

POLITECNICO DI TORINO

Collegio di Ingegneria Chimica e dei Materiali

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

Tesi di Laurea Magistrale

**Ottimizzazione della finestra di processo
dell'acciaio AISI H13 prodotto via Electron
Beam Melting (EBM)**



Relatore

Prof.ssa Sara Biamino

Correlatore

Cristian Ghibaudo

Candidato

Serena Lerda

Ottobre 2021

Indice

Indice.....	1
1. Introduzione	3
2. La fabbricazione additiva	8
3. Electron Beam Melting	12
3.1 Descrizione del processo	12
3.1.1 Unità di emissione del fascio elettronico	13
3.1.2 Camera di costruzione	14
3.1.3 Processo di costruzione	14
3.2 Parametri di processo.....	16
3.2.1 Parametri del fascio elettronico.....	16
3.2.2 Parametri del letto di polvere	18
3.2.3 Strategia di scansione	20
3.2.4 Interazione tra fascio elettronico e letto di polvere	21
3.2.5 Effetti dei parametri di processo sul componente	25
3.3 Valutazione del processo	27
3.3.1 Vantaggi	27
3.3.2 Limiti.....	28
4. Attività di ricerca: materiali, metodi e strumentazione	30
4.1 Acciaio AISI H13	30
4.1.1 Descrizione e composizione chimica	30
4.1.2 Proprietà	33
4.1.3 Stato dell'arte sul processo produttivo: tecniche tradizionali	38
4.1.4 Stato dell'arte sul processo produttivo: tecniche di fabbricazione additiva.....	43
4.1.5 Electron beam melting: Perché?.....	48
4.1.6 Attività sperimentale	50
4.2 Preparazione provini di caratterizzazione.....	53
4.2.1 Taglio	53
4.2.2 Inglobatura a freddo	55
4.2.3 Lucidatura manuale	56
4.2.4 Attacco chimico.....	59
4.3 Acquisizione immagini.....	61

4.3.1	Acquisizione con microscopio ottico	61
4.3.2	Acquisizione con microscopio elettronico a scansione (SEM).....	64
4.4	Analisi immagini	65
4.4.1	Porosità.....	66
4.4.2	Microstruttura.....	67
4.5	Prova di durezza e microdurezza Vickers	70
5.	Risultati sperimentali: presentazione e discussione	73
5.1	Analisi di porosità.....	79
5.1.1	Risultati analisi porosità.....	81
5.1.2	Risultati analisi di porosità mediate sulle ripetizioni	83
5.1.3	Selezione parametri ottimali	88
5.2	Caratterizzazione microstrutturale.....	91
5.2.1	Risultati quantificazione componente primaria.....	93
5.2.2	Risultati quantificazione componente secondaria	96
5.3	Analisi di durezza e microdurezza Vickers	105
5.3.1	Risultati durezza Vickers	105
5.3.2	Identificazione delle componenti microstrutturali	108
6.	Conclusioni.....	111
	Appendice 1.....	113
	Riferimenti Bibliografici.....	115

1. Introduzione

La società odierna rivolge particolare attenzione all'ottimizzazione di ogni azione e l'ambiente industriale è indubbiamente focalizzato nella stessa direzione. Questo obiettivo può essere raggiunto adattando nuove tecniche produttive a componenti già esistenti. In questo modo si riducono materiale ed energia utilizzati senza danneggiare le proprietà meccaniche che, in alcuni casi, vengono anche migliorate. In base alla tecnica scelta, la libertà di design del componente si aggiunge ai vantaggi già elencati; è questo il caso della fabbricazione additiva. Questa giovane tecnologia rappresenta un'ottima alternativa alle tecniche tradizionali, rende infatti possibile la realizzazione di componenti più complessi senza considerevole aumento di costi e tempi di processo. La conversione della produzione verso tecniche di fabbricazione additiva coinvolge direttamente l'ingegneria dei materiali. Ogni materiale, infatti, deve essere sottoposto a studi e caratterizzazioni che attestino i vantaggi conferiti a livello micro e macroscopico dalla tecnica utilizzata. Il lavoro di tesi, esposto in questo elaborato, risponde in parte alla necessità di adattare l'acciaio AISI H13 alla fabbricazione additiva tramite Electron Beam Melting (EBM).

L'acciaio AISI H13 è definito come acciaio da utensile per lavorazioni a caldo. Presenta ottima resistenza a impatti e fatica termica, manifesta inoltre un addolcimento termico ridotto permettendone l'impiego ad alte temperature. Questa serie di proprietà rende l'acciaio AISI H13 il materiale di elezione per la produzione di stampi per pressocolata di leghe leggere e forgiatura [1].

L'adattamento della fabbricazione additiva alla produzione di stampi esplica innumerevoli vantaggi. Partendo da un modello CAD, è possibile ottimizzare la geometria della cavità per ottenere prodotti finali più intricati e dettagliati. Inoltre, la libertà di design dello stampo permette l'impiego di canali di raffreddamento conformali che uniformano la storia termica del componente in produzione. I canali di raffreddamento conformali sono progettati per uniformare e distribuire il calore in modo da omogenizzare il raffreddamento nelle diverse zone della cavità. In questo modo, volumi di materiale ad alta temperatura, con tempi di raffreddamento diversi, raggiungeranno la temperatura di estrazione nello stesso istante di tempo, ottimizzando il ciclo di colata o forgiatura [2]. Per esplicitare questa importante funzione, i canali possono essere più o meno aderenti alla cavità, avere diametri che variano lungo l'asse principale oppure geometrie non convenzionali che seguono l'andamento della superficie della cavità. Un esempio di geometria di canale convenzionale e conformale è riportato in figura 1.1.

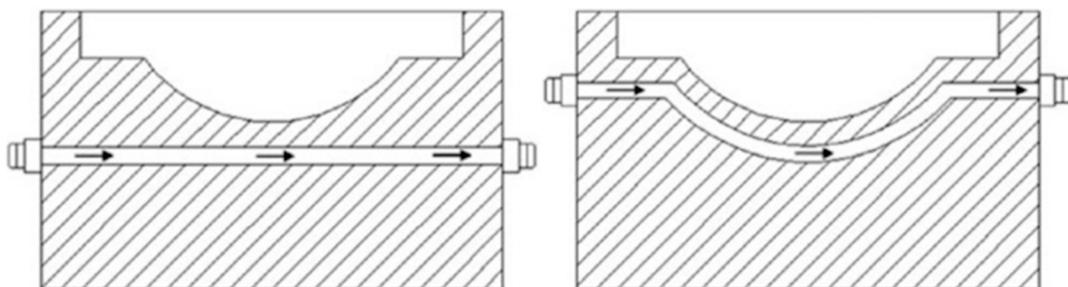


Figura 1.1 Esempio di canali convenzionali a sinistra e conformali a destra [2]

I canali di raffreddamento convenzionali sono prodotti con tecniche sottrattive per asportazione di materiale. La sagomatura degli stessi richiede l'ingresso e l'uscita di utensili limitando la complessità delle geometrie utilizzate. Come visibile in figura 1.2, i canali convenzionali sono cilindrici e mantengono lo stesso diametro lungo l'intero asse di sviluppo. Questa povertà di design non permette un raffreddamento ottimizzato della superficie della cavità, i tempi ciclo sono globalmente più elevati e soprattutto si inducono difetti microstrutturali e geometrici nel prodotto finale [2]. Queste osservazioni trovano conferma nell'analisi dei prodotti ottenuti mediante le due tipologie di stampi. Si è verificato come l'utilizzo di canali di raffreddamento conformali rappresenti una valida alternativa a quelli convenzionali sia nella *pressocolata* [3] che nella *forgiatura* [4] di leghe metalliche.

Nella *pressocolata* di leghe leggere, l'impiego della fabbricazione additiva nella produzione degli stampi permette di ridurre la distanza dei canali conformali rispetto al profilo della cavità e di sagomare la loro superficie (figura 1.2) in modo da massimizzare l'area di scambio e l'asportazione di calore.

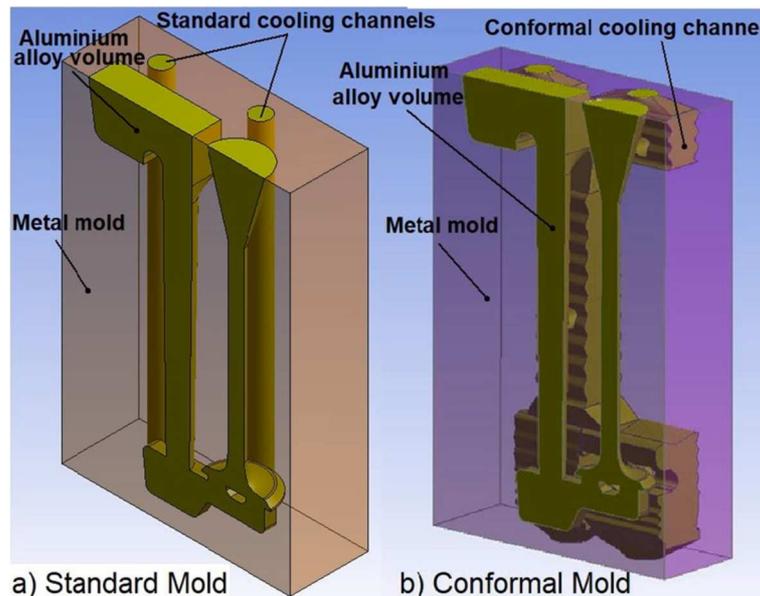


Figura 1.2 Stampo con canali convenzionali (a) e conformali (b) utilizzati per l'analisi delle proprietà [3]

I test condotti sui prodotti colati nei due sistemi di figura 1.2 hanno confermato le potenzialità dei canali conformali. Le tensioni residue si sono rivelate di maggiore intensità nel sistema convenzionale a causa dell'inomogeneità del trasferimento di calore. Si è inoltre verificato come il raffreddamento rapido, dato dallo stampo conformale, migliori il tempo ciclo riducendo del 28% le tempistiche di produzione. Un secondo vantaggio apportato dalla maggiore efficienza di rimozione del calore è l'aumento delle proprietà meccaniche del prodotto colato. Questa caratteristica è strettamente legata alla microstruttura ottenuta (figura 1.3 A). I componenti prodotti con stampi conformali presentano una microstruttura più omogenea e dimensione media dei grani cristallini inferiore (figura 1.3 B) rispetto a quelli ottenuti con stampo tradizionale. Questi miglioramenti sono apportati su tutto il componente a riprova della

bontà del sistema conformale, i dati in figura 1.3 B sono, infatti, il risultato di indagini condotte con gli stessi metodi su zone diverse del prodotto colato [3].

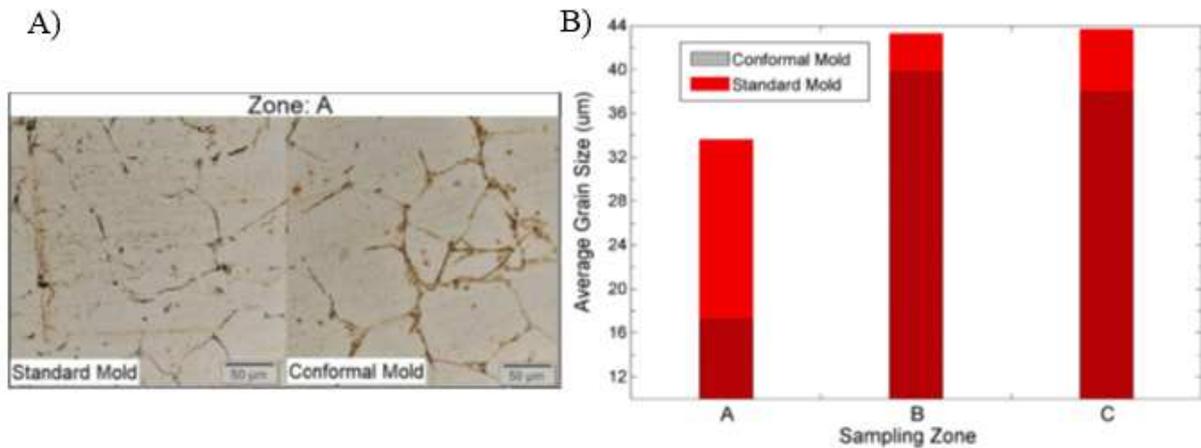


Figura 1.3 A) Confronto microstruttura zona A B) Confronto dimensione media dei grani zone A, B, C [3]

L'impiego di un modello CAD permette inoltre l'utilizzo più agile di software di simulazione che possono indirizzare la scelta della geometria dei canali conformali a priori, limitando le tempistiche di sviluppo dello stampo.

Nel caso della *forgiatura a caldo* [4], si è verificato come geometria e posizione dei canali di raffreddamento conformali esplichino comportamenti differenti in base alle condizioni di raffreddamento richieste. I risultati ottenuti confermano che canali conformali a serpentina (figura 1.4 B), sviluppati intorno alla superficie della cavità, offrono prestazioni complessive migliori per efficienza e omogeneità di raffreddamento. Limitando l'osservazione dei sistemi, in termini di efficienza di raffreddamento, è necessario sottolineare come canali conformali longitudinali (figura 1.4 A), che seguono il profilo della cavità dello stampo, siano preferibili rispetto a geometrie più complesse.

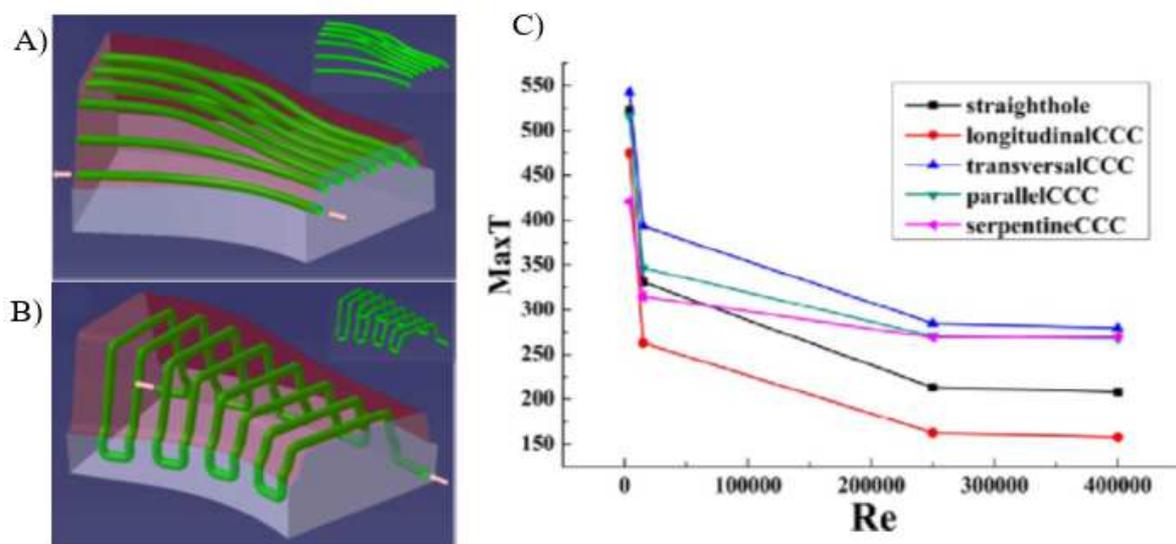


Figura 1.4 A) Canali conformali longitudinali B) Canali conformali a serpentina C) Confronto efficienza di asportazione di calore [4]

Se si aggiungono considerazioni sulla tipologia di flusso del fluido di raffreddamento, si ottimizza ulteriormente il sistema. Per flussi turbolenti (con alti numeri di Reynolds-Re) l'impiego di canali conformali longitudinali è preferibile mentre, viceversa, con flussi lineari il sistema che manifesta maggiore efficienza di raffreddamento è quello a serpentina [4]. Come visibile in figura 1.4 C, a Re che si avvicina a $4 \cdot 10^5$ il sistema di raffreddamento che garantisce la temperatura minima è a canali conformali longitudinali (figura 1.4 A). Con Re che tende a zero, invece, il sistema di raffreddamento conformale a serpentina (figura 1.4 B) garantisce le migliori prestazioni. In base alle caratteristiche richieste allo stampo è quindi possibile ottimizzarne la geometria rendendo la produzione degli stampi altamente personalizzata ed efficiente.

Con questi brevi esempi sulle due applicazioni principali dell'AISI H13, si è dato modo di comprendere i vantaggi apportati, al prodotto finale di pressocolata o forgiatura, dall'impiego della fabbricazione additiva nella produzione degli stampi. È facile comprendere come il passaggio successivo sia la definizione della tecnica di fabbricazione additiva più indicata per la costruzione dei sistemi descritti. Il raggiungimento di questo obiettivo è strettamente legato alla risposta microstrutturale dell'AISI H13 alle diverse tipologie. La letteratura scientifica, fino ad ora disponibile, si concentra principalmente sullo studio delle proprietà di provini ottenuti tramite tecnologie additive al laser (Laser Additive Manufacturing LAM).

Il lavoro di tesi presentato in questo elaborato si occupa, invece, della caratterizzazione dell'acciaio AISI H13 tramite fabbricazione additiva a letto di polvere con fascio di elettroni, Electron Beam Melting (EBM). L'obiettivo iniziale è la determinazione dei parametri di processo ottimali per ottenere densità dei provini superiore al 98%. La riduzione delle difettosità strutturali limita i probabili punti di innesco di cricche e fratture che riducono notevolmente la vita del componente in uso. La seconda parte dell'elaborato avrà come intento la caratterizzazione microstrutturale dei provini in AISI H13. Si sono indagate le fasi presenti e la loro distribuzione in funzione dei parametri di processo impiegati, della geometria e dell'evoluzione termica durante il processo.

Questi obiettivi sono stati perseguiti seguendo le fasi descritte nell'elaborato:

- Approfondimento teorico sulle tecniche di fabbricazione additiva con particolare riferimento al processo Electron Beam Melting (EBM). Si è focalizzata dapprima l'attenzione sul legame dei parametri di processo alle proprietà del prodotto finale e successivamente su pregi e limiti della tecnica. La giustificazione dei risultati ottenuti durante l'attività sperimentale fa riferimento soprattutto alle informazioni descritte in questa fase della trattazione
- Comprensione delle caratteristiche dell'acciaio AISI H13. La descrizione si è sviluppata dapprima con la ricerca della composizione chimica e dell'effetto degli elementi principali in lega. La seconda parte fa riferimento alla valutazione delle proprietà dell'AISI H13 rispetto a quelle richieste agli acciai per lavorazioni a caldo

- Ricerca bibliografica sullo stato dell'arte della produzione degli stampi. Le tecniche tradizionali sono state analizzate tramite ricerche legate all'ambito industriale con cui sono attualmente prodotti gli stampi. Per le tecniche additive consolidate, le informazioni sono state reperite in letteratura scientifica. Dopo una breve descrizione dei processi, l'attenzione si è focalizzata sulle proprietà finali dell'AISI H13 prodotto con le diverse tecniche. Le informazioni descritte in questa sezione sono utilizzate nell'analisi dei risultati sperimentali ottenuti. In particolare per il confronto delle immagini microstrutturali e dell'andamento delle proprietà analizzate con i parametri di processo
- Ricerca di normative e studio degli strumenti e dei metodi impiegati per la preparazione e successiva caratterizzazione dei provini in acciaio AISI H13

Nel quinto capitolo dell'elaborato sono esposti i risultati ottenuti dall'attività sperimentale, la trattazione è strutturata al fine di soddisfare gli obiettivi richiesti dal progetto di tesi e focalizzare l'attenzione sulla produttività. Si sono infatti selezionati i parametri che, a parità di risultato, minimizzano il tempo di produzione.

2. La fabbricazione additiva

La fabbricazione additiva è più comunemente conosciuta con l'acronimo AM che riporta alla terminologia inglese "Additive manufacturing" e consiste nella realizzazione di prodotti tramite aggiunta progressiva di materiale. Il metodo che si utilizza è riconducibile alle tecniche "bottom-up" e coinvolge l'approccio "layer by layer" che consente maggiore libertà di design nella costruzione dell'oggetto 3D. [5]

L'AM è stato inizialmente sviluppato per la produzione di prototipi acquisendo quindi il nome di "Rapid Prototyping". La costruzione diretta tramite modello CAD 3D permise di eliminare tempi e costi legati alla prototipazione tradizionale, adattando le tempistiche di sviluppo di nuovi prodotti alla richiesta del mercato. La storia commerciale dell'Additive manufacturing inizia nel 1987 quando l'azienda statunitense 3D Systems propose la prima macchina per stereolitografia. Questa tecnica chiamata anche SLA permette la costruzione di oggetti 3D tramite fotopolimerizzazione di resina termoindurente liquida, ad opera di luce ultravioletta (UV). La stampa avviene all'interno di vasche che garantiscono l'approvvigionamento del fotopolimero, dopo ogni passaggio del raggio UV. Questa tecnica è tutt'ora impiegata nella produzione di modelli a perdere per microfusione ma, i vincoli di installazione delle vasche e la tossicità delle resine utilizzate, incentivarono lo sviluppo di nuove tecnologie additive [6]. Nel 1991 si inserì sul mercato la tecnica FDM "Fused Deposition Modelling" che trova una soluzione ai problemi principali della SLA. Il materiale di partenza è infatti un filamento di polimero termoplastico che viene riscaldato, estruso e depositato "layer-by-layer" sulla piattaforma di costruzione. La gestione di una macchina FDM risultò intuitiva a tal punto che la scadenza del brevetto, agli inizi degli anni 2000, portò alla diffusione di stampanti 3D a basso costo, tutt'ora richieste sul mercato. Nella decade successiva la ricerca si concentrò piuttosto nell'ampliare la quantità di polimeri processabili rispetto alla ricerca di nuove tecniche additive, si introdussero un maggior numero di polimeri termoplastici, come ABS e PVC, aprendo la strada alla produzione di pezzi definitivi. [7]

La fabbricazione additiva per metalli è considerata l'evoluzione delle tecniche di saldatura per rifusione. Se l'AM polimerico è stato sviluppato per la produzione di prototipi, quello metallico è stato inizialmente pensato per la riparazione di parti danneggiate di cui fosse dispendioso, in tempi e costi, reperire il componente di ricambio. Prese così piede la tecnica DED "Direct Energy Deposition" che consiste nella deposizione e successiva fusione di polvere con composizione pari a quella del materiale da riparare. La fusione è localizzata e avviene per trasferimento di energia da una sorgente laser, tutto il processo deve essere condotto in atmosfera protetta per evitare l'ossidazione della polvere fusa. La riparazione con DED necessita di post-trattamenti per la rimozione del materiale in eccesso, per questo motivo si sono creati sistemi ibridi che accoppiano deposizione a fresatura permettendo la riparazione completa del pezzo senza movimentazioni dello stesso. Tra i sistemi più conosciuti c'è il "Laser Engineered Net Shaping" (LENS) sviluppato dall'azienda statunitense Optomec [8]. Un ruolo determinante nell'AM metallico è giocato dalle tecniche a letto di polvere che sono state studiate fin dall'inizio degli anni '90 ma commercializzate solo negli anni 2000. La tecnologia consiste nella fusione localizzata della polvere ad opera di un laser (SLM/SLS "Selective Laser

Melting” / “Selective Laser Sintering”) o di un fascio elettronico (EBM “Electron Beam Melting”). La ragione principale della lentezza nello sviluppo è legata all’ingente energia richiesta per la fusione delle polveri. La prima tecnica sviluppata fu l’SLS che, sfruttando un laser attivo a CO₂, permetteva la fusione di sole leghe basso fondenti come il bronzo. Il letto di polvere era quindi composto da leghe basso e alto fondenti, le prime creavano una fase liquida che favoriva la sinterizzazione delle seconde che rimanevano solide per tutta la durata del processo. Il materiale, così ottenuto, non poteva essere usato nella produzione definitiva, relegando la tecnica alla fase di prototipazione. Con l’introduzione dei laser a cristalli di ittrio drogato (Nd-Yag), si rese possibile la fusione completa delle polveri metalliche incentivando così lo sviluppo della tecnica SLM. Parallelamente agli studi sul “Selective Laser Melting” si intensificò la ricerca di nuove fonti di energia utilizzabili per la fusione completa delle polveri, la scelta ricadde sul fascio di elettroni che portò all’introduzione della tecnica “Electron Beam Melting”. Con l’utilizzo dell’EBM aumentò notevolmente la potenza disponibile per la fusione delle polveri, ampliando così la gamma di metalli processabili. [9]

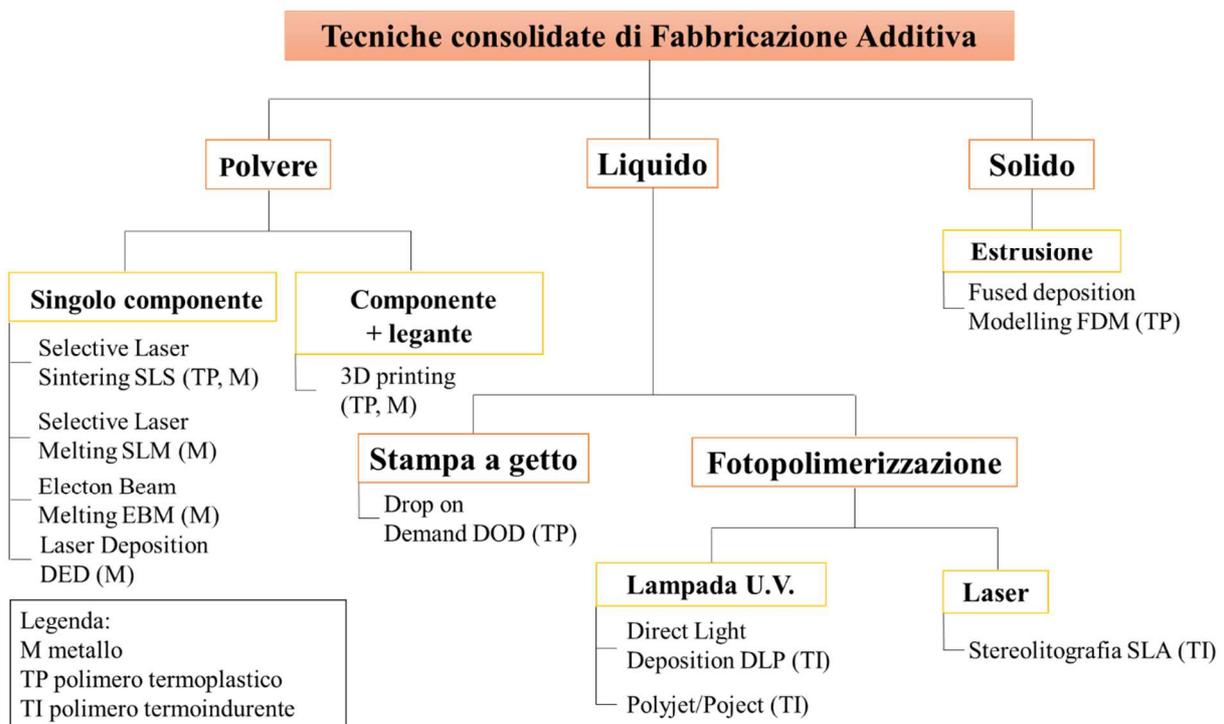


Figura 2.1- Tecniche di fabbricazione additiva consolidate [6]

Come si può osservare in figura 2.1, per classificare le tecniche di fabbricazione additiva si predilige, in genere, suddividere in base alla natura del materiale di partenza (solido, liquido e polvere) rispetto alla classe di appartenenza (polimero metallico o ceramico) dal momento che alcune tecniche possono essere impiegate per più classi.

La realizzazione di un prodotto mediante additive manufacturing è subordinata all’utilizzo di sistemi CAD 3D che permettono di ottenere il modello matematico dell’oggetto. Per continuare il processo, è necessario convertire il file CAD 3D in uno Shell 2D, dove la superficie esterna è approssimata con triangoli la cui dimensione è funzione della complessità geometrica e della risoluzione richiesta. La discretizzazione sarà infatti più fitta in corrispondenza di fori, superfici curve o altre entità geometriche che si discostano da una superficie piana, facilmente

discretizzabile. L'utilizzo dei triangoli nella definizione del file .stl (estensione del modello "Shell 2D") è legata a ragioni storiche, fu infatti l'azienda che lanciò sul mercato la fabbricazione additiva ad utilizzare il triangolo come elemento discretizzante che, negli anni, non fu più sostituito. Sul modello Shell 2D è quindi eseguito lo "slicing" che consiste nell'intersezione del file .stl con piani perpendicolari all'asse di costruzione a distanza definita e in genere costante. Lo spessore degli strati (layer) è strettamente dipendente da materiale e tecnica additiva impiegati. Al termine di questi passaggi è possibile procedere con la stampa che avverrà layer by layer come definito nello "slicing". A causa di questa modalità, sono presenti difetti intrinseci legati all'approssimazione della superficie reale tramite triangolarizzazione e slicing, il prodotto stampato dovrà quindi essere post processato per ottimizzare la finitura superficiale.

Partendo da un modello CAD 3D, i tempi e costi di produzione sono legati solamente alle dimensioni del pezzo e non alla sua complessità garantendo, quindi, ampia libertà di progettazione (figura 2.2 A). In ambito industriale, la possibilità di produrre canali conformali integrati nel profilo dell'oggetto ricopre grande importanza e permette di ottimizzare il sistema di raffreddamento degli stampi con notevole riduzione dei tempi ciclo di produzione. In ambito biomedicale invece la personalizzazione e l'alleggerimento delle protesi ha permesso di aumentarne la durata migliorando il tenore di vita del paziente [6]. Essendo una tecnica giovane, l'additive manufacturing non ha ancora raggiunto grande affidabilità sul mercato ed è ancora vista con diffidenza nell'ambito industriale non essendo in grado di garantire un'elevata produttività [10]. Le ragioni sono da ricercare in volumi e velocità limitati di costruzione e soprattutto nella ridotta versatilità delle macchine. Esse infatti possono, in linea teorica, lavorare con più materiali ma nella realtà costruttiva il cambio di polveri comporta livelli elevati di pulizia con conseguente spreco di tempo e risorse. L'AM si trova in chiara contrapposizione con le tecniche tradizionali che coinvolgono la formatura con conseguente finitura tramite rimozione di materiale. L'approccio sottrattivo comporta la lavorazione di materiale massivo con dimensioni e peso superiori rispetto all'oggetto finale, questo metodo genera scarti che spesso, non potendo essere riciclati, rappresentano costi di produzione aggiuntivi.

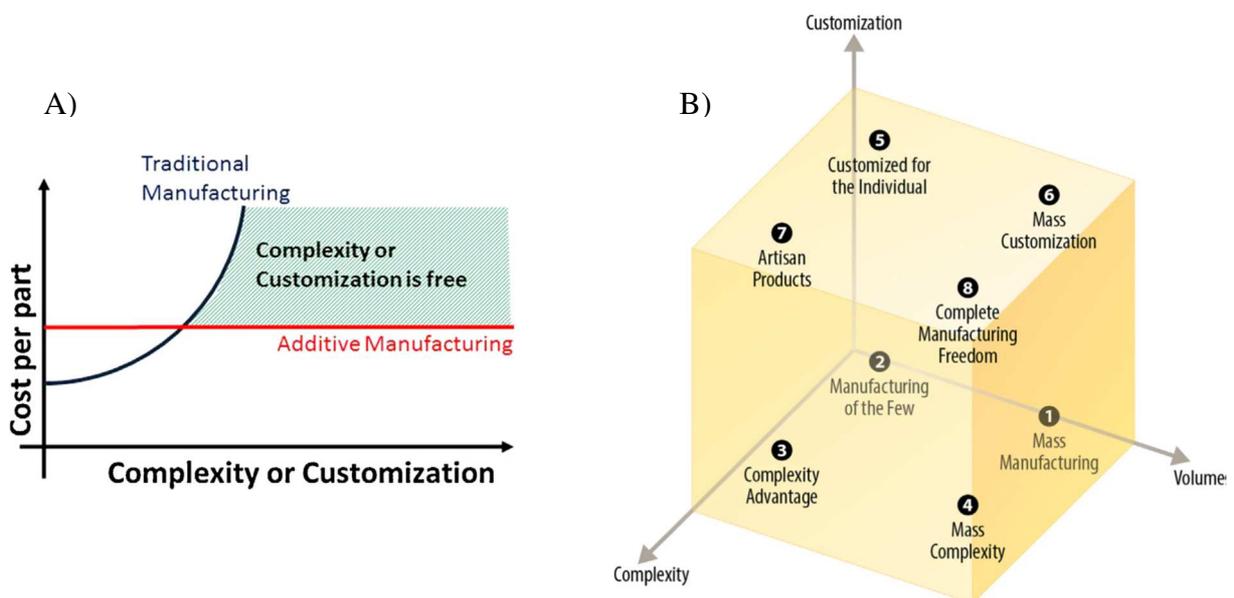


Figura 2.2- A) Rapporto costo complessità A.M. B) Schema caratteristiche dei prodotti [11].

Per valutare gli ambiti in cui l'utilizzo dell'additive manufacturing inserisce un valore aggiunto rispetto alle tecniche tradizionali, si fa riferimento allo schema in figura 2.2 B. Le grandezze sugli assi del diagramma rappresentano i tre parametri utilizzati per valutare la produzione. Con "Volume" si intendono le quantità prodotte in un determinato periodo di tempo, con "Complexity" si indicano le caratteristiche geometriche del prodotto finale e con "Customization" la possibilità di personalizzare il prodotto in funzione della richiesta. Con i numeri 1-8 si identificano delle aree che rappresentano le tipologie di produzione ottenibili, indipendentemente dalla tecnica utilizzata. Concentrando l'attenzione sulla regione 1, "Mass manufacturing", si nota come l'AM sia poco competitivo rispetto alle tecniche tradizionali, in quanto i volumi produttivi sono elevati, l'attenzione è incentrata sulla minimizzazione del costo e sulla replicabilità della produzione su vasta scala ancora poco accessibile con le tecniche additive. Discorso opposto vale per tutte quelle zone dello schema in cui i volumi produttivi sono bassi mentre complessità e personalizzazione sono significative. È proprio nelle regioni 2, 3 e 5 che l'A.M. si è affermata come tecnica consolidata. Alcuni esempi si trovano nell'ambito biomedicale e aerospaziale dove sono necessari bassi volumi di produzione altamente personalizzati (regione 5). La regione 8 "Complete Manufactory Freedom" rappresenta l'obiettivo delle tecniche additive, i recenti studi si focalizzano proprio sull'automazione dei processi e sull'espansione delle camere di lavoro con l'obiettivo di massimizzare i volumi produttivi [11].

In questo elaborato saranno presi in considerazione provini prodotti con tecniche additive a letto di polvere metallica, con attenzione particolare all' Electron Beam Melting (EBM) di cui segue una descrizione più particolareggiata in termini di funzionamento, parametri di processo pregi e limiti.

3. Electron Beam Melting

L'Electon Beam Melting (EBM) rientra nelle tecnologie additive a letto di polvere, è stata sviluppata per la fusione completa e localizzata di polveri metalliche e tutt'ora è impiegata in questo settore. L'idea di utilizzare un fascio di elettroni come fonte di energia, fu concepita verso la fine del secolo scorso e concretizzata nel 1993 con un brevetto che ne descriveva i principi fondamentali. Nel 1997, per dare seguito alle idee inserite nel brevetto, venne fondata in Svezia la "Arcam AB" che nel 2002 portò sul mercato la prima macchina EBM. Negli anni successivi la tecnologia si sviluppò principalmente nei settori biomedico e aerospaziale dal momento che il primo richiede una forte personalizzazione dei prodotti ed il secondo bassi volumi produttivi ed elevate proprietà meccaniche. [12]

Sarà di seguito trattata la descrizione del processo con particolare attenzione ai parametri che influenzano qualità delle parti definitive. Saranno quindi valutati i vantaggi e limiti della tecnica.

3.1 Descrizione del processo

Per la descrizione della tecnica additiva EBM è necessario fare riferimento allo schema in figura 3.1 dove è possibile individuare i componenti essenziali per il funzionamento del sistema. Il processo può essere suddiviso in due blocchi, il primo addetto alla produzione del fascio elettronico e il secondo assimilabile in una camera di costruzione. Entrambe le sezioni sono essenziali per la produzione del pezzo finale, lo scambio di energia tra elettroni accelerati e letto di polvere determina infatti la fusione e di conseguenza la costruzione layer by layer. Le due sezioni saranno tuttavia trattate separatamente per focalizzare l'attenzione prima sulla fonte di energia e poi sulla costruzione effettiva dell'oggetto 3D definitivo.

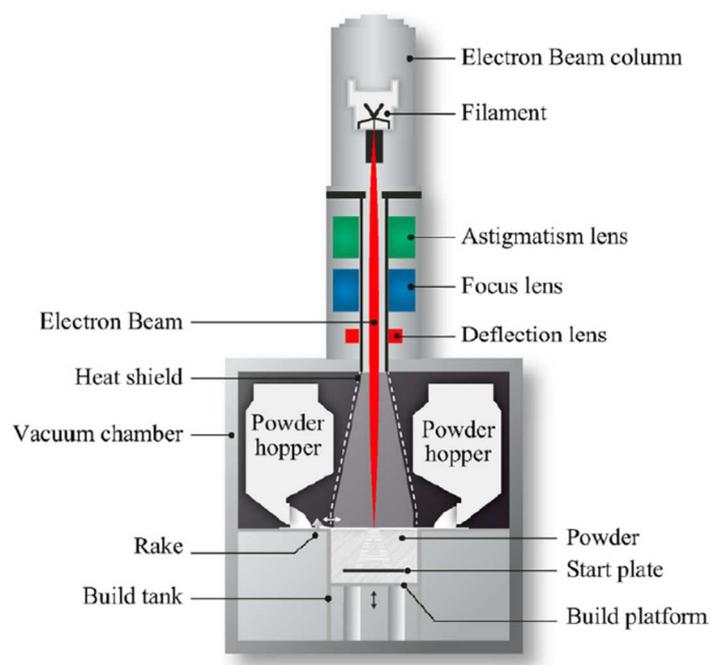


Figura 3.1 Schema macchina EBM [14]

3.1.1 Unità di emissione del fascio elettronico

Il fascio di elettroni è l'elemento caratterizzante di questa tecnica additiva a letto di polvere, in particolare determina la quantità di energia disponibile per la fusione delle polveri. Gli elettroni sono quindi prodotti, focalizzati e accelerati nel blocco superiore della macchina EBM (figura 3.1) comunemente chiamato "Cannone elettronico" dall'inglese "Electron Gun". Le sorgenti utilizzate variano in funzione del settore di impiego, le macchine più piccole produrranno elettroni tramite un filamento di tungsteno, mentre quelle impiegate in produzioni industriali utilizzeranno un monocristallo di esaboruro di lantanio (LaB_6). [12]

L'emissione degli elettroni è affidata all'effetto termoionico per entrambe le tipologie di sorgente utilizzate nelle macchine EBM. Alle sorgenti (catodi) è fornita energia tale da permettere agli elettroni di superare la funzione lavoro e abbandonare il sistema a bande. La funzione lavoro, dall'inglese "work function", indica la differenza di energia tra l'ultimo livello occupato e l'elettrone libero, nel vuoto. In genere è riportata in elettronvolt (eV) e per il tungsteno è di 4.4 eV mentre per il LaB_6 è 2.7 eV. Dai dati riportati si deduce come la rimozione di un elettrone sia più semplice nel secondo caso rispetto al primo, la ragione è da ricercare nella natura del materiale. Il tungsteno è un metallo, i suoi legami sono rappresentabili come buche di potenziale di profondità bassa e costante, una volta uguagliata la "work function" gli elettroni sono liberi di abbandonare le buche indipendentemente dalla loro posizione. L'esaboruro di lantanio invece è di natura metalloionica, le buche saranno quindi più simili a quelle di un materiale ionico. Rispetto al legame metallico del tungsteno, il legame metalloionico è caratterizzato da buche di profondità diversa, in cui la permanenza dell'elettrone risulta più o meno favorita. L'elettrone sarà quindi allontanato dalla buca a minore profondità del LaB_6 con una spesa energetica inferiore rispetto al corrispettivo nel tungsteno. La funzione lavoro (W) è fondamentale per mettere in relazione la densità di corrente (J) emessa con la temperatura (T) della sorgente. Con l'applicazione di un parametro A_G e della costante di Boltzman (k), è possibile definire la legge di Richardson $J = A_G T^2 e^{-\frac{W}{kT}}$ che permette di calcolare la temperatura a cui è necessario portare la sorgente per raggiungere la densità di corrente richiesta dal processo. In genere per il tungsteno si superano i 2600 K mentre per il LaB_6 è sufficiente raggiungere i 1800 K per soddisfare la richiesta di energia [13].

Gli elettroni così emessi sono accelerati verso l'anodo grazie ad una differenza di potenziale, la velocità acquisita li porterà verso la camera di costruzione. Prima di impattare sul letto di polvere, gli elettroni devono passare attraverso un sistema di lenti elettromagnetiche. La prima è anche chiamata di focalizzazione (Focus Lens) ed è impiegata per l'aumento o la diminuzione del diametro del fascio (spot size). La seconda invece deflette il fascio di elettroni in modo che possa raggiungere ogni zona della piattaforma di costruzione, la presenza di questa lente è fondamentale perché permette la produzione di oggetti senza il movimento meccanico di alcun componente della macchina. Queste due azioni sono facilitate dalla carica negativa dell'elettrone, basta infatti applicare alle lenti un campo elettrico più o meno intenso per ottenere il risultato richiesto [14].

L'intero processo deve essere condotto rigorosamente in vuoto. Questo è un requisito necessario sia per l'emissione che per il controllo del fascio. Nel cannone elettronico è infatti mantenuta una pressione che varia tra i 10^{-4} Pa e i 10^{-5} Pa in funzione della sorgente, se questi

valori non fossero controllati non si avrebbe l'emissione alle temperature indicate. Inoltre, il fascio interagirebbe con le molecole presenti nell'atmosfera rendendo difficoltose focalizzazione e deviazione. Il vuoto sarà mantenuto anche nella camera di costruzione ma a valori meno stringenti, intorno ai 10^{-3} Pa, in modo da scongiurare interazioni indesiderate con conseguente perdita di energia.

Il fascio elettronico così formato impatterà sul letto di polvere con un'energia pari a quella cinetica con cui è stato accelerato.

3.1.2 Camera di costruzione

La camera di costruzione è identificabile nella parte bassa di figura 3.1 e come detto in precedenza opera anch'essa in vuoto per evitare deflessioni indesiderate del fascio di elettroni prima della fusione. Il vuoto, in questa fase, permette anche di ridurre drasticamente l'ossidazione delle polveri adattando questa tecnica a leghe difficilmente processabili con tecnologie tradizionali e laser. La camera è sottoposta a un flusso di gas inerte per migliorare la stabilità termica del processo, è possibile insufflare azoto (N_2) o elio (He) in base alle interazioni dei gas con il materiale in costruzione.

Passando a descrivere i componenti fisici della camera di lavoro, ai lati della struttura si possono osservare due tramogge il cui compito è conservare la polvere e renderla disponibile durante la costruzione. La presenza di due punti di approvvigionamento delle polveri rende il processo più rapido, ottimizzando il movimento orizzontale della racla. A quest'ultima è assegnato il compito di livellare lo strato depositato eliminando la polvere in eccesso. Con l'utilizzo di due tramogge la racla lavora sia da destra verso sinistra che viceversa riducendo così le corse a vuoto. Il blocco principale di questa sezione è la piattaforma di costruzione sulla quale è fisicamente realizzato l'oggetto 3D. Ipotizzando di inserire un sistema di riferimento all'interno della camera, la piattaforma si estende sulla superficie xy e il suo movimento è concesso soltanto in salita e discesa lungo l'asse z. L'area di lavoro può essere quadrata o circolare e le dimensioni non superano i 0.5 m^2 . Prima di iniziare il processo di stampa la piattaforma viene riscaldata alla temperatura imposta in base al materiale utilizzato. Inoltre, se la complessità del pezzo lo richiede, è possibile inserire un'ulteriore supporto su cui si sviluppa la crescita dell'oggetto finale. [14]

3.1.3 Processo di costruzione

La costruzione dell'oggetto 3D finale può essere intesa come una ripetizione ciclica dei cinque passaggi fondamentali visibili in figura 3.2. La lettura dello schema inizia con l'abbassamento della piattaforma di lavoro, questa operazione è propedeutica per il rispetto dello spessore dello strato (Δs), parametro essenziale per la fusione corretta delle polveri. In genere, questo spessore dipende dallo "slicing" operato sul file .stl ed è mantenuto costante per tutta la realizzazione dell'oggetto. La piattaforma di costruzione si abbassa quindi, lungo l'asse z, di un valore pari a Δs permettendo di proseguire con il secondo step dello schema di costruzione. Come si vede in figura 3.2, lo spazio lasciato dall'abbassamento della tavola di lavoro è ricoperto dalla polvere che viene rilasciata in eccesso per evitare zone libere. Per livellare lo strato è necessario spostarsi al terzo passaggio dello schema dove una racla, con un movimento orizzontale, uniforma la polvere al Δs imposto scongiurando, almeno in linea teorica, la possibilità fusioni

differenziali. Il quarto ed il quinto passaggio dello schema in figura 3.2 rappresentano il cuore dell'intero processo di costruzione. Il preriscaldamento è realizzato tramite il passaggio dal fascio defocalizzato di elettroni su tutto lo strato di polveri precedentemente depositato. La potenza e la velocità del fascio sono elevate e variano in funzione del materiale. Per effetto preriscaldamento le polveri risultano parzialmente consolidate e grazie a questa caratteristica la tecnica EBM è definita un processo "a caldo". Con il quinto step si realizza la fusione localizzata dello strato preriscaldato e la costruzione effettiva del pezzo. Il fascio di elettroni viene focalizzato dalle lenti elettromagnetiche e deflesso nelle zone indicate nella geometria del modello CAD 3D. Dopo l'impatto, l'energia cinetica degli elettroni è trasferita come energia termica alla polvere che raggiunge la temperatura di fusione. Si viene a creare un pozzetto di metallo fuso che, grazie alla presenza del vuoto, non subisce ossidazione. A solidificazione avvenuta il ciclo ricomincia con l'abbassamento della piattaforma di costruzione fino alla costruzione completa dell'oggetto [14].

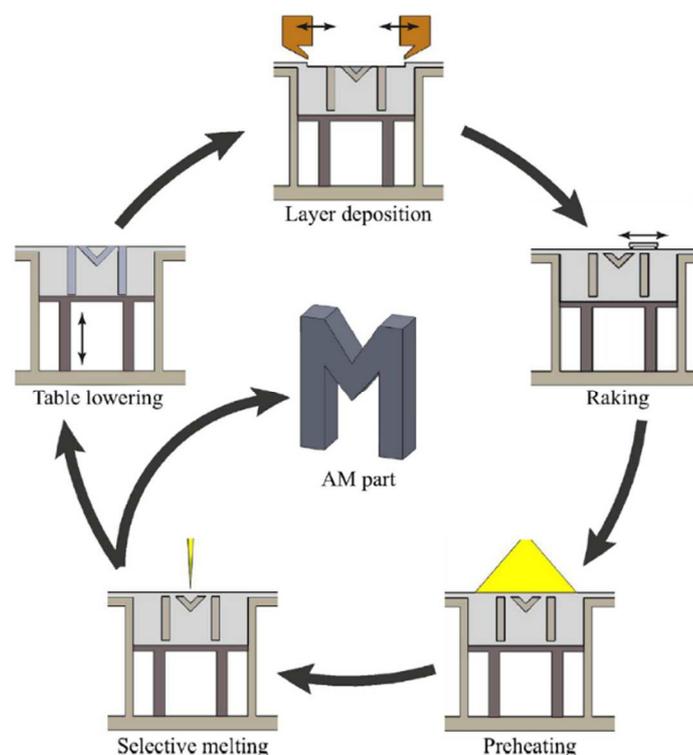


Figura 3.2 Fasi del processo di costruzione [14]

Terminato il ciclo di costruzione, sulla piattaforma è presente un compatto di polveri a temperature leggermente inferiori a quella di fusione. Il raffreddamento è un passaggio cruciale che avviene in camera di costruzione e può durare fino a 18 ore. La ragione delle tempistiche dilatate è da ricercare nelle proprietà termiche del vuoto. Esso infatti è un pessimo conduttore di calore e per ridurre il tempo ciclo globale è necessario insufflare gas inerte, in genere elio (He), per massimizzare la rimozione del calore. Una volta maneggiabile, il compatto è rimosso dalla macchina e sottoposto a sabbiatura per liberare la parte costruita dalle polveri consolidate. La rimozione del materiale è affidata all'impatto di corpi abrasivi ad alta velocità. In un'ottica di risparmio e riutilizzo del materiale i corpi abrasivi usati nella sabbiatura sono granuli di

polvere metallica della stessa composizione di quella consolidato. Le polveri allontanate sono quindi unite alla polvere vergine e in genere rappresentano un valore aggiunto essendo soggette alla rimozione di umidità residua durante il riscaldamento in macchina. Al termine di questo passaggio si ottiene il componente finale che dovrà ancora essere sottoposto ad ulteriori post trattamenti, diversi in base all'impiego finale.

3.2 Parametri di processo

Data la complessità del processo EBM è naturale pensare che i parametri che lo regolano siano molti e di natura diversa. La loro descrizione è condotta seguendo la separazione in blocchi già utilizzata nella sezione precedente. Si inizia quindi con i parametri legati al fascio elettronico per poi passare a quelli del letto di polvere. Successivamente è lasciato spazio alla descrizione dell'interazione tra elettroni e polveri, fase determinante per la compressione e il controllo del processo. Nella trattazione si fa particolare riferimento alla dipendenza che si crea tra *parametri diretti* impostati nei software di controllo delle macchine EBM e parametri derivati che si ottengono manipolando i primi per ottimizzare l'analisi del processo.

