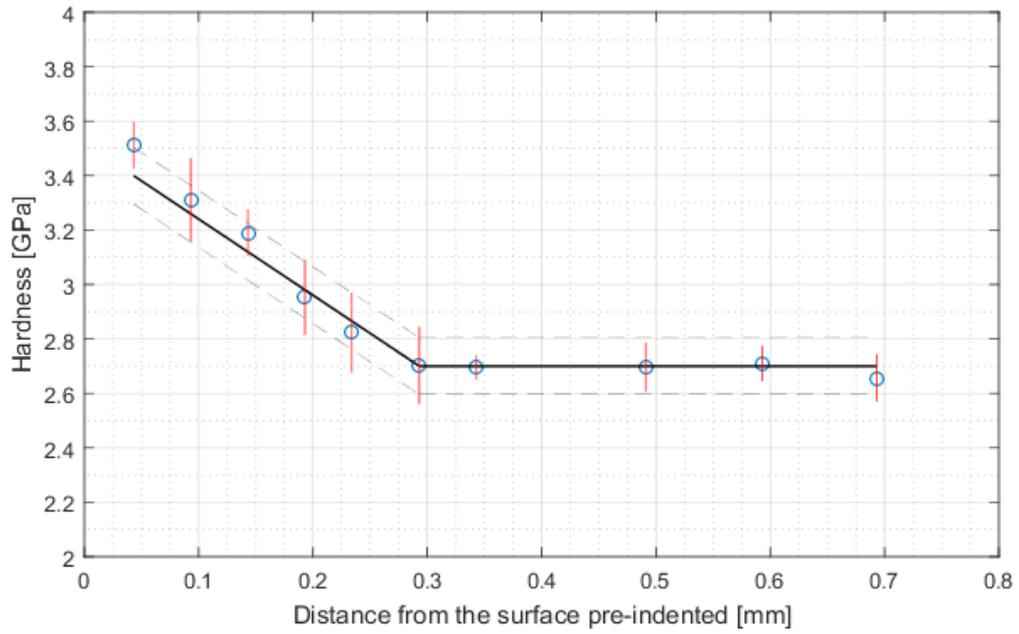
- **Linea 1**



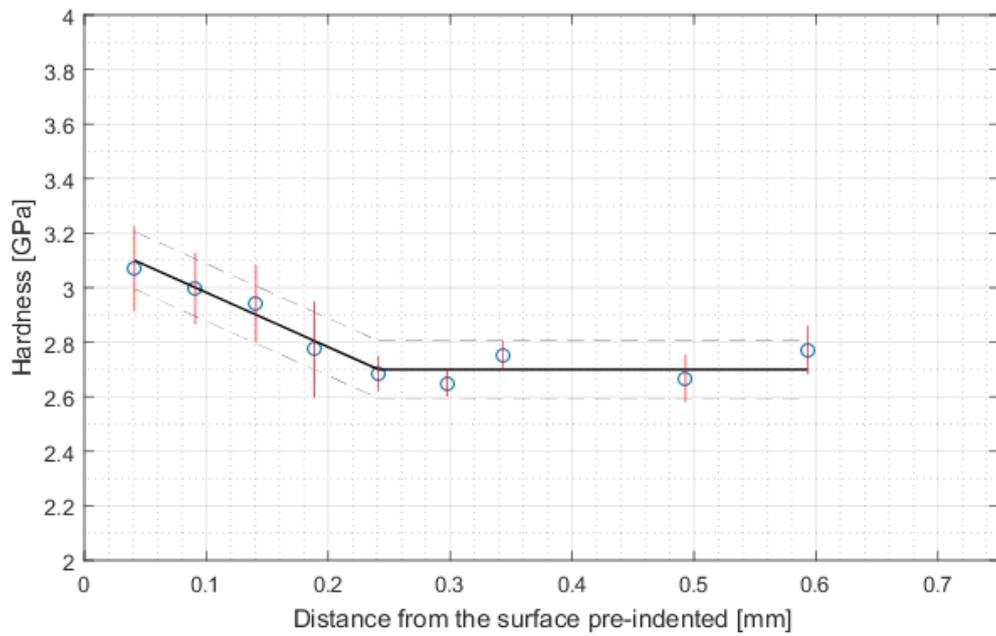
- **Linea 2**



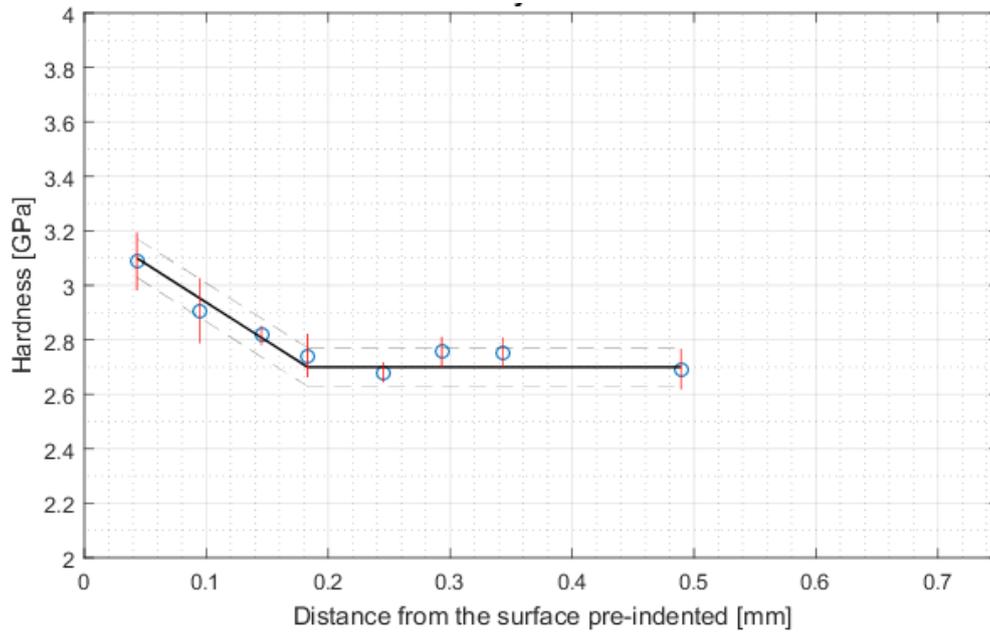
- **Linea 3**



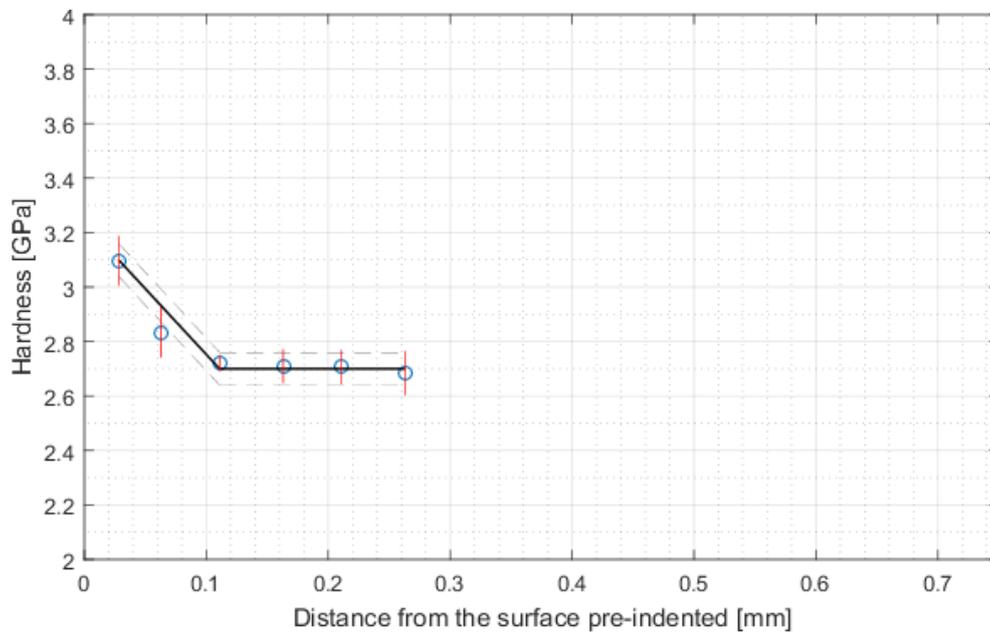
- **Linea 4**



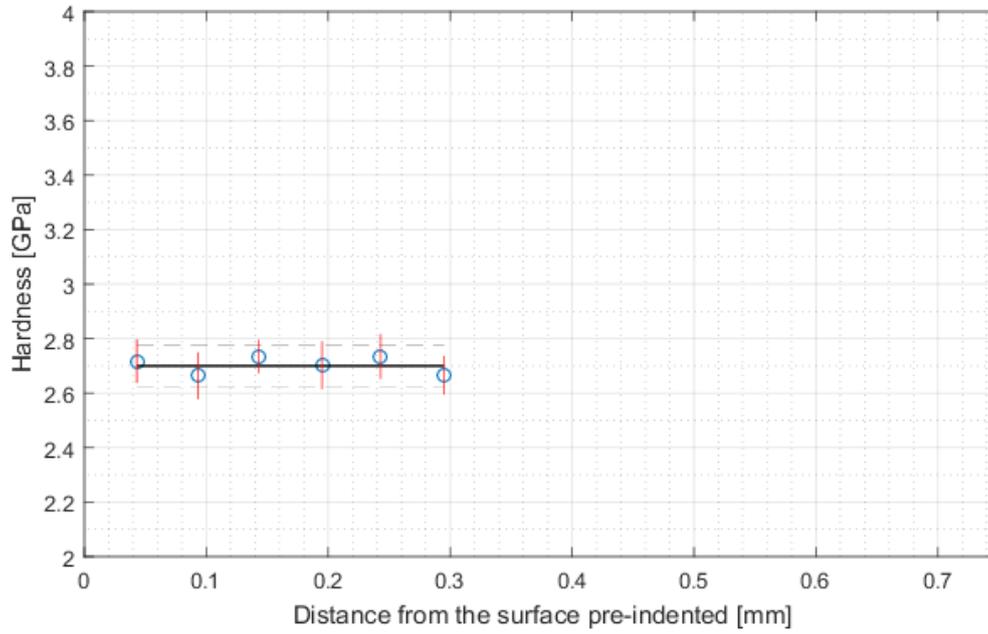
- **Linea 5**



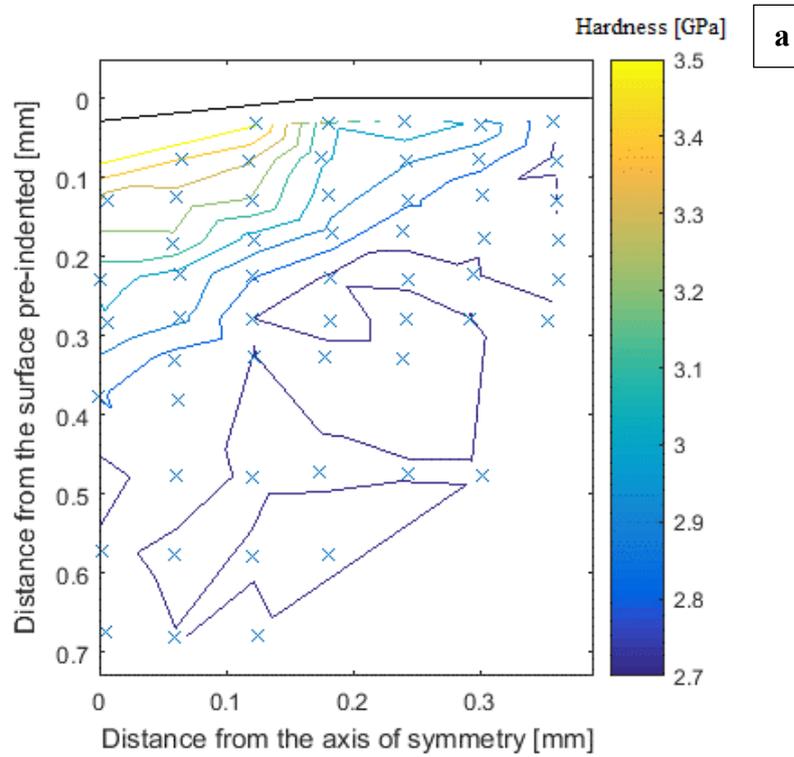
- **Linea 6**



- **Linea 7**



Mettendo insieme tutti i dati ottenuti si ottengono le seguenti mappe di durezza:



