

POLITECNICO DI TORINO

Collegio di Ingegneria Chimica e dei Materiali

**Corso di Laurea Magistrale
in Ingegneria dei Materiali**

Tesi di Laurea Magistrale

Messa a punto di trattamenti termici per campioni in AISI 316L ottenuti tramite Direct Laser Deposition, per la riduzione di tensioni residue e la modifica del comportamento meccanico.



Relatori

Prof.ssa Mariangela Lombardi
Dr. Alberta Aversa
Ing. Erica Librera

Candidato

Fabio Cicala

Settembre 2018

Indice

1. Introduzione	1
1.1 Additive Manufacturing (AM)	1
1.1.1 Powder Bed Fusion (PBF)	4
1.1.2 Direct Energy Deposition (DED)	6
1.1.3 Binder Jetting (BJ)	8
1.1.4 Sheet Lamination	10
1.2 ACCIAI INOSSIDABILI O INOX	11
1.2.1 ACCIAI INOX AUSTENITICI	14
1.2.1.1 AISI 316L	16
1.2.1.2 AISI 316L AM	18
1.3 Stress Residui	22
1.3.1 Misura degli stress residui	23
1.3.1.1 Hole Drilling	25
1.4 Trattamenti Termici	27
2. Materiali e metodi	29
2.1 Macchina DED	29
2.2 Polveri usate	32
2.3 Suddivisione campioni	33
2.4 Analisi microstrutturale	35
2.4.1 Lucidatura delle superfici	35
2.4.2 Analisi della porosità	35
2.4.3 Attacco acido	38
2.4.4 Analisi microstruttura	38
2.5 Microdurezza Vickers	39
2.6 EDM	41
2.7 Hole drilling	43
3 Risultati	49
3.1 Effetti del taglio	49
3.2 Misure “As built”	51
3.2.1 Porosità	51
3.2.2 Microdurezza	54
3.2.3 Microstruttura	57

3.2.4 Stress residui	60
3.3 Campioni trattati termicamente	64
3.3.1 Microdurezza	66
3.3.2 Microstruttura	68
3.3.3 Stress residui	71
4 Conclusioni	73
5 Bibliografia	75

1. Introduzione

Il presente lavoro di tesi consiste nell'analisi di campioni in AISI 316L prodotto tramite tecnica di Direct Laser Deposition o anche definita Direct Energy Deposition presso Prima Industrie S.p.A.

Durante l'attività sperimentale i campioni prodotti sono stati analizzati, inizialmente sotto un punto di vista di porosità, microstruttura e microdurezza, e in seguito da un punto di vista degli stress residui presenti all'interno di questi in modo da andare a caratterizzare il materiale così prodotto.

Una volta caratterizzato così il materiale tal quale derivante dal processo DED o "as built" è stato possibile decidere ed effettuare dei trattamenti termici sui provini, necessari alla valutazione delle modifiche del comportamento meccanico in termini di microdurezza, alle variazioni microstrutturali e alle variazioni in termini di stress residui.

Il seguente lavoro si suddivide in una prima parte introduttiva che andrà a descrivere lo stato dell'arte inerente all'Additive Manufacturing andando a illustrare brevemente le varie suddivisioni di questa macrocategoria di processi di formatura; un breve confronto fra AISI 316L ottenibile da tecniche convenzionali e ottenibile tramite processi di Additive Manufacturing; una introduzione sugli stress residui e sulle tecniche atte alla valutazione di questi e infine dei cenni ai tipici trattamenti termici che vengono usati per trattare i prodotti di questa tecnica di formatura.

In seguito si andrà ad introdurre la vera e propria attività sperimentale andando a descrivere inizialmente il prototipo di macchina DED utilizzata da Prima Industrie S.p.A. per la realizzazione dei campioni, facendo riferimento alle polveri usate per la produzione di questi. Seguiranno dei cenni delle varie operazioni necessarie alla caratterizzazione degli oggetti in esame andando a descrivere in ogni fase i vari setup strumentali utilizzati.

Terminata così la parte descrittiva, sarà possibile andare a illustrare l'attività sperimentale effettuata, mostrare i risultati ottenuti in termini di difettosità identificata nel materiale as built ottenibile dal processo, in termini di microdurezza, di microstruttura e di stress residui sia del materiale as built e sia a seguito dei trattamenti termici effettuati.

1.1 Additive Manufacturing (AM)

Negli ultimi anni si stanno sempre più sviluppando delle tecnologie definite "additive" che consistono nella produzione di oggetto andando a sviluppare varie sezioni e costruendo layer-by-layer una struttura tridimensionale vista come somma di queste.

Queste tecnologie innovative vengono definite con il nome di Additive Manufacturing o AM.

La produzione di un oggetto strato per strato si va a contrapporre alle tradizionali tecnologie di formatura definite “sottrattive” [1]. In passato era denominato Rapid Prototyping mentre se si fa riferimento alla produzione di polimeri con questa tecnica si parla di 3D Printing.

Tipicamente la tecnologia AM parte dallo sviluppo di un modello CAD raffigurante il componente da produrre ridisegnato in funzione della tecnica di produzione stessa.

Definito il disegno CAD, questo deve poi essere convertito in un file STL (Standard Tessellation Language), in cui la superficie del componente viene approssimata in una somma di triangoli, in questo modo si ha un file molto più semplice che porta però alla perdita di alcune informazioni geometriche. Dopo di ciò, il file viene scomposto in varie sezioni 2D creando un certo numero di strati tali da includere tutta la geometria del pezzo e convertito nel linguaggio specifico per la macchina a controllo numerico (CNC); caricando il file nella macchina AM si può costruire il componente in esame. [2]

Al termine del processo produttivo si estrae dalla macchina un componente net shape o near net shape.

Questo può necessitare di post-operazioni di pulizia, finitura superficiale o trattamento termico a seconda dell'applicazione e del grado di ottimizzazione della produzione. Tutta la sequenza di operazioni per ottenere il componente è schematizzata in Figura 1.1.



Figura 1.1: Passaggi per la produzione di un componente tramite AM [3]

I vantaggi generali della tecnologia AM sono molteplici e in particolare uno sviluppo di un prodotto di forme e geometrie altrimenti non riproducibili andando a risolvere i problemi di sottosquadri e così via; eliminazione quasi totale degli scarti di produzione o di tutto il sovrametallo prodotto con le tecnologie sottrattive, riduzione dei costi energetici e di produzione data la quasi unicità del processo per l'ottenimento del componente e alla riduzione drastica dei costi di manodopera e assemblaggio di questi.

Il tutto si riflette su una produzione molto più immediata e veloce che va a ridurre il tempo di immissione del componente sul mercato, il cosiddetto “time to market”. [3]

Sono presenti anche alcuni svantaggi importanti della tecnica quali: l'alto costo delle macchine AM presenti sul mercato, l'alto costo delle polveri i quali potrebbero essere ridotti se si andasse a aumentare notevolmente la produzione in modo da andare a ammortizzare gli investimenti. Altro svantaggio è rappresentato, dato che è una tecnica giovane, dalla mancanza di un database di certificazione sul processo, struttura, proprietà e performance ottenibili dal processo, il cosiddetto PSPP (processing/structure/properties/performance data).[4]

Con il progredire della ricerca quindi si sta sviluppando un numero sempre maggiore di materiali utilizzabili e tecnologie adottate. In questo lavoro di tesi ci si sofferma sul ramo Additive Manufacturing di metalli.

Tipicamente le tecnologie di produzione di materiali metallici tramite AM possono essere divise in 4 macrocategorie, come mostrato in Figura 1.2 [5]

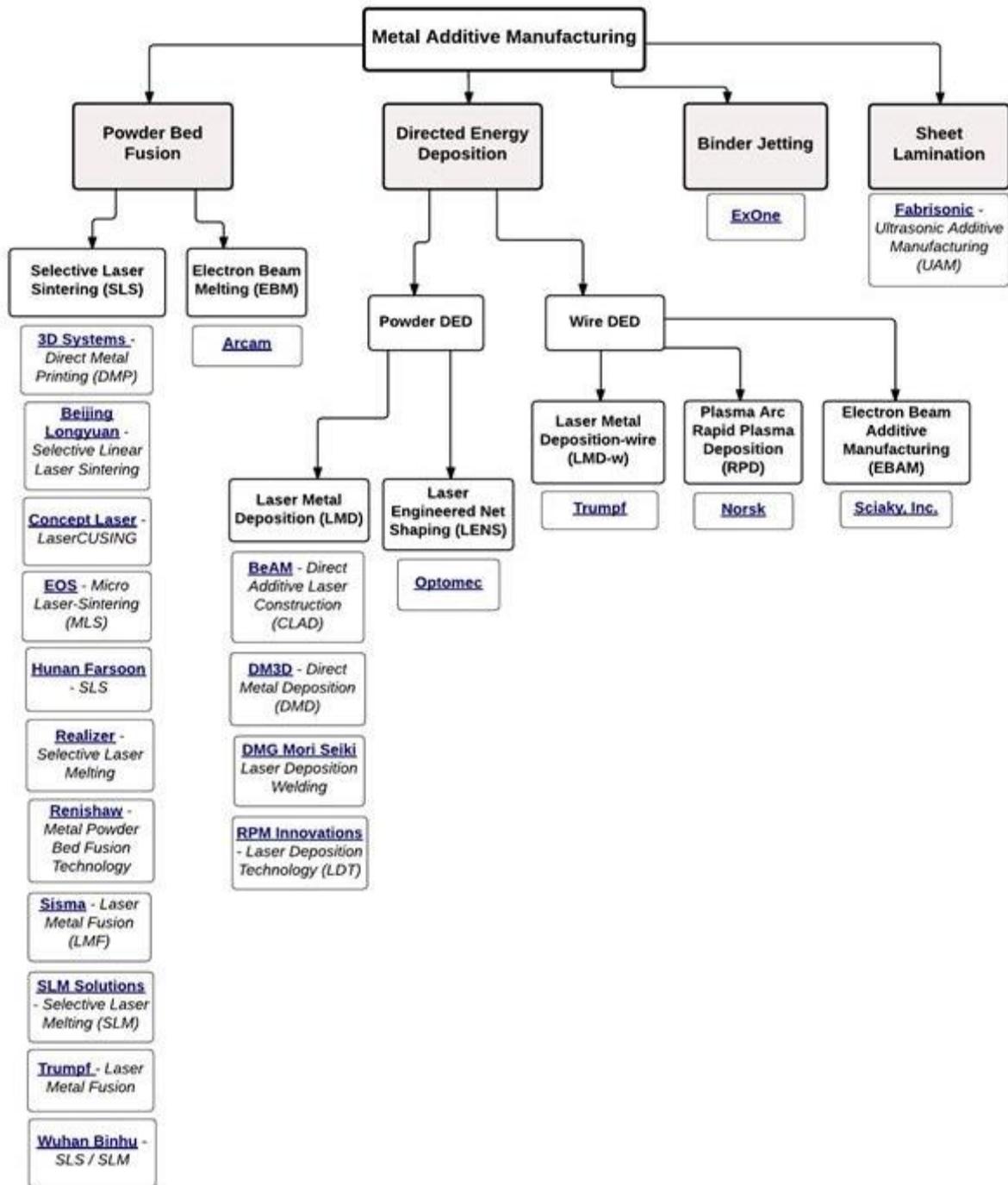


Figura 1.2: Suddivisione industriale dei processi di Additive Manufacturing [5]

In Figura 1.2 vengono illustrate le prime 4 macro-suddivisioni e le sotto suddivisioni di tecniche appartenenti mostrandola realtà industriale che la utilizza e cioè:

- Powder Bed Fusion PBF
- Direct Energy Deposition DED
- Binder Jetting BJ
- Sheet Lamination

1.1.1 Powder Bed Fusion (PBF)

La tipologia di AM a letto di polvere o PBF utilizza un fascio laser o elettronico per fondere e legare assieme il materiale in polvere posato su un ripiano. Esistono 2 categorie di PBF in funzione del tipo di fascio energetico che va a fondere e unire le particelle di polvere. Se il fascio energetico è laser si hanno le tecniche Laser Powder Bed Fusion (LPBF) mentre se il fascio è elettronico si hanno le tecnologie Electron Beam Melting (EBM).

Tutti i processi PBF consistono nel depositare del materiale in polvere su uno strato mobile, detto letto, si passa così a investire le polveri con il fascio energetico e successivamente si spande un nuovo strato di polvere fresca sullo strato precedente. Il riempimento dello strato di polvere fresco avviene tramite un rullo o una lama che disperde uniformemente uno strato di polvere rifornita da un apposito serbatoio situato accanto alla zona di costruzione. La polvere che non viene utilizzata rimane in posizione e viene rimossa alla fine del processo. In Figura 1.3 viene mostrato un esempio schematico di macchina PBF. [6]

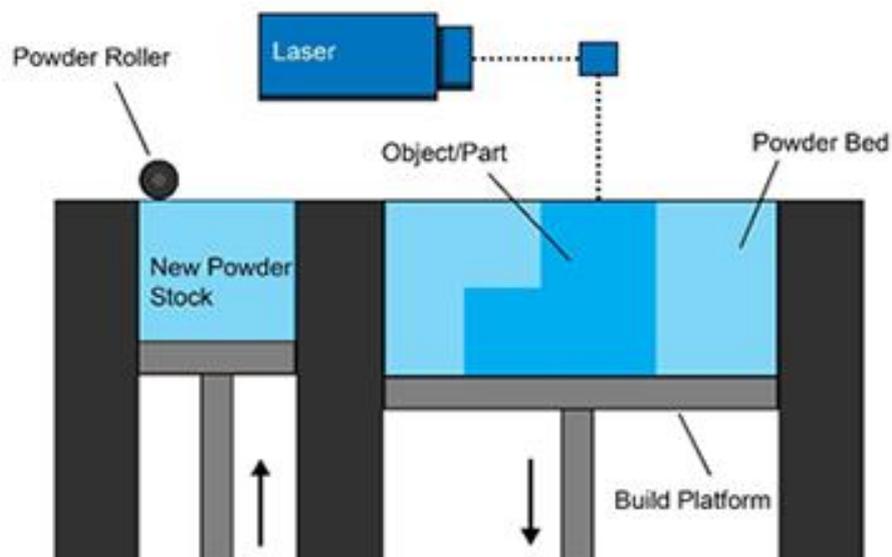


Figura 1.3 Schematizzazione di macchina PBF [6]

I principali vantaggi delle tecniche PBF sono:

- Relativamente poco caro
- Adatto per modelli e prototipi
- Capacità di integrare la tecnologia in una macchina di dimensioni ridotte
- La polvere agisce come una struttura di supporto integrata
- Ampia gamma di opzioni materiali
- Buona finitura superficiale

I principali svantaggi sono:

- Velocità relativamente bassa
- Mancanza di proprietà strutturali nei materiali

- Limiti di dimensioni
- Elevato consumo energetico

Esistono varie tecnologie PBF quali la SLS, la SLM e la EBM.

Le macchine di sinterizzazione laser selettiva (SLS) sono composte da tre componenti: una fonte di calore per fondere il materiale, un metodo per controllare questa fonte di calore e un meccanismo per aggiungere nuovi strati di materiale rispetto al precedente. Il processo SLS non richiede alcuna struttura di supporto aggiuntiva, in quanto il materiale in polvere fornisce un adeguato supporto del modello durante tutto il processo di costruzione. La piattaforma di costruzione si trova all'interno di una camera a temperatura controllata, dove la temperatura è di solito di pochi gradi inferiore a quella del punto di fusione del materiale, riducendo la dipendenza del laser dalla fusione degli strati. La camera è spesso riempita di azoto per massimizzare l'ossidazione e la qualità finale del modello. I modelli richiedono un periodo di raffreddamento per garantire un'elevata tolleranza e qualità di fusione. Alcune macchine monitorano la temperatura strato per strato e adattano rispettivamente la potenza del laser per migliorare la qualità.

Ulteriore tecnica è la SLM o Selective Laser Melting che è una tecnica analoga alla SLS, è più veloce ma richiede l'uso di un gas inerte che comporta sia costi più elevati ma anche una scarsa efficienza energetica.

Tecnologia appartenente alla classe del PBF ma sfruttante come forma energetica non un laser ma un fascio di elettroni è la EBM.

La fonte energetica è costituita essenzialmente da un fascio elettronico a scansione ad alta potenza, costituito da un filamento che emette gli elettroni e delle bobine magnetiche in grado di collimare e orientare il fascio spazialmente. Tutto l'ambiente di lavoro è posto in alto vuoto (10^{-5} Pa) tramite delle pompe turbomolecolari permettendo così di processare anche polveri che tenderebbero a reagire con l'ossigeno presente nell'aria. [7]

Il processo EBM si suddivide in:

- Riscaldamento della piastra di deposizione,
- Deposizione della polvere sul substrato in maniera uniforme e planare
- Preriscaldamento dello strato di polvere
- Esposizione selettiva al fascio elettronico
- Abbassamento della piattaforma di deposizione
- Ripetizione del procedimento descritto fino ad ottenere il componente finito.

I materiali utilizzati per le varie tecniche sono rappresentati in Tabella 1.1

Tabella 1.1 Tecniche PBF e materiali utilizzati

Tecnica PBF	Materiali utilizzati
DMLS, SLM	Stainless Steel, Titanium, Aluminium, Cobalt Chrome, Steel
EBM	Titanium, Cobalt Chrome, Stainless Steel, Aluminium and Copper

1.1.2 Direct Energy Deposition (DED)

Il Processo di Direct Energy Deposition o anche definito come Direct Laser Deposition (DLD), Laser Metal Deposition (LMD), Laser Engineered Net Shaping (LENS) è un processo di AM definito dalla norma ASTM come: “additive manufacturing process in which focused thermal energy is used to fuse materials by melting as they are being deposited.” [8]

La tecnologia DED consiste nel depositare del materiale in forma di polvere o filo, su una regione specifica di un substrato, dopo essere stato esposto a una fonte di energia focalizzata. Tipicamente il fascio energetico consiste in un laser in fibra che provoca la fusione sia del materiale di apporto, polvere o a forma di filo, e sia del substrato o del layer precedente. Le polveri con le quali viene prodotto il componente vengono immesse tramite degli ugelli. La polvere così spruzzata si incontra in un punto con il fascio laser che ne provoca la fusione. Dalla deposizione si vengono a creare le cosiddette pozze di fusione o meltpool. I singoli meltpool si sovrappongono in uno spazio bidimensionale lungo gli assi xy e andranno a formare il primo layer di materiale depositato. Su questo verranno depositati i successivi strati di materiale lungo l’asse z e così si è in grado di formare dei componenti tridimensionali aventi anche geometrie complesse. In Figura 1.4 è mostrato uno schematico sistema di funzionamento della tecnologia DED.

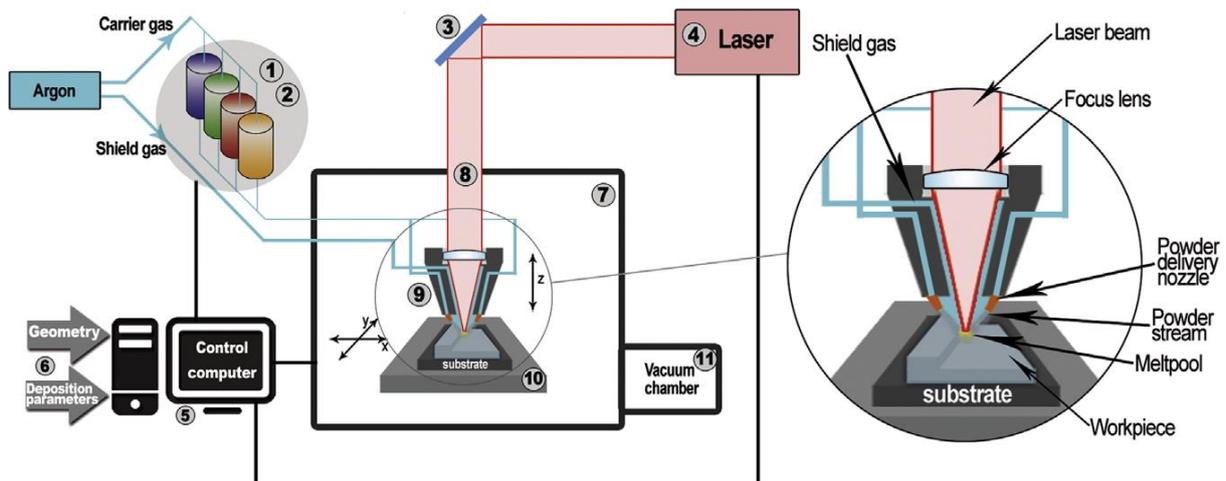


Figura 1.4: Schematizzazione della tecnologia DED [9]

Il processo DED dato il suo principio di funzionamento in grado di apportare materiale su un substrato oltre alla produzione di componenti massivi è anche un ottimo metodo utilizzato per la riparazione e il rivestimento di componenti già prodotti.

I principali parametri di processo che regolano l’ottimale deposizione sono principalmente la potenza del fascio laser, la velocità di scansione, la dimensione o spot size del laser, il flusso di polveri che fuoriesce dalla testa di deposizione. La regolazione di questi parametri è funzione del materiale processato, della geometria dell’oggetto da produrre e dalla sua applicazione.

Ulteriori parametri di processo importanti sono l’energia specifica E (J/mm^2), proporzionale ai parametri precedentemente detti, e l’Hatching Distance, che rappresenta la distanza fra due linee di scansione parallele.

L’HD è il parametro responsabile della densità del prodotto, infatti è necessaria una sovrapposizione fra i meltpool in modo da ridurre al minimo le porosità ed evitare la delaminazione del materiale. Sono stati condotti vari studi sull’importanza di questo

parametro ed è emerso come una maggiore densità sia ottenibile con un HD pari a 0,2 mm.[10]

Oltre a questi parametri si può variare anche la strategia di scansione cioè la metodologia di deposizione del singolo layer o di layer successivi. Le possibili strategie di scansione all'interno di un singolo layer più utilizzate ad oggi sono rappresentate in Figura 1.5.

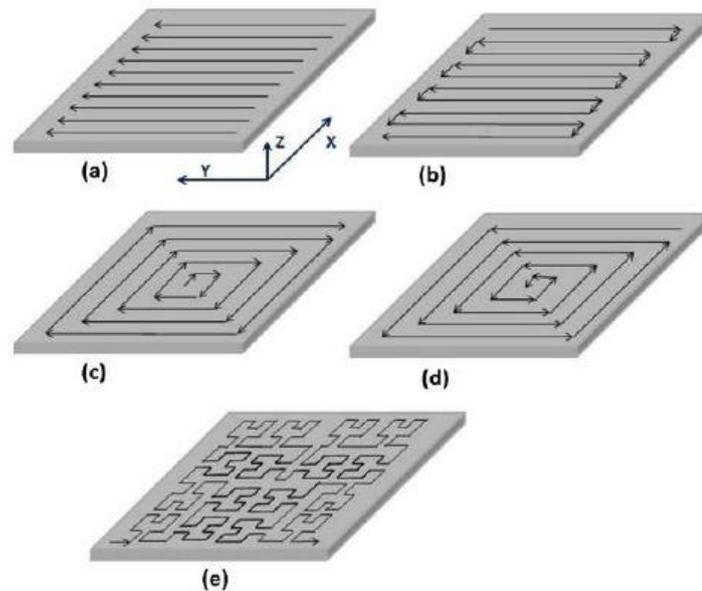


Figure 1.5: Differenti strategie di scansione, (a) raster, (b) bidirezionale, (c) offset-out, (d) offset-in, (e) frattale[11]

Mentre per quanto riguarda la deposizione di layer successivi si possono sovrapporre questi layer con differente direzione di scansione; a tal proposito le tipologie sono le più disparate anche se le più utilizzate sono le strategie: 0-90° (il primo layer a 0°, il secondo a 90° rispetto al primo, il terzo a 180° rispetto al primo e così via), 0-45 (seguendo uno schema 0°-45°-90°), oppure strategia 0-60 (variando la direzione di 60° fra due layer successivi). Lo scopo di queste variazioni è di migliorare sia la qualità di deposizione permettendo una riduzione della porosità, sia di ottenere delle microstrutture controllate e sia di minimizzare degli stress residui.[2]

La tecnologia DED è caratterizzata, dato il suo funzionamento, da elevati flussi di calore anche intorno ai 500 kW/cm² i quali sono responsabili della creazione dei meltpool e di zone termicamente alterate o anche definite HAZ.

Obiettivo principale degli utilizzatori di questa tecnica è la minimizzazione della dimensione delle HAZ riducendo così al minimo una possibile rifusione o un possibile trattamento termico sugli strati già depositati.

Per poter avere un controllo su questi parametri sono necessarie delle simulazioni numeriche simili a quelle applicate nei processi di saldatura. In Figura 1.6 si riportano le principali caratteristiche delle tecnologie DED e LPBF. Risulta evidente che le potenze in gioco, specialmente queste sono maggiori nel caso della tecnologia DED, le velocità di deposizione, maggiori nel caso delle PBF. Infine differenze marcate riguardano le dimensioni massime ottenibili in quanto la tecnologia PBF è maggiormente limitata dalla dimensione della zona di lavoro. In Figura 1.6 si possono vedere dei confronti fra le due tecniche sopra descritte. [12]

Process	DED	PBF	
	Powder	Powder	
Heat source	Laser	Laser	E-beam
Nomenclature	DED-L	PBF-L	PBF-EB
Power (W)	100–3000	50–1000	
Speed (mm/s)	5–20	10–1000	
Max. feed rate (g/s)	0.1–1.0	–	
Max. build size (mm × mm × mm)	2000 × 1500 × 750	500 × 280 × 320	
Production time	High	High	
Dimensional accuracy (mm)	0.5–1.0	0.04–0.2	
Surface roughness (μm)	4–10	7–20	
Post processing	HIP and surface grinding are seldom required	HIP is rarely required to reduce porosity	

Figura 1.6: Confronto fra i tipici parametri di processo DED e PBF [12]

I principali vantaggi della tecnologia DED sono: [13]

- Alta versatilità del processo sia per la costruzione che per la riparazione di materiali
- Alto controllo dei parametri di processo
- Alte velocità di deposizione
- Mancanza di supporti per la deposizione del componente
- Dimensioni del pezzo più elevate rispetto alle altre tecniche

Mentre i principali svantaggi sono:

- Scarse finiture superficiali che richiedono necessario il post processing
- Limiti della complessità geometrica
- Stato dell'arte ancora carente e quindi è necessaria una maggiore ricerca per lo sviluppo di questa tecnologia in ambito industriale

1.1.3 Binder Jetting (BJ)

Il processo di Binder Jetting consiste nel produrre un oggetto partendo da polveri, in questo caso metalliche e un legante. Il legante funge da adesivo fra i vari strati di polvere. La macchina di processo consiste in una deposizione alternata di polvere e legante tramite una testina di stampa. Dopo la deposizione di ogni strato viene abbassata la piattaforma di costruzione. Come con altri metodi di produzione a base di polvere, l'oggetto da stampare è auto-supportato all'interno del letto di polvere e viene rimosso dalla polvere non legata una volta completato. [14]

Il principio di funzionamento mostrato in Figura 1.7 è schematizzato qui di seguito:

- Deposizione del materiale in polvere sulla piattaforma di costruzione mediante un rullo.

- Deposizione tramite la testina di stampa dell'adesivo legante sulla parte superiore della polvere dove richiesto.
- Abbassamento della piattaforma di costruzione.
- Deposizione di un successivo strato di polvere al di sopra lo strato precedente.
- L'oggetto è formato dove la polvere è legata al liquido. La polvere non legata rimane in posizione attorno all'oggetto.
- Il processo viene ripetuto fino a quando l'intero oggetto è stato creato.

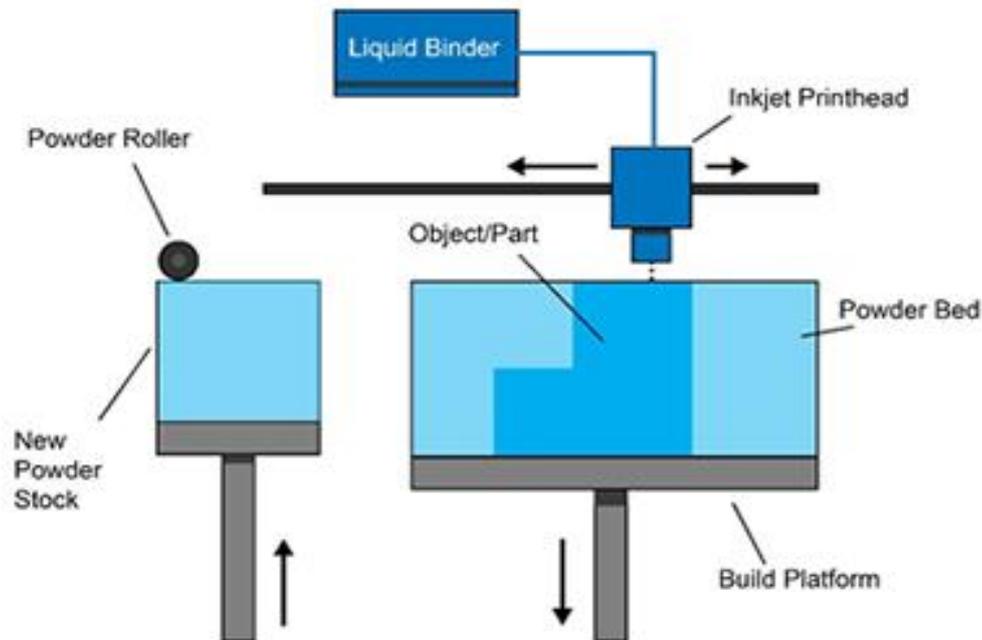


Figura 1.7 Schema di Funzionamento BJ [14]

La tecnologia viene spesso definita tecnologia 3DP ed è protetta da copyright con questo nome.

Il materiale metallico più utilizzato in questa tecnologia è l'acciaio inossidabile.