Vista la quantità ingente di parametri, ad oggi non si ha ancora un solo modello matematico per descrivere l'intero processo EBM. Agli inizi degli anni 2000 si utilizzava esclusivamente l'approccio "trial and error", si procedeva quindi a tentativi variando un parametro alla volta e caratterizzando i provini ottenuti [14]. Con l'ampliamento delle conoscenze sulla tecnica, si è cercato di modellare matematicamente le fasi della produzione in modo da valutare a priori le caratteristiche finali dell'oggetto 3D. Attualmente vi sono studi mirati sullo sviluppo di simulazioni dei diversi step di processo, con il progredire della ricerca si sono affinati e semplificati i modelli rendendoli sempre più aderenti alla realtà. Nei paragrafi seguenti si riporterà la descrizione dei parametri di processo *diretti* e derivati con un accenno allo stato dell'arte alla relativa modellazione matematica.

3.2.1 Parametri del fascio elettronico

Il fascio elettronico rappresenta, come già anticipato, la fonte di energia necessaria per la fusione localizzata delle polveri e la costruzione dell'oggetto 3D finale. Per la sua caratterizzazione sono essenziali tre grandezze derivate: la potenza, la velocità, la densità di energia e il diametro anche definito con il termine inglese "spot size".

Riferendosi alla potenza del fascio, è implicito focalizzare l'attenzione su *tensione* e *corrente* applicati all'interno del cannone elettronico. La *tensione* è impressa da un anodo sugli elettroni immediatamente dopo la loro emissione da parte della sorgente (catodo). Il potenziale anodico è necessario per far migrare le particelle negative verso le lenti elettromagnetiche che ne determineranno focalizzazione e posizione. La *tensione* di accelerazione assume un valore costante durante la costruzione (i.e. 60 kV [15]). La seconda grandezza che influenza la potenza del fascio è la *corrente*, il valore assunto varia in funzione dello step produttivo ed oscilla tra 1 mA e 50 mA. Durante il preriscaldamento dello strato di polvere, il fascio di elettroni scansiona tutta la superficie a potenza elevata e la *corrente* staziona al valore indicativo di 30 mA [15]. Durante la fusione localizzata, il fascio raggiunge il letto di polvere con potenza e *corrente* minori (i.e. 6 mA [15]). In un'ottica di ottimizzazione del processo e massimizzazione della produttività, lo sviluppo di nuovi modelli di macchine EBM si è indirizzato sull'aumento della

potenza disponibile. Con le prime macchine si disponeva di 3 kW [16] mentre, con gli ultimi modelli, si è raggiunta la potenza di 6 kW con relativo miglioramento delle prestazioni [12].

La riduzione della *corrente* del fascio durante la fusione può sembrare contraddittoria rispetto all'obiettivo di massimizzare la potenza fornita per la fusione, questa apparente incoerenza è spiegata con la valutazione della velocità e focalizzazione del fascio. Il primo parametro può essere impostato manualmente sulle macchine EBM ma durante la produzione, è in genere ricavato dallo “*speed function*” che controlla la velocità traslazionale del fascio elettronico durante la costruzione. Non è reperibile in letteratura la relazione matematica tra la velocità del fascio e la “*speed function*” ma, è stato verificato che si instaura un rapporto di proporzionalità diretta tra le due grandezze sopra descritte. A spessore dello strato di polvere costante, l'aumento della “*speed function*” implica un repentino aumento della velocità del fascio elettronico [17]. Come già avveniva per la *corrente*, anche la velocità del fascio varia in funzione dello step produttivo. Durante il preriscaldamento il fascio scansiona rapidamente (i.e. 15000 m/s [15]) il letto di polvere perché è sufficiente una bassa interazione. Con il passaggio alla fusione localizzata la velocità diminuisce drasticamente (i.e. 400 m/s [15]) in modo da assicurare l'adeguato scambio energetico a fronte di una diminuzione della corrente del fascio.

La densità di energia del fascio elettronico è un altro parametro essenziale per la modellazione del processo EBM. La densità energia è una grandezza indiretta che dipende matematicamente dalle altre. In letteratura si trovano diverse definizioni di questo parametro, la densità di energia può essere di linea, di area o di volume. A questi tre livelli distinti di definizione ci si riferisce rispettivamente con i termini “Line Energy” (E_L), “Area Energy” (E_A) e “Density energy” (E_D). La definizione matematica è importante per comprendere le ragioni dell'impegno di queste grandezze, E_L è il rapporto tra la potenza del fascio elettronico e la velocità dello stesso, E_A il rapporto tra E_L e il “*Line offset*” (LO) ed infine E_D è il rapporto tra E_A e lo *spessore dello strato* (Δs). La descrizione dettagliata di LO e Δs sarà ripresa nei paragrafi successivi, sono stati prematuramente citati per indicare la bontà dei tre livelli di definizione. Essi sono infatti necessari per confrontare il comportamento degli oggetti 3D prodotti rispetto alla variazione dei parametri di costruzione. A parità di LO e Δs può essere utilizzato il livello minimo di definizione (E_L) mentre, con differenti valori di LO e Δs , risulta necessario l'utilizzo del livello massimo (E_D) [18].

Il quarto parametro, citato in precedenza, è il diametro del fascio elettronico che si correla con l'area del letto di polvere investita dagli elettroni. Lo “spot size” non è un parametro diretto del processo EBM ma, nella pratica, dipende dall'unione di due grandezze dirette; la *corrente del fascio elettronico* e il “*Focus offset*” [14]. La diminuzione del diametro del fascio elettronico è affidata al sistema di lenti elettromagnetiche di focalizzazione. Il loro funzionamento si basa su un induttore che, tramite il passaggio di corrente, genera un campo magnetico che interagisce con gli elettroni, carichi negativamente, collimandoli nel punto desiderato. Il “*Focus offset*” identifica esattamente la quantità di corrente aggiuntiva che viene fornita alle lenti di focalizzazione per permettere la riduzione del diametro. Risulta quindi intuitivo che la ricerca sia rivolta alla minimizzazione dello “spot size”, tra le macchine EBM sul mercato il diametro del fascio varia tra i 250 μm e 140 μm [12].

La modellazione matematica della sorgente di energia rappresenta il primo passo per la simulazione del processo EBM. Negli anni l'approccio al problema si è evoluto ed ha portato allo sviluppo di due teorie. La prima, pubblicata nel 2008 [19], si occupa della modellazione della sorgente energetica tramite intensità e densità di potenza. L'intensità (I) è valutata in modo differente nelle tre direzioni cartesiane, sul piano xy (I_{xy}) si utilizza una funzione gaussiana dipendente dal diametro del fascio (3.1). Lungo l'asse z (I_z), invece, l'approssimazione deriva da prove empiriche ed è affidata ad una funzione dipendente dalla profondità raggiunta dagli elettroni (z) rispetto a quella assoluta (S) (3.2). La densità di potenza (\dot{Q}) è simulata a partire da potenza (P_{EB}) e diametro (d_b) del fascio elettronico, tiene conto dell'efficienza di conversione in potenza termica (η_e) e della capacità di controllo e direzionamento del fascio (η_b) (3.3). Con σ si indica la deviazione standard della distribuzione gaussiana.

$$I_{xy} = \frac{1}{2\pi\sigma^2} \cdot e^{-\frac{1}{2\sigma^2}(x^2+y^2)} \quad (3.1) \quad I_z = \frac{1}{0.75} \cdot \left(-2.25 \left(\frac{z}{S} \right)^2 + 1.5 \frac{z}{S} + 0.75 \right) \quad (3.2)$$

$$\dot{Q}(x, y, z) = -\eta_b \cdot \eta_e \cdot P_{EB} \cdot \frac{4 \ln(0.1)}{\pi d_b^2 S} \cdot e^{-\frac{4 \ln(0.1)}{d_b^2}(x^2+y^2)} \cdot \left(-3 \left(\frac{z}{S} \right)^2 - 2 \frac{z}{S} + 1 \right) \quad (3.3) \quad [19]$$

Il secondo modello [20] definisce il fascio come entità bidimensionale e, a differenza del primo, prende in considerazione anche la velocità (v). La densità di potenza (\dot{Q}) è direttamente proporzionale alla potenza totale del fascio (P_{EB}) ed è valutata tramite una distribuzione gaussiana in funzione di posizione (x) e tempo (t) (3.4). Il secondo parametro introdotto in questa simulazione è l'energia di linea (E_L), dall'inglese "line energy", che, come detto in precedenza, si è rivelato essere caratterizzante del processo EBM. E_L risulta essere direttamente proporzionale alla potenza e inversamente alla velocità del fascio (3.5).

$$\dot{Q}(x, t) = \frac{P_{EB}}{\sigma\sqrt{2\pi}} \cdot e^{-\frac{(x-vt)^2}{2\sigma^2}} \quad (3.4)$$

$$E_L = \frac{P_{EB}}{v} \quad (3.5) \quad [20]$$

Negli anni successivi si sono sviluppati nuovi modelli che migliorano l'approssimazione dei risultati, nonostante ciò si è continuato ad utilizzare una distribuzione Gaussiana per la simulazione di energia e potenza del fascio elettronico.

3.2.2 Parametri del letto di polvere

La caratterizzazione del letto di polvere comprende un numero minore di grandezze, si può infatti limitare la descrizione a due parametri, la granulometria e lo *spessore dello strato* di polvere. Prima di introdurre i concetti indicati è necessario fare una premessa, ci si riferirà alle polveri assumendo che la loro forma sia prevalentemente sferica essendo prodotte via gas atomizzazione [14].

La granulometria può essere descritta come la misura delle dimensioni dei granuli tramite il diametro equivalente di una sfera con uguale area superficiale o volume. Per le polveri utilizzate nelle tecniche additive, è possibile quindi confondere il diametro della particella con quello equivalente, è però utile ricordare che questo concetto può essere esteso a particelle con forme differenti. Un secondo parametro utile per la caratterizzazione delle dimensioni della polvere è la distribuzione granulometrica che si può trovare in forma cumulativa o distributiva. In ambito commerciale, la prima è più utilizzata ed indica la percentuale di granuli di polvere con diametro

inferiore ad uno di riferimento. All'atto pratico, si verifica a quale diametro corrisponde il 10%, il 50% o il 90% della polvere totale e si identificano con le sigle D10 D50 e D90. Per EBM il diametro equivalente delle particelle varia tra i 20 μm e i 150 μm . [12]

Il secondo importante parametro che caratterizza il letto di polvere è lo *spessore dello strato* (Δs) che viene steso dopo la fine di ogni ciclo di fusione (figura 3.2), la fonte di energetica deve infatti penetrare e scambiare energia per una profondità superiore a Δs per garantire la completa adesione tra strati successivi. Da questa breve introduzione è quindi naturale pensare come il Δs caratteristico vari in funzione della tecnica additiva e del materiale utilizzato. Gli elettroni posseggono un'ottima penetrabilità permettendo così l'impiego di spessori elevati che aumentano la velocità di costruzione. L'impiego di spessori elevati può però causare l'insorgenza di tensioni residue durante la solidificazione che possono indurre delaminazione nel prodotto finale. Questa criticità è in parte scongiurata dal passaggio di preriscaldamento che, compattando le polveri, diminuisce la velocità di raffreddamento e migliora la stabilità delle parti costruite riducendo drasticamente l'uso di supporti. Nelle macchine EBM lo spessore è modulato dai software di controllo del processo e può variare, in base al materiale, dai 50 μm ai 200 μm . [14]

Nelle simulazioni, la caratteristica principale che viene modellata è il livello di riempimento delle particelle solide nel letto di polvere, da cui dipende l'assorbimento di energia erogata dal fascio elettronico. Per raggiungere questo obiettivo sono stati utilizzati due approcci radicalmente diversi. Il primo, sviluppato nel 2014 [21], interpreta il letto di polvere come un insieme discontinuo di granuli. La correlazione con il livello di riempimento è quindi sviluppata rispetto al diametro delle polveri. L'asimmetria (v) della distribuzione granulometrica permette la sua approssimazione con una distribuzione gaussiana invertita ($f(x)$ con x diametro delle particelle) (3.6) che dipende da diametro medio (μ) e forma (λ) delle stesse. Essendo v costante in tutto il letto di polvere, è possibile valutare la distribuzione delle particelle sferiche al suo interno tramite una correlazione con i parametri della gaussiana invertita (3.7). Così facendo risulta sempre possibile ricavare il livello di riempimento del letto di polvere, in funzione della variazione di diametro medio e della distribuzione granulometrica (grandezze in input alla simulazione).

$$f(x) = \sqrt{\frac{\lambda}{2\pi x^3}} \cdot e^{-\frac{\lambda(x-\mu)^2}{2\mu^2 x}} \quad (3.6) \qquad v = 3 \cdot \sqrt{\frac{\mu}{\lambda}} \quad (3.7) [21]$$

Il secondo approccio, sviluppato nel 2017 [14], mira all'interpretazione del letto di polvere come entità continua, modellabile quindi con simulazione ad elementi finiti (FEM). Questa nuova visione ha permesso di snellire la mole di calcolo. Per simulare gli spazi intra particellari, gli autori hanno pensato ad un impaccamento cubico a corpo centrato dei granuli nel letto di polvere. Al continuo è quindi stata attribuita una densità del 64%, rispetto allo stesso materiale bulk, mantenendo così l'accuratezza nella simulazione. Grazie all'utilizzo del linguaggio a elementi finiti è stato possibile inserire anche le proprietà termiche del materiale nella simulazione. Lo studio realizzato ha ancora permesso di valutare il comportamento del pozzetto di fusione tenendo in considerazione il cambiamento di stato delle polveri.

3.2.3 Strategia di scansione

La strategia di scansione viene considerata come un parametro aggiuntivo del processo e dal punto di vista tecnico, può essere suddivisa in processo e modalità di scansione [14].

Il primo si riferisce alle fasi che portano al consolidamento dello strato costruito e sono riassumibili in preriscaldamento, fusione e stiratura. Se preriscaldamento e fusione, come già detto in precedenza, sono essenziali per la costruzione del componente, la fase di stiratura è considerata addizionale e comporta la scansione completa dalla zona solidificata a potenza e velocità del fascio elevate. Questo terzo passaggio consente di omogenizzare il campo di temperature nello strato limitandone il ritiro volumetrico [6].

La modalità di scansione interessa esclusivamente la fase di fusione ed è definita come insieme di segmenti che delineano il percorso del fascio elettronico durante la costruzione [14]. Per la tecnica EBM si sono sviluppate due modalità principali di scansione, del contorno e raster [6] [22] visibili in figura 3.3, rispettivamente A e B.

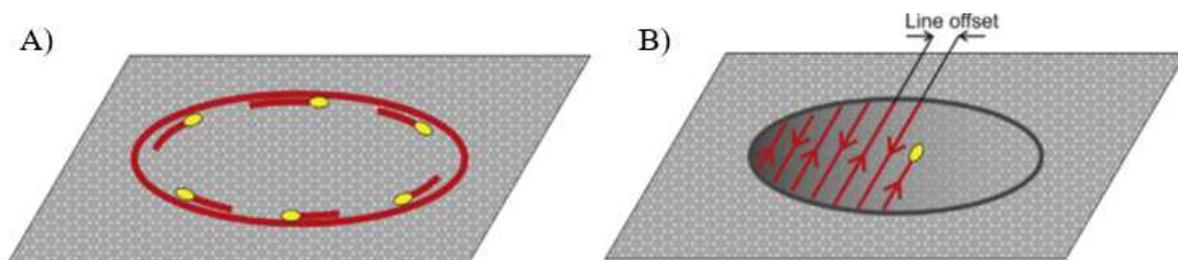


Figura 3.3 Modalità di scansione A) del contorno B) raster unidirezionale [22]

La modalità di scansione del contorno prevede il passaggio del fascio elettronico dapprima sul contorno esterno e successivamente verso quello interno. Come visibile in figura 3.3 A, i passaggi del fascio sono concentrici e si distanziano l'un l'altro di una quantità tecnicamente chiamata “*Offset*” la cui dimensione è legata al diametro del fascio elettronico. L'utilizzo di questa modalità di scansione migliora l'accuratezza della finitura superficiale inoltre, la scansione del contorno sfrutta la deflessione del fascio elettronico per mantenere contemporaneamente più pozzetti di fusione in modo da minimizzare il tempo di costruzione e permanenza in macchina del componente [22].

Nonostante la modalità di scansione del contorno apporti miglioramenti nella qualità dell'oggetto 3D finale, il modello raster rimane il più utilizzato nelle tecniche a letto di polvere. Come visibile in figura 3.3 B, la modalità si sviluppa in più passaggi paralleli e discreti del fascio elettronico con uguale direzione, ma verso opposto. Le linee di scansione si separano di una quantità nota e costante durante la costruzione, chiamata “*Line offset*”. Questo parametro è il più significativo tra quelli attribuibili alla strategia di scansione e definisce, in modo direttamente proporzionale, la velocità di costruzione [22]. Questa modalità semplice di scansione presenta un limite importante legato alla necessità di spegnere il fascio elettronico ad ogni incremento di “*Line offset*”. Una soluzione è identificata nella modalità di scansione raster “a zig zag” dove le linee parallele sono unite da segmenti perpendicolari di lunghezza pari a

“Line offset”. Questa modifica permette un percorso continuo del fascio elettronico superando il limite del raster unidirezionale [6]. La crescita del layer successivo proseguirà con la stessa modalità, ma le linee di scansione potranno subire una rotazione di 45° o più comunemente 90° [6] in modo da limitare la delaminazione degli strati contigui e migliorare le proprietà meccaniche del pezzo finale [14].

In linea generale, per ottimizzare la qualità dell’oggetto 3D prodotto, è possibile utilizzare entrambe le modalità di scansione per condensarne i vantaggi. Il profilo esterno sarà costruito con modalità al contorno mentre, per la fusione della superficie interna del letto di polvere sarà utilizzata la modalità raster “a zig zag” (figura 3.4) [14].

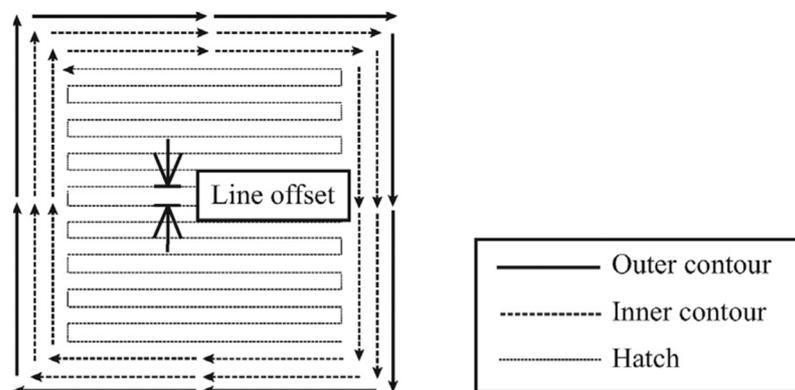


Figura 3.4 Condensazione delle due principali strategie di scansione [14]

3.2.4 Interazione tra fascio elettronico e letto di polvere

Nonostante i parametri descritti nelle sezioni precedenti diano uno sguardo generale sul controllo del processo, è necessario studiare la fisica delle interazioni tra fascio elettronico e letto di polvere per avere un quadro generale della tecnica EBM. Fino ad ora ci si è limitati alla descrizione ottimistica del processo in cui tutta l’energia fornita dal fascio elettronico è trasferita alle polveri sotto forma di calore per la fusione. La realtà dei fatti costringe ad affiancare a questo fenomeno almeno due effetti parassiti, la diffusione delle polveri in camera di lavoro e l’evaporazione parziale del materiale. Nella prima parte della descrizione ci si occuperà di questi due aspetti, nella seconda l’attenzione sarà focalizzata sul comportamento del materiale durante la fusione mentre nella terza sarà riportato un esempio di modellazione matematica per lo scambio di energia tra elettroni e polvere.

Le interazioni tra fascio e letto di polvere sono state ampiamente studiate dopo l’introduzione delle prime macchine EBM e per la spiegazione del loro comportamento è stata preferita l’interpretazione dell’elettrone come particella con massa, capace di trasferire momento [23]. La diffusione delle polveri all’interno della camera di costruzione può essere interpretata come diretta conseguenza della visione meccanicistica dell’elettrone ed è stata validata sperimentalmente grazie alle immagini rilevate da una microcamera installata durante la fusione (figura 3.5).

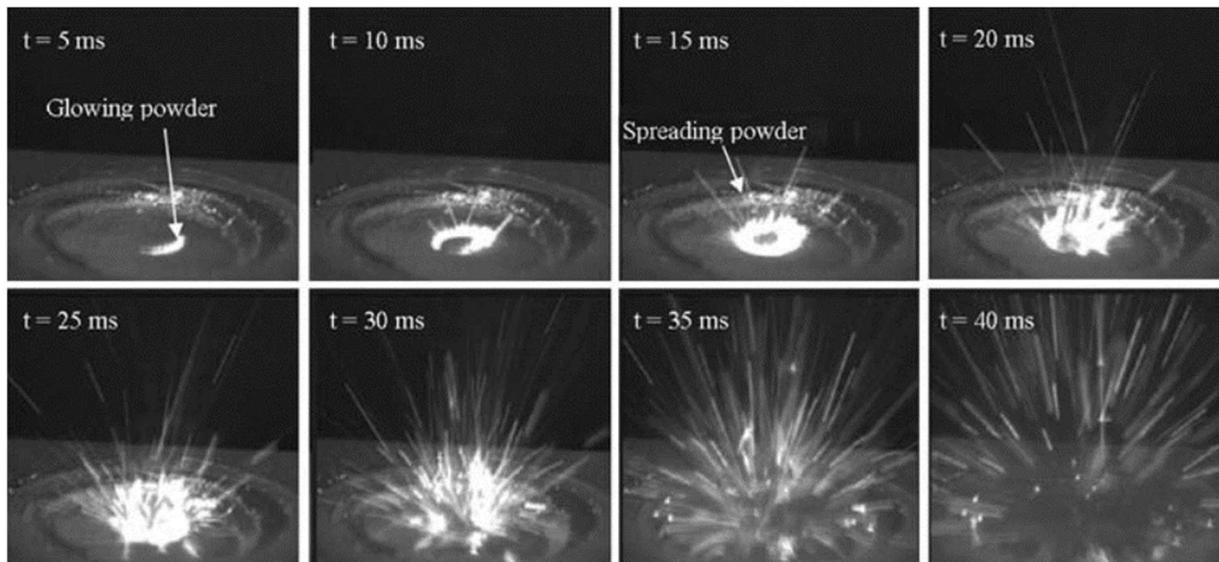


Figura 3.5 Diffusione della polvere in condizioni di fusione senza preriscaldamento dello strato (H11, 100 KV, 4mA e 100Hz) [23]

Di fatto non vi è chiarezza, in letteratura, sulla spiegazione di questo fenomeno ma due sono le versioni più accreditate [14]. La prima giustifica la diffusione come conseguenza fisica dell'impatto degli elettroni, il passaggio del fascio trasferisce ai granuli una forza tale da superare quella di coesione generando così un allontanamento delle particelle assimilabile ad un'esplosione localizzata. La seconda focalizza l'attenzione sulla carica elettrostatica negativa acquisita dalla polvere durante il processo. Gli elettroni raggiungendo il letto di polvere generano forze di coulomb repulsive che allontanano i granelli innescando la diffusione. Risulta quindi naturale pensare che questo fenomeno sia ridotto con l'aumento della compattezza del letto di polvere. Si è quindi verificato come un preriscaldamento dello strato garantisca forze coesive tali da non essere superate durante l'impatto del fascio elettronico minimizzando la diffusione dei granuli all'interno della camera di lavoro.

Il secondo effetto parassita è legato a filo doppio con la composizione del materiale in costruzione. Un eccesso di energia trasferita dal fascio può provocare un aumento indesiderato della temperatura che potrebbe raggiungere localmente quella di evaporazione di alcuni alliganti volatili della lega in costruzione. Questo fenomeno oltre a modificare l'atmosfera durante il processo, provoca una locale variazione della composizione del materiale non assicurando l'uniformità delle proprietà meccaniche, chimiche e termiche nel pezzo finito. Un esempio emblematico di questo fenomeno è il comportamento dell'alluminio durante la fusione localizzata con fascio elettronico per la produzione dell'intermetallico TiAl. La riduzione della percentuale di alluminio durante il processo può arrivare al 4% ed è strettamente correlata ai parametri di processo utilizzati. Oltre alla riduzione globale della quantità di alluminio, la vaporizzazione dell'elemento porta ad una disomogeneità composizionale che compromette significativamente le proprietà meccaniche finali del prodotto. [24]

La fusione rappresenta il fulcro del processo ed è generata localmente sul letto di polvere dallo scambio di energia con il fascio elettronico. Con la formazione di un pozzetto di fusione, il metallo liquido può fluire tra i granuli di polvere e sullo strato sottostante. La presenza di polvere fusa rende importante la valutazione della tensione superficiale che esplica la presenza di forze di coesione sulle superfici dei materiali. Questo parametro valutato all'interfaccia

liquido-solido, è fondamentale per definire la bagnabilità del primo nei confronti del secondo. Con il controllo della bagnabilità è possibile generare un pozzetto di fusione delle dimensioni ottimali che garantisca una buona densificazione dello strato e un'adesione forte con quello sottostante. Tra i parametri utili per modulare la bagnabilità vi sono la differenza di temperatura fuso-solido e la presenza di impurezze nel pozzetto. Come ci si può aspettare, la presenza di contaminanti nel metallo liquido agisce a scapito della bagnabilità riducendo la capacità del liquido di fluire verso lo strato sottostante. Un flusso ottimale è invece raggiunto con la presenza di una differenza di temperatura all'interfaccia tra solido e liquido che agisce da forza spingente per la bagnatura. Tuttavia, è errato pensare che la massimizzazione di tale differenza permetta di raggiungere condizioni via via migliori. Un eccessivo trasferimento di energia tra fascio elettronico e pozzetto indurrebbe un gradiente termico nel liquido con nascita di moti convettivi e difetti nello strato costruito. Uno tra i più conosciuti è il balling che consiste in un aumento di rugosità dato dalla solidificazione di materiale fuso allontanatosi dal pozzetto di fusione. Con la rimozione della fonte di energia e il locale abbassamento di temperatura si ha la solidificazione. Dal punto di vista chimico, durante questo passaggio, si ha la formazione di veri e propri legami metallurgici che garantiscono la formazione di uno strato denso e l'adesione a quello sottostante [14]. Trasferendo l'attenzione sulla dipendenza della fusione dei parametri di processo, è importante sottolineare che le grandezze descritte nei paragrafi 3.2.1, 3.2.2 e 3.2.3 giocano un ruolo importante nella definizione dell'efficienza della fusione e delle dimensioni del pozzetto di metallo fuso. Nel primo caso il "Focus offset" e il "Line offset" hanno un ruolo predominante. Come visibile in figura 3.6, l'aumento del "Focus offset" determina la riduzione della profondità raggiunta dal fascio elettronico limitando l'adesione dello strato in costruzione al precedente. Questo tipo di difetto è considerato dannoso perché la mancanza di fusione genera porosità allungate, facile punto di innesco di cricche e fratture [25].

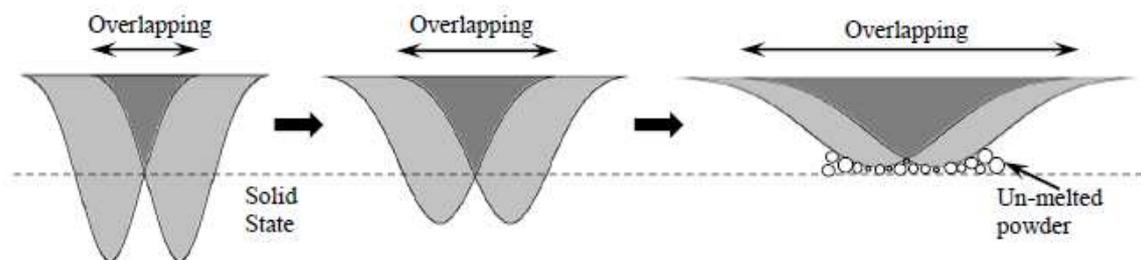


Figura 3.6 Schema del comportamento del pozzetto di fusione all'aumentare del "Focus Offset" [25]

Il "Line Offset" quando viene massimizzato porta, come nel caso precedente, ad un aumento della difettosità. In figura 3.7, si può osservare come un aumento della distanza tra due linee di scansione successive provochi una sovrapposizione ridotta tra due pozzetti di fusione contigui. Questa situazione provoca l'apporto insufficiente di energia al confine tra le due zone fuse che comporta la permanenza della polvere allo stato solido. Una volta solidificato e densificato, il provino avrà gradi di porosità elevate che contribuiranno alla diminuzione generalizzata delle sue proprietà meccaniche [25].

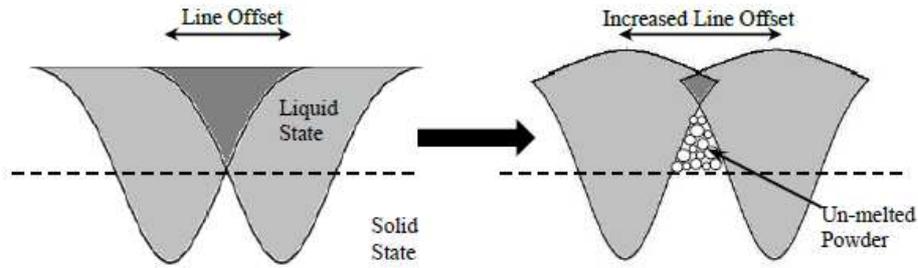


Figura 3.7 Schema del comportamento del pozzetto di fusione all'aumentare del "Line Offset" [25]

La dimensione del pozzetto di fusione è regolata in maniera sensibile dalla velocità del fascio elettronico. Come già detto in precedenza essa è direttamente proporzionale alla "Speed function" impostata dal software delle macchine EBM. La velocità del fascio regola l'interazione energetica tra elettroni e letto di polvere, basse velocità implicano un buon trasferimento energetico, incrementando le dimensioni del pozzetto di fusione. Viceversa, con l'aumentare della velocità lo scambio energetico è sfavorito, riducendo così il volume del pozzetto di fusione e contemporaneamente la massima temperatura raggiunta al suo interno. Simulazioni verificano questo comportamento e il risultato è inserito in figura 3.8 dove si osserva l'evoluzione di dimensione e temperatura del pozzetto di fusione [17].

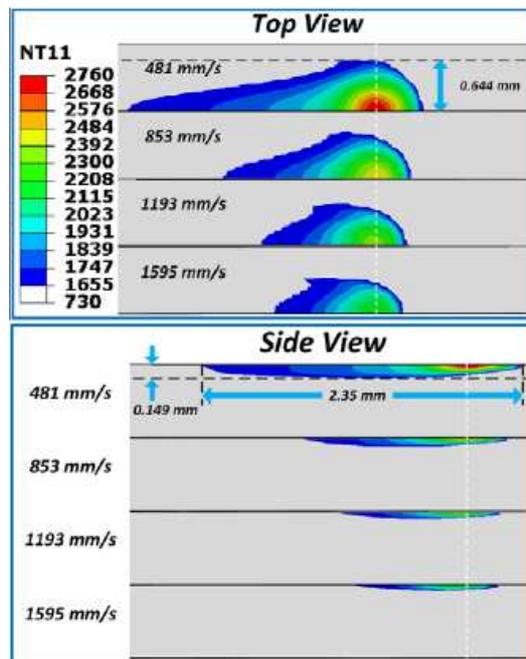


Figura 3.8 Evoluzione di forma, dimensione e temperatura del pozzetto di fusione con la velocità del fascio elettronico [17]

La modellazione della fusione è concentrata sulla simulazione del trasferimento di calore tra letto di polvere e fascio elettronico. Una seconda valutazione è fatta sulla temperatura del volume soggetto allo scambio di energia, è quindi necessaria un'attenta analisi delle proprietà termiche del materiale coinvolto. A questo scopo sono stati ideati diversi modelli che, con il tempo, hanno permesso di migliorare l'accuratezza dei risultati. Il primo, sviluppato nel 2009 [26], rappresenta il sistema con un transitorio termico. La simulazione delle dimensioni del pozzetto di fusione è associata alla valutazione della temperatura raggiunta dal materiale

investito da un flusso termico pari all'energia trasferita dal fascio. Le proprietà termiche della polvere sono definite su elementi finiti 3D ma non vengono modificate con il passaggio a liquido e successivamente a materiale bulk denso. Proprio in quest'ottica è stato presentato, nel 2017 [14], un secondo modello che assume le proprietà termiche funzione sia della temperatura che dello stato in cui si trova il materiale. L'obiettivo di questa simulazione è il medesimo ma la definizione della distribuzione di temperatura $T(x_1, x_2, x_3, t)$ è fatta rispetto al tempo e al volume dx_1, dx_2, dx_3 in cui avviene lo scambio termico. Il sistema si basa sulla risoluzione dell'equazione (3.8) tramite l'applicazione di condizioni al contorno che coinvolgono il flusso termico, la temperatura della camera e del preriscaldamento. Il valore negativo del gradiente del flusso termico ($-\nabla \cdot q$) è eguagliato al prodotto tra la densità, funzione della temperatura ($\rho(T)$), e la derivata della densità di energia rispetto al tempo ($\frac{de}{dt}$).

$$-\nabla \cdot q = \rho \cdot \left(\frac{de}{dt}\right) \quad (3.8) \qquad e = c \cdot T + \Delta H \quad (3.9) \qquad q = -\lambda \nabla T \quad (3.10) \quad [14]$$

La restante parte del modello si occupa della definizione delle variabili in gioco nella (3.8), la densità di energia viene quindi valutata come somma tra calore latente entalpico (ΔH) e prodotto di temperatura e calore specifico (c). Proprio nella definizione di ΔH è inserita la valutazione del cambiamento di stato del materiale, non contemplato nel modello precedente. Il parametro assume infatti definizioni diverse in funzione della temperatura raggiunta della porzione di volume analizzato.

$$\Delta H = \begin{cases} L & T \geq T_l \\ \frac{T-T_s}{T_l-T_s} \cdot L & T_s < T < T_l \\ 0 & T \leq T_s \end{cases} \quad [14]$$

Con: T temperatura
 T_s temperatura di solidus
 T_l temperatura di liquidus
L calore latente di fusione

In ultima battuta, si definisce il flusso termico tramite la legge di Fourier uguagliandolo al prodotto tra gradiente della temperatura (∇T) e alla conducibilità termica ($\lambda(T)$). Nella definizione finale della distribuzione di temperatura e di conseguenza delle dimensioni del pozzetto di fusione, si contempla ancora la dissipazione di energia, per irraggiamento della camera, che non viene utilizzato per portare a fusione le polveri [14].

3.2.5 Effetti dei parametri di processo sul componente

L'errata impostazione dei parametri precedentemente descritti, si risolve macroscopicamente in difetti nei prodotti costruiti. La rugosità superficiale rappresenta la prima delle tre disomogeneità principali e impone operazioni di post processo per raggiungere la finitura superficiale richiesta. Questo ulteriore passaggio aumenta tempi e costi di produzione, ma soprattutto deve essere tenuto in considerazione, con l'inserimento di sovra-materiale, durante la progettazione CAD dell'oggetto, per evitare la non conformità dimensionale del prodotto finale. Un secondo difetto è legato ai vuoti dovuti a porosità o zone infuse che deprimono le proprietà finali dell'oggetto 3D. Le prime in genere sono sferiche e non rappresentano punti di intensificazione degli sforzi mentre le seconde seguono l'andamento degli strati e si sviluppano perpendicolarmente all'asse z di costruzione. La forma allungata le assimila a cricche e quindi potenziali punti di innesco di frattura, con limitazioni nelle caratteristiche meccaniche. Questo difetto è stato già preso parzialmente in considerazione nel paragrafo 3.2.4 analizzando la

dipendenza del pozzetto di fusione dai parametri di processo. Il terzo difetto macroscopico è tipico delle tecniche additive che sviluppano la crescita layer-by-layer, le tensioni interne che si generano nello strato creano deformazioni che, sulla superficie esterna, si concludono con mancanza di adesione e svergolamento degli strati. Nel caso della tecnica EBM, gli sbalzi termici limitati e i lunghi tempi di raffreddamento minimizzano questo effetto che comunque permane. In figura 3.9 A, B e C, si possono osservare i risultati micro e macroscopici dei difetti descritti.

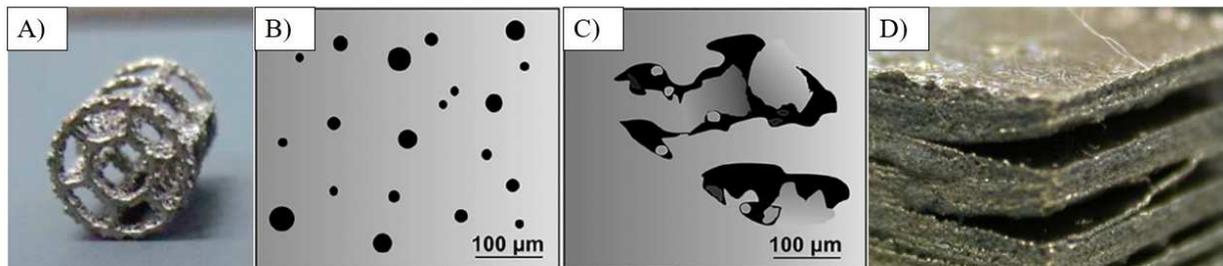


Figura 3.9 A) Esempio di finitura superficiale ottenibile tramite EBM [27] B) Esempio di porosità [28] C) Esempio di zona in-fusa con polvere residua all'interno [28] D) Esempio di delaminazione [19]

Avendo terminato la panoramica su parametri e difetti caratteristici dei prodotti costruiti con tecnica EBM, è necessario chiarire la dipendenza dei secondi dai primi. In parte la situazione è già stata approfondita durante la descrizione dei singoli parametri ma, per migliorare comprensione, l'influenza dei diversi parametri sui tre difetti caratteristici è stata riassunta nella Tabella 3.1. Come per tutta la trattazione, sono indicati in *corsivo* i parametri direttamente impostabili dai software di controllo delle macchine EBM.

Tabella 3.1 Relazione tra parametri di processo e proprietà finali del pezzo prodotto [14]

Difetto macroscopico	Parametro da minimizzare	Parametro da massimizzare
Rugosità superficiale	<i>Spessore dello strato</i> <i>Focus offset</i> Line energy <i>Line offset</i> <i>Corrente del fascio</i>	Velocità del fascio Spot size*
Porosità Zone in-fuse	Velocità del fascio <i>Line offset</i> <i>Focus offset</i>	Line energy
Delaminazione	<i>Focus offset</i> Modalità di scansione	Densità di energia

* Con dipendenza da *Corrente del fascio* e *Focus offset*

3.3 Valutazione del processo

Dopo la descrizione del processo EBM e dei suoi parametri, è doverosa una presa di coscienza sugli aspetti positivi e negativi che lo caratterizzano. Iniziando con la descrizione dei vantaggi di questa tecnologia, si passerà quindi a valutarne i limiti che spesso sono apparenti e dovuti alla relativa giovinezza del processo. Gran parte delle osservazioni sono condivise con tutte le tecniche di fabbricazione additiva, si è cercato di dare quindi più spazio a vantaggi e limiti peculiari del processo EBM.

3.3.1 Vantaggi

La tecnologia EBM è tutt'ora in via di consolidamento, soprattutto in ambito industriale dove ancora viene vista con diffidenza essendo giovane e poco scalabile alla produzione in massa. Tuttavia, gode di particolari vantaggi che la rendono appetibile negli scenari in cui le tecniche tradizionali non garantiscono la qualità richiesta.

- L'impiego del vuoto in camera di costruzione permette inoltre di limitare fenomeni di ossidazione sul pozzetto di fusione garantendo ottima qualità metallurgica, che si traduce in proprietà meccaniche migliorate del prodotto finito [29]. La tecnica EBM è quindi ottimale per la trasformazione di leghe reattive e facilmente ossidabili.
- Le condizioni di crescita del materiale determinano un secondo vantaggio che EBM ha rispetto agli altri processi additivi, l'assenza di supporti. Essendo un processo a caldo la polvere intorno al pezzo in costruzione viene preriscaldata e parzialmente sinterizzata agendo come supporto, assicurando così sostegno alle parti sporgenti e limitando le deformazioni dovute alle tensioni interne che si generano durante la solidificazione. La possibilità di eliminare o ridurre l'impegno di supporti limita il numero di trattamenti di post processo limitando così i tempi di produzione.
- Vi sono poi altri vantaggi che derivano direttamente dall'impiego di elettroni come fonte energetica. La possibilità di raggiungere energie elevate, grazie al fascio elettronico, permette la trasformazione di leghe ed intermetallici altofondenti difficili da produrre per fusione e colata con rese e qualità ottimizzate.
- Il fascio, essendo composto di particelle negative, può essere collimato e deviato con facilità impiegando delle lenti elettromagnetiche. All'interno della macchina non vi sarà dunque alcuna parte in movimento, ciò garantisce maggiore facilità di gestione del processo. Grazie al controllo del fascio elettronico, le velocità di scansione del letto di polvere sono elevate assicurando minori tempi di costruzione rispetto ad altre tecniche additive [29] a letto di polvere.
- L'impiego di elettroni, come fonte energetica concede l'utilizzo di spessori degli strati di polvere più elevati. Le particelle beta penetrano infatti più in profondità, rispetto al fascio laser, coinvolgendo volumi superiori di polvere nello scambio energetico. La conseguenza diretta di questo vantaggio è, ancora una volta, la massimizzazione della velocità di costruzione che si attesta a valori più elevati rispetto alla fusione localizzata con laser a letto di polvere.

È necessario ricordare che la qualità metallurgica è elevata e paragonabile ai processi di microfusione, questo vantaggio è attribuibile a tutte le tecniche additive che coinvolgono la

fusionione e la rapida solidificazione di piccole porzioni di volume [6]. A questi vantaggi devono poi essere aggiunti quelli legati alla libertà di design senza limiti di complessità geometrica, caratteristici di tutte le tecniche additive.

3.3.2 Limiti

L'utilizzo della parola limiti non è casuale, alcune delle caratteristiche che verranno riportate in questo paragrafo potranno essere migliorate con lo studio e l'affinamento della conoscenza del processo EBM.

- Attualmente i materiali trasformati tramite EBM sono limitati e circoscritti a leghe ed intermetallici alto fondenti difficilmente processabili con tecniche di produzione tradizionale, anche leghe bassofondenti come quelle di alluminio possono essere processate ma con costi superiori a parità di proprietà meccaniche. Inoltre, è necessario inserire in macchina polveri preferibilmente sferiche, di piccole dimensioni (20-150 μm) e con distribuzione granulometrica stretta. Queste richieste implicano l'impiego della tecnica di gas atomizzazione, come la "Vacuum Inert Gas Atomization" (VIGA), per la loro produzione. La situazione descritta è comune a tutti i sistemi additivi da polvere ma, per i materiali processati via EBM, possono sorgere ulteriori problemi. Come detto in precedenza, la tecnica EBM è prediletta con leghe ed intermetallici facilmente ossidabili dal momento che il vuoto in camera di costruzione limita la reattività. Questa caratteristica è importante anche per il processo di produzione delle polveri che spesso richiede l'utilizzo dell'atomizzazione al plasma per ottenere granuli della composizione richiesta, senza inclusioni e strati ossidici superficiali. A causa di questi accorgimenti il costo del materiale processabile è elevato e anche il suo spostamento e stoccaggio richiede ulteriori investimenti per garantirne la qualità fino all'ingresso in macchina [30]. Con il proseguire della ricerca sicuramente la gamma di materiali utilizzabili sarà maggiore e anche il costo delle polveri di partenza potrà essere competitivo. Ad oggi il processo EBM è limitato a leghe di titanio e cobalto cromo, superleghe di nichel ed intermetallici titanio alluminio (TiAl), ma si stanno facendo passi avanti nell'introduzione degli acciai tra i materiali trasformabili con questa tecnologia.
- Tra i vantaggi si è descritta la possibilità di massimizzare lo spessore degli strati di costruzione grazie all'elevata profondità di scambio termico data dall'impiego del fascio elettronico. Questa situazione nasconde un apparente limite che è già stato introdotto nel paragrafo 3.2.5. I prodotti lavorati con tecniche EBM presentano scarsa finitura superficiale, se paragonati con quelli ottenuti via SLM, e rendono obbligatorio un post processo di asportazione di materiale. In casi particolari, come nel settore biomedico, in cui è richiesta una rugosità superficiale elevata su alcune sezioni l'apparente limite diventa un vantaggio. Per la produzione di protesi, che devono migliorare l'integrazione ossea, la tecnica EBM è l'ottimale perché consente l'esposizione di elevata area superficiale su cui innescare la crescita di idrossiapatite [27].
- Un terzo limite è dato dalle tempistiche di raffreddamento. Il compatto di polvere, prima di essere estratto dalla macchina, deve raggiungere temperature adeguate alla movimentazione in sicurezza. Il vuoto è notoriamente un isolante termico e la rimozione del prodotto dalla camera può avvenire anche dopo 18 ore dalla fine della costruzione. Questa attesa riduce

drasticamente la produttività del processo annullando i vantaggi dati dall'elevata velocità di costruzione. Per ovviare a questo problema si aumenta la conducibilità termica dell'ambiente insufflando un gas inerte in camera di costruzione. È ancora necessario verificare che il gas non diffonda nel reticolo della lega processata, per questo motivo si tende ad utilizzare elio (He) anziché azoto (N₂) per scongiurare cambiamenti nella composizione del prodotto. Questo passaggio comporta, però, costi aggiuntivi senza ridurre sensibilmente i tempi di raffreddamento [6].

- Un'altra conseguenza diretta della temperatura elevata nella camera di costruzione è la disomogeneità tra il primo e l'ultimo strato costruito. Questo limite è caratteristico della tecnica EBM e, in generale, di tutte quelle a caldo in cui il materiale processato permane ad alte temperature per tutto il ciclo costruttivo. La situazione descritta comporta l'innescare involontario di trattamenti di addolcimento o ricottura e l'ingrandimento dei grani cristallini che creano gradienti microstrutturali lungo la direzione di costruzione. Alla disomogeneità strutturale, si uniscono in proporzionalità diretta quelle di proprietà meccaniche, il prodotto ottenuto a fine costruzione dovrà quindi subire ulteriori trattamenti per essere impiegato alla sua destinazione finale. Questo è uno tra gli apparenti svantaggi in quanto le disomogeneità strutturali e le proprietà sono facilmente recuperabili con un trattamento termico, necessario dopo ogni processo di formatura anche tradizionale. Questo passaggio di post processo non rappresenta quindi un aumento di costo e tempo di produzione [31].

4. Attività di ricerca: materiali, metodi e strumentazione

Nel quarto capitolo si prenderà in esame il materiale studiato in questo progetto di tesi ed i metodi e le strumentazioni utilizzati per caratterizzarlo. Si inizia la trattazione introducendo le caratteristiche chimiche e meccaniche dell'AISI H13, si va quindi ad analizzarne applicazioni odierne e tecniche di costruzione consolidate sia tradizionali che additive. Nella seconda parte del capitolo verranno analizzate e descritte le strategie utilizzate per acquisire i risultati che verranno presentati e discussi nel quinto capitolo.

4.1 Acciaio AISI H13

Nel lavoro di tesi fin qui sviluppato, si è adottato lo standard AISI (*American Iron and Steel Institute*) per la denominazione dell'acciaio caratterizzato. Secondo questa normativa la sigla attribuita è H13, dove H indica la categoria di appartenenza in base all'impiego (acciai da utensili per lavorazioni a caldo) e 13 identifica la composizione chimica della lega in cui il cromo è l'elemento alligante principale [1]. Vi sono, tuttavia, altre denominazioni con cui è possibile riferirsi a questo acciaio, la prima è di natura alfanumerica attribuibile alla normativa ISO (*International Organization for Standardization*), la seconda invece è esclusivamente numerica e riconducibile agli standard EN (*European Standard*). La denominazione dell'AISI H13 può quindi essere indicata con la serie alfanumerica ISO X40CrMoV5-1 dove la X, che indica un acciaio alto legato, è seguita dalle sigle degli elementi in ordine di abbondanza decrescente, secondo la percentuale in lega. Le cifre, che seguono, identificano la percentuale in peso degli elementi prima indicati. Con la designazione EN, l'AISI H13 è identificato con la sequenza numerica 1.2344. Dove 1. identifica la categoria acciai, 23 classifica la lega in base all'impiego (acciai da utensili per lavorazioni a caldo) e 44 distingue la composizione chimica caratteristica della lega identificandola in modo univoco rispetto alla classe di appartenenza [32].

Per coerenza con i capitoli precedenti dell'elaborato si continuerà ad utilizzare la denominazione AISI H13 per indicare l'acciaio caratterizzato.

Prima di giustificare l'impiego dell'AISI H13 come acciaio da utensile per lavorazione a caldo in base alle sue proprietà meccaniche, una sezione dell'elaborato sarà dedicata alla descrizione della composizione chimica e dell'effetto degli elementi principali sul comportamento meccanico della lega.

4.1.1 Descrizione e composizione chimica

L'acciaio AISI H13 non presenta una composizione chimica strettamente univoca, è piuttosto caratterizzato da intervalli di composizione di elementi caratterizzanti, rigidamente definiti. In tabella 4.1 sono riassunte le abbondanze percentuali in peso (wt%) degli elementi in lega [1]. Si sotto intende la presenza di ferro come elemento principale in percentuale in peso compresa tra 88.9% e 89 % [33].