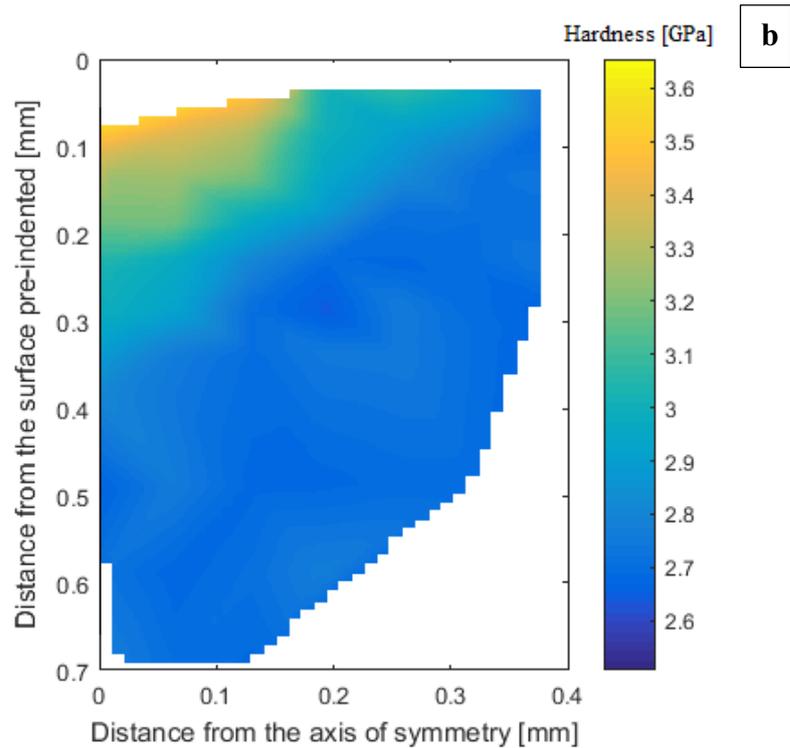


Figure 4.4.20: Acciaio AISI 316L Ricotto macro-indentato con un carico massimo di 100N:
 Mappa di durezza bidimensionale realizzata con il comando a) "contour" b) "trisurf" di MATLAB

Anche in questo caso si sono voluti comparare i risultati ottenuti attraverso le mappe di durezza con quelli ricavabili attraverso la mappa del Grain Orientation Spread ottenibile attraverso un'analisi EBSD (figura 4.4.21).

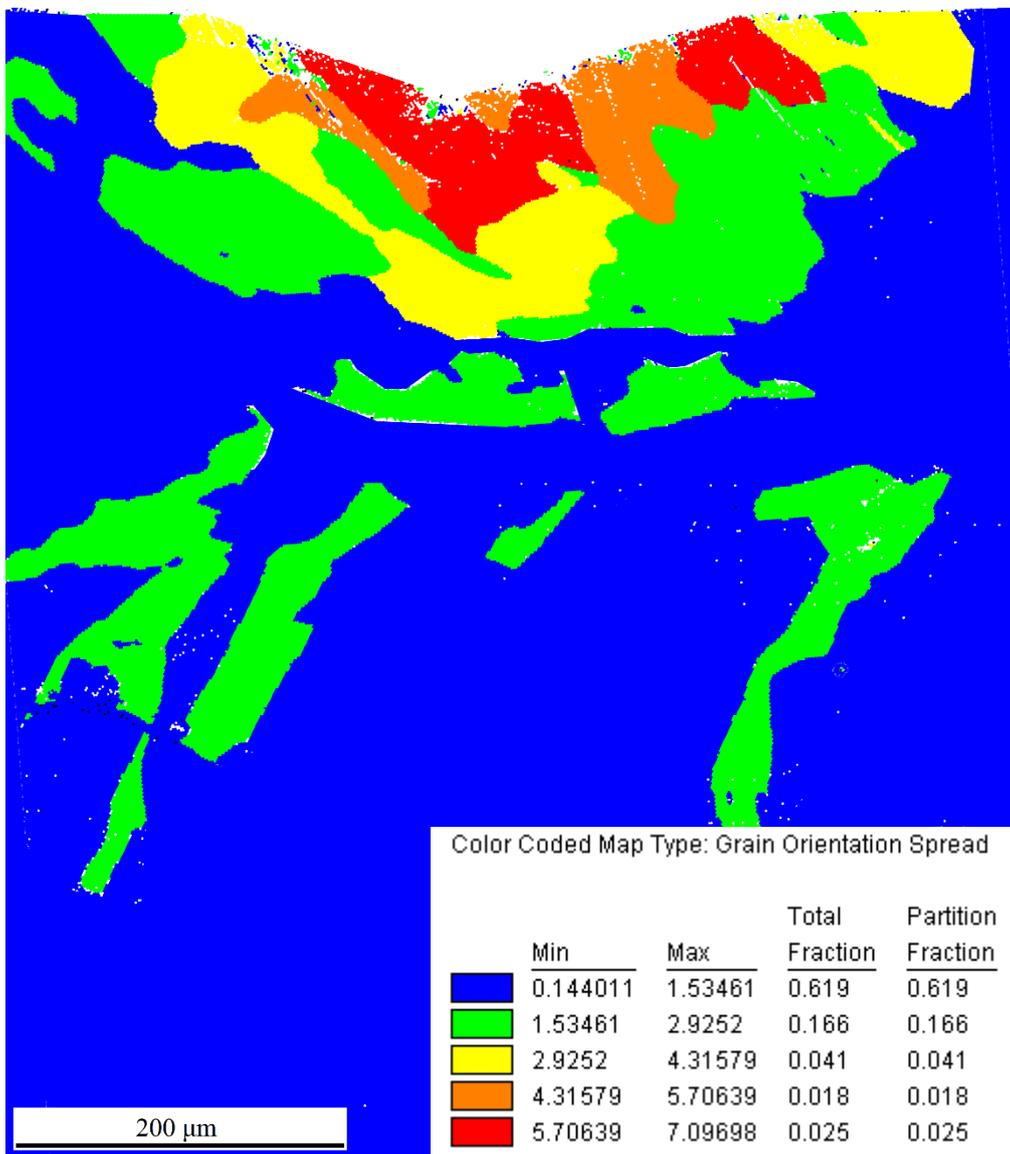
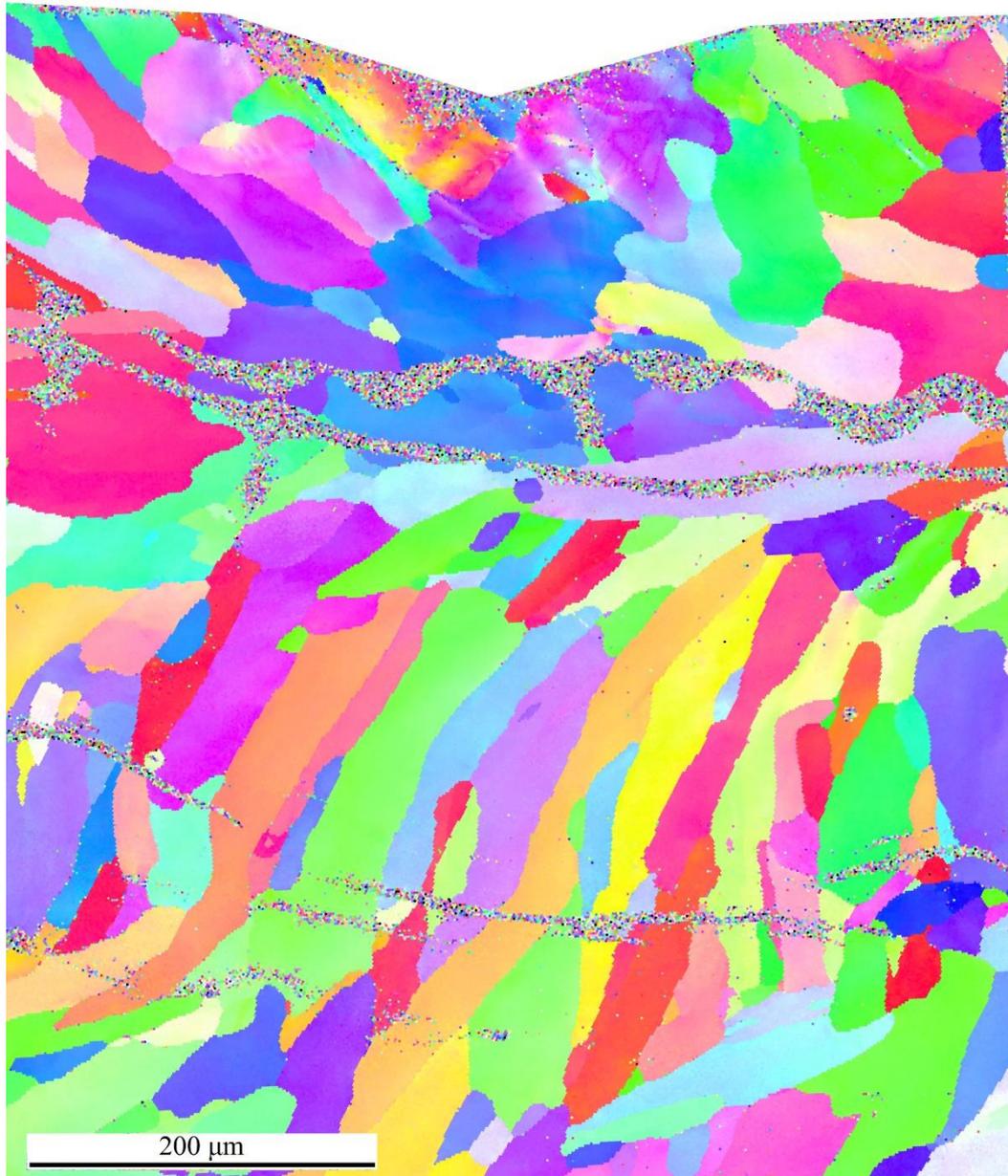


Figura 4.4.21: Acciaio AISI 316L Ricotto macro-indentato con un carico massimo di 100N: Mappa EBSD del Grain Orientation Spread



Color Coded Map Type: Inverse Pole Figure [001]

Austenite

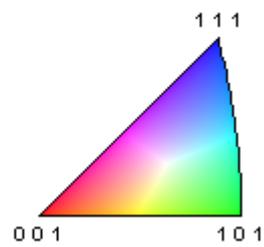


Figura 4.4.22: Acciaio AISI 316L Ricotto macro-indentato con un carico massimo di 100N: Microstruttura del materiale nella sezione del provino sottostante la macro-indentazione

È possibile ora riassumere i valori di raggio plastico ottenuti grazie alla mappa di durezza realizzata attraverso i test di nano-indentazione e all'analisi EBSD i quali sono i seguenti:

- Raggio plastico ricavato dalla mappa di durezza: 378 μm
- Raggio plastico ricavato mediante analisi EBSD: 280 μm

È possibile inoltre ricavare, come precedentemente effettuato, anche una stima teorica del raggio plastico attraverso il modello di Johnson, il quale, considerando questa volta una tensione di snervamento di 176 MPa [12] e un carico massimo di 100 N, fornisce un raggio plastico teorico di: 520 μm .