I principali vantaggi del BJ sono:

- Le parti possono essere realizzate con una gamma di colori diversi
- Utilizza una vasta gamma di materiali: metallo, polimeri e ceramica
- Il processo è generalmente più veloce di altri
- Il metodo dei due materiali consente un gran numero di combinazioni diverse di polvere legante e varie proprietà meccaniche

Mentre i principali svantaggi:

- Non sempre adatto per parti strutturali, a causa dell'uso di materiale legante
- La post-elaborazione aggiuntiva può aggiungere tempo significativo al processo complessivo dato che bisogna attendere che il legante faccia presa con la polvere

1.1.4 Sheet Lamination

La tecnologia di Sheet Lamination può essere suddivisa in Additive Manufacturing a Ultrasuoni (UAM) e la produzione di oggetti laminati (LOM).

La tecnica LOM non tratta la produzione di metalli ma viene utilizzata per la carta mentre la tecnologia UAM utilizza fogli o nastri di metallo, che sono legati insieme mediante saldatura ad ultrasuoni. Il processo richiede ulteriori operazioni di lavorazione e rimozione del metallo non legato, spesso durante il processo di saldatura. Tutto il processo è facilitato dalla deformazione plastica che consente un maggior contatto fra i materiali. [15]

Il processo è condotto a bassa temperatura e di conseguenza richiede relativamente poca energia dato che il metallo non viene fuso.

Il principio di funzionamento mostrato in Figura 1.8 è schematizzato qui di seguito:

- Posizionamento del materiale sul letto di taglio.
- Incollaggio del materiale sopra lo strato precedente.
- Durante la fase di incollaggio, una macchina cilindrica strutturata, chiamata sonotrodo, viene pressata con una forza normale costante contro la lamina metallica, che viene mantenuta in posizione tramite un meccanismo di serraggio o di tensionamento.
- Il sonotrodo rotola sul foglio mentre oscilla ad una frequenza costante di circa 20kHz perpendicolare alla direzione di marcia.
- Ciò si traduce nella creazione di un legame a stato solido tra le interfacce della lamina e il substrato metallico. Il processo viene poi ripetuto fino a raggiungere l'altezza desiderata. [16]
- Taglio della forma richiesta mediante laser.
- Ripetere l'intero ciclo per i vari strati fino a raggiungere l'altezza desiderata.

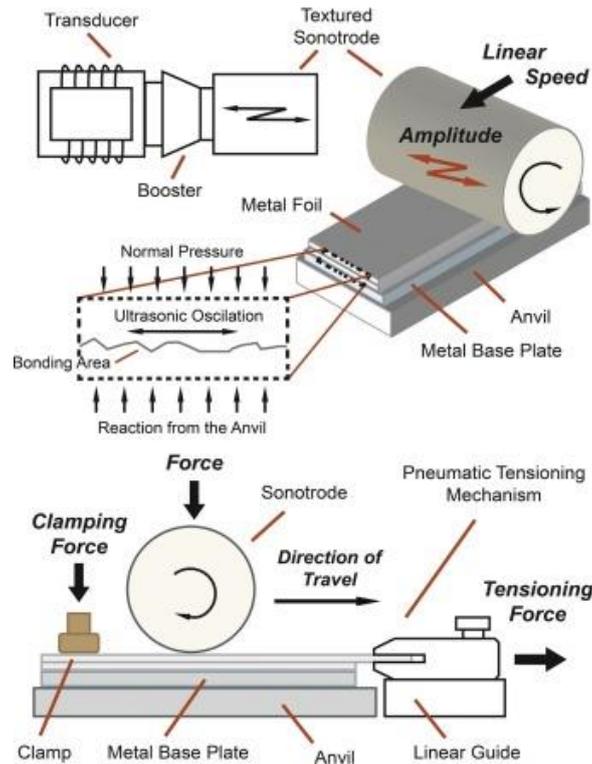


Figura 1.8: Schema di funzionamento UAM [16]

Il maggior campo di applicazione di questa tecnologia è l'industria elettronica.

I materiali più utilizzati in questa tecnica sono alluminio, rame, acciaio inossidabile e titanio.

I principali vantaggi di questa tecnica sono

- Il processo può legare diversi materiali e richiede relativamente poca energia poiché il metallo non è fuso, utilizzando invece una combinazione di frequenza e pressione ultrasonica.
- Elevata velocità di produzione
- Basso costo

Mentre i principali svantaggi di questa tecnica sono:

- Finiture variano in funzione del materiale
- Necessaria post lavorazione per geometrie complesse
- Limitazione nei materiali di utilizzo

1.2 ACCIAI INOSSIDABILI O INOX

L'AISI 316L rientra nella categoria degli acciai alto legati e in particolare in quella degli acciai inox. Gli acciai inox sono delle leghe ferro-carbonio-cromo o ferro-carbonio-cromo-nichel con un contenuto di cromo non inferiore all'11%.

Questo valore è il contenuto minimo in grado di formare un film stabile di ossido di cromo in grado di passivare e quindi di proteggere l'acciaio sottostante e garantirne l'inossidabilità. [17] Essi presentano in lega percentuali variabili anche di altri elementi quali nichel,

molibdeno, manganese, silicio, titanio, niobio ecc... che conferiscono, a seconda delle concentrazioni, differenti caratteristiche metallurgiche intrinseche.

La resistenza alla corrosione degli acciai è in funzione della composizione chimica (principalmente dal tenore di cromo in quanto va a formare uno strato passivato composto da uno spinello protettivo del tipo $\text{FeO}\cdot\text{Cr}_2\text{O}_3$), delle temperature e delle caratteristiche aggressive dell'ambiente.

Dato l'elevato contenuto degli elementi aggiunti questi, spostando il luogo dei punti critici all'interno del diagramma ferro-carbonio, modificano il campo di esistenza delle fasi durante la solidificazione rendendo stabili a temperatura ambiente fasi che in condizioni normali non sarebbero in equilibrio. Questo è il motivo per cui ritroviamo a fine solidificazione diverse caratteristiche fisiche, chimiche e meccaniche dovute alla formazione di specifiche morfologie cristalline e diverse fasi: α (ferrite), γ (austenite), martensite, oltre a possibili precipitazioni di innumerevoli carburi.

Gli elementi che garantiscono la presenza delle varie fasi sono caratterizzabili in due categorie:

- Elementi alfa-ageni o ferritizzanti sono quelli che restringono il campo di esistenza del ferro gamma per favorire il dilatarsi di quello del ferro alfa. Tra questi elementi i più importanti sono il cromo, il silicio, il molibdeno, il niobio, il titanio e il tantalio.
- Elementi gamma-ageni o austenitizzanti sono quelli che allargano il campo di esistenza del ferro gamma riducendo quello del ferro alfa e del ferro delta. Tra questi elementi i più importanti sono il carbonio, il nichel, il manganese, l'azoto e il rame.

In base alla presenza e al contenuto in lega di questi elementi abbiamo tre tipi di acciai inossidabili che presentano diverse strutture cristalline:

- **MARTENSITICI:** Gli acciai inossidabili martensitici sono degli acciai al solo cromo (indicativamente 11-19%) contenenti piccole quantità di altri elementi in lega quali a volte, per esempio, il nichel presente però in quantità non superiori al 2,5%. I tenori di carbonio possono variare ad un minimo di 0,08% fino ad un massimo di 1,20%. Gli acciai inox martensitici presentano una particolare struttura ottenuta da un brusco raffreddamento di una soluzione stabile di austenite in modo che il cromo rimanga imprigionato nel reticolo principale denominato ferro γ creando una struttura tensionata e di conseguenza dura e fragile. Questi sono molto più resistenti alle sollecitazioni meccaniche degli austenitici e dei ferritici, grazie alla presenza della martensite nella struttura, sono però meno resistenti alla corrosione chimica. Appartengono a questa classe di materiali: AISI 410, AISI 420, AISI 440. Questi acciai sono definiti anche come acciai da utensile data l'elevata resistenza a usura.
- **FERRITICI:** Sono leghe composte da Fe, C e Cr che non posseggono punti critici A1 e A3, di conseguenza non sono suscettibili di tempra. La struttura è quindi ferritica anche se in tale struttura sono presenti dei carburi di cromo precipitati. Questa categoria di acciai non essendo suscettibile di tempra, viene impiegata allo stato ricotto o normalizzato. Sono caratterizzati da: buona tenacità; bassa durezza e posseggono inoltre la caratteristica di essere lavorati plasticamente al pari degli acciai al carbonio. Appartengono a questa classe di materiali: AISI 405, AISI 430, AISI 430F e AISI 446.
- **AUSTENITICI:** Gli acciai austenitici sono leghe Fe - Cr - Ni - C con tenori di Cr dal 12 al 30% e di Ni dal 7 al 35% e non posseggono i punti di trasformazione A1 e A3. La loro struttura è quindi austenitica in tutto il campo di esistenza e ciò è ottenuto in

funzione di opportuni bilanciamenti degli elementi ferritizzanti ed austenitizzanti. La loro caratteristica fondamentale è quella di presentare una elevata resistenza alla corrosione accompagnata ad una buona resistenza meccanica, anche alle alte temperature. L'elevata duttilità che li caratterizza li rende particolarmente adatti allo stampaggio e alla formatura a freddo. Inoltre mantengono una buona tenacità anche alle bassissime temperature.

- **AUSTENO – FERRITICI** o anche detti **DUPLEX**: Il termine “Duplex” deriva, appunto, dal fatto che il materiale ha una microstruttura a due fasi, formata da grani di acciaio inox ferritico e austenitico incorporati nello stesso materiale. Questi acciai inossidabili presentano di norma un Cr elevato, sempre superiore al 16%, Ni tendenzialmente basso (5 - 6%) accompagnato da elementi tipo Mo, Si, Mn, Cu che comportano la caratteristica peculiare di presentare a temperatura ambiente una struttura bifasica costituita da austenite e ferrite in proporzione variabile mediamente intorno al rapporto 50/50%. Da qui anche la definizione di "bifasici" o "austeno-ferritici". Hanno caratteristiche meccaniche a temperatura ambiente più elevate sia degli austenitici che dei ferritici e buona resistenza alla corrosione, migliore dei ferritici e paragonabile, in ambiente acido, a quella degli austenitici.
- **INDURENTI PER PRECIPITAZIONE**: Questi tipi di acciai inossidabili sono stati sviluppati su scala industriale all'inizio degli anni '50 e presentano la possibilità di elevare le loro caratteristiche meccaniche mediante dei veri e propri trattamenti termici di invecchiamento.

Per valutare, tramite la composizione, il tipo di struttura che ne deriverà si utilizza il diagramma di Schaeffler. Questo diagramma va a porre sugli assi i vari elementi che favoriscono la fase α in funzione dei vari elementi che favoriscono la formazione della fase γ andando a rapportare l'influenza dei vari elementi su questo comportamento.

Il risultato è un grafico come quello riportato in Figura 1.9 che mostra la struttura ottenibile in funzione del contenuto di vari elementi riportati sugli assi e cioè sull'asse delle ascisse la percentuale di “Cromo equivalente” che rappresenta il contributo degli elementi alfojeni, mentre sulle ordinate la percentuale di “Nichel equivalente” rappresentante il contributo degli elementi gammageni. Tramite le seguenti equazioni si può risalire rispettivamente alla percentuale di “Cromo equivalente” e “Nichel equivalente”. [18]

- Cromo equivalente = $\%Cr + \%Mo + 1.5 \cdot \%Si + 0.5 \cdot \%Nb$
- Nickel equivalente = $\%Ni + 30 \cdot \%C + 0.5 \cdot \%Mn$

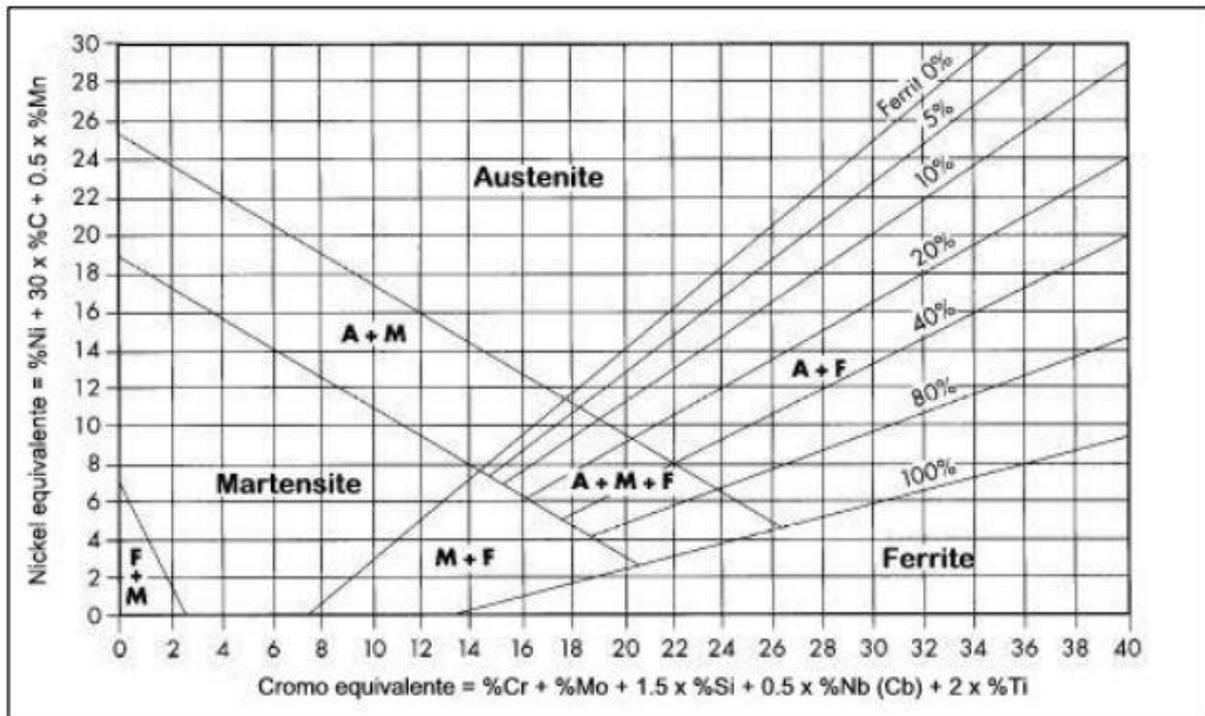


Figura 1.9: Esempio di diagramma di Schaeffler [19]

Altre formulazioni più corrette, che tengono conto di più elementi in lega, del cromo e nichel equivalente sono riportate qui di seguito:[20]

- Cromo equivalente = $\%Cr + 1,5 \%Mo + 2 \%Si + 5 \%V + 5,5 \%Al + 1,75 \%Nb + 1,5 \%Ti + 0,75 \%W$
- Nickel equivalente = $\%Ni + 30 \%C + 0,5 \%Mn + 25 \%N + 0,3 \%Cu + \%Co$

Per riassumere si riporta in Figura 1.10 una tabella con gli intervalli di composizione delle varie classi di acciai inox.

TIPI	Elementi caratterizzanti		
	Carbonio (%)	Cromo (%)	Nichel (%)
Austenitici	0,015÷0,15	16÷28	6÷32
Ferritici	0,010÷0,12	10,5÷30	--
Martensitici	0,08÷1,2	11÷18	--

Figura 1.10: Riassunto composizioni delle tipologie di acciai inox [21]

1.2.1 ACCIAI INOX AUSTENITICI

Per acciai inossidabili austenitici si intendono quelle leghe ferro-cromo-nichel con contenuti di cromo dal 12 al 30%, di nichel dal 7 al 15% e con una struttura completamente austenitica con reticolo CFC. In questa definizione manca l'elemento del carbonio che ha effettivamente portato all'evoluzione di questa classe di acciai inossidabili. Inizialmente il carbonio era presente in lega con un contenuto intorno allo 0,25%, ma questo provocava dei sensibili

fenomeni di corrosione intergranulare e quindi si andò verso la riduzione drastica del carbonio in questa tipologia di acciai.

Gli acciai inox austenitici furono sviluppati a partire dalla serie AISI 300, ma per prevenire e attenuare il pericolo di precipitazione dei carburi si diminuì il tenore carbonio andando a sviluppare quindi l'AISI 302 e l'AISI 304 (in Figura sono riportate le composizioni dei seguenti acciai).

Successivamente si capì che la soluzione alla bassa resistenza a corrosione intergranulare e alla precipitazione dei carburi non era solo quella di ridurre il contenuto di carbonio, ma di aggiungere in lega degli elementi stabilizzanti come Ti e Nb. Questi, data la maggiore affinità verso il carbonio che al cromo, precipitano come carburi mantenendo inalterato il tenore di cromo. Si svilupparono così l'AISI 321 e l'AISI 347.

Tramite un rimodernamento delle acciaierie e con l'insufflazione dell'ossigeno si riuscì maggiormente a ridurre il contenuto di carbonio e si svilupparono acciai con un tenore di carbonio intorno allo 0,03% cioè l'AISI 304L.

Da qui si iniziarono a variare le composizioni ottenendo varie tipologie di acciai appartenenti alla categoria degli acciai inox austenitici.

Ad esempio si aumentò il contenuto di nichel per una migliore formatura a freddo data la stabilizzazione dell'austenite ottenendo l'AISI 305, oppure un'aggiunta di selenio con alti tenori di zolfo e fosforo sviluppo le serie AISI 303 e 303 Se per migliorarne le lavorazioni meccaniche.

Ulteriore variazione fu quella di aumentare il contenuto di cromo ottenendo la serie 308 con struttura bifasica con ferrite, fase nel quale precipitano i carburi di cromo e porta ad avere una migliore saldabilità e resistenza alla corrosione. Si arrivò così alla produzione di acciai con il massimo contenuto di cromo e nichel nelle serie 309 e 310 che hanno portato a una migliore resistenza alla corrosione e caratteristiche meccaniche alle alte temperature. Infine si aggiunse il molibdeno nella composizione di questi acciai ottenendo così le tipologie AISI 316 e AISI 316L con una migliore resistenza a corrosione.

Di seguito si riporta in Figura 1.11 un riassunto delle varie leghe di acciai inox austenitici con le rispettive composizioni.

Tipo AISI	Sigla UNI più prossima	Analisi chimica [*]			
		C %	Cr %	Ni %	Altri %
302	X10CrNi1809	0,15	18	9	—
303	X10CrNiS1809	0,10	18	9	Mo = 0,40
303 Se	—	0,10	18	9	Se = 0,20
304	X5CrNi1810	0,08	18	10	—
304L	X2CrNi1811	0,03	18	11	—
305	X8CrNi1812	0,12	18	12	—
308	—	0,06	20	11	—
309	X10CrNi2314	0,10	23	14	—
310	X8CrNi2520	0,08	25	20	—
316	X5CrNiMo1712	0,08	17	12	Mo = 2,3
316L	X2CrNiMo1712	0,03	17	13	Mo = 2,3
321	X6CrNiTi1811	0,08	18	11	Ti \geq 5 x C %
347	X6CrNiNb1811	0,08	18	11	Nb \geq 10 x C %

[*] Il tenore di zolfo e di fosforo è: S \leq 0,030 %, P \leq 0,045 % (a esclusione dei 303 e 303 Se, per i quali S può superare lo 0,15 %). Inoltre: Si \leq 1 % e Mn \leq 2 %.

Figura 1.11: Tabella composizionale acciai austenitici [22]

1.2.1.1 AISI 316L

L'AISI 316 o X5CrNiMo17-12-2 è una lega di acciaio inox austenitica composta da un tenore di cromo tra il 16% ed il 18%, di nichel tra l'11% e il 14% e di molibdeno tra il 2% ed il 3%.

È nato come modifica dell'acciaio AISI 304 per aggiunta del 2,3% di molibdeno, utile per migliorare la resistenza alla corrosione elettrolitica (pitting) da cloruri, che per il 304 è molto scarsa. È un acciaio inossidabile standard: il suo indice di inossidabilità (numero PREN) è infatti compreso in genere tra 25 e 28.

La versione 316L (X2CrNiMo17-12-2) con L che specifica Low Carbon cioè con tenore di carbonio inferiore allo 0,035% (il 316 ammette fino a 0,080%) utile a impedire la precipitazione dei carburi di cromo e quindi la corrosione.

La presenza del Molibdeno rende ottima la resistenza alla corrosione in tutti gli ambienti naturali: acque ed atmosfere rurali, urbane, ed industriali anche in presenza di moderata concentrazione di cloruri e acidi ed in numerosi ambienti chimici acidi (acido solforico, acido

fosforico, acidi organici) e clorurati, in condizioni però di temperature e concentrazione al di sotto di una certa soglia.[23]

Le proprietà fondamentali sono:

- Ottima resistenza alla corrosione e a pitting;
- Facilità di ripulitura e ottimo coefficiente igienico;
- Facilmente lavorabile, forgiabile e saldabile;
- Maggiore resistenza a creep rispetto agli altri acciai della stessa categoria
- Buona resistenza a corrosione intergranulare anche dopo la saldatura
- Ottime proprietà meccaniche ad alte temperature

I tipici usi dell'AISI 316L sono: [24]

- Strumenti chirurgici e medici, impianti chirurgici
- Digestori, evaporatori e attrezzature per la movimentazione della carta
- Apparecchiature per la raffinazione del petrolio
- Attrezzature per l'industria tessile
- Condotti, tubi per l'acqua di alimentazione, filtri per l'acqua di scarico
- Tubi di scambiatori di calore
- Generatori di ozono

Tipicamente la microstruttura dell'AISI 316L ottenuto con metodi convenzionali quale la colata consiste in una fase primaria di austenite e una seconda fase rappresentata dalla ferrite δ in forma di lamelle.

La quantità di ferrite δ varia in funzione della composizione dell'acciaio e in particolare in funzione ai valori di Cr e Ni equivalenti come mostrato in Figura 1.12 che mostra un andamento crescente della ferrite δ all'aumentare del rapporto fra Cr_{eq} e Ni_{eq} . Mentre la forma di questa fase varia passando da lamelle a struttura cellulare in funzione della velocità di raffreddamento. [25]

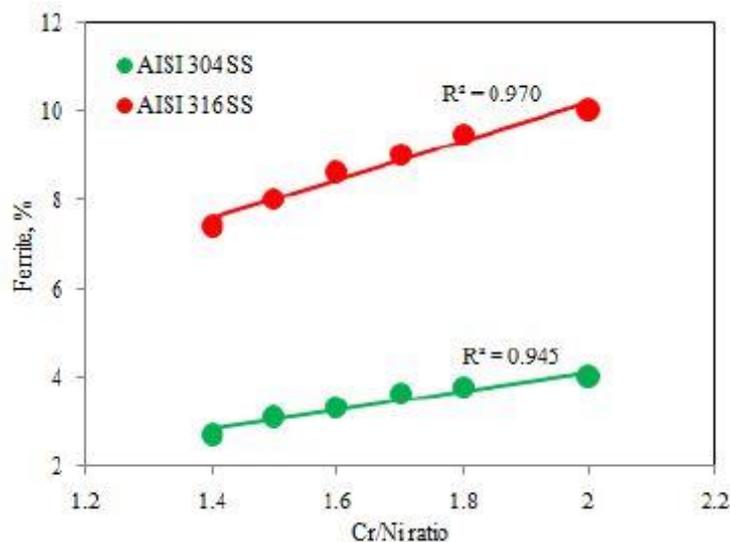


Figura 1.12: Variazione della percentuale di ferrite in funzione della composizione dell'acciaio [26]

Lo schema di solidificazione seguito in un 316L partendo da fuso è il seguente



Con L indicante il liquido, γ l'austenite e δ la ferrite δ . [4]

In Figura 1.13 è mostrata una tipica microstruttura di un AISI 316L ottenuto per colata mostrando come matrice austenite e come seconda fase ferrite δ .

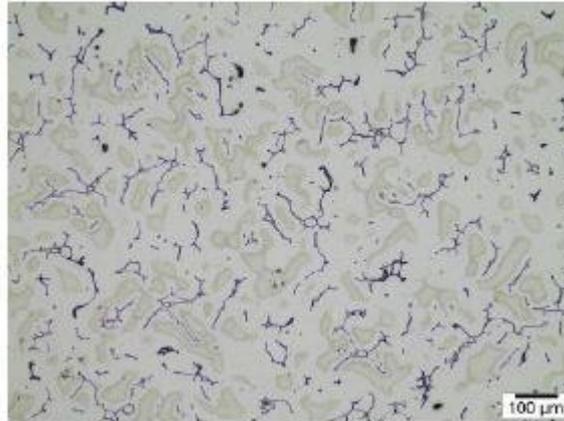


Figura 1.13: Microstruttura AISI 316L as cast [25]

1.2.1.2 AISI 316L AM

L'AISI 316L ottenuto per AM presenta un comportamento completamente differente in termini di microstruttura, fasi presenti e da un punto di vista meccanico.

In prima istanza si può notare una forte anisotropia meccanica derivante da una forte anisotropia microstrutturale dovuta al processo di formatura.

Altra caratteristica facilmente visibile nelle microstrutture ottenute per AM e in particolare per DED è la formazione di zone termicamente alterate o HAZ (heat affected zone) che si vengono a generare durante la deposizione. Nello specifico è possibile vedere i vari passaggi effettuati dal laser durante la fase di deposizione e in dettaglio i meltpool che si vengono a formare in ogni passaggio del fascio. È possibile notare queste zone come delle zone più scure nelle micrografie ottenute come quella riportata per esempio in Figura 1.14. Le zone che invece hanno una forma curva sono i bordi dei meltpool e devono la loro forma alla distribuzione gaussiana dell'energia fornita dal laser.

Questi dettagli sono ben visibili in quanto mentre il fuso generato nel meltpool avanza, il calore fluisce dal meltpool agli strati precedentemente depositati generando così, nelle zone definite HAZ, un accrescimento dei grani. Ne deriva che i contorni delle tracce e degli strati sono ben visibili ma, dato che la profondità di queste zone è stata misurata in letteratura[27] e risulta essere un centinaio di micrometri, hanno un effetto insignificante sull'uniformità della microstruttura.

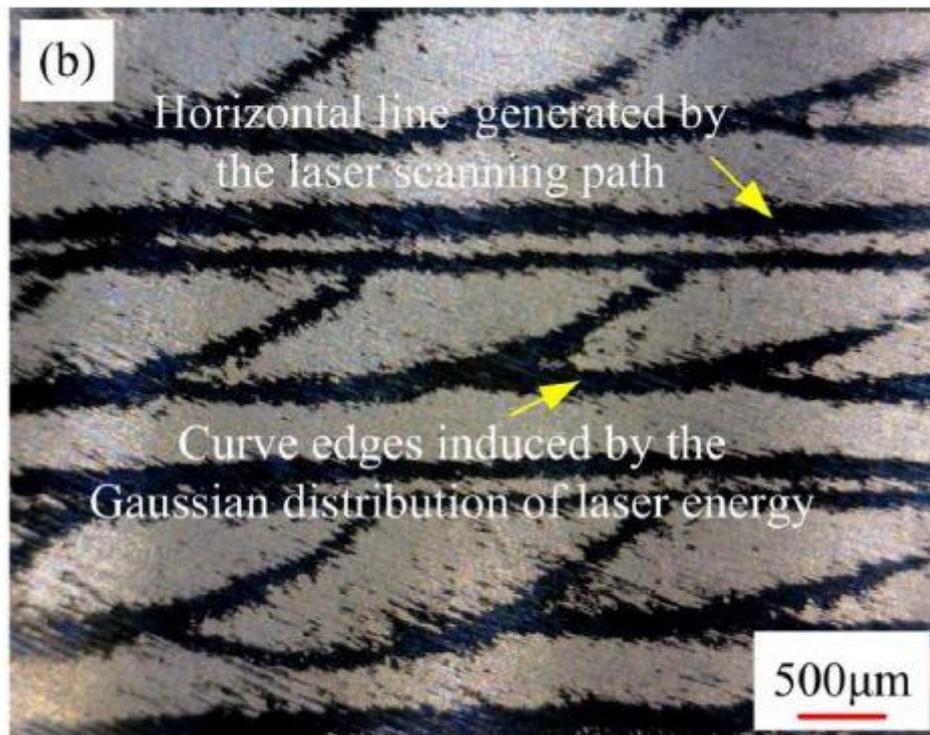


Figura 1.14: HAZ in strutture ottenibili per DED [27]

Soffermandosi ora sulla microstruttura ottenibile, come è possibile vedere da letteratura, la dimensione dei grani è fortemente variabile nei vari campioni analizzati e in particolare è presente una struttura a grani fini nei primi layer di deposizione dovuti principalmente a un rapido raffreddamento sia dovuto a una minore inerzia termica del materiale, dato che gli strati depositati sono pochi, e sia dovuto alla forte asportazione del calore da parte del substrato di deposizione.

Spostandosi nel campione lungo l'asse di deposizione si può notare invece una struttura colonnare a grani allungati che segue la direzione di asportazione del calore allungandosi verso la direzione di deposizione. La presenza di grani maggiormente allungati è dovuta alla dissipazione del calore in quanto essendo più lenta a causa dell'inerzia termica del materiale sottostante riesce a far crescere il grano.

La microstruttura del materiale prodotto è fortemente influenzata dai parametri di processo e specialmente dalla potenza del laser utilizzata in fase di formatura. In particolare andando a diminuire la potenza del laser è possibile ottenere grani più piccoli mentre se si lavora a potenze maggiori si avrà un maggior calore in input che andrà a generare un melt pool più esteso e di conseguenza ne deriva un minor gradiente termico e una minore velocità di raffreddamento.[28]

Ulteriore caratteristica singolare delle microstrutture ottenibili tramite tecniche DED visibili a più alti ingrandimenti è la presenza di una struttura cellulare visibile in Figura 1.15.