Tabella 4.1 Composizione acciaio (wt%) AISI H13 elementi in lega [1]

	% C	% Mn	% Si	% Cr	% Ni	% Mo	% V	% P	% S
AISI H13	0.32-0.45	0.20-0.50	0.80-1.20	4.75-5.50	≤ 0.30	1.10-1.60	0.80-1.20	≤ 0.03	≤ 0.03

Volendo dare una breve descrizione dell'effetto degli elementi principali in lega, è necessario iniziare la trattazione dal cromo (Cr) presente in percentuale maggiore tra gli alliganti. Questo elemento è impiegato per migliorare le prestazioni dell'acciaio, anche ad alta temperatura. La spiccata affinità del cromo con il carbonio (C), presente in lega per lo 0.4%, permette la precipitazione controllata di carburi ricchi in cromo (M_7C_3 e M_3C). Questi composti, dopo trattamento termico, migliorano durezza, resistenza meccanica e ad usura del materiale. Tra gli elementi formatori di carburi, il cromo rappresenta il miglior compromesso nel rapporto durezza/costi per questo motivo è generalmente impiegato in quantità elevate [1]. Come visibile in figura 4.1, l'acciaio AISI H13 presenta composizione chimica propedeutica per la formazione dei carburi sopra indicati alla temperatura di 870°C.

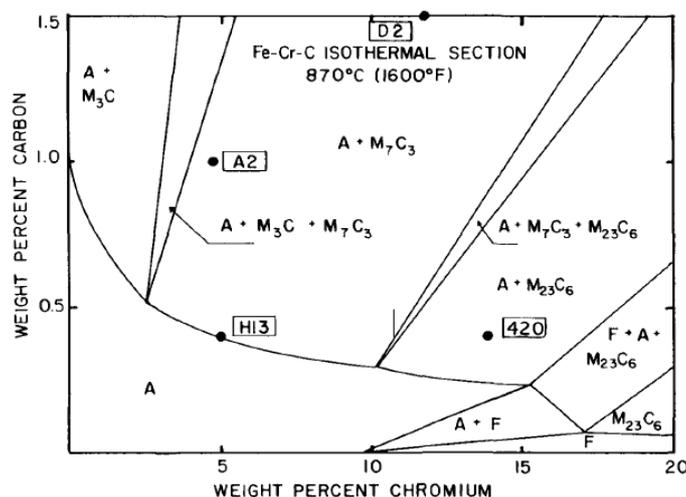


Figura 4.1 Carburi di cromo [1]

Il molibdeno (Mo) è considerato, al pari del cromo, un formatore di carburi la cui stechiometria è genericamente indicata con la sigla M_6C . Come già descritto per i carburi ricchi in cromo, l'aumento delle proprietà meccaniche giustifica l'adozione di questi elementi in lega. Nel caso degli acciai per utensili al cromo, il molibdeno ha una funzione più nobile che si esplica proprio in combinazione con l'alligante principale (cromo). Con la diminuzione di temperatura, il molibdeno è in grado di ritardare la trasformazione diffusiva dell'austenite in ferrite. Questa proprietà si traduce in un aumento della temprabilità dell'acciaio che, anche con velocità di raffreddamento minori, raggiungerà durezza superiori date dall'estesa trasformazione martensitica [1]. La temprabilità è valutata con la prova Jomini che da indicazione diretta della profondità raggiunta dalla trasformazione martensitica. Il risultato si ottiene tramite la misura della durezza su superfici parallele identificate lungo l'asse del provino, partendo da quella di tempra e spostandosi verso la zona interna inalterata [31]. In figura 4.2 si riporta il risultato della prova Jomini con il campione 1 di acciaio AISI H12 con 1.45% di Mo, 4.76 % di Cr e

0.35% di C ed un campione 2 di acciaio con 3.93% di Cr, 0.69% di C e nessuna traccia di molibdeno [1].

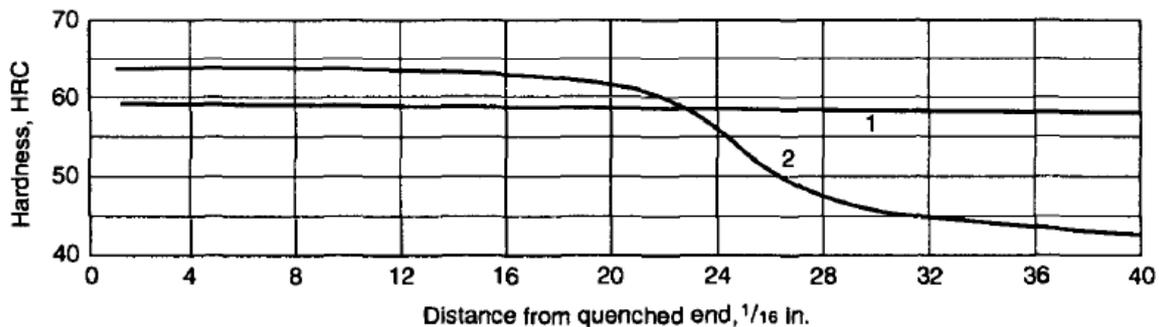


Figura 4.2 Effetto del Molibdeno sulla temprabilità dell'acciaio- Prova Jomini tra AISI H12 (curva 1) e acciaio con 0.9% di C e 3.93% di Cr (curva 2) [1]

Dall'analisi dei risultati si osserva come la curva 1 mantenga una durezza elevata con riduzione limitata spostandosi in profondità verso la superficie inalterata. La curva 2 invece sottolinea come l'efficacia della tempra vada a ridursi notevolmente all'aumentare della profondità. Questa tipologia di prova conferma il valore aggiunto dalla presenza del molibdeno nel miglioramento delle proprietà della lega.

L'effetto del vanadio (V) in lega da giustificazione concreta al graduale passaggio dall'AISI H11 al AISI H13 nella produzione di stampi e utensili per la forgiatura a caldo. Dal confronto di tabella 4.1 e 4.2 si può infatti osservare che differenza tra i due è legata principalmente alla percentuale in peso (wt%) di vanadio.

Tabella 4.2 Composizione acciaio (wt%) AISI H11-elementi in lega [1]

	% C	% Mn	% Si	% Cr	% Ni	% Mo	% V	% P	% S
AISI H11	0.33-0.43	0.20-0.50	0.80-1.20	4.75-5.50	≤ 0.30	1.10-1.60	0.30-0.60	≤ 0.03	≤ 0.03

L'effetto del vanadio è utile per migliorare la durezza della lega ad alte temperature, obiettivo primario per acciai da lavorazioni a caldo. Il vanadio presenta affinità con il carbonio superiore a molibdeno e cromo, precedentemente descritti, migliorando la stabilità in temperatura dei carburi. Questi composti hanno stechiometria riconducibile alla formula MC ed incontrano dissoluzione in matrice austenitica soltanto superati i 1100 °C. Inoltre, la tendenza alla coalescenza non aumenta sensibilmente con la temperatura risultando in una microstruttura stabile anche alle temperature di lavoro. Aumentando la temperatura di austenitizzazione sopra il livello indicato si potrà disporre del vanadio in soluzione solida, con un raffreddamento rapido e conseguente trattamento termico sarà quindi possibile riprecipitare carburi della stessa tipologia (MC) ma di taglia molto più fine e omogeneamente distribuiti nella matrice. La bassa tendenza alla coalescenza permetterà di mantenere l'incremento di proprietà meccaniche ottenute dal trattamento termico anche ad alte temperature migliorando la durezza e la resistenza a caldo della lega [1]. Il vanadio che rimane in soluzione solida ha ancora la funzione di regolatore della taglia dei grani. Questa proprietà è determinante nelle applicazioni a caldo

dove, la permanenza alle temperature di lavoro, può portare ad un aumento della dimensione dei grani a causa dell'innescarsi di fenomeni diffusivi. In figura 4.3 si osserva l'effettivo miglioramento delle condizioni di durezza dato dall'aumento della percentuale di vanadio in lega.

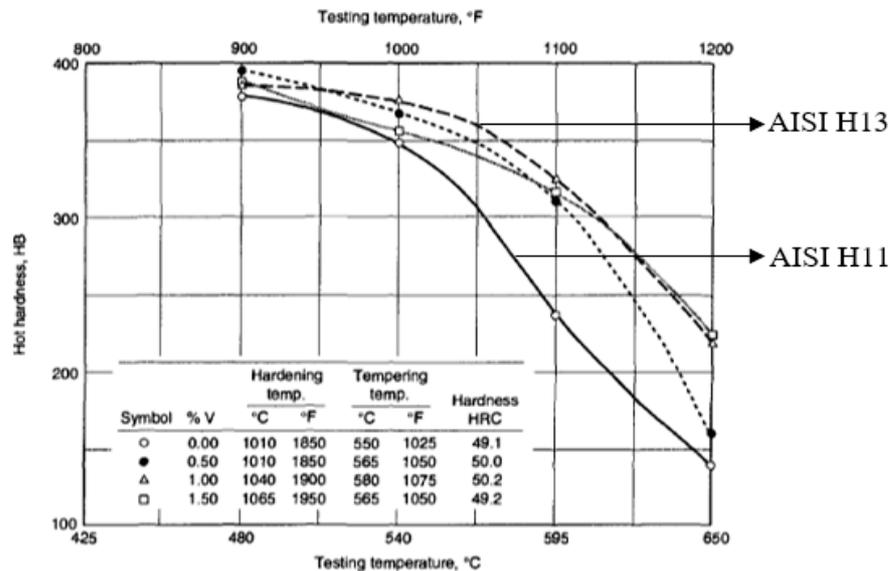


Figura 4.3 Effetto della percentuale di vanadio(V) in lega [1]

Il grafico in figura 4.3 identifica un intervallo di temperature raggiungibili in uno stampo durante la pressocolata di leghe leggere, in particolare di alluminio. Sull'interfaccia della cavità, il contatto con metallo liquido fa raggiungere all'acciaio temperature di poco inferiori a quella di fusione della lega colata. Nel caso di leghe di alluminio da getto, come AlSi10Mg, la temperatura di fusione arriva fino a 604°C [33]. Per valutare la durezza dell'acciaio, in condizioni di lavoro, è quindi necessario focalizzare l'attenzione sulla parte destra del grafico in figura 4.3. Con le frecce sono indicate le due curve attribuibili all'AISI H13 e all'AISI H11. Si conferma quindi l'effetto benefico del vanadio nel mantenimento della durezza con l'aumento della temperatura fino alle condizioni più rigide di impiego.

4.1.2 Proprietà

La valutazione delle proprietà dell'acciaio AISI H13 è basata su quattro caratteristiche generali che gli acciai per utensile da lavorazione a caldo devono rigorosamente possedere. Questi principi cardine prendono in esame proprietà termiche e meccaniche del materiale con il fine di operare la scelta dell'acciaio più adeguato in base alle condizioni di lavoro. In questo paragrafo verranno descritte le quattro caratteristiche con particolare riferimento al comportamento dell'AISI H13.

La *resistenza alla deformazione nell'intervallo di temperatura di lavoro* è un requisito necessario richiesto al materiale per essere impiegato a caldo. Questo aspetto è correlato al decadimento della risposta meccanica dei materiali con l'aumento della temperatura [1]. Una riduzione della resistenza allo snervamento comporta, a sollecitazione esterna costante, una deformazione plastica più severa che risulta in una variazione macroscopica di forma. Questa situazione non è accettabile in opera, soprattutto durante un processo di formatura a caldo dove il mantenimento della geometria dello stampo è condizione strettamente necessaria per

l'ottenimento del prodotto finale. In figura 4.4 si può osservare la variazione della tensione di snervamento con la temperatura per l'acciaio AISI H13. I valori di tensione non variano sensibilmente durante l'intervallo di temperatura di preriscaldamento dello stampo, tra i 180°C e i 250°C [34]. La pendenza della curva, in figura 4.4, incrementa in valore assoluto dopo i 600°C identificando una situazione via via più pericolosa. La tensione di snervamento, in queste condizioni, si attesta comunque a valori superiori ad un acciaio non legato a pari quantità di carbonio (AISI 1040, 315-390 MPa [33]), confermando l'importanza della composizione chimica per il miglioramento delle proprietà meccaniche.

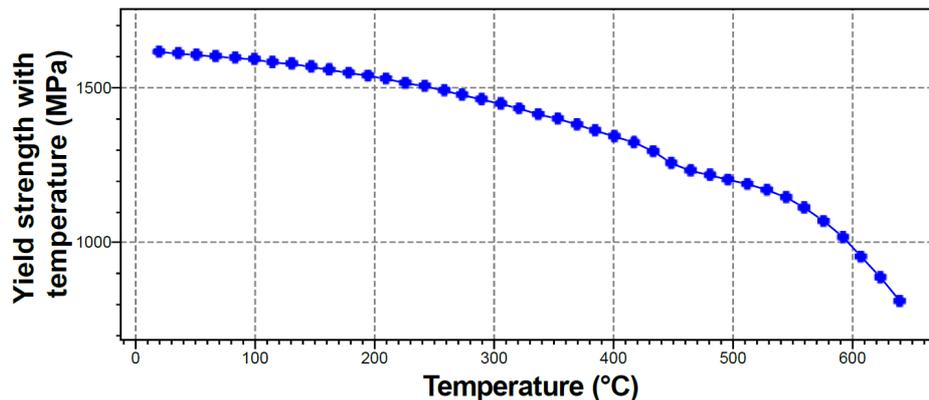


Figura 4.4 Andamento della tensione di snervamento AISI H13 con la temperatura [33]

Il secondo parametro di valutazione si concentra sull'analisi della *resistenza agli shock*, siano essi termici o meccanici. L'acciaio per lavorazioni a caldo deve sopportare la variazione improvvisa di carichi e temperature senza incorrere nella formazione di cricche. Questi difetti, se non prontamente identificati, possono portare alla rottura catastrofica del componente con ingenti aumenti di costi e tempi di produzione [1]. La resistenza a questo tipo di sollecitazioni è tanto maggiore quanto più il materiale riesce a ritardare la formazione e successiva propagazione della cricca. Una tenacità elevata sarà quindi preferibile nell'ottimizzazione di questo parametro. Esso ha un'importanza strategica nella progettazione di stampi e punzoni per forgiatura, i primi sono infatti soggetti a sbalzi termici durante la colata mentre i secondi a variazioni brusche di sollecitazione meccanica durante la formatura. Tra gli acciai da utensile per lavorazioni a caldo della serie H, quelli al cromo presentano le tenacità più elevate. L'AISI H13 è infatti ampiamente utilizzato nelle applicazioni sopra indicate. Volendo fare una suddivisione tra le leghe della serie H assegnando un punteggio tra 1 e 9 all'aumentare della tenacità, l'AISI H13 ottiene il massimo mentre gli acciai per lavorazioni a caldo al tungsteno e molibdeno non superano il valore 6 indice di minore tenacità e maggiore sensibilità agli shock [1]. È però necessario specificare che questi punteggi sono normalizzati sugli acciai da utensili per lavorazioni a caldo e che l'elevata tenacità dell'AISI H13 non deve essere considerata in modo assoluto, ma in relazione alle altre tipologie di leghe della serie H. Infatti, se si confronta la tenacità, intesa come quantità di energia assorbita durante un impatto, dell'AISI H13 con quella di un acciaio con pari quantità di carbonio come l'AISI 1040, si osserverà che l'AISI H13 manifesta una tenacità fino a 10 volte inferiore [33]. Questo paragone è quindi utile per sottolineare che un acciaio da utensile, per essere definito tale, deve possedere tenacità inferiore ad un acciaio con pari quantitativo di carbonio, per garantire la durezza richiesta nell'impiego

per cui è realizzato. È però importante sottolineare che, in caso di sollecitazioni di shock, per massimizzarne resistenza è necessario scegliere un acciaio con valori di tenacità elevati nell'intervallo consentito, come nel caso l'AISI H13

La valutazione di un acciaio da utensile passa obbligatoriamente per la *resistenza ad usura ad alta temperatura*. Questo parametro è fondamentale nella definizione della durata del componente in esercizio e delle tipologie di danno riscontrabili a fine vita. L'aumento della resistenza ad usura si basa su due principali proprietà meccaniche ed è tanto più marcato quanto più elevata è la durezza e contenuta la tenacità. Questa relazione giustifica la necessità di mantenere basso il valore di tenacità e limitarne l'aumento eccessivo con la temperatura già descritto nel paragrafo precedente. Inoltre, spiega la necessità di inserire in lega elementi formatori di carburi (cromo, molibdeno e tungsteno), che aumentano la durezza e ne limitano il decadimento con la temperatura. Per spiegare il comportamento dell'AISI H13 nei confronti della resistenza all'usura ad alta temperatura è utile rappresentarlo in un diagramma tenacità-resistenza a usura, in modo da identificarne la posizione. In figura 4.5, sugli assi non vengono riportati i valori assoluti di resistenza a usura e tenacità ma i punteggi normalizzati tra 1 e 9 come indicato nel paragrafo precedente.

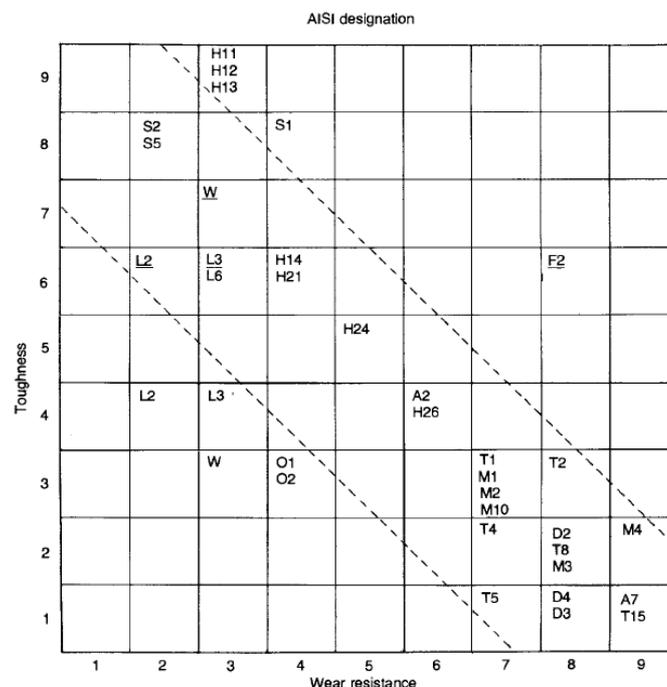


Figura 4.5 Grafico resistenza a caldo e tenacità [1]

Dall'analisi del grafico in figura 4.5 si identifica come la condizione ideale di resistenza a fatica si posizioni nell'area inferiore destra del grafico. Per quanto riguarda l'AISI H13, il punteggio elevato in termini di tenacità allontana l'acciaio dalla zona ottimale. È necessario ricordare come in queste condizioni non si tenga conto delle evoluzioni delle proprietà con la temperatura, infatti sono confrontati acciai da utensili per lavorazioni a caldo e a freddo. L'ottimo comportamento dell'AISI H13 all'irrigidimento dello scenario termico di esercizio, descritto nella prima parte del paragrafo, ne giustifica l'utilizzo come materiale di elezione per stampi e utensili di forgiatura a caldo [1].

Il quarto ed ultimo parametro per la valutazione degli acciai da utensile è più specifico per quelli da lavorazione a caldo e si può definire brevemente come la *resistenza alla fatica termica*. Questa caratteristica è meglio conosciuta con il termine inglese “heat-checking” e si manifesta con la formazione e lo sviluppo di un network di cricche, inter e transgranulari, che deprimono le proprietà meccaniche fino a rottura prematura. Questo fenomeno è causato dalle continue variazioni nel tempo di temperatura e stress a cui è soggetto il materiale in uso. Lo scenario appena descritto interpreta a pieno la storia termica a cui sono sottoposti gli stampi durante ogni ciclo di pressocolata di leghe leggere. Il gradiente termico che si sviluppa tra la superficie della cavità, a contatto con il metallo fuso, e il resto dello stampo preriscaldato induce espansioni differenziali sviluppando tensioni interne che localmente possono dare origine a nucleazione e successiva propagazione di cricche. La resistenza dei materiali a questo tipo di sollecitazione può essere spiegata con l’analisi di due coppie di parametri, la prima legata a grandezze termiche mentre la seconda a proprietà meccaniche.

In un’ottica di analisi delle grandezze termiche, la resistenza a “heat-checking” è massimizzata se il materiale presenta un coefficiente di dilatazione (CTE) contenuto e un’elevata conducibilità termica che permette di appianare più velocemente di gradiente termico [1]. Per valutare le prestazioni dell’AISI H13 si sono confrontati i valori di questi due parametri rispetto ad un secondo acciaio da utensile per lavorazioni a caldo, l’AISI H21 in cui il tungsteno è l’elemento, in lega, più abbondante. Inoltre, entrambi gli acciai sono relazionati con un acciaio di base con 0.4% di carbonio, l’AISI 1040. I risultati sono presenti in tabella 4.3 [33].

Tabella 4.3 Confronto CTE e conducibilità termica di acciaio AISI H13 e AISI H21 e AISI 1040 [33]

	CTE [10⁻⁶°C⁻¹]	CTE in temperatura [10⁻⁶°C⁻¹]	Conducibilità termica [Wm⁻¹°C⁻¹]	Conducibilità termica in temperatura [Wm⁻¹°C⁻¹]
AISI H13	10.2-10.7	9.55	25-29	25.1
AISI H21	10.8-11.3	9.92	26-28.1	23.3
AISI 1040	10.5-12	11.4	50-54	52

L’analisi dei dati in tabella 4.3 conferma la migliore resistenza a fatica termica dell’AISI H13 rispetto ad altri acciai per lavorazioni a caldo. Il coefficiente di espansione termica è paragonabile a quello dell’AISI H21 soprattutto se si considera il valore ad alta temperatura. La conducibilità termica invece supera di quasi 2 W/m°C quella dell’AISI H21, migliorando così l’omogeneizzazione termica dello stampo e riducendo il valore degli sforzi differenziali che si formano durante ogni ciclo di pressocolata. Per quanto riguarda la valutazione degli acciai per lavorazioni a caldo, si può notare come il coefficiente di espansione termica in temperatura sia inferiore di $2 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ rispetto a quello dell’AISI 1040. Questo dato indica che quest’ultimo svilupperà maggiori tensioni cicliche date da espansione e contrazione del reticolo, portando alla nucleazione e propagazione prematura di cricche.

Con un punto di vista prettamente meccanico, due grandezze già descritte in precedenza possono essere utilizzate per valutare la resistenza alla fatica termica dei materiali, la tenacità e la durezza. In questo caso è richiesta elevata tenacità perché risulta determinante la capacità del materiale di fermare o rallentare la nucleazione e crescita di cricche. Un miglioramento è, allo stesso modo, apportato da materiali con durezza elevata che permettono l'aumento della resistenza a fatica [1]. In un grafico durezza-tenacità, l'area ottimale in cui ricercare materiali con alta resistenza a "heat-checking" è quella in alto sulla destra. Per avere una valutazione dell'AISI H13 è necessario individuare la posizione dello stesso nel grafico. La situazione descritta è visibile in figura 4.6. Anche in questa tipologia di grafico non sono presenti i valori assoluti sugli assi, ma punteggi normalizzati da 1 a 9 rispetto alle caratteristiche degli acciai da utensile.

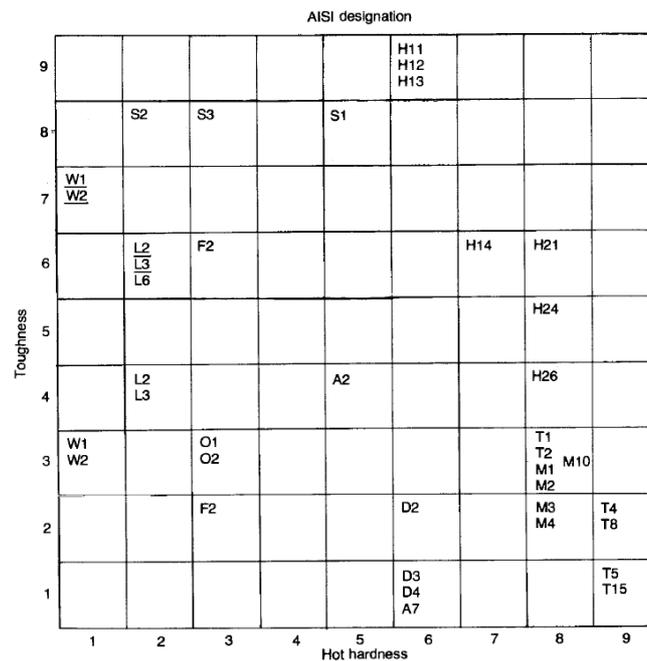


Figura 4.6 Grafico durezza-tenacità [1]

In base alle osservazioni fatte, l'AISI H13 si trova al limite dell'area ottimale per massimizzare la resistenza a fatica termica. Ciò indica come le proprietà dell'acciaio favoriscano l'impiego per stampi di pressocolata. È ancora importante notare come nessun altro acciaio si avvicina all'area superiore destra del grafico. L'AISI H13, insieme agli altri acciai per utensile al cromo, è quindi definibile come materiale di elezione per l'impiego in stampi di pressocolata e forgiatura a caldo.

Dall'analisi delle proprietà è emerso come la scelta del materiale per la produzione di stampi di pressocolata di leghe leggere e forgiatura a caldo sia già stata ottimizzata. L'acciaio AISI H13 infatti risponde bene alle sollecitazioni che nascono nell'impiego di acciai per utensile e in modo ottimale in quelle attribuibili alle lavorazioni a caldo. Il passo successivo che permetterà l'ottimizzazione della produzione del componente finale sia esso stampo per pressocolata o forgiatura a caldo, comprende il processo produttivo. Per spiegare le ragioni del passaggio dalla produzione tramite tecniche tradizionali alla fabbricazione additiva, in particolare all'electron beam melting (EBM), è necessario riassumere lo stato dell'arte della produzione dell'AISI H13.

Si inizia la descrizione con le tecniche tradizionali per poi passare a quelle additive consolidate, sarà posta particolare attenzione sulla microstruttura ottenibile con queste tecnologie.

4.1.3 Stato dell'arte sul processo produttivo: tecniche tradizionali

Come noto, la produzione di un componente è economicamente definita come “L'insieme delle operazioni, semplici o complesse, attraverso le quali si produce un bene trasformando altri beni” [35]. In questo paragrafo si prenderanno in esame le operazioni che portano all'ottenimento del bene finale, rappresentato dello stampo in AISI H13, con approccio tradizionale e additivo.

Le *tecnologie tradizionali* rappresentano la branca più consolidata del sistema produttivo, per questo motivo si è scelto un approccio industriale alla descrizione dello stato dell'arte in materia. In figura 4.7, è riportato lo schema produttivo per gli acciai da utensile di un'azienda italiana specializzata nel settore, saranno di seguito illustrate le principali fasi della produzione con un approfondimento finale sulle tecniche di realizzazione della geometria delle cavità.

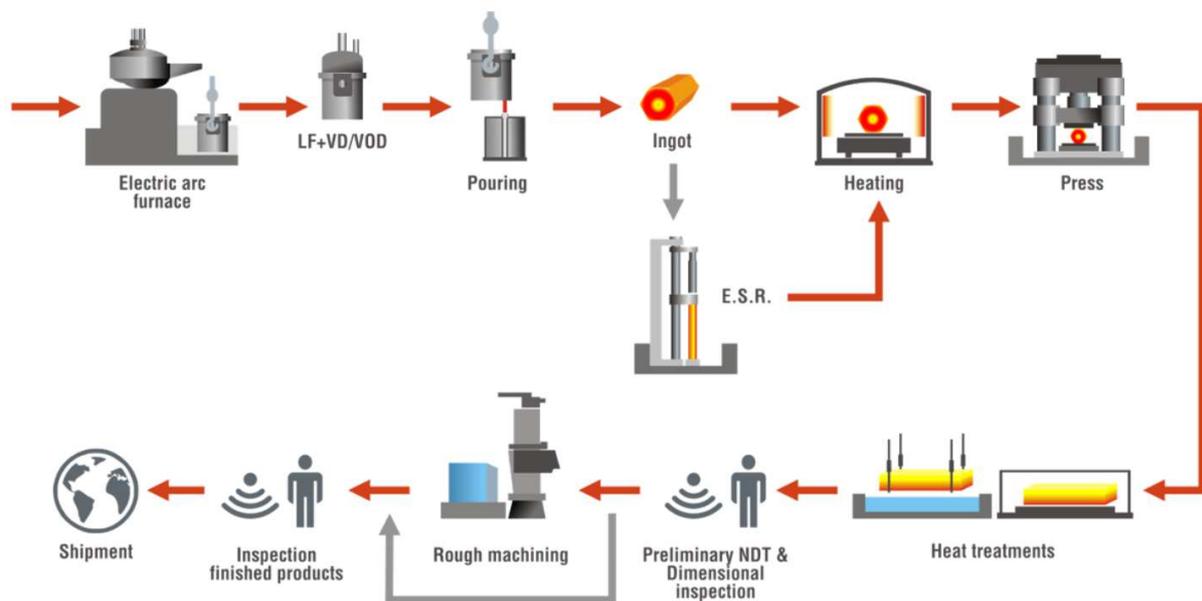


Figura 4.7 Processo produttivo industriale di acciai per utensile [36]

La lettura dello schema in figura 4.7 inizia in alto a sinistra e prosegue seguendo la direzione delle frecce rosse. In questa prima parte del paragrafo si focalizzerà l'attenzione sulla porzione superiore dello schema, quindi sulle tecniche prettamente metallurgiche che portano alla produzione di un semiprodotto con la composizione chimica richiesta. La seconda parte del paragrafo è dedicata alle tecniche di realizzazione della cavità. La prima fase coinvolge la produzione di acciaio fuso in una fornace ad arco elettrico, anche conosciuta con l'acronimo EAF dall'inglese “Electric arc furnace” (figura 4.8 A). Il materiale di partenza è rappresentato, per quasi il 100% [37], da scarti che hanno composizione chimica paragonabile a quella finale richiesta [38]. I componenti fondamentale per il funzionamento dell'EAF sono i tre elettrodi di grafite a cui è applicato un potenziale trifase a 40 V con correnti che arrivano ai 12000 A [37]. La sollecitazione impressa garantisce la formazione di archi elettrici con la carica di scarti di acciaio e conseguente aumento della temperatura fino a fusione. La carica del forno elettrico è

inserita dal coperchio removibile ed è compresa tra le 25 e 200 tonnellate. Il tempo per la sua completa fusione oscilla tra le due e le quattro ore [38] e durante l'intero processo non è previsto l'utilizzo di atmosfera protettiva con conseguente ossidazione degli elementi in lega e aumento della percentuale di ossigeno nel fuso. Nella fusione con fornace ad arco elettrico, il mantenimento e iniziale affinamento della composizione chimica dell'acciaio è favorito dall'utilizzo di flussanti che rimuovono le impurità trasportandole in scoria, facilmente rimovibile dal bagno di metallo fuso [37]. Terminata la prima fase del processo, l'acciaio fuso con quantitativo di ossigeno superiore a quella prevista, è colato tramite basculamento del forno ad arco elettrico in un crogiolo condizionato, grazie al quale sarà trasferito alle successive lavorazioni. La qualità che si raggiunge all'uscita dalla fornace ad arco elettrico non è sufficiente per gli impieghi successivi, la lega fusa sarà quindi sottoposta a trattamenti metallurgici secondari.

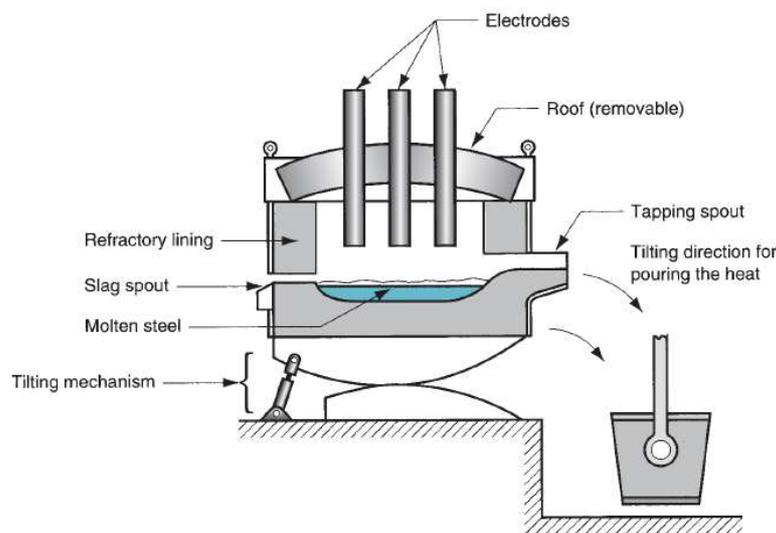


Figura 4.8 Schema EAF [38]

Seguendo la direzione delle frecce in figura 4.7, si identifica la fase successiva del processo che può essere definita come un insieme di lavorazioni secondarie che permettono di affinare la composizione chimica della lega prima della colata in lingottiera. L'obiettivo di questi processi metallurgici è rappresentato dalla riduzione in concentrazione degli elementi che, durante la solidificazione, creano inclusioni che deprimono il comportamento meccanico dell'acciaio. In quest'ottica, la desolfurazione, la rimozione di ossigeno, azoto, idrogeno e la regolazione del carbonio sono passaggi fondamentali e vengono eseguiti rispettivamente in siviera di raffinamento, con degassaggio e decarburazione in vuoto. La siviera di raffinamento è rappresentata in figura 4.7 con l'acronimo LF che si riconduce al termine inglese "Ladle furnace" con cui è identificato il processo. Dal punto di vista strutturale (figura 4.9 A), la siviera di affinamento è un forno ad arco elettrico in scala ridotta con alcuni accorgimenti aggiuntivi che permettono di raggiungere lo scopo prima descritto [39]. Lo stato fuso è mantenuto dall'apporto energetico dei tre elettrodi immersi mentre, gli agenti desolforanti sono inseriti dall'esterno tramite una tramoggia. In genere sono elementi come calcio (Ca) e magnesio (Mg) che manifestano ottima affinità con lo zolfo (S). Una volta aggiunti nel fuso, Ca e Mg, si legano con lo zolfo formando solfuri che si accumulano nella scoria, successivamente rimossa. La

siviera di affinazione permette anche l'abbassamento della percentuale di ossigeno in lega. Con lo stesso principio con cui avviene la desolfurazione, si aggiungono nel bagno fuso elementi affini all'ossigeno come alluminio (Al) e silicio (Si) che si legano ad esso sotto forma di ossidi stabili che migrano nella scoria. L'azione di affinamento è favorita dal rimescolamento indotto dall'argon insufflato dal fondo della siviera [39]. Prima e dopo queste procedure è possibile aggiungere elementi in lega, inerti ai trattamenti riportati, se i quantitativi non fossero sufficienti in base ai risultati delle analisi chimiche di composizione. In genere, questi controlli, sono eseguiti durante il trasferimento tra il forno ad arco elettrico e la siviera di affinamento [32]. La desolfurazione, tramite passaggio in siviera di affinamento, è obbligatoria per la produzione di acciai per utensili. La percentuale ammissibile di zolfo in lega, per l'AISI H13, è infatti inferiore al 0.03% (tabella 4.1) non ottenibile con processi di metallurgia primaria. Il passaggio successivo all'affinazione in siviera è la combinazione di due trattamenti secondari in vuoto che portano la lega alla composizione chimica definitiva. Come illustrato in precedenza, i trattamenti in vuoto si occupano di ridurre la percentuale di azoto e idrogeno tramite il degassaggio e regolare la percentuale di ossigeno e carbonio tramite la decarburazione. Il degassaggio è identificato, a livello industriale, con la sigla VD (figura 4.7) che deriva dall'inglese "Vacuum degassing", termine con cui è indicato il processo. In primo luogo, la struttura non presenta fonti di riscaldamento esterne, la scelta della temperatura in questa fase è infatti determinante. In quest'ottica, studi si avvalgono di simulazioni fluidodinamiche e termiche per assicurare il mantenimento della massa metallica allo stato fuso durante tutto il processo [40]. La differenza determinante con la siviera di raffinazione, che permette il funzionamento in degassaggio, è la presenza del vuoto. La miscela di gas al di sopra del metallo fuso viene continuamente aspirata lasciando all'interfaccia con il metallo fuso una pressione che non supera i 67 Pa [40]. Come indicato in figura 4.9 B, i gas aspirati arrivano prevalentemente dall'azione dell'argon insufflato del fondo della siviera. Le bolle di argon, risalendo nel metallo liquido, trasportano azoto e idrogeno che, a causa delle pressioni ridotte, si allontanano dalla massa fusa abbassando la probabilità di formare inclusioni durante la solidificazione e il successivo raffreddamento. Il secondo passaggio di affinazione in vuoto è caratteristico degli acciai con rapporto percentuale cromo/carbonio elevato ed è conosciuto con l'acronimo VOD dall'inglese "Vacuum Oxygen Decarburization" (figura 4.9 C). Il VOD può essere considerato un'evoluzione del VD sia dal punto di vista strutturale che funzionale. Dal confronto di figura 4.9 B e C, si deduce che la differenza tra i due processi è data da una lancia, posizionata all'apice della struttura, che insuffla ossigeno sulla superficie del fuso. L'ossigeno è utilizzato come agente ossidante sia per il carbonio, agendo come prima decarburazione, sia per altri elementi in lega che, dando reazioni esotermiche, contribuiscono al mantenimento dello stato fuso del bagno, senza apporto di energia termica esterna. L'azione ossidante del gas comporta il depauperamento del cromo in lega, per limitare questo scompensamento si accoppia, al sistema, la condizione di vuoto che abbassando la pressione parziale del monossido di carbonio (CO) e riduce notevolmente il contenuto critico di carbonio per il quale il cromo subisce ossidazione. Il risultato finale è la decarburazione dell'acciaio con limitata perdita di cromo in lega. L'argon insufflato dal basso, essendo inerte, è utilizzato per migliorare la miscelazione della massa fusa [32]. Al termine di queste operazioni di affinamento, la composizione dell'acciaio è necessariamente quella finale ed è possibile procedere con la colata della massa

fusa in lingotti. Per evitare l'inglobamento di gas si adotta la colata in sorgente che limita le turbolenze durante il riempimento della cavità dello stampo [1].

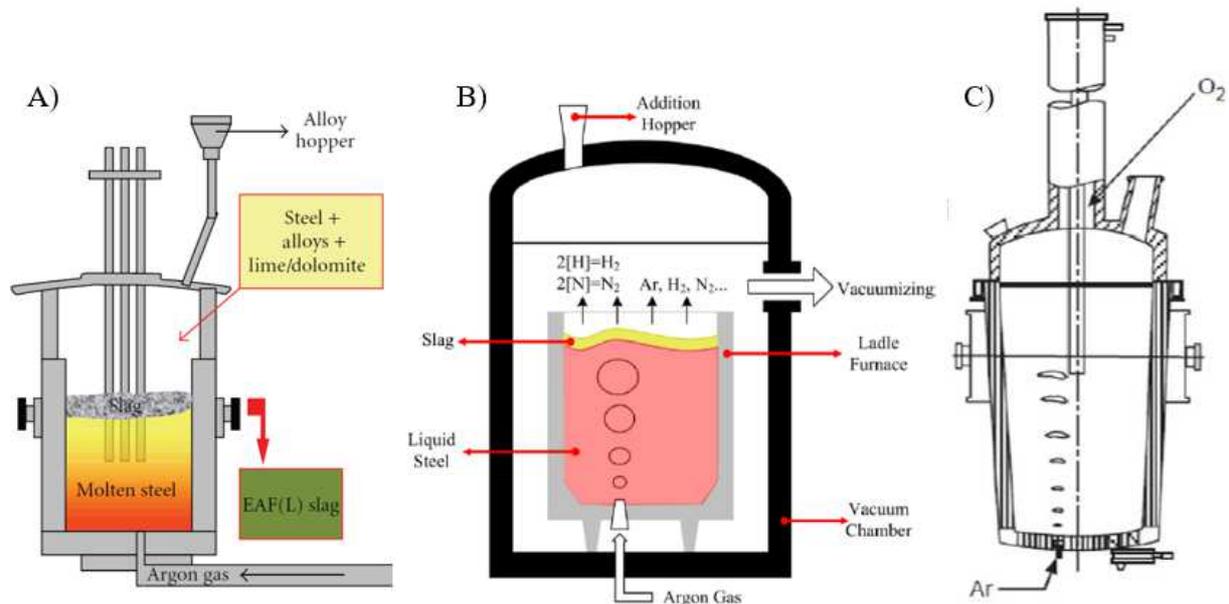


Figura 4.9 Trattamenti di affinazione A) Siviera di affinamento [39] B) Degassatore in vuoto [40] C) Vacuum oxygen decarburation (VOD) [32]

Con l'ottenimento del lingotto, la catena dei processi metallurgici può considerarsi conclusa e il semi-prodotto procede a lavorazioni meccaniche e termiche successive. Per gli acciai da utensile che richiedono caratteristiche meccaniche consistenti oltre che precisa composizione chimica, è possibile operare un'ulteriore lavorazione metallurgica sul lingotto, l'“Electron Slag Remelting” (ESR), prima di farlo proseguire nella catena produttiva. Il processo ESR è classificato come processo secondario di rifusione [32] e si occupa di operare la rifusione di piccole porzioni di lingotto per formare, dopo ri-solidificazione, un secondo lingotto con caratteristiche chimiche e meccaniche migliorate. Come visibile in figura 4.10, il lingotto di partenza è tenuto in posizione da una lingottiera mobile che permette l'approvvigionamento di nuovo metallo per la rifusione. L'energia per l'aumento di temperatura è conferita dall'applicazione di potenziale e corrente tra elettrodi e lingotto, il superamento del punto di fusione e la formazione di una pozza di metallo liquido è limitata ad un volume contenuto intorno all'interfaccia elettrodo-lingotto. Questa caratteristica massimizza la velocità di raffreddamento favorendo così la formazione di una struttura cristallina a grana fine che migliora le prestazioni meccaniche del lingotto dopo seconda solidificazione. La presenza di scoria sul pelo libero del pozzetto di fusione è essenziale per l'ulteriore affinamento della composizione chimica della lega, grazie alla percolazione del metallo fuso attraverso la scoria le inclusioni formate durante la prima solidificazione vengono rimosse. Inoltre, inserendo additivi desolforanti e defosforanti, è possibile ridurre ulteriormente la percentuale di zolfo e fosforo migliorando il comportamento della lega durante la seconda solidificazione [32].

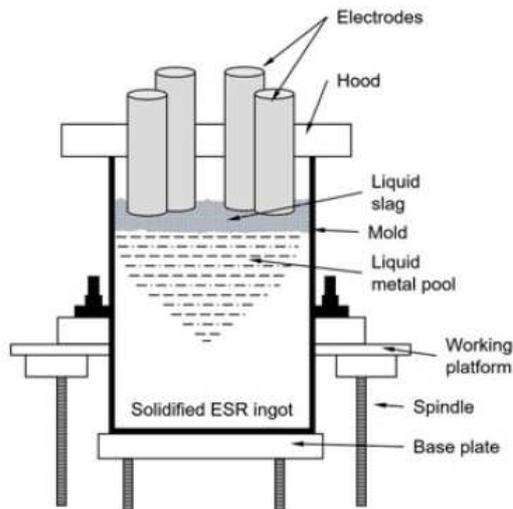


Figura 4.10 Schema del processo ESR [41]

Terminato l'ESR, i processi metallurgici sono da considerare conclusi e il lingotto così formato può continuare il percorso con le lavorazioni meccaniche per la realizzazione del prodotto finale. Seguendo la direzione delle frecce di figura 4.7, le fasi di riscaldamento, formatura e trattamento termico sono da considerare propedeutiche per la realizzazione vera e propria della cavità dello stampo. La geometria del profilo esterno è il negativo del componente che si ottiene per pressocolata o forgiatura e la progettazione deve tenere conto delle tolleranze necessarie per il rispetto di dimensioni e forme finali. Le tecniche tradizionali di realizzazione delle cavità sono sottrattive e coinvolgono la rimozione di materiale, in particolare a livello industriale sono utilizzati la fresatura e l'elettroerosione [42]. La fresatura è una tecnica sottrattiva in cui l'asportazione di materiale è data dalla rotazione dell'utensile a tagliente multiplo, mentre la posizione e profondità della rimozione è data dal movimento orizzontale e verticale del pezzo in lavorazione. Tra le diverse operazioni di fresatura le più utilizzate negli stampi sono le "die sinking" (figura 4.11 A e B) in cui l'utensile è inserito perpendicolarmente al pezzo in lavorazione che si muove in modo da formare cavità poco profonde sulla superficie piana del semilavorato iniziale. La dimensione dell'utensile è legata alla precisione con cui il materiale viene rimosso, si inizierà quindi con la definizione grezza del profilo dello stampo con il "pocket milling" (figura 4.11 A) per poi ridefinire i contorni con il "surface contouring" (figura 4.11 B). In genere gli utensili sono montati su stazioni di fresatura in cui gli utensili sono sostituiti automaticamente, in modo da ottenere il componente finale con un solo inserimento in macchina [38]. L'alternativa, più recente, alla fresatura è rappresentata dall'elettroerosione conosciuta a livello industriale con la sigla EDM dal termine inglese "Electrical Discharge Machinig". È considerata una tecnica sottrattiva non tradizionale che sfrutta scariche elettriche tra elettrodo (catodo) e pezzo in lavorazione (anodo) per rimuovere il materiale [43]. È utilizzata nei casi in cui la durezza elevata dei materiali rende difficoltose le lavorazioni tradizionali di asportazione di materiale, come nel caso degli acciai da utensile. Esistono due tipologie di elettroerosione ed entrambe sono utilizzate nella produzione di stampi: a tuffo ed a filo. La prima prevede un mezzo dielettrico di accoppiamento tra anodo e catodo che si occupa di rimuovere, tramite lavaggi, i residui di metallo dopo la scarica. Il movimento dell'elettrodo è ciclico e ad ogni avvicinamento si ha erosione del pezzo in lavorazione. Al termine del

processo, sull'acciaio, sarà visibile una cavità della stessa forma e dimensione dell'elettrodo (figura 4.11 C). L'elettroerosione a filo si basa sullo stesso principio ma il ruolo di catodo è assunto da un filo conduttore avvolto su bobine che scorre sull'asse z generando un percorso passante nel pezzo in lavorazione (figura 4.11 D) [31]. È possibile utilizzare gli stessi sistemi a secco limitando così l'usura degli elettrodi con conseguente riduzione dei costi [43].

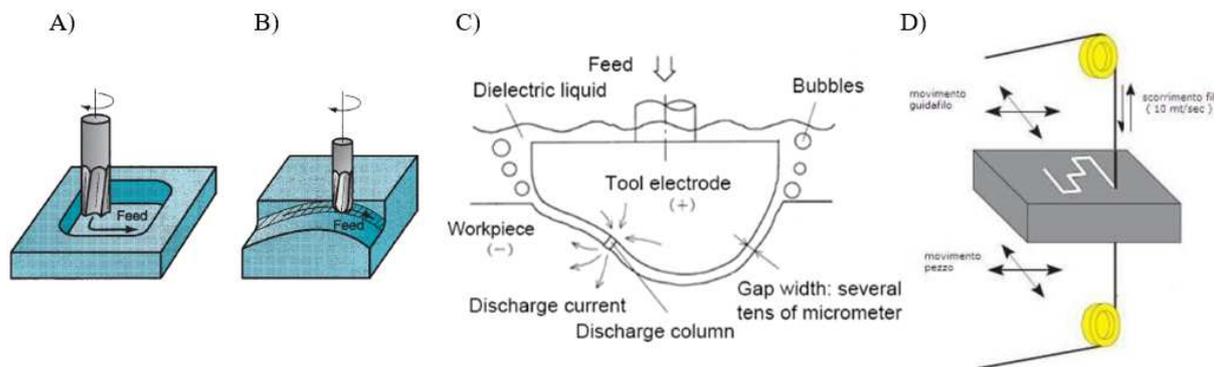


Figura 4.11 A) Schema “Pocket milling” [38] B) Schema “Surface contouring” [38] C) Schema elettroerosione a tuffo [31] D) schema elettroerosione a filo [31]

Al termine delle lavorazioni descritte si è ottenuto il profilo grezzo finale dello stampo per pressocolata o forgiatura. La fase finale consiste nella lappatura, con l'uso di utensili meccanici abrasivi si asporta il materiale in eccesso dalla cavità interna dello stampo. Questo passaggio è essenziale per rimuovere le zone superficiali più danneggiate dalle operazioni precedenti, ma soprattutto per garantire il tasso di finitura superficiale necessario a garantire prodotti di pressocolata che rientrino nelle tolleranze richieste [31].