Esso risulta anche questa volta superiore ai dati sperimentali ricavati.

Tale procedimento può essere ripetuto anche per la macro-indentazione realizzata con un carico massimo applicato di 700 N, ottenendo i seguenti risultati:

Le nano-indentazioni sono state realizzate secondo lo schema riportato in figura 4.4.23, utilizzando per ogni punto lo stesso pattern utilizzato nei casi precedenti.

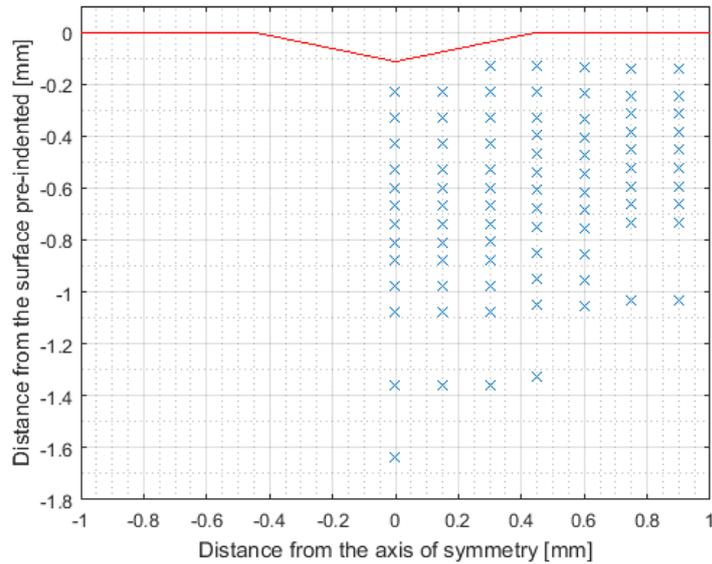
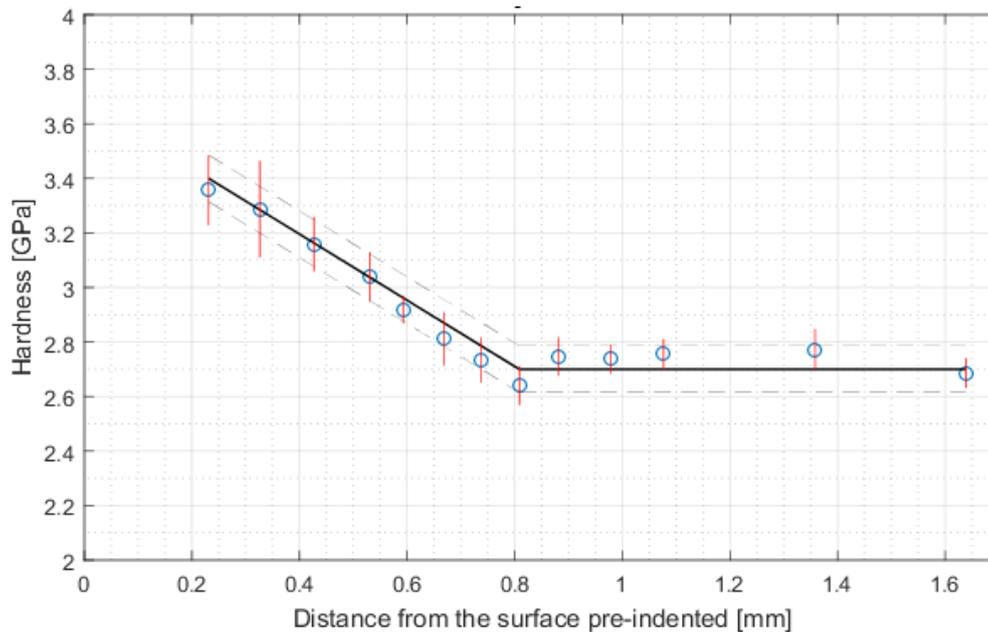
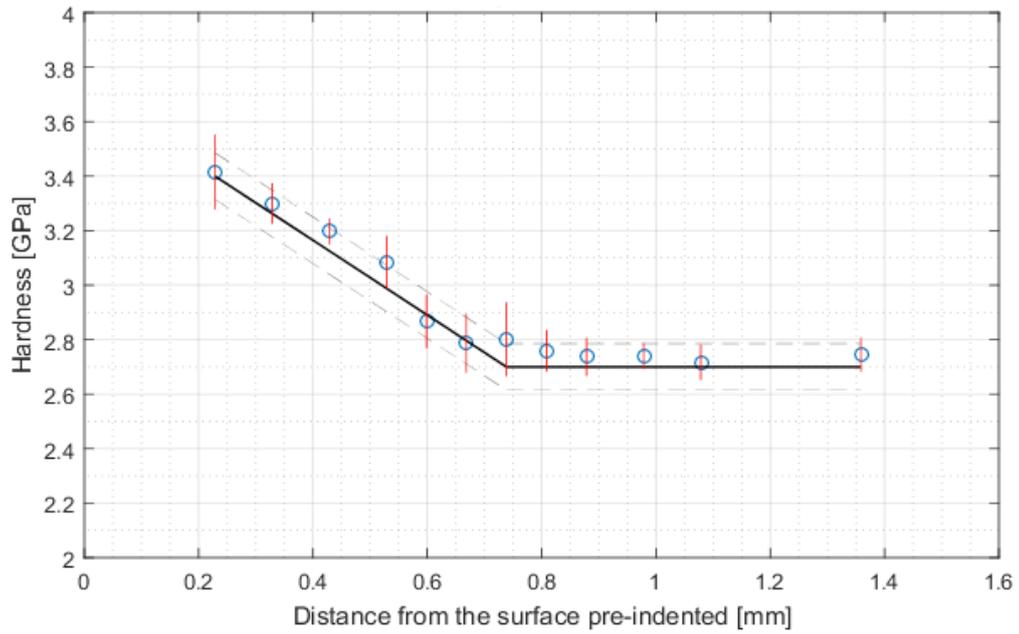


Figura 4.4.23: Acciaio AISI 316L Ricotto macro-indentato con un carico massimo di 700N: Posizione dei punti, costituiti ognuno da 9 nano-indentazioni, al di sotto dell'impronta di macro indentazione