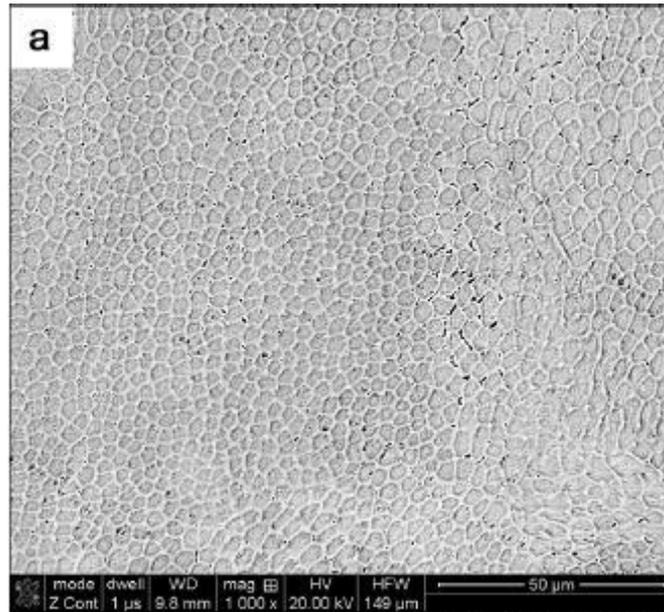


Figura 1.15: Struttura cellulare in AISI 316L ottenuto per DED [28]

In particolare, come analizzato da analisi al STEM coadiuvata da una analisi EDS per valutare gli elementi presenti è stato possibile notare come la fase primaria di questa struttura sia una fase austenitica mentre la struttura intercellulare è formata da ferrite δ . In Figura 1.16 è mostrata una micrografia a alti ingrandimenti della struttura cellulare evidenziando le fasi presenti.

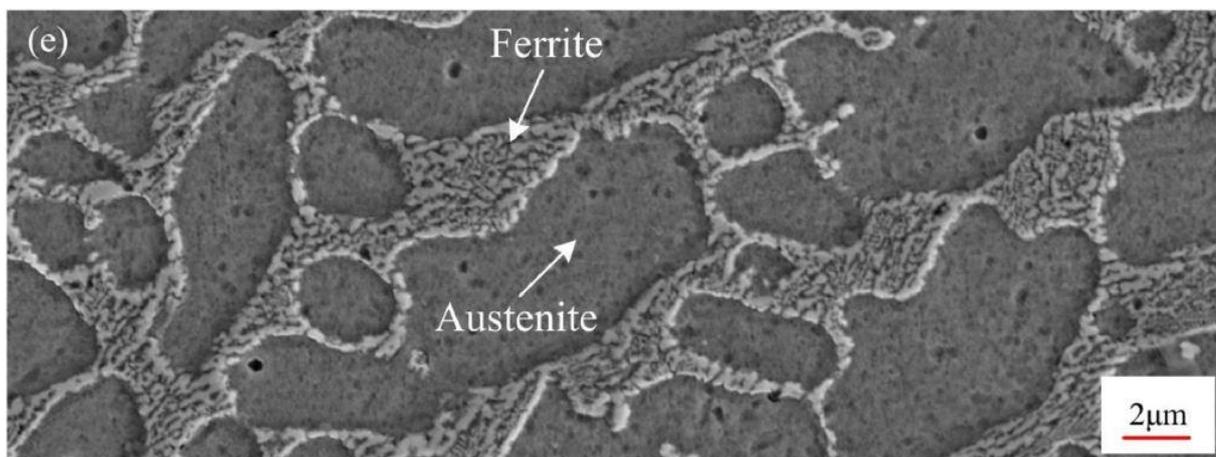


Figura 1.16: Ingrandimento della struttura cellulare in AISI 316L ottenuto per DED [27]

È stato possibile verificare le fasi tramite l'analisi EBSD in quanto valutando l'orientamento dei grani validando la presenza di austenite CFC con grani orientati in maniera random come fase primaria e la fase ferritica CCC con grani tutti con stesso orientamento.

Entrando in dettaglio, la struttura cellulare derivante dalle tecnologie additive si sviluppa seguendo i flussi termici che porta quindi a una crescita del grano direzionale e dendritica.

La direzionalità della crescita dendritica è attribuita ai diversi gradienti di temperatura che si generano nel materiale e nello specifico si ottengono dei gradienti maggiori in direzione verticale rispetto alle altre direzioni.

Ciò spiega il motivo per il quale la microstruttura presenta dei grani allungati in direzione di deposizione.

Le fonti di calore che generano i gradienti di temperatura sono i meltpool e di conseguenza la crescita dendritica nasce dal centro del meltpool come mostrato in Figura 1.17.

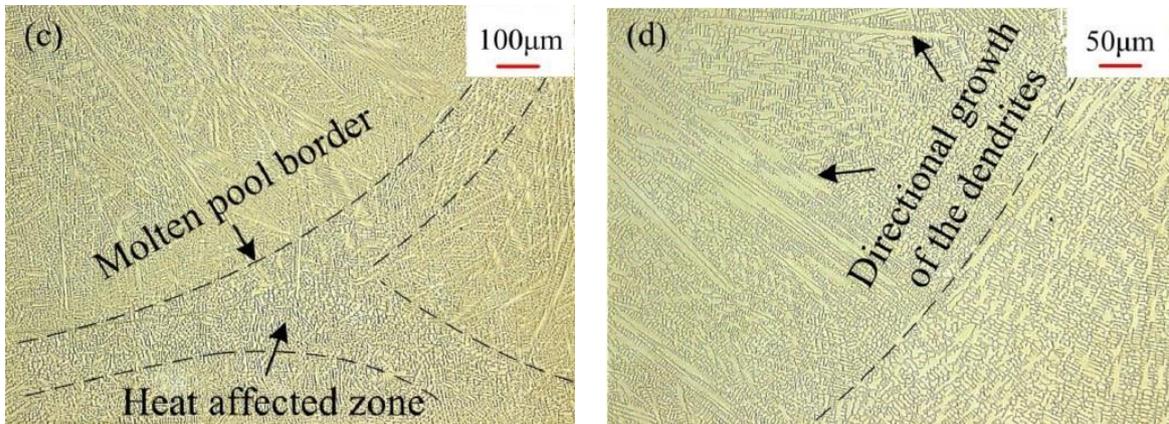


Figura 1.17: Crescita dendriti dal centro del meltpool [27]

La composizione delle dendriti che si vengono a generare è stata analizzata in vari studi e si è visto che dipende molto dalla composizione della lega e dalla velocità di raffreddamento. In particolare se il rapporto Cr_{eq}/Ni_{eq} è inferiore a 1,48 si ha una solidificazione di austenite come fase primaria mentre la δ ferrite come fase secondaria situata negli spazi interdendritici. Ciò porta ad avere quindi una struttura Duplex dell'acciaio 316L ottenuto per AM.

Altro fattore che fa variare la struttura derivante è la velocità di raffreddamento in quanto se si hanno elevate velocità di raffreddamento e un basso rapporto Cr_{eq}/Ni_{eq} , a causa della mancanza di redistribuzione dei soluti, si ottiene una struttura monofasica austenitica. Mentre se si hanno più basse velocità di raffreddamento (10^3 - 10^4 K/s) si ha una struttura Duplex che porta a una solidificazione primaria dendritica di austenite con la ferrite δ che si forma dal rimanente fuso fra le dendriti austenitiche.

Questa variazione nella microstruttura porta anche a una variazione nelle proprietà meccaniche del materiale. Innanzitutto è presente una variazione maggiore all'interno dei campioni in esame data la variazione di microstruttura fra parte inferiore (vicino al substrato) e parte superiore. Si ha anche una dipendenza delle proprietà meccaniche dai parametri di processo e in particolare si ha un abbassamento del carico di snervamento e dell'UTS con l'aumento della potenza del laser e con la diminuzione della velocità di scansione.

In generale si ottengono delle microdurezze lievemente superiori rispetto al 316L prodotto con tecniche tradizionali. Questo è dovuto a una maggiore frammentazione della microstruttura data la presenza di ferrite δ che interponendosi interdendriticamente fra l'austenite impatta sia aumentando la densità di dislocazioni e sia inducendo stress residui.

Per quanto riguarda il carico di snervamento (σ_y) e il carico massimo (UTS) generalmente il materiale ottenuto tramite tecniche AM è maggiore rispetto allo stesso prodotto con tecniche tradizionali dovuto generalmente dalla microstruttura fine ottenibile con le tecniche di AM dovuto all'alta velocità di raffreddamento nella solidificazione del materiale; tuttavia ciò impatta sull'andamento dell'allungamento e della duttilità diminuisce in quanto nei materiali prodotti tramite AM rispetto a quelli prodotti con tecniche tradizionali.

L'aumento del carico di snervamento e del carico massimo, e di conseguenza la diminuzione della duttilità e dell'allungamento, è anche attribuito alla presenza della fase ferritica in quanto va a affinare il grano di austenite e aumento così il numero di bordi di grano.

In Tabella 1.2 sono confrontati i valori di durezza, carico di snervamento (σ_y), UTS, allungamento e duttilità di un acciaio 316L prodotto sia tramite tecnica DED sia per lo stesso prodotto con tecniche convenzionali.[29]

Tabella 1.1 Tecniche PBF e materiali utilizzati[29]

AISI 316L	HV	σ_y (MPa)	UTS (MPa)	Tensile elongation (%)
Prodotto tramite DED	164-350	274-448	430-970	7-42
Prodotto tramite colata	215-225	241-365	586-596	50-70

1.3 Stress Residui

Gli stress residui o tensioni residue sono tutte quelle tensioni che sono presenti all'interno di un materiale in assenza di applicazioni di carichi di qualsiasi genere. Tipicamente questi stress sono delle tensioni auto-equilibranti perciò ci saranno delle zone sottoposte a trazione e altrettante zone sottoposte a compressione in modo che la risultante delle forze e dei momenti di tutti gli stress residui presenti all'interno dell'intero volume sia pari a zero.

Gli stress residui vengono generati in qualsiasi processo di formatura ma spesso questi vengono trascurati e ignorati e si giunge a rottura del componente in maniera inaspettata.

Gli stress residui si verificano nel momento in cui ci sono delle regioni adiacenti di materiale che sono deformate in maniera elastica o in maniera plastica in modo inomogeneo. Ciò genera quindi delle deformazioni incompatibili e il materiale reagisce cercando di preservarne la continuità generando gli stress residui.

La generazione di questa tipologia di stress può essere attribuita a vari fattori. Possono intervenire per cause di natura meccanica quali applicazioni di carichi elasto-plastici non omogenei, derivanti da lavorazioni meccaniche; cause di natura termica quali processi di formatura, trattamenti termici, metodi di giunzione che generano delle espansioni termiche non uniformi nel materiale; e cause di natura chimico-strutturale dovuti da passaggi di fase o da precipitazione di seconde fasi.

Tipicamente gli stress residui vengono classificati in funzione delle dimensioni caratteristiche che questi occupano nel componente e si suddividono in Tipo I, Tipo II e Tipo III. La tipologia I è rappresentata dai macrostress residui che si sviluppano in dimensioni che sono superiori o dell'ordine dei mm, gli stress residui appartenenti alla categoria II invece sono quelli stress che intervengono in dimensioni micrometriche e in particolare fra i vari grani mentre l'ultima categoria la III sono gli stress residui che interessano il componente in scala atomica o submicrometrica.

Gli stress residui provocano effetti sul comportamento a fatica, a rottura, resistenza a corrosione, stabilità dimensionale, stress corrosion cracking, resistenza all'interfaccia dei coating. [30]

1.3.1 Misura degli stress residui

La valutazione degli stress residui è molto complicata e molto soggettiva alla tipologia di tecnica di misura adottata.

Le misure degli stress residui si possono suddividere in metodologie distruttive e non distruttive. Le metodologie distruttive prevedono dei tagli, sezionamenti o perforazioni del materiale al fine di valutare gli stress residui mentre le metodologie non distruttive implicano misure che permettono di lasciare intatto il materiale misurato.

Le misure degli stress residui distruttive sono di tipo indiretto e consistono nella valutazione dell'entità delle deformazioni, tipicamente elastiche, che si sviluppano nel componente a seguito del taglio.

Il problema della valutazione degli stress residui è che, come accade in metodologie di misura distruttive, la misura è affetta dalla rimozione degli stress residui durante il taglio o perlomeno nei primi strati adiacenti all'utensile. Così facendo la misura è incentrata sul restante materiale e non su tutto il materiale da voler misurare quindi è necessaria una ottima progettazione matematica e di simulazione.

Le metodologie che appartengono a questa categoria di misura si differenziano per il metodo di taglio e la successiva valutazione delle deformazioni, in particolare queste possono essere rilevate o analiticamente o tramite simulazioni a elementi finiti. Il punto comune a tutte queste tecnologie di misura comunque consiste nella mancanza di una misura puntuale del materiale ma del materiale limitrofo alla zona di taglio. Mentre le varie tecnologie si differenziano per le geometrie disponibili, il sito della misura delle deformazioni rispetto alla zona del taglio, la profondità della misura e la accuratezza. Di seguito vengono semplicemente riportate le tecnologie appartenenti alle misure distruttive degli stress residui.[31]

- Splitting
- Metodologia di Stoney
- Sezionamento
- Rimozione di layer
- Hole Drilling
- Ring Coring
- Deep Hole Drilling
- Slitting
- Metodo Contour

La seconda categoria di misure per il controllo degli stress residui è la categoria dei controlli non distruttivi. Tipicamente questa classe di tecnologie basa la sua misura sulla valutazione di diffrazione e quindi consiste nella misura della distanza fra i piani atomici di materiali

cristallini e policristallini. Se è applicata una tensione di qualsiasi genere infatti ci sarà una deformazione del reticolo come risultante delle tensioni. Queste tecnologie sono spesso le più costose ma permettono una valutazione degli stress durante la vita del componente e il suo ritorno in servizio dopo la misura.

Queste tecnologie sono molto adatte alla valutazione di stress residui di tipo II e III. Le varie tecniche appartenenti a questa categoria si differenziano per la sorgente elettromagnetica usata e di conseguenza dall'accuratezza che ne deriva. Di seguito sono elencate le varie tecnologie.

- Diffrazione a raggi X
- Sincrotrone a raggi X
- Diffrazione di neutroni

Ulteriori metodi non distruttivi si basano su una differente oggetto di misura durante l'analisi come:

- Metodi magnetici
- Metodi a ultrasuoni
- Metodi termoelastici
- Metodi fotoelastici
- Metodi di indentazione

Di seguito sono mostrati in Figura 1.18 a, b, c i confronti fra le varie tecniche citate.

	Precision	Depth Penetration	Works Best For	Has Limitations With
Splitting	20–50%	Specimen thickness	Routine comparative quality control	Non-uniform and untypical stresses
Sectioning	10–30%	Specimen thickness	Specimens with more regular-shaped geometry	Challenging calculations for multiple sectioning
Stoney	5–20%	Layer thickness	Thin layers on flexible beams	Determining layer thickness accurately
Layer Removal	10–30%	Specimen thickness	Flat plates and cylinders of uniform thickness	Time consuming procedure subject to measurement drift
Hole Drilling (uniform stress)	5–20%	Up to 2 mm typically	Near surface measurements of in-plane uniform stresses	Stresses often are not uniform, max. stress = 70% of yield
Hole Drilling (stress profile)	10–30%	Up to 2 mm typically	Near surface measurements of in-plane stress profiles	Sensitivity to noisy data, max. stress = 70% of yield
Deep Hole	5–15%	Specimen thickness	Large components	Now done only by specialists and compromised by plasticity
Slitting	5–20%	Specimen thickness	1-D perpendicular stress in prismatic shaped specimens	Stresses that are non-uniform across width

Figure 1.18 a: Confronto tecniche di analisi stress residui[31]

Contouring	5–20%	Specimen X-section	2-D perpendicular stress in prismatic shaped specimens	Requires very accurate cutting, not good for near-surface
X-ray Diffraction	~20 MPa	<0.03 mm	Near surface measurements on crystalline materials	Variations in grain structure and surface texture
Synchrotron Diffraction	~50 MPa	> 5 mm	Deeper non-destructive measurements than X-ray	Requires synchrotron radiation source and zero stress reference
Neutron Diffraction	~50 MPa	25 mm steel 100 mm Al.	Deeper non-destructive meas. than synchrotron	Requires neutron radiation source and zero stress reference
Magnetic BNA	>25 MPa	1 mm	Ferromagnetic materials only	Requires material-specific calibration
Ultrasonic	>25 MPa	1–20 mm	Low-cost comparative measurements	Requires material-specific calibration
Thermoelastic	Qualitative	Varies	Low-cost comparative measurements	Results are not quantitative
Photoelastic	10–30%	Specimen thickness	Full-field measurements in transparent materials	Transparent materials, Results are not quantitative
Indentation	Qualitative	<1 mm	Comparative measurements	Results are not quantitative

Figure 1.18 b : Confronto tecniche di analisi stress residui[31]

Characteristics of various residual stress measurement methods. X = feature is somewhat present, XX = feature is substantially present

	Low Damage	Field Use	General Geometry	General Material	Quick, Low Cost	Quantitative	Stress Profile	Near Surface	Deep Interior
Splitting		XX		XX	XX				
Stoney	X			XX	XX	X		XX	
Sectioning			X	XX		X	XX	X	XX
Layer Removal			X	XX		XX	XX	X	XX
Hole Drilling	X	XX	XX	XX	X	XX	X	XX	
Deep Hole	X		XX	XX		XX	XX		XX
Slitting			XX	XX		XX		XX	XX
Contouring			XX	XX		XX		X	XX
X-ray Diffraction	XX	XX	XX	X	X	XX	XX	XX	
Synchrotron Diffraction	XX		XX	X		X	X		XX
Neutron Diffraction	XX		XX	X		X	X		XX
Magnetic BNA	XX	XX	XX		XX	X	XX	XX	
Ultrasonic	XX	XX	XX	XX	XX	X	XX	XX	
Thermoelastic	XX	X	X	X	X		X	X	
Photoelastic	XX	X	X		X		X		X
Indentation	X	XX	X	XX	XX		X	XX	

Figura 1.18 c : Confronto tecniche di analisi stress residui[31]

1.3.1.1 Hole Drilling

La tecnica di Hole Drilling è quella più utilizzata per la misura degli stress residui in maniera indicativa in quanto è economica, presenta una buona accuratezza e procedure standardizzate da norme. La misura non è una tecnica completamente distruttiva ma è definibile come semi-distruttiva dato che il danneggiamento del materiale è piccolo o comunque riparabile.

In generale la misura consiste nel forare il componente in esame; la rimozione del materiale porterà a una redistribuzione degli stress residui nel materiale limitrofo che genererà a sua volta delle deformazioni localizzate come mostrato in Figura 1.19. La misura di queste deformazioni porterà alla misura degli stress residui.

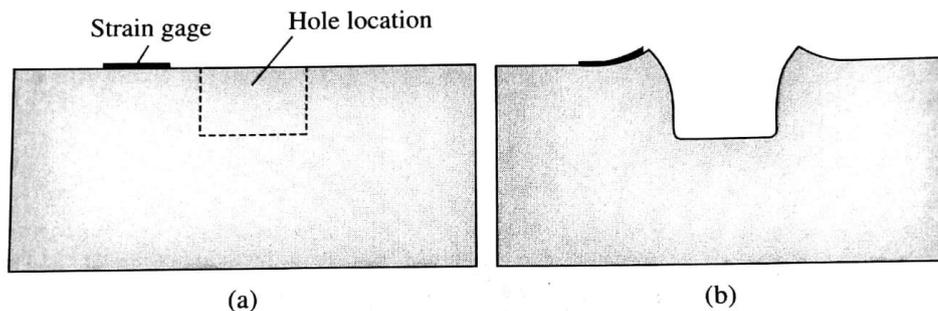


Figura 1.19: Schematica sezione delle misure di hole drilling (a) prima della creazione del foro e (b) dopo la creazione del foro [31]

L'acquisizione delle deformazioni avviene tramite delle rosette estensimetriche normate. Le rosette estensimetriche possono essere di tre tipologie A, B, C come mostrate in Figura 1.20 che permettono di identificare le tre componenti delle tensioni del piano cioè σ_x , σ_y e τ_{xy} .

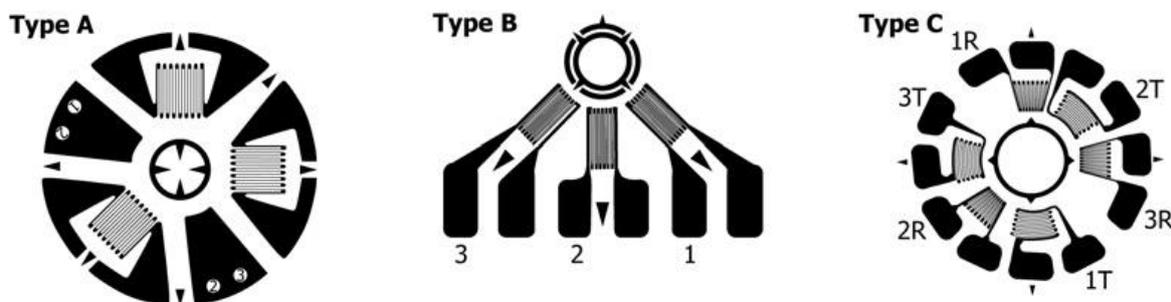


Figura 1.20: Tipologie di rosette estensimetriche [32]

Dopo aver preparato la superficie e aver incollato le rosette estensimetriche come mostrato da G.S. Schajer è possibile eseguire la misura vera e propria.[31]

Il foro viene eseguito tramite delle punte diamantate o in carburo di tungsteno di vario diametro come mostrato in Figura 1.21. La scelta delle varie punte verte sul tipo di materiale da analizzare e dalla geometria del campione in esame.

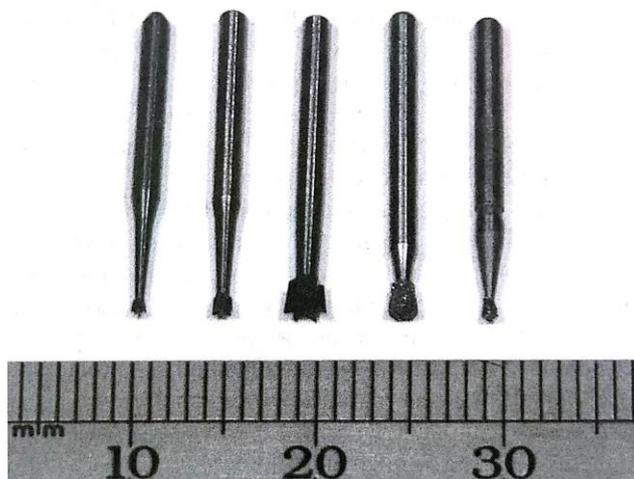


Figura 1.21: Esempi di punte per la realizzazione del foro [31]

Per l'ottenimento dei risultati sono necessari delle formulazioni matematiche riportate nella norma ASTM E837-08.[32]

L'output dell'analisi consiste in un grafico riportante la tensione in funzione della profondità del foro che da indicazione dell'entità degli stress residui presenti all'interno del materiale in esame.

1.4 Trattamenti Termici

I trattamenti termici sono dei particolari cicli temperatura-tempo o successioni di operazioni ai quali si sottopongono le leghe metalliche, al fine di ottenere delle specifiche microstrutture e, di conseguenza, determinate caratteristiche in termini di prestazioni (es. deformazione plastica, resistenza meccanica, resilienza, ecc.). Tutti i trattamenti termici si suddividono in tre stadi principali: Preriscaldamento (o salita), Mantenimento a una certa temperatura e Raffreddamento (o discesa).

Si possono distinguere due tipi di trattamento termico: sul grezzo e sul finito. I trattamenti termici sul grezzo avvengono in aria libera (o atmosfera non controllata) e si eseguono su pezzi semilavorati che devono ancora subire le lavorazioni meccaniche. In questo tipo di trattamenti non interessa evitare ossidazione superficiale e decarburazione, in quanto essa si verificherà in strati superficiali che saranno sicuramente asportati dalle lavorazioni meccaniche successive.

Nei trattamenti termici sul finito, invece, si vuole preservare la zona superficiale, in quanto essa sarà al massimo interessata da successive operazioni di finitura (quali ad esempio la rettifica). Tali trattamenti vengono, per questo motivo, eseguiti in atmosfera controllata.

Tipicamente i trattamenti termici effettuati su componenti prodotti per AM sono delle Ricotture di Omogeneizzazione.

La ricottura è un trattamento termico sul grezzo e ha come scopo l'addolcimento dell'acciaio per renderlo adatto alle lavorazioni meccaniche che dovrà subire, l'eliminazione delle tensioni residue e l'annullamento degli effetti delle lavorazioni precedenti.

Tipicamente si definisce con ricottura la cosiddetta ricottura completa che consiste nel riscaldare l'acciaio fino alla temperatura di austenitizzazione, una permanenza a tale temperatura in funzione delle dimensioni del pezzo e un lento raffreddamento in forno fino a 200-100°C. In Figura 1.22 è rappresentato il tipico ciclo termico della ricottura completa.[33]

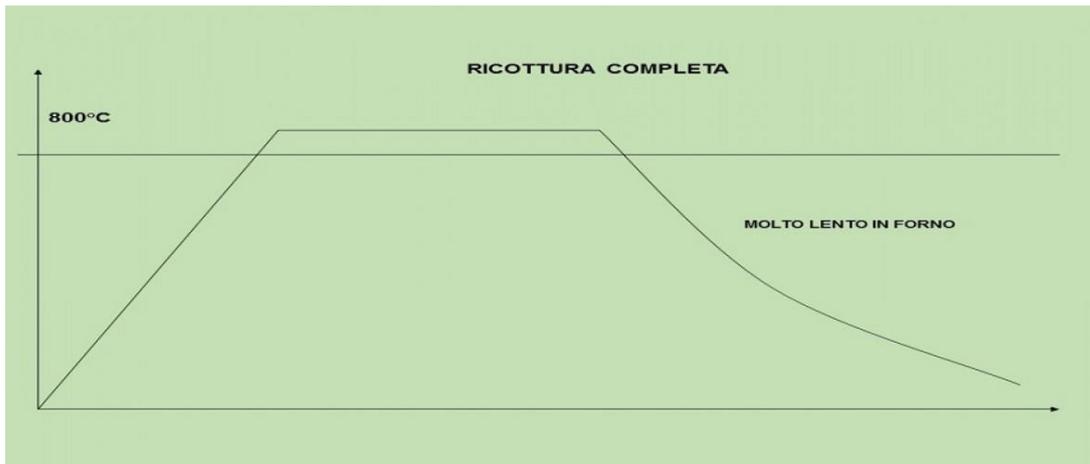


Figura 1.22: Ciclo termico di una ricottura completa[33]

Data la bassa economicità del processo e i lunghi tempi di mantenimento e raffreddamento esistono altre tipologie di ricottura quali la subcritica, la isoterma che tendono a ridurre o la temperatura di riscaldamento o i tempi di mantenimento e di raffreddamento. [21]

Una tipologia di ricottura che verrà utilizzata nell'attività sperimentale è la ricottura di omogeneizzazione.

La ricottura di omogeneizzazione si differenzia dalla ricottura completa per il maggior tempo di mantenimento in temperatura del componente all'interno del forno di trattamento. In tal modo si riesce a ottenere una rigenerazione del grano cristallino e quindi una omogeneizzazione della struttura cristallina del materiale in modo da renderla il più possibile uniforme in tutto il materiale. In Figura 1.23 è mostrato un esempio di ciclo termico della ricottura di omogeneizzazione.

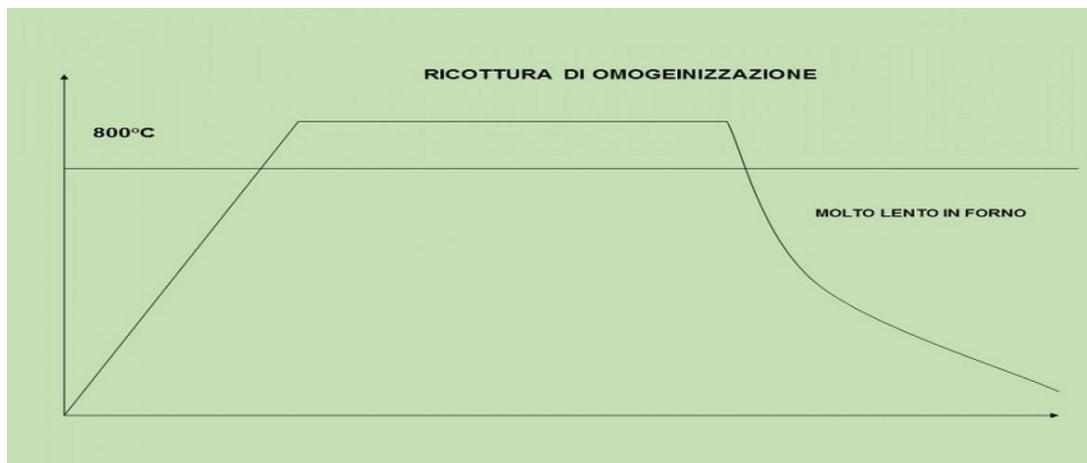


Figura 1.23: Ciclo termico di una ricottura completa[34]

2. Materiali e metodi

2.1 Macchina DED

La produzione dei campioni analizzati in questo lavoro di tesi è avvenuta tramite un prototipo di macchina DED realizzato da Prima Industrie S.p.A. Il prototipo è stato realizzato integrando vari setup strumentali esistenti quali:

- Testa di deposizione e sistema di alimentazione della polvere prodotte dalla Optomec
- Laser YLS-3000 realizzato da IPG Photonics
- Sistema di controllo computerizzato prodotto da Prima Electro in grado di gestire la testa di deposizione, il laser e l'avvio e la modifica dei linguaggi macchina necessari alla deposizione.

Il prototipo utilizzato è mostrato in Figura 2.1.



Figura 2.1: Prototipo macchina DED prodotto da Prima Industrie S.p.A.

La testa di deposizione utilizzata nel prototipo, prodotta presso la Optomec, è schematizzata in Figura 2.2a. Dato che lavora a potenze superiori ai 200W essa presenta oltre agli ugelli di deposizione e al manifold block un sistema di raffreddamento a acqua. Dalla testa di deposizione vengono iniettate le polveri da 4 ugelli radiali e, dopo che queste hanno incontrato il fascio laser derivante da un foro centrale, giungono a fusione e vengono depositate sul piano di lavoro. Un esempio di testa di deposizione riportante i vari ugelli per le polveri e per il fascio laser con annessi i vari sistemi di raffreddamento ad acqua è mostrato in Figura 2.2b.