4.1.4 Stato dell'arte sul processo produttivo: tecniche di fabbricazione additiva

Il design convenzionale e la massiccia produzione di scarti, caratteristiche del processo tradizionale, hanno reso necessario lo studio di nuove soluzioni per la produzione degli stampi con design innovativi aprendo la strada all'impiego di *tecniche di fabbricazione additiva* per lo stesso scopo. Con l'adozione di queste tecniche è possibile sostituire i passaggi metallurgici e meccanici, precedentemente descritti, in uno solo con consistente risparmio di tempo. Il vantaggio principale è però legato alla microstruttura con grana fine che si ottiene con queste tipologie di costruzione. Una riduzione nella taglia dei grani è direttamente proporzionale ad un miglioramento generalizzato delle proprietà meccaniche con innumerevoli vantaggi in uso. Nella trattazione seguente si fa riferimento alle tecniche additive già adattate alla fabbricazione di acciaio AISI H13, ne sarà prima brevemente descritto il funzionamento a livello teorico e saranno poi riportati alcuni confronti sia tra le diverse tecnologie additive che con il processo tradizionale. Negli ultimi anni, la ricerca si è concentrata sullo studio del comportamento dell'AISI H13 rispetto a tecnologie additive basate sull'utilizzo del laser come fonte energetica, in tutto questo paragrafo vi si farà riferimento con l'acronimo LAM che indica la categoria “Laser additive manufacturing” [44]. Le tecniche LAM possono essere formalmente divise in due tipologie, una a letto di polvere “Laser powder bed fusion” (L-PBF), comunemente chiamata “Selective laser melting” (SLM) e la seconda a deposizione diretta di energia a cui si fa riferimento con il termine DED. Come per tutte le tecniche di fabbricazione additiva, la

progettazione del modello CAD 3D, la conversione in modello Shell 2D e il successivo slicing rappresentano le fasi preliminari della costruzione vera e propria dell'oggetto finale. La tecnologia SLM prevede la fusione e successiva solidificazione selettiva di regioni del letto di polvere. L'energia viene fornita da un laser a cristalli di ittrio drogato (Nd-Yag) che, come si vede in figura 4.12 A, impatta sul letto di polvere ed è sufficiente per rifondere parte dello strato precedentemente solidificato e favorire la coesione con quello in costruzione.

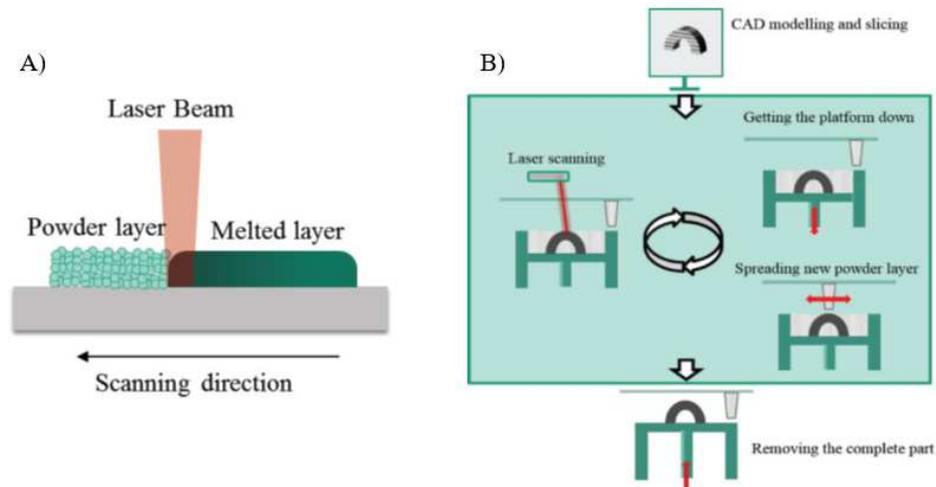


Figura 4.12 A) Schema SLM [44] B) Processo SLM [44]

La sequenza di costruzione è simile a quella del processo EBM, anche in questo caso può essere pensata come una ripetizione iterativa delle azioni schematizzate in figura 4.12 B. Terminata la fusione localizzata di uno strato, la piattaforma di costruzione si abbassa per favorire l'apporto di nuova polvere. Lo spessore dello strato è complessivamente inferiore rispetto a quanto accadeva con EBM, anche nelle macchine di maggiori dimensioni non vengono superati i 75 μm [45] migliorando così la finitura superficiale a fronte di un aumento consistente del tempo di costruzione. Lo strato depositato viene quindi livellato da una racla e il processo continua con la fusione localizzata ad opera del fascio laser. I passaggi descritti vengono ripetuti ciclicamente fino alla conclusione della costruzione. Dalla breve analisi appena conclusa si deduce una seconda importante differenza con la tecnica EBM, tra i passaggi produttivi non è presente la fase di preriscaldamento del compatto di polveri. Questa caratteristica permette di definire l'SLM come tecnica a freddo, è facile dedurre che il gradiente termico che si instaura tra il pozzetto di fusione e la polvere infusa è così elevato da massimizzare la velocità di solidificazione lasciando tensioni residue importanti nello strato appena costruito massimizzando il fenomeno di delaminazione, già descritto in precedenza. Per ovviare a questo limite è necessario utilizzare dei supporti che ancorino la struttura, soprattutto nelle parti a sbalzo, agli strati precedenti garantendo stabilità di forma durante tutto il processo. I supporti devono essere rimossi con un passaggio di post processo, la loro posizione deve quindi essere studiata approfonditamente per limitare i danni sia dal punto di vista strutturale che a causa dell'aumento localizzato della rugosità superficiale. L'ultima differenza importante, rispetto alla tecnica EBM, è la natura dell'ambiente in cui avviene la costruzione e le sue conseguenze sulla qualità del prodotto finale. Nell'SLM la camera non deve necessariamente essere in vuoto, infatti l'interazione del laser con atomi e molecole non è rilevante ai fini del confinamento del fascio. In genere si utilizza un'atmosfera inerte per evitare l'ossidazione delle polveri e del

bagno fuso, garantendo così fedele rispetto della composizione chimica richiesta. La combinazione di un processo a freddo in ambiente conduttore di calore, comporta tempi ridotti di raffreddamento che fanno risultare il processo SLM complessivamente più veloce dell'EBM [6].

Passando alla descrizione della seconda categoria di tecniche LAM, l'attenzione si focalizza sulla tecnologia a deposizione diretta di energia (DED). Lo schema costruttivo è radicalmente diverso da quelli a letto di polvere benché si continui a rispettare la deposizione successiva di strati di materiale. L'utilizzo di questo termine non è casuale, infatti le tecniche DED sono ulteriormente suddivisibili in funzione della tipologia di materiale di apporto, esso si può trovare sotto forma di polvere o filamento, rispettivamente rappresentate in figura 4.13 A e B. In entrambi i casi la fusione è localizzata e innescata dall'interazione con il fascio laser, ma cade il concetto di camera di costruzione come era inteso nelle tecniche a letto di polvere e il materiale di apporto è depositato solo dove necessario. I sistemi A e B di figura 4.13 sono integrati in testine montate su bracci a controllo remoto (CNC) in grado di muoversi su 5 assi nello spazio garantendo totale libertà di costruzione. In questo modo è possibile svincolarsi dai limiti di volume imposti dalle tecniche a letto di polvere. Questi sistemi sono nati con l'obiettivo di abbattere i costi ed i tempi di riparazione di componenti preesistenti. La possibilità di depositare e fondere selettivamente il materiale solo dove necessario permette di rigenerare i componenti, le tolleranze iniziali sono garantite da un passaggio con utensile per asportazione di materiale facilmente integrabile sulle macchine CNC (Sistema LENS brevettato dall'azienda americana OPTOMECH [46]).

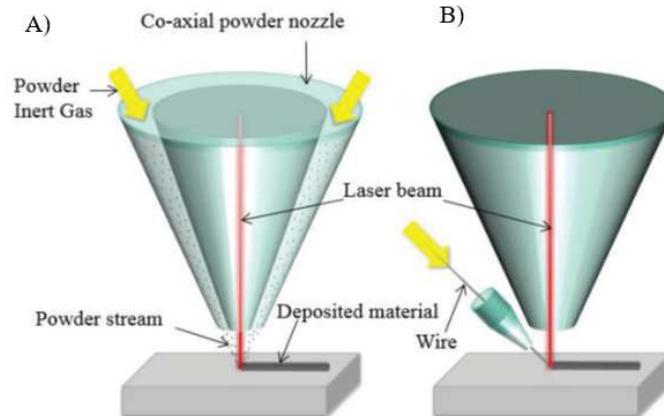


Figura 4.13 A) DED da polvere [44] B) DED da filo [44]

Analizzando figura 4.13 A, si osserva che l'apporto di polvere è mediato da fluido e si sviluppa coassialmente al fascio laser in modo da non disperdere materiale lontano dal punto interessato vanificando i vantaggi della tecnica. Per evitare l'ossidazione delle polveri e del pozzetto di fusione è utilizzato un gas inerte, in genere argon, che localmente scherma il sistema [19]. L'utilizzo della polvere permette l'impiego di un numero elevato di materiali con la possibilità di creare la lega in macchina durante la deposizione ampliando ulteriormente la varietà di materiali ottenibili. D'altro canto, l'elevata superficie esposta dal materiale di apporto ne aumenta la reattività che spesso si conclude con contaminazioni del prodotto finale [44]. Il processo DED da filo (figura 4.13 B) è concettualmente più semplice ma necessita di un

secondo supporto che sorregga il filo e lo mantenga nella posizione ottimizzata per la fusione. In questo caso non è presente un guscio di atmosfera protettiva intorno al pozzetto di fusione; essendo sotto forma di filo, il materiale ha reattività drasticamente ridotta e la piccola quantità di lega fusa non ne giustifica l'impiego [6]. Inoltre l'apporto di materiale da filo garantisce maggiore efficienza di deposizione che si traduce in componenti finali con minore quantità di porosità e difetti. Per contro, molte leghe non sono disponibili sul mercato in forma di filo rendendo il processo adattabile ad un ristretto numero di applicazioni [44]. Per l'analisi del comportamento dell'acciaio AISI H13 rispetto a queste tecniche additive, si è adottato uno schema che ricalca la caratterizzazione svolta durante l'attività sperimentale con lo stesso acciaio prodotto via EBM. L'indagine è stata condotta a livello bibliografico e renderà possibile il confronto con i risultati ottenuti. È stato verificato, da analisi di porosità, che la densità dei prodotti ottenuti via LAM cresce con l'aumento della densità di energia di volume (E_v) fornita dal laser al materiale di partenza [44]. Anche per le tecniche LAM, E_v non è un parametro direttamente fornito alla macchina ma condensa i più importanti in una sola grandezza semplificando la trattazione. In ogni caso, con la definizione di densità di energia di volume è possibile ricavare la dipendenza diretta dai parametri di processo coinvolti. $E_v = \frac{P}{v \cdot h \cdot t}$, la densità dell'AISI H13 quindi aumenta in modo diretto con la potenza del fascio laser (P) e inversamente con la diminuzione del prodotto tra velocità di scansione (v), line offset (h) e spessore dello strato in costruzione (t). Anche ottimizzando questi parametri, non è stato possibile superare il 99.7% di densità [47], le ragioni sono da ricercare nella elevata suscettibilità all'ossidazione dei due componenti maggioritari della lega, ferro (Fe) e cromo (Cr). L'ossidazione superficiale della polvere comporta la formazione di uno strato di ossidi di ferro e cromo sul pelo libero del pozzetto di fusione, questa situazione indesiderata limiterà la bagnabilità e la rifusione nello strato successivo con conseguente diminuzione di densità. Questo fenomeno dipende in larga parte dall'ambiente in cui avviene la costruzione. Nelle tecniche LAM, l'assenza di atmosfera protettiva o l'utilizzo di un guscio di gas inerte non garantiscono l'inerzia del materiale di apporto limitando la densità massima ottenibile durante il processo [48]. È altrettanto possibile fare un discorso generale sulla microstruttura ottenibile con processi LAM. Anche in questo caso è possibile relazionare i risultati ottenuti con i parametri di processo impiegati. Le fasi presenti all'interno dei prodotti realizzati con tecniche LAM sono principalmente martensite e austenite residua in ragione del 10-15% [47]. La distribuzione dei grani aciculari di martensite è prevalentemente verticale e segue la direzione di crescita (figura 4.14 D ed A), vi sono però alcune condizioni di processo che determinano la formazione di una struttura cellulare più o meno fine (figura 4.14 B ed F). Il primo scenario descritto si manifesta quando la densità di energia di volume è bassa permettendo il naturale sviluppo dei grani di martensite. Nelle aree soggette a densità di energia volumetrica più elevata, come per esempio quelle di rifusione, la struttura diventa più equiassica e si ottiene un insieme di celle di forma più regolare (figura 4.14 B) [47]. Le dimensioni delle strutture cristalline descritte variano anch'esse in funzione dei parametri di processo. Massimizzando l'energia e la velocità del fascio laser, il gradiente termico risulta inferiore assoggettando il materiale a velocità di raffreddamento basse. La diretta conseguenza di questo scenario è l'aumento della taglia dei grani formati. Lo stesso effetto ha, a parità di energia e velocità del fascio, l'aumento dello spessore dello strato. La stessa quantità di energia è distribuita su un

volume superiore impone un raffreddamento a velocità inferiore. Viceversa, una struttura fine si ottiene ogni volta in cui si manifesta una velocità di raffreddamento elevata. In particolare a basse energie e velocità del fascio e con strati di spessore limitato [48]. Di seguito si riportano le microstrutture dell'acciaio AISI H13 ottenute con le tecniche di fabbricazione additiva prese in considerazione, partendo da sinistra saranno riportate le microstrutture ottenute via SLM per concludere, sulla destra con quelle ottenute via DED a polvere e filo.

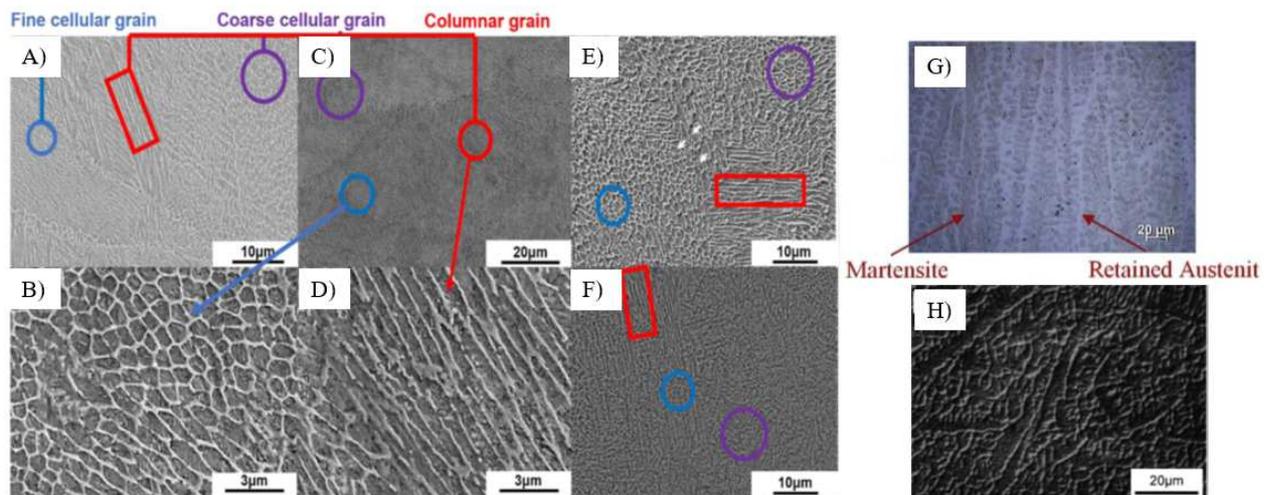


Figura 4.14 A) SLM $P=175W$, $v=725$ mm/s, preheated to 200 °C [47], B) SLM Fine cellular grain, $P = 300W$, $v = 1000$ mm/s, [47] C) SLM $P = 300W$, $v = 1000$ mm/s [47], D) SLM Columnar grain, $P = 300W$, $v=1000$ mm/s [47], E) SLM $P = 100W$, $v = 250$ mm/s [47], F) SLM $P = 150W$, $v = 250$ mm/s [47], G) DED-filo attacco chimico NitAl [49], H) DED-polvere $P=1200$ W, $v=8.5$ mm/s [48]

La parte finale della trattazione sarà dedicata all'analisi delle caratteristiche e proprietà meccaniche ottenibili con queste tecniche di fabbricazione. In primo luogo è doveroso un confronto con le tecniche tradizionali, grazie all'ottimizzazione della struttura ottenibile con le tecniche additive è possibile migliorare il comportamento meccanico dell'acciaio aumentando l'allungamento a rottura dal 4.4% al 12.4% a fronte di un lieve abbassamento della tensione di rottura da 1962 MPa a 1909 MPa [47]. L'aumento di tenacità così ottenuto rende l'AISI H13 ancora più performante alle richieste di impiego a caldo descritte nel paragrafo 4.1.2-Proprietà. Inoltre, con le tecniche DED è possibile inserire elementi sotto forma di ferroleghie all'interno dei pozzetti di fusione migliorando, localmente, dove serve le proprietà meccaniche [44]. Passando ad un confronto tra i sottogruppi LAM, la tecnica SLM permette di ottimizzare le proprietà meccaniche agendo sulla microstruttura in modo più efficace rispetto al DED ma è utilizzabile, con vantaggio economico, solo su bassa scala produttiva [50]. Le tecniche DED aumentano la velocità di deposizione, rendendo possibile la produzione di stampi di dimensione reale con i requisiti della produzione industriale [44]. La produttività aumenta ulteriormente se si integra il sistema di deposizione in stazioni CNC in grado di diminuire la rugosità superficiale fino a livello di finitura richiesto cambiando, da remoto, gli utensili ed evitando movimentazioni del pezzo in lavorazione durante tutta la lavorazione. Con le tecnologie DED è altrettanto possibile regolare la quantità di materiale di apporto, la velocità di costruzione è ulteriormente ottimizzata scegliendo alti quantitativi nelle zone in cui è richiesta bassa accuratezza e viceversa nelle aree con dettagli più intricati [50].

Dalla breve analisi appena descritta, è doveroso trarre alcune conclusioni generali. I processi LAM garantiscono prodotti più prestazionali in termini microstrutturali e meccanici rispetto a quelli ottenibili con tecniche tradizionali. La scelta del sottogruppo LAM più corretta è relazionabile alla tipologia di prodotto richiesto. Minori saranno le dimensioni e i lotti produttivi più sarà opportuno usare la tecnica SLM a letto di polvere, viceversa per stampi di pressocolata e forgiatura grandi di cui è richiesta una produttività elevata saranno da preferire le tecniche DED. Per riparazioni di componenti già esistenti l'unica via praticabile è l'adozione di DED in accoppiamento con lavorazioni di asportazione di materiale per garantire il rispetto delle tolleranze geometriche originali. Per geometrie complesse sarà preferibile utilizzare SLM che assicura totale libertà nel design. Dallo scenario descritto è naturale dedurre come le tecniche LAM siano un'ottima alternativa a quelle tradizionali, ma anche perché tutt'ora siano ancora utilizzate queste ultime a livello industriale. Solo DED ad oggi sarebbe in grado di sostenere la produzione integrale di stampi da pressocolata e forgiatura con i ritmi tali da garantire guadagno economico. La fusione laser a letto di polvere necessita di ulteriori ottimizzazioni per essere competitiva, attualmente lo stato di applicazione è ancora strettamente legato all'ambito della ricerca e per la prototipazione rapida [50].

4.1.5 Electron beam melting: Perché?

Dopo la descrizione dello stato dell'arte della produzione dell'AISI H13 e la valutazione positiva delle tecniche LAM per la realizzazione di stampi per pressocolata e forgiatura, è necessario comprendere quali caratteristiche della tecnica EBM possono essere vantaggiose, in questo campo, per giustificare il crescente interesse scientifico verso questa tecnica. Con i primi studi pubblicati all'inizio degli anni 2000, si è compreso che la natura calda del processo EBM e l'atmosfera in camera di costruzione potevano essere l'arma vincente per la realizzazione di prodotti in AISI H13 più prestazionali e competitivi sul mercato [16].

Il preriscaldamento delle polveri, prima della fusione localizzata, sinterizza blandamente le particelle che creano un guscio intorno al componente in produzione. Questa situazione apporta benefici a livello strutturale e meccanico. Nel primo caso, il sostegno dato dal compatto di polveri conferisce maggiore stabilità al pezzo in produzione azzerando quasi totalmente l'utilizzo di supporti. Questa caratteristica concede la produzione di stampi più complessi che non richiedono design semplificati dei canali di raffreddamento per favorire la rimozione dei supporti, come invece avviene nei prodotti SLM [16]. La presenza di un primo stadio di preriscaldamento ad ogni ciclo costruttivo, permette inoltre di mantenere temperature elevate durante tutto il processo. Come si osserva in figura 4.15, la temperatura scende sotto gli 800 °C solo durante la fase di raffreddamento e la solidificazione è quindi soggetta a gradienti termici limitati che comportano, dal punto di vista meccanico, la formazione di stress residui inferiori a quelli riscontrati in processi additivi a freddo, come LAM [51]. L'intensità degli stress residui si affievolisce ulteriormente con la permanenza in camera di costruzione, la temperatura mantenuta al suo interno infatti rientra ampiamente nel range di ricottura dell'acciaio AISI H13 (845°C-900°C [1]). Al termine del raffreddamento, quindi, si otterrà un prodotto con caratteristiche meccaniche migliorate rispetto al concorrente prodotto via LAM. Questa situazione risulta in una drastica riduzione della formazione di difetti e cricche nel pezzo durante costruzione e successivo impiego, migliorandone l'affidabilità. Il netto vantaggio delle tecniche a caldo, come EBM, consiste appunto nella capacità di processare in modo efficace

leghe con bassa tenacità e sensibilmente soggette alla formazione di cricche, categoria in cui rientrano gli acciai da utensile per lavorazioni a caldo, come l'AISI H13 [51].

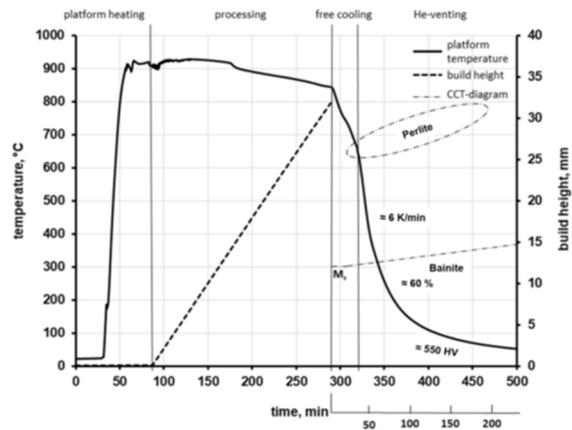


Figura 4.15 Evoluzione termica EBW [51]

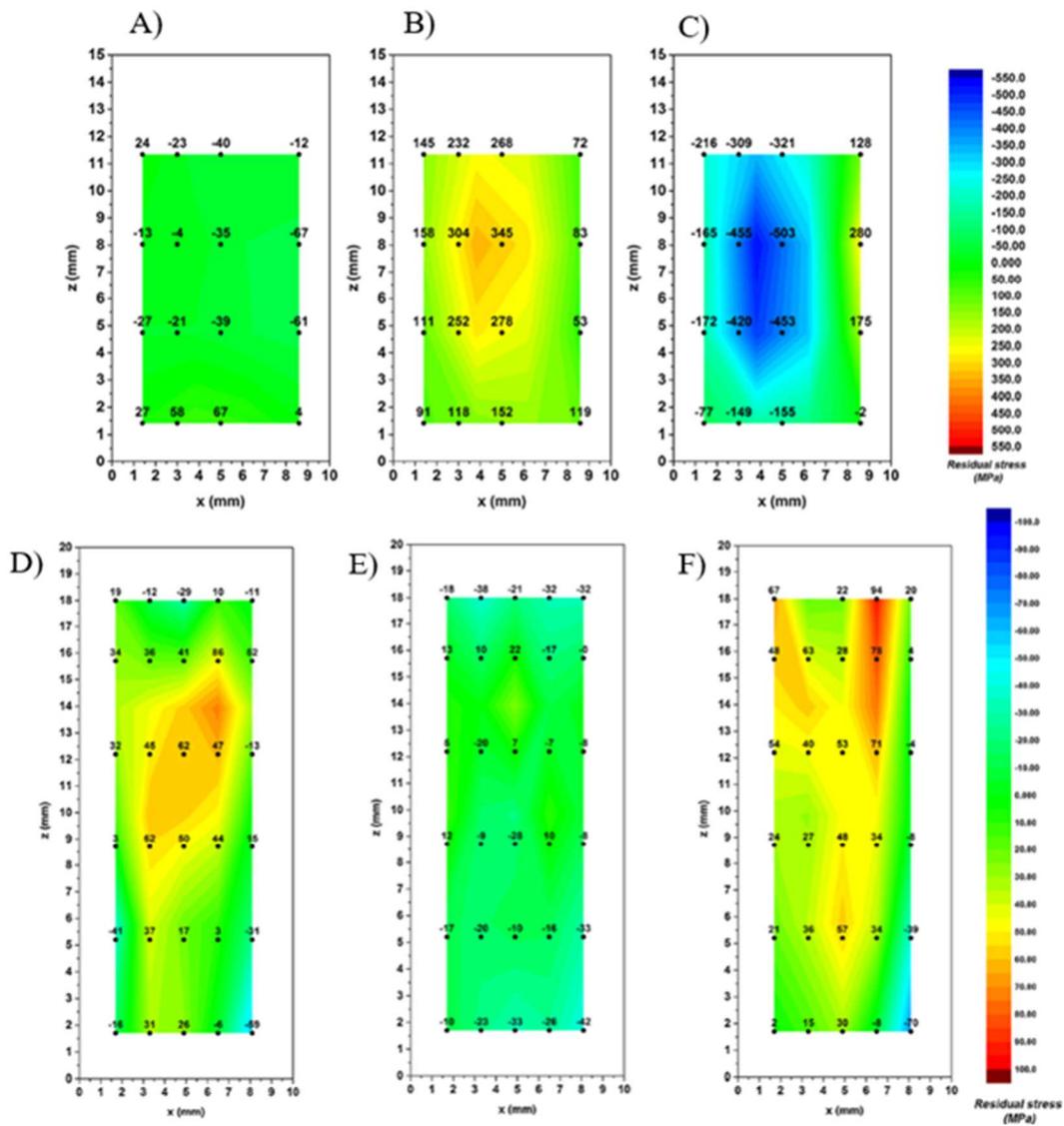


Figura 4.16 Calcolo stress residui. A) σ_x B) σ_y C) σ_z DMLS; D) σ_x E) σ_y F) σ_z EBW su Inconel 718

La conferma delle affermazioni esposte da Kahlert *et. all*, riguardo i vantaggi apportati dall'EBM sulle proprietà meccaniche, è riportata in uno studio del 2015 [52] che analizza la distribuzione delle tensioni residue su provini di Inconel 718 prodotti via EBM e DLMS, acronimo di "Direct laser metal sintering". I valori indicati in figura 4.16 sono ottenuti rielaborando la variazione dello spazio interplanare del reticolo lungo la direzione di deformazione e, dai dati riportati, si conferma come, globalmente, i prodotti EBM siano meno sollecitati rispetto ai componenti costruiti via DLMS. Inoltre, la disomogeneità tensionale inferiore rende i primi meno soggetti alla formazione di difetti durante le prime fasi di processo.

Una seconda caratteristica del processo EBM è la presenza del vuoto in camera di costruzione, come la fase di preriscaldamento anche questa peculiarità è da considerarsi vantaggiosa per la costruzione di prodotti in acciaio AISI H13. La pressione irrisoria al di sopra del pozzetto di fusione permette l'allontanamento dei gas disciolti nel liquido, una tra le cause principali di porosità nei prodotti finali. Grazie a questa situazione è possibile raggiungere densità superiori al 99,5% [16] a seguito di un lavoro ottimizzazione dei parametri di processo meno dispendioso rispetto al caso di tecnologie LAM. Ad esempio con tecnica SLM, la densità massima raggiungibile dopo ottimizzazione è di 99.7% [53]. Il vuoto inoltre limita la reattività del metallo fuso che difficilmente subisce modificazioni nella composizione chimica. Come già detto in precedenza, l'AISI H13 è fortemente soggetto a ossidazione e la fusione in vuoto assicura livelli minimi di ossidi sul pelo libero del pozzetto di fusione. È bene ricordare come l'AISI H13 non sia soggetto al fenomeno di evaporazione dei componenti basso fondenti permettendo così di sfruttare a pieno i vantaggi conferiti dall'utilizzo del vuoto in camera di costruzione [51].

4.1.6 Attività sperimentale

In questo ultimo paragrafo relativo all'acciaio AISI H13 vengono descritti i provini su cui si sono condotte le attività sperimentali di caratterizzazione. Da un'iniziale panoramica a livello geometrico e dimensionale si passa ad un'osservazione più puntuale di caratteristiche specifiche legate al processo costruttivo. Al termine del capitolo si riporta una breve descrizione della macchina Arcam EBM AX2, con cui sono stati prodotti i provini.

I 27 provini caratterizzati sono stati prodotti in tre gruppi da nove su piattaforma di costruzione in AISI 304. In figura 4.17, i campioni sono osservabili dall'alto dopo solo trattamento di rimozione della polvere sinterizzata. Per l'attività di caratterizzazione, i sistemi in figura 4.17 rappresentano il punto di partenza su cui eseguire operazioni e trattamenti per raggiungere gli obiettivi proposti in questo lavoro di tesi.

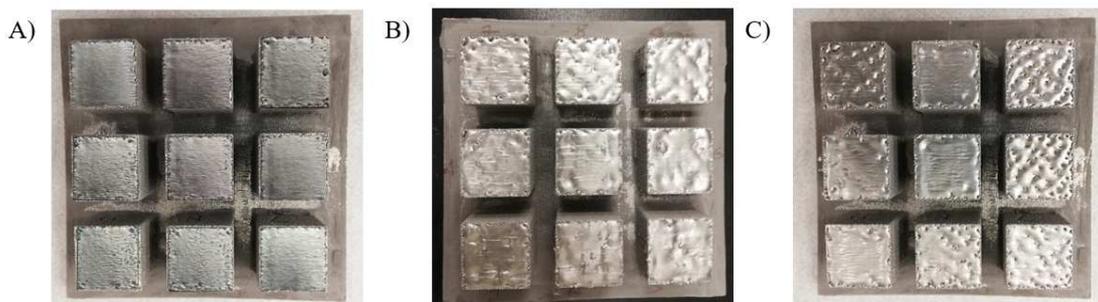


Figura 4.17 Vista dall'alto dei provini della serie A) 2 B) 3 C) 4

Le tre serie di provini sono state trattate con la stessa procedura operativa, per questo motivo i campioni non saranno distinti in base alla serie di appartenenza, ma con numerazione sequenziale crescente dall'1 al 27. Nella strategia costruttiva dei 27 provini (figura 4.17) sono stati impiegati parametri di processo differenti permettendo di selezionare i migliori, dopo caratterizzazione. Questo metodo di produzione è estremamente efficace per raggiungere l'obiettivo indicato in questo lavoro di tesi. In quest'ottica, sono state costruite delle ripetizioni tra i 27 campioni in modo da valutare la bontà della caratterizzazione e limitare eventuali errori dati da condizioni di costruzione differenti, non controllabili dai parametri di processo. Nel caso delle tre serie caratterizzate, si sono selezionati cinque set di parametri per la realizzazione di ripetizioni. In particolare si sono costruiti il terzo ed il settimo provino con il primo set di condizioni di processo. Allo stesso modo, i numeri 17, 25 e 24, 27 rappresentano le ripetizioni rispettivamente per il secondo ed il terzo set di parametri di processo. Per l'ultima coppia di set di parametri si è scelto di inserire tre ripetizioni, i risultati ottenuti dalla caratterizzazione saranno quindi mediati su tre valori accorpendo i campioni numero 10, 13 e 23 nel quarto gruppo e 18, 21 e 26 nel quinto. Durante tutta la trattazione dei risultati, le ripetizioni saranno riportate tramite codice colore. Il primo gruppo sarà identificato dal colore giallo, il secondo ed il terzo rispettivamente dal colore verde e viola. Per il quarto ed il quinto invece sono stati scelti i colori arancione e blu.

Come osservabile in figura 4.18, ogni campione è di forma cubica di lato 30 mm e poggia, nella parte inferiore, sulla piattaforma di costruzione. Sulla superficie superiore, invece, si osserva l'ultimo strato prodotto nel processo di costruzione mediante fusione e solidificazione localizzata.

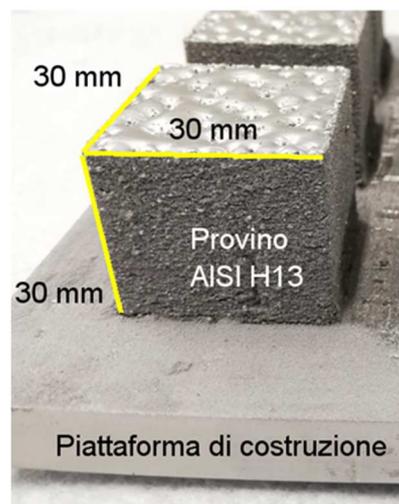


Figura 4.18 Esempio di campione caratterizzato

Dall'analisi di figura 4.17 e 4.18 sono deducibili alcune caratteristiche tipiche dei prodotti di fabbricazione additiva. La modalità di scansione è visibile sull'ultima sezione costruita dei campioni, in figura 4.17 si distinguono infatti segmenti paralleli indice di utilizzo della modalità di scansione raster unidirezionale. Tra strati successivi è stata adottata una rotazione di 90° dei segmenti di scansione per migliorare la stabilità dimensionale dell'intero campione. In figura 4.18 si può ancora osservare l'elevata rugosità della superficie esterna dei prodotti EBM che conferma la scarsa finitura superficiale ottenibile dell'impiego di questa tecnica additiva.

I provini descritti in ragione di materiale, strategia di costruzione e geometria sono stati prodotti con macchina Arcam EBM A2X. La casa produttrice, GE Additive, la definisce ideale per studio e sviluppo di nuovi materiali dal momento che può raggiungere temperature elevate in camera di costruzione (fino a 1100°C). Grazie a questa possibilità è ampiamente utilizzabile con leghe ed intermetallici alto fondenti. La camera di costruzione è un prisma a base quadrata ed ha volume massimo di 0.0152 m² distribuito in 200mmx200mm di superficie di base e 380 mm di altezza. La pressione tipica di costruzione è 2·10⁻³ Pa, con l'aggiunta di pressione parziale di elio (He) per massimizzare scambio termico e velocità di raffreddamento. La sorgente del fascio è un filamento di tungsteno (W) che garantisce una potenza massima sfruttabile di 3 kW. La velocità massima di transizione del fascio elettronico è 8000 m/s, in linea con gli altri prodotti Arcam, permettendo l'ottimizzazione dei tempi di costruzione. L'apparato di lenti elettromagnetiche di focalizzazione permette inoltre, al fascio elettronico, di raggiungere uno spot size di 250 µm di diametro. A differenza delle più innovative Arcam Q20 e Spectra H ed L, A2X risulta meno prestazionale a livello di parametri massimi e minimi impiegabili ma la loro ottimizzazione è particolarmente favorita. Arcam GE ha infatti concesso a università e istituti di ricerca più flessibilità nell'utilizzo dei software della macchina A2X allargando la quantità di parametri di processo controllabili. Inoltre A2X ha peso e spazi di ingombro quasi dimezzati, rispetto agli altri sistemi Arcam GE, che la rendono particolarmente adatta alle attività di ricerca. Ad oggi i materiali processabili con questa macchina, secondo la casa produttrice GE Additive, sono prevalentemente leghe di titanio Ti6Al4V grado 5 e 23, superleghe di nickel in particolare Inconel 718 e l'intermetallico alluminuro di Titanio (TiAl). Nuovi materiali però possono essere adattati a questo tipo di macchina, ne è un esempio l'acciaio AISI H13 caratterizzato in questo lavoro di tesi. In figura 4.19 è osservabile la macchina Arcam EBM A2X.



Figura 4.19 Modello Arcam EBM A2X [12]

4.2 Preparazione provini di caratterizzazione

La preparazione dei provini per la caratterizzazione rappresenta il fulcro delle attività sperimentali di questo lavoro di tesi. La descrizione delle fasi è quindi condotta adottando l'ordine cronologico. Le operazioni descritte in questo paragrafo permettono la conversione dei sistemi di figura 4.17 in 27 provini su cui è possibile procedere con le fasi successive della caratterizzazione descritte nei paragrafi 4.3 (Acquisizione di immagini) e 4.5 (Prove di durezza e microdurezza Vickers).

4.2.1 Taglio

L'operazione di taglio permette di isolare il provino per la caratterizzazione rispetto ai sistemi di figura 4.17. La serie di tagli, per raggiungere lo scopo indicato, è sequenziale ed è ripetuta allo stesso modo per tutti i provini. Seguendo questo procedimento, si impone la caratterizzazione della medesima porzione di volume, questa accortezza permette il confronto dei risultati ottenuti garantendo riproducibilità delle misure.

Le operazioni di taglio sono svolte tramite una troncatrice Remet-TR100S, osservabile in figura 4.20 dove sono riportati i componenti principali.

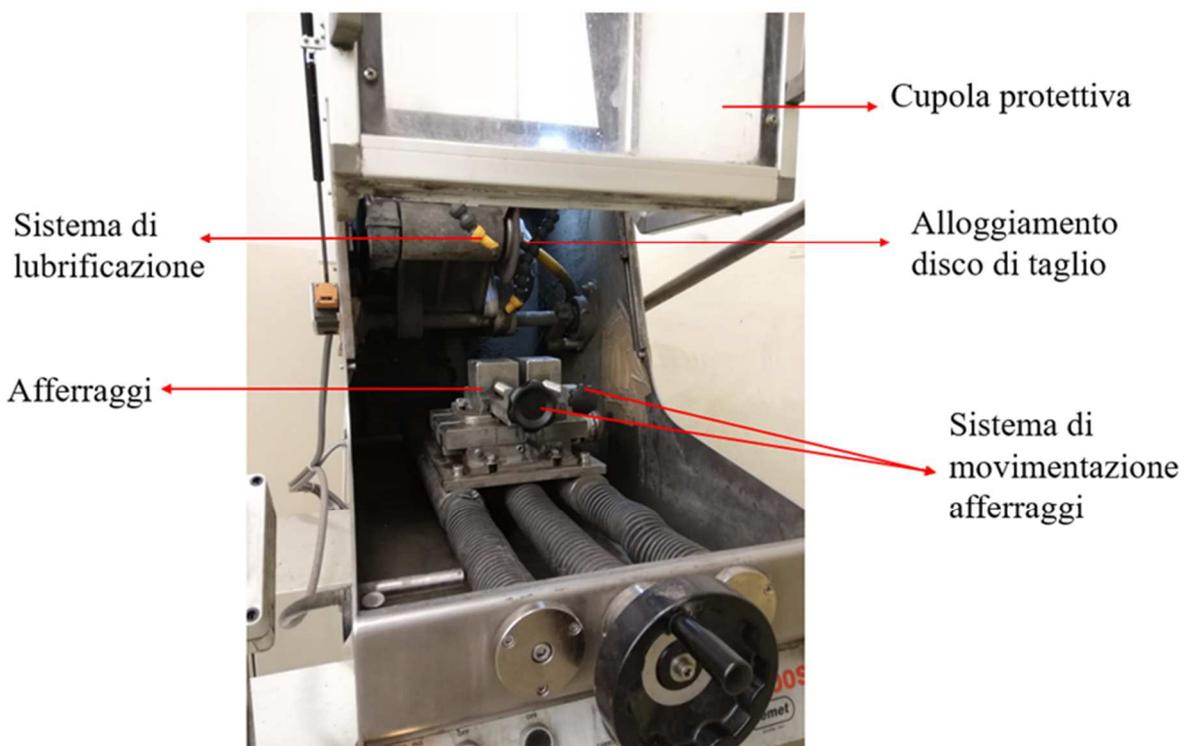


Figura 4.20 Troncatrice Remet-TR100S

Lo schema generale di funzionamento prevede l'inserimento del disco di taglio in Cermet (WC-Co) nell'apposito alloggiamento prestando attenzione al fissaggio dello stesso che deve essere stabile ma, non troppo rigido per evitare rotture indesiderate del tagliente. Si posizionano quindi gli ugelli del sistema di lubrificazione nei pressi del disco in modo da approvvigionare costantemente liquido durante l'intera operazione, evitando surriscaldamenti eccessivi dell'interfaccia con il materiale che portano a bruciature nel pezzo in lavorazione. Equipaggiata

questa prima parte del sistema, si procede con il trattamento del provino e il suo posizionamento in macchina. È necessario ricoprire il componente da tagliare di uno strato di grasso in modo da massimizzare la lubrificazione e preservarne l'integrità durante tutto il processo. Il successivo posizionamento avviene in due fasi e deve essere tale da esporre il minor quantitativo di area resistente durante il ciclo di taglio. Questa accortezza deve essere rispettata in modo da limitare il surriscaldamento e le tempistiche operative. Dapprima si sceglie la posizione rispetto all'asse orizzontale in modo che il disco sia perfettamente allineato con la direzione di taglio desiderata. Effettuata questa operazione, si può procedere con la chiusura degli afferraggi che deve essere stretta per evitare movimentazioni indesiderate del campione che causano poca accuratezza di taglio. Il secondo ed ultimo passaggio di posizionamento è effettuato sull'asse di profondità della troncatrice ed è tale da ottimizzare il contatto con tra materiale e disco. Quando il campione si trova allocato in modo ottimale si chiude la cupola protettiva e si aziona il sistema di lubrificazione prima e la rotazione del tagliente poi. La movimentazione sull'asse verticale di quest'ultimo è regolata da una leva manuale che si occupa dell'avanzamento del fronte di taglio fino alla conclusione dell'operazione.

La descrizione della *strategia di taglio* con cui si sono trattati i campioni è rilevante per definire la stessa porzione di materiale caratterizzato in ogni provino e si compone di più fasi. La prima consiste nel taglio della piattaforma in modo da separare i provini di una stessa serie, dalla conformazione di figura 4.17 si passa quindi a cubi singoli con la porzione sottostante di piattaforma di costruzione come si può osservare in figura 4.21. Per migliorare la comprensione si utilizza un sistema di riferimento per identificare le direzioni di taglio, l'asse z indica la direzione di crescita mentre gli assi x e y l'area del singolo strato. In particolare l'asse y si sviluppa in profondità rispetto all'immagine 4.21, mentre x lungo la larghezza.

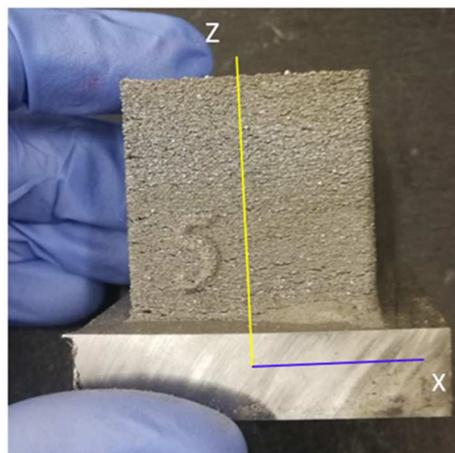


Figura 4.21 Geometria del provino a seguito del primo taglio

Dalla seconda fase in poi si agisce sul singolo cubo con piattaforma (figura 4.21) e le operazioni si ripetono in modo analogo su tutti i 27 campioni. Si opera quindi un primo taglio lungo la sezione z-x che divide in due porzioni speculari il campione iniziale compreso della piattaforma di costruzione. In modo arbitrario, si è scelto di operare la terza serie di tagli sulla metà che si sviluppa nel senso positivo dell'asse y. Questa decisione è stata reiterata per tutti i 27 provini ottimizzando la riproducibilità del sistema. La terza fase si compone di due tagli che portano all'isolamento del provino finale. Il primo è praticato lungo la sezione z-y ed il risultato è

identificato in figura 4.22 A. A questo punto si esegue il secondo taglio sulla porzione che si estende nel senso delle x positive, la separazione è operata sulla superficie x-y ad una distanza massima di 20 mm dall'area superiore. È determinante prestare particolare attenzione a questa operazione perché è necessario avere uno scarto di 5-10 mm dall'interfaccia cubo-piattaforma per evitare di caratterizzare la zona affetta da diffusione. Terminato questo ultimo taglio si ottiene il sistema di figura 4.22 B in cui si identifica il provino finale su cui prosegue l'iter di preparazione fino all'osservazione finale.

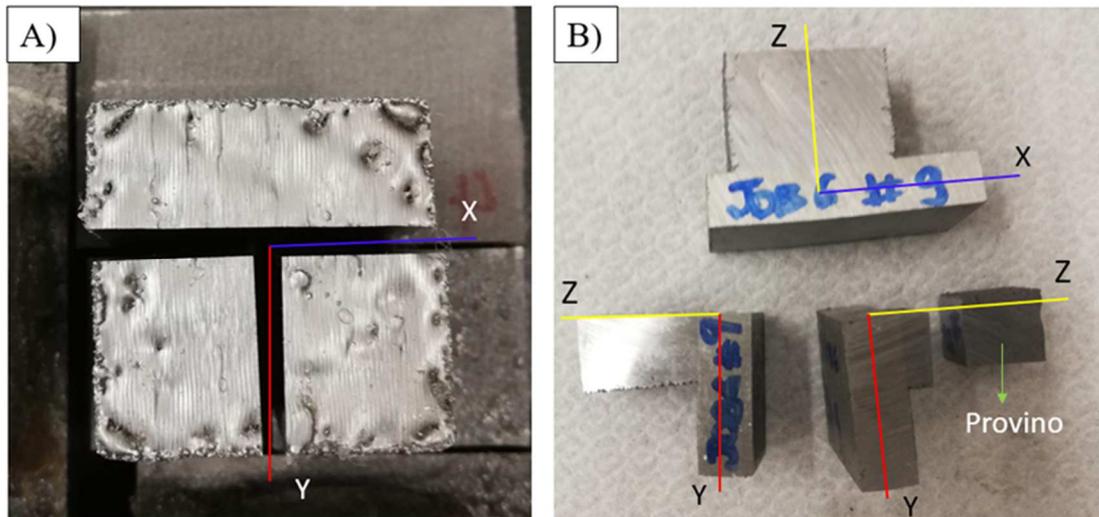


Figura 4.22 Geometria del provino dopo seconda (A) e terza (B) fase di taglio

Tutti i componenti del sistema in figura 4.22 B devono essere accuratamente ripuliti dal grasso che è stato utilizzato durante le operazioni di taglio con lavaggi in acqua e sgrassatore. A causa dell'elevata reattività con l'ossigeno di ferro e cromo, elementi più abbondanti nell'acciaio AISI H13, è necessario limitare i tempi di contatto con acqua ed asciugare accuratamente il materiale al termine di ogni lavaggio per evitare la formazione generalizzata di ossidi sulla superficie. Il provino isolato ed asciugato correttamente prosegue verso la fase di inglobatura a freddo.

4.2.2 Inglobatura a freddo

Ottenuti i 27 provini (geometria indicata in figura 4.22 B), si prosegue con l'inglobatura a freddo degli stessi. Questo passaggio consente di creare un guscio solido esterno al campione che aderisce ad esso su cinque delle sei superfici disponibili. In questo modo si identifica in modo univoco l'area su cui si porterà avanti la caratterizzazione e si migliora la maneggevolezza dei campioni. A fine delle attività sperimentali, inglobare il campione non è strettamente necessario ma facilita lo svolgimento delle operazioni successive.

Per inglobare a freddo il campione si utilizza un monomero termoindurente solido sotto forma di polvere ed il relativo reticolante liquido. Si miscolano i due reagenti con proporzioni in volume di 2:1 ottenendo, dopo agitazione, un composto fluido ad elevata viscosità che, viene immediatamente utilizzato per riempire delle formelle in silicone (figura 4.23 A) in cui è stato inserito il campione da inglobare. La reazione di reticolazione richiede 10 minuti per la sua evoluzione ed al termine, la resina indurita sostiene completamente al provino e la formella in silicone può essere rimossa. In figura 4.23 B si può osservare la vista dall'alto di un provino

inglobato a freddo, la superficie in evidenza sarà quella coinvolta nella caratterizzazione. È comune ottenere residui di resina sulla superficie del campione, questo perché non vi è alcun impedimento del flusso della miscela monomero-reticolante durante il riempimento. Lo strato visibile in figura 4.23 B viene agevolmente rimosso durante la prima fase di lucidatura.



Figura 4.23 A) Formelle in silicone per inglobatura a freddo B) Struttura provino dopo inglobatura a freddo

La scelta della superficie da esporre alla caratterizzazione (figura 4.23 B) non è casuale. In riferimento al sistema di 4.22 B, si è identificata come ottimale quella con x e z positive. La ragione è da ricercare nella strategia di scansione, infatti la superficie indicata risulta perpendicolare ai segmenti raster dell'ultimo strato prodotto rendendo possibile l'osservazione, dopo lucidatura e attacco chimico, di pozzetti di fusione solidificati. Come già era avvenuto nel taglio, anche in questa fase si adotta la stessa procedura per tutti i 27 provini così da mantenere la riproducibilità nelle misure successive.

4.2.3 Lucidatura manuale

La sequenza di operazioni di lucidatura rende la superficie del campione grezzo, visibile in figura 4.23 B, adatta all'osservazione al microscopio ottico ed elettronico. La lucidatura è un passaggio fondamentale e rappresenta la spesa più onerosa, in termini temporali, rispetto alle altre attività sperimentali.

Le operazioni di lucidatura manuale sono divisibili in due categorie, in base alla drasticità del mezzo abrasivo utilizzato. La prima, più grezza, coinvolge l'utilizzo di carte (figura 4.24 C) su cui le particelle diamantate sono adese in modo stabile. La capacità abrasiva è determinata dal grado delle carte, dalla numero 80 alla 2500 si riduce la taglia delle particelle diamantate e l'abrasività, mentre aumenta di conseguenza la finitura superficiale raggiungibile. La seconda fase richiede l'utilizzo di panni rigidi con base magnetica (figura 4.24 C), in sostituzione della carta, sui quali viene depositata una sospensione abrasiva con la medesima funzione delle particelle diamantate. In questo caso la drasticità non è indicata dal grado, ma dalla dimensione media dell'abrasivo (diamante o allumina Al_2O_3) all'interno della sospensione. Si passa infatti da $6\ \mu m$ a $0.3\ \mu m$ aumentando la finitura della superficie, fino a renderla a specchio. Tutte le operazioni citate sono state svolte con lucidatrice Mecatech 234 PRESI, visibile in figura 4.24 A con indicati i componenti principali. In figura 4.24 B si riporta il dettaglio sull'interfaccia delle impostazioni, sono stati segnalati soltanto i comandi utilizzati durante le operazioni di lucidatura manuale.