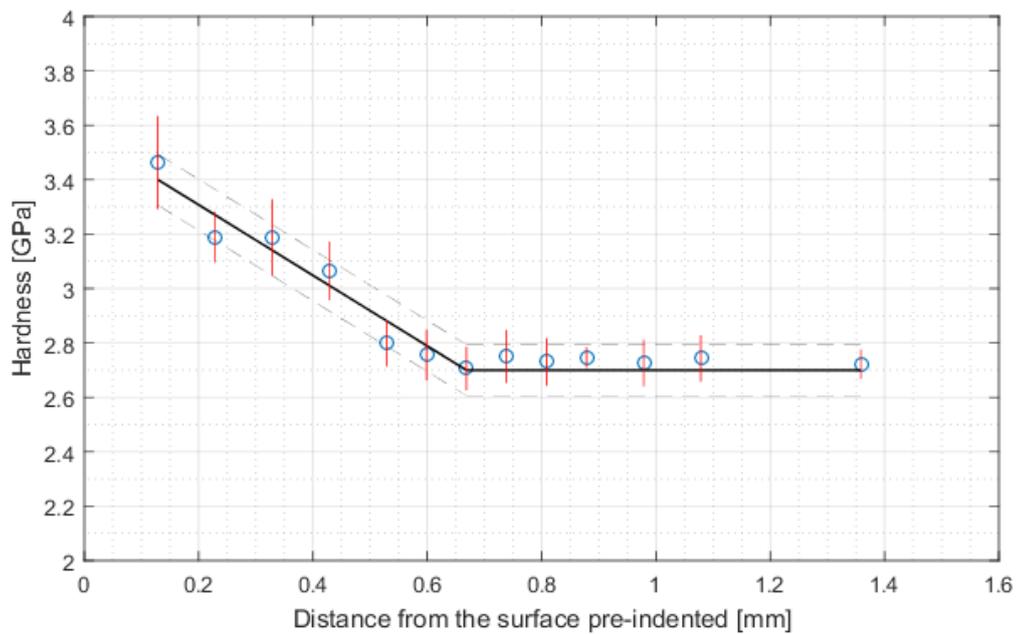
- **Linea 1**



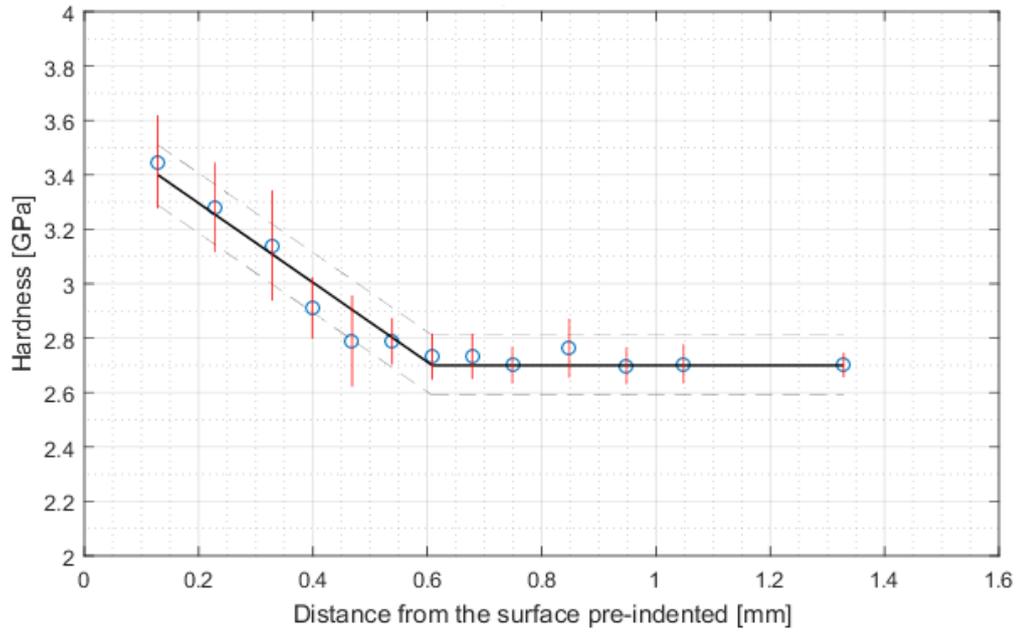
Linea 2



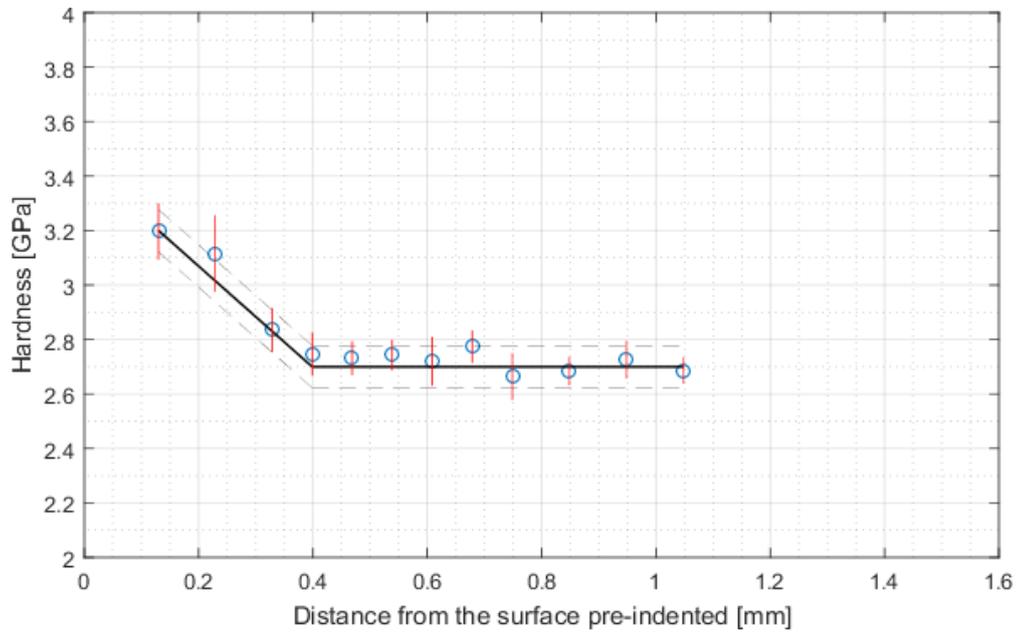
- **Linea 3**



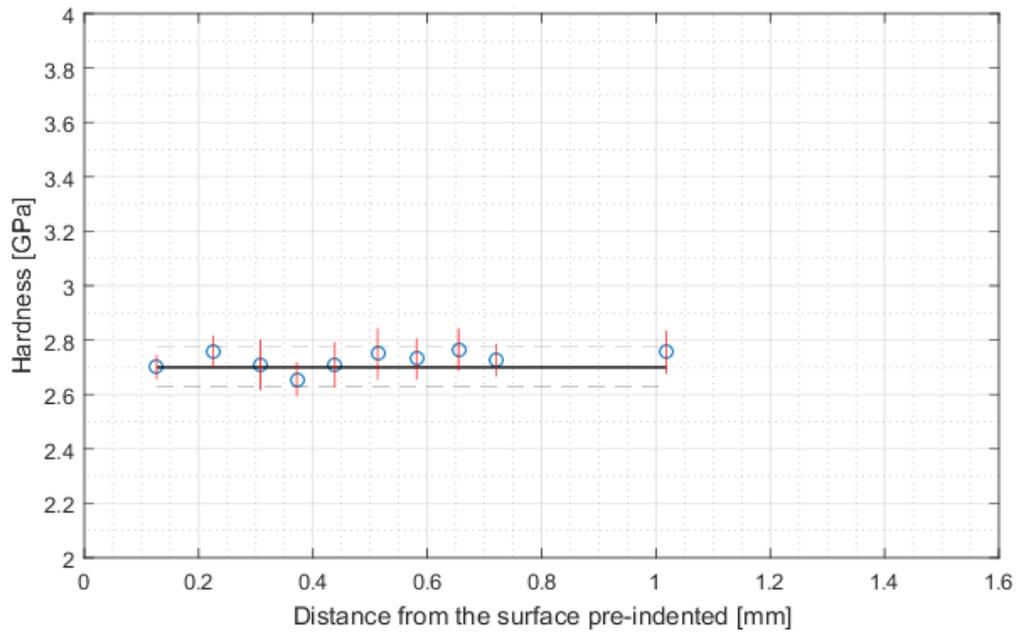
- **Linea 4**



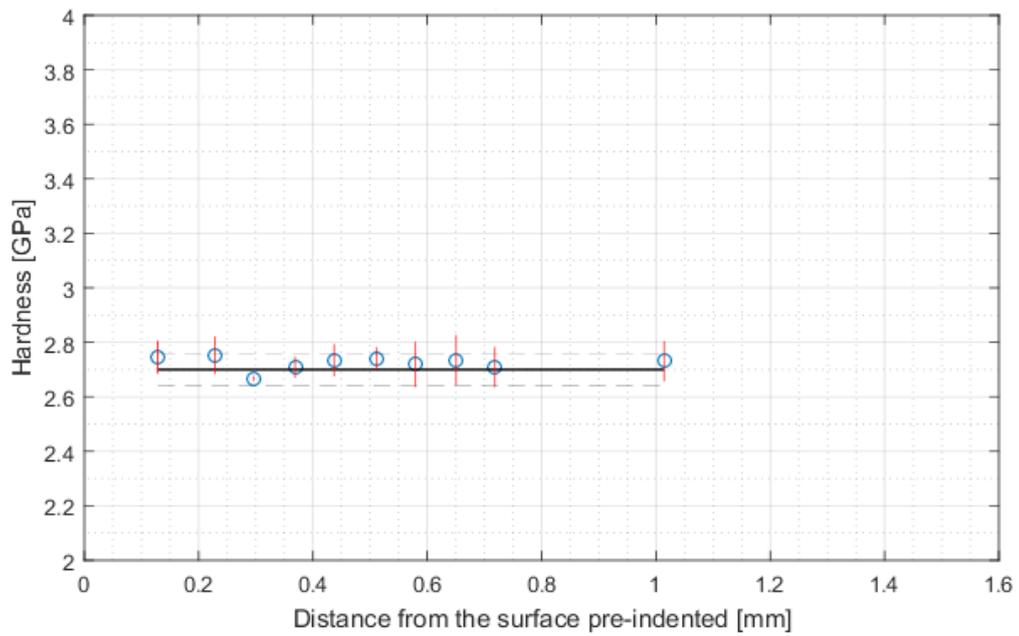
- **Linea 5**



- **Linea 6**



- **Linea 7**



Mettendo insieme tutti i dati si ottengono le seguenti mappe:

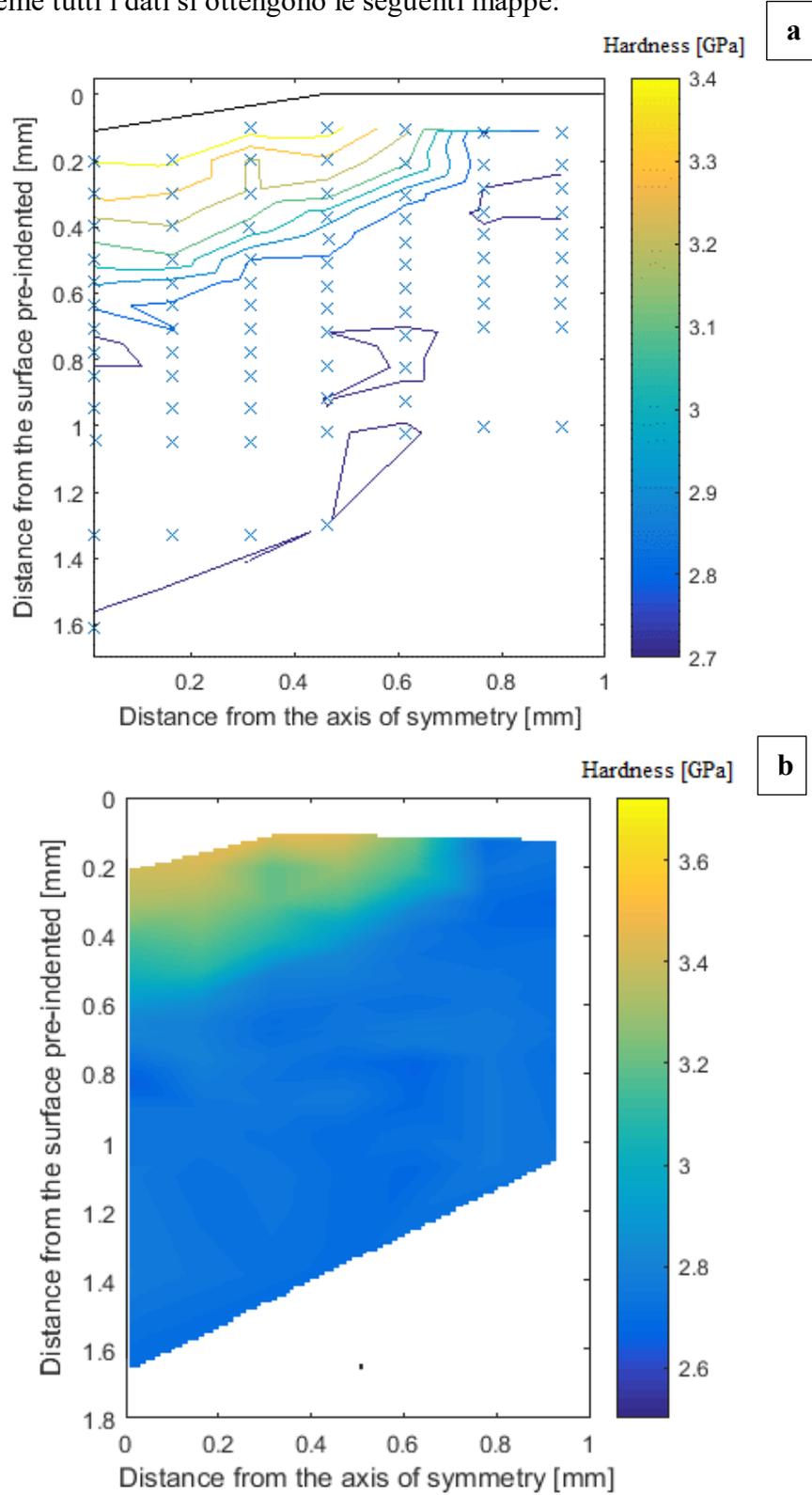


Figure 4.4.24: Acciaio AISI 316L Ricotto macro-indentato con un carico massimo di 700N: Mappa di durezza bidimensionale realizzata con il comando a) "contour" b) "trisurf" di MATLAB