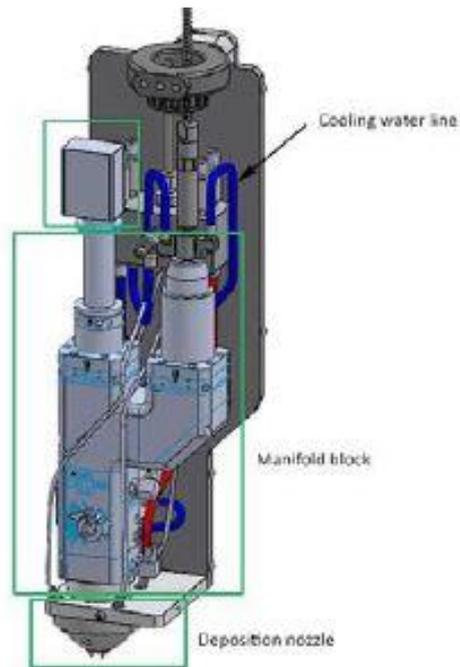


Figura 2.2a: Schema della testa di deposizione Optomec



Figura 2.2b: Zoom ugelli testa di deposizione

Il fascio laser che servirà alla fusione delle polveri, trasportato tramite una fibra di processo alla testa di deposizione, passa attraverso una lente di collimazione che ne collimerà il fascio.

Da qui a seguito di un passaggio su uno specchio diecrico, rivestito in materiale dielettrico, posto a 45° giunge al substrato passando da una lente di focalizzazione. La lente di focalizzazione focalizza il fascio, con diametro 1,3 mm, sul substrato di lavoro.

Il laser utilizzato nel prototipo in esame è prodotto da IPG Photonics. È un YLS-3000, mostrato nello specifico in Figura 2.3, e in particolare è un laser in fibra drogato a ioni di Yb in grado di raggiungere potenze inferiori ai 3 kW. È inoltre presente un chiller allo scopo di regolare in maniera opportuna la temperatura di utilizzo.



Figura 2.3: Laser YLS-3000 IPG Photonics

All'interno della testa di deposizione è presente un complesso denominato manifold block che ha il compito di suddividere tramite uno splitter le polveri, derivanti dal cosiddetto powder feeder, e contenere il sistema di raffreddamento e del gas protettivo. Al fine di una ottimale deposizione è necessario conoscere la distanza fra gli ugelli e la superficie del substrato di deposizione in quanto il fuoco delle polveri deve essere localizzato sul piano di lavoro. Tale distanza è definita stand-off distance.

Altro componente fondamentale del prototipo DED usato nella deposizione dei campioni in esame è il powder feeder. Il powder feeder in analisi è stato prodotto dalla Optomec ed è un sistema che permette di iniettare la polvere, attraverso un sistema di trasporto, alla testa di deposizione. Il sistema in esame è alimentato, tramite due tramogge, con polveri sferiche con una taglia granulometrica compresa tra i 36 e i 15 micron.

In Figura 2.4 è mostrato il powder feeder utilizzato costituito dalle due tramogge contenenti la polvere e da un sistema di controllo manuale da parte dell'utente tramite è possibile regolare la portata di polvere in uscita dal sistema. Sono anche presenti dei sistemi di regolazione della portata del gas di trasporto e di protezione.



Figure 2.4: Powder feeder Optomec

Nelle tramogge sono presenti dei sistemi di controllo del livello della polvere contenuta all'interno e una valvola di sovrappressione che permette di operare in sicurezza al di sotto dei 10 psi.

L'immissione della polvere avviene per mezzo di giranti che aspirano la polvere e la inviano tramite il sistema di trasporto alla testa di deposizione. Tramite il sistema di controllo è possibile regolare, sia manualmente che in maniera automatica, la velocità delle giranti in modo da controllare il flusso di polvere uscente. Le velocità utilizzabili vanno dai 0 ai 24 rpm

Il powder feeder comprende anche un sistema di pressurizzazione della polvere tramite un gas inerte in modo da ridurre al minimo il contenuto di ossigeno residuo.

2.2 Polveri usate

Le polveri utilizzate per la produzione dei campioni sono prodotte da un fornitore esterno e sono delle polveri di AISI 316L pre-legate ottenute per atomizzazione in gas inerte in modo da ottenere delle particelle sferiche con composizione chimica uniforme e a basso tenore di ossigeno. Queste polveri vengono poi vagliate in modo da ottenere una distribuzione granulometrica precisa.

Nello specifico le polveri utilizzate sono state prodotte in "gas inerte" presentano una composizione riportata in Tabella 2.1 e una distribuzione granulometrica compresa fra i 50 e i 150 μm .

Tabella 2.1: Composizione delle polveri di partenza

Elemento	C	Si	Mn	P	S	N ₂	Cr	Mo	Ni
%	0.023	0.36	1.30	0.016	0.005	-	16.96	2.45	10.89

2.3 Suddivisione campioni

I campioni prodotti presso Prima Industrie S.p.A. sono dei cubi di AISI 316L con lato pari a 20 mm. In Figura 2.5 è mostrato sia il cubo prodotto che il substrato sul quale avviene la deposizione. Per uniformare le condizioni di deposizione fra la deposizione di un campione e del successivo si è misurata la temperatura del substrato depositando solo quando questa fosse pari alla temperatura ambiente.

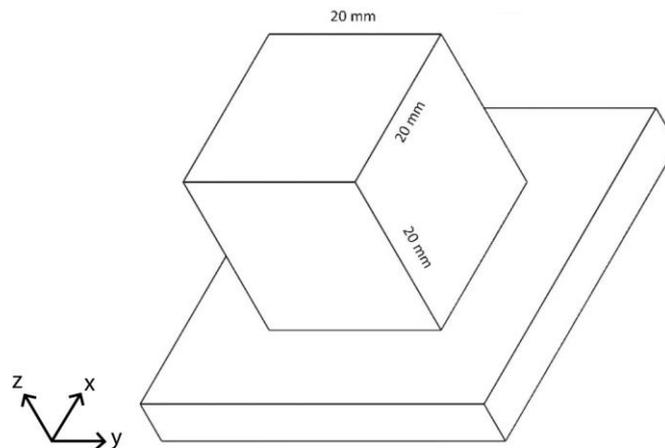


Figura 2.5: Geometria campione prodotto

Sono stati prodotti 12 campioni che si differenziano per alcuni parametri di processo e in particolare per la strategia di scansione utilizzata nella deposizione e nella tipologia di polvere utilizzata, mentre i parametri di processo tradizionali quali potenza, velocità di scansione, z-step e hatching distance mantenuti inalterati.

In particolare è possibile suddividere i campioni in due macrocategorie basate sulla tipologia di polvere impiegata nella deposizione; cioè:

- 8 campioni prodotti con polvere già utilizzata in altre deposizioni e riusata per la produzione dei campioni in esame. Per semplicità verranno definiti in seguito come prodotti con “polvere usata”
- 4 campioni prodotti con polvere vergine mai utilizzata in altre deposizioni definiti in seguito come prodotti con “polvere fresca”.

Successivamente queste due macrocategorie si differenziano fra loro per la strategia di scansione utilizzata in deposizione e in particolare:

- 4 campioni prodotti con polvere usata sono stati depositati utilizzando una strategia di scansione che ruota di 90° fra un layer depositato e il successivo, definiti come strategia 0-90
- 4 campioni prodotti con polvere usata sono stati depositati utilizzando una strategia di scansione che ruota di 60° fra un layer depositato e il successivo, definiti come strategia 0-60
- 2 campioni prodotti con polvere usata sono stati depositati utilizzando una strategia di scansione che ruota di 90° fra un layer depositato e il successivo, definiti come strategia 0-90

- 2 campioni prodotti con polvere usata sono stati depositati utilizzando una strategia di scansione che ruota di 60° fra un layer depositato e il successivo, definiti come strategia 0-60

Ciascun campione è stato nominato attraverso un numero che dipende dall'ordine di deposizione usato nella macchina.

Terminata così la produzione, ciascun campione è stato inizialmente tagliato dal substrato in modo da avere i singoli campioni e successivamente sono stati sezionati in corrispondenza della metà della base (piano xy) come mostrato in Figura 2.6 dalla linea rossa in modo da ottenere 2 provini uno necessario alla valutazione degli stress residui e l'altro necessario alla valutazione di porosità, microstruttura e microdurezza. I tagli sono stati effettuati tramite tecnologia EDM presso un'azienda esterna al Politecnico.

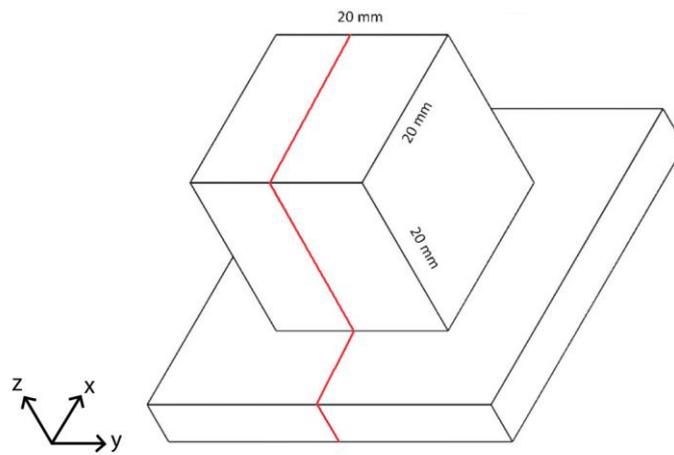


Figura 2.6: Rappresentazione zona interessata dal taglio EDM

La misurazione degli stress residui è stata valutata in 2 punti della sezione xz, uno in prossimità della piattaforma (punto B indicato con freccia in Figura nell'immagine di destra) e uno più in alto lungo la direzione z di deposizione (punto A indicato con freccia in Figura nell'immagine di destra). In Figura 2.7 è mostrato una rappresentazione schematica del taglio e dello scopo delle due superfici create.

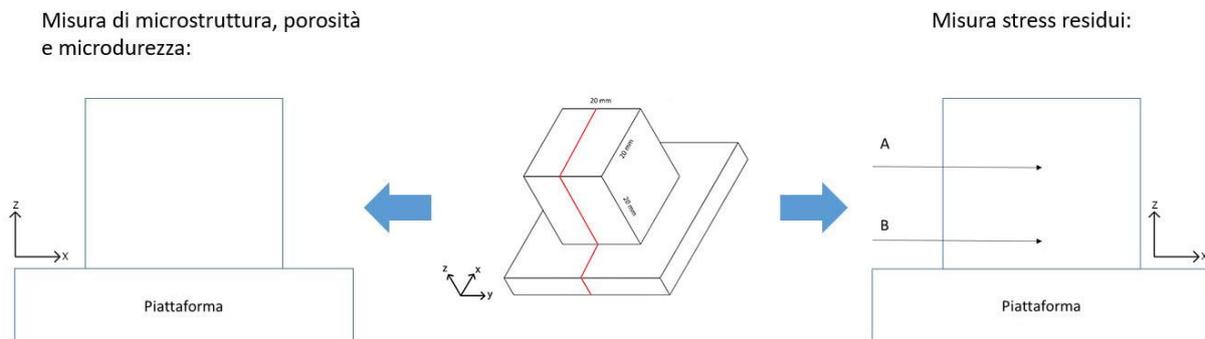


Figura 2.7: Schematizzazione tagli EDM con relative misure sulle metà così create

2.4 Analisi microstrutturale

Per la caratterizzazione microstrutturale dei campioni in analisi è stato necessario inizialmente effettuare una attenta lucidatura passando con carte abrasive e paste diamantate (3-1 μm); ottenuto così un campione lucidato a specchio è stato possibile osservare al microscopio ottico le porosità e ossidi presenti nel campione. Infine a seguito di un attacco acido sulla superficie si è riusciti a valutare la microstruttura del materiale in esame.

2.4.1 Lucidatura delle superfici

Al fine di ottenere una corretta analisi della microstruttura attraverso il microscopio ottico è necessario lucidare la superficie dei campioni in analisi.

La lucidatura effettuata sui campioni è una lucidatura meccanica e consiste nell'asportazione di materiale dalla superficie del pezzo per mezzo di carte abrasive.

Le carte abrasive utilizzate sono delle carte di SiC con grana differente. Si parte con una grana del SiC grossolana e infine dopo vari passaggi si giunge a una grana più fine. Le grane vengono identificate da un numero, e in particolare se il numero rappresentante la carta è basso indica una grana grossolana e viceversa se il numero è alto si intende una grana fine.

Per la lucidatura dei componenti in esame si sono utilizzate delle carte con grana 180 - 4000.

Una volta effettuata la sequenza di operazioni utilizzando le carte in ordine crescente di numero si può passare a una lucidatura meno invasiva sul materiale che porta ad avere il cosiddetto aspetto "a specchio".

Si procede così con l'utilizzo di paste diamantate a varie granulometrie dell'ordine dei micron. Quest'ultima fase della lucidatura può prevedere anziché l'utilizzo di paste diamantate delle sospensioni, ad esempio di silice, atte in egual modo al rendere la superficie "a specchio".

2.4.2 Analisi della porosità

Per l'analisi della porosità che si ottiene dal processo produttivo si sono analizzate varie micrografie del campione appena lucidato tramite l'utilizzo del software NIH ImageJ in grado di valutare la percentuale di area occupata dalle zone scure (ossidi o pori) in ogni micrografia.

La sequenza di operazioni per giungere alla valutazione della porosità tramite NIH ImageJ è:

- Aprire l'immagine nel programma (Figura 2.8a)

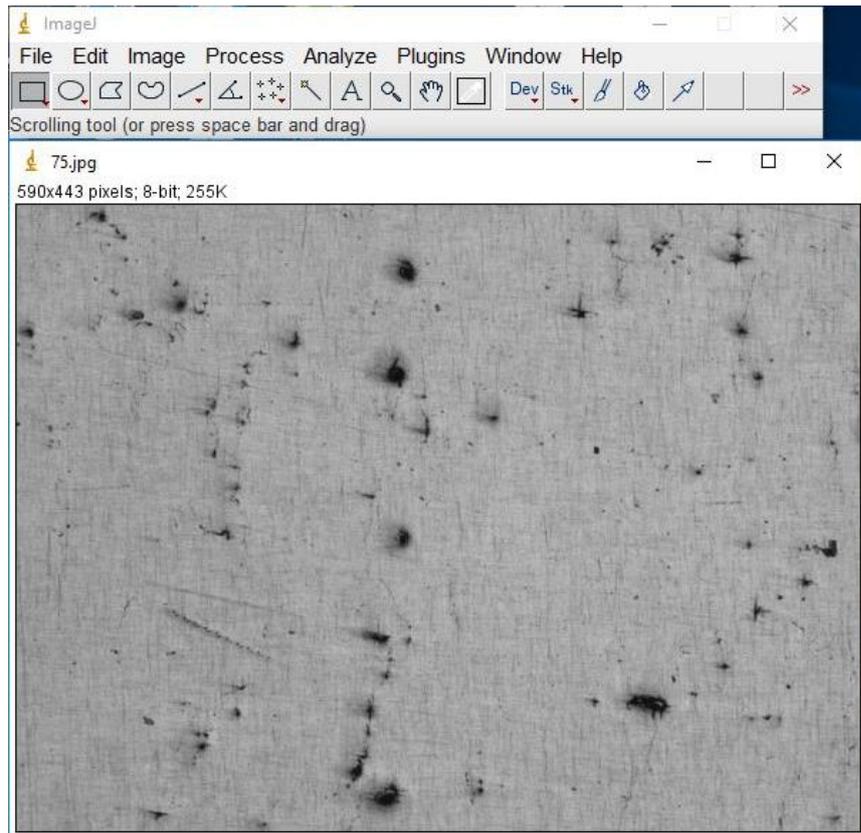


Figure 2.8a

- Selezionare le porosità tramite la soglia sul programma (Figura 2.8b)

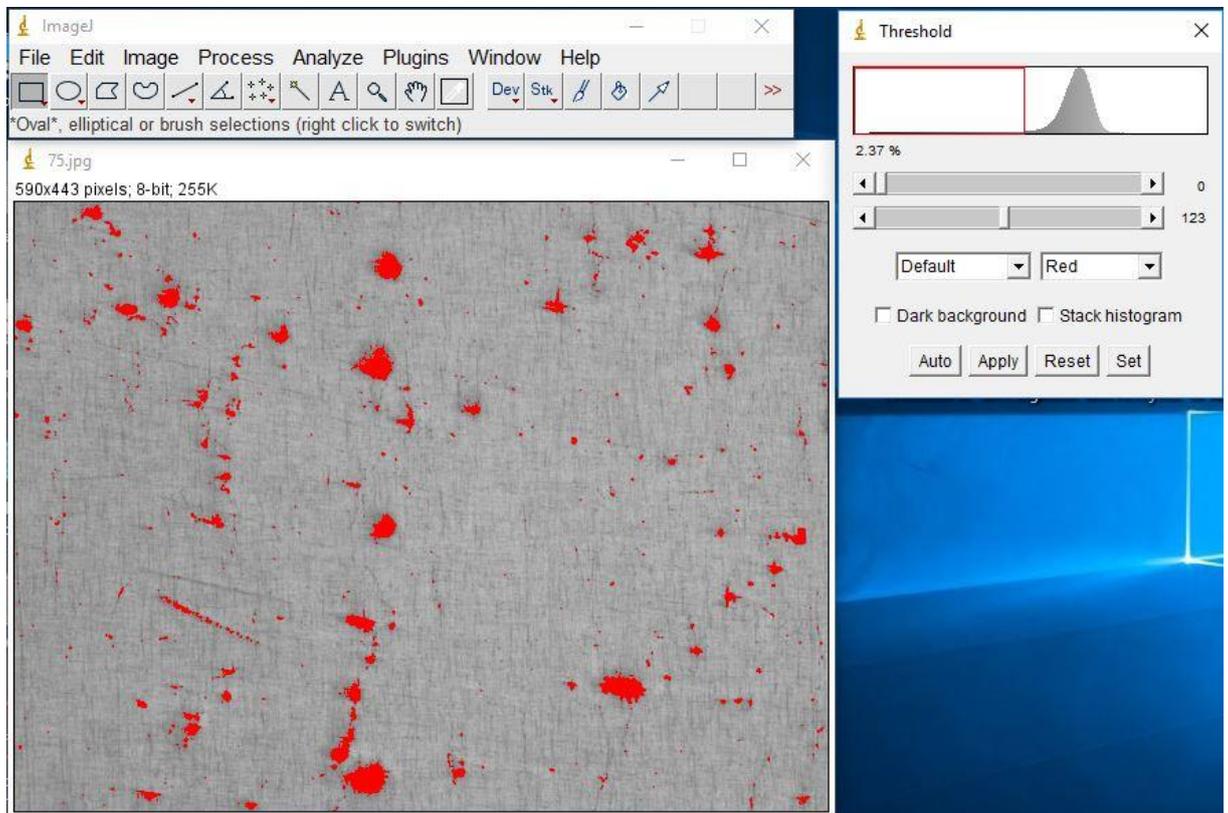


Figure 2.8b

- Applicare la conversione e si ottiene la percentuale di area occupata dalle porosità nell'immagine (Figura 2.8c)

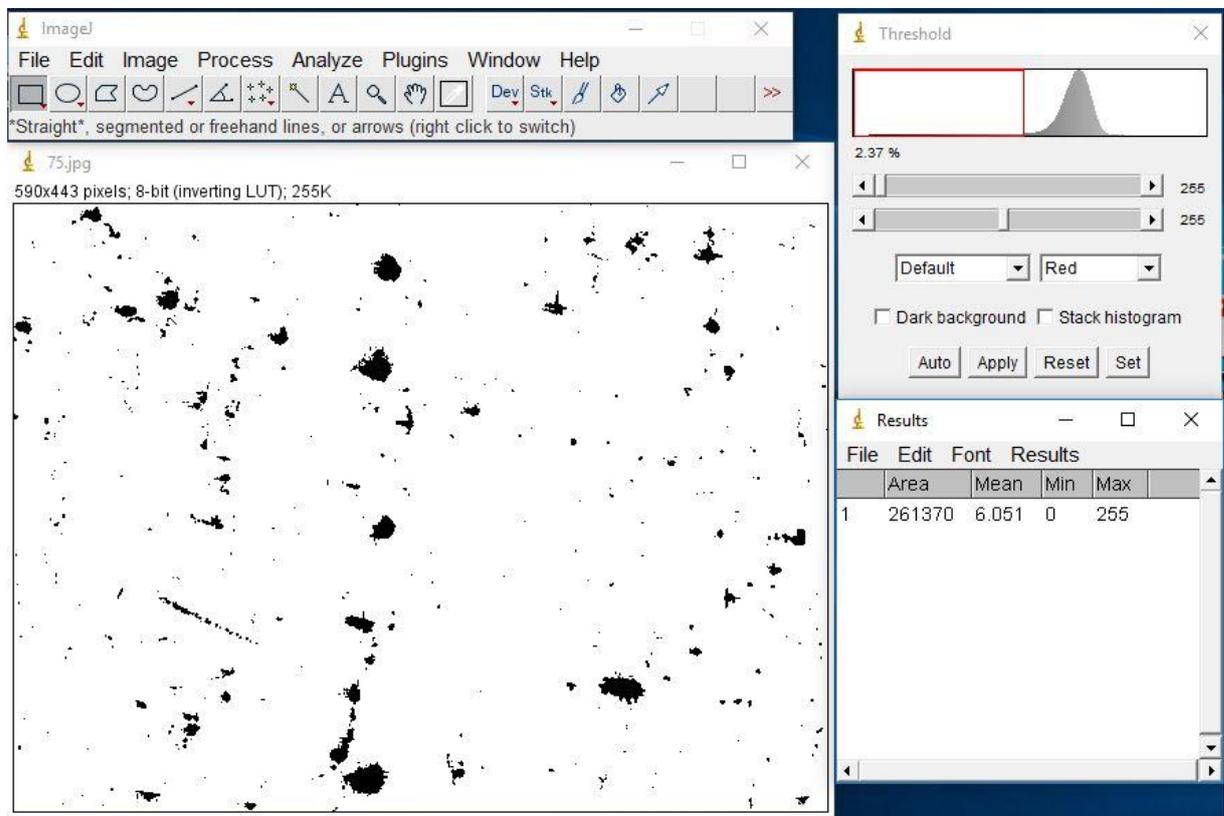


Figure 2.8c

Le micrografie sono state prese al microscopio ottico a due diversi ingrandimenti, 50X e 100X. Per ogni micrografia si è segnata la posizione all'interno del campione. Si sono così ottenute circa 20 immagini a 50X e circa 40 immagini a 100X di ogni campione.

Una volta ottenuta, per ogni micrografia, una valutazione dell'area percentuale occupata dalle difettosità è stato possibile, tramite l'utilizzo del software Origin costruire una mappa delle difettosità ottenuta in un campione.

Nel dettaglio si sono analizzate le micrografie ottenute all'ingrandimento 100X, tenendo conto della posizione di queste nel campione. Successivamente riportando sia le coordinate delle micrografie prese, rispetto alla sezione analizzata, e sia la percentuale di area occupata dalla difettosità è stato possibile ottenere un grafico bidimensionale riportante sulla sezione del campione delle curve di livello che raffigurano la percentuale di difettosità nelle varie zone.

In particolare, dato che i campioni analizzati sono dei cubetti di dimensione 20 mm, sezionati al centro per la valutazione della microstruttura e delle porosità, si è suddiviso il campione in altezza in 10 livelli e sono state analizzate 10 micrografie per ogni livello. Si è così ottenuto un totale di 100 micrografie.

2.4.3 Attacco acido

Per una corretta visione della microstruttura del materiale è necessario esporre il campione a una soluzione acida in modo da evidenziarne la tipologia di fasi presenti.

In questo lavoro di tesi è stata utilizzata come soluzione acida la soluzione di Kalling. Questa è una soluzione di acido cloridico, etanolo e cloruro di rame.

Le dosi per l'ottenimento di 200 ml di soluzione sono: 100 ml di HCl, 100 ml di CH₃CH₂OH e 5g di CuCl₂.

I vari campioni sono stati esposti alla soluzione per immersione per un tempo pari a 7 secondi.

2.4.4 Analisi microstruttura

Dopo aver preparato in maniera ottimale il campione, a seguito di lucidatura e attacco acido è possibile osservarne la microstruttura tramite un microscopio ottico e uno stereomicroscopio. Lo stereomicroscopio è un microscopio ottico composto o doppio che porta a una visione stereoscopica del campione.

Questo presenta bassi ingrandimenti (da 8 a 45X) ed è composto da due sistemi ottici identici che sono collegati in modo da formare un angolo, definito di stereo, di circa 15° e si ottenga lo stesso punto assiale per i due sistemi. In questo modo è possibile avere una immagine tridimensionale dell'oggetto in analisi, un maggiore campo visivo e di conseguenza una visione d'insieme del campione al prezzo però di avere una bassa risoluzione dell'immagine. [35]

Lo stereomicroscopio utilizzato in questo lavoro sperimentale è un Leica EZ4W mentre il microscopio ottico è un Leica DMI 5000 entrambi sono mostrati in Figura 2.9 rispettivamente sinistra e destra.



Figura 2.9: A sinistra stereomicroscopio Leica EZ4W, a destra OM Leica DMI 5000

Al fine di identificare le fasi presenti e avere delle immagini a più alti ingrandimenti è stato utilizzato un microscopio elettronico a scansione e un sistema di spettroscopia EDS. Il SEM, utilizzando come strumento di analisi un fascio elettronico anziché una sorgente luminosa, presenta un più elevato potere risolutivo rispetto al microscopio ottico. Il SEM utilizzato nel presente lavoro è un Phenom XL come mostrato in Figura 2.10 integrato con il sistema a spettroscopia EDS.



Figura 2.10: SEM Phenom XL

2.5 Microdurezza Vickers

In metallurgia per durezza s'intende la resistenza che un materiale oppone alla penetrazione di un materiale più duro secondo una compressione localizzata. La durezza di un corpo è inversamente proporzionale alla misura delle dimensioni dell'impronta prodotta da un penetratore. I vari metodi di misura utilizzati si differenziano per la forma dei penetratori (sfera, cono o piramide), un esempio in Figura 2.11, e per le condizioni di prova.

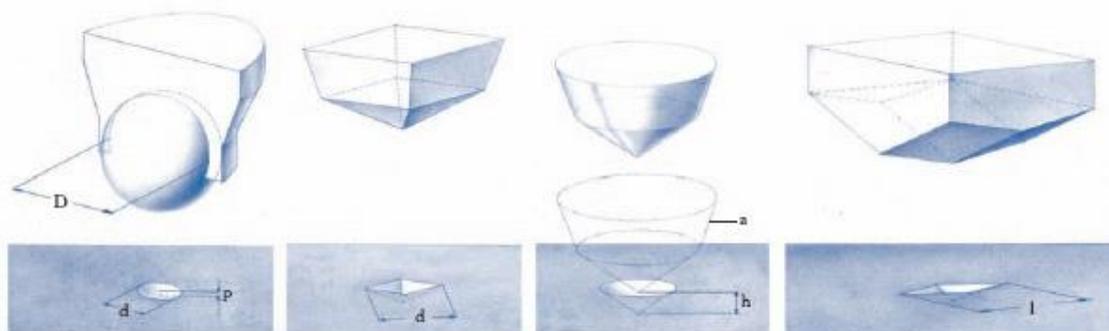


Figura 2.11: Esempio di penetratori[36]

Il Microdurometro Vickers è sostanzialmente un penetratore, costituito da un diamante tagliato a piramide quadra con un'apertura di 136° (Figura 2.12), sul quale viene applicato un piccolo carico (da cui il termine microdurometro).

La misura dell'area dell'impronta lasciata dal penetratore consente di stimare la durezza del metallo a campione. La microdurezza Vickers (HV) è, infatti, calcolata secondo la seguente formula:

$$HV = 1.854(F/d_1 \cdot d_2),$$

dove F è il carico applicato (misurato in chilogrammi-forza) e d1 e d2 le diagonali misurate (misurate in millimetri).

La lettura e misurazione (al microscopio o automatizzata nello strumento stesso) delle diagonali del rombo derivante dall'impronta lasciata dal penetratore permette di definire secondo semplici calcoli specifici, in funzione del carico applicato, il valore di durezza HV. L'adeguata preparazione del provino è un elemento imprescindibile per effettuare una corretta misurazione in quanto è necessaria una scarsa rugosità della superficie ottenibile almeno con una carta abrasiva 4000. La misura della diagonale è fatta con un microscopio ottico che automaticamente si sovrappone ad essa.

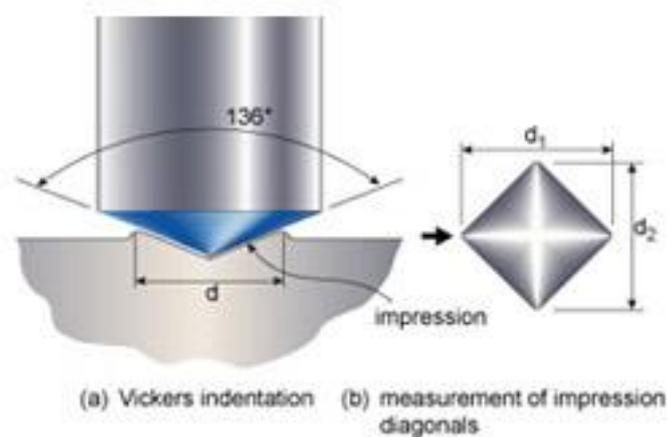


Figura 2.12: Indentatore e impronta microdurezza Vickers[37]

Le analisi di microdurezza sono state effettuate presso il Politecnico di Torino, sede di Alessandria. Il microdurometro utilizzato è un Leica VMHT riportato in Figura 2.13 e per le prove è stato utilizzato un carico di 300g con un tempo di applicazione del carico pari a 15 secondi.