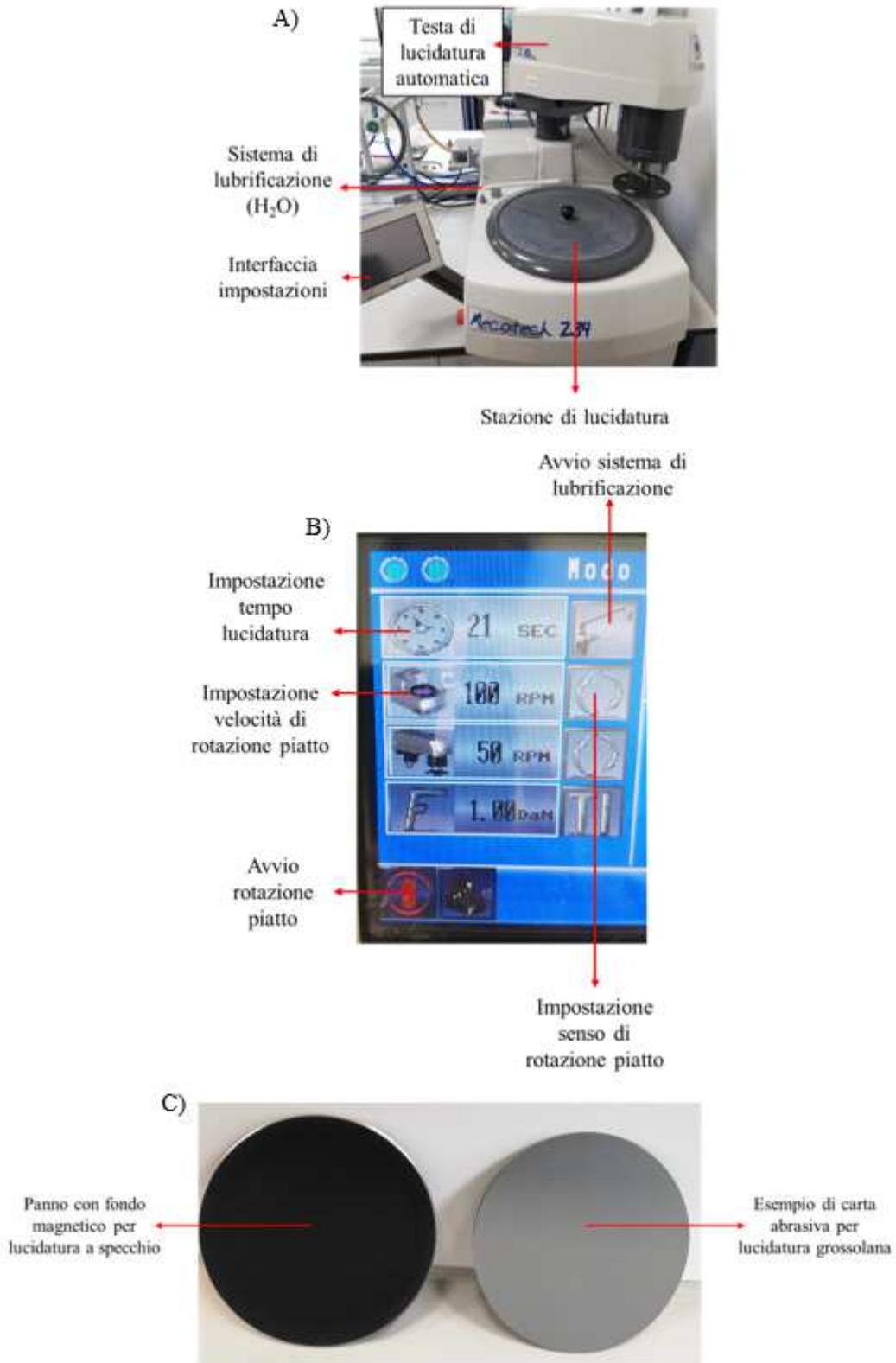


Figura 4.24 A) Lucidatrice Mecatech 234 PRESI B) Dettaglio interfaccia comandi C) Esempio di panni e carte di lucidatura

Prima di iniziare con uno step di lucidatura manuale è necessario svolgere alcune operazioni preliminari: la prima consiste nell'inserimento del mezzo abrasivo sul piatto. Nel caso della lucidatura più grossolana, il posizionamento della carta abrasiva è immediato e l'adesione al piatto è garantita da un cerchio che va posizionato sul profilo esterno dello stesso. Per la fase della lucidatura fine, il panno è assicurato sul piatto grazie al fondo magnetico e la sospensione abrasiva va distribuita in modo omogeneo su tutta la superficie per evitare un'azione localizzata troppo aggressiva. La seconda operazione preliminare richiede di impostare velocità e senso di rotazione del piatto, nel caso descritto si è utilizzata una rotazione oraria con 150 rpm massimi. La velocità dipende dal materiale utilizzato e dalla fase di lucidatura ma, soprattutto, deve essere tale da evitare allontanamenti repentini del campione dal piatto con conseguente danneggiamento della superficie di caratterizzazione. Successivamente si aziona il sistema di lubrificazione e si imposta il tempo di lavoro del sistema, nella procedura sperimentale utilizzata si sono adottati step successivi da 60 secondi. A questo punto si avvia la rotazione tramite l'apposito pulsante e si posiziona il campione sul piatto. Quest'ultima operazione deve essere fatta con cura, la superficie da caratterizzare deve essere posta in contatto con i corpi abrasivi e la pressione esercitata deve essere perlopiù perpendicolare al piatto, per evitare la formazione di più superfici di lucidatura, e tale da garantire la rimozione omogenea del materiale. Il campione deve essere mantenuto in posizione fino a che le impronte del passaggio precedente, con abrasivo più grossolano, non vengono rimosse. Per facilitare questa operazione si ruota il campione di 90° ogni qualvolta si scali grado di abrasività, in questo modo la scomparsa dei solchi perpendicolari, a quelli che si stanno formando, indica la conclusione e buona riuscita dello step di lucidatura. In figura 4.25 A si può osservare un esempio di superficie al termine di uno step grossolano di lucidatura con carta 180, il parallelismo tra i solchi conferma la rimozione dei precedenti. In figura 4.25 B è osservabile un provino al termine della fase di lucidatura. La finitura ottenuta è considerata a specchio.

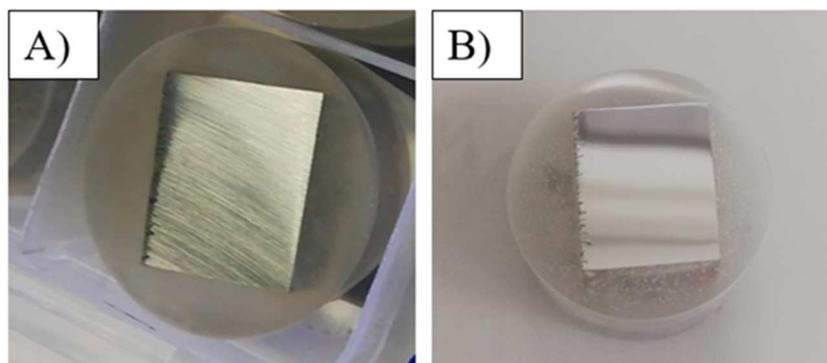


Figura 4.25 A) Finitura superficiale dopo carta abrasiva 180 B) Finitura a specchio al termine delle operazioni di lucidatura

Apprese le modalità operative di un singolo step di lucidatura è importante dedicare parte della trattazione alla *strategia di lucidatura*, una sequenza di operazione che permettono di raggiungere la finitura a specchio necessaria all'osservazione ai microscopi ottico ed elettronico. Un esempio del provino al termine della lucidatura è osservabile in figura 4.25 B, dove non sono più percepibili ad occhio nudo i solchi lasciati dal passaggio dell'abrasivo. Per

arrivare al risultato richiesto, partendo dal provino inglobato di figura 4.23 B è necessario seguire i seguenti step di lucidatura:

- Carta abrasiva 180 per rimuovere solchi lasciati dall'azione di taglio della troncatrice e ripulire la superficie da caratterizzare da residui di resina derivanti dal passaggio di inglobatura a freddo. La carta 180 è molto aggressiva, la pressione esercitata deve necessariamente essere perpendicolare al piatto per poter definire una singola superficie di lucidatura. Tempo di lucidatura medio 2 minuti
- Utilizzo in sequenza delle carte 400, 600, 800, 1200 e 2500, il passaggio al grado successivo di lucidatura avviene con i criteri descritti precedentemente. Tempo di lucidatura medio per ogni step 1 minuto, in presenza di una singola superficie di lucidatura. In caso contrario è necessario ritornare allo step precedente assicurandosi di continuare solo dopo l'omogeneizzazione della superficie di lucidatura
- Passaggio a sospensioni abrasive su panni di lucidatura. La sequenza operativa prevede, l'utilizzo di una sospensione diamantata prima da 6 μm e poi da 3 μm . In questa fase, viene mantenuta la rotazione di 90° del provino con il passaggio ad abrasivo più fine, il controllo della lucidatura prevede sempre la presenza di sole linee parallele ma l'osservazione deve essere fatta al microscopio ottico con ingrandimento 100x. Tempi di lucidatura medi 4 minuti e 7 minuti rispettivamente per la sospensione da 6 μm e 3 μm . In caso di formazione di solchi pronunciati, dati dalla cattiva omogeneizzazione della sospensione diamantata o dal distaccamento di frammenti di AISI H13 dal campione, è necessario ritornare allo step precedente con utilizzo di carta abrasiva 1200 o 2500 in relazione al danno.
- Passaggio di omogeneizzazione con sospensione acquosa 1:3 di allumina (Al_2O_3) neutra da 0.3 μm . Rotazione continua del campione per uniformare la superficie da caratterizzare. Tempo di lucidatura medio 4 minuti, fino a scomparsa dei solchi all'osservazione al microscopio ottico con ingrandimento 100x. In quest'ultima fase è necessario terminare lo step di lucidatura qualora si intravedesse al microscopio ottico, con ingrandimento 100x, la microstruttura del campione.

Al termine di questa sequenza operativa si ottiene una superficie adatta all'acquisizione di immagini per analisi di porosità (4.3.1).

4.2.4 Attacco chimico

L'attacco chimico è in genere conosciuto con il termine inglese "etching" e si opera sulla superficie da caratterizzare, dopo analisi di porosità, per rivelare la microstruttura. La soluzione usata durante l'attacco chimico ha l'obiettivo di reagire in modo differenziale con le diverse fasi o composti presenti nel materiale evidenziandone le caratteristiche microstrutturali.

L'*operazione di attacco chimico* è stata realizzata per immersione. Questa fase richiede l'utilizzo di una cappa di aspirazione per rimuovere i vapori che si sprigionano durante le reazioni. La soluzione scelta per l'attacco chimico è trasferita in un cristallizzatore di dimensioni tali da accogliere comodamente il provino. Quest'ultimo viene immerso tramite l'ausilio di pinzette nella soluzione, è necessario prestare attenzione che la superficie sia totalmente a contatto con il liquido e non tocchi le pareti del cristallizzatore per non inficiare la finitura superficiale raggiunta con la lucidatura. Durante l'immersione è necessario movimentare il campione per evitare lo stazionamento dei gas formati con la reazione, le bolle

sulla superficie da caratterizzare impediscono il corretto sviluppo dell'attacco chimico con conseguenti disomogeneità nella rivelazione della microstruttura. Concluso il tempo di immersione, si spegne la reazione con il contatto della superficie attaccata con acqua. La fase di attacco chimico si considera terminata con la rivelazione della microstruttura tramite osservazione al microscopio ottico.

La *strategia di attacco chimico* consiste principalmente nella scelta della soluzione e del tempo di etching. Entrambe sono state dettate dalla consultazione della norma ASTM E407-07 (2015) "Standard Practice for Microetching Metals and Alloys". La tipologia di soluzione dipende dal materiale caratterizzato. Per l'AISI H13 la ricerca, tramite norma ASTM, si è concentrata sugli acciai per utensili, "Tool steels". Come visibile in tabella 4.4 per l'identificazione della struttura generale sono utilizzabili tre tipologie di soluzione, 74 a, 80 e 14.

Tabella 4.4 Soluzioni utilizzabili per attacco chimico di acciai per utensili

Metal	Etchants	Uses
Tool steels	74a, 80, 14 110 210, 211 214, 214 224, 225	general structure grain boundaries in tempered tool steel colors ferrite, lower alloy grades colors cementite carbides attacked and colored

Nella seconda parte della ASTM E704-07 (2015) è presente la tabella che associa la natura della soluzione al numero indicato precedentemente. Risulta così possibile identificare la soluzione di "etching" in composizione e concentrazione. Si è riportato l'estratto della stessa con riferimento alle soluzioni utilizzabili (tabella 4.5).

Tabella 4.5 Composizione e procedura di utilizzo delle soluzioni per attacco chimico di AISI H13

Etchant	Composition	Procedure
14	10 mL HNO ₃ 90 mL methanol (95 %)	Immerse few seconds to a minute.
74	1–5 mL HNO ₃ 100 mL ethanol (95 %) or methanol (95 %)	Etching rate is increased, sensitivity decreased with increased percentage of HNO ₃ . (a) Immerse few seconds to a minute. (b) Immerse 5–40 s in 5 % HNO ₃ solution. To remove stain, immerse 25 s in 10 % HCl-methanol solution. (c) For Inconels and Nimonics, use 5 mL HNO ₃ solution—electrolytic at 5–10 V for 5–20 s. (d) Swab or immerse several minutes. (e) Swab 5–60 s. HNO ₃ may be increased to 30 mL in methanol only depending on alloy. (Ethanol is unstable with over 5 % HNO ₃ .) Do not store.
80	5 mL HCl 1 g picric acid 100 mL ethanol (95 %) or methanol (95 %)	Immerse or swab few seconds to 15 min. Reaction may be accelerated by adding a few drops of 3 % H ₂ O ₂ . Optional (for prior austenite grain boundaries)—temper specimen at 600–900°F prior to preparation.

Per la caratterizzazione dell'acciaio AISI H13 si è scelta la soluzione 74 a, di acido nitrico (HNO₃) in soluzione al 2% in volume con alcol etilico o etanolo (CH₃CH₂OH), anche conosciuta con il termine NitAl 2. In cui il nome indica la natura acido(Nit)-alcolica(Al) della soluzione, mentre il 2 la concentrazione in volume. Si riportano in tabella 4.6 le indicazioni di pericolo con relativa spiegazione per entrambi i componenti della soluzione, partendo dall'acido nitrico e concludendo con l'alcol etilico.

Tabella 4.6 Indicazioni di pericolo con relativa spiegazione per acido nitrico (HNO_3) e Alcol etilico (CH_3CH_2OH)

Composto	Indicazione di pericolo	Spiegazione
HNO_3	H272	Può aggravare un incendio, Comburente
	H311	Tossico per contatto con pelle
	H330	Letale se inalato
	H314	Provoca gravi ustioni cutanee e gravi lesioni oculari
CH_3CH_2OH	H225	Liquido e vapori facilmente infiammabili

Il tempo di immersione è stato valutato in 5 secondi per rivelare la fase maggiormente attaccabile e di ulteriori 2 secondi di sovra attacco per distinguere la microstruttura della fase meno reattiva. Le tempistiche rientrano nell'intervallo indicato dalla ASTM E407-07 (2015) per la soluzione 74 a.

4.3 Acquisizione immagini

L'acquisizione delle immagini è un passaggio fondamentale per l'effettiva caratterizzazione dei provini, la cui preparazione è stata descritta nel paragrafo precedente. L'obiettivo è quello di acquisire un numero di immagini tale da catturare le caratteristiche della superficie analizzata. Le immagini ottenute saranno poi analizzate, con le modalità descritte nella sezione successiva dell'elaborato. Durante l'attività sperimentale, le acquisizioni sono state effettuate tramite microscopio ottico ed elettronico a scansione, per la descrizione di modalità e strategie operative di acquisizione si adatterà quindi questa suddivisione.

4.3.1 Acquisizione con microscopio ottico

Il microscopio ottico è stato utilizzato per acquisire immagini a bassi ingrandimenti per analisi di porosità e microstruttura. Le *operazioni di acquisizione* sono state effettuate con la camera digitale Leica DFC320 del microscopio ottico Leica modello DMI 5000 M (figura 4.26).

Il funzionamento del microscopio ottico si basa sulla sinergia di luce visibile e sistema di ingrandimento, composto da obiettivi e oculari. La sorgente genera un fascio luminoso con lunghezza d'onda compresa tra 390 e 760 nm che procede, grazie ad un sistema di specchi, fino al condensatore che concentra la luce in un cono che illumina porzioni di campione con intensità costante. I compiti più importanti sono affidati al sistema di obiettivi, nel modello DMI 5000 M sono cinque e si trovano montati su una torretta situata sotto la piattaforma porta campione. Gli ingrandimenti disponibili sono 5x, 10x, 20x, 50x e 100x e il cambio da uno all'altro avviene tramite la rotazione della torretta che è gestita, in modo automatico, dall'operatore. Oltre all'ingrandimento, gli obiettivi si occupano di generare l'immagine e di definirne qualità e risoluzione. La focalizzazione è invece gestita dalla distanza del campione dall'obiettivo. A livello pratico, il movimento fine della piattaforma, lungo l'asse z, regola la messa a fuoco ed è realizzato manualmente per mezzo della manopola indicata in figura 4.26 come sistema di focalizzazione. La proporzionalità inversa tra ingrandimento e focalizzazione pone un limite consistente alla microscopia ottica, un aumento del primo comporta una diminuzione della

distanza del punto focale rendendo difficoltosa la messa a fuoco ad ingrandimenti superiori a 100x. Per ovviare a questo limite e massimizzare l'efficienza dello strumento, gli oculari aggiungono un ingrandimento massimo di 10x che va a moltiplicarsi con i valori indicati per gli obiettivi. Lo strumento DMI 5000 M nel complesso ha quindi la possibilità di raggiungere ingrandimenti di 1000x garantendo focalizzazione ottimale dell'immagine.

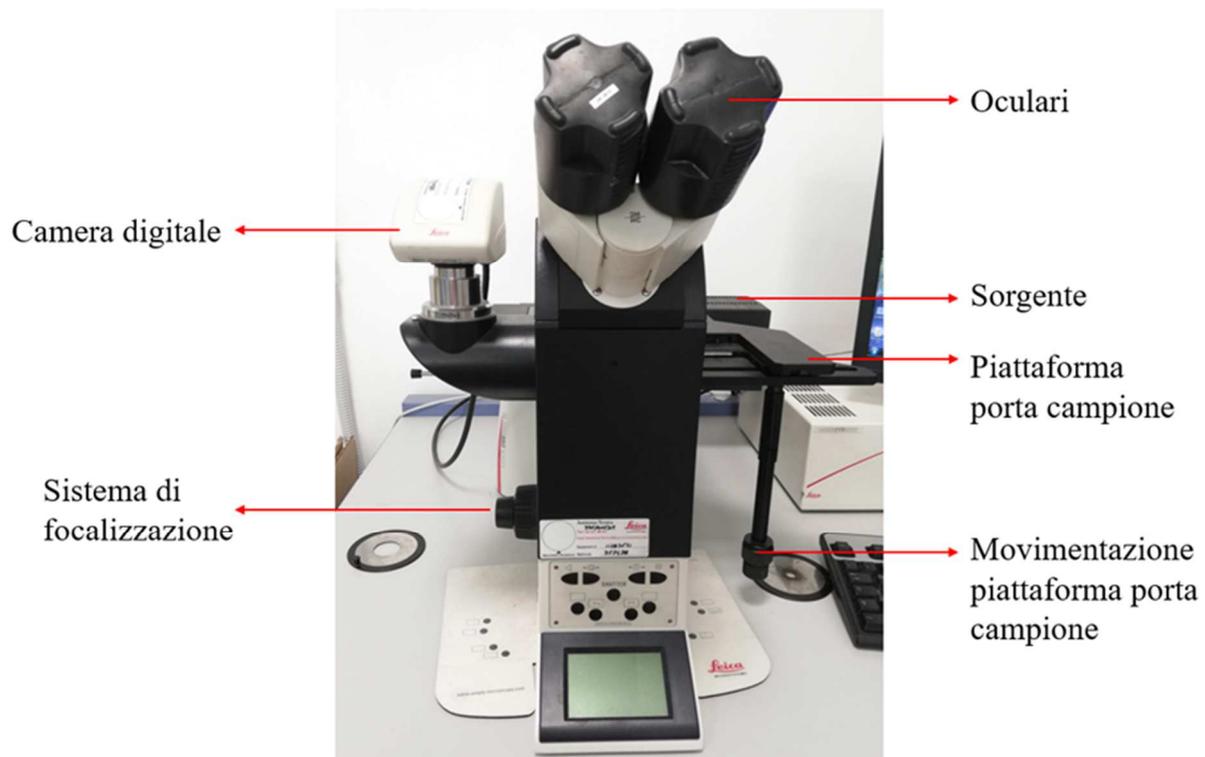


Figura 4.26 Microscopio ottico Leica DMI 5000 M

Per quanto riguarda le attività sperimentali condotte durante il lavoro di tesi, le *operazioni di acquisizione* non dipendono strettamente dalla finalità o dalla tipologia di analisi che subirà l'immagine. Per questo motivo, la sequenza operativa verrà descritta in modo universale. Prima di posizionare il provino, è necessario ripulirne la superficie di osservazione con particolare attenzione, senza danneggiare la finitura superficiale ottenuta durante l'ultimo step di lucidatura. A livello pratico, si è strofinata delicatamente l'area di osservazione del provino, con l'ausilio di abbondante acqua, sul panno da lucidatura fine preventivamente deterso, per eliminare eventuali tracce di sospensione abrasiva. L'asciugatura, accurata, si pratica con aria compressa eliminando la maggior quantità di acqua possibile. terminate queste operazioni preliminari si posiziona il provino sulla piattaforma porta campione dopo aver rimosso l'apposita protezione per gli obiettivi. Tramite il sistema di movimentazione della piattaforma, si posiziona il raggio luminoso sul punto di interesse, successivamente si sceglie l'ingrandimento, in base al dettaglio che si vuole rilevare, tramite la rotazione automatica della torretta con obiettivi. Dopo questa prima fase è necessario assicurarsi che le impostazioni di acquisizione siano corrette con le seguenti verifiche:

- Verificare, tra le impostazioni dell'illuminazione del microscopio, che il contrasto sia selezionato sul BF in modo da ottenere l'immagine a sfumature dal nero al bianco efficacemente processabili con i software di analisi immagini
- Verificare, tra le impostazioni di illuminazione del microscopio, che l'apertura sia definita a 8, il filtro FLD a 2 e l'intensità fine a 125
- Verificare, tra le impostazioni della camera digitale, che il gain sia su 1.0x e che l'esposizione sia tale da garantire un posizionamento centrale del picco di intensità luminosa sull'istogramma
- Verificare, tra le impostazioni di illuminazione del microscopio, che la parte di istogramma selezionato comprenda il picco di intensità luminosa dell'immagine e che la gamma sia posizionata in corrispondenza del massimo

A questo punto si mette a fuoco con la manopola di focalizzazione ed infine si acquisisce l'immagine in formato .tif con la camera digitale collegata al software disponibile sul computer associato.

Per la descrizione della *strategia di acquisizione* è necessario distinguere in base alla destinazione dell'immagine, in questa fase infatti vi sono differenze, seppur lievi, tra le modalità di acquisizione per analisi di *porosità* e *microstrutturale*. Nel primo caso si sono acquisite 15 immagini per ogni superficie di osservazione ad ingrandimento 100x, essendo il livello di porosità basso. L'area di osservazione è stata scansionata con il fine di riprodurre le caratteristiche principali. Partendo dalla zona dell'ultimo strato prodotto, indicata con il termine "near top" o in modo sintetico "NT", si sono acquisite 5 immagini spostandosi, sull'asse x, dal profilo esterno verso lo spigolo interno. Il secondo set di 5 immagini riproduce la scansione orizzontale a mezza altezza della superficie analizzata, in tutto l'elaborato questa porzione di area di osservazione è identificata con il termine "middle". Le 5 immagini che rimangono, per completare il gruppo di 15, sono il risultato dell'acquisizione della zona inferiore del provino scansionata in direzione orizzontale tra il bordo esterno e lo spigolo interno, questa porzione di superficie viene identificata come "middle bottom" o in modo sintetico "MB". È necessario introdurre un'ulteriore precisazione, il termine "bottom" sottolinea che la porzione di spazio analizzata è la parte, della superficie caratterizzata, più lontana dall'ultimo strato prodotto (near top), tuttavia non è da considerarsi erroneamente la base del provino, nonché il primo strato prodotto. Si ricorda, grazie all'immagine 4.22 B, che si è isolata la parte superiore della porzione a x e z positive, per evitare la zona affetta da diffusione tra piattaforma e AISI H13, quindi la porzione caratterizzata si trova a distanza indicativa di 10 mm dall'ultimo strato effettivamente prodotto. Il termine "middle bottom" è stato scelto con l'intento di racchiudere proprio queste informazioni ed ovviare incomprensioni. Per quanto riguarda l'analisi microstrutturale, si sono acquisite 10 immagini in due gruppi da 5 ad ingrandimento 100x. L'obiettivo è la riproduzione, tramite immagini, dell'evoluzione microstrutturale rispetto agli assi x e z. Il primo set rappresenta la scansione del near top della superficie caratterizzata, le 5 immagini sono acquisite a z costante con spostamenti sull'asse x tra profilo esterno e spigolo interno. La stessa procedura di acquisizione è adottata con il "middle bottom" e permette di concludere il set di immagini necessarie per le successive analisi.

4.3.2 Acquisizione con microscopio elettronico a scansione (SEM)

Il microscopio elettronico a scansione, a cui ci si riferisce con la sigla SEM, è stato utilizzato per acquisire immagini che riproducessero l'evoluzione microstrutturale osservata, ad ingrandimenti superiori. L'attenzione si è quindi concentrata sul “near top” e sul “middle bottom” della superficie caratterizzata. Le *operazioni di acquisizione* sono state effettuate con il modello Phenom XL Desktop, visibile in figura 4.27 A.

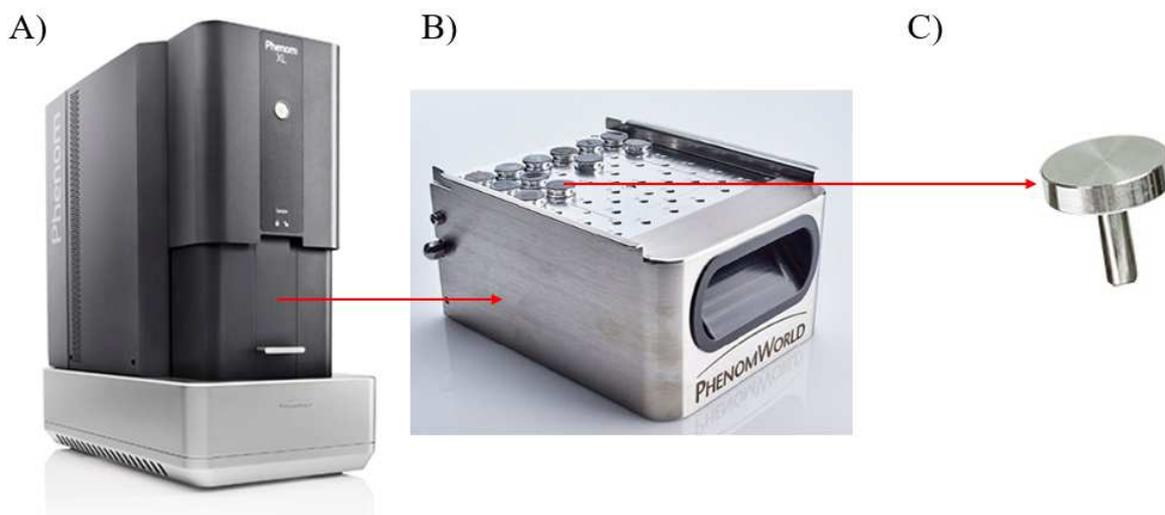


Figura 4.27 A) Modello SEM Phenom XL Desktop B) Porta-campioni C)Supporto per posizionamento provino [54]

Il microscopio elettronico a scansione prevede l'impiego di elettroni per l'osservazione e l'acquisizione di immagini. Una sorgente (tungsteno-W o esaboruro di lantanio-LaB₆) emette un fascio elettronico primario sotto stimolazione di un campo elettrico che, al tempo stesso, gli conferisce energia sufficiente per proseguire il percorso lungo la colonna di emissione. Il fascio elettronico primario viene quindi in contatto con lenti e induttori elettromagnetici che ne permettono controllo e posizionamento. La sezione del fascio primario è invece definita attraverso aperture che concedono il passaggio a una piccola frazione di elettroni, evitando così la dispersione degli stessi al contatto con il campione. Il percorso del fascio elettronico primario si conclude con l'impatto sulla superficie di analisi. L'interazione si estende, nel campione, fino alla profondità di 3 μm generando nuovi flussi elettronici. Tra i più importanti è necessario citare gli elettroni secondari e quelli retrodiffusi o “Back scattered”. I primi derivano dall'interazione anelastica del fascio primario con la porzione superficiale del campione e sono emessi da una profondità che non supera i 50 nm. La loro energia è inferiore ai 50 eV e danno informazioni morfologiche sulla superficie analizzata. Le asperità interagiranno maggiormente con il fascio primario risultando più chiare nell'immagine rilevata, viceversa gli avvallamenti appariranno più scuri a causa di un'interazione meno efficace con gli elettroni primari. Gli elettroni retrodiffusi invece derivano da interazioni elastiche degli atomi con il fascio elettronico primario e sono emessi da profondità più elevate (100-1000 nm) rispetto ai secondari. La loro energia supera i 50 eV e forniscono informazioni composizionali, l'intensità del fascio restrodifuso è tanto maggiore quanto più è elevato il numero atomico dell'atomo con cui interagisce il fascio primario. Gli elettroni emessi dal campione entrano in contatto con

rivelatori, diversi in base alla loro energia, che analizzano il segnale e lo convertono in immagine. Tutto lo strumento è mantenuto in vuoto per evitare l'alterazione delle immagini causata dalla perdita di energia degli elettroni durante le interazioni con particelle. Con il SEM si oltrepassa il limite ingrandimento/focalizzazione intrinseco del microscopio ottico ed è possibile raggiungere ingrandimento fino a 3000000x. Nel caso del Phenom XL Desktop è possibile identificare dettagli fino a 100000x con risoluzione inferiore a 14 nm.

Data la maggiore complessità dello strumento, anche le *operazioni di acquisizione* richiedono una sequenza operativa più dettagliata. Come già indicato per l'osservazione al microscopio ottico, anche in questo caso sono necessarie alcune procedure preliminari per permettere l'osservazione ottimale del provino. La superficie deve essere pulita e la detersione è stata realizzata con le stesse modalità descritte nel paragrafo 4.3.1. Inoltre, per essere sottoposta a osservazione SEM, la superficie deve essere interamente conduttiva, è stato quindi necessario disinglobare i campioni e fissarli sugli appositi sostegni, chiamati "stub" (figura 4.27 C), tramite un adesivo conduttivo. Gli "stub" sono quindi posizionati nel porta-campione, figura 4.27 B, e inseriti nello strumento come indicato dalla sequenza di frecce della figura 4.27. La procedura di acquisizione inizia con la scelta della modalità di osservazione, per immagini morfologiche superficiali saranno preferiti gli elettroni secondari mentre per indagini composizionali sub superficiali, quelli retrodiffusi. Si sceglie quindi il livello di ingrandimento in base all'accuratezza richiesta nell'immagine. L'ultimo passaggio richiede la focalizzazione dell'immagine tramite software o apposito "joystick" e il posizionamento del fascio nella porzione di area di interesse. Terminata la sequenza di operazioni descritta è possibile acquisire le immagini.

Per quanto riguarda il lavoro sperimentale, il SEM è stato prevalentemente utilizzato per indagini microstrutturali che hanno integrato le informazioni acquisite a bassi ingrandimenti con il microscopio ottico. A conferma delle premesse, sono state acquisite immagini in modalità elettroni secondari (SED) e la *strategia di acquisizione* si focalizza sull'evoluzione della microstruttura tra le porzioni near top e middle bottom del campione. Le acquisizioni sono state effettuate con ingrandimenti superiori ai 5000x per evidenziarne i dettagli più fini e migliorare l'accuratezza delle immagini. Si è quindi indagato l'andamento della morfologia delle fasi attaccata e sovra-attaccata rispetto all'asse di costruzione acquisendo immagini al near top ed al middle bottom. Inoltre si è soffermata l'attenzione sulla morfologia della fase sovra-attaccata per accertarne la natura. Le immagini sono quindi state analizzate successivamente e relazionate con i risultati ottenuti con le altre caratterizzazioni.

4.4 Analisi immagini

Le immagini, acquisite con le modalità descritte nel paragrafo precedente, sono state successivamente elaborate tramite ImageJ, un software open source che fornisce una vasta gamma di informazioni. In base alle impostazioni inserite in input, è possibile ottenere una valutazione numerica della percentuale e dell'estensione effettiva di vuoti e specifiche fasi rilevate durante l'acquisizione delle immagini.

Per essere processate, le immagini devono essere aperte e convertite in formato 8 bit, è possibile verificare questo requisito seguendo il percorso:

- Aprire ImageJ
- Aprire l'immagine desiderata trascinandola sulla toolbar del software oppure con il percorso File>Open>scelta dell'immagine da file
- Cliccare Image>Type>8-bit per convertire l'immagine in formato processabile

Questa prima sequenza di comandi è necessaria per ogni tipologia di elaborazione immagini, la *strategia di analisi* invece in funzione dei risultati di interesse e per questo motivo sarà differente per porosità e microstruttura. Nella trattazione sarà data per assodata la sequenza operativa descritta in questa breve introduzione

4.4.1 Porosità

Per l'analisi di porosità l'obiettivo è la valutazione della percentuale di area occupata dai vuoti che servirà per definire la densità percentuale del campione analizzato. In figura 4.28 A è riportato un esempio di immagine di porosità su cui è stata eseguita l'analisi con le modalità successivamente descritte.

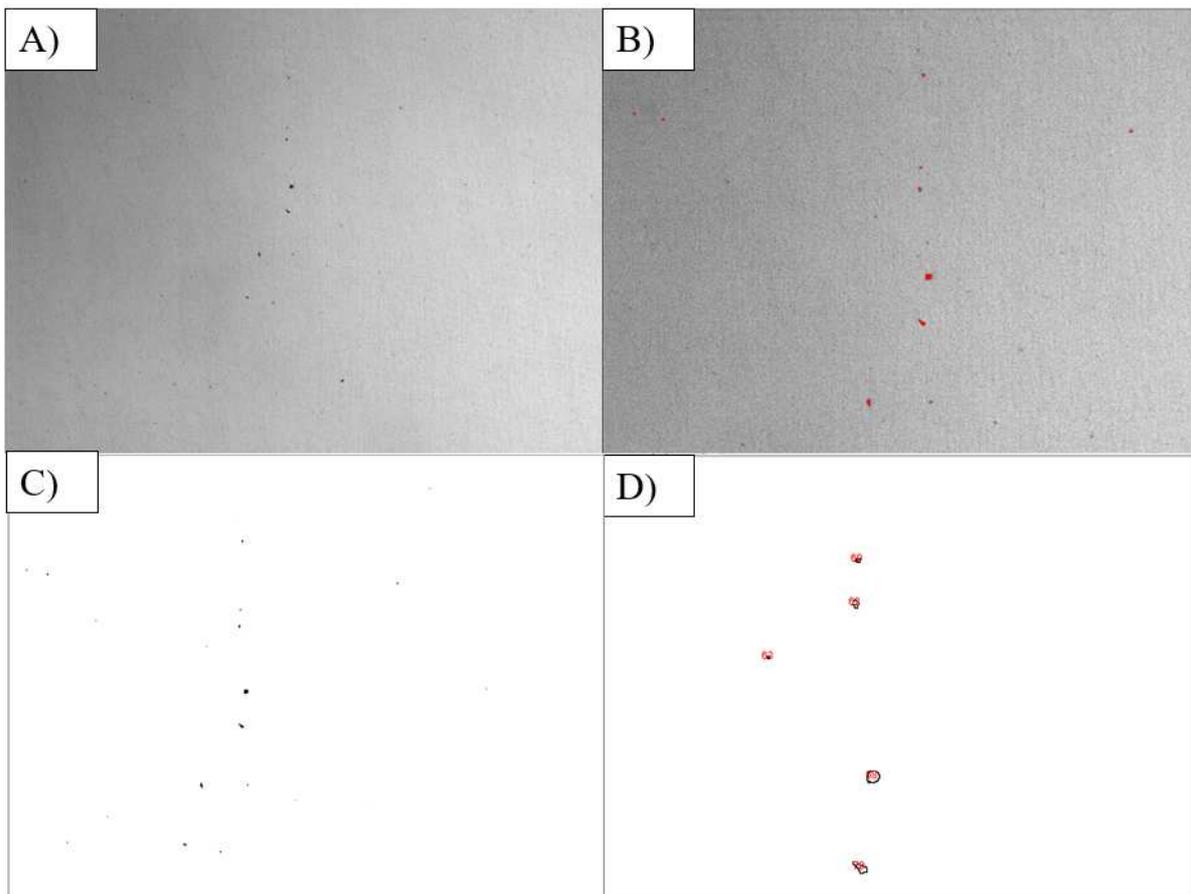


Figura 4.28 A) Immagine porosità acquisita con microscopio ottico B) Dettaglio definizione del threshold C) Immagine porosità dopo definizione threshold D) Dettaglio outline di porosità con numerazione

L'analisi procede quindi con la successiva sequenza di comandi:

- Cliccare Image>Adjust>Threshold e dai menu a tendina scegliere default e red
- Selezionare la porzione di istogramma tale da far combaciare l'area evidenziata in rosso con il profilo dei vuoti (figura 4.28 B) e cliccare Apply

- Ottenuta la configurazione di figura 4.28 C si prosegue cliccando su Analyse>Analyse particles>Scegliere Outlines dai menu a tendina>Spuntare l'opzione Summarize. L'impostazione Outlines permette di ottenere in output un'immagine delle aree rilevate con numerazione connessa, è utilizzata soprattutto per verificare che l'analisi sia andata a buon fine (figura 4.28 D). Il comando Summarize invece apre una finestra denominata Summary con le informazioni richieste in output, per ottenere la percentuale di area coperta dai vuoti è necessario seguire il seguente percorso: Analyse>Set Measurements>Spuntare l'opzione Area
- Salvare i risultati ottenuti nella finestra Summary in un foglio di calcolo

La procedura riassunta nell'elenco puntato è stata eseguita per le 15 immagini di porosità acquisite per ogni campione caratterizzato. Il calcolo della densità è stato poi completato tramite foglio di calcolo che ha permesso di mediare tutti i valori di porosità percentuale di uno stesso campione. Si è quindi calcolata la deviazione standard, per ogni campione, tra media e 15 valori per focalizzare la dispersione dei risultati e le disomogeneità presenti.

4.4.2 Microstruttura

L'analisi immagine microstrutturale si pone l'obiettivo di caratterizzare caratteristiche microstrutturali presenti in funzione di *area percentuale* e *diametro*. Le due informazioni sono ottenute con procedure diverse e per questo saranno trattate separatamente.

La valutazione dell'*area percentuale* ricalca la sequenza operativa dell'analisi di porosità, con alcune approssimazioni ed accorgimenti ulteriori. Si parte dall'immagine di figura 4.29 A come esempio. Si eseguono le fasi dell'analisi riportate di seguito:

- Cliccare Image>Adjust>Threshold
- Selezionare la porzione di istogramma assicurandosi di seguire il profilo della fase selezionata (figura 4.29 B)
- Cliccare Apply (figura 4.29 C)
- Cliccare Analyse>Set Measurements>Spuntare l'opzione Area
- Cliccare Analyse>Set Scale>Inserire Distance in pixels: 2.165>Inserire Know distance:1.00>Inserire Unit length: um
- Cliccare Analyse>Analyse Particles> Inserire Size: 20-Infinity, che definisce la taglia minima per il conteggio della percentuale di area; si imposta per evitare il conteggio di disomogeneità dell'immagine>Selezionare Ellipses dal menu a tendina>Spuntare Summarize>Cliccare OK
- Verificare dall'output Ellipses che l'approssimazione delle fasi ad ellissi sia avvenuta correttamente (figura 4.29 D)
- Registrare il valore di percentuale area dell'output Summary su un foglio di calcolo

La procedura è stata ripetuta per tutte le 10 immagini acquisite per ogni campione, la percentuale di area è quindi stata mediata prima su tutta la superficie caratterizzata e successivamente tra le sole immagini al near top e quelle al middle bottom.

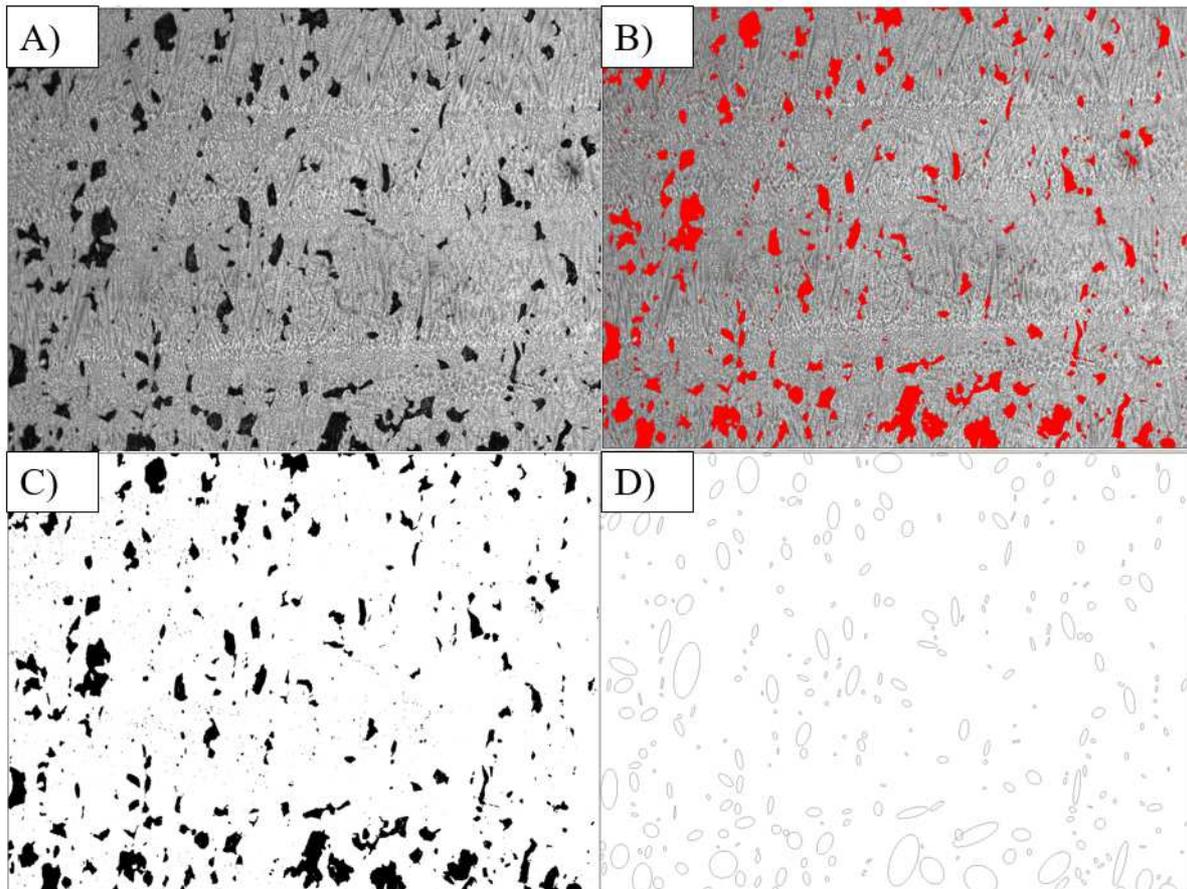


Figura 4.29 A) Immagine microstruttura acquisita con microscopio ottico B) Immagine definizione del threshold C) Immagine microstruttura dopo definizione threshold D) Approssimazione ellittica

La valutazione del *diametro* medio della fase selezionata condivide parte della procedura con quella utilizzata per la percentuale di area. Vista l'aspetto allungato lungo la direzione di crescita dei grani, è necessario differenziare la definizione del diametro con quello in direzione x e in direzione z, la sequenza di operazioni descritta nel seguente elenco puntato mira al raggiungimento di questo scopo:

- Cliccare Image>Adjust>Threshold
- Selezionare la porzione di istogramma assicurandosi di seguire il profilo della fase selezionata (figura 4.29 B)
- Cliccare Apply (figura 4.29 C)
- Cliccare Analyse>Set Measurements>Spuntare l'opzione Area, Min & max gray value e Mean gray value
- Cliccare Analyse>Set Scale>Inserire Distance in pixels: 2.165>Inserire Know distance:1.00>Inserire Unit length: um
- Cliccare Analyse>Analyse Particles> Inserire Size: 20-Infinity>Selezionare Ellipses dal menu a tendina>Spuntare Summarize>Spuntare Set results per ottenere i valori selezionati con Set measurements per ogni porzione di superficie selezionata>Spuntare Exclude on edges per eliminare dal conteggio i grani di cui non si conosce la totale evoluzione>Cliccare su OK

- Verificare dall'output Ellipses che l'approssimazione delle fasi ad ellissi sia avvenuta correttamente (figura 4.30 A)
- Registrare i valori dell'output Result su un foglio di calcolo

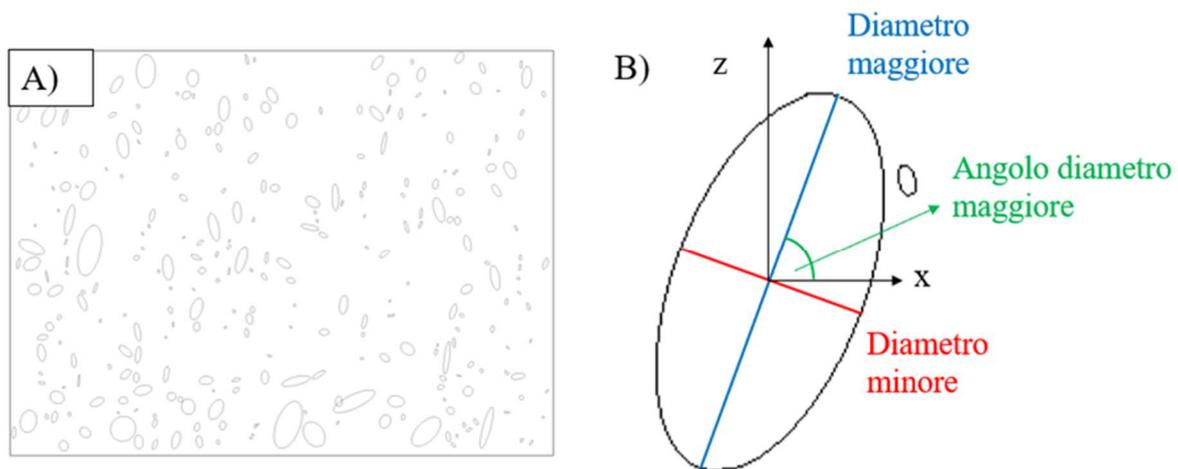


Figura 4.30 A) Approssimazione Ellittica senza considerare i grani sugli spigoli dell'immagine B) Rappresentazione grafica dei risultati ottenuti dall'analisi immagine

I dati esportati sul foglio di calcolo contengono i valori di diametro maggiore e minore di ogni grano, l'angolo che intercorre tra l'asse x e la direzione dell'asse maggiore (figura 4.30 B) e l'area di grani. Tutti i valori indicati sono assoluti ed hanno come unità di misura micrometri o micrometri quadri (μm o μm^2) grazie all'inserimento del rapporto lunghezza/numero di pixel con il comando set scale. Per uniformare i valori di diametro rispetto agli assi si è valutata la proiezione del minore e del maggiore rispettivamente sugli assi x e z e si è calcolata la media rispetto a tutti i grani della stessa immagine acquisita. La procedura si è ripetuta per le 10 immagini di ogni campione. La media è stata poi eseguita prima rispetto a tutte le proiezioni su x e z in modo da definire un diametro x e z medio per ogni provino. Successivamente si sono mediati i valori ottenuti per il near top separatamente rispetto a quelli del middle bottom. Per ogni serie di valori si è valutata la deviazione standard per identificare la dispersione dei dati. La verifica della colonnarietà dei grani è stata eseguita con il calcolo dell'aspect ratio (A.R.), la proiezione su z del diametro maggiore è stata quindi divisa per quella su x del diametro minore e la deviazione standard è stata calcolata rispetto a tutti i provini in gioco rispettivamente al near top e al middle bottom. Questa operazione è stata eseguita al fine di verificare come l'aspetto dei grani della fase selezionata non variasse con i differenti setup di costruzione.

Le procedure descritte per la valutazione di porosità, area percentuale e diametro sono state utilizzate allo stesso modo per l'analisi delle immagini acquisite dalla caratterizzazione della sezione x-y, perpendicolare alla direzione di crescita, dei provini. In questo modo è stato possibile confrontare i risultati ottenuti e fare considerazioni circa la differente evoluzione dei parametri rispetto a direzioni diverse rispetto a quella di costruzione.