Come precedentemente si è effettuato anche in questo caso un'analisi EBSD per confermare il risultato ottenuto, ricavando le seguenti mappe (figura 4.4.25 e 4.4.26):

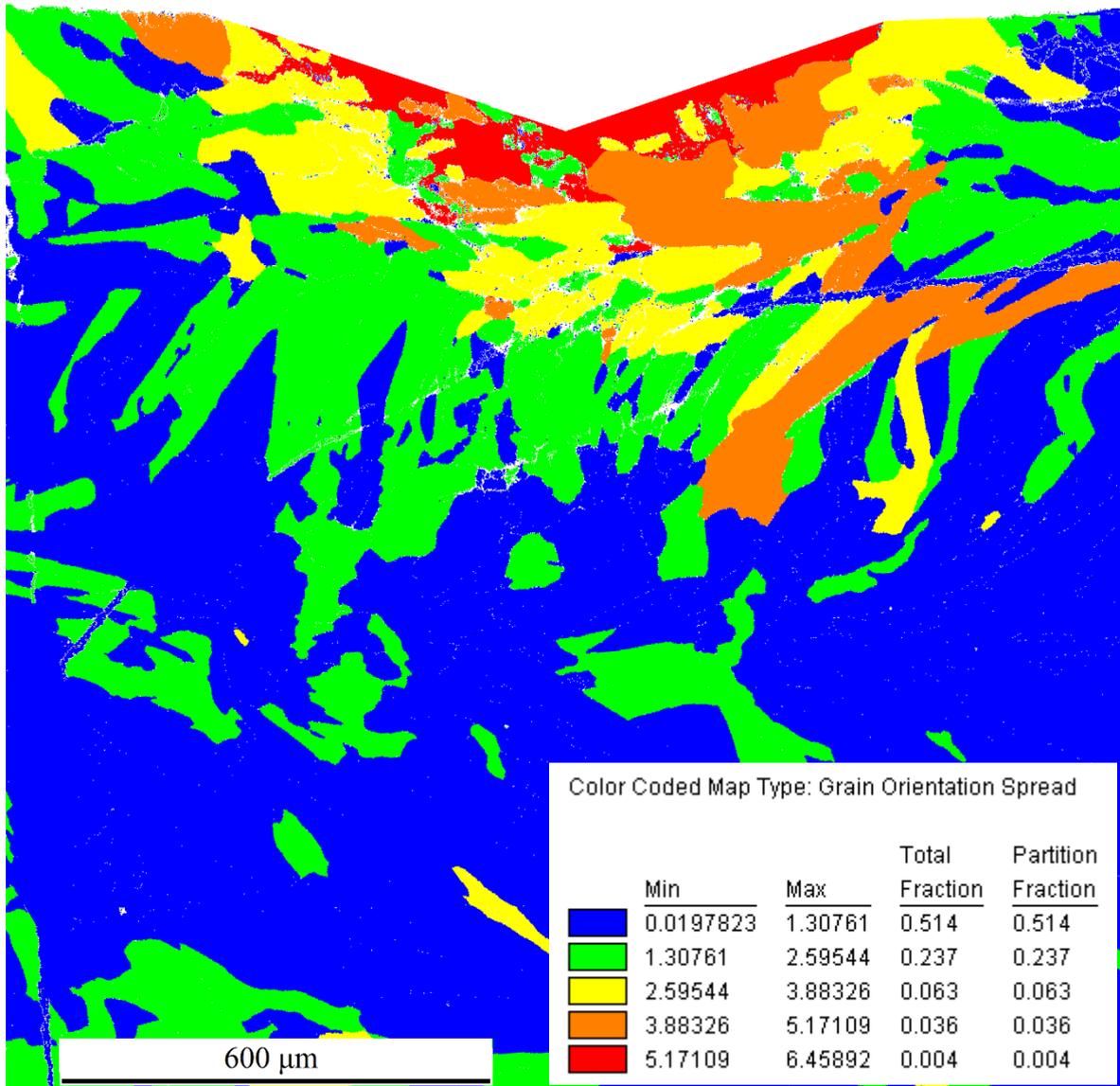
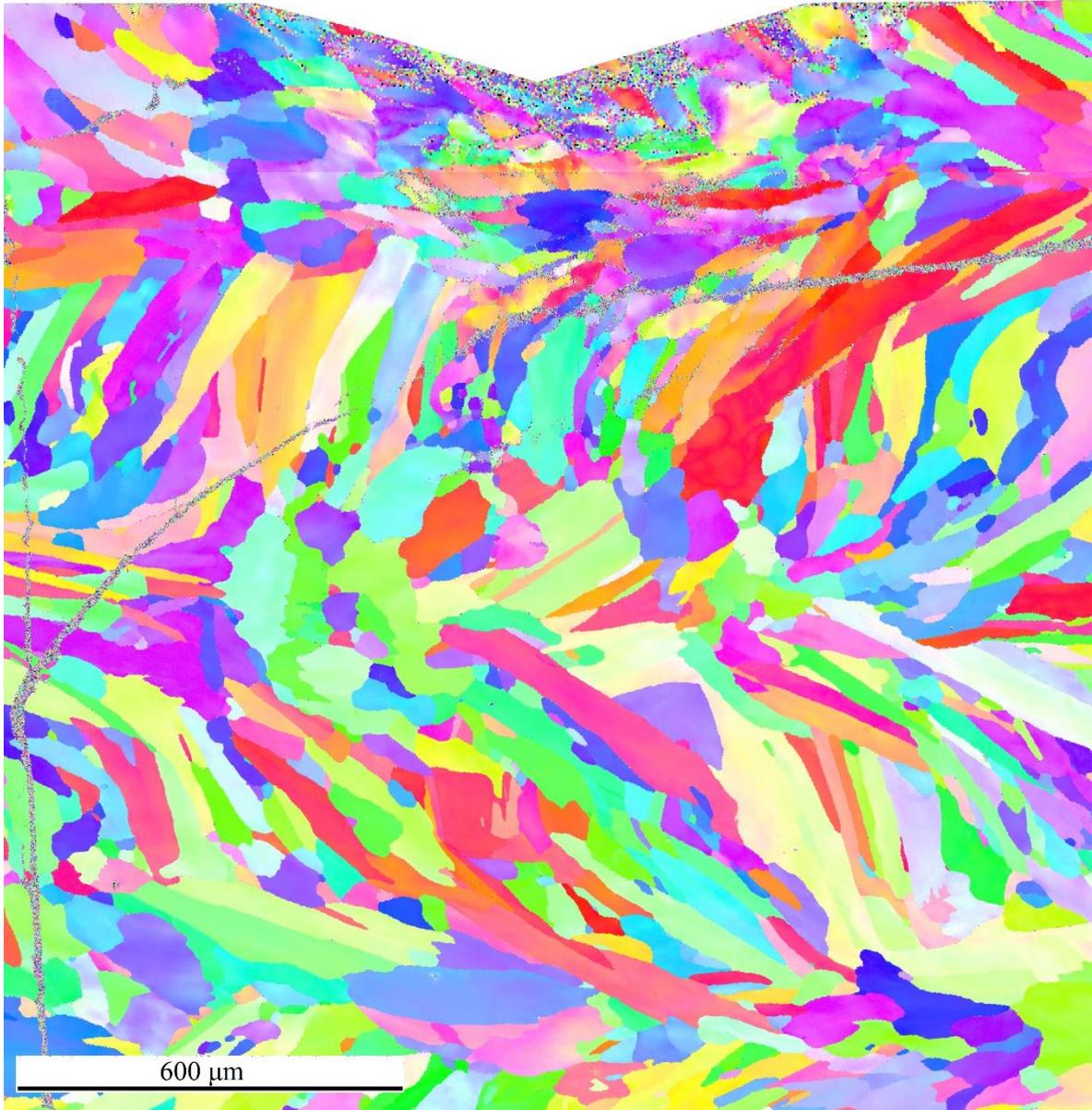


Figura 4.4.25: Acciaio AISI 316L Ricotto macro-indentato con un carico massimo di 700N:
Mappa EBSD del Grain Orientation Spread



Color Coded Map Type: Inverse Pole Figure [001]

Austenite

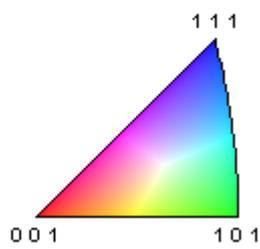


Figura 4.4.26: Acciaio AISI 316L Ricotto macro-indentato con un carico massimo di 700N: Microstruttura del materiale nella sezione del provino sottostante la macro-indentazione

Riassumendo i valori di raggio plastico ottenuti grazie alla mappa di durezza realizzata attraverso i test di nano-indentazione e all'analisi EBSD, si ha:

- Raggio plastico ricavato dalla mappa di durezza: 790 μm
- Raggio plastico ricavato mediante analisi EBSD: 715 μm

È possibile inoltre ricavare, come precedentemente effettuato, anche una stima teorica del raggio plastico attraverso il modello di Johnson, il quale, considerando una tensione di snervamento di 176 MPa e un carico massimo di 700 N, fornisce un raggio plastico teorico di: 1370 μm .

Esso risulta anche questa volta superiore ai dati sperimentali ricavati.

Procedo di seguito a riportare una sintesi riepilogativa dei risultati ottenuti per i due provini.

- **Acciaio inossidabile AISI 316L**

Per questo provino è stato studiato il comportamento del materiale sottostante le 2 macro-indentazioni in figura 4.4.27.

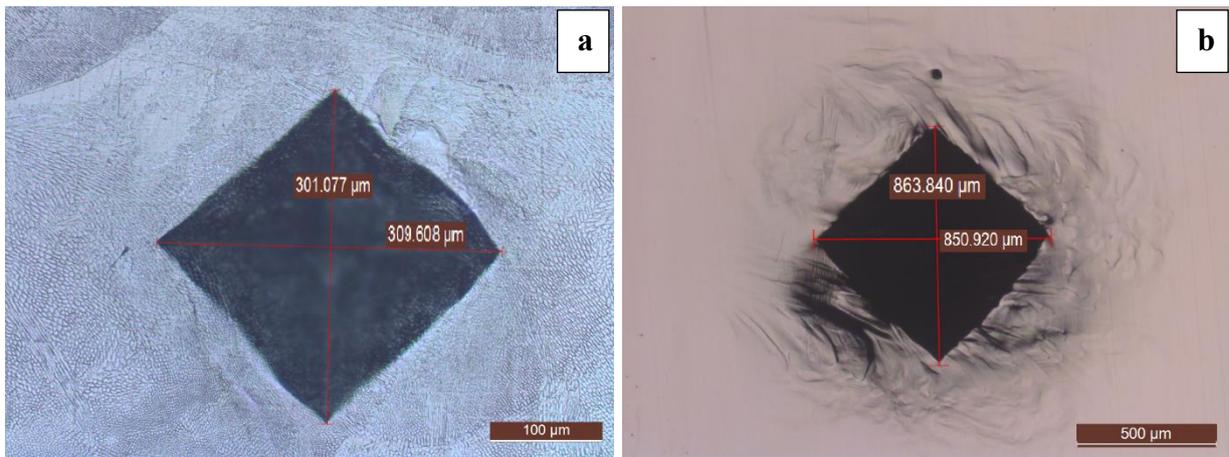


Figura 4.4.27: Acciaio AISI 316L: Impronte delle macro-indentazioni Vickers realizzate utilizzando un carico massimo applicato di a) 100N b) 700N

Il provino è stato sezionato in corrispondenza di una delle due diagonali (figura 4.4.28) e si è proceduto ad effettuare una mappa di durezza nella zona immediatamente sottostante alla sezione dell'impronta di macro indentazione al fine di rilevare il valore del raggio plastico e la forma della zona plastica formatasi a causa della macro-indentazione.