Figura 2.13: Microdurometro Leica VMHT

2.6 EDM

Un'importante tecnica per rimuovere i provini dalla base di lavorazione è l'Electrical Discharging machining o Elettroerosione (EDM). Questa tecnica venne scoperta negli anni 40' durante dei test sull'usura patita dai contatti elettrici: se infatti i contatti venivano immersi nell'olio, per diminuirne l'usura (provocata dalle scintille), si otteneva il risultato opposto[38].

Da lì venne sviluppato il concetto dell'elettroerosione come tecnologia produttiva: un elettrodo viene collegato tramite un alimentatore di corrente al pezzo da lavorare creando una differenza di potenziale tra i due. Il tutto viene inserito in una vasca riempita da un liquido dielettrico (generalmente olio) in modo che non appena la d.d.p. sia sufficientemente alta si inneschi un breakdown dielettrico con la scarica di una scintilla che erode il pezzo da lavorare. Il processo avviene poiché, a seguito della scarica capacitiva, una piccola porzione di dielettrico vaporizza, si ionizza e crea un arco elettrico; a causa dell'elevata temperatura della scintilla una piccola porzione del manufatto fonde e vaporizza, lasciando una rugosità superficiale anche molto elevata[39]. Proprio per questo motivo questa tecnologia viene usata in modo estensivo per la realizzazione di stampi e di manufatti in cui la rugosità superficiale un parametro fondamentale.

Il processo può essere realizzato anche tramite l'utilizzo di un filo conduttore, che funge da catodo, diventando il wire EDM o WEDM. In questo caso il processo può essere considerato

simile a un taglio con nastro tradizionale ma con una finitura superficiale migliore e senza il riscaldamento del pezzo da lavorare.

In Figura 2.14 sono mostrate le due tecnologie precedentemente esposte.

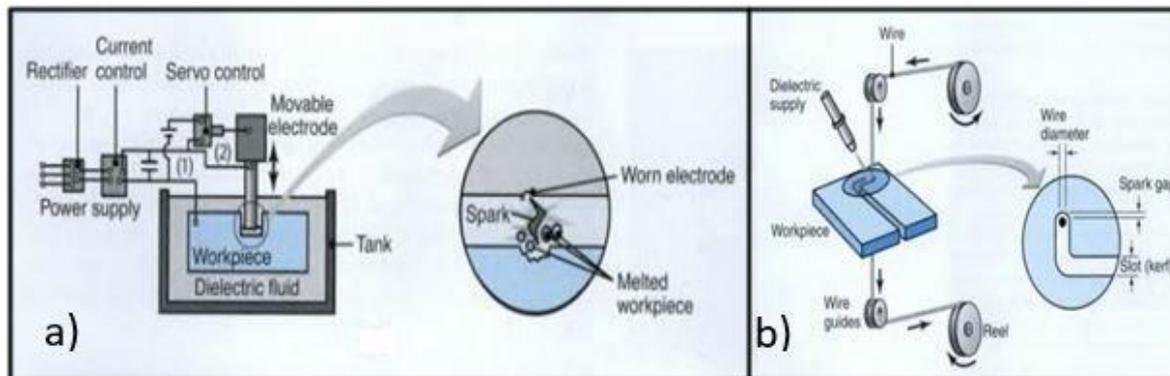


Figura 2.14: Tecnologie EDM: a) tecnica tradizionale con elettrodo e b) a nastro[40].

Questo tipo di lavorazione possiede alcune caratteristiche peculiari che le hanno permesso, negli anni, di diventare una delle principali tecniche produttive in molti settori; alcune di queste sono:

- Capacità di lavorare i metalli duri o materiali induriti, poiché essendo una tecnica di corrosione chimica non è necessario dove lavorare con utensili più duri di quelli da trattare.
- Capacità di ottenere geometrie e profili altrimenti impossibili con le tecnologie tradizionali.
- Possibilità di ottenere una rugosità superficiale variabile, dipendente dal tipo di finitura, anche molto elevata.

Ovviamente a questi vantaggi si aggiungono però degli svantaggi insolvibili e dovuti al principio fisico utilizzato; si hanno infatti basse velocità di lavorazione (rispetto a un classico processo di machining) e un'elevata usura dell'utensile. Gli elettrodi sono generalmente costituiti da grafite ma se ne possono utilizzare anche di ottone, rame o leghe di rame-tungsteno. Vengono prodotti tramite classiche tecnologie di formatura (getto, metallurgia delle polveri, CNC, ecc.)[40]. In recenti studi si è analizzata la correlazione tra questa tecnologia e la formazione di un white layer in campioni di AISI 316L SS prodotti tramite tecnologie di manifattura additiva. Questo white layer corrisponde alla zona fusa e possiede uno spessore variabile in funzione della corrente di scarica applicata. È stato visto che questo strato si suddivide a sua volta in altri 2 strati: uno strato superiore con atomi ad alti numeri atomici medi (bianchi) e uno inferiore a bassi numeri atomici medi (nero). Il primo strato è stato supposto essere materiale fuso e ri-depositato a seguito di EDM con una struttura dendritica mentre il secondo e più interno tende ad avere una struttura colonnare all'interfaccia con lo strato superiore, via via sostituita da una struttura dendritica orientata lungo il gradiente di raffreddamento termico[41].

La scelta del taglio EDM è stata effettuata in quanto questo tipo di taglio è molto meno invasivo sull'andamento degli stress residui in quanto produce solo un sottile strato fortemente tensionato che verrà rimosso nella preparazione della superficie prima di eseguire la prova di hole drilling. [31]

2.7 Hole drilling

La misura degli stress residui, come accennato nel capitolo introduttivo, viene effettuata tramite la tecnica di Hole Drilling avvenuta presso il DIGEP. Per poter effettuare le misure sono necessarie delle operazioni di preparazione del campione, incollaggio degli estensimetri e infine si può effettuare la misura vera e propria.

Lo strumento utilizzato è un SINT MTS3000 mentre gli estensimetri utilizzati sono del tipo B come sancito dalla norma ASTM E837-08 [32] e sono mostrati rispettivamente in Figura 2.15 e 2.16.

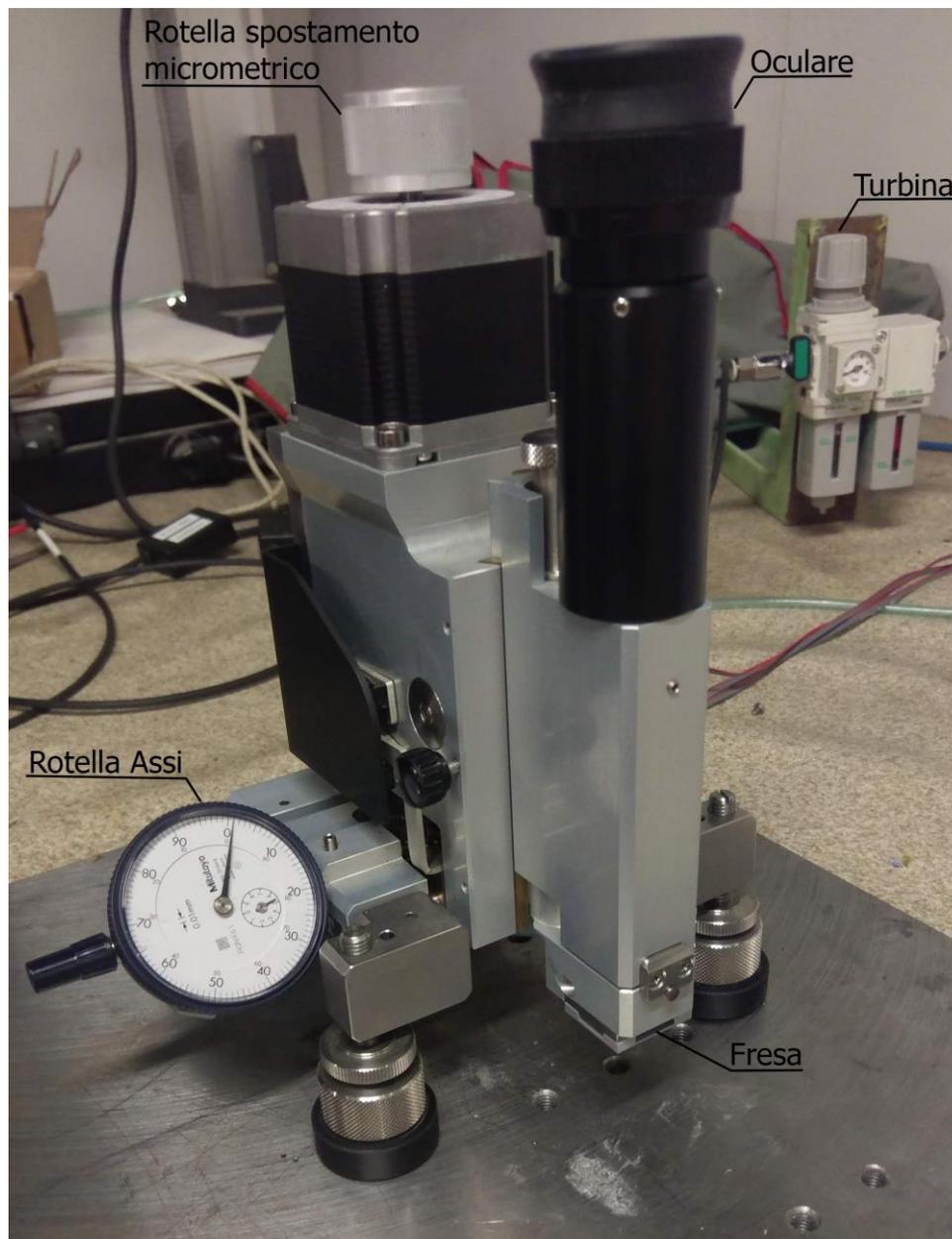


Figure 2.15: SINT MTS3000 con indicazioni dei vari componenti



Figure 2.16: Rosette estensimetriche tipo B

Di seguito è mostrato l'elenco di operazioni che porta all'ottenimento dei risultati.

- Preparazione del campione
 - Lucidatura superficiale con carta abrasiva con grana 200
 - Lucidatura superficiale con carta abrasiva con grana 400
 - Accurata pulizia della superficie con uno spray di acetone e isopropanolo. Incollaggio estensimetro
 - Riporre del nastro adesivo sull'estensimetro e rimuovere il nastro giallo dai cavi (Figura 2.17a)
 - Collocare l'estensimetro sul campione nella posizione dove verrà effettuata la misura (Figura 2.17b)
 - Sollevare il nastro adesivo con l'estensimetro (Figura 2.17c)
 - Mettere 1 goccia di accelerante BCY01 sulla superficie interessata e attendere fino a completa asciugatura (circa 30 secondi) (Figura 2.17d)
 - Porre 1 goccia di colla Z70 sull'estensimetro spandendola in modo uniforme su tutta la sua superficie (Figura 2.17d)
 - Ricollocare l'estensimetro sul campione e premere per un paio di minuti in modo che la colla faccia presa e fuoriescano eventuali bolle sulla superficie di incollaggio (per questioni di sicurezza utilizzare un foglio di Teflon per premere) (Figura 2.17e)
 - Rimuovere a peeling il nastro adesivo (Figura 2.17f)
 - Controllare con pinze polimeriche il corretto incollaggio dell'estensimetro

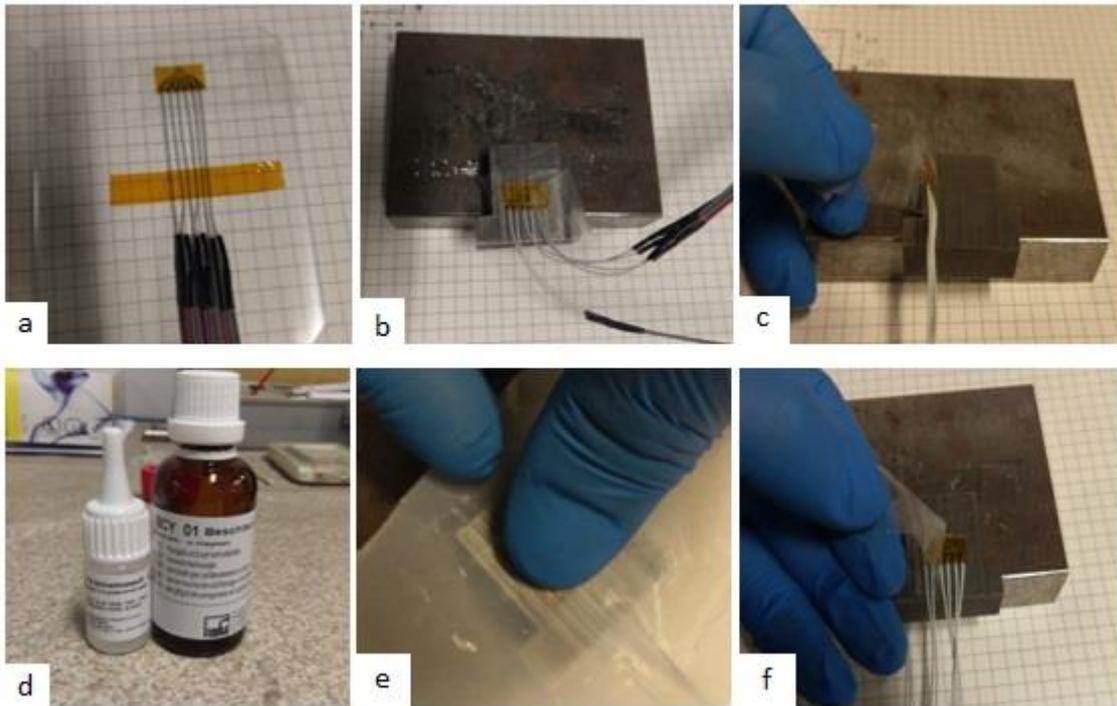


Figura 2.17: Preparazione Hole drilling

- Incollaggio cavi estensimetro

- Mettere in un contenitore 1 paletta di polvere X60 componente A e aggiungere 5 gocce di X60 componente B. Mescolare con bastoncino fino a viscosità voluta (Figura 2.18a)
- Inserire la resina bicomponente creata alla base dei cavi dell'estensimetro (Figura 2.18b)
- Lasciare indurire

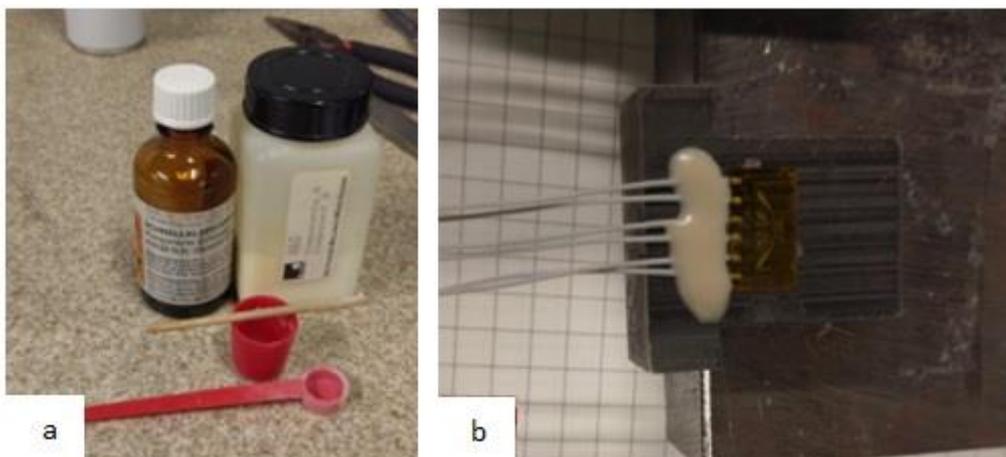


Figura 2.18: Preparazione Hole drilling

- Misure di Hole Drilling

- Valutare il corretto funzionamento dell'estensimetro tramite un tester ($R=120 \Omega$ fra i cavi)
- Incollare con la resina bicomponente il campione alla base dove si effettueranno le misure

- Collegare i cavi ai morsetti (collega il cavo dei morsetti giallo con filo rosso dell'estensimetro) come mostrato in Figura 2.19 a
- Incollare con nastro adesivo i cavi in prossimità della parte nera alla base dove si effettueranno le misure in modo da essere saldi e inamovibili durante la misurazione (Figura 2.19b)
- Centrare gli assi dell'indentatore (Livello 5 su scala graduata) e andare al minimo con la rotella dello spostamento micrometrico (Figura 2.19c)
- Avvicinare lo strumento con la punta dell'indentatore in corrispondenza del cerchio sull'estensimetro (Figura 2.19e)
- Mettere in piano lo strumento con squadretta normata
- Spostare la fresa e liberare l'oculare dello strumento
- Mettere a fuoco il cerchio sull'estensimetro e centrare gli assi che si vedono nell'oculare
- Segnare lo zero sulle rotelle dell'indentatore (Figura 2.19d)

Da qui inizia la vera e propria analisi degli stress residui. Per l'ottenimento dei risultati è stato utilizzato il software LabView che riceve come input le deformazioni misurate dagli estensimetri posti sul campione e fornisce come output un grafico riportante l'andamento delle deformazioni. La misura vera e proprio consiste nel forare il materiale tramite una fresa e misurare le deformazioni derivanti tramite gli estensimetri. Per poter effettuare la prova si utilizza una turbina in modo da liberare il foro dai trucioli. Una volta accesa la turbina è possibile procedere alla creazione del foro.

Prima di iniziare a registrare i dati è necessario forare la zona della misura dell'estensimetro in quanto essendo in materiale polimerico reagisce diversamente all'indentazione. Una volta che si è forato l'estensimetro e si è certi di misurare il campione si setta lo zero sul software e si inizia a registrare la risposta del materiale alla perforazione. Le misure vengono registrate spostandosi di 50 μ m ogni prova andando verso l'interno del campione. Si registrano così 26 misure cioè creando un foro profondo 1,3 mm dalla superficie analizzata.

Ottenuto così il foro è possibile estrarre dal materiale la fresa, spegnere la turbina e, liberando l'oculare, si procede alla misurazione delle dimensioni caratteristiche del foro appena prodotto (Figura 2.19f).

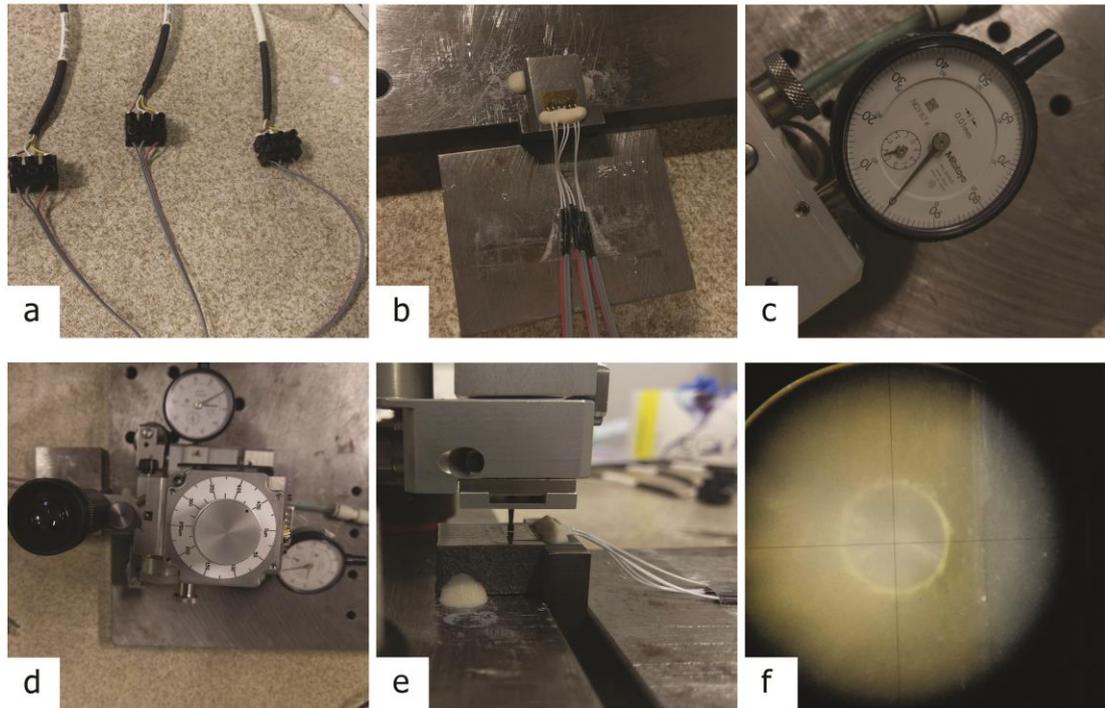


Figura 2.19: Misure Hole drilling

Per la misura delle dimensioni del foro si utilizza uno schema analogo a quello riportato in figura andando a misurare gli spostamenti verticali (y_1 e y_2 in Figura 2.20) e orizzontali (x_1 e x_2 in Figura 2.20) che si sono creati con il foro rispetto il centro degli assi dello strumento fino a giungere sulla superficie del foro.

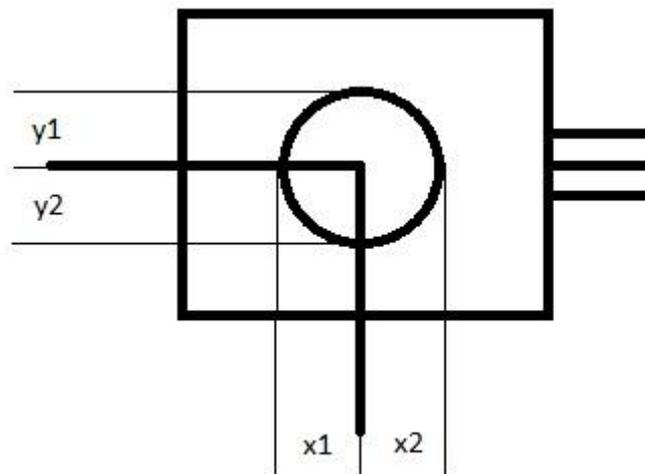


Figure 2.20: Schema di rilevazioni delle dimensioni caratteristiche del foro

Ottenuto il file di output del software riportante le deformazioni registrate durante la prova si riporta il tutto in un file di testo adatto alla lettura per il successivo software di analisi. In questo file di testo si inseriscono, oltre alla tabella contenente le deformazioni registrate a ogni profondità, il modulo elastico (E), il coefficiente di Poisson (ν) del materiale in esame e l'eccentricità del foro misurata (x_1 , x_2 , y_1 , y_2). Si apre così il file di testo appena creato nel

software Eval che permette di ottenere come output una tabella delle deformazioni, una tabella delle tensioni residue derivanti dalle deformazioni e il grafico riportante l'andamento delle tensioni nella profondità del foro di misura e quindi nel materiale.

3 Risultati

L'attività sperimentale, come precedentemente detto, ha avuto come scopo l'analisi delle porosità, microstruttura, microdurezza, e misura dell'andamento degli stress residui in campioni di AISI 316L ottenuti per DED in condizione "as built" cioè appena prodotti. A seguito di un'attenta analisi in letteratura al fine di determinare i trattamenti più consoni al caso in esame è stato possibile trattare termicamente i campioni precedentemente analizzati andando a valutare la differenza di microstruttura, microdurezza e andamento degli stress residui.

Di seguito sono spiegate le strategie applicate per l'ottenimento dei risultati successivamente mostrati.

3.1 Effetti del taglio

Una volta prodotti i campioni sono stati tagliati tramite taglio EDM e suddivisi in modo da poter essere caratterizzati come spiegato nel capitolo 2.3.

A seguito del taglio EDM si è riscontrato un problema di ossidazione superficiale in alcuni campioni. In particolare ci sono state due modalità differenti di stoccaggio dei campioni a seguito del taglio. Una prima serie è stata tagliata e a seguito del taglio le due metà così ottenute sono state mantenute separate mentre nella seconda serie di campioni che hanno subito il taglio EDM le due metà sono state legate tramite un elastico e in seguito analizzate.

Mentre nei campioni in cui le due metà sono state separate dopo aver subito il taglio non si è riscontrata una ossidazione superficiale tranne per lo stato definito "white layer" nel capitolo 2.5, nella seconda serie di campioni, quelli dove le due metà sono state stoccate tenute assieme da un elastico, si è riscontrato un'ossidazione superficiale del materiale. In Figura 3.1 è possibile vedere i campioni a seguito del taglio EDM e in particolare la differenza macroscopica dell'ossidazione superficiale fra i campioni della prima serie (campioni 10-11-13) e quelli della seconda. A tal proposito i campioni fortemente ossidati superficialmente sono stati nuovamente tagliati tramite EDM in modo da avere una superficie meno ossidata e più adatta alla misura degli stress residui.

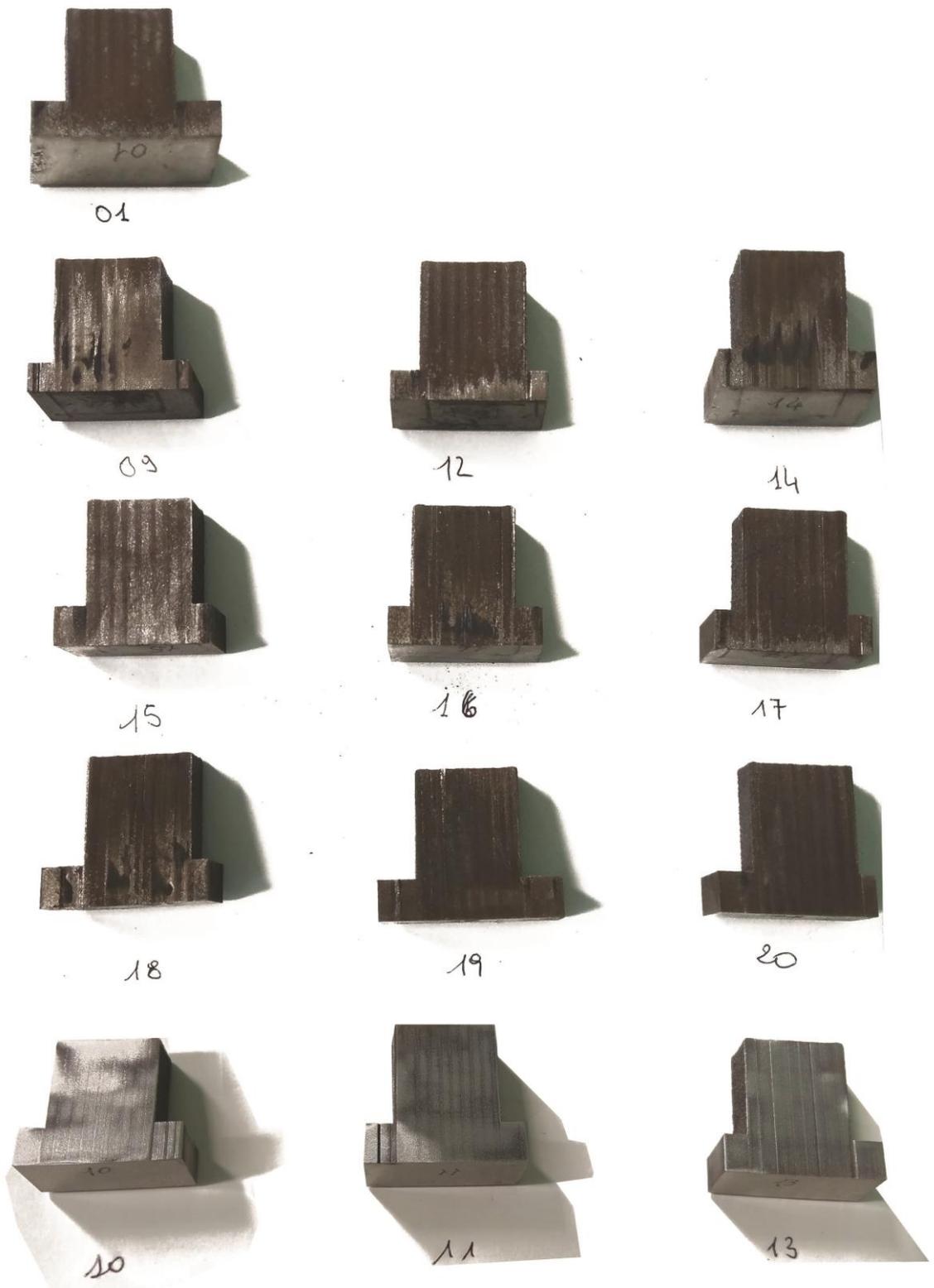


Figure 3.1: Risultato del taglio EDM sui campioni

3.2 Misure “As built”

Ottenuti i vari campioni separati e epurati dallo strato di ossido superficiale si è proceduto alla caratterizzazione dei provini in condizione “as built” in modo da individuare cosa deriva dal processo produttivo. Si sono effettuate le seguenti misure:

- Valutazione porosità
- Valutazione microstruttura
- Microdurezza
- Stress residui

3.2.1 Porosità

Come precedentemente spiegato la valutazione della porosità è stata condotta su campioni lucidati fino alla sospensione di silice con dimensione della SiO_2 pari a $0,3 \mu\text{m}$ senza aver effettuato l’attacco acido della superficie.

Data la similitudine di forma e dimensione fra ossidi e pori l’analisi condotta riporta non solo la porosità ma una misura di entrambi definendo così con difettosità l’insieme dei due.

Ottenute le micrografie al microscopio ottico sia a 50X e sia a 100X è stato possibile, tramite l’utilizzo del software NIH ImageJ, ottenere una misura della difettosità nelle varie micrografie. Le micrografie ottenute sono circa una ventina a 50X e circa una quarantina a 100X in modo da coprire l’intera sezione del campione analizzata.

I valori di difettosità media misurata nei vari campioni è riportata in Tabella 3.1.