4.5 Prova di durezza e microdurezza Vickers

La prova di durezza Vickers ha l'obiettivo di definire il valore di durezza del materiale analizzato dopo la valutazione dell'impronta lasciata dall'indentatore prismatico a base quadrata sulla superficie del campione. Le durezze e microdurezze Vickers sono state realizzate con microdurometro Leica VMHT, visibile in figura 4.31 dove sono stati indicati i componenti principali necessari alla descrizione della *sequenza operativa*.

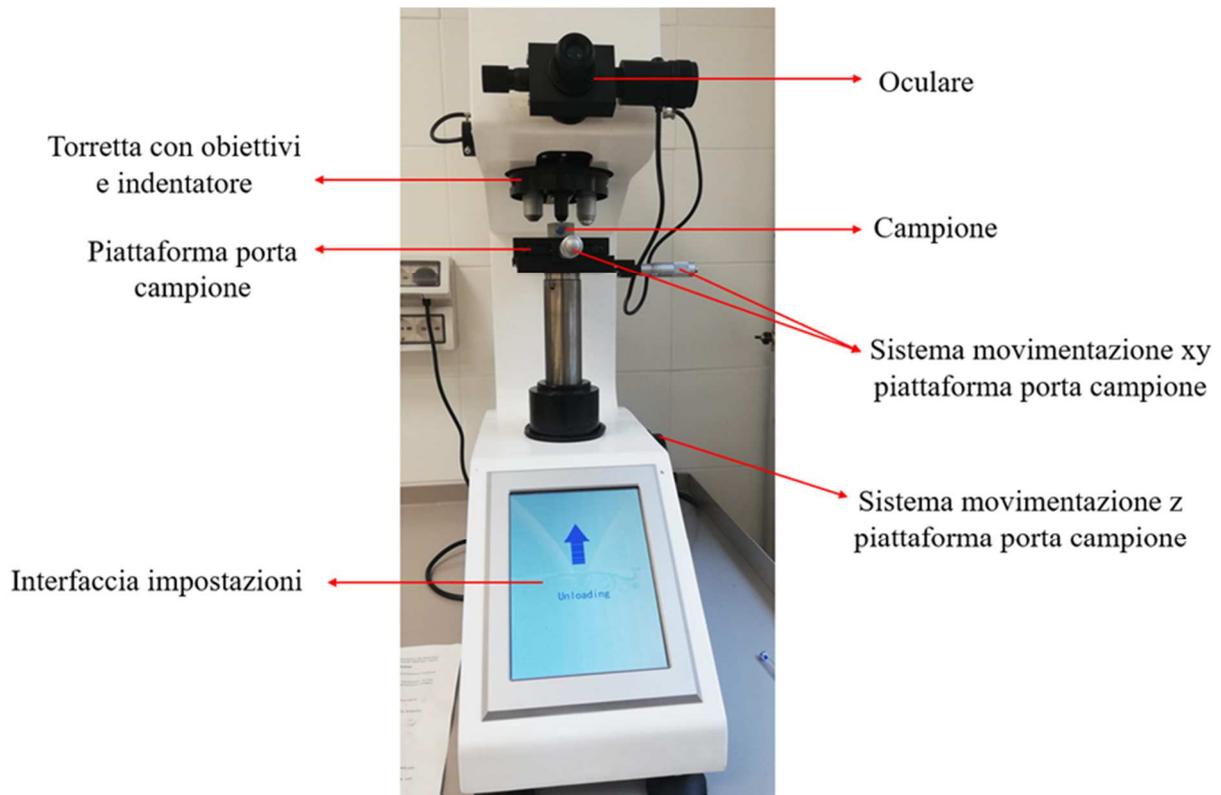


Figura 4.31 Microdurometro Leica VMHT

Le *operazioni* che portano alla definizione della durezza del materiale, tramite prova Vickers, sono comuni per ogni impronta realizzata. Per questo motivo, si è scelto di descrivere globalmente la sequenza sperimentale di passaggi attuati per l'ottenimento del risultato. Prima del posizionamento del campione è necessario un controllo preliminare di planarità e parallelismo della superficie analizzata rispetto alla base del provino stesso. Le ragioni sono legate innanzitutto alla geometria del sistema di prova, il mancato parallelismo tra le facce impedisce la rotazione della torretta rendendo impossibile la realizzazione della prova. Qualora fosse concesso l'avvio della prova, un non parallelismo lieve porta alla disomogeneità di applicazione del carico sulla superficie con conseguente movimentazione del campione e falsamento della misura. Verificati i requisiti necessari, il posizionamento del provino avviene manualmente sulla piattaforma porta-campione. Grazie al sistema di movimentazione automatico della torretta, si posiziona l'obiettivo ottico 10x sul campione e, regolando la distanza sull'asse z, con l'apposita manopola, si mette inizialmente a fuoco la superficie di prova. L'osservazione avviene attraverso l'oculare indicato in figura 4.31. Dopo questa prima fase, si posiziona l'obiettivo a 40x sulla superficie e si definisce la posizione in cui avverrà l'indentazione, l'utilizzo di un microdurometro con ingrandimenti elevati rende possibile

l'avvio dell'operazione su una singola fase di quelle presenti rendendo la prova utile per l'identificazione delle stesse. L'ultimo step richiede di definire il carico ed il tempo con cui l'indentatore entra in contatto con la superficie, questi parametri sono funzione del materiale caratterizzato. All'avvio della prova la torretta ruota automaticamente e l'indentatore si posiziona sulla superficie del campione, come indicato in figura 4.32.

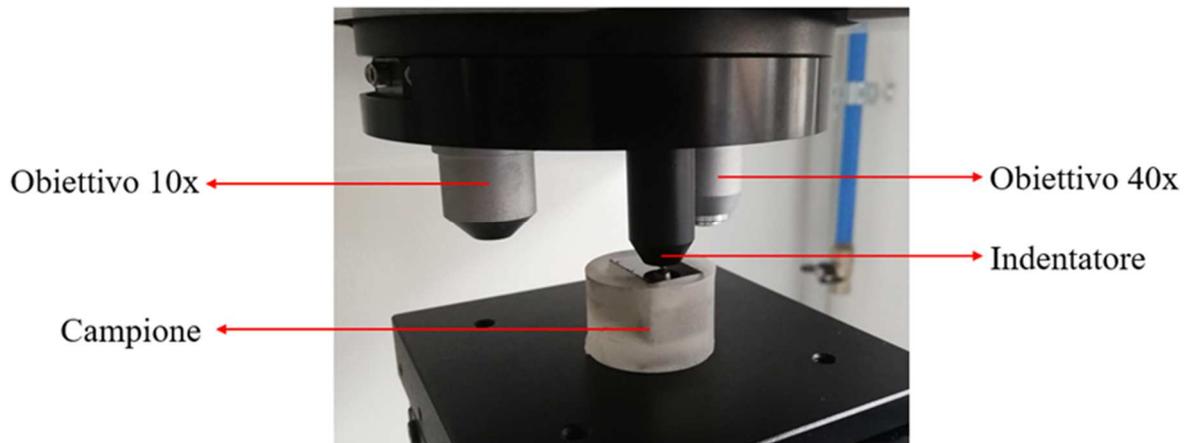


Figura 4.32 Dettaglio del posizionamento dell'indentatore durante la prova

Al termine del tempo prestabilito l'indentatore viene sollevato e l'obiettivo 40x si riposiziona sulla superficie, in questa fase si osserva l'impronta lasciata dall'indentatore e se ne definiscono le diagonali maggiori. Al termine di questa operazione lo strumento restituisce il valore finale di durezza.

A livello sperimentale si è adottata la prova di durezza per valutare l'evoluzione del parametro rispetto all'asse di crescita del provino. La *strategia operativa* consiste nella creazione di una cucitura di misure che percorrono proprio la direzione indicata passando dal middle bottom al near top, con una ulteriore serie di indentazioni sull'ultimo strato prodotto. Per ogni posizione sono state operate 15 indentazione per poter ottenere una media indipendente dalle variazioni microstrutturale localizzate. Le posizioni di indentazione sono state mantenute costanti su tutti i provini analizzati per permettere confronti tra i dati ottenuti. Uno schema di cucitura è rappresentato, con quote, in figura 4.33 A. Per le griglie di microdurezza, si è optato per iniziare le cuciture ad 1 mm di distanza, sull'asse z, dal bordo inferiore. Partendo quindi dal middle bottom, si è operata la prima indentazione a 5 mm di distanza, sull'asse x, dal profilo esterno del campione. A seguire, le altre quattro indentazioni orizzontali sono state fatte a distanza reciproca di 500 μm (figura 4.33 B). Eseguita questa prima serie, il campione è stato posizionato in modo tale che l'impronta successiva si trovasse ad un incremento di z pari a 500 μm rispetto alla precedente (figura 4.33 B) ed, eseguendo a ritroso il percorso orizzontale precedente, si è creata la seconda riga di indentazioni. A completamento della serie da 15, si è ripetuta la stessa sequenza operativa per la terza riga di cinque indentazioni orizzontali. La stessa griglia di durezze è stata replicata in posizione middle e near top. Per ottimizzare la riproducibilità delle misure è stata imposta la distanza di 5 mm tra le griglie. Per le indentazioni è stato scelto un carico di 0.3 Kg ed un tempo di permanenza di 15 s. Nel caso dell'ultimo strato prodotto sono state realizzate 5 indentazioni orizzontali con posizioni x equivalenti alle prime descritte per

near top, middle e middle bottom. In un caso è stato variato il carico da 0.3 Kg a 0.1 Kg per valutare l'invariabilità della misura rispetto a questo parametro, negli altri sono state applicate le stesse condizioni precedentemente descritte.

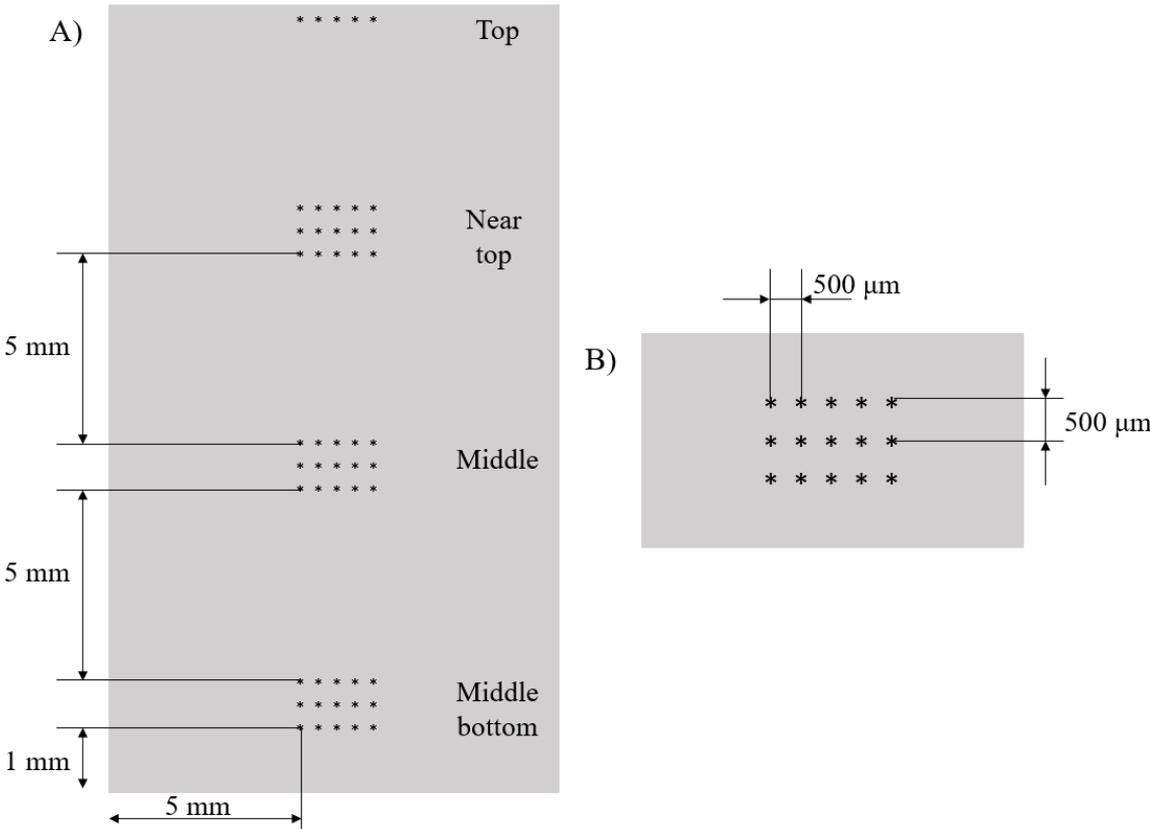


Figura 4.33 Schema cuciture prova di microdurezza

5. Risultati sperimentali: presentazione e discussione

La presentazione e soprattutto la discussione dei risultati ottenuti dipende dai parametri di processo utilizzati in fase di costruzione. Nel paragrafo 3.2 è stata affrontata una panoramica generale sui parametri tipici del processo EBM, in questa sezione dell'elaborato invece si riprendono i concetti esposti inserendo valori numerici alle grandezze in gioco. Come già evidenziato al paragrafo 3.2, i parametri vengono divisi in *diretti* e indiretti, con i secondi ottenuti dalla rielaborazione matematica dei primi. In tabella 5.1 sono riportati i valori dei parametri *diretti* utilizzati per la costruzione dei 27 provini caratterizzati.

Tabella 5.1 Parametri diretti

Provino	Corrente (I)	Tensione (V)	Speed function (SF)	Focus Offset (FO)	Line Offset (LO)	Spessore strato (Δs)
	[mA]	[KV]	-	[μm]	[mm]	[mm]
1	8.00		-70.00		0.20	0.05
2			-50.00		0.30	
3			-46.67		0.30	
4			-50.00		0.25	
5			-58.33		0.25	
6			-65.00		0.30	
7			-46.67		0.30	
8			-66.67		0.20	
9			-66.67		0.25	
10	15.00	60	-58.33	35.00	0.25	0.09
11			-50.00		0.25	
12			-46.67		0.30	
13			-58.33		0.25	
14			-46.67		0.25	
15			-58.33		0.30	
16			-66.67		0.30	
17			-66.67		0.20	
18			-66.67		0.25	
19			-73.33		0.25	
20			-60.00		0.25	
21			-66.67		0.25	
22			-70.00		0.25	
23			-58.33		0.25	
24			-60.00		0.30	
25			-66.67		0.20	
26			-66.67		0.25	
27	-60.00	0.30				

Dalla rielaborazione dei parametri in tabella 5.1, si ottengono i valori indiretti, riportati in tabella 5.2. Le definizioni matematiche sono descritte nel paragrafo 3.2 ma, per favorire la comprensione, si riassumono di seguito le formule utilizzate per il calcolo delle grandezze riportate in tabella 5.2.

$$(1) P = I \cdot V \quad (2) v = I \cdot (-SF) \quad (3) E_L = \frac{P}{v}$$

$$(4) E_A = \frac{P}{v \cdot LO} = \frac{E_L}{LO} \quad (5) E_D = \frac{P}{v \cdot LO \cdot \Delta s} = \frac{E_A}{\Delta s}$$

La simbologia utilizzata nella descrizione delle formule si ritrova nelle tabelle 5.1 e 5.2 associata alla grandezza corrispondente.

Tabella 5.2 Parametri diretti

Provino	Potenza (P)	Velocità (v)	Line Energy (E _L)	Area Energy (E _A)	Density Energy (E _D)
	[W]	[mm/s]	[J/mm]	[J/mm ²]	[J/mm ³]
1	480.00	560.00	0.86	4.29	85.71
2		400.00	1.20	4.00	80.00
3		373.33	1.29	4.29	85.71
4		400.00	1.20	4.80	96.00
5		466.67	1.03	4.11	82.29
6		520.00	0.92	3.08	61.54
7		373.33	1.29	4.29	85.71
8		533.33	0.90	4.50	90.00
9		533.33	0.90	3.60	72.00
10		900.00	875.00	1.03	4.11
11	750.00		1.20	4.80	53.33
12	700.00		1.29	4.29	47.62
13	875.00		1.03	4.11	45.71
14	700.00		1.29	5.14	57.14
15	875.00		1.03	3.43	38.10
16	1000.00		0.90	3.00	33.33
17	1000.00		0.90	4.50	50.00
18	1000.00		0.90	3.60	40.00
19	1100.00		0.82	3.27	36.36
20	900.00		1.00	4.00	44.44
21	1000.00		0.90	3.60	40.00
22	1050.00		0.86	3.43	38.10
23	875.00		1.03	4.11	45.71
24	900.00		1.00	3.33	37.04
25	1000.00		0.90	4.50	50.00
26	1000.00		0.90	3.60	40.00
27	900.00	1.00	3.33	37.04	

Dall'analisi dei parametri di tabella 5.2, si osserva come la potenza (P) del fascio elettronico non dia, nel caso dei 27 provini analizzati, informazioni discriminanti nel raggiungimento dell'obiettivo previsto dal lavoro di tesi. Vi sono infatti due soli valori differenti che vengono mantenuti costanti rispettivamente per i primi nove ed i successivi diciotto provini. È però importante sottolineare un aspetto legato alla progettazione produttiva della serie di campioni caratterizzati, l'aumento dello *spessore dello strato* di polvere (Δs) ha richiesto l'impiego di maggiore potenza (P) del fascio elettronico per la fusione localizzata delle polveri. I valori sperimentali usati confermano quindi la correlazione diretta tra i due parametri che risultano comunque essenziali per la valutazione globale del processo [14]. Nel caso analizzato, l'aumento della potenza (P) è regolato in modo univoco dalla *corrente* del fascio elettronico (I) perché la *tensione* di accelerazione (V) è mantenuta costante ad un valore comune nei processi EBM, 60 KV. Le due grandezze incidono sulla prima in modo moltiplicativo, come indicato nella formula (1).

Procedendo con l'analisi di tabella 5.2, la velocità del fascio elettronico (v) è un parametro determinante per raggiungere gli obiettivi indicati nel lavoro di tesi. Come si osserva, infatti, non è condizionato dalla primitiva divisione in serie dei provini ed i valori coprono un ampio intervallo (figura 5.1), il minimo si attesta a 373.33 mm/s ed il massimo raggiunge 1100 mm/s. La velocità del fascio (v) è calcolata dalla combinazione di *speed function* (SF) e *corrente* (I) ed è importante osservare come si relazioni in modo diretto con la potenza (P). Come già indicato nel paragrafo 3.2, la capacità di trasferimento energetico al letto di polvere è associata a potenza (P) e velocità del fascio (v) [14]. La strategia di costruzione, delle serie di provini caratterizzati, conferma la correlazione teorica tra le due grandezze; per i primi nove campioni, costruiti con potenza inferiore (480.00 W), le velocità impiegate non superano i 560.00 mm/s garantendo uno scambio energetico efficace per la fusione delle polveri. Con l'aumento della potenza (P) erogata (900.00 W), aumenta l'energia disponibile per il trasferimento sullo strato di polvere ed è possibile velocizzare il movimento del fascio ottimizzando così le tempistiche di costruzione. Nel caso dei diciotto campioni realizzati a 900.00 W, la minima velocità (v) utilizzata è 700 mm/s, superiore rispetto al massimo riscontrato nei primi nove.

Le tre tipologie di energie che, in tabella 5.2, seguono i valori di velocità (v) sono altre grandezze caratterizzanti il processo di costruzione e, in particolar modo, la density energy (E_D) racchiude al suo interno tutti i parametri *diretti* ed *indiretti* variabili riportati nelle tabelle 5.1 e 5.2. Come già anticipato nel paragrafo 3.2, la density energy (E_D) è utilizzata quando si desidera confrontare i risultati ottenuti dalla caratterizzazione di provini costruiti a potenza (P), velocità (v), *Line offset* (LO) e *spessore dello strato* (Δs) diversi [18]. Questo scenario rappresenta completamente gli obiettivi richiesti in questo progetto di tesi, la Density energy (E_D) è quindi identificata e trattata come grandezza caratterizzante. Line energy (E_L) e Area energy (E_A) sono riportate in tabella 5.2 per sottolineare come il loro valore ed andamento siano matematicamente racchiusi nella definizione di E_D , giustificando così l'impiego esclusivo di density energy (E_D) nell'analisi dei risultati. Il discorso sviluppato nelle righe precedenti è consistente solo quando vi è costanza nel *Focus offset* (FO), come in questo caso. L'adozione di FO differenti avrebbe implicato la variazione dello "spot size" del fascio elettronico, l'energia in arrivo si sarebbe quindi distribuita su superfici di grandezza differente con conseguente variazione del valore di density energy (E_D). Nello scenario analizzato, la costanza del *Focus offset* (FO) permette di

confrontare correttamente i risultati con la definizione matematica di E_D riportata nella formula (5).

In figura 5.1 è riportato l'intervallo di valori di density energy (E_D) analizzati in questo lavoro di tesi. La relazione che si instaura tra density energy (E_D), potenza (P) e velocità (v) del fascio conferma, ancora una volta, la teoria dello scambio energetico con il letto di polvere [14]. Con la potenza (P) la relazione è diretta in quanto, a parità delle altre grandezze in formula (5), maggiore potenza implica maggiore energia distribuita nella stessa quantità di volume. Questa grandezza non è tuttavia dominante nella definizione di E_D , infatti, dai dati in tabella 5.2 si osserva un andamento inverso tra le due serie di valori. La ragione è da ricercare nella velocità (v) del fascio elettronico. Minore è la velocità (v) maggiore sarà il tempo di permanenza degli elettroni sulla porzione di volume interessato dalla fusione e maggiore sarà quindi l'energia trasferita, anche a fronte una riduzione di potenza (P). L'andamento dominante, che viene sfruttato nell'analisi dei risultati ottenuti, è la proporzionalità inversa tra velocità (v) e density energy (E_D) del fascio, riportata in figura 5.1. Con la rappresentazione in figura 5.1 si vuole anche contestualizzare graficamente la finestra di parametri indagata in questo lavoro di tesi.

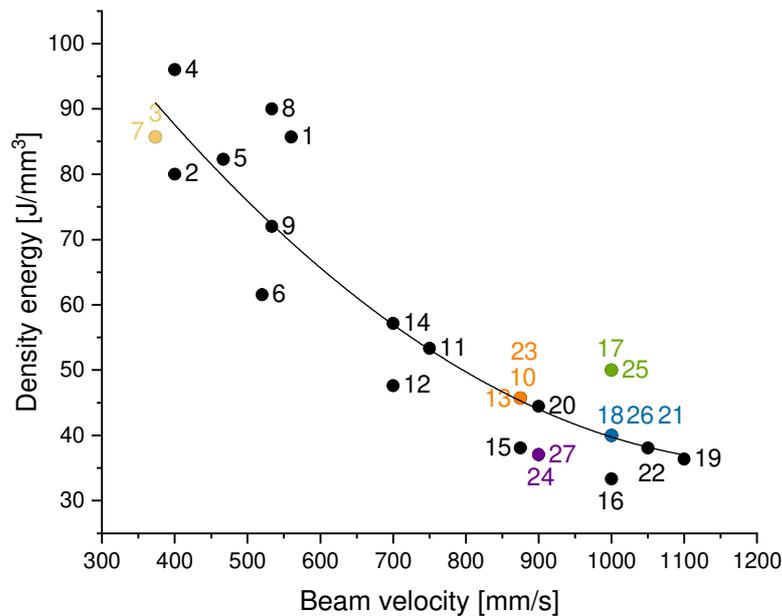


Figura 5.1 Intervalli di velocità del fascio e energy density indagati

Nel grafico di figura 5.1 si distinguono soltanto venti punti anziché ventisette, come il numero di campioni caratterizzati, questa apparente disomogeneità riporta alla presenza di ripetizioni tra i valori dei parametri di processo, come già accennato nel paragrafo 4.1.6. Con i diversi colori è possibile distinguere i set delle ripetizioni con collegamento alla numerazione corrispondente dei campioni. Per l'identificazione effettiva dei valori dei parametri, è necessario fare riferimento alle tabelle 5.1 e 5.2 in cui sono indicati in bianco i campioni senza alcuna ripetizione e nei diversi colori quelli ripetuti. Per rendere più fluida la trattazione, nella realizzazione di figura 5.1 si è ripreso il codice colore utilizzato nella stesura delle tabelle 5.1 e 5.2. Nell'analisi dei dati ottenuti dalla caratterizzazione i risultati, emersi dai campioni a pari set di parametri di processo, saranno mediati e la situazione descritta è necessariamente tenuta in considerazione anche nel calcolo della deviazione standard associata ad ogni risultato.

I parametri di processo descritti sono stati relazionati con quelli di altri lavori sperimentali reperiti in letteratura scientifica. Lo scopo di questa descrizione è dare un rapido accenno ad altre condizioni di costruzione utilizzate, per rendere più agile la trattazione ed il confronto dei risultati ottenuti dopo caratterizzazione.

Nel 2005, Cormier *et all* caratterizzarono, con risultati incoraggianti, una serie di provini di AISI H13 realizzati con tecnica EBM, impiegando i parametri di processo riportati in tabella 5.3 [16].

Tabella 5.3 Parametri di processo Cormier *et all* [16]

	Corrente (I)	Velocità (v)	Spessore strato (Δs)
	[mA]	[mm/s]	[mm]
Contorno	20.0	100.0	0.1
Interno		500.0	

Dall'analisi dei valori in tabella 5.3 si nota come, rispetto ai parametri impiegati per la realizzazione dei 27 provini caratterizzati, la *corrente del fascio (I)* sia superiore indicando contestualmente una maggiore potenza trasferita degli elettroni sul letto di polvere. Le velocità (v), indicate in tabella 5.3, sono paragonabili a quelle impiegate nei primi nove campioni (tabella 5.2), si conclude quindi che le tempistiche di scambio energetico durante la fusione siano elevate garantendo buona fusione degli strati. Questa situazione è necessaria dal momento che lo *spessore dello strato (Δs)* è elevato, il suo valore infatti supera quelli adottati per la costruzione dei provini analizzati. Uno strato di polvere con spessore di 0.1 mm richiederà maggiore energia per fondere e aderire in modo efficace ai precedenti, giustificando la scelta dei parametri adottati [14]. Nella pubblicazione di Cormier *et all* [16] non sono dati riferimenti specifici a tutti i parametri di processo, *diretti* e *indiretti*, utili per il calcolo della density energy (E_D). Nella discussione dei risultati si farà quindi riferimento all'articolo prevalentemente per l'analisi della relazione dei risultati con la velocità del fascio.

Nel 2021, Kahlert *et all* [51] hanno concentrato l'attenzione su tre set di parametri di processo con un obiettivo simile a quello prefissato nel lavoro di tesi trattato in questo elaborato. Nel caso citato, il passaggio di preriscaldamento è condotto in condizioni di temperatura differenti rispetto ai provini caratterizzati. Durante la fase di fusione, la velocità (v) è mantenuta costante e il parametro caratterizzante per la scelta dello scenario migliore è stato identificato nella density energy (E_D), indicata dagli autori con il termine "volume energy". I valori adottati da Kahlert *et all* sono riportati in tabella 5.4.

Tabella 5.4 Parametri di processo Kahlert *et all* [51]

Set parametri	Spessore strato (Δs)	Line Offset (LO)	Potenza (P)	Velocità (v)	Density Energy (E_D)
	[mm]	[mm]	[W]	[mm/s]	[J/mm³]
a	0.05	0.05	240	3000	32
b			270		36
c			330		44

Rispetto ai dati di tabella 5.1 e 5.2, la velocità (v) è superiore di tre volte rispetto alla massima raggiunta indicando un'ottimizzazione più spinta delle tempistiche di processo. La potenza (P) e la density energy (E_D) sono inferiori lasciando intuire l'obiettivo di minimizzare la spesa energetica per la produzione del componente. Queste due grandezze risultano inferiori ai casi analizzati nel lavoro di tesi esposto in questo elaborato e sono giustificate dall'utilizzo di uno spessore dello strato (Δs) inferiore e costante pari al minimo riportato in tabella 5.1 (50 μm).

Per chiarire le differenze negli intervalli di parametri di processo indagati nel lavoro di tesi trattato in questo elaborato e nelle pubblicazioni di Cormier *et al* [16] e Kahlert *et al* [51], si riassumono i valori nel grafico di figura 5.2. Non avendo dettagli riguardo i valori di E_D impiegati nel lavoro di Cormier *et al* [16] si è optato per rappresentare l'intervallo indagato con linee parallele all'asse delle ordinate in corrispondenza dei valori di velocità (v) utilizzati.

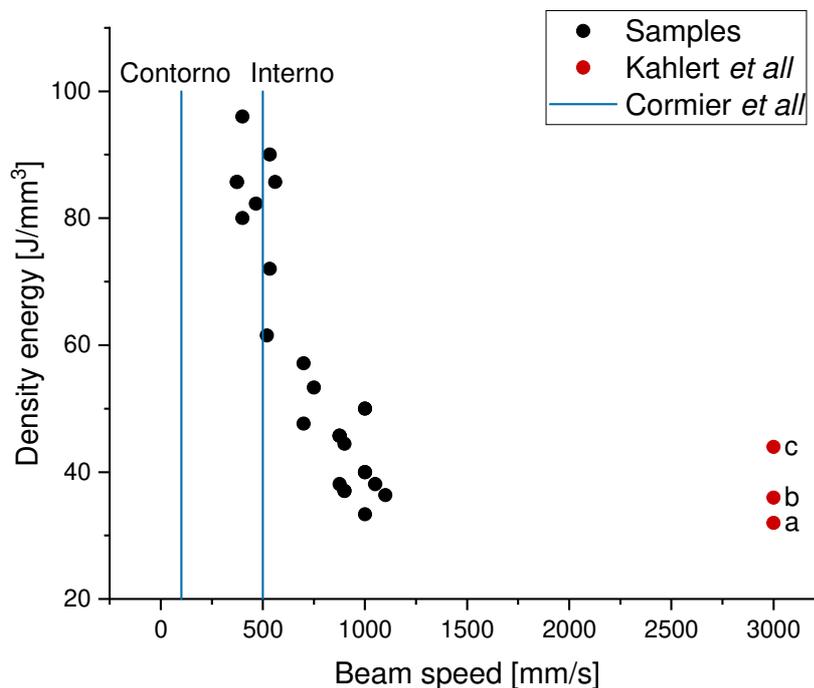


Figura 5.2 Confronto intervalli di velocità del fascio e density energy indagati [16] [51]

In base alle conclusioni teoriche riassunte in tabella 3.1, le condizioni di costruzione adottate da Kahlert *et al* [51] risultano globalmente più critiche rispetto a quelle dei provini caratterizzati. Entrambi gli scenari citati però risultano globalmente più ottimizzati rispetto al primo tentativo di caratterizzazione riportato da Cormier *et al* [16], nel 2005.

Nei paragrafi successivi saranno riportati i risultati ottenuti al termine della caratterizzazione, si analizza inizialmente la porosità con la determinazione del set di parametri ottimali per la costruzione dell'acciaio AISI H13. La parte successiva della trattazione si concentra sull'analisi della caratteristica microstrutturale in termini di quantificazione e identificazione. L'ultima parte del quinto capitolo è poi dedicata all'analisi dei dati ottenuti dalle prove di durezza Vickers volti a una prima caratterizzazione meccanica.

5.1 Analisi di porosità

Le immagini di porosità sono state analizzate con le modalità spiegate nella sezione 4.4.1 e i risultati ottenuti sono riassunti in questo paragrafo. Prima di iniziare con la trattazione è importante fare un breve riassunto sulle tipologie di difetti incontrati durante l'analisi. Tra i due principali si trovano *porosità sferiche* e *zone infuse* anche chiamate con il termine inglese "*Lack of fusion*". Queste due tipologie hanno natura, dimensioni e pericolosità diversa e proprio su questi tre aspetti si concentrerà la breve descrizione che segue.

Le *porosità sferiche* sono difetti che si sviluppano involontariamente all'interno del solido creando carenze di materiale. Le dimensioni sono un indice importante per identificare la causa della loro formazione e, in generale, si discrimina tra porosità sferiche con diametro inferiore ai 5-6 μm e superiore ai 10 μm [28]. In figura 5.3 si osservano le tipologie di porosità sferica riscontrate durante la caratterizzazione dei provini. La figura 5.3 A rappresenta un dettaglio del campione 2 in cui globalmente si sono riscontrate solo porosità sferiche di piccola taglia. Figura 5.3 B invece raffigura una porzione di superficie acquisita dal campione numero 21 in cui si distingue, sempre una porosità sferica, ma di maggiori dimensioni rispetto a quelle visibili in figura 5.3 A.

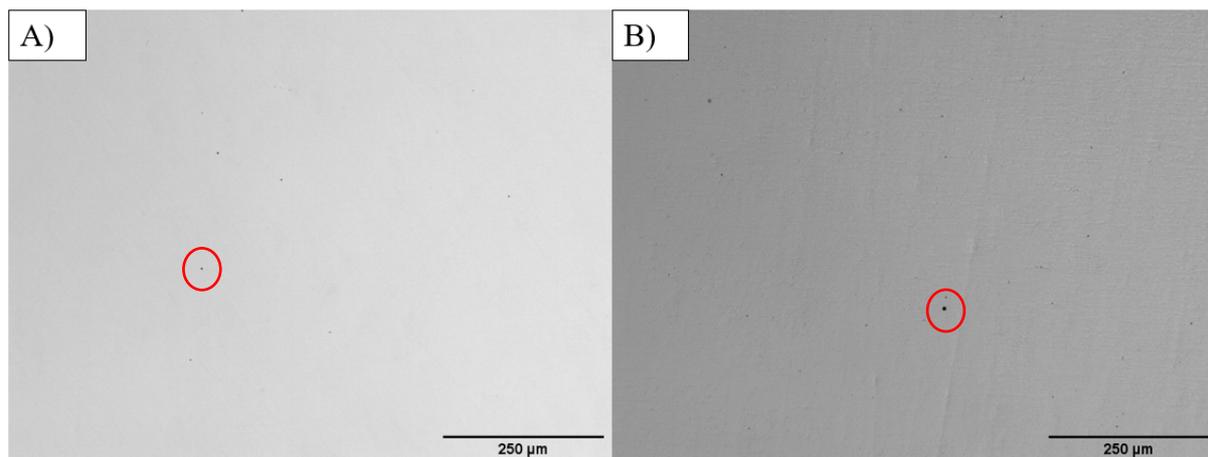


Figura 5.3 Dettaglio porosità sferica riscontrata nei campioni densi A) numero 2 B) numero 21

Per la prima categoria (inferiore a 5-6 μm), la ragione principale che giustifica la formazione di porosità è legata alla presenza di vuoti all'interno della polvere. Questi difetti si formano durante il processo di atomizzazione e permangono nei granuli che compongono il letto di polvere peggiorando le condizioni complessive di qualità metallurgica ottenibile nel prodotto costruito. Una seconda ragione, che porta alla formazione di porosità sferica con dimensioni inferiori a 6 μm , è da ricercare nella permanenza di gas tra i granuli durante la fusione. La fuoriuscita di queste porzioni di fase aeriforme è impedita dalla rapida solidificazione. I gas rimangono racchiusi all'interno della massa solidificata assumendo la forma sferica che garantisce loro minore superficie possibile a contatto con la lega. Le porosità sferiche di dimensioni più elevate (10-20 μm) derivano invece dall'utilizzo inappropriato dei parametri di processo. Densità di energia troppo elevata provoca accumuli localizzati di calore che risultano in difetti sferici che si sviluppano soprattutto in corrispondenza della zona terminale dei

segmenti di scansione [28]. Le porosità sferiche non deprimono eccessivamente le proprietà meccaniche del prodotto finale ma è tuttavia necessario attuare strategie per la loro riduzione sia in termini di percentuale che di taglia. Lo scenario è tanto più attuabile quanto più la dipendenza è legata all'impostazione dei parametri di processo. I difetti di taglia inferiore ai 5-6 μm richiederanno quindi maggiore studio per la loro minimizzazione.

Le *zone infuse* o "*Lack of fusion*" sono invece di forma allungata e generalmente la dimensione maggiore si sviluppa perpendicolarmente alla direzione di costruzione. La causa è da ricercare in un quantitativo energetico insufficiente per fusione ed adesione dello strato in costruzione a quelli realizzati precedentemente. La lunghezza del difetto supera in genere i 100 μm e la forma allungata conferisce un buon grado di pericolosità con riduzione notevole delle proprietà meccaniche finali del pezzo costruito [28]. Durante l'utilizzo o la realizzazione di un trattamento termico, l'intensificazione degli sforzi agli apici della zona infusa può portare allo sviluppo di una microcricca che, una volta innescata, può creare danni considerevoli nel pezzo costruito. Questo tipo di difetto è difficile da identificare e controllare, spesso infatti porta a rotture inaspettate del componente in opera. Quando la "*Lack of fusion*" è di dimensioni elevate (figura 5.4 B) è possibile individuare al suo interno i granuli di polvere che non hanno subito fusione. A differenza delle porosità sferiche, le zone infuse devono essere necessariamente ridotte con l'aumento di energia trasferita dal fascio elettronico al letto di polvere [28]. Nell'immagine 5.4 A si può osservare una zona infusa di dimensioni limitate che coinvolge solo una piccola porzione della superficie del campione numero 5. In figura 5.4 B, invece, è rappresentata un'acquisizione fatta sul campione 18 che presenta globalmente una percentuale maggiore di zone infuse con dimensioni superiori a quelle riscontrate negli altri provini analizzati.

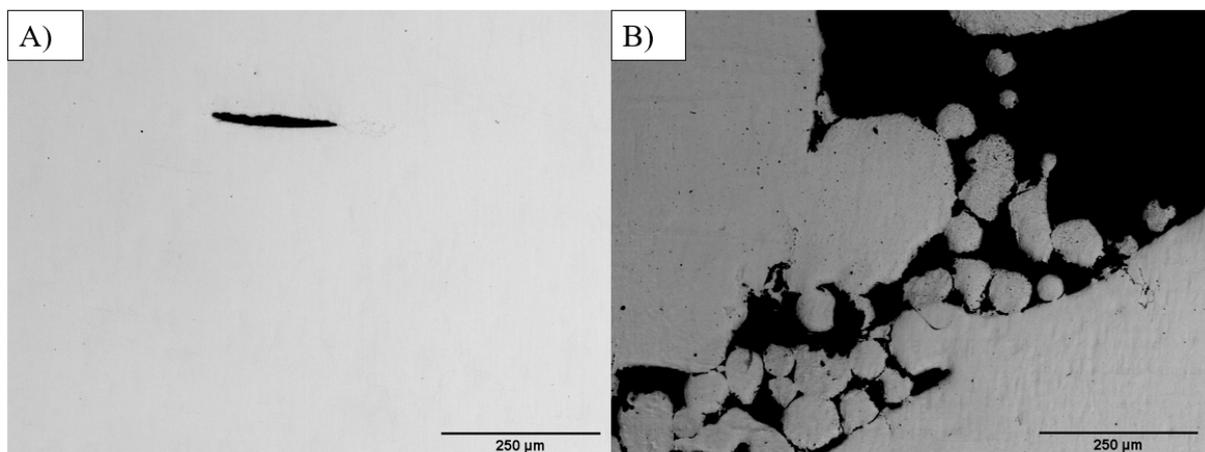


Figura 5.4 Dettaglio zone infuse riscontrate nei campioni A) numero 5 B) numero 18

5.1.1 Risultati analisi porosità

I risultati che si riportano in questa prima sezione comprendono tutti i provini analizzati senza tenere conto delle ripetizioni, a pari parametri di processo, che verranno analizzate successivamente. I valori presenti in tabella 5.5 sono ottenuti tramite analisi con software ImageJ seguendo la procedura descritta nel paragrafo 4.4.1. La percentuale di porosità di ogni immagine è stata successivamente mediata con le altre 14 appartenenti allo stesso provino per dare un dato più completo che rappresenti statisticamente la situazione reale. In tabella 5.5 si affiancano ai risultati le deviazioni standard (σ) calcolate tra la media e i 15 valori ottenuti per campione. Per un confronto preliminare con i parametri di processo, i valori di porosità sono associati a *spessore dello strato* (Δs), velocità del fascio elettronico (v) e density energy (E_D).

Tabella 5.5 Parametri di processo con valori di porosità e deviazione standard (σ)

Provino	Spessore strato (Δs)	Velocità (v)	Density Energy (E_D)	Porosità	σ	Densità
	[mm]	[mm/s]	[J/mm ³]	[%]		[%]
1	0.05	560.00	85.71	0.024	0.029	99.976
2		400.00	80.00	0.007	0.004	99.993
3		373.33	85.71	0.009	0.005	99.991
4		400.00	96.00	0.021	0.036	99.979
5		466.67	82.29	0.036	0.102	99.964
6		520.00	61.54	0.009	0.008	99.991
7		373.33	85.71	0.016	0.014	99.984
8		533.33	90.00	0.010	0.006	99.990
9		533.33	72.00	0.010	0.007	99.990
10		0.09	875.00	45.71	0.259	0.790
11	750.00		53.33	0.230	0.692	99.770
12	700.00		47.62	1.601	2.993	98.399
13	875.00		45.71	0.065	0.081	99.935
14	700.00		57.14	0.040	0.033	99.960
15	875.00		38.10	0.304	0.495	99.697
16	1000.00		33.33	0.243	0.430	99.757
17	1000.00		50.00	0.418	0.900	99.582
18	1000.00		40.00	1.086	0.325	98.914
19	1100.00		36.36	0.459	1.516	99.541
20	900.00		44.44	0.025	0.031	99.975
21	1000.00		40.00	0.022	0.018	99.978
22	1050.00		38.10	2.461	5.598	97.539
23	875.00		45.71	0.214	0.726	99.786
24	900.00		37.04	0.040	0.018	99.960
25	1000.00		50.00	0.455	1.568	99.545
26	1000.00		40.00	0.128	0.249	99.872
27	900.00	37.04	0.065	0.033	99.935	

La valutazione della percentuale di porosità del provino è di più immediata comprensione analizzando i grafici di figura 5.5 che riportano l'indicazione sulla numerazione dei provini e la percentuale di porosità. La deviazione standard (σ) del dato si sviluppa verticalmente, in direzione parallela all'asse Y e identifica l'intervallo in cui sono statisticamente contenuti i risultati ottenuti dall'analisi in porosità.

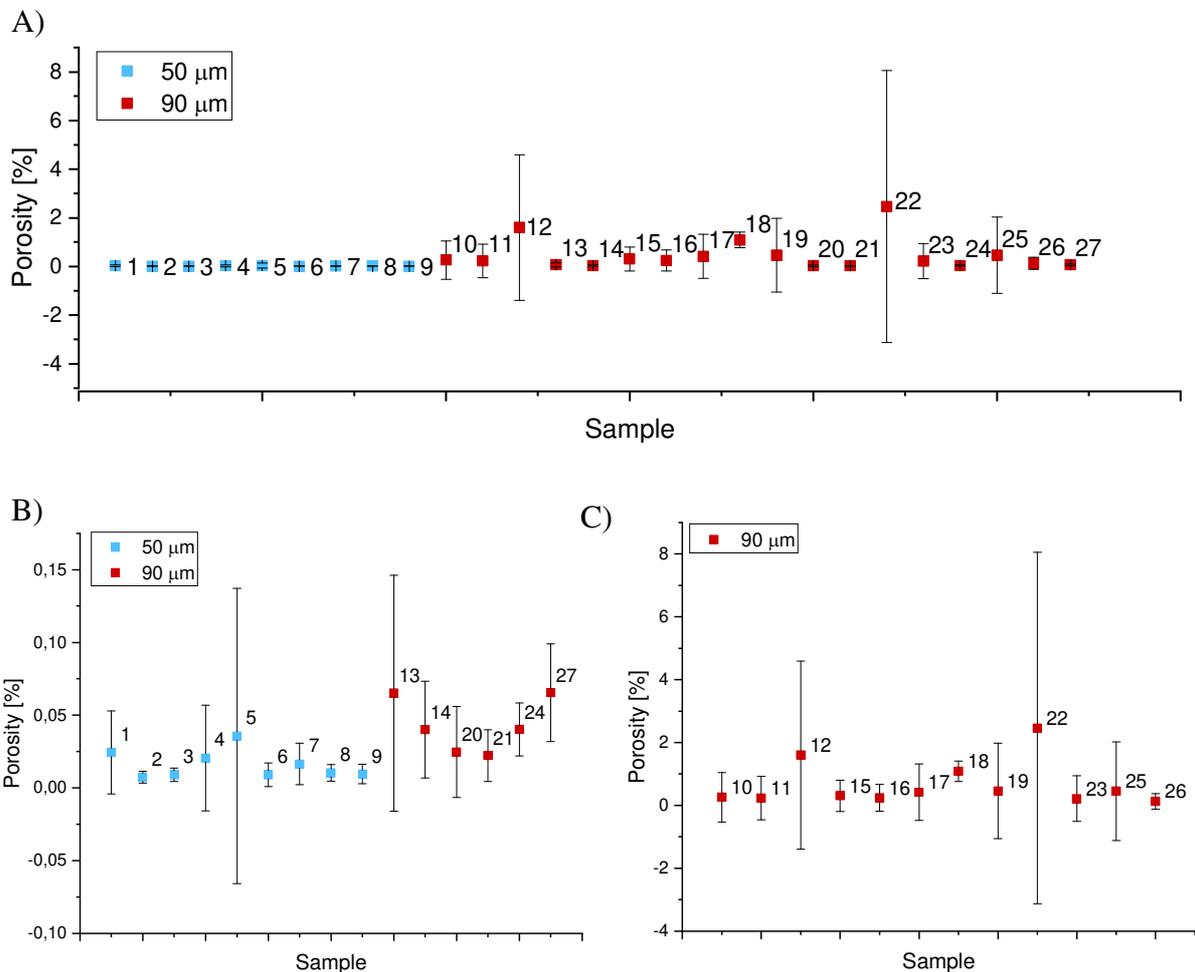


Figura 5.5 A) Valori di porosità con deviazioni standard (σ) campioni con dettaglio campioni B) bassa e C) alta deviazione standard (σ)

Analizzando i risultati presenti in tabella 5.5 e riportati nei grafici di figura 5.5, emerge una forte dipendenza della percentuale di porosità dallo *spessore dello strato* (Δs) utilizzato nella costruzione (figura 5.5 A). Questa correlazione non comprende soltanto il valore ricavato dall'analisi delle immagini tramite software ImageJ, ma anche la dispersione del risultato stesso. Nei primi nove campioni costruiti con *spessore dello strato* minore (50 μm) i valori di densità superano, in ogni situazione, il 99.9% con il minimo identificato in 99.96%. Volendo fare una media tra i valori di densità tenendo esclusivamente conto di questo parametro otterremmo il valore di 99.98%, indice di un'ottimizzazione efficace del Δs . Lo *spessore dello strato* (Δs) impatta anche sulla dispersione dei risultati, le deviazioni standard (σ) sono infatti contenute nel caso a 50 μm (figura 5.5 B) e solo in un'occasione (campione 5 - tabella 5.5) è stata rilevata una zona infusa (figura 5.4 A) che ha massimizzato valore il di porosità e la sua dispersione. La morfologia dei difetti è prevalentemente sferica indicando un'entità di pericolo

bassa. Tra i successivi diciotto campioni, identificati con numeri sequenziali da 10 a 27, la situazione è buona ma meno definita rispetto al caso dei primi nove (figura 5.5 C). L'aumento dello *spessore dello strato* (Δs) ha causato un peggioramento generalizzato della percentuale di porosità di un ordine di grandezza portando ad un valore medio di densità, considerando solo questo parametro, pari al 99.55%. Questo risultato rimane comunque accettabile ai fini degli obiettivi richiesti in questo lavoro di tesi, ma la dispersione dei risultati non assicura, in alcuni casi (campioni 12 e 22), completa affidabilità nel set di parametri scelti (figura 5.5 C). I valori di densità massimi e minimi dei diciotto campioni in esame si attestano rispettivamente a 99.98% e 97.54%. Il primo risulta pienamente in linea con la media dei primi nove campioni mentre il secondo non è accettabile per i canoni minimi richiesti dagli obiettivi dell'attività sperimentale svolta. Anche le deviazioni standard (σ) dei campioni 10-27 risultano globalmente superiori rispetto a quelle dei primi nove campioni con un massimo di 5.598 nel numero 22 (tabella 5.5, figura 5.5 C) dove si sono osservate zone infuse di notevoli dimensioni con all'interno polvere che non ha subito alterazioni durante la costruzione (figura 5.4 B). Lo scenario riscontrato è coerente con le affermazioni teoriche riportate in letteratura scientifica. Tenendo in considerazione soltanto lo *spessore dello strato* (Δs), la percentuale di porosità nei campioni risulta seguire una proporzionalità diretta. La densità sarà quindi massimizzata al diminuire dell'entità dello *spessore dello strato* (Δs). La tendenza sperimentale rimane comunque quella di massimizzare lo *spessore dello strato* (Δs) riducendo le tempistiche globali di costruzione del prodotto [14]. La discrepanza nei valori di porosità tra i primi nove campioni e i successivi diciotto poteva già essere dedotta, in modo qualitativo, dalla morfologia della superficie superiore dei campioni, l'ultimo strato prodotto infatti può essere correlato con la percentuale di porosità del campione. È stato verificato che superfici piane (figura 4.17) come nel caso dei primi nove campioni indicano densità superiori al 99.9% mentre la morfologia dei successivi diciotto, tendente alla tipologia "buccia di arancia", implica difetti interni di maggiore entità [55].

Dal preliminare confronto sulla variazione dello *spessore dello strato* (Δs), è necessario valutare l'andamento della porosità anche rispetto agli altri parametri caratteristici per decretare la finestra ottimale di processo per la costruzione dell'acciaio AISI H13 via EBM. Per questa seconda parte di analisi si tiene conto delle ripetizioni evidenziate in tabella 5.5. Alla trattazione di questo aspetto è dedicato il paragrafo 5.1.2.