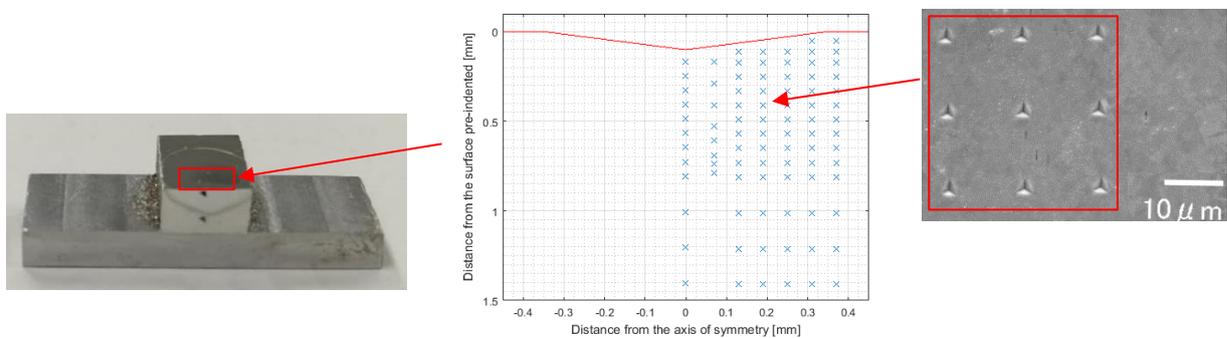


Figura 4.4.28: Provino sezionato in corrispondenza della diagonale della macro-indentazione e schema di realizzazione della mappa di durezza

Le mappe di durezza ottenute (figura 4.4.29) hanno mostrato una zona plastica non esattamente sferica ed un valore del raggio plastico in corrispondenza della verticale passante per il vertice dell'impronta di macro indentazione maggiore rispetto alle mappe del grain orientation spread ottenute attraverso un'analisi EBSD. Quest'ultime hanno tuttavia evidenziato una zona plastica di forma sferica (figura 4.4.30).

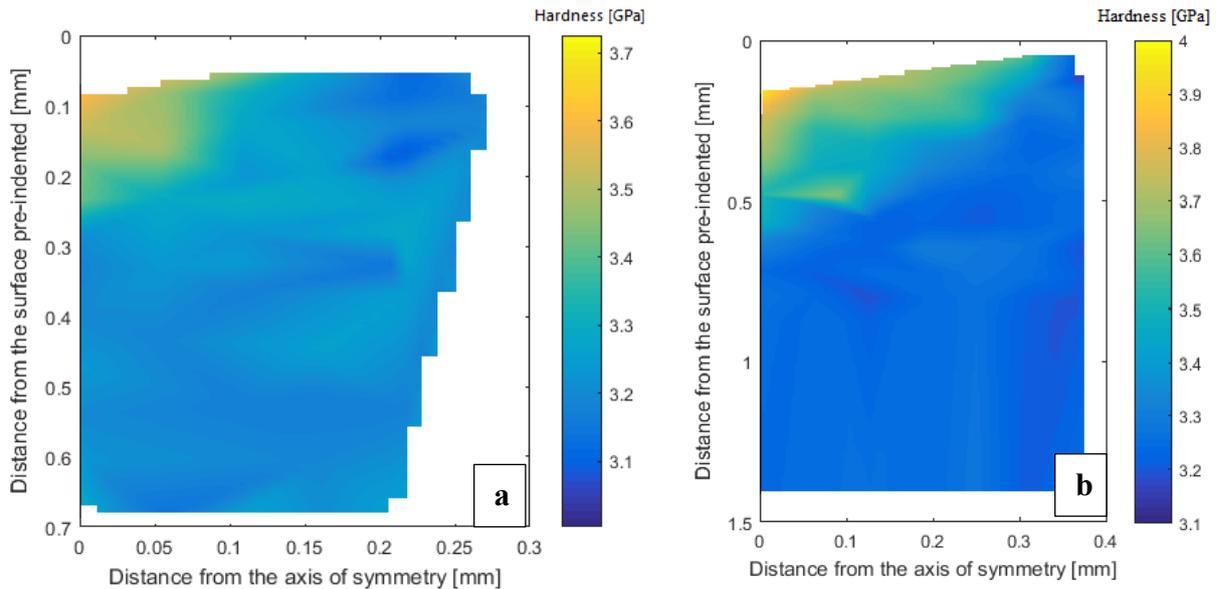


Figura 4.4.29: AISI 316L: Mappe di durezza effettuate nelle sezioni sottostanti alle impronte delle macro-indentazioni Vickers realizzate utilizzando un carico massimo applicato di a) 100N e b) 700N

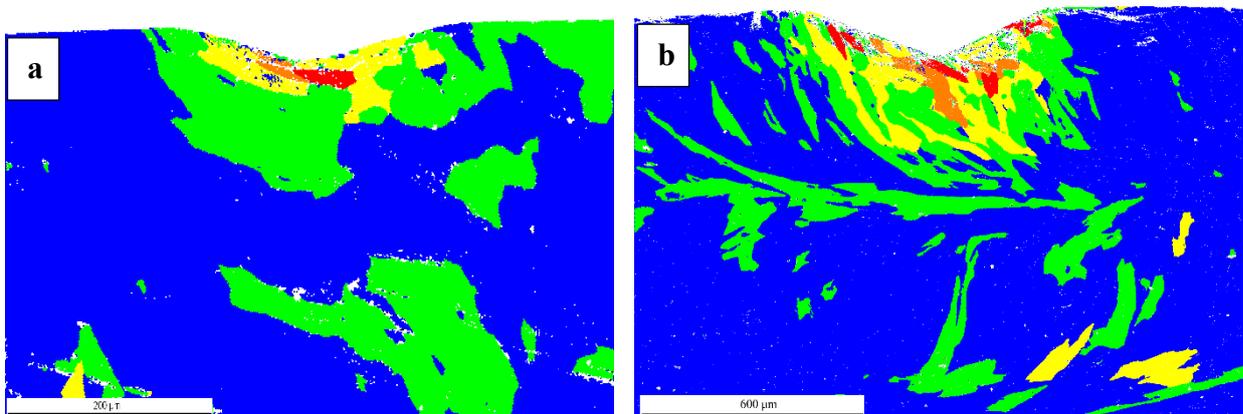


Figura 4.4.30: AISI 316L: Mappe del Grain Orientation Spread effettuate nelle sezioni sottostanti alle impronte delle macro-indentazioni Vickers realizzate utilizzando un carico massimo applicato di a) 100N e b) 700N

Si riporta di seguito una tabella riassuntiva di tutti i valori ottenuti dalle analisi effettuate su questo provino.

| | |
|--|--------------------|
| Tensione di Snervamento | 240 MPa |
| Carico max macro-indentazione: 100N | |
| Raggio plastico Mappa di durezza | 300 μm |
| Raggio plastico EBSD | 180 μm |
| Raggio plastico teorico | 446 μm |
| Dimensione media delle diagonali dell'impronta macro | 305 μm |
| Carico max macro-indentazione: 700N | |
| Raggio plastico Mappa di durezza | 730 μm |
| Raggio plastico EBSD | 500 μm |
| Raggio plastico teorico | 1180 μm |
| Dimensione media delle diagonali dell'impronta macro | 857 μm |

- **Acciaio inossidabile AISI 316L ricotto**

Come nel caso precedente anche per questo provino è stato studiato il comportamento del materiale sottostante le 2 impronte di macro-indentazione realizzate con un carico massimo applicato di 100 e 700N e riportate in figura 4.4.31.

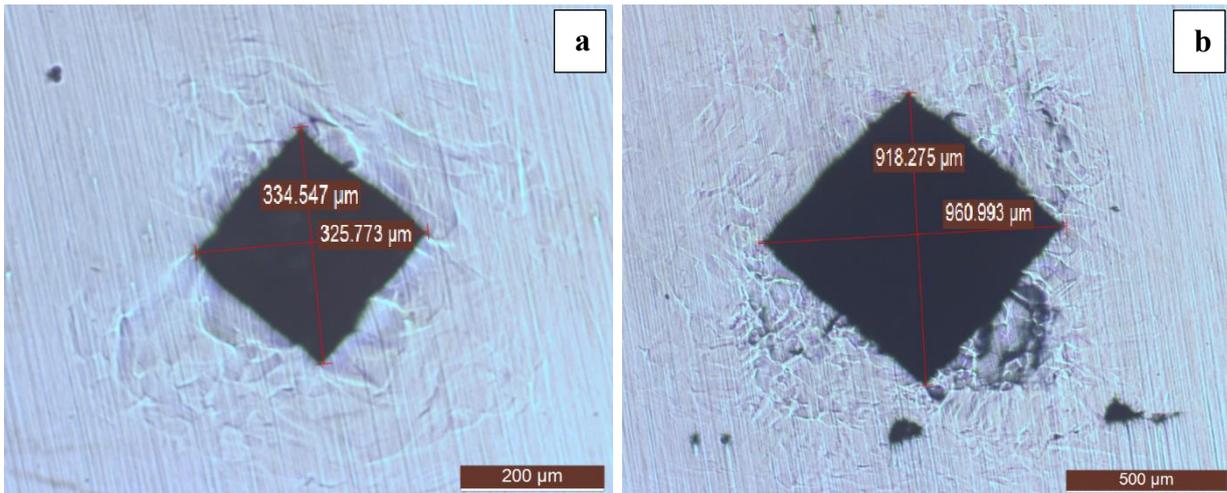


Figura 4.4.31: Acciaio AISI 316L Ricotto: Impronte delle macro-indentazioni Vickers realizzate utilizzando un carico massimo applicato di a) 100N b) 700N

Anche per questo provino valgono le considerazioni precedentemente effettuate per il provino non ricotto e si riportano di seguito, per un confronto, le mappe di durezza (figura 4.4.32) e le mappe del Grain Orientation Spread (figura 4.4.33).