Tabella 3.1: Percentuale di difettosità dei vari campioni analizzati

N° Sample	Strategy and powder	50X	100X
9	0-60° used powder	0,1309	0,1384
11	0-60° used powder	0,1948	0,5261
12	0-60° used powder	0,2961	0,3139
13	0-60° used powder	0,2891	0,8010
10	0-90° used powder	0,1537	0,1176
14	0-90° used powder	0,4213	0,6678
15	0-90° used powder	0,2482	0,3594
16	0-90° used powder	0,1640	0,2040
17	0-90° used powder	0,2783	1,5492
18	0-60° fresh powder	0,0579	0,0892
01	0-60° fresh powder	0,1063	0,1442
19	0-90° fresh powder	0,0888	0,0511
02	0-90° fresh powder	0,0359	0,0754

Come si può osservare dalla Tabella 3.1 i valori di difettosità ottenibili dal processo sono molto bassi e in particolare inferiori all'unità percentuale. Per capire cosa varia fra le diverse strategie di scansione e le diverse polveri utilizzate nel processo si sono suddivisi i campioni in 4 categorie:

- Campioni prodotti con strategia di scansione 0-90 con polvere usata
- Campioni prodotti con strategia di scansione 0-60 con polvere usata
- Campioni prodotti con strategia di scansione 0-90 con polvere fresca
- Campioni prodotti con strategia di scansione 0-60 con polvere fresca

Per ogni categoria si è calcolata la media delle difettosità a 50X e 100X ed è stato possibile valutare la differenza di difettosità fra le varie strategie adottate per la produzione dei campioni. In Figura 3.2 è mostrato un istogramma riassuntivo dal quale si evince che l'utilizzo di polvere vergine nella deposizione riduce notevolmente la quantità di difetti presenti nel campione derivante.

Una diminuzione della difettosità, anche se in maniera meno marcata, è possibile ottenerla utilizzando come strategia di scansione la strategia 0-60.

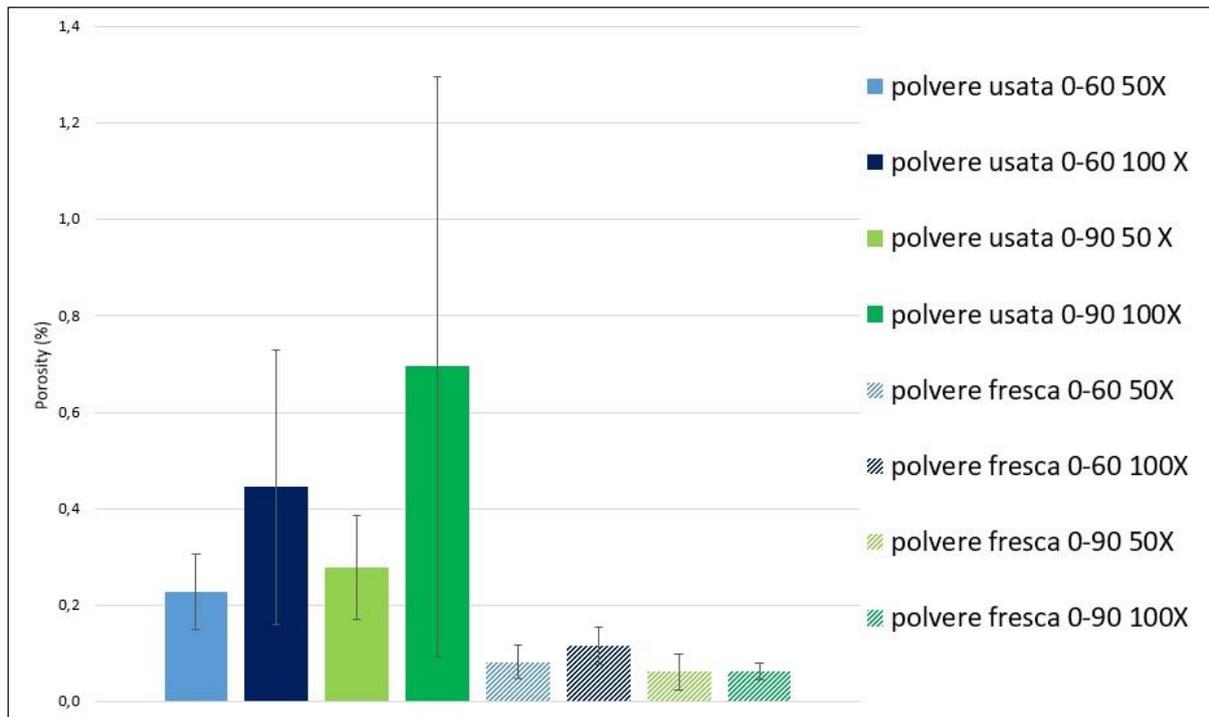


Figura 3.2: **Difettosità media per tipologia di campioni** Dal grafico in Figura 3.2 è possibile notare una deviazione standard molto elevata in tutte le tipologie di provini, molto più marcata nei campioni con polvere usata. Questo è dovuto sia all'incertezza e alla soggettività della misura tramite il software e sia che alla base, in prossimità della piattaforma, spesso è presente una striscia di ossidi che va a modificare la percentuale di difetti in funzione di come è stata presa la micrografia.

In Figura 3.3 viene mostrato un esempio di ossidi che sono presenti alla base del campione.

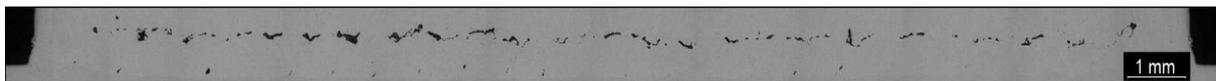


Figure 3.3: Ossidi presenti vicino alla piattaforma

Per capire invece le zone più colpite dalle difettosità si è analizzato solo per un campione, per questioni di tempo, una valutazione della superficie creando una mappa di porosità. Il procedimento è stato spiegato nel capitolo 2.3.2.

Dall'analisi delle 100 micrografie è stato possibile ottenere un grafico, tramite il software Origin, riportante la percentuale di porosità in funzione della posizione sulla sezione. La mappa di porosità è stata indicativamente epurata dalla percentuale di ossidi tramite una variazione della conversione dei colori nel software NIH ImageJ. In Tabella 3.2 è possibile osservare una media della percentuale di difettosità, una media della percentuale di ossidi e una media della percentuale di pori; mentre in Figura 3.4 è mostrata la mappa di porosità ottenuta per il campione 10.

Tabella 3.2: Media delle percentuale totale, pori e ossidi

% Porosità + % ossidi	0,118
% Ossidi	0,037
% Porosità	0,081

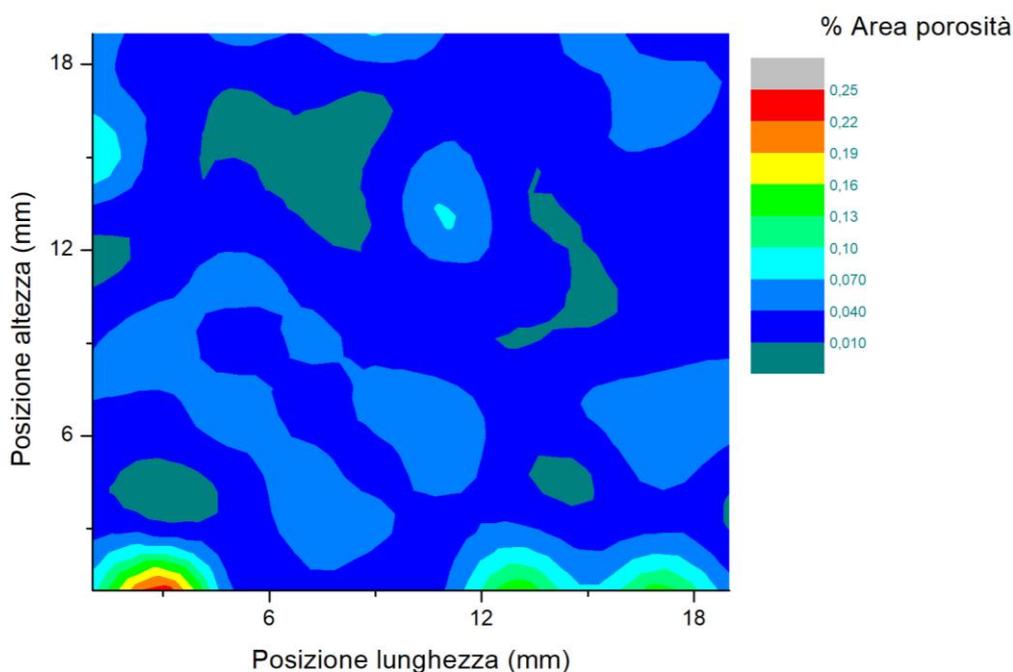


Figura 3.4: Mappa porosità Campione n°10

Da Figura 3.4 è possibile vedere come la porosità-difettosità è localizzata nella zona in prossimità della piattaforma di deposizione mentre nel resto del campione è molto bassa, inferiore al 0,070%.

3.2.2 Microdurezza

Dopo aver valutato la percentuale di ossidi e pori che si generano dal processo DED è stato possibile effettuare le misure di microdurezza.

Per la valutazione del carico opportuno per la prova si è inizialmente costruita una curva di taratura che consiste nel penetrare il materiale 2 o 3 volte con un carico, registrare le durezze e aumentare progressivamente il carico (l'ordine è il seguente: 25g, 50g, 100g, 200g, 300g, 500g, 1kg e 2kg) fino a che non si ottiene un valore costante di durezza. La curva di taratura è riportata in Figura 3.5. È possibile notare che il carico al quale ci si è fermati e di conseguenza scelto per la prova è pari a 300g. Salendo con il carico infatti la prova risultava non valida in

quanto si ottenevano delle impronte molto deformate e con gli apici del rombo dell'impronta non leggibili come mostrato in Figura 3.6.

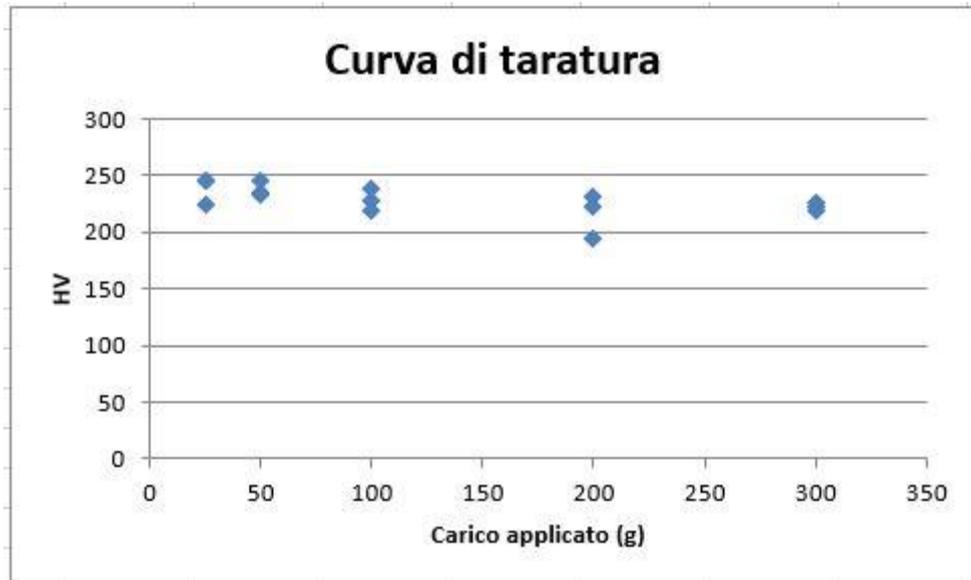


Figura 3.5: Curva di taratura riportante la durezza in funzione del carico applicato

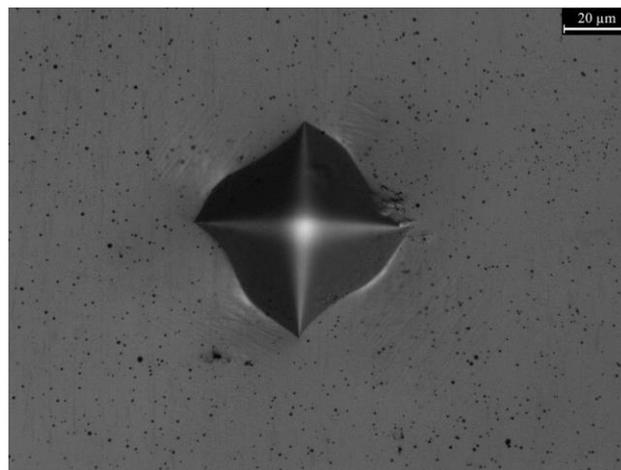


Figura 3.6: Impronta deformata a 500g

Le misure sono state condotte in prossimità dell'asse centrale della sezione analizzata. Ci si è posti in prossimità del substrato, indicativamente a una distanza pari a 0,5 mm da questo e si sono effettuate le misure salendo lungo l'asse z di 1 mm per volta. Si sono ottenute così 20 misure di durezza per campione. I campioni analizzati sono stati 4 cioè un campione per tipologia. In Figura 3.7 sono mostrati i grafici ottenuti nei vari campioni lungo tutta la sezione mentre in Figura 3.8 è mostrato un confronto fra le tipologie analizzando la media delle durezza ottenute.

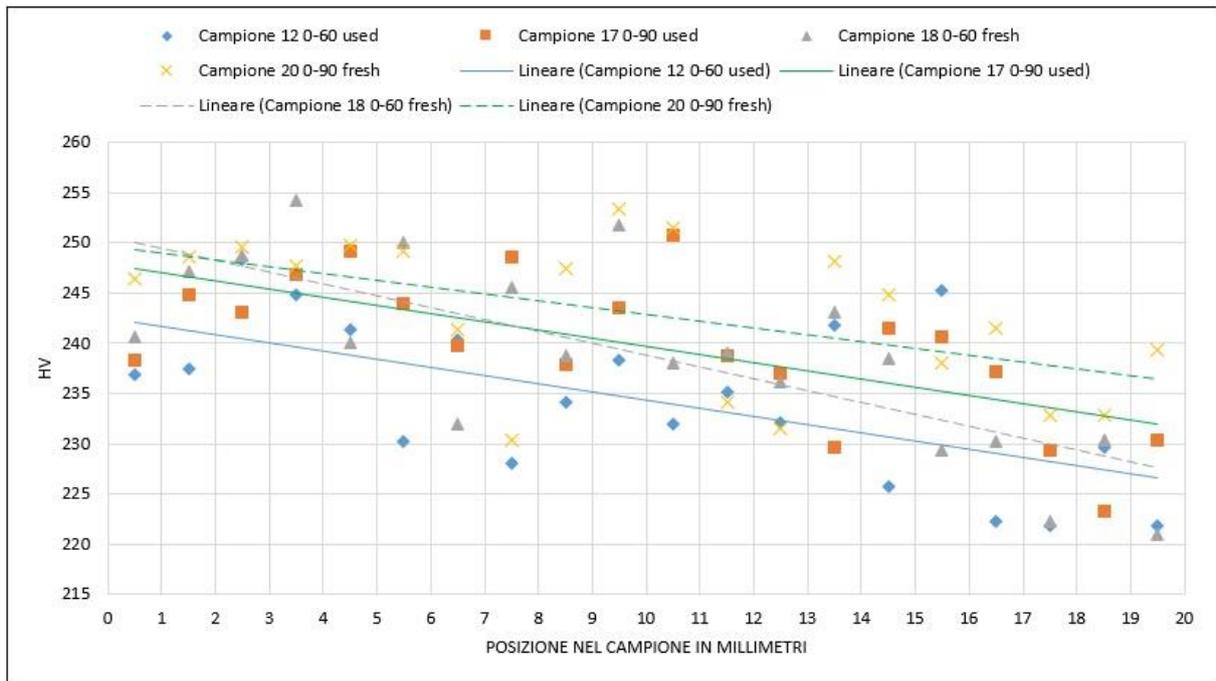


Figura 3.7: Andamento della durezza

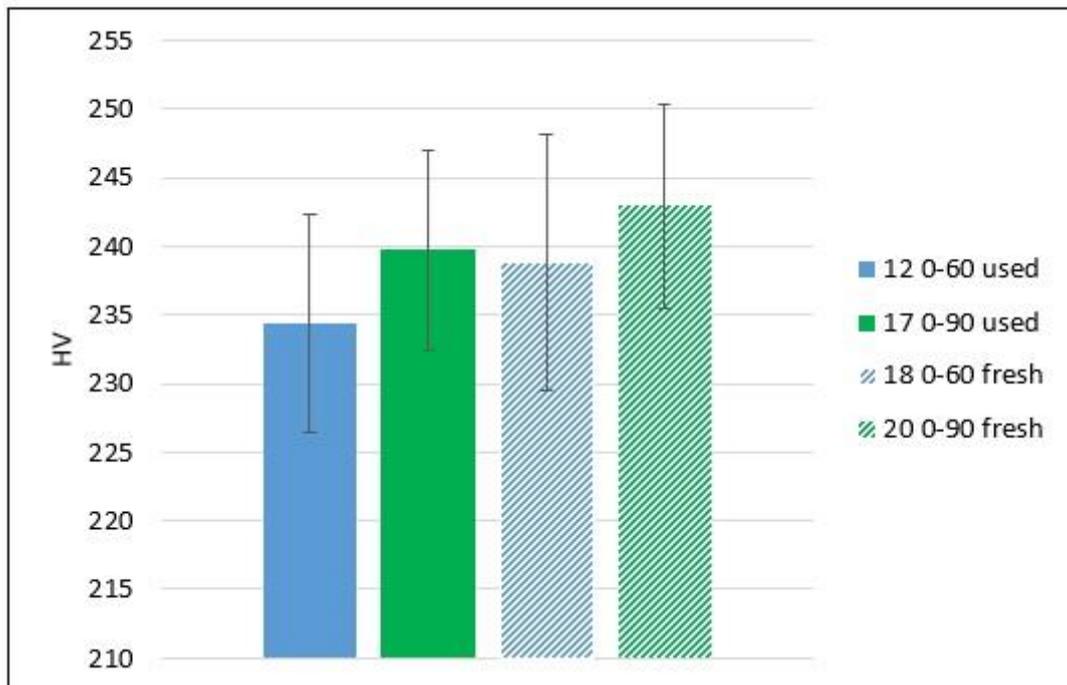


Figura 3.8: Durezza media per tipologia di campione

Confrontando così i vari campioni che si contraddistinguono per strategia di scansione e per la tipologia di polvere adottata durante la deposizione è possibile notare che in generale tutti i campioni mostrano un andamento decrescente della durezza spostandosi dalla piattaforma di deposizione e che quindi, come evidenziato dalla Figura 3.9, alla base è presente una durezza maggiore mentre nella parte superiore si sono misurate durezza inferiori.

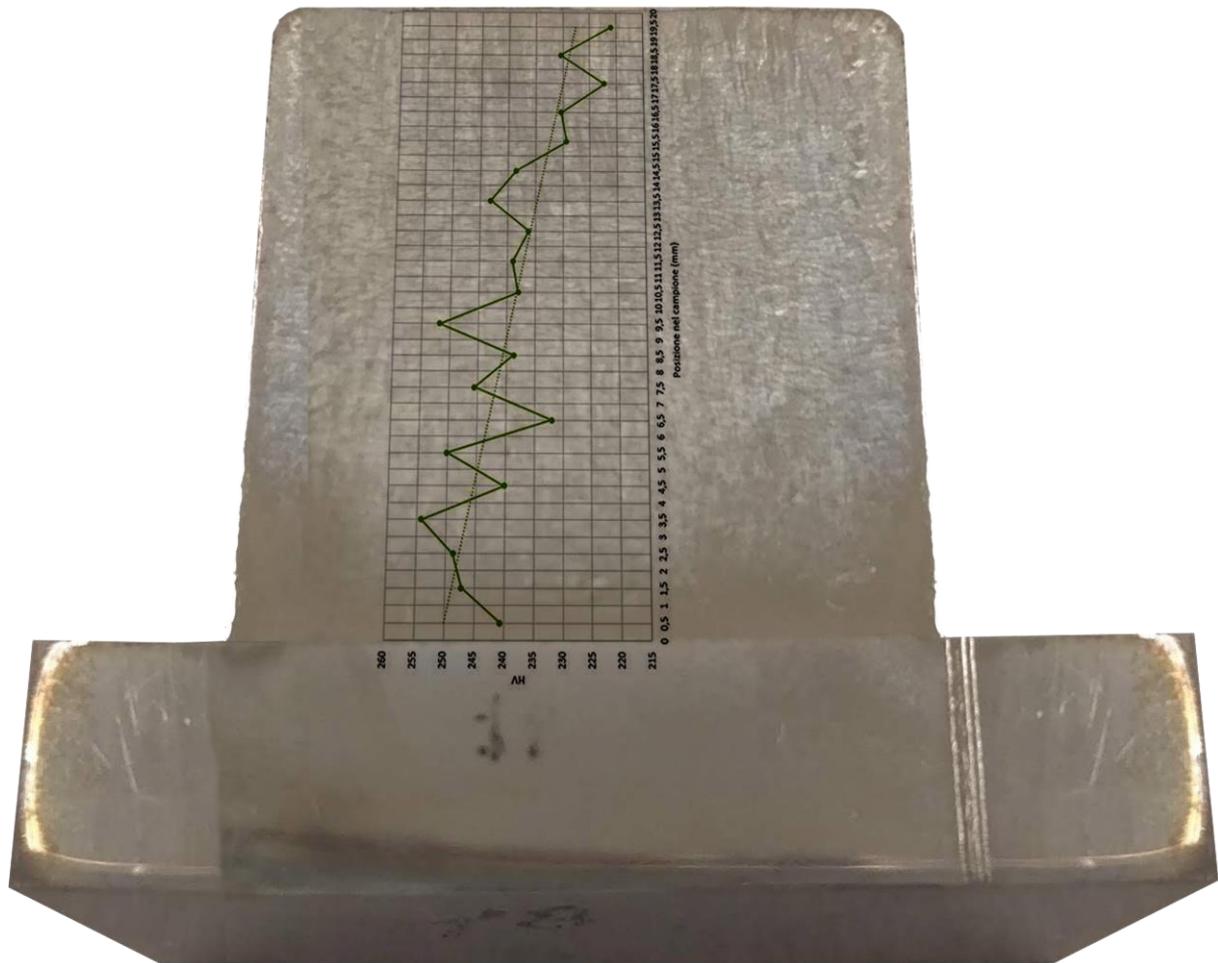


Figura 3.9: Andamento della durezza nel campione lungo z

Si è inoltre osservato che la durezza misurata in campioni prodotti con strategia di scansione 0-90 è superiore rispetto a quelli prodotti con strategia 0-60 e che i campioni prodotti con polvere nuova presentano durezza maggiori a parità di strategia di scansione utilizzata.

3.2.3 Microstruttura

Dopo aver valutato la percentuale di difettosità contenuta nel campione e la microdurezza è stato possibile effettuare una analisi sulla microstruttura. Si è proceduto all'attacco acido dei campioni e si sono osservati i campioni inizialmente allo stereomicroscopio e in seguito al microscopio ottico. Anche in queste analisi, come in quelle per l'ottenimento della microdurezza, le misure sono state effettuate solo per un campione per tipologia di parametri di processo utilizzati.

Dalle osservazioni condotte attraverso lo stereomicroscopio è stato possibile vedere i meltpool, le HAZ derivanti dal processo e in alcune zone i vari grani e la loro struttura dendritica cellulare anche se si è a bassi ingrandimenti. In Figura 3.10 sono mostrate le immagini prese allo stereomicroscopio poste all'interno di un campione per capirne la posizione.



Figura 3.10: Osservazione allo stereomicroscopio del campione 09

Ottenuta così una visione d'insieme del campione e della sua struttura si sono osservati gli stessi campioni al microscopio ottico. Da questa analisi è stato possibile vedere come la zona in prossimità della piattaforma presenta uno scarso attacco inoltre è emerso che salendo lungo la sezione in direzione z del campione si ha una crescita progressiva della dimensione dei grani. Dall'analisi così condotta è stato osservato che la microstruttura non è correlata alla strategia di scansione e né alla tipologia di polvere usata in quanto i 4 campioni analizzati mostrano gli stessi risultati nonostante i parametri di processo siano differenti. In Figura 3.11 sono mostrate le micrografie prese in un campione.



Figure 3.11: Analisi all'OM del campione 10

La presenza di grani più piccoli alla base del campione e via via più grandi è confermata anche dai valori di microdurezza che sono maggiori alla base e inferiori nella parte superiore.

A più alti ingrandimenti è possibile osservare la struttura interna dei grani cioè cellulare dendritica che, come aspettato e confermato da letteratura, consiste in un materiale bifasico con presenza di austenite come fase primaria e ferrite δ come fase interdendritica. La struttura bifasica è stata analizzata tramite analisi SEM che ha confermato la presenza di austenite, più ricca in elementi quali Ni, e Mn mentre la fase ferritica ricca in Cr, Mo e Si. In figura si può osservare ad alti ingrandimenti la micrografia derivante dal SEM e con la freccia viene indicata il tratto lineare in cui è stata effettuata una misura EDS. Si nota dal grafico ottenuto come il passaggio da una fase all'altra porta a una riduzione del contenuto di Ni mentre un aumento del contenuto di Cr e Mo. Ciò quindi esprime la zona di transizione da austenite, in scuro, e ferrite δ , in chiaro, in Figura 3.12.

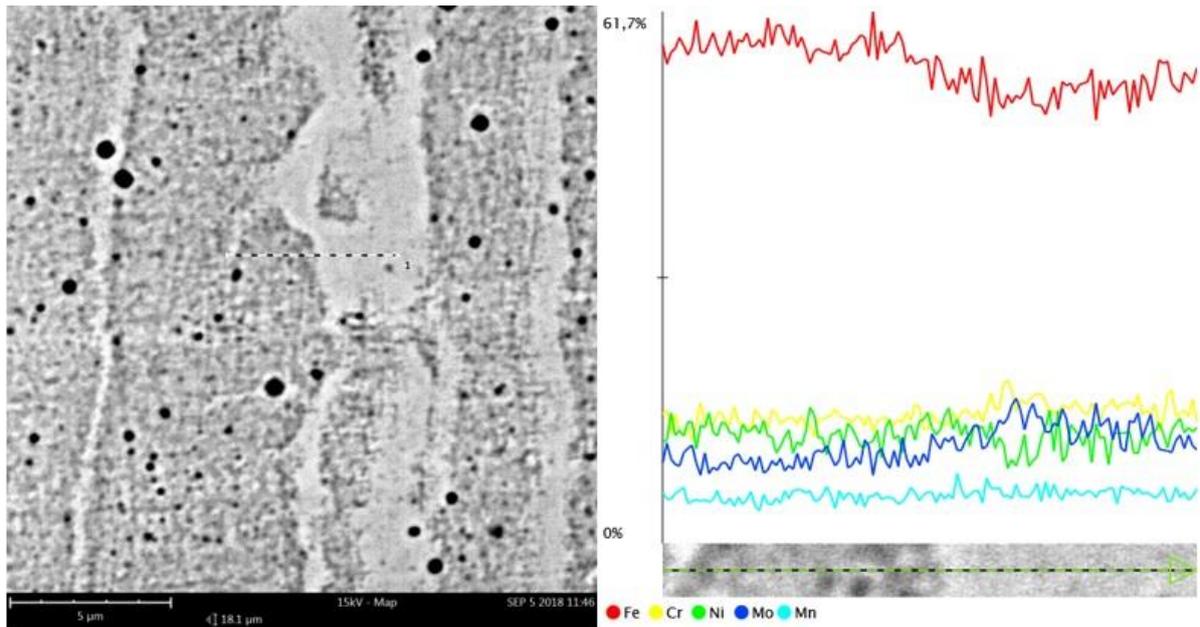


Figure 3.12: Valutazione della microstruttura tramite SEM integrato con EDS del campione 09

3.2.4 Stress residui

In parallelo alle analisi di caratterizzazione meccanica e microstrutturale dei campioni sono state effettuate le misure delle tensioni residue presso il DIGEP. Come spiegato nel capitolo 2.3, per queste analisi è stata utilizzata la seconda metà di ogni campione derivante dal taglio EDM. A differenza della analisi su microdurezza e microstruttura in questo caso si sono analizzati 2 campioni per tipologia di parametri di processo e quindi un totale di 8 campioni (4 tipologie per 2 campioni ciascuno).

La motivazione principale dell'utilizzo di 2 campioni per tipologia anziché 1 è derivante dal fatto che si vuole valutare la ripetibilità nel processo di misura.

Le prove sono state condotte seguendo le istruzioni riportate nel capitolo 2.6.

Dalle misure ottenute è emerso in prima istanza un particolare comportamento delle tensioni residue dovuto alla tecnologia additiva che consiste in un andamento ondulatorio dei valori di tensioni residue, cosa non presente in materiali prodotti con tecniche tradizionali. In questo particolare caso le oscillazioni hanno un periodo di circa 0,2 mm.

In Figura 3.13 viene mostrato un tipico risultato derivante da queste analisi dove è possibile notare chiaramente il carattere ondulatorio degli stress residui.

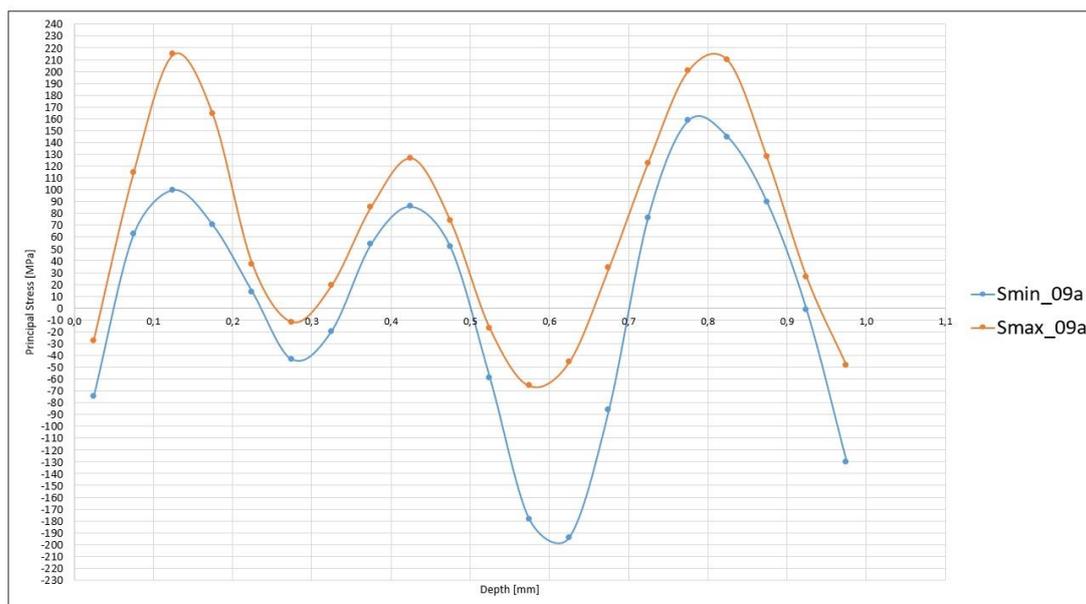


Figura 3.13: Tipico andamento delle tensioni residue in campioni ottenuti con AM nel campione 09

Questo carattere ondulatorio non è ancora stato spiegato ma si potrebbe pensare derivante dall'analisi di più layer con differente orientamento in fase di perforazione del materiale. [42]

In particolare quando si effettua il foro, dato che la superficie analizzata presenta orientamento xz, si può pensare di andare a rimuovere del materiale e misurare le derivanti deformazioni da un insieme di layer depositi in tempi differenti e con orientamento differente.