5.1.2 Risultati analisi di porosità mediate sulle ripetizioni

Dopo aver verificato in modo preliminare la dipendenza della percentuale di porosità dallo *spessore dello strato* (Δs), i dati ottenuti dalla caratterizzazione dei provini devono essere analizzati rispetto a velocità del fascio elettronico (v) e density energy (E_D) in arrivo sul letto di polvere. In questa fase si è ritenuto efficace analizzare i valori ottenuti per le ripetizioni come media, rendendo così i risultati più riproducibili. Per fare ciò si è ricorso alla media aritmetica delle percentuali di porosità tra i campioni con pari parametri di processo, ricalcolando la deviazione standard (σ) tra gli elementi coinvolti e il valore finale mediato. I risultati sono riportati in tabella 5.6 associati ai parametri di interesse per la discussione.

Tabella 5.6 Parametri di processo con valori di porosità mediati sulle ripetizioni e deviazione standard (σ)

Provino	Spessore strato (Δs)	Velocità (v)	Density Energy (E_D)	Porosità	σ	Densità
	[mm]	[mm/s]	[J/mm ³]	[%]		[%]
1	0.050	560.000	85.714	0.024	0.029	99.976
2		400.000	80.000	0.007	0.004	99.993
3/5		373.333	85.714	0.013	0.005	99.987
4		400.000	96.000	0.021	0.036	99.979
5		466.667	82.286	0.036	0.102	99.964
6		520.000	61.538	0.009	0.008	99.991
8		533.333	90.000	0.010	0.006	99.990
9		533.333	72.000	0.010	0.007	99.990
10/13/23		0.090	875.000	45.714	0.179	0.365
11	750.000		53.333	0.230	0.692	99.770
12	700.000		47.619	1.601	2.993	98.399
14	700.000		57.143	0.040	0.033	99.960
15	875.000		38.095	0.304	0.495	99.697
16	1000.000		33.333	0.243	0.430	99.757
17/25	1000.000		50.000	0.436	0.569	99.564
18/21/26	1000.000		40.000	0.412	0.169	99.588
19	1100.000		36.364	0.459	1.516	99.541
20	900.000		44.444	0.025	0.031	99.975
22	1050.000		38.095	2.461	5.598	97.539
24/27	900.000	37.037	0.040	0.011	99.960	

Da questo punto della trattazione, si identificano le serie delle ripetizioni analizzate in modo univoco, indicandole con il numero del campione più basso tra quelli della stessa serie. Si è deciso di utilizzare questa notazione per evitare sovraccarichi in tabelle e grafici, per esempio i valori associati al gruppo 3/5 saranno indicati globalmente con il numero 3. Con lo stesso metodo, il set di parametri che rappresenta i provini 10/13/23 sarà riconoscibile con il numero 10 e così via.

La correlazione dei risultati con velocità del fascio elettronico (v) e density energy (E_D) è svolta in due sezioni successive, le ragioni della scelta del confronto con queste grandezze sono riportate nella parte iniziale del capitolo corrente, si ricorda che la proporzionalità inversa che lega le due grandezze deve permanere anche in relazione all'influenza sui valori di porosità. L'analisi più significativa sarà quella rispetto alla density energy (E_D) che coinvolge un bacino più ampio di parametri di processo *diretti* e *indiretti*.

In figura 5.6 si riportano gli andamenti dei dati ottenuti dalla caratterizzazione dei provini in relazione alla velocità del fascio elettronico (v) espressa in [mm/s] come esplicitato in tabella 5.6.

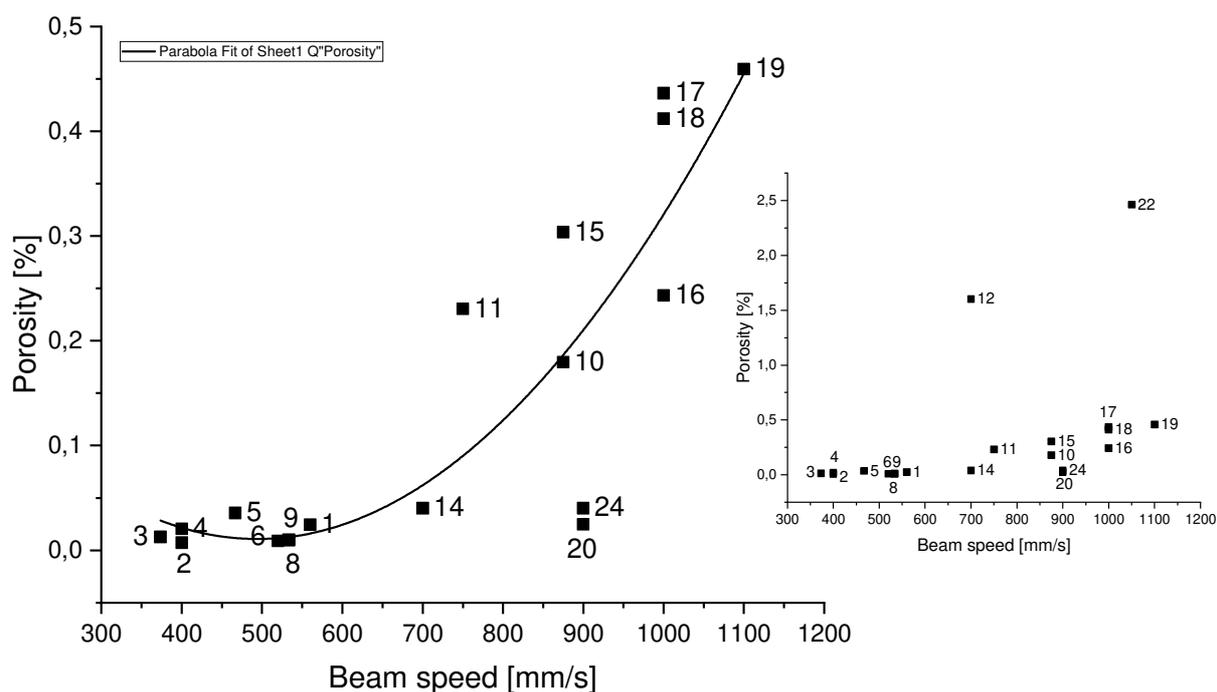


Figura 5.6 Grafico velocità del fascio elettronico–porosità con interpolazione dati epurati

Volendo trattare la dipendenza dalla velocità del fascio elettronico, analizzando figura 5.6 si può osservare un andamento coerente tra i risultati ottenuti. I campioni 12 e 22 si discostano però in modo marcato dalla nuvola di dati che presenta globalmente porosità inferiore allo 0.5%. Le ragioni sono da ricercarsi in variazioni locali delle condizioni di processo non controllabili dai parametri convenzionali. Una seconda ragione può essere legata all'analisi delle immagini. Nei campioni 12 e 22, difetti di grandi dimensioni, come zone infuse, sono risultati maggiormente concentrati nelle aree di acquisizione andando a massimizzare il risultato di porosità. Questo non poteva essere evitato perché catturando immagini in posizioni differenti si sarebbe persa la riproducibilità dei risultati annullando le possibilità di confronto con gli altri provini. Il valore di porosità è quindi soggetto ad una variabile statistica che si annullerebbe solo nel caso in cui si acquisissero immagini su tutta l'area del campione senza tralasciare alcuna porzione di superficie. Quest'ultima sequenza operativa porterebbe a risultati più corretti, ma non è praticabile a livello sperimentale. Concentrandosi sui campioni con densità superiore a 99.5%, si può osservare come, all'aumentare della velocità del fascio elettronico (v), i valori di porosità aumentino indicando situazioni via via peggiori come si osserva nel grafico interpolato, epurato dai dati fuori intervallo (12 e 22). Questo andamento conferma le informazioni teoriche reperite in letteratura scientifica rispetto al processo EBM [14], un aumento della velocità del fascio riduce le tempistiche di scambio energetico tra elettroni e polvere compromettendo la buona riuscita della fusione. Associato all'aumento generalizzato dei valori di porosità, si ha contestualmente maggiore dispersione dei dati, si può infatti notare come a velocità del fascio inferiori ai 600 mm/s lo scenario risulti definito con i dati che oscillano intorno a 0.02% di porosità formando sostanzialmente una retta, indice della bontà del parametro impiegato. Questi valori sono confermati dal lavoro sperimentale svolto, nel

2004, da Cormier *et all* in cui, impostando una velocità massima del fascio di 500 mm/s (tabella 5.3), si ottennero provini prossimi al 100% di densità [16]. L'intervallo che si estende tra 600 mm/s e 800 mm/s presenta una riduzione dei valori di densità e inizio di dispersione degli stessi. Considerando il dodicesimo provino come un errore statistico, è possibile spostare il livello di accettabilità del parametro in questione a 800 mm/s garantendo un andamento stabile della densità, coerente con la letteratura scientifica. Al di sopra di questo limite, l'aumento contemporaneo della velocità del fascio elettronico (v) e dello *spessore dello strato* (Δs) porta ad una riduzione dell'affidabilità dei risultati che richiede ulteriori indagini sperimentali. Queste ipotesi sono supportate dallo studio pubblicato, nel 2021, da Kahlert *et all*. Come indicato in tabella 5.4, lo studio [51] ha mantenuto costante lo *spessore dello strato* (Δs) al valore minimo di 50 μm e massimizzato la velocità del fascio a 3000 mm/s, ottenendo comunque porosità inferiori allo 0.1%. La velocità del fascio (v) tende ad essere comunque massimizzata per ridurre i tempi di costruzione, risulta quindi immediato comprendere che l'obiettivo è ottenere provini globalmente densi con la massimizzazione di questo parametro.

Per un'analisi completa del comportamento della percentuale di porosità rispetto ai parametri di processo è necessario riportare i valori, ottenuti dalla caratterizzazione, rispetto alla density energy (E_D). La grandezza è stata calcolata come spiegato all'inizio del capitolo e può essere considerata completa in quanto permette di confrontare i risultati a parità degli altri parametri coinvolti nella costruzione. I risultati sono riportati in figura 5.7 insieme all'interpolazioni dei dati epurati dai fuori intervallo (12, 22).

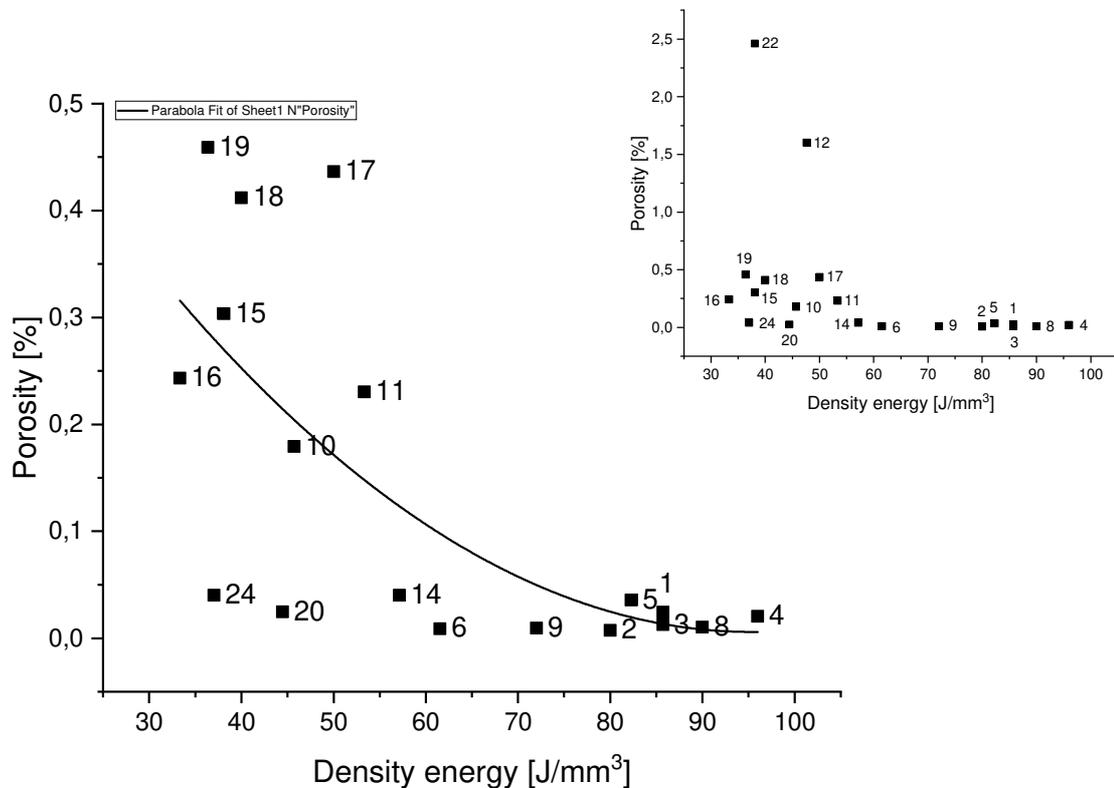


Figura 5.7 Grafico density energy –porosità con interpolazione dati epurati

Dall'analisi dell'immagine 5.7, si percepisce immediatamente che i campioni 12 e 22 continuano a rimanere discostati dall'andamento generale degli altri dati, con porosità inferiore a 0.5%. L'invariabilità dello scenario nella discrepanza dei campioni 12 e 22 può essere considerata una conferma dell'errore statistico della coppia di valori. Come eseguito per il parametro precedentemente descritto, l'attenzione si concentra sulla nuvola di provini con densità superiore a 99.5%. In questo caso l'andamento dei dati ottenuti dalla caratterizzazione non risulta netto, si può tuttavia intuire un lieve decadimento della densità e aumento della dispersione dei dati spostandosi verso energy density (E_D) di minore entità, come visibile dall'interpolazione dei dati epurati di figura 5.7. Questa situazione è coerente con la definizione matematica della grandezza e con la sua proporzionalità inversa rispetto alla velocità del fascio elettronico (v). Le informazioni reperite in letteratura confermano lo scenario descritto [18], se l'energia fornita al letto di polvere è di bassa entità la fusione coinvolge un quantitativo di materiale non sufficiente per garantire l'adesione agli strati precedenti generando così zone infuse che, come già detto, comportano discreta pericolosità se non identificate e monitorate. Nel caso dei risultati ottenuti dalla caratterizzazione (figura 5.7), il valore di 50 J/mm^3 può essere identificato come limite inferiore necessario a garantire stabilità dei dati di porosità. Si osserva infatti come oltre quel valore si sviluppi un andamento decrescente della porosità fino a stabilizzarsi, come nel caso precedente, intorno al 0.02%. La densità di energia può essere quindi considerata ottimizzata per valori compresi tra 50 J/mm^3 e 100 J/mm^3 . È importante specificare anche il limite superiore perché un eccesso energetico, nel pozzetto di fusione, comporterebbe la formazione di porosità sferiche compromettendo la stabilità dei dati di densità [18]. L'intervallo di valori ottimali risulta superiore rispetto a quello identificato da Kahlert *et al* [51] nella pubblicazione del 2021. In quel caso si è ritenuto ottimale l'impiego di E_D comprese tra i 36 J/mm^3 e i 44 J/mm^3 . Il parametro in questione risulta così maggiormente ottimizzato rispetto al caso esaminato in questo progetto di tesi. È ancora necessario ricordare che il valore assunto da E_D è strettamente legato alla velocità del fascio (v) e allo *spessore dello strato* (Δs) impiegati. In un'ottica di mantenimento delle condizioni ottimali, ad un aumento di v e Δs corrisponderebbe un aumento di E_D per mantenere invariata la qualità dello scambio energetico [14]. Nello scenario costruttivo adottato da Kahlert *et al* è stato applicato questo principio teorico, è stato infatti possibile adottare valori contenuti di energy density (E_D) perché lo *spessore dello strato* (Δs) è stato fissato al valore minimo di $50 \mu\text{m}$. L'obiettivo delle attività sperimentali è però rappresentato dall'ottenimento di prodotti densi, con v e Δs elevati, minimizzando contemporaneamente la density energy (E_D) fornita. La giustificazione è legata ai costi accessori che un aumento di energia richiesta comporta a tutta la fase di costruzione. Questa strategia, più legata all'ambito industriale, è stata invece adottata nella progettazione della serie di provini caratterizzati, i primi nove sono infatti stati costruiti in condizioni ottimali con density energy (E_D) maggiore e velocità (v) del fascio e *spessore dello strato* (Δs) inferiori. Per la produzione dei successivi diciotto si è optato invece per una riduzione della density energy (E_D) a fronte di un aumento di velocità (v) e *spessore dello strato* (Δs), rendendo globalmente lo scenario più ottimizzato, in termini di tempo e costi, ma anche più rischioso per la formazione di difetti. Questo scenario giustifica quindi l'ottenimento di campioni meno densi nel caso dei numeri 10-27 [14]. Terminata la valutazione preliminare della relazione tra i parametri di processo principali e i valori di porosità ottenuti dalla caratterizzazione, è necessario decretare il set di parametri che rappresentano le migliori condizioni di costruzione.

La giustificazione della scelta è trattata nel paragrafo successivo, è tuttavia necessario mantenere l'attenzione su grafici e tabelle di questa sezione che sono richiamati per confrontare e giustificare le scelte fatte.

5.1.3 Selezione parametri ottimali

In quest'ultima fase della trattazione sui risultati di porosità si tiene in considerazione un parametro che lega tutti i precedenti e si relaziona marcatamente con l'ambiente industriale, il tempo di fusione. Questa grandezza è fondamentale per comprendere il guadagno effettivo dato dall'ottimizzazione dei parametri di processo *diretti* ed *indiretti*. Conoscendo le dimensioni effettive di ogni campione (figura 4.18), si è calcolato inizialmente il tempo per la realizzazione di uno strato (t_s), moltiplicando il tempo di fusione di un segmento di scansione (t_{seg}) per il numero di segmenti (n_{seg}) richiesti per completare dell'intera area x-y, il risultato ottenuto è stato quindi moltiplicato per il numero degli strati totali (n_s) in modo da ottenere il tempo finale di fusione (t_f). Di seguito si riportano le formule utilizzate specificando i parametri di processo coinvolti. Si ricorda che la forma del provino è cubica e i lati (l) misurano 30 mm.

$$t_f = t_s \cdot n_s = t_{seg} \cdot n_{seg} \cdot n_s = \frac{l}{v} \cdot \frac{l}{LO} \cdot \frac{l}{\Delta s}$$

Tabella 5.7 Parametri di processo e tempi di fusione con valori di porosità e deviazione standard (σ)

Provino	Spessore strato (Δs)	Line offset (LO)	Velocità (v)	Density Energy (E_D)	Tempo di fusione (t_f)	Porosità	σ
	[mm]	[μ m]	[mm/s]	[J/mm ³]	[min]	[%]	
1	0.050	0.200	560.000	85.714	80.357	0.024	0.029
2		0.300	400.000	80.000	75.000	0.007	0.004
3		0.300	373.333	85.714	80.357	0.013	0.005
4		0.250	400.000	96.000	90.000	0.021	0.036
5		0.250	466.667	82.286	77.143	0.036	0.102
6		0.300	520.000	61.538	57.692	0.009	0.008
8		0.200	533.333	90.000	84.375	0.010	0.006
9		0.250	533.333	72.000	67.500	0.010	0.007
10		0.090	0.250	875.000	45.714	22.857	0.179
11	0.250		750.000	53.333	26.667	0.230	0.692
12	0.300		700.000	47.619	23.810	1.601	2.993
14	0.250		700.000	57.143	28.571	0.040	0.033
15	0.300		875.000	38.095	19.048	0.304	0.495
16	0.300		1000.000	33.333	16.667	0.243	0.430
17	0.200		1000.000	50.000	25.000	0.436	0.569
18	0.250		1000.000	40.000	20.000	0.412	0.169
19	0.250		1100.000	36.364	18.182	0.459	1.516
20	0.250		900.000	44.444	22.222	0.025	0.031
22	0.250		1050.000	38.095	19.048	2.461	5.598
24	0.300		900.000	37.037	18.519	0.040	0.011

In tabella 5.7 si riportano i risultati ottenuti con porosità e deviazione standard (σ) associati.

Per la scelta del set di parametri ottimali ci si è basati sul tempo di fusione, calcolato come definito in precedenza. I dati di tempo di fusione e porosità, presenti in tabella 5.7, sono stati riportati in un grafico (figura 5.8) per ponderare la scelta dei tre provini candidati alla la selezione del set di parametri di processo ottimali. L'insieme delle grandezze deve garantire un valore di densità elevato a fronte di un guadagno netto nel tempo di fusione.

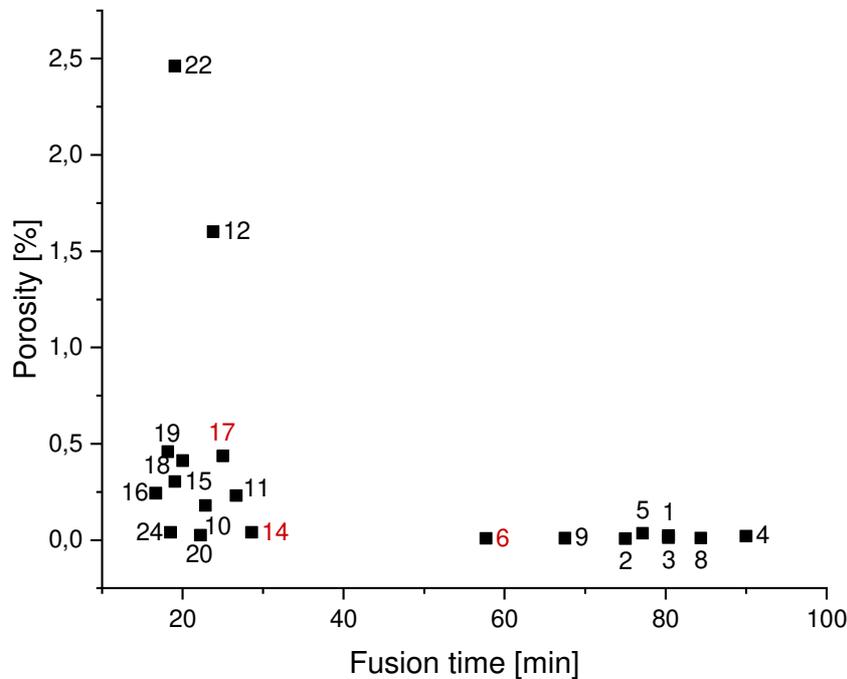


Figura 5.8 Grafico tempo di fusione in minuti –porosità

I tre provini selezionati sono indicati in rosso in figura 5.8, le motivazioni della scelta dei numeri 6, 14 e 17 sono riportate di seguito:

- Il campione numero 6 rappresenta il risultato migliore ottenibile con lo *spessore dello strato* (Δs) fisso a $50 \mu\text{m}$, il tempo di fusione è infatti il minimo riscontrato nella prima serie di provini. La densità è di 99.99% e il tempo di fusione è l'unico inferiore ai 60 minuti. Sia il valore di velocità del fascio (v) che di energy density (E_D) rientrano negli intervalli definiti ottimali nella sezione precedente dell'elaborato ($v=520 \text{ mm/s}$, $\leq 800 \text{ mm/s}$; $E_D=61.54 \text{ J/mm}^3$, $50 \text{ J/mm}^3 \leq E_D \leq 100 \text{ J/mm}^3$)
- Il campione numero 14 riporta il minimo di porosità nell'intervallo di stabilità dei parametri di processo, definito nella sezione precedente. La densità si attesta infatti a 99.96%, valore elevato se si considera l'aumento dello *spessore dello strato* (Δs) a $90 \mu\text{m}$, una velocità del fascio elettronico (v) di 700 mm/s ($v \leq 800 \text{ mm/s}$) e una energy density (E_D) di 57.41 J/mm^3 ($50 \text{ J/mm}^3 \leq E_D \leq 100 \text{ J/mm}^3$). Il guadagno in termini di tempo di fusione è intorno al 50% rispetto al provino numero 6, con la realizzazione di un campione in soli 29 minuti.
- Il campione numero 17 rappresenta invece il provino al limite della zona di dispersione dei dati ($v=1000 \text{ mm/s}$, $\leq 800 \text{ mm/s}$; $E_D=50 \text{ J/mm}^3$, $50 \text{ J/mm}^3 \leq E_D \leq 100 \text{ J/mm}^3$). La sua densità è di 99.56% e identifica il miglior guadagno in termini di tempi di fusione rimanendo in una

zona con bassa dispersione dei risultati. Per la realizzazione di provini, con le condizioni del numero 17, si osservano tempistiche pari a 25 minuti.

La scelta finale dei parametri di processo è stata dettata dall'analisi di figura 5.9 A che rappresenta la porosità dei campioni selezionati rispetto al tempo di fusione. Si è quindi scelto il numero 14, i cui parametri di processo sono riassunti in tabella 5.8, esso rappresenta il miglior compromesso tra qualità finale del pezzo e tempo di fusione.

Tabella 5.8 Parametri di fusione ottimali, campione numero 14

Corrente (I)	Tensione (V)	Speed function (SF)	Focus Offset (FO)	Line Offset (LO)	Spessore strato (Δs)	Potenza (P)	Velocità (v)	Density Energy (E_D)
[mA]	[KV]	-	[μm]	[mm]	[mm]	[W]	[mm/s]	[J/mm ³]
15.00	60.00	-46.76	35.00	0.25	0.09	900.00	700.00	57.14

Il campione selezionato possiede infatti una densità inferiore di solo 0.03% rispetto al minimo del numero 6. Dal confronto con il numero 17, il 14 è stato selezionato perché ottimizza in modo più efficace il valore di porosità con un aumento del tempo di fusione di soli 4 minuti. In figura 5.9 B si è riportata l'acquisizione del difetto di dimensioni massima riscontrato nel campione selezionato (numero 14).

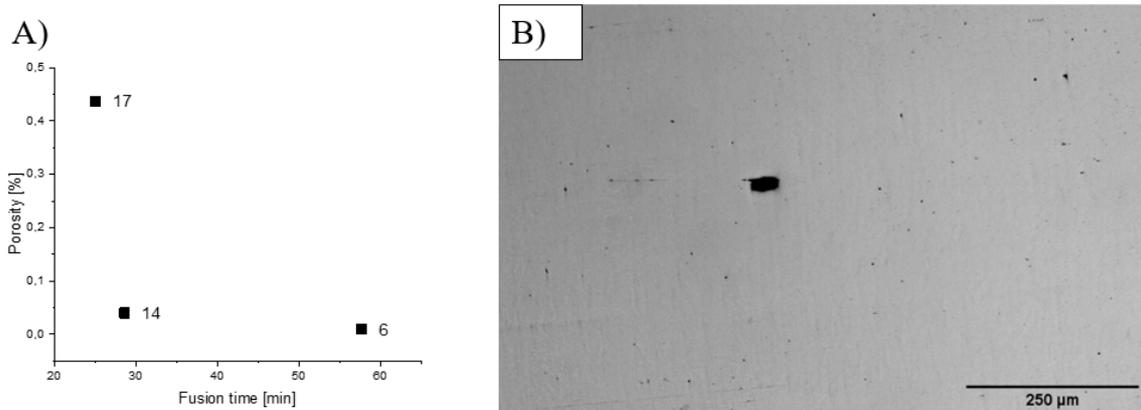


Figura 5.9 A) Grafico riduzione del tempo di fusione-porosità B) Dettaglio di porosità acquisito dal campione 14

La coerenza dei parametri di processo selezionati è avvalorata dalla letteratura scientifica. La pubblicazione del 2021 di Kahler *et al* [51] conferma la possibilità di ottenere provini densi con tempistiche di processo nell'intervallo di quelle analizzate. Volendo produrre un campione, delle stesse dimensioni di quelli caratterizzati in questo lavoro di tesi, adottando i parametri di processo pubblicati da Kahlert *et al* [51] (tabella 5.4), il tempo di fusione risulterebbe di 60 minuti con densità minima del 99.9%. Grazie a questo confronto, si riconosce come l'ottimizzazione dei parametri di processo siano vincenti, la densità del campione numero 14 infatti è maggiore rispetto a quella ottenuta da Kahlert *et al* [51] con una riduzione del 50% dei tempi di fusione.

5.2 Caratterizzazione microstrutturale

L'analisi microstrutturale dei provini caratterizzati segue le modalità descritte nel paragrafo 4.4.2. Due esempi di immagini acquisite dalla scansione delle superfici sono riportati in figura 5.10 A e B e rappresentano rispettivamente lo scenario rilevato, dopo attacco con NitAl 2, nei campioni con *spessore dello strato* (Δs) pari a 50 μm (5.10 A) e 90 μm (5.10 B). Da un'analisi prettamente qualitativa si distinguono due componenti principali della caratteristica microstrutturale, il primo più chiaro risulta meno suscettibile alla soluzione NitAl 2 e globalmente più abbondante rispetto alla seconda di colore più scuro e altamente reattiva all'attacco chimico.

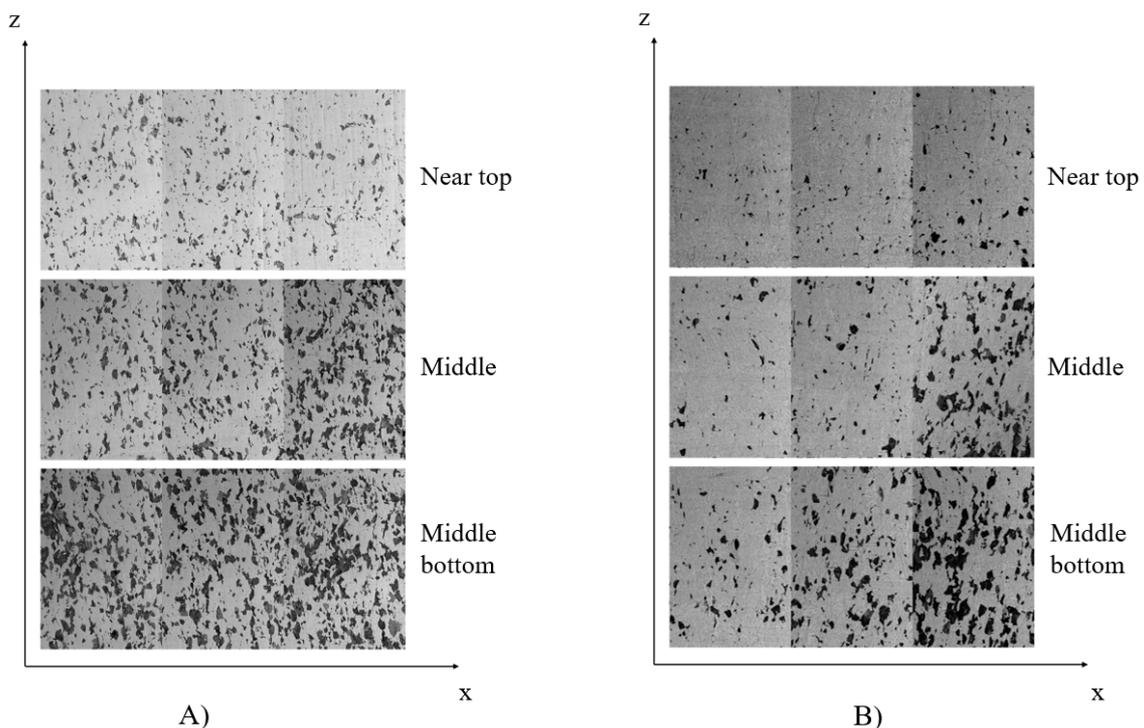


Figura 5.10 Composizione immagini microstrutturali superficie z-x acquisite dai provini A) numero 1, Δs 50 μm
B) numero 23, Δs 90 μm

In figura 5.10 è visibile l'evoluzione della microstruttura rispetto alla direzione di crescita del provino (z). Dall'origine, proseguendo nel senso positivo delle ordinate, si ripercorre l'andamento delle caratteristiche microstrutturali nelle tre zone di interesse descritte nel paragrafo 4.3.1 (middle bottom, middle e near top). L'attribuzione della natura microstrutturale delle due componenti e la valutazione della loro dipendenza dai parametri di processo rappresenta l'obiettivo principale dalla caratterizzazione microstrutturale dei campioni. Nello sviluppo della trattazione, prima dell'effettiva identificazione, si fa riferimento alla porzione grigio scuro con il termine componente secondaria della caratteristica microstrutturale e alla porzione grigio chiaro, più abbondante, con il termine componente primaria.

Per un'analisi completa delle caratteristiche microstrutturali, in fase di attività sperimentale, si è indagata anche la superficie perpendicolare alla direzione di costruzione a livello del middle bottom. Con il confronto qualitativo delle figure 5.10 e 5.11, si deduce una diversa forma e distribuzione delle componenti primaria e secondaria. Nel primo caso, la componente

secondaria è preferibilmente allungata in direzione z con una distribuzione dipendente dalla porzione di area analizzata (near top, middle o middle bottom). Sulla superficie x-y invece, il bilancio tra le due componenti è più equilibrato, con la secondaria che assume morfologia più equiassica senza disomogeneità di distribuzione sulla superficie. La figura 5.11 riporta la composizione delle immagini ottenute dall'attacco della superficie x-y del campione numero 1.

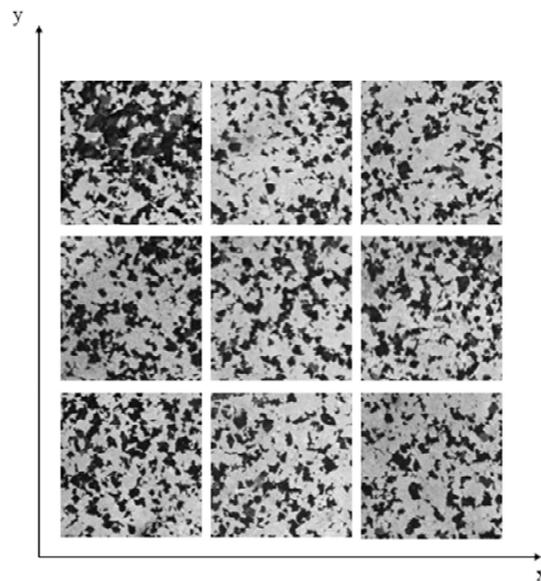


Figura 5.11 Composizione immagini microstrutturali superficie x-y acquisite dal provino numero 1

Per uno sguardo globale sulle caratteristiche microstrutturali dei provini analizzati si riportano le composizioni 3D delle immagini acquisite dal campione numero 1, in figura 5.12. Sulle facce laterali della composizione sono riportate le superfici z-x di figura 5.10, mentre la faccia superiore raffigura un dettaglio della sezione x-y di figura 5.11. In figura 5.12 A e B si osservano rispettivamente lo scenario al near top ed al middle bottom del campione numero 1, questa distinzione è necessaria per evidenziare meglio l'evoluzione delle componenti microstrutturali rispetto alla direzione di costruzione. Si riporta il sistema di riferimento e la posizione nel provino iniziale per migliorare la comprensione.

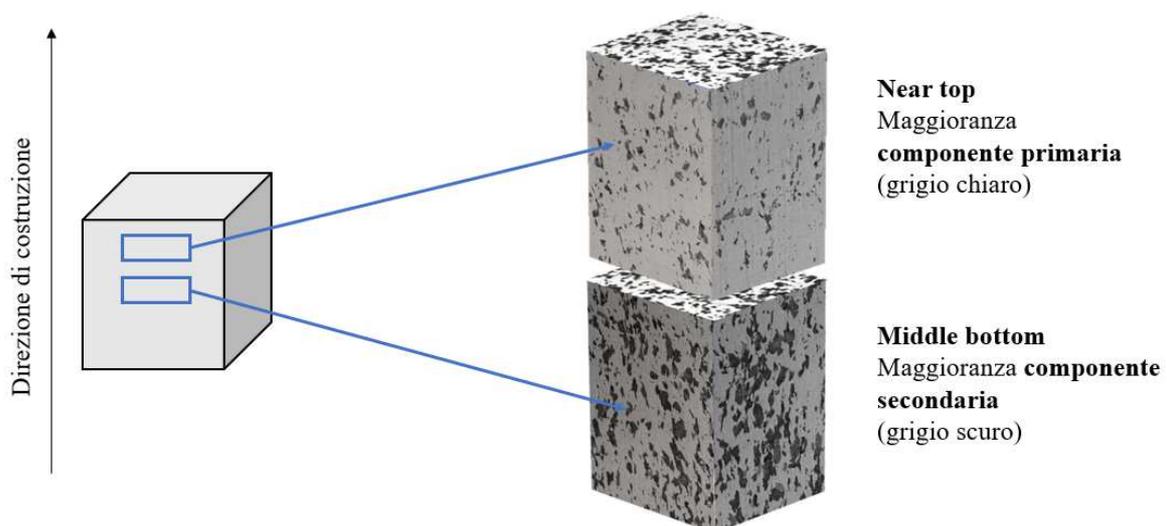


Figura 5.12 Composizioni 3D immagini microstrutturali acquisite dal campione 1 in posizione A) near top B) middle bottom

La trattazione dei risultati ottenuti coinvolge inizialmente la quantificazione della componente primaria della caratteristica microstrutturale. La seconda sezione è invece dedicata allo studio della componente secondaria, la sua evoluzione è quantificata rispetto alle direzioni di riferimento ed ai parametri di processo. L'identificazione della sua natura chimica di entrambe le componenti e la loro evoluzione ha richiesto ulteriori approfondimenti, parte dei quali sono riportati nella terza sezione (5.3) del capitolo corrente.

5.2.1 Risultati quantificazione componente primaria

La quantificazione della componente primaria della caratteristica microstrutturale risulta attuabile con la sola analisi delle immagini acquisite a bassi ingrandimenti con il microscopio ottico, come descritto nel paragrafo 4.3.1. L'attenzione si è concentrata sulla porzione di area del campione dove l'attacco chimico ha rivelato la microstruttura della componente poco reattiva al NitAl 2. Si ricorda come, in fase sperimentale, sia necessario un sovrattacco della componente secondaria per far emergere la morfologia di quella primaria. Per una indagine preliminare sull'identificazione della natura microstrutturale della componente primaria, le immagini acquisite sono state confrontate con la letteratura scientifica relativa all'AISI H13.

Si riportano in figura 5.13 le immagini ottenute, dopo sovrattacco di 2 secondi, per un campione con *spessore dello strato* (Δs) pari a 50 μm (5.13 A) e pari a 90 μm (5.13 B). Figura 5.13 A rappresenta un dettaglio della superficie del campione numero 2, mentre la B dal numero 24.

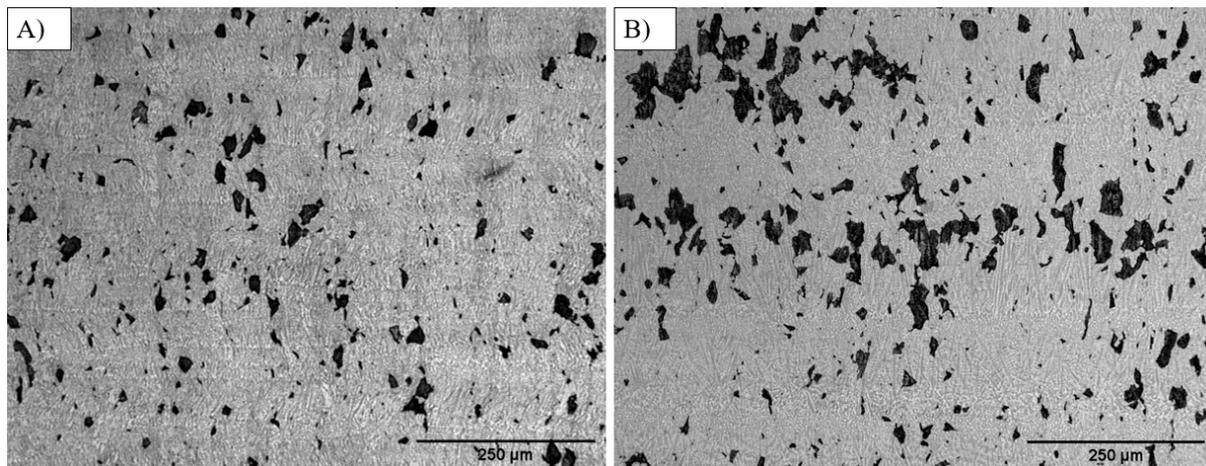


Figura 5.13 Immagine microstrutturale superficie z-x acquisita, dopo sovrattacco, sul provino A) numero 2 B) numero 24

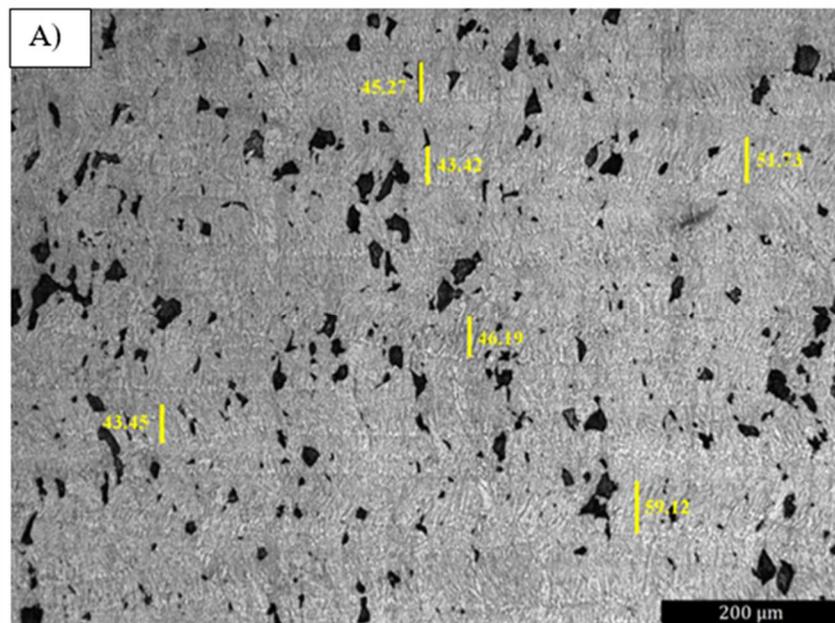
Da una prima analisi qualitativa di figura 5.13, si osserva una distribuzione stratiforme della componente primaria della caratteristica microstrutturale, con alternanza di zone aciculari, che si sviluppano parallele alla direzione di costruzione, e zone globulari in cui la microstruttura è più regolare.

La presenza di zone aciculari in prodotti di fabbricazione additiva è sostenuta dal confronto con i risultati riportati nello studio di Ali *et al*, pubblicato nel 2019 [49], sulla produzione di acciaio AISI H13 tramite tecnica a deposizione da filo (DED). Nelle immagini ottenute, dopo attacco NitAl 2 (figura 4.14 G), si identifica la presenza di zone con morfologia allungata lungo la direzione di costruzione. La possibilità di ottenere questo tipo di morfologia come caratteristica microstrutturale primaria nella produzione di AISI H13 via EBM è ancora confermata dello studio di Cormier *et al* del 2005 [16], in cui è riportata la martensite aciculare come

componente predominante in accoppiamento con disomogeneità microstrutturali assimilabili alla componente secondaria altamente reattiva ad attacco chimico NitAl 2.

La componente globulare, che si alterna agli strati con morfologia aciculare, può essere considerata come l'evoluzione della struttura primitiva ad opera della rifusione di una porzione del letto di polvere, requisito necessario per la corretta adesione tra i due strati e corretto sostegno della struttura. Questa evidenza non è riscontrata in letteratura scientifica per l'acciaio AISI H13 prodotto via EBM, lo stesso materiale realizzato tramite tecnica SLM presenta però una dipendenza della morfologia della componente primaria dalla rifusione. Nella pubblicazione di Wang *et al* [40] è riportato che il passaggio della fonte energetica dopo prima solidificazione ha forte tendenza a deteriorare la struttura colonnare con conseguente formazione di una regione equiassica. Trasferendo il discorso precedente alla tecnica EBM è quindi possibile ipotizzare che, nelle zone interne dello strato, la crescita possa essere colonnare e il passaggio successivo del fascio elettronico comporti la distruzione della morfologia primitiva lasciando spazio alla formazione di una fascia globulare. Nonostante i riscontri in letteratura scientifica, l'identificazione della natura microstrutturale della fase primaria e della sua evoluzione tramite sola osservazione al microscopio ottico è insufficiente, lo scenario identificato in figura 5.13 richiede quindi ulteriori approfondimenti.

Alla luce delle ipotesi precedenti si intendono valutare, in modo preliminare, le dimensioni medie della porzione colonnare mettendole in relazione con lo *spessore dello strato* (Δs) impiegato nella costruzione dei provini. L'indagine è stata condotta tramite software ImageJ impostando la corretta scala, come indicato nella sezione 4.4.2, e misurando l'asse principale della struttura aciculare. I risultati sono riportati nelle immagini in figura 5.14, con A e B si distinguono rispettivamente l'immagine a *spessore dello strato* (Δs) pari a 50 μm e 90 μm .



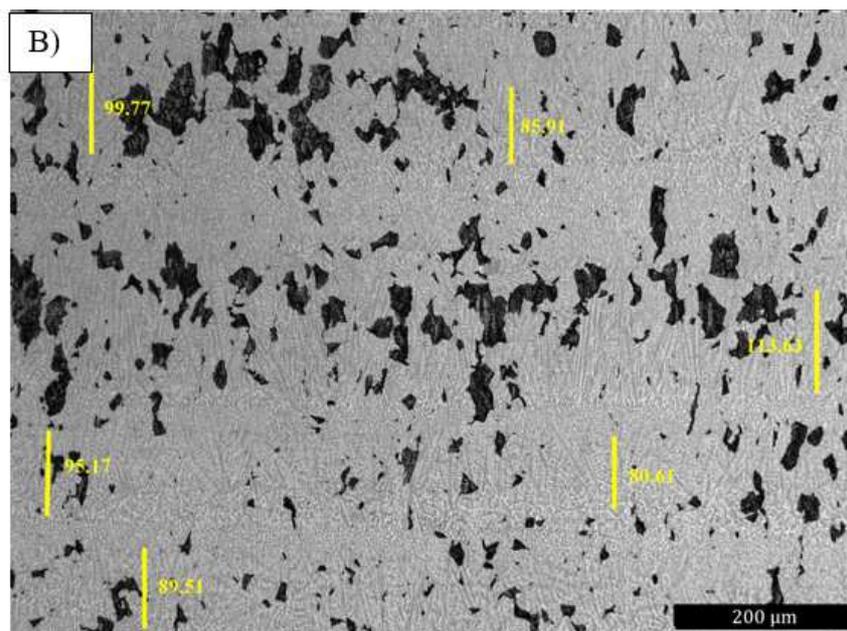


Figura 5.14 Quantificazione spessore dello strato provino A) numero 2, $\Delta s=50 \mu\text{m}$ B) numero 2, $\Delta s=90 \mu\text{m}$

Per una valutazione globale ed immediata dello spessore delle zone colonnari, quantificate tramite software ImageJ, si sono riportati i dati di figura 5.14 in tabella 5.9, con media e deviazione standard rispetto alle misure rilevate.

Tabella 5.9 Spessore della zona colonnare con media e deviazione standard (σ)

Misure	Spessore strato (Δs)	Altezza zona aciculare	Altezza media zona aciculare	σ
	[μm]	[μm]	[μm]	
a	50	45.27	48.20	5.62
b		43.42		
c		51.73		
d		46.19		
e		43.45		
f		59.12		
g	90	99.77	94.10	10.68
h		85.91		
i		113.63		
l		80.61		
m		89.51		
n		95.17		

Dall'analisi di figura 5.14 e tabella 5.9, si riscontra una possibile dipendenza della zona colonnare dallo spessore dello strato (Δs). Nel caso del provino numero 2 si ottiene uno spessore medio inferiore a $50 \mu\text{m}$ a conferma delle ipotesi legate alla rifusione. Per quanto riguarda invece il provino numero 24, si ottiene uno spessore medio di $4.10 \mu\text{m}$ superiore al Δs impiegato. Questo dato non è da considerare fuori andamento, in quanto manifesta deviazione

standard elevata e soprattutto viene calcolato su un numero limitato di misure. Nonostante i risultati siano coerenti, lo studio dell'evoluzione necessita di ulteriori indagini per definire e comprendere in modo approfondito la relazione tra lo *spessore dello strato* (Δs) e quello della zona colonnare.

5.2.2 Risultati quantificazione componente secondaria

L'analisi quantitativa della componente secondaria della caratteristica microstrutturale passa per la valutazione della sua estensione, in termini di area percentuale e diametro medio. La conversione delle immagini in dati numerici è stata eseguita tramite software ImageJ adottando le procedure descritte nella sezione 4.4.2. In tabella 5.10 si riportano area (A) percentuale, diametro z (D_z) e x (D_x) mediati su tutte le immagini acquisite per ogni campione, con le rispettive deviazioni standard (σ), calcolate tra la media e i singoli dati raccolti. Come visibile nella figura 5.10, la componente secondaria ha morfologia prevalentemente colonnare, con crescita preferenziale in direzione di costruzione. Per questo motivo risulta necessario valutare il diametro in direzione x e z separatamente, come riportato in tabella 5.10. Come già avveniva per l'analisi di porosità, i risultati ottenuti dalla caratterizzazione delle ripetizioni, costruite con pari parametri di processo, sono state mediate tra loro e la deviazione standard (σ) eseguita rispetto a media e valori coinvolti.