Si riporta di seguito una tabella riassuntiva di tutti i valori ottenuti dalle analisi effettuate su questo provino.

| | |
|--|---------|
| Tensione di Snervamento | 176 MPa |
| Carico max macro-indentazione: 100N | |
| Raggio plastico Mappa di durezza | 378 μm |
| Raggio plastico EBSD | 280 μm |
| Raggio plastico teorico | 520 μm |
| Dimensione media delle diagonali dell'impronta macro | 330 μm |
| Carico max macro-indentazione: 700N | |
| Raggio plastico Mappa di durezza | 790 μm |
| Raggio plastico EBSD | 715 μm |
| Raggio plastico teorico | 1370 μm |
| Dimensione media delle diagonali dell'impronta macro | 940 μm |

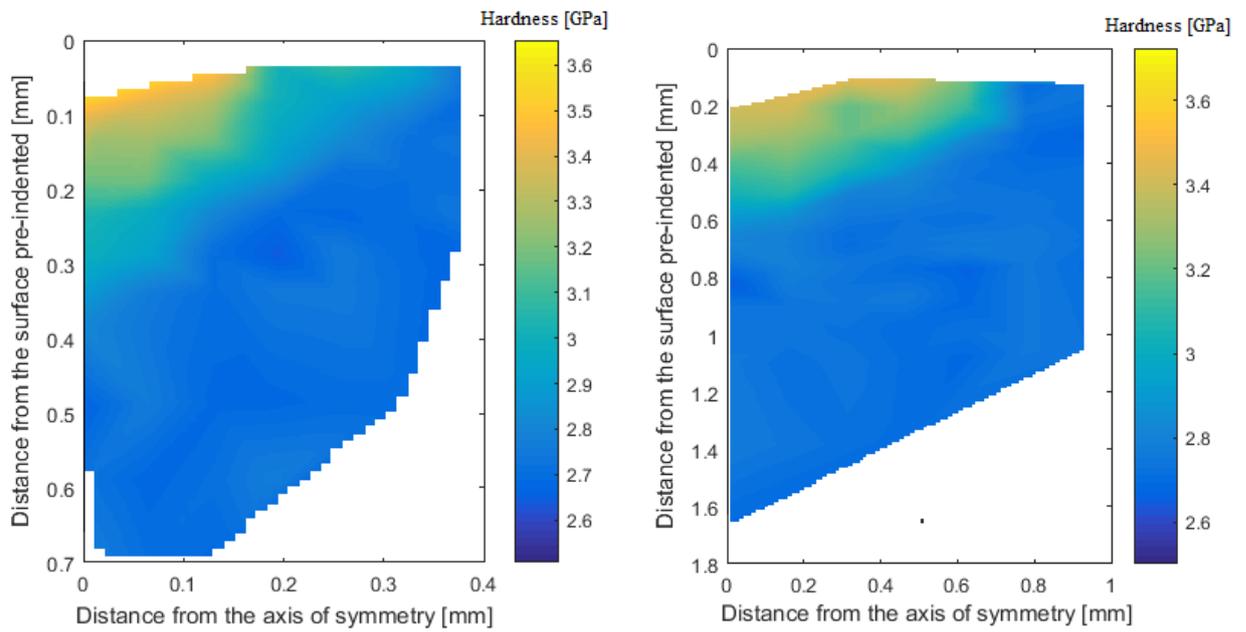


Figura 4.4.32: AISI 316L Ricotto: Mappe di durezza effettuate nelle sezioni sottostanti alle impronte delle macro-indentazioni Vickers realizzate utilizzando un carico massimo applicato di a) 100N b) 700N

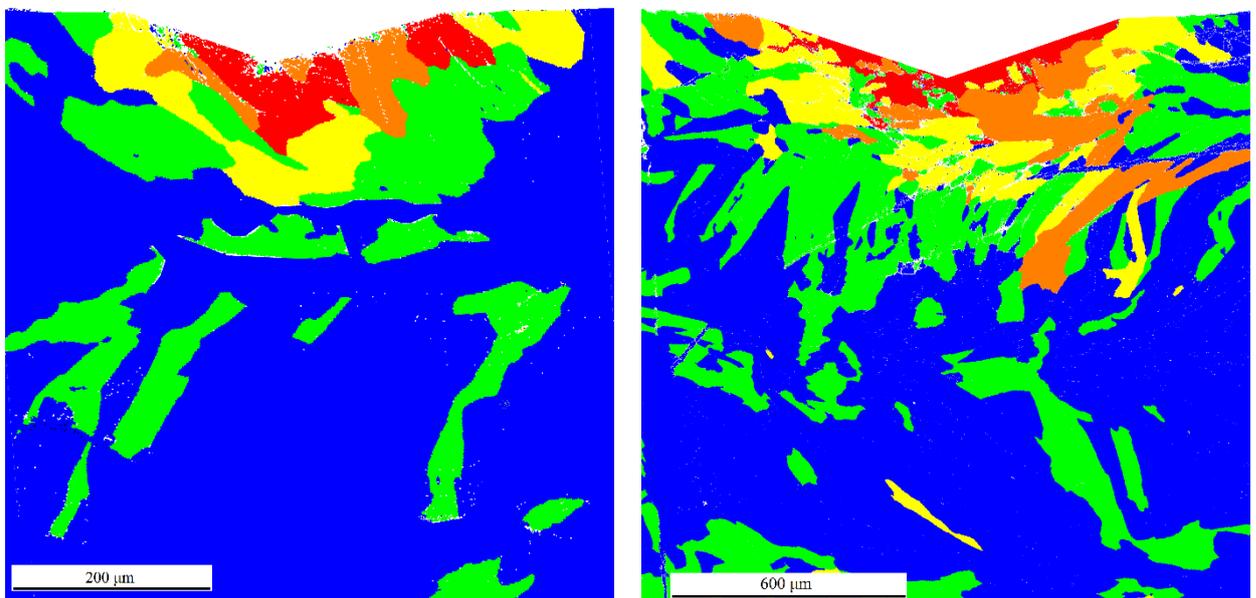


Figura 4.4.33: AISI 316L Ricotto: Mappe del Grain Orientation Spread effettuate nelle sezioni sottostanti alle impronte delle macro-indentazioni Vickers realizzate utilizzando un carico massimo applicato di a) 100N b) 700N

5. Conclusioni

La macro-indentazione strumentata è ancora oggi una tecnica di caratterizzazione dei materiali in via di sviluppo. Lo studio effettuato si è basato sulla ricerca di un modo per provare a implementare questa tecnologia e comprendere meglio cosa accada nel materiale quando viene macro-indentato.

I risultati trovati nello studio di questo acciaio inossidabile sono risultati molto interessanti, infatti si è dimostrato, almeno per questo materiale, che la deformazione plastica al di sotto di una macro indentazione Vickers ha una forma per lo più sferica.

Sono in particolare risultati di notevole interesse i valori del raggio plastico ottenuti nello studio delle macro-indentazioni realizzate con un carico massimo applicato di 100N, infatti per queste si è rilevato un raggio plastico circa uguale al valore medio delle diagonali delle impronte effettuate sul materiale.

Questo risultato risulta di notevole interesse perché se la stessa cosa venisse riscontrata anche su altri materiali sarebbe possibile implementare un algoritmo per ricavare dalla profondità di indentazione residua la tensione di snervamento. Infatti esiste una relazione geometrica, basata sulla forma dell'indentatore Vickers (figura 5.1), che permette di correlare la profondità di indentazione residua con la dimensione dell'impronta.

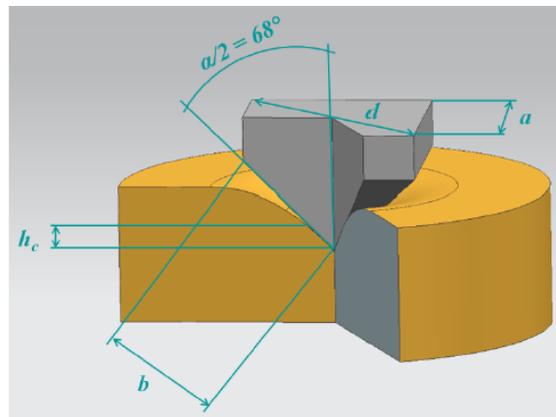


Figura 5.1: Geometria indentatore Vickers

Dalla geometria della punta dell'indentatore è possibile arrivare a scrivere:

$$A_p = \frac{d^2}{2} = \left(2h \cdot \tan \frac{\alpha}{2}\right)^2 \approx 24.5 \cdot h^2$$

Ottenendo dunque che:

$$d \approx r_{y,exp} \approx 7h$$

Dal raggio plastico si potrebbe a questo punto sviluppare una formulazione simile a quella fornita dal modello di Johnson, ma indirizzata specificatamente alla macro-indentazione strumentata. Si è notato infatti che nel caso dell'acciaio inossidabile AISI 316L sia prodotto per LAM che ricotto, il modello di Johnson, data la tensione di snervamento del materiale, sovrastima il valore del raggio plastico di circa il 50%, ciò provoca che invertendo la formula al fine di ottenere la tensione di snervamento dal raggio plastico:

$$\sigma_{ys} = \frac{3P}{2\pi r_y^2}$$

l'errore che si genera diverta di circa il 125%.

Ciò porta alla necessità di dover utilizzare un modello diverso e più specifico per il problema in questione, cosa tuttavia che non può essere effettuata studiando un solo materiale, ma che necessita lo studio di una gamma più vasta, al fine di estrapolare una formulazione più generale e attendibile possibile.