Ad esempio dato che il foro presenta la dimensione di quasi 2 mm di diametro andrà a agire nel caso di una strategia 0-90 su un certo numero di piani depositati con orientamento 0° e un certo numero di piani disposti a 90° . Ciò potrebbe spiegare la natura ondulatoria degli stress residui.

Altra considerazione molto evidente che deriva da risultati è una differenza molto marcata del comportamento delle tensioni residue nei vari campioni, ciò potrebbe far pensare a una non ripetibilità del processo produttivo. Questa forte affermazione però deve essere studiata in maniera maggiormente dettagliata in eventuali progetti futuri in quanto questa discrepanza nei risultati ottenuti potrebbe derivare da un non corretto dimensionamento del taglio EDM confermato dalla differenza di spessore ottenuto fra i vari campioni dovuto al secondo taglio effettuato per la rimozione degli ossidi superficiali.

Altra causa che ha potuto provocare questa non ripetibilità nei risultati è dovuta a non una univoca lucidatura nei vari campioni. Infatti questa differenza può portare a delle variazioni dei valori iniziali degli stress residui in quanto, come riportato da Gary S. Schajer [31], il taglio EDM porta a valori di trazione nei primi $50\ \mu\text{m}$ della superficie mentre la lucidatura genera uno strato compressivo nei primi $50\ \mu\text{m}$. Da queste differenti condizioni iniziali si può quindi generare un comportamento completamente differente nelle tensioni residue e in particolare nell'analisi dei valori tramite il software Eval.

Consci quindi della mancata uniformità di preparazione dei campioni in linea generale è stato possibile ottenere i seguenti risultati.

In prima istanza è stato possibile osservare come le misure ottenute nella parte alta del campione (Misure A) sono tendenzialmente in modulo inferiori rispetto a quelle ottenute nella

parte in prossimità al supporto (Misura B). Questo potrebbe essere dovuto a un differente comportamento del materiale in fase di deposizione in quanto gli strati superiori potrebbero essere più liberi di rilasciare le tensioni rispetto a quelli inferiori in quanto vengono costretti dal materiale che a mano a mano viene depositato. Inoltre la differenza dei valori in queste due zone del campione potrebbe anche essere dovuta a una differenza fra le velocità di solidificazione in quanto la parte superiore mostra delle velocità di solidificazione inferiori rispetto alla parte inferiore. In Figura 3.14 è mostrato un esempio di risultato ottenuto mostrando la differenza fra i valori nella parte superiore e i valori della parte inferiore del campione.

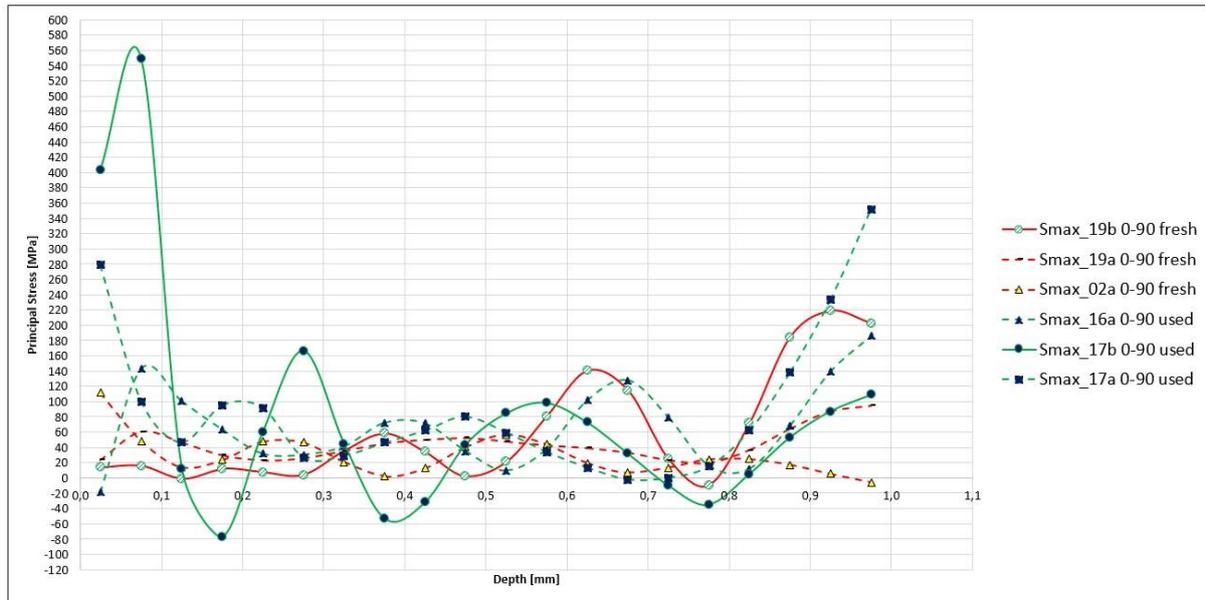


Figura 3.14: Confronto fra le misure effettuate nella parte superiore del campione (a) e le misure effettuate nella parte inferiore (b)

Altro risultato ottenuto è una lieve differenza nell'entità delle tensioni residue fra le diverse strategie di produzione e, nello specifico è stato possibile osservare come i campioni prodotti con strategia di scansione 0-90 portano a dei valori di tensioni residue inferiori in modulo rispetto ai campioni ottenuti con strategia di scansione 0-60 come mostrato in Figura 3.15.

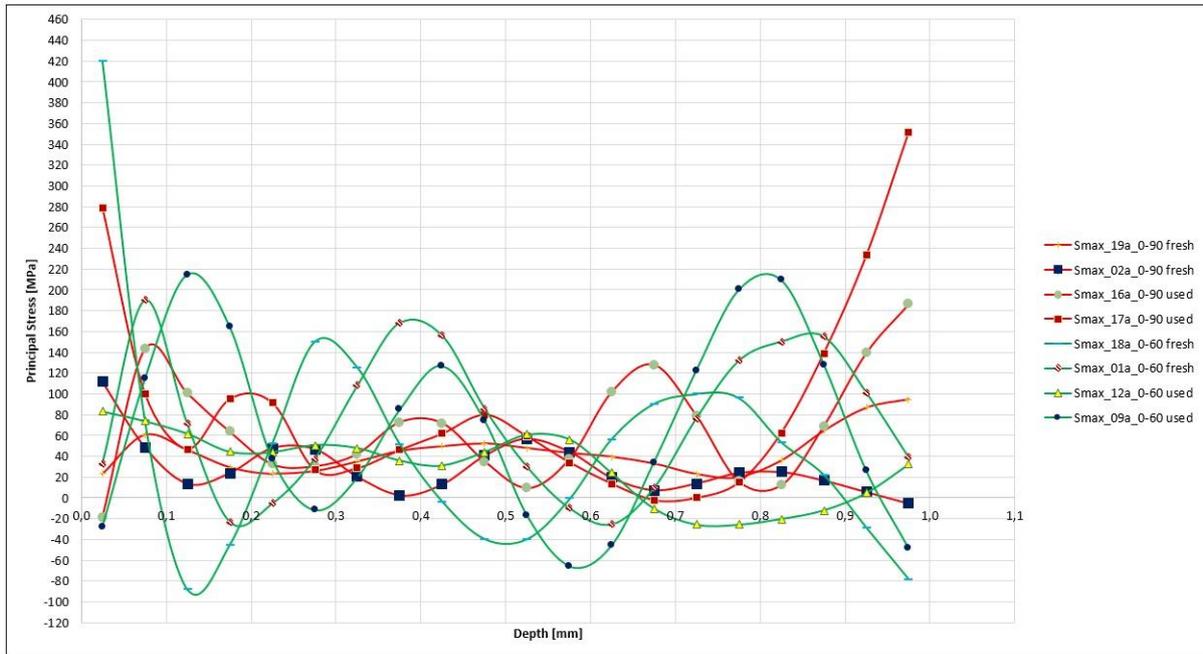


Figura 3.15: Confronto misure fra le diverse strategie di scansione (0-90 in rosso e 0-60 in verde)

Ulteriore osservazione è l'influenza della polvere utilizzata in quanto i campioni prodotti con polvere nuova esibiscono delle tensioni residue in modulo inferiori rispetto a quelle dei campioni prodotti con polvere usata come mostrato nei grafici in Figura 3.16.

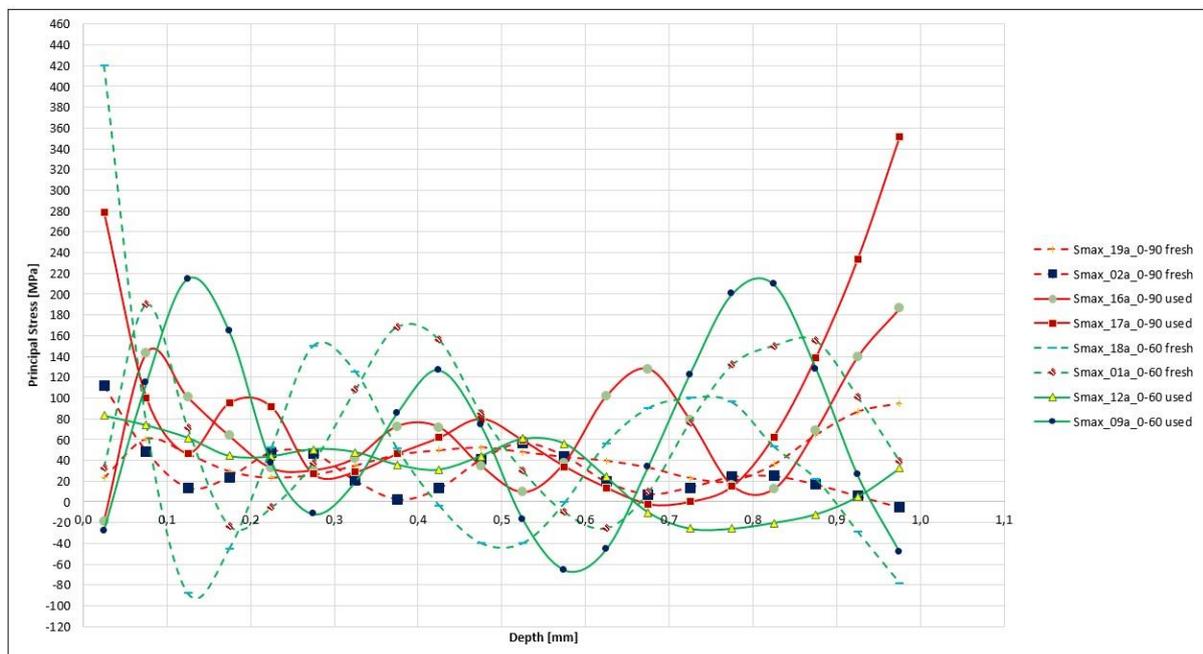


Figura 3.16: Confronto tipologia di polvere utilizzata (polvere usata con linea continua e polvere nuova con linea tratteggiata)

3.3 Campioni trattati termicamente

Analizzati così i campioni as built si è indagato sui tipici trattamenti termici dell'AISI 316L prodotti tramite tecnologie AM per la riduzione degli stress residui.

I trattamenti selezionati sono dei trattamenti di omogeneizzazione che permettono una riduzione degli stress residui derivanti dal processo.

Si è pensato di effettuare 4 trattamenti termici:

- Ricottura di omogeneizzazione a 600 °C per 2 ore con raffreddamento in aria. Ciò permetterebbe di non modificare la struttura dendritica dei grani. Alcuni studi hanno dimostrato che questo trattamento comporta dei vantaggi in termini di carico di snervamento, durezza e carico di rottura. [43]
- Ricottura di omogeneizzazione a 800 °C per 2 ore con raffreddamento in aria che dovrebbe portare a una variazione della microstruttura del materiale e in particolare dovrebbe portare all'eliminazione della struttura dendritica nei grani ed una conseguente riduzione della durezza. Inoltre è stato dimostrato che questo trattamento comporta benefici in termini di duttilità.
- Ricottura di omogeneizzazione a 950 °C per 2 ore con raffreddamento in aria che dovrebbe portare a condizioni simili al secondo trattamento.[43]
- Ricottura di omogeneizzazione a 1150 °C per 2 ore con raffreddamento in aria. Ciò dovrebbe portare ad avere una crescita del grano, una maggiore isotropia, una diminuzione della percentuale di fase ferritica, una riduzione della durezza dovuta alla riduzione di fase ferritica e a una riduzione del carico di snervamento. Ciò porta ad avere un maggiore allungamento a rottura e una maggiore duttilità.[44]

Di seguito è presente la Tabella 3.3 riassuntiva dei trattamenti termici.

Tabella 3.3: Riassunto trattamenti termici

Temperatura (°C)	Tempo (h)	Raffreddamento	N° di campioni	Risultati
600	2	Air	2	<ul style="list-style-type: none"> • Aumento carico di snervamento • Aumento carico massimo • Aumento durezza
800	2	Air	2	<ul style="list-style-type: none"> • Riduzione durezza • Assenza struttura cellulare • Aumento duttilità
950	2	Air	2	<ul style="list-style-type: none"> • Riduzione della durezza • Assenza di struttura cellulare • Aumento duttilità
1150	2	Air	1	<ul style="list-style-type: none"> • Riduzione della durezza • Riduzione carico di snervamento • Aumento allungamento a rottura • Maggiore isotropia • Riduzione della fase ferritica

In Figura 3.17 sono mostrati i campioni a seguito dei trattamenti termici.

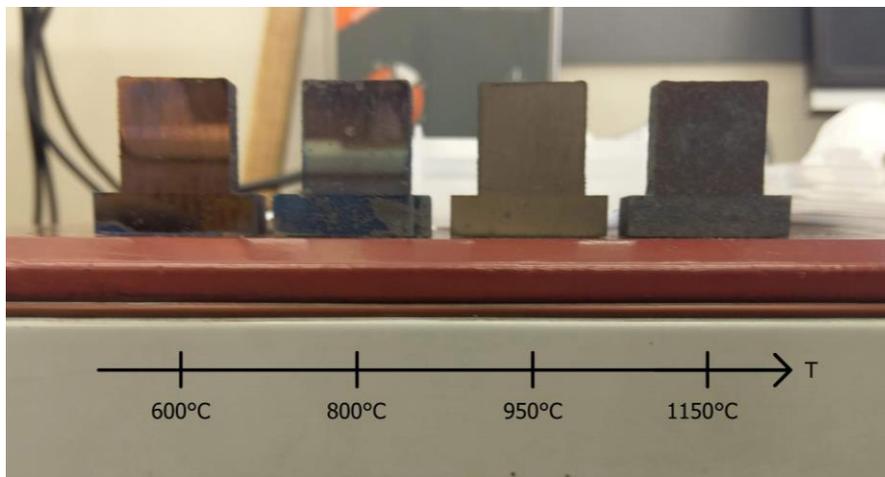


Figura 3.17: Campioni dopo i trattamenti termici

3.3.1 Microdurezza

In maniera analoga alle misure effettuate sui campioni As Built si è misurata la microdurezza dei campioni trattati. Dalle misure ottenute si può affermare che i trattamenti termici sono andati a buon fine e hanno portato ai risultati aspettati. In particolare è possibile inizialmente confrontare l'effetto dei trattamenti sui campioni prodotti con polvere usata. Si può notare che l'andamento della durezza si è omogeneizzato sulla superficie del materiale presentando un più limitato andamento decrescente spostandosi lungo l'asse z del campione. In Figura 3.18 e in Figura 3.19 è possibile vedere l'andamento lungo l'asse z in campioni prodotti con polvere usata rispettivamente con strategia di scansione 0-90 e 0-60 mentre in Figura 3.20 quello dei campioni prodotti con polvere nuova.

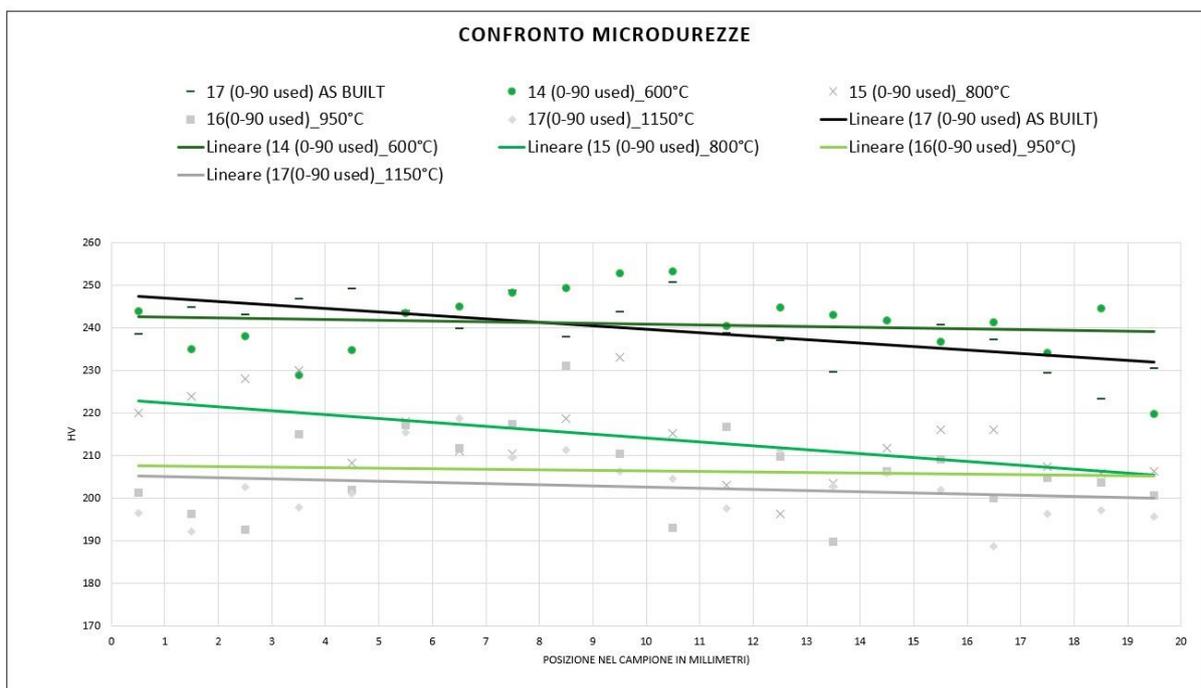


Figura 3.18: Andamento lungo l'asse z di campioni 0-90 con polvere usata

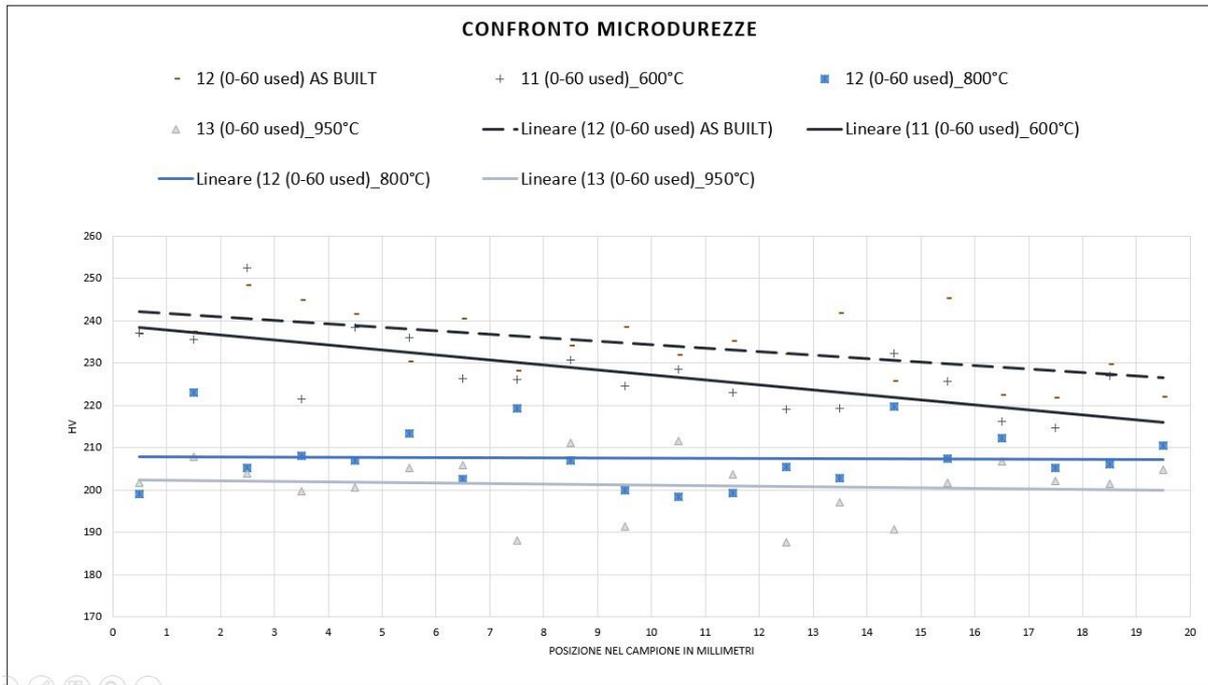


Figura 3.19: Andamento lungo l'asse z di campioni 0-60 con polvere usata

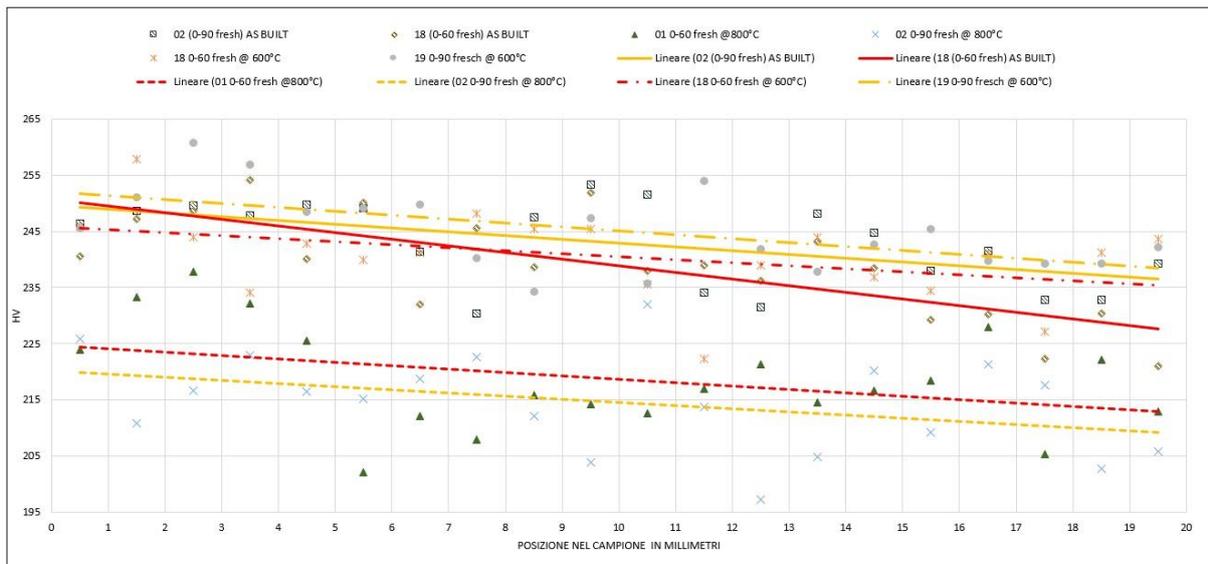


Figura 3.20: Andamento lungo l'asse z di campioni con polvere nuova

Altra osservazione fondamentale, che deriva in maniera diretta anche della conclusione ottenuta nei campioni as built, è la presenza di valori di durezza media inferiore in campioni prodotti con strategia di scansione 0-60 rispetto ai campioni prodotti con strategia 0-90.

Infine si è potuto osservare che i campioni trattati a 600°C mostrano un aumento di durezza rispetto ai campioni as built mentre i campioni trattati a temperature superiori mostrano progressivamente una diminuzione della durezza e in particolare hanno un andamento decrescente all'aumentare della temperatura. In Figura 3.21 e Figura 3.22 sono mostrati i confronti rispettivamente in campioni con polvere usata e in campioni con polvere nuova fra la durezza media fra il valore as built e dopo i vari trattamenti.

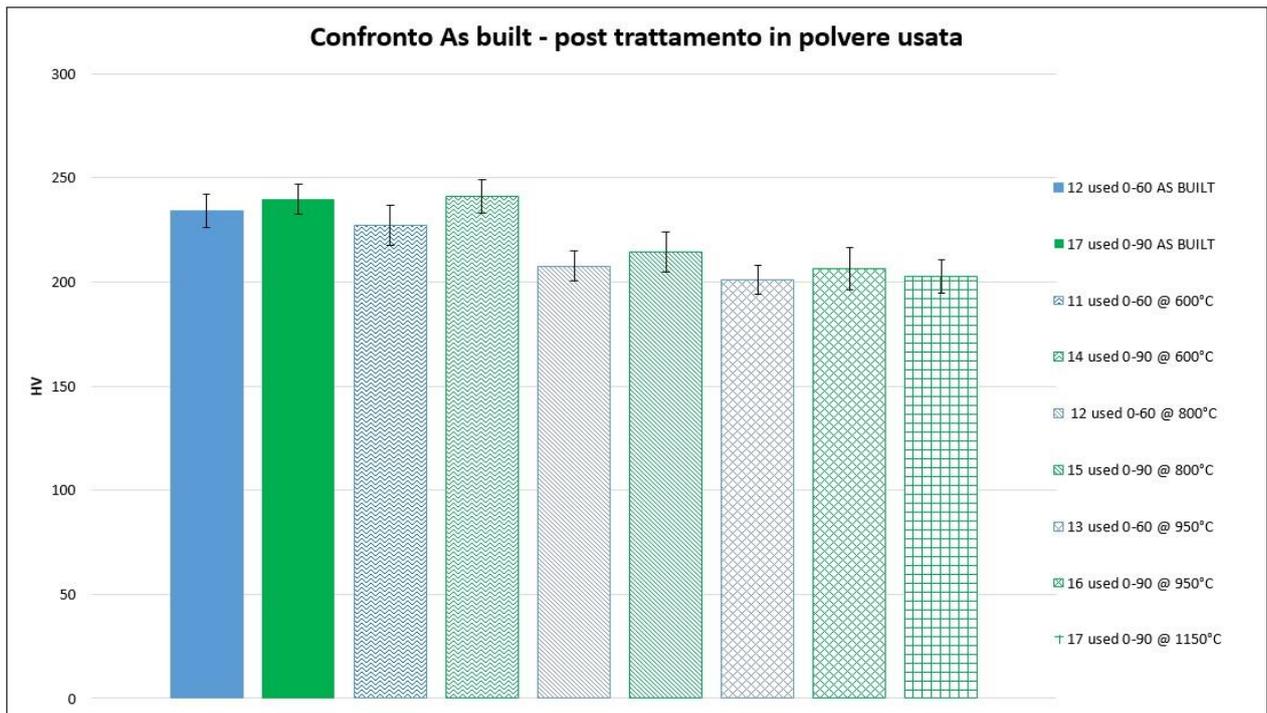


Figura 3.21: Confronto durezza As built- post trattamento in campioni con polvere usata

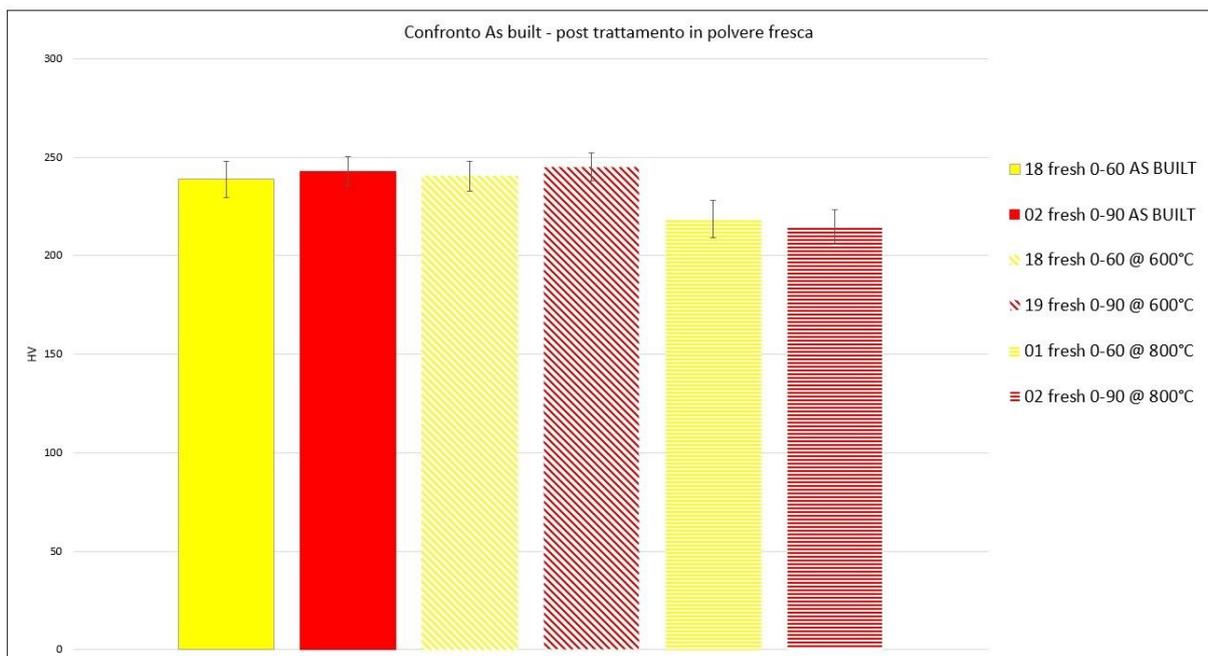


Figure 3.22: Confronto durezza As built- post trattamento in campioni con polvere usata

3.3.2 Microstruttura

Mentre nella misura della microdurezza si sono ottenuti i risultati desiderati e aspettati da letteratura, per quanto riguarda l'effetto dei trattamenti termici sulla microstruttura si sono

ottenuti dei risultati non ancora chiari e completi che differiscono dai risultati aspettati. In particolare si può vedere dalle immagini (Figura 3.23), ottenute al microscopio ottico, la presenza in quasi tutti i campioni analizzati della struttura cellulare dendritica. Tale struttura non si sarebbe dovuta presentare più a partire dal trattamento a 800 °C e crescendo in temperatura.