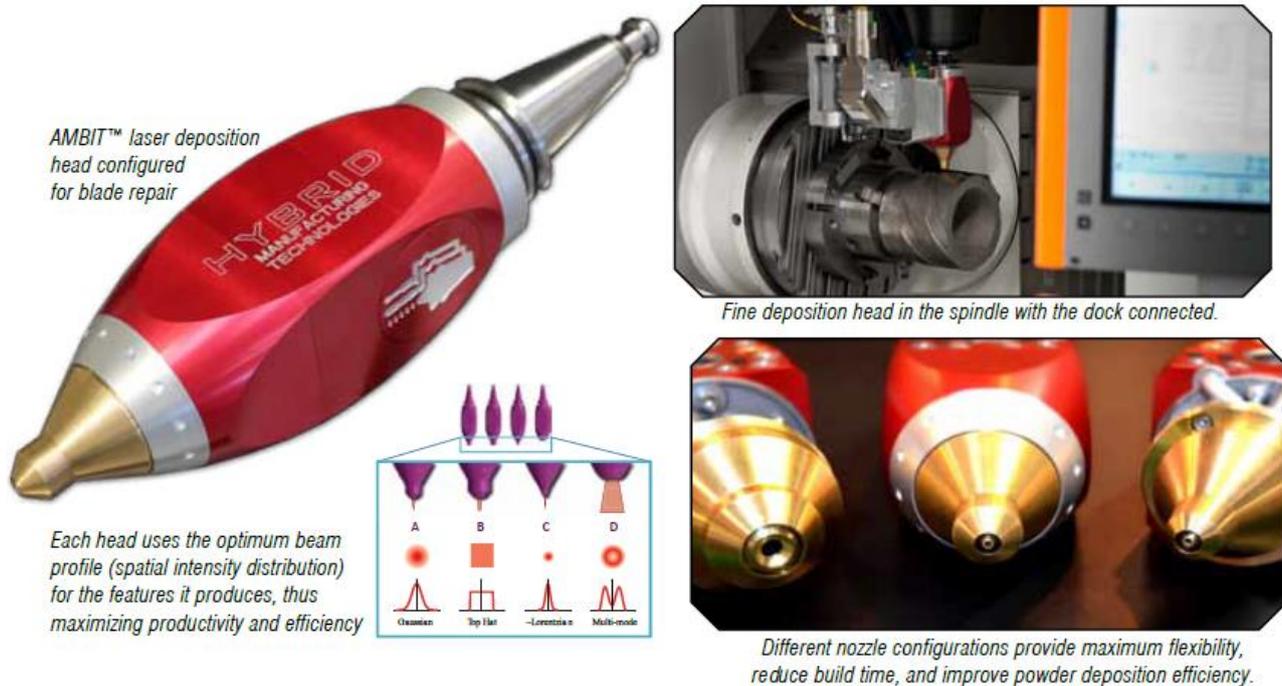
È doveroso inoltre dire che, anche se tale metodo di analisi ha fornito ottimi risultati, esso richiede molto tempo per l'analisi di ogni singola macro-indentazione, infatti il tempo che ha richiesto la realizzazione di ogni singola mappa è stato di circa 60 ore consecutive di lavoro macchina e l'analisi dei risultati ottenuti ha richiesto molto di più, dato l'elevato numero di nano-indentazioni (circa 700). I dati, infatti, per fornire buoni risultati, hanno richiesto un'elaborazione manuale.

Inoltre, la procedura di preparazione dei campioni deve essere effettuata manualmente ed è influenzata notevolmente dall'abilità dell'operatore. In più, ogni materiale può presentare, in fase di eliminazione dell'ultimo strato plasticamente deformato, diversi problemi, i quali possono richiedere prodotti diversi e/o uno studio approfondito per capire il motivo per i quali essi si generano.

Tutto ciò permette di comprendere come sarebbe più idoneo individuare una procedura diversa e più rapida per la rilevazione del raggio plastico e della forma della zona plastica sottostante la macro indentazione, al fine di poter studiare un numero più vasto di materiali e realizzare un modello come precedentemente esposto.

6. Appendice

6.1 Specifiche della testa deposizione laser della AMBIT™



| | Fine Deposition | Medium Deposition | Laser Drilling |
|-----------------------------|---|-------------------|--|
| Size* | 80 x 80 x ~200 mm | 80 x 80 x ~225 mm | 80 x 80 x ~240 mm |
| Weight* | ~5.5 kg | ~ 6 kg | ~4.5 kg |
| Typical Deposition** | <0.1 – 0.7 kg/hr | 0.5 – 2.5 kg/hr | - |
| Materials | Non-reactive (non-explosive) spherical powders with typical sizes: 20-53 μm diameter | | Most Metals |
| Laser Spot† | ~1 mm | ~3 mm | <0.2 – 1 mm |
| Beam Power Profile | ~ Gaussian | Top Hat | Gaussian |
| Dock Interface | Laser beam conduit, powder & shielding gas ports, electrical connector, and optional water cooling (recommended for laser powers >500W) | | Laser beam conduit, assist gas, electrical connector |
| Powder Capture | Yes | Yes | N/A |

* Varies with tool holder style, tool changer gripper configuration, and internal optics

** Varies with material density, morphology and laser power

† Varies with laser fiber diameter and optics choice

All data subject to change without notice. V150505

AMBIT and the 3-tools Hybrid logo are registered trademarks of/o Hybrid Manufacturing Technologies



www.hybridmanutech.com

6.3 Specifiche Hysitron TI 950 TriboIndenter®

1. 2D High Resolution Indenter Head Assembly

Normal Displacement

- Displacement resolution <0.006nm
- Displacement noise floor <0.2nm
- Total indenter travel in vertical direction ~50mm
- Maximum indentation depth >5µm
- Thermal drift 0.05nm/s

Normal Load

- Maximum load 10mN
- Load resolution <1 nN
- Minimum contact force <70nN
- Load noise floor ≤30nN
- Maximum Load rate >50mN/s

Lateral Displacement

- Displacement resolution <0.02nm
- Displacement noise floor <2nm
- Maximum Displacement 15µm
- Minimum lateral displacement 500nm
- Thermal drift 0.05nm/s

Lateral Load

- Maximum Load 2mN
- Load resolution <50nN
- Load noise floor <3.5µN

1.2 In-situ SPM Imaging

- Minimum imaging force <70nN
- Scan rate 0.01Hz-3.0Hz
- Scan resolution 256x256 lines per image
- Maximum scan volume 60x60x4µm
- Tip positioning accuracy +/- 10nm
- Automated imaging and indenting capability
- Piezo automation to allow point-and – click test location selection and setup of arrays for automated indentation patterns

Scanning Wear

- Normal Force Noise Floor: 0.5nm
- Maximum Normal Displacement: 80 μ m
- Normal Displacement Noise Floor: 0.5nm
- Wear track size Adjustable from <1 μ m to 60 μ m
- Scan velocity \leq 180 μ m/s
- Normal load range 70nN - 1mN

3. NanoDMA

- Frequency Range: 0.1Hz-300Hz
- Maximum Dynamic Force Amplitude: 5mN
- Maximum Quasi-Static Force: 10mN
- Force Noise Floor: <30nN
- Maximum Dynamic Displacement Amplitude: 2.5 μ m
- Maximum Quasi-Static Displacement: 5 μ m
- Displacement Noise Floor: <0.2nm

4. Electrical Contact Resistance (nanoECR)

- Current measurement noise floor: 20 pA
- Current measurement resolution: 5pA
- Voltage measurement noise floor: 10 μ V
- Voltage measurement resolution: 5 μ V
- Maximum Current (software limited): 10mA
- Maximum Voltage (software limited): 10V
- Electrical measurement rate: Up to 4kHz
- Maximum load: 10 mN
- Load Resolution: <1nN
- Load noise floor: \leq 30nN
- Displacement Resolution: 0.02nm
- Displacement noise floor: 0.2nm
- Shielded System Enclosure
- Auxillary Data Channel Acquisition

5. X, Y ,Z translation stage (coarse positioning)

- X-Y Travel 250mmx150mm
- Measured accuracy <1 μ m
- Measured positioning repeatability <1 μ m
- Micro step resolution X, Y axis 50nm
- Micro step resolution Z axis 3nm
- X-Y encoder resolution 100nm
- Maximum translation speed X, Y axis 30mm/s
- Maximum translation speed Z axis 1.9mm/s

6. Data Acquisition specifications

- Data acquisition rate (open and closed loop): up to 38,000 points/second
- Load time 0.1 – 2000 seconds.
- Maximum number of loading segments 2,000
- Feedback loop rate in closed loop operation: 78kHz

7. Optical Microscope specification

- Optical resolution 1 μ m
- Digital zoom 0.5X – 11X
- Optical Objective 20X
- Apparent magnification (monitor view) 220X-2200X
- Maximum field of view 772x588 μ m
- Minimum field of view 30x24 μ m

8. Active Vibration Isolation

- Frequency range 1.0 – 200Hz active damping, >200Hz passive damping
- Transmissibility <0.017 above 10Hz and decreasing rapidly beyond 100Hz
- System noise <50ng per root Hz from 0.1 - 300Hz
- Static Compliance 14.0 μ m/N vertical, 28 μ m/N horizontal
- Correction Forces 16N vertical, 8N horizontal

9. Acoustic and thermal isolation enclosure

- Multi-layered acoustic dampening Environmental acoustic noise should not be more than 75 dB.
- Larger front door for improved sample access
- Larger side windows for improved operator visibility
- Sealed enclosure for atmospheric conditioning

7. Bibliografia

- [1] www.hybridmanutech.com
- [2] ISO/FDIS 14577-1:2014. Metallic materials - Instrumented indentation test for hardness and materials parameters - Part 1: Test method.
- [3] UNI EN ISO 14577-1:2002. Metallic materials - Instrumented indentation test for hardness and materials parameters - Part 1: Test method.
- [4] Cagliero R, Maizza G, Barbato G. Macro instrumented indentation test for structural materials: experimental and numerical methods.
- [5] ASTM E407-07. Standard Practice for Microetching Metals and Alloys.
- [6] Andrew J. Pinkerton*, Lin Li. Multiple-layer cladding of stainless steel using a high-powered diode laser: an experimental investigation of the process characteristics and material properties
- [7] Hunkee L, Seonghyun K, Junsoo H, Hyunchul P, Woonbong H. Novel analysis for nanoindentation size effect using strain gradient plasticity.
- [8] Fischer-Cripps, A.C. Springer. Nanoindentation testing
- [9] www.buehler.com
- [10] D. Kramer, H. Huang, M. Kriese, J. Robach, J. Nelson, A. Wright, D. Bahr and W.W. Gerberich. Yield strength predictions from the plastic zone around nanocontacts
- [11] De Lima, M.S.F., Sankaré, S., Microstructure and mechanical behavior of laser additive manufactured AISI316 stainless steel stringers, *Materials and Design* (2013).
- [12] Tae Kyu Kim, Chang Soo Bae, Di Hyang Kim, Jinsung Jang, Sung Ho Kim, Chan Bock Lee and Dohee Hahn. Microstructural observation and tensile isotropy of an austenitic ODS steel.

8. Ringraziamenti

Desidero ringraziare profondamente la mia famiglia che mi ha sostenuto in ogni momento di questo percorso formativo e mi ha permesso di realizzare tutto ciò a cui tenevo di più.

Un grazie anche a tutti coloro che mi hanno aiutato e seguito durante questi 2 intensi anni di vita nella meravigliosa città di Torino.

Un sincero grazie al Prof. Ohmura Takaito, alla signorina Misato Soussui che hanno curato e seguito la mia esperienza di ricerca in Giappone al National Institute for Material Science (NIMS), situato a Tsukuba. Un grazie va dunque anche a tutti coloro che in questa magnifica esperienza mi hanno aiutato, seguito e guidato alla ricerca di risultati sempre migliori e al conseguimento dell'obiettivo che mi ero posto sin dall'inizio. Procedo dunque a ringraziare oltre al Prof. Ohmura Takaito anche i Postdoc Kenta Goto e Jovana Ruzic e la signorina Eri Nakagawa dello staff tecnico.

Per ultimi, ma non per importanza, tengo a ringraziare il Prof. Giovanni Maizza, il Dottorando Renato Pero e l'assegnista di ricerca Frediano De Marco, che mi hanno seguito e guidato inizialmente durante il periodo di formazione e di preparazione del materiale al Politecnico di Torino e successivamente attraverso chiari consigli durante lo svolgimento dell'attività di ricerca in Giappone al fine di raggiungere gli obiettivi delineati.

Un grazie dal profondo del mio cuore va a tutti loro.