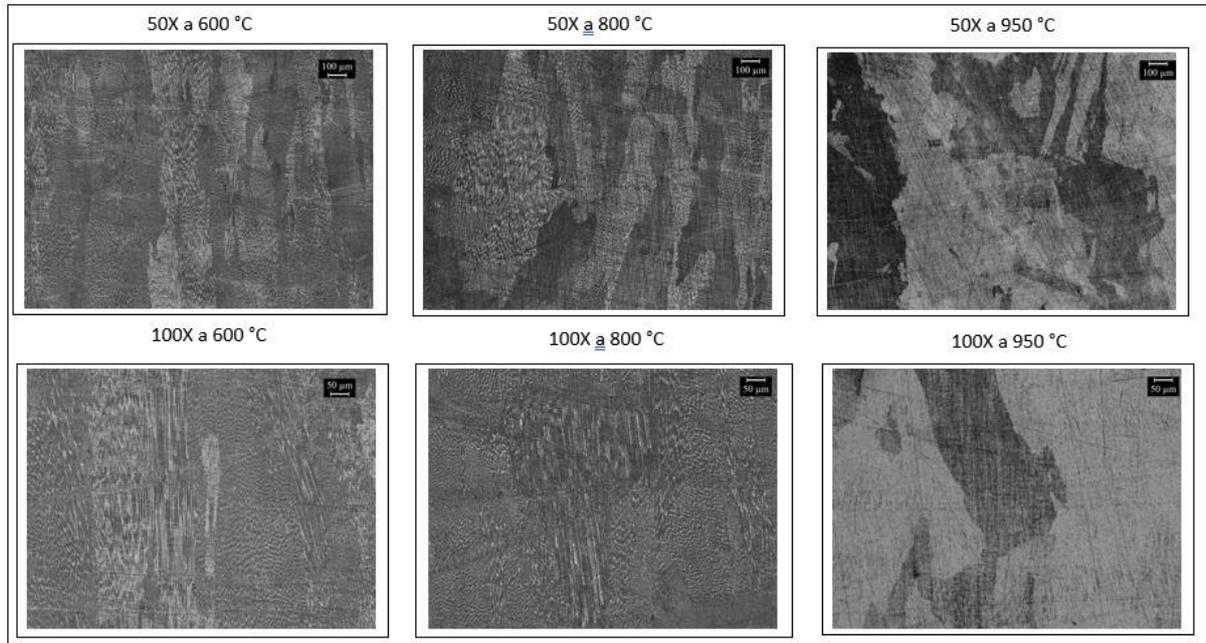


Figura 3.23: Microstrutture ottenute con i vari trattamenti termici

Però valutando i vari campioni tramite un'analisi al SEM si può notare una assenza, nei campioni trattati a più alte temperature, della struttura cellulare dendritica. In Figura 3.12 è stata mostrata la microstruttura vista al SEM con la relativa analisi EDS che ha portato a definire le due fasi presenti nei campioni as built cioè l'austenite in un colore più scuro e la ferrite in colore chiaro. In Figura 3.24 sono mostrate le immagini prese al SEM della sezione dei campioni sottoposti ai trattamenti termici.

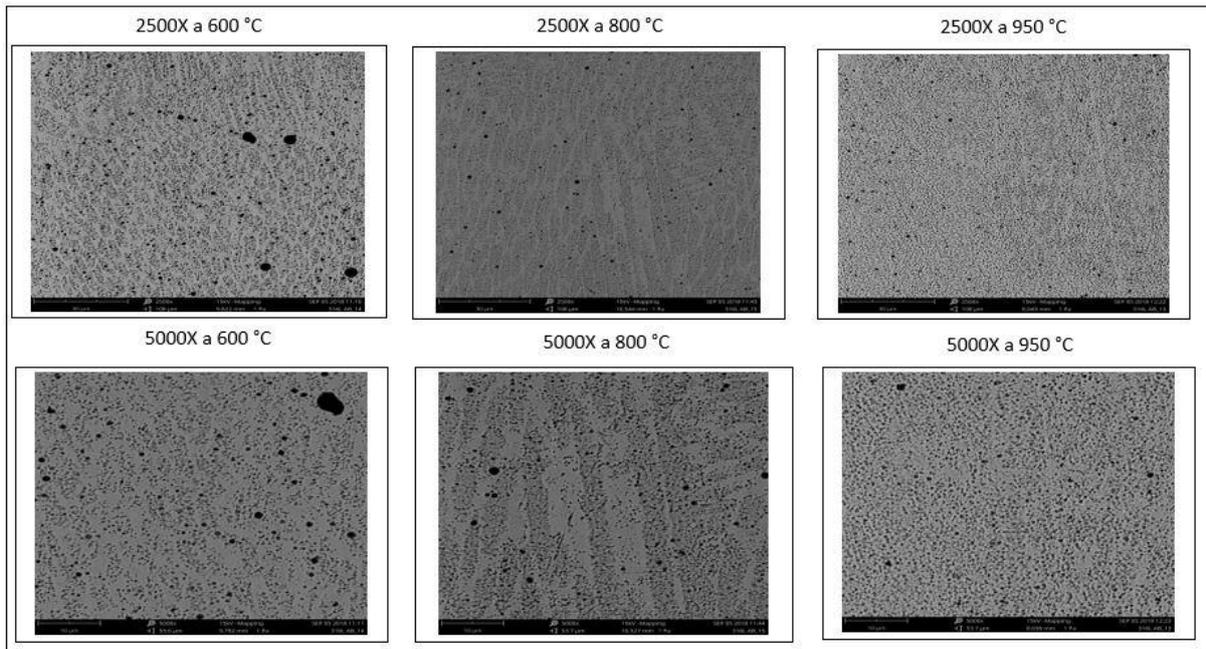


Figura 3.24: Immagini SEM delle microstrutture ottenute con i vari trattamenti termici

Nei tre campioni trattati termicamente è stata rilevata una differente colorazioni delle fasi presenti rispetto alla condizione as built. Per comprenderne la microstruttura è stata effettuata un'analisi EDS di linea che permette di valutare la differenza in composizione fra le fasi.

A seguito dei trattamenti termici la ferrite δ , osservata nella condizione as built, non dovrebbe essere presente in quanto fase metastabile. L'analisi EDS ha evidenziato una carenza di Cr e Mo nelle parti scure. Questa differente composizione suggerisce che la ferrite sia stata sostituita da precipitati di forma tondeggianti inseriti in una matrice austenitica (Figura 3.25).

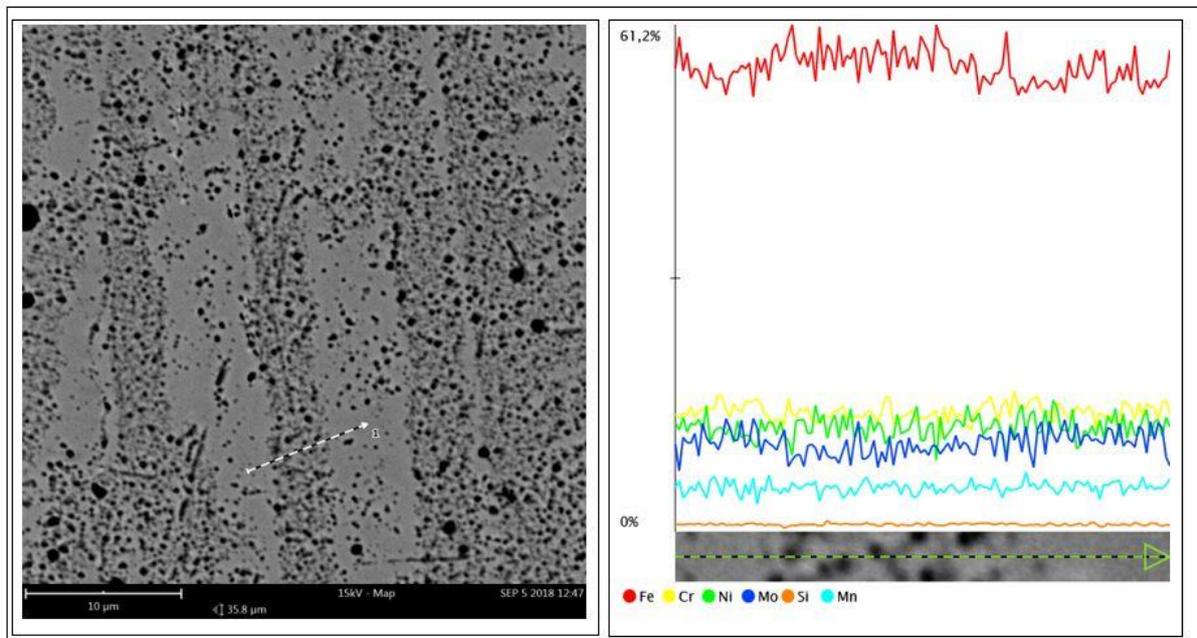


Figura 3.25: Immagine SEM e analisi EDS di linea dei campioni post trattamento (950 °C)

La presenza di precipitati è confermata da letteratura ma per poter avere la certezza sulla composizione di questi sarebbe necessaria un'analisi più dettagliata al FESEM (Field

Emission Scanning Electron Microscope) che per questioni di tempo non sono state effettuate.[45]

3.3.3 Stress residui

A seguito dei trattamenti termici, per carenza di campioni, la misura degli stress residui è stata effettuata solo sui campioni che sono stati prodotti impiegando polvere usata.

In particolare le misure sono state eseguite solo su due trattamenti termici di ricottura cioè quello a 600 °C e quello a 800 °C.

Si è osservato un effetto benefico dei trattamenti termici che in particolare ha portato a una diminuzione degli stress residui nel materiale. Confrontando i valori di stress residui fra l'as built e i campioni trattati si è osservata una diminuzione marcata delle tensioni residue a 800°C mentre meno evidente il trattamento a 600°C come mostrato in Figura 3.26.

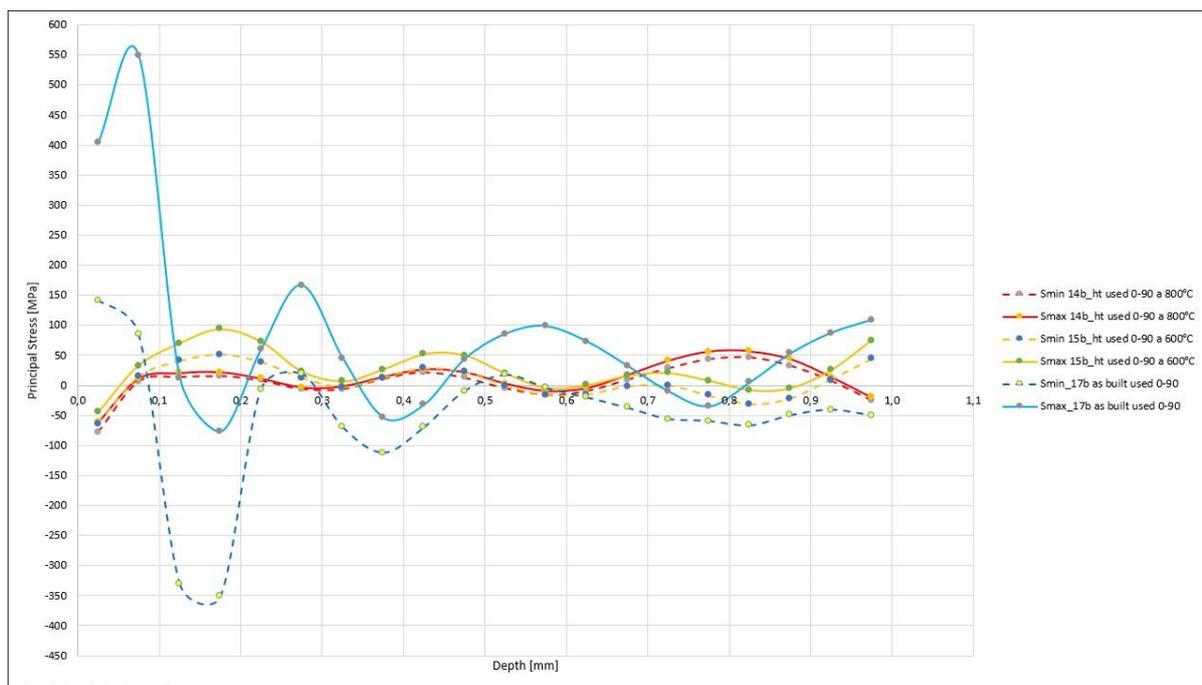


Figura 3.26: Confronto campione as built (azzurro) con campioni dopo il trattamento a 600 °C (giallo) e a 800 °C (rosso)

Inoltre si è osservata una congruenza fra le misure condotte nella parte alta e quelle condotte nella parte bassa dei campioni come mostrato in Figura 3.27.

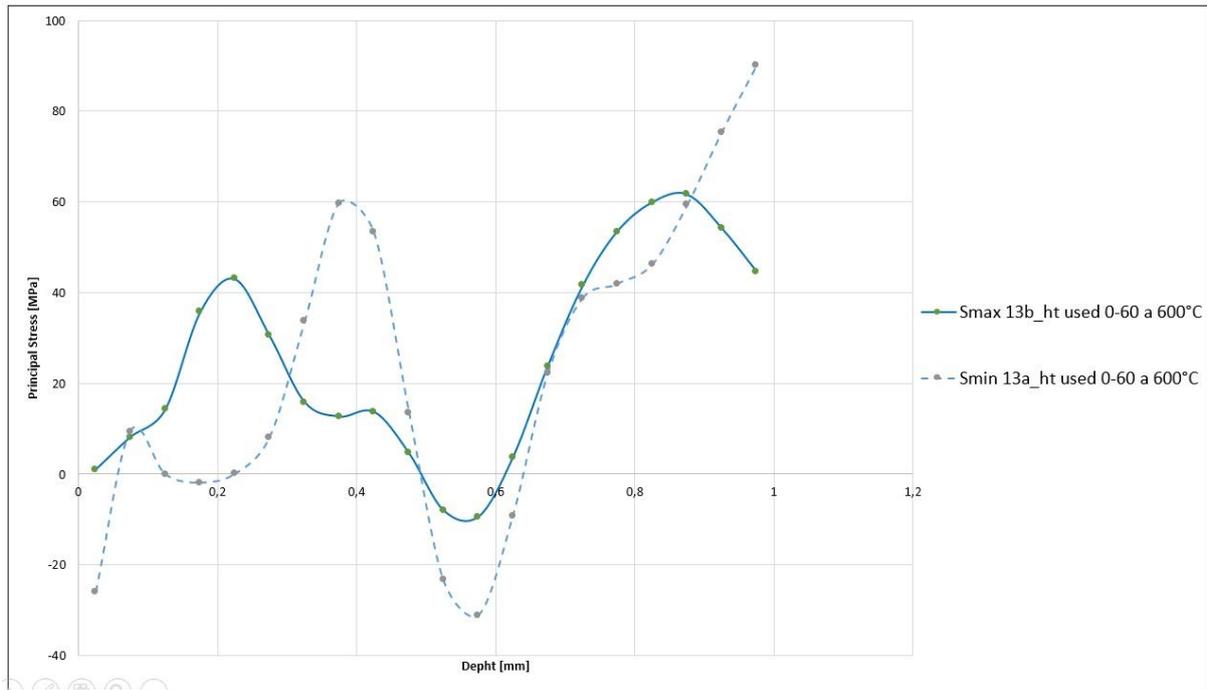


Figura 3.27: Andamento delle tensioni residue sia in parte alta del campione (linea tratteggiata) che in parte bassa (linea continua)

4 Conclusioni

Questo lavoro di tesi ha avuto come obiettivo la caratterizzazione microstrutturale e meccanica di campioni in AISI 316L prodotti tramite tecnologia additiva di Direct Energy Deposition. I parametri di processo utilizzati durante la deposizione sono identici per tutti i campioni tranne per quanto riguarda la tipologia di polvere utilizzata e la strategia di scansione.

In particolare si sono ottenuti 4 campioni con strategia di scansione 0-60 con polvere usata, 4 campioni con strategia di scansione 0-90 con polvere usata, 2 campioni con strategia di scansione 0-60 con polvere nuova e 2 campioni con strategia di scansione 0-90 con polvere nuova.

Il lavoro è stato suddiviso in due parti. La prima parte consiste nella caratterizzazione dei campioni prodotti in modo da individuare sia da un punto di vista microstrutturale e sia da un punto di vista meccanico il risultato del processo produttivo. La seconda parte del lavoro invece comprende la caratterizzazione dei campioni prodotti e trattati termicamente secondo opportuni trattamenti termici.

Per poter condurre queste analisi si sono suddivisi i campioni tramite taglio EDM in 2 sezioni; una è servita per la caratterizzazione microstrutturale e meccanica mentre l'altra sezione è stata utilizzata per la valutazione degli stress residui.

Nella caratterizzazione dei campioni in condizione as built si sono analizzate le seguenti caratteristiche:

- Percentuale di ossidi e percentuale di pori
- Microdurezza
- Microstruttura
- Stress residui

Per la valutazione delle prime tre misure sono stati utilizzati solo un campione per tipologia quindi un complessivo di 4 campioni per prova; mentre per quanto riguarda la valutazione degli stress residui sono stati utilizzati 2 campioni per tipologia.

A seguito di queste analisi è stato possibile concludere che la porosità, definita come somma di ossidi e pori, derivante dal processo è molto bassa e in particolare al di sotto dell'unità percentuale. Queste difettosità sono maggiormente presenti alla base del campione in prossimità della piattaforma. Inoltre c'è un'influenza di questa misura dalla strategia di scansione e dal tipo di polvere utilizzata e in particolare la strategia di scansione 0-90 come anche l'utilizzo di polvere usata porta all'ottenimento di maggiori difettosità all'interno dei campioni.

Altro risultato interessante è derivato dalla misura della microdurezza che ha mostrato l'influenza delle polveri su questa caratteristica meccanica è che i campioni ottenuti con polvere nuova o con strategia di scansione 0-90 presentano microdurezze leggermente superiori. Inoltre è stato notato come la durezza sia maggior e alla base dei campioni in prossimità della piattaforma.

In seguito è stata analizzata la microstruttura del materiale e questa ha confermato i valori ottenuti di microdurezza. È stato possibile osservare una microstruttura a grani fini in

corrispondenza della piattaforma di deposizione e una microstruttura a grani di dimensioni crescenti spostandosi verso la parte superiore del campione. Non è stata riscontrata una chiara correlazione fra la microstruttura e i differenti parametri di processo utilizzati durante la costruzione dei campioni. In generale è stata osservata una microstruttura cellulare dendritica bifasica costituita da austenite come fase primaria e ferrite δ come fase secondaria.

Infine si sono valutati gli andamenti degli stress residui nei campioni prodotti. La valutazione di questi porta con se una grande incertezza nella misura ma in generale si è identificato un trend degli stress presenti oscillante con periodo pari a 0,2-0,3 mm. Inoltre si è osservato la differenza nelle entità delle tensioni residue che risultano inferiori nella parte superiore dei campioni. Infine è stato possibile confrontare l'influenza dei parametri di processo sull'andamento degli stress residui e nello specifico la strategia di scansione 0-90 e l'utilizzo di polveri nuove generano minori tensioni residue all'interno dei campioni rispetto alla strategia 0-60 e all'utilizzo di polveri usate.

Terminata la caratterizzazione dei campioni as built si sono trattati termicamente i campioni e si sono analizzate le seguenti caratteristiche:

- Microdurezza
- Microstruttura
- Stress residui

Per la caratterizzazione dei provini trattati termicamente si è inizialmente misurata la microdurezza. In prima istanza si è notato un andamento delle microdurezze lungo z quasi omogeneo. E' interessante sottolineare che la microdurezza aumenta leggermente nel trattamento di ricottura eseguito a una temperatura di 600 °C. I restanti trattamenti termici comportano una diminuzione della microdurezza all'aumentare della temperatura di trattamento.

È rimasta invariata il confronto fra polvere nuova e usata infatti anche dopo il trattamento termico si è osservate microdurezze maggiori nei campioni prodotti con polvere nuova così come il confronto fra le strategie di scansione dove i campioni prodotti con strategia 0-60 mostrano durezze inferiori rispetto a quelli prodotti con strategia 0-90.

La successiva misura ha avuto come obiettivo la valutazione della microstruttura. Si è inizialmente riscontrata la presenza di grani di dimensione maggiore all'aumentare della temperatura come confermato dai valori di microdurezza. Inoltre, l'analisi delle microstrutture tramite il microscopio ottico, hanno suggerito la presenza di struttura cellulare dendritica in tutti i campioni. Analisi al SEM hanno permesso di analizzare più a fondo la microstruttura che sembra caratterizzata dalla presenza di precipitati che hanno preso il posto della ferrite δ .

Infine è stato possibile misurare le tensioni residue presenti all'interno dei campioni e si è riscontrato un effetto benefico dei trattamenti termici ai quali sono stati sottoposti i campioni. Si è ottenuta un'omogeneizzazione fra le misure della parte superiore e quella della parte inferiore e inoltre si è avuto una decisa diminuzione delle tensioni residue presenti nei campioni, specialmente nei campioni analizzati a 800 °C.

5 Bibliografia

- [1] F. Calignano *et al.*, “Overview on additive manufacturing technologies,” *Proc. IEEE*, vol. 105, no. 4, pp. 593–612, 2017.
- [2] S. M. Thompson, L. Bian, N. Shamsaei, and A. Yadollahi, “An overview of Direct Laser Deposition for additive manufacturing; Part I: Transport phenomena, modeling and diagnostics,” *Addit. Manuf.*, vol. 8, pp. 36–62, 2015.
- [3] P. EDLUND, “Additive Manufacturing in Low-volume Production Business Case for Metal Components,” p. 60, 2017.
- [4] G. T. Gray *et al.*, “Structure/property (constitutive and spallation response) of additively manufactured 316L stainless steel,” *Acta Mater.*, vol. 138, pp. 140–149, 2017.
- [5] “No Title.” [Online]. Available: www.materialstoday.com/additive-manufacturing/news/diagram-covers-am-machines-and-processes/. [Accessed: 06-Aug-2018].
- [6] “No Title.” [Online]. Available: www.lboro.ac.uk/research/amrg/about/the7categoriesofadditivemanufacturing/powderbedfusion/.
- [7] and S. S. B. W. J. Sames, F. A. List, S. Pannala, R. R. Dehoff, “The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing,” *Int. Mater. Rev.*, vol. 61, pp. 315–360, 2016.
- [8] ASTM International, “F2792-12a - Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies,” *Rapid Manuf. Assoc.*, pp. 10–12, 2013.
- [9] M. Ziętała *et al.*, “The microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of 316 L stainless steel fabricated using laser engineered net shaping,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 677, pp. 1–10, 2016.
- [10] X. Su and Y. Yang, “Research on track overlapping during Selective Laser Melting of powders,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 212, no. 10, pp. 2074–2079, 2012.
- [11] N. Shamsaei, A. Yadollahi, L. Bian, and S. M. Thompson, “An overview of Direct Laser Deposition for additive manufacturing; Part II: Mechanical behavior, process parameter optimization and control,” *Addit. Manuf.*, vol. 8, pp. 12–35, 2015.
- [12] T. Debroy *et al.*, “Progress in Materials Science Additive manufacturing of metallic components – Process , structure and properties,” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 92, pp. 112–224, 2018.
- [13] “No Title.” [Online]. Available: www.lboro.ac.uk/research/amrg/about/the7categoriesofadditivemanufacturing/directedenergydeposition/.
- [14] “No Title.” [Online]. Available: <http://www.lboro.ac.uk/research/amrg/about/the7categoriesofadditivemanufacturing/binderjetting/>.
- [15] “No Title.” [Online]. Available: www.lboro.ac.uk/research/amrg/about/the7categoriesofadditivemanufacturing/sheetlaserdeposition/.

mination/.

- [16] A. Bournias-Varotsis, R. J. Friel, R. A. Harris, and D. S. Engström, “Ultrasonic Additive Manufacturing as a form-then-bond process for embedding electronic circuitry into a metal matrix,” *J. Manuf. Process.*, vol. 32, no. March, pp. 664–675, 2018.
- [17] M. Selection, *Handbook of Materials Modeling Handbook of Materials Modeling*. 2005.
- [18] “No Title.” [Online]. Available: www.essica.it/it/approfondimenti/acciai-inossidabili/introduzione.
- [19] “No Title.” [Online]. Available: <http://padis.uniroma1.it/bitstream/10805/620/1/RuffiniFederico39.pdf>.
- [20] B. De Benedetti, *Dispense del corso di materiali metallici*. .
- [21] G. Michele, “Gli acciai inossidabili,” *Metall. Ital.*, vol. 94, no. 10, p. 49, 2002.
- [22] W. Nicodemi, *Acciai e leghe non ferrose*. 2008.
- [23] “No Title.” [Online]. Available: www.gruppoinox.it/it/utilita/acciai/316.
- [24] “No Title.” [Online]. Available: www.quora.com/What-is-316L-stainless-steel , <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=2382>.
- [25] G. Aktaş Çelik, Ş. Polat, Ş. H. Atapek, and G. N. Haidemenopoulos, “Microstructural and Mechanical Characterization of Solidified Austenitic Stainless Steels,” *Arch. Foundry Eng.*, vol. 17, no. 3, pp. 163–167, 2017.
- [26] M. Processes, A. Pradesh, P. Laxminarayana, and A. C. Reddy, “Quantification of Delta Ferrite in Austenitic Stainless Steel Cast in Investments Shell Moulds,” no. August, pp. 62–65, 2008.
- [27] P. Guo, B. Zou, C. Huang, and H. Gao, “Study on microstructure, mechanical properties and machinability of efficiently additive manufactured AISI 316L stainless steel by high-power direct laser deposition,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 240, pp. 12–22, 2017.
- [28] Z. Wang, T. A. Palmer, and A. M. Beese, “Effect of processing parameters on microstructure and tensile properties of austenitic stainless steel 304L made by directed energy deposition additive manufacturing,” *Acta Mater.*, vol. 110, pp. 226–235, 2016.
- [29] P. M. M. Gouge, *Thermo-Mechanical Modeling of Additive Manufacturing*. Butterworth-Heinemann, 2017.
- [30] D. Ugués, *Dispense Ingegneria delle superfici*. .
- [31] G. S. Schajer, *Practical Residual Stress Measurement Methods*. 2013.
- [32] ASTM, “Determining Residual Stresses by the Hole-Drilling Strain-Gage Method,” *Stand. Test Method E837-13a*, vol. i, pp. 1–16, 2008.
- [33] “No Title.” [Online]. Available: www.sttnet.it/it/ricottura-completa.
- [34] “No Title.” [Online]. Available: www.sttnet.it/it/ricottura-di-omogeneizzazione.
- [35] “No Title.” [Online]. Available: www.myttex.net/forum/attachment.php?aid=9034.
- [36] “No Title.” [Online]. Available: www.treccani.it/enciclopedia/durezza/.
- [37] “No Title.” [Online]. Available: scmhardsoft.altervista.org/tag/measures/.

- [38] "https://en.wikipedia.org/wiki/Electrical_discharge_machining."
- [39] J. Beddoes and M. J. Bibby, "Principles of Metal Manufacturing Processes," *Princ. Met. Manuf. Process.*, pp. 232–269, 1999.
- [40] S. Kalpakjian, S. R. Schmid, and K. S. V. Sekar, *Manufacturing engineering and technology*. 2014.
- [41] H. S. G. A. G. Braham, "Effect of electro discharge machining (EDM) on the AISI316L SS white layer microstructure and corrosion resistance," *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 65, no. 1–4, pp. 141–153, 2013.
- [42] A. Salmi, E. Atzeni, L. Iuliano, and M. Galati, "Experimental Analysis of Residual Stresses on AlSi10Mg Parts Produced by Means of Selective Laser Melting (SLM)," *Procedia CIRP*, vol. 62, pp. 458–463, 2017.
- [43] M. L. Montero Sistiaga, S. Nardone, C. Hautfenne, and J. Van Humbeeck, "Effect of Heat Treatment Of 316L Stainless Steel Produced by Selective Laser Melting (SLM)," *27th Annu. Int. Solid Free. Fabr. Symp. - An Addit. Manuf. Conf. Solid Free. Fabr. Symp.*, pp. 558–565, 2016.
- [44] A. Yadollahi, N. Shamsaei, S. M. Thompson, and D. W. Seely, "Effects of process time interval and heat treatment on the mechanical and microstructural properties of direct laser deposited 316L stainless steel," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 644, pp. 171–183, 2015.
- [45] H. N. Farneze, S. S. M. Tavares, J. M. Pardal, and G. C. de Souza, "Effects of thermal aging on microstructure and corrosion resistance of AISI 317L steel weld metal)," *Soldag. e Insp.*, vol. 19, no. 3, pp. 98–103, 2014.