Tabella 5.10 Tempo di fusione, Area, Diametro calcolato sull'asse z e x con relative deviazioni standard (σ)

Provino	Tempo di fusione (tr)	Area (A) [%]	σ	Diametro Z (D_z)	σ	Diametro X (D_x)	σ
	[min]			[μm]		[μm]	
1	80.36	19.21	11.38	24.07	6.07	10.94	2.34
2	75.00	13.85	7.67	22.98	3.80	10.93	1.68
3	80.36	28.68	12.67	27.60	3.21	12.63	1.43
4	90.00	25.73	13.17	28.18	5.97	13.09	2.46
5	77.14	34.07	12.55	27.85	1.89	12.47	0.64
6	57.69	43.94	13.98	36.13	5.66	17.31	4.59
8	84.38	56.35	9.85	38.38	11.40	20.37	8.13
9	67.50	54.51	11.56	43.17	7.50	26.66	10.41
10	22.86	9.42	6.80	17.20	3.82	7.86	1.53
11	26.67	1.84	0.48	12.03	1.25	5.79	0.73
12	23.81	2.70	2.35	11.04	2.38	5.28	1.25
14	28.57	9.65	6.45	16.39	2.15	7.51	1.10
15	19.05	9.60	8.74	15.99	4.82	7.06	1.80
16	16.67	7.35	0.28	15.48	0.91	6.87	0.38
17	25.00	9.55	5.29	14.68	2.00	6.90	0.86
18	20.00	11.06	3.62	16.74	1.35	7.47	0.62
19	18.18	12.41	6.96	17.02	3.59	7.73	1.52
20	22.22	6.46	1.99	16.37	1.03	7.09	0.44
22	19.05	12.45	6.73	16.64	3.38	7.31	1.33
24	18.52	12.08	5.00	18.69	3.17	8.58	1.31

La valutazione effettiva dei dati ottenuti risulta più immediata sfruttando la rappresentazione grafica. In figura 5.15 si riporta la percentuale di area coperta dalla componente secondaria con deviazione standard. Nelle 5.16 e 5.17, invece sono rappresentati D_z e D_x con le rispettive σ .

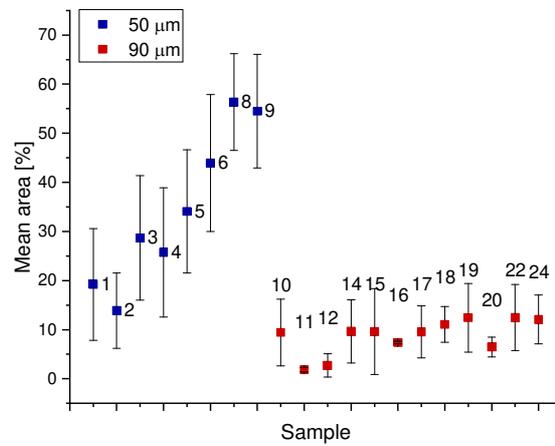


Figura 5.15 Percentuale area media con deviazione standard (σ)

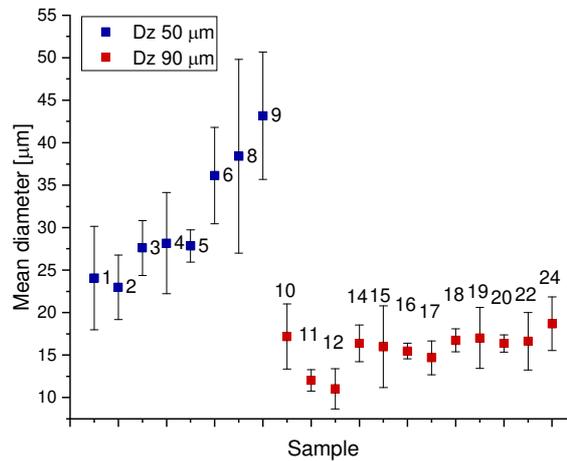


Figura 5.16 Diametro in direzione z medio con deviazione standard (σ)

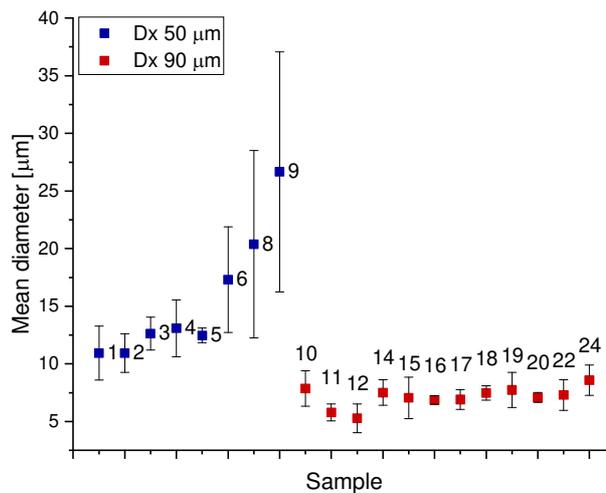


Figura 5.17 Diametro in direzione x medio con deviazione standard (σ)

Dall'analisi dell'andamento dei dati di figure 5.15, 5.16 e 5.17 è deducibile come il comportamento identificato nella percentuale di area media (A) si ripeta, con le stesse

dinamiche, per i diametri medi calcolati lungo la direzione di costruzione (Dz) e in quella perpendicolare (Dx). In generale, si osserva che i provini costruiti con *spessore dello strato* (Δs) pari a 50 μm manifestano valori globalmente più elevati e dispersi. Per giustificare il comportamento rilevato è importante fare riferimento al tempo di permanenza dei provini in camera di costruzione [18]. Per agevolare il confronto si è riportato il tempo di fusione per ogni campione (tabella 5.10), ricavato con le modalità descritte nel paragrafo 5.1.3, e i profili termici e dello stato di costruzione durante l'intero ciclo produttivo (figura 5.18). Da un breve controllo preliminare, in tabella 5.10, si osservano tempistiche fino a quattro volte più elevate nel caso dei primi 8 provini giustificando inizialmente i risultati di figure 5.15, 5.16 e 5.17. Per un'analisi più approfondita è però necessario ricorrere al tracciato termico ("bottom temperature") che rappresenta effettivamente il tempo di permanenza dei provini all'interno della camera di costruzione. L'andamento è rappresentato in figura 5.18 A e con le diverse curve si evidenziano le tre serie di provini caratterizzati. L'evoluzione dello stato di costruzione di figura 5.18 B è utile per capire come la fase omonima sia quella limitante nella definizione del tempo di permanenza in camera. La pendenza della curva verde è infatti minore indicando tempistiche superiori per la realizzazione dei provini di pari dimensioni, adottando *spessore dello strato* (Δs) inferiore (50 μm).

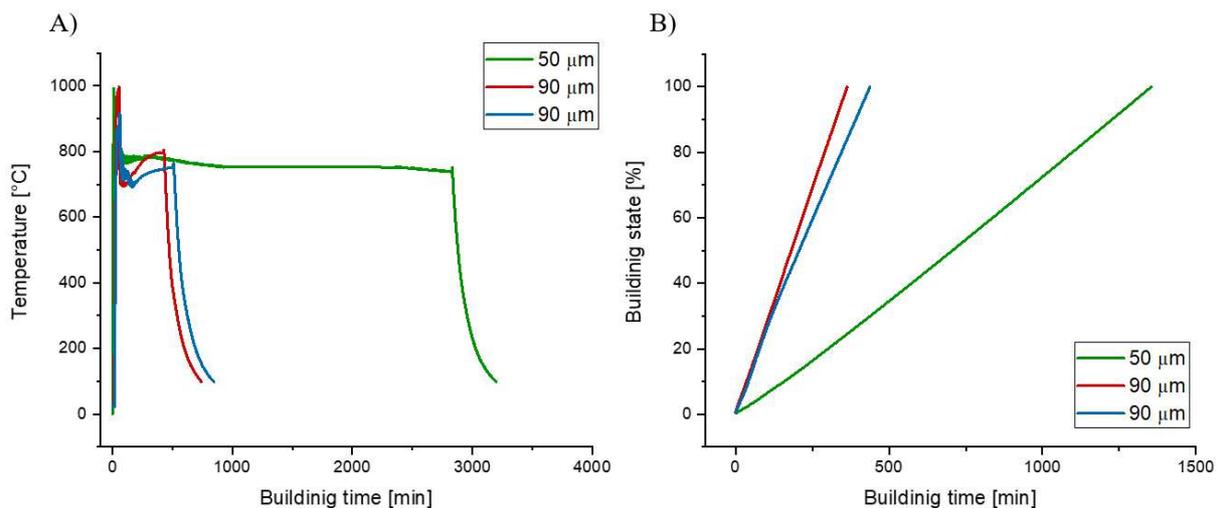


Figura 5.18 Evoluzione termica (A) e dello stato di costruzione (B) rispetto al tempo delle tre serie di provini analizzati

Dalla valutazione di figura 5.18 A si può osservare come i provini costruiti con *spessore dello strato* (Δs) di 50 μm permangano a 700 °C per tempi più elevati, ben oltre il termine del raffreddamento dei provini con *spessore dello strato* (Δs) pari a 90 μm . Si può infatti dedurre che l'ambiente di costruzione sia paragonabile in termini di temperatura, ma che i provini costruiti con Δs pari a 50 μm (curva verde) raggiungano la temperatura di estrazione a tempistiche superiori di circa tre volte rispetto alle serie a 90 μm . Questa situazione favorisce notevolmente la crescita sia in termini di area percentuale che di diametro della componente secondaria, a conferma della forte dipendenza dal tempo di costruzione, come indicato in letteratura scientifica [18].

Oltre ai singoli valori di area percentuale e diametri è importante porre l'attenzione sulla deviazione standard (σ) correlata ai dati in tabella 5.10, essa assume infatti un valore elevato lasciando intendere una possibile disomogeneità microstrutturale rispetto agli assi verticale (z)

o orizzontale (x). Questa situazione deve però essere confermata studiando separatamente i dati di area e diametri rilevati nelle diverse zone del provino caratterizzato. Il primo obiettivo di questa seconda fase della caratterizzazione microstrutturale è quindi rappresentato dalla ricerca della relazione di area percentuale e diametri con le direzioni z ed x. Per verificare la dipendenza dalla direzione di costruzione (asse z) si sono valutate le grandezze di tabella 5.10 separando i dati ottenuti dall'elaborazione delle immagini acquisite nella zona del near top e del middle bottom. I risultati ottenuti sono riportati in tabella 5.11. Per indagare invece l'evoluzione della microstruttura rispetto all'asse x, perpendicolare a quello di costruzione, si è valutata la deviazione standard (σ) dei dati ottenuti in tabella 5.11. L'entità dei valori di σ , riportati nell'Appendice 1, tabelle_A1 1 e 2, sono contenuti, lasciando presagire un'invariabilità della distribuzione della componente secondaria rispetto alla direzione x.

Constatata la dipendenza di area percentuale e diametri dalla sola direzione di costruzione (asse z) si procede con l'analisi dei risultati riportati in tabella 5.11.

Tabella 5.11 Risultati di area percentuale e diametri x e z rilevati al near top e al middle bottom

Provino	Velocità (v)	Area NT	Area MB	Diametro Z NT	Diametro Z MB	Diametro X NT	Diametro X MB
	[mm/s]	[%]	[%]	[μ m]	[μ m]	[μ m]	[μ m]
1	560.00	7.82	30.59	18.00	30.14	8.60	13.27
2	400.00	6.18	21.53	19.19	26.78	9.25	12.60
3	373.33	16.01	41.35	24.39	30.81	11.20	14.07
4	400.00	12.56	38.90	22.21	34.14	10.63	15.54
5	466.67	21.53	46.62	25.96	29.74	11.83	13.11
6	520.00	29.96	57.92	30.46	41.79	12.72	21.89
8	533.33	46.51	66.20	26.98	49.77	12.24	28.49
9	533.33	42.95	66.07	35.67	50.67	16.25	37.06
10	875.00	2.62	16.22	13.38	21.02	6.32	9.39
11	750.00	1.37	2.32	10.78	13.28	5.06	6.52
12	700.00	0.36	5.05	8.66	13.42	4.04	6.53
14	700.00	3.20	16.10	14.24	18.55	6.41	8.61
15	875.00	0.85	18.34	11.17	20.81	5.26	8.86
16	1000.00	7.07	7.63	14.56	16.39	6.48	7.25
17	1000.00	4.26	14.84	12.67	16.68	6.04	7.76
18	1000.00	7.44	14.68	15.39	18.08	6.86	8.09
19	1100.00	5.45	19.37	13.43	20.61	6.21	9.25
20	900.00	4.47	8.45	15.34	17.40	6.65	7.53
22	1050.00	5.73	19.18	13.26	20.02	5.99	8.64
24	900.00	7.08	17.09	15.51	21.86	7.27	9.90

L'andamento riscontrato nei dati di tabella 5.11 lascia presagire una dipendenza inversa tra direzione di crescita e area percentuale coperta dalla componente microstrutturale secondaria. Lo si può intuire dal confronto dei valori della terza e quarta colonna di tabella 5.11, dove i risultati ottenuti per la zona near top (NT) sono costantemente inferiori ai corrispondenti del

middle bottom (MB). Lo stesso tipo di andamento si riscontra dal confronto delle colonne successive. Sia i diametri calcolati in direzione z che in direzione x manifestano valori superiori in corrispondenza del middle bottom rispetto a quelli rilevati al near top. La componente secondaria della caratteristica microstrutturale è quindi suscettibile a variazioni lungo la direzione di costruzione. Anche questo scenario può essere spiegato con il tempo di permanenza ad alta temperatura, le porzioni di area posizionate in corrispondenza del middle bottom sono soggette, per tempi più lunghi, all'ambiente della camera di costruzione favorendo così la formazione e l'aumento di taglia della componente secondaria. Per gli ultimi strati prodotti la situazione è opposta, i tempi di permanenza sono inferiori e si riducono contestualmente anche le possibilità di formazione e crescita della componente fortemente reattiva al NitAl 2 [18].

Una volta correlato l'effetto differenziale dell'ambiente di costruzione sull'evoluzione microstrutturale della componente secondaria, risulta necessario indagare la dipendenza di area percentuale e diametri rispetto ai parametri di processo impiegati nella costruzione. La ricerca si concentra su quelle grandezze che si relazionano spiccatamente con i tempi di fusione del singolo provino e dell'intera serie.

Il primo indagato è lo *spessore dello strato* (Δs) la cui relazione segue quella già indicata per i valori di area percentuale e diametri medi su tutto il provino. Un aumento dello *spessore dello strato* (Δs), come riportato in figura 5.18 B, comporta tempistiche inferiori di stazionamento in camera di costruzione con conseguente limitazione di formazione e crescita di componente secondaria [18].

Il secondo parametro di processo analizzato è la velocità del fascio elettronico (v) che incide in modo inversamente proporzionale sui tempi di fusione dei singoli provini. Alla luce di questa forte correlazione, si è rappresentato l'andamento di area percentuale e diametri rispetto alle velocità del fascio elettronico (v). I risultati sono visibili in figure 5.19, 5.20 e 5.21. Si è scelto di mantenere la divisione tra i risultati rilevati al near top ed al middle bottom per focalizzare l'attenzione sulla sola ricerca della dipendenza dalla velocità del fascio elettronico.

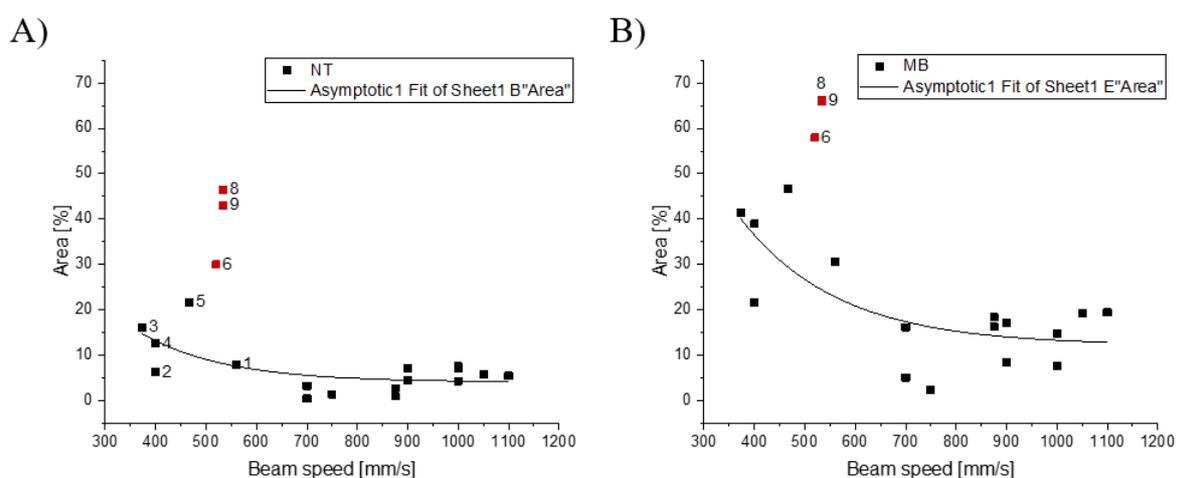


Figura 5.19 Correlazione velocità del fascio-area percentuale per la zona A) near top (NT) e B) middle bottom (MB)

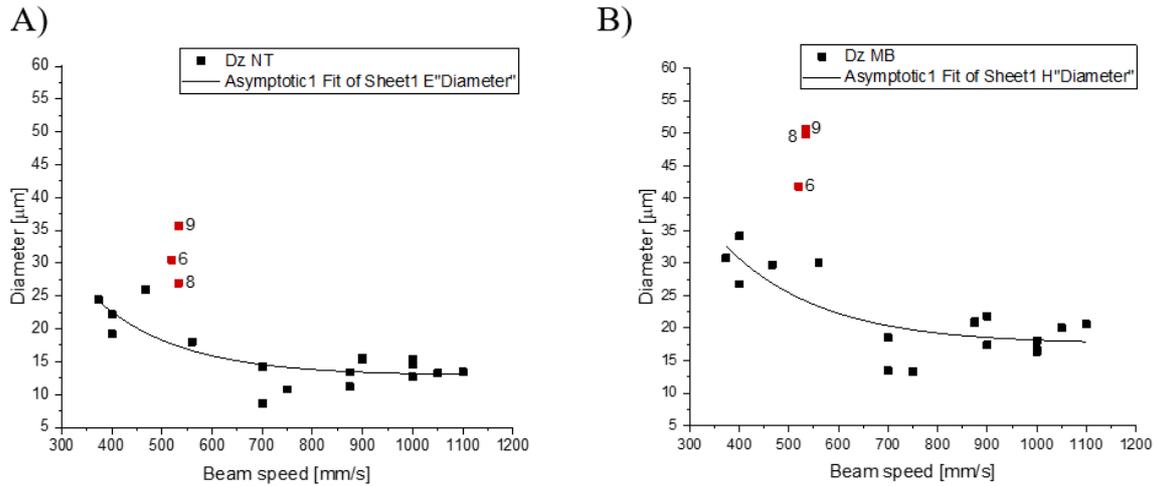


Figura 5.20 Correlazione velocità del fascio-diametro z per la zona A) near top (NT) e B) middle bottom (MB)

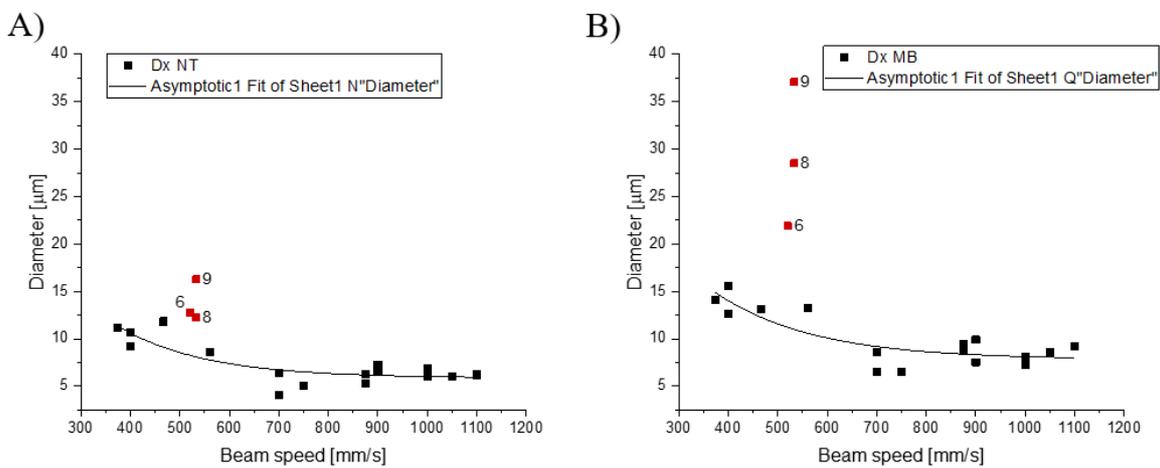


Figura 5.21 Correlazione velocità del fascio-diametro x per la zona A) near top (NT) e B) middle bottom (MB)

Dall'analisi globale delle figure 5.19, 5.20 e 5.21 si osserva un andamento simile per ogni grandezza analizzata, i valori di area e diametri x ed z diventano gradualmente superiori e più dispersi spostandosi verso velocità (v) basse del fascio elettronico. Nel caso dell'area percentuale (figura 5.19) coperta dalla componente secondaria, si osserva come i tre campioni segnalati con i numeri 6, 8 e 9 (evidenziati in rosso) si discostino dall'andamento degli altri dati, questo scenario si ripete in modo marcato anche nell'analisi dei diametri indicando una disomogeneità microstrutturale rispetto agli altri campioni presi in considerazione. La ragione è da ricercare nella distribuzione fitta della componente secondaria della caratteristica microstrutturale. La percentuale elevata di area ricoperta non permette un'approssimazione ellittica accurata durante la fase di analisi immagine, come invece avviene nel caso degli altri campioni. A sostegno di questa tesi si può osservare come la deviazione sia più marcata in posizione middle bottom, rispetto al near top, dove l'area occupata dalla componente secondaria è superiore e l'approssimazione ellittica è meno aderente allo scenario reale. Tenendo conto dei soli valori coerenti è possibile indentificare un comportamento inversamente proporzionale di aree percentuali e diametri rispetto all'aumento della velocità del fascio elettronico. Questo scenario

si collega, oltre al tempo di permanenza in camera di lavoro, già analizzato precedentemente, anche alla velocità di raffreddamento del pozzetto di fusione strettamente collegata alle dimensioni delle caratteristiche microstrutturali. Durante la scansione, il fascio elettronico con elevata velocità cambia posizione più velocemente sul letto di polvere rispetto ad uno a velocità inferiore. Nel primo caso l'abbandono repentino del pozzetto di fusione implica la massimizzazione della rimozione del calore provocando velocità elevate di solidificazione e successivo raffreddamento. Lo scenario descritto comporta la formazione preferenziale di microstrutture fini e meno densamente distribuite nel volume, confermando gli andamenti riscontrati nei grafici di figure 5.19, 5.20 e 5.21. Si è inoltre osservato come questa dipendenza non sia condizionata dalla posizione di acquisizione (confronto figure 5.19, 5.20 e 5.21 A e B) ma caratterizzi tutti gli scenari indagati. L'effetto della velocità di raffreddamento è infatti un fenomeno che caratterizza la solidificazione dei materiali indipendentemente dalla natura e dal processo produttivo. Lo studio di Gu *et al* [48], pubblicato nel 2012, conferma l'andamento inversamente proporzionale tra microstruttura e velocità di raffreddamento per lo stesso acciaio, AISI H13, prodotto via LAM. Le dimensioni ottenute in questo studio non possono essere paragonate, nei loro valori puri, con quelle analizzate in questo lavoro di tesi, è comunque possibile correlare le caratteristiche di solidificazione essendo coinvolto lo stesso tipo materiale. Per quanto riguarda la produzione con tecniche EBM non si sono ottenuti riscontri bibliografici, in quest'ambito, per il comportamento dell'acciaio AISI H13. La pubblicazione di Pereira *et al* del 2012 [56], conferma però come la taglia dei grani sia soggetta allo stesso comportamento rispetto alla velocità del fascio elettronico (v), ottenuto in questo lavoro di tesi, per la produzione di leghe di titanio (Ti-6-Al-4-V) con tecnica EBM.

La dipendenza dal *Line offset* (LO), altro parametro legato alla definizione del tempo di fusione, non è facilmente identificabile data la stretta finestra di variabilità utilizzata nella costruzione dei provini caratterizzati (sezione 5.1.3).

Per quanto riguarda la correlazione con la density energy (E_D) non sono stati trovati riscontri diretti in letteratura scientifica legata al processo EBM. Si sono quindi trattati i dati ricordando la proporzionalità indiretta dei parametri con *spessore dello strato* (Δs) e velocità del fascio elettronico (v). I risultati sono osservabili in figure 5.22, 5.23 e 5.24.

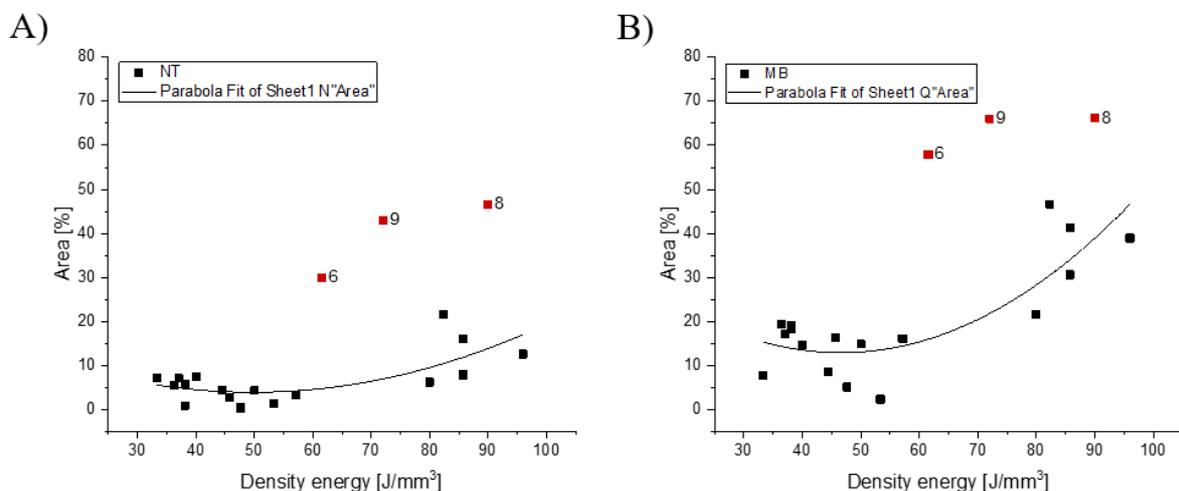


Figura 5.22 Correlazione density energy-area percentuale per la zona A) near top (NT) e B) middle bottom (MB)

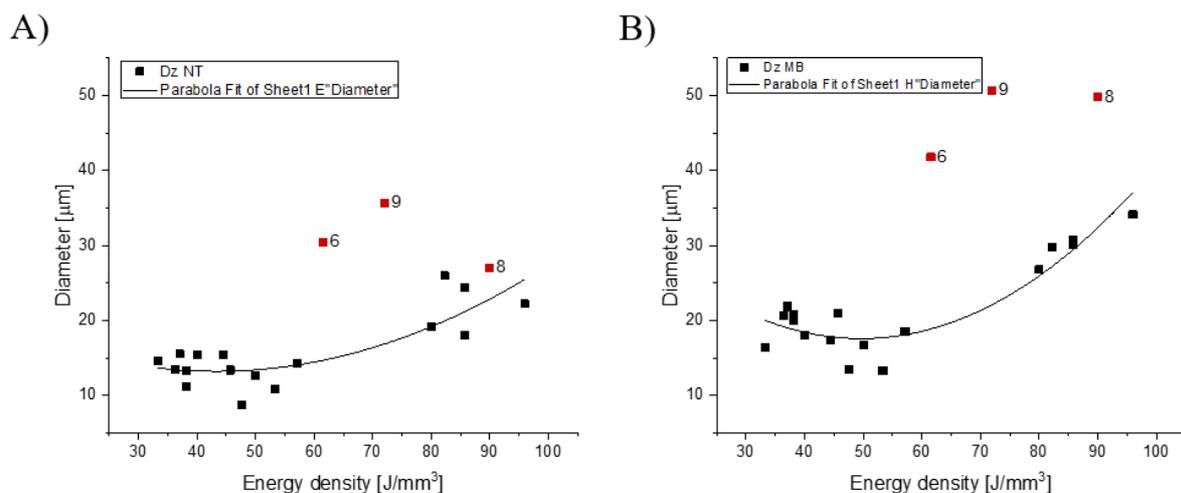


Figura 5.23 Correlazione density energy-diametro in direzione z per la zona A) near top (NT) e B) middle bottom (MB)

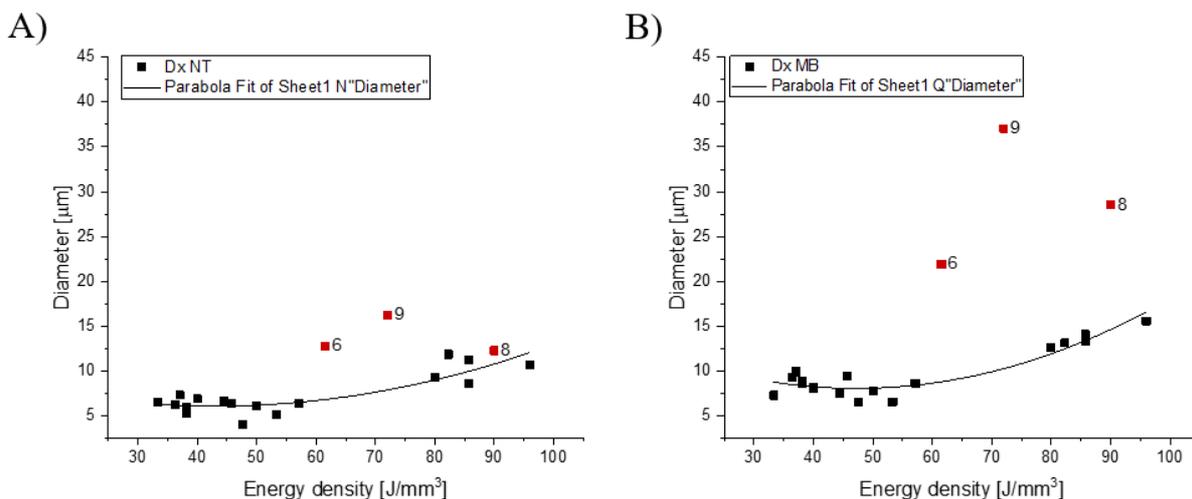


Figura 5.24 Correlazione density energy-diametro in direzione z per la zona A) near top (NT) e B) middle bottom (MB)

Le relazioni indagate tra area percentuale e diametri della componente secondaria rispetto alla density energy delle figure 5.22, 5.23 e 5.24 confermano la situazione osservata nei paragrafi precedenti. All'aumentare del parametro indicato diminuiscono contemporaneamente la velocità del fascio (v) e lo spessore dello strato (Δs) lasciando una microstruttura più grossolana [48] [56] [18]. In linea generale si può ipotizzare che un aumento della densità di energia provochi un accumulo di energia che fa diminuire la velocità di solidificazione del pozzetto di fusione con conseguente aumento di dimensione della componente secondaria. Una spiegazione esaustiva dell'evoluzione della componente secondaria richiede ancora ulteriori approfondimenti, attualmente in fase di sviluppo.

In ultima analisi risulta necessario inserire nella trattazione e discussione dei risultati un accenno numerico alla valutazione della crescita preferenziale della componente secondaria lungo la direzione di costruzione, che validi l'analisi qualitativa condotta sulle immagini 3D di figura 5.12. A questo fine si è valutato l'aspect ratio (AR) dividendo il diametro valutato in

direzione di costruzione (z) per quello in direzione perpendicolare ad esso (x), come riportato nella formula seguente:

$$AR = \frac{D_z}{D_x}$$

In figura 5.25 si riportano i risultati ottenuti dall'applicazione della formula per le porzioni near top e middle bottom rispettivamente indicate in grigio e nero. La valutazione numerica dei risultati è riportata, con le relative deviazioni standard (σ), in Appendice 1 tabella_A1 1 e 2.

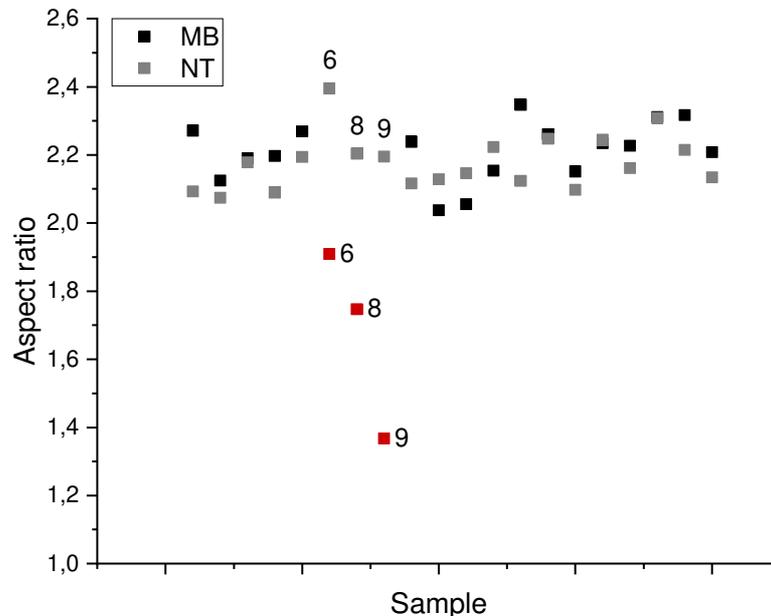


Figura 5.25 Andamento aspect ratio del near top (NT) e middle bottom (MB) per 1 campioni caratterizzati

Dall'analisi del grafico di figura 5.25 è immediato intuire come il diametro rilevato lungo la direzione z sia in ogni caso maggiore di 1.4 volte quello in direzione x, quantificando così l'allungamento preferenziale del grano in direzione di costruzione. Come già riscontrato per la correlazione con la velocità del fascio elettronico (v), i campioni 6, 8 e 9 si discostano dall'andamento dei valori degli altri provini caratterizzati. Questo fenomeno è particolarmente evidente nei dati associati al middle bottom. Come già spiegato nel caso precedente, l'approssimazione ellittica perde di affidabilità con l'aumento della percentuale di componente secondaria, riducendo così la coerenza dei risultati in corrispondenza delle zone densamente coperte dalla caratteristica microstrutturale più reattiva al NitAl 2. Si è comunque mantenuto lo stesso metodo di analisi per poter mettere a confronto i dati senza perdere in riproducibilità. Considerando però i soli valori con aspect ratio superiore a 2, si può constatare come la forma dei grani non sia condizionata dalla porzione di area analizzata. I risultati ottenuti in corrispondenza del near top e del middle bottom sono infatti simili e si sviluppano in un intervallo limitato che non supera il valore di aspect ratio pari a 2.4. Anche la variazione dei parametri di processo non condiziona la forma dei grani, non vi sono infatti correlazioni con velocità del fascio elettronico (v) o density energy (E_D) tali da far ipotizzare una dipendenza. La forma e la sua invariabilità rispetto a posizione e parametri di processo, riscontrata sia a livello qualitativo che quantitativo, trova conferma nella letteratura scientifica dagli studi di Kahler *et al* [51] e Al-Juboori *et al* [18]. I primi confermano come nella costruzione di acciaio

AISI H13 vi sia la prevalenza di componenti colonnari la cui dimensione maggiore che si sviluppa lungo la direzione di costruzione. I secondi invece riportano l'impossibilità di correlare i parametri di processo della tecnica EBM con la forma delle caratteristiche microstrutturali dei provini costruiti.

Come già indicato per la componente primaria, anche l'identificazione della natura microstrutturale della componente secondaria richiede ulteriori indagini. La sola analisi delle immagini acquisite al microscopio ottico, dopo attacco chimico NitAl 2, non è stata sufficiente per chiarire questo aspetto. Si sono quindi ritenuti necessari ulteriori accertamenti.

Le indagini preliminari sono state condotte tramite prove di durezza e microdurezza Vickers. Nella sezione omonima (5.3) sono riportati i valori ottenuti e le ipotesi prese in considerazione riguardo la definizione della natura microstrutturale delle componenti primaria e secondaria.

5.3 Analisi di durezza e microdurezza Vickers

La prova di durezza e microdurezza Vickers è stata svolta, con le modalità indicate nella sezione 4.5, sui tre provini selezionati per la definizione del set dei parametri di processo ottimali (sezione 5.1.3). L'obiettivo principale è una preliminare caratterizzazione meccanica dei provini utile per valutare l'efficacia del processo produttivo nell'ottenere prodotti di qualità metallurgica elevata. Il secondo obiettivo è l'identificazione della natura microstrutturale della componente primaria e secondaria, che non ha avuto esito definitivo con l'osservazione al microscopio ottico, dopo attacco NitAl 2. È importante ricordare che esistono diverse tipologie di prove di durezza e come i risultati ottenuti non siano comparabili tra loro. I confronti devono necessariamente essere condotti con dati relativi a prove di durezza e microdurezza uguali oppure rielaborati tramite tabelle di conversione.

5.3.1 Risultati durezza Vickers

I provini analizzati sono quelli identificati con i numeri 6, 14 e 17 e i risultati, ottenuti dalla media dalla cucitura di misure realizzata, sono inseriti in tabella 5.12. Come indicato nella sezione 4.5, si sono operate quindici indentazioni per le porzioni di superficie in corrispondenza del near top, del middle e del middle bottom e cinque in corrispondenza del top. In questa sezione si è rispettata la progettazione di figura 4.33 senza tenere conto della caratteristica microstrutturale coinvolta nell'indentazione.

Tabella 5.12 Correlazione velocità del fascio-durezza media in HV 0.3

Provino	Velocità (v)	Density Energy (E _D)	Durezza media
	[mm/s]	[J/mm ³]	HV 0.3
6	520.0	61.54	343.4
14	700.0	57.14	440.6
17	1000.0	50.00	454.3

Da un'analisi preliminare dei dati in tabella 5.12, si può osservare che il valore minimo riscontrato è di 343.4 HV 0.3 mentre il massimo è pari a 454.3 HV 0.3. Dai dati inseriti su Granta [33], software di selezione dei materiali, l'acciaio AISI H13 dopo trattamento termico,

rientra nell'intervallo di durezza comprese tra 380 e 580 HV. I campioni 14 e 17 sono inseribili nell'intervallo riportato, indicando qualità metallurgica appropriata anche dopo sola produzione tramite EBM. Il campione numero 6 invece possiede valore medio di durezza fuori intervallo, sottolineando la necessità di ulteriori trattamenti per raggiungere la qualità richiesta. È necessario ricordare come il provino in questione risultasse avere elevata percentuale di area ricoperta dalla componente secondaria della caratteristica microstrutturale e come non rientrasse, soprattutto nella zona del middle bottom, nell'andamento descritto dagli altri dati raccolti.

Risulta quindi utile correlare i valori medi di durezza con i parametri che definiscono le dimensioni della caratteristica microstrutturale. Quest'ultima manifesta un comportamento inversamente proporzionale rispetto alla durezza che assume un valore via via superiore con l'affinamento della microstruttura. Come già descritto nel paragrafo 5.2.2, tempo di permanenza in camera di lavoro e velocità di solidificazione influenzano maggiormente la taglia della caratteristica microstrutturale.

Iniziando dalla prima grandezza, si riporta l'attenzione alla figura 5.18 A che rappresenta l'evoluzione termica rispetto al tempo di produzione delle tre serie di provini caratterizzati. È quindi immediato associare questa grandezza alla durezza. Il campione 6, riconducendosi alla curva a 50 μm , presenta tempo di costruzione superiore con ingente aumento delle dimensioni delle caratteristiche microstrutturali presenti. Questa situazione giustifica la riduzione di durezza rispetto ai provini 14 e 17 che, essendo assimilati alle curve a 90 μm , presentano microstruttura più fine e valori di durezza superiore.

Tenendo invece in considerazione la velocità di solidificazione del pozzetto di fusione, un suo aumento comporta la formazione di una microstruttura più fine con un innalzamento generalizzato dei valori di durezza. Con queste informazioni, è quindi possibile correlare i valori di durezza ottenuti con quelli di velocità del fascio (v) che, come detto in precedenza, risulta direttamente proporzionale alla velocità di solidificazione. Questo andamento è effettivamente riscontrato tra i dati medi acquisiti e, come si vede in tabella 5.12, la massimizzazione della velocità del fascio elettronico (v) si risolve in un aumento di durezza globale del campione. Le due grandezze hanno quindi proporzionalità diretta, confermando la dipendenza dalla velocità di fusione e raffreddamento. Dallo studio pubblicato nel 2021 da Kahlert *et al* [51] è confermata la correlazione tra dimensione della caratteristica microstrutturale e durezza, con conseguente dipendenza da velocità di raffreddamento e del fascio elettronico (v). La dipendenza dalla velocità deve essere considerata a livello preliminare, indagini ulteriori sono da condurre sulla density energy (E_D) che meglio rappresenta la serie di provini caratterizzati.

Verificata in modo preliminare la dipendenza della durezza dalla microstruttura, risulta necessario indagare la stessa grandezza separatamente nelle zone di interesse del campione, per valutare l'eventuale dipendenza dalla direzione di costruzione. In tabella 5.13 si riportano i dati ottenuti dalla cucitura di prove di durezza. I valori sono stati mediati sulla serie di indentazioni fatte rispettivamente al middle bottom, middle, near top e top. Le deviazioni standard sono state calcolate tra i valori della cucitura di misure nelle diverse zone e la media della zona analizzata. Per una visione più intuitiva si riportano i dati di tabella 5.13 nel grafico di figura 5.26 con

deviazioni standard e interpolazione lineare dell'andamento. Questa rappresentazione sarà utile per identificare la dipendenza delle misure dalla direzione di costruzione, rispondendo così all'obiettivo della caratterizzazione.

Tabella 5.13 Risultati cucitura durezza sui provini 6, 14 e 17

Posizione z	Middle-Bottom	Middle	Near top	Top
[mm]	15.0	20.0	25.0	30.0
Campione 6 HV 0.3	289.8	354.5	385.8	515.9
σ	26.3	36.7	42.1	14.2
Campione 14 HV 0.3	412.6	457.3	451.8	517.3
σ	27.8	15.1	25.3	15.7
Campione 17 HV 0.3	438.2	457.6	467.1	471.6
σ	35.8	19.9	28.9	16.5

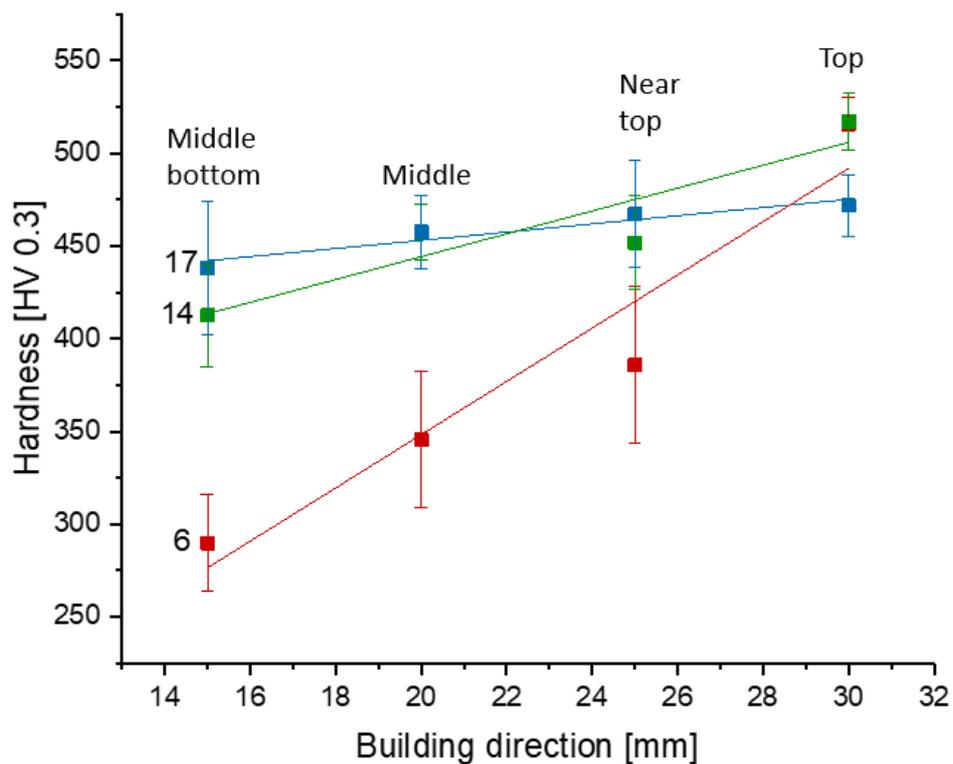


Figura 5.26 Risultati durezza-direzione di costruzione del campione numero 6, 14 e 17

In funzione della direzione di costruzione si osserva un aumento della durezza, passando dal middle bottom all'ultimo strato costruito (top), che ben si correla con la riduzione della percentuale di area ricoperta dalla componente secondaria, osservata nel capitolo 5.2. L'effetto del bilanciamento tra le due componenti rispetto alla durezza è confermato dalla pubblicazione di Kahler *et al* [51] che giustifica la crescita della durezza lungo l'asse di costruzione con la variazione percentuale delle due componenti identificate nel loro lavoro sperimentale. La tendenza dei tre provini allo stesso valore di durezza in corrispondenza dei 30 mm indica contestualmente una microstruttura equivalente della componente primaria che si genera nell'ultima fase costruttiva. La dipendenza della durezza dalla direzione di costruzione coinvolge quindi entrambe le componenti della caratteristica microstrutturale. Per validare le affermazioni indicate si sono svolte dieci microindentazioni rispettivamente sulla caratteristica microstrutturale primaria e secondaria in corrispondenza dei 15 mm dalla piattaforma di costruzione nella direzione di crescita. La componente primaria ha esibito un valore medio di durezza HV 0.1 di 535 ± 23 mentre quella secondaria 347 ± 37 . La differenza dei risultati ottenuti sulle singole porzioni microstrutturali conferma un aumento di durezza media al diminuire della componente secondaria, fenomeno che si osserva salendo lungo la direzione di costruzione.

5.3.2 Identificazione delle componenti microstrutturali

Dal quadro generale di durezza rilevate nelle diverse zone dei campioni 6, 14 e 17 e dalle prove di microindentazione sulle due componenti, è possibile fare ipotesi sull'identificazione della natura microstrutturale delle componenti primaria e secondaria. Partendo dai valori di durezza associati ai diagrammi CCT ("Continuous Cooling Temperature"), è possibile valutare le componenti microstrutturali presenti. Prima di continuare con la trattazione è necessario ricordare che non sono presenti in letteratura grafici del tipo CCT apposti per la valutazione microstrutturale di prodotti di fabbricazione additiva, si adottano quindi quelli legati ai trattamenti termici per fare valutazioni puramente preliminari che necessitano di ulteriori conferme sperimentali [51]. Le ipotesi sono quindi state condotte in relazione al diagramma CCT dell'acciaio AISI H13 presente in figura 5.27 [49] a cui sono associate curve di raffreddamento con la durezza HV globale del provino raggiunta al termine del raffreddamento.

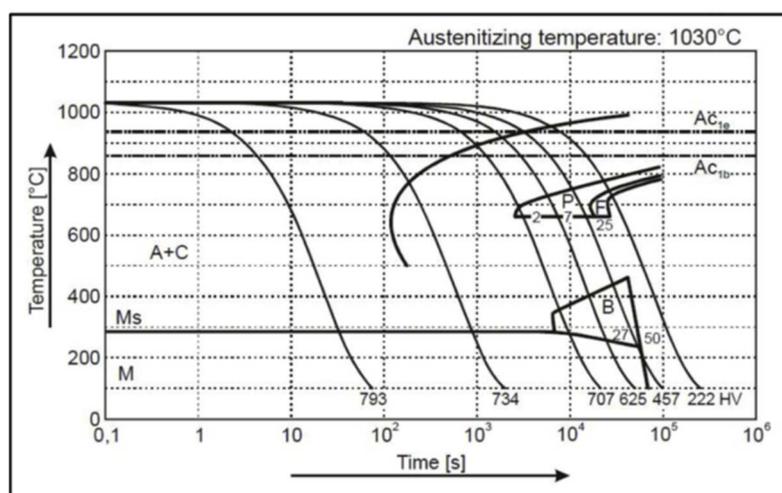


Figura 5.27 Diagramma CCT AISI H13 [49]

Si è quindi scelto di seguire la curva con valore di 457 HV, compatibile con la durezza media ottenuta per i provini 14 e 17 (tabella 5.12). Partendo da temperatura di 1000 °C e proseguendo verso l'asse positivo del tempo si osserva l'evoluzione microstrutturale che porta, a temperatura ambiente, a bainite e martensite. Inoltre, considerando i risultati di durezza ottenuti dalla microindentazione delle singole componenti, si può dedurre come quella primaria (535 ± 23 HV 0.1) risulti spostata verso il campo martensitico, mentre la secondaria (347 ± 37 HV 0.1) verso una microstruttura principalmente bainitica. Le affermazioni fatte sono da considerare puramente indicative, lo scenario termico infatti varia all'interno del provino in base alla posizione sull'asse z (di costruzione). Le porzioni più vicine al near top subiranno raffreddamento più rapido con spostamento della curva di raffreddamento verso la zona puramente martensitica, mentre le porzioni al middle bottom, che manifestano profili di raffreddamento meno severi, saranno più soggetti alla trasformazione bainitica. A favore delle affermazioni riportate si inseriscono le immagini acquisite al microscopio elettronico a scansione (SEM) delle due componenti microstrutturali. Le immagini sono state acquisite con elettroni secondari (SED) ad ingrandimenti differenti. Figura 5.28 rappresenta la componente primaria dopo sovrattacco, mentre figura 5.29 la componente secondaria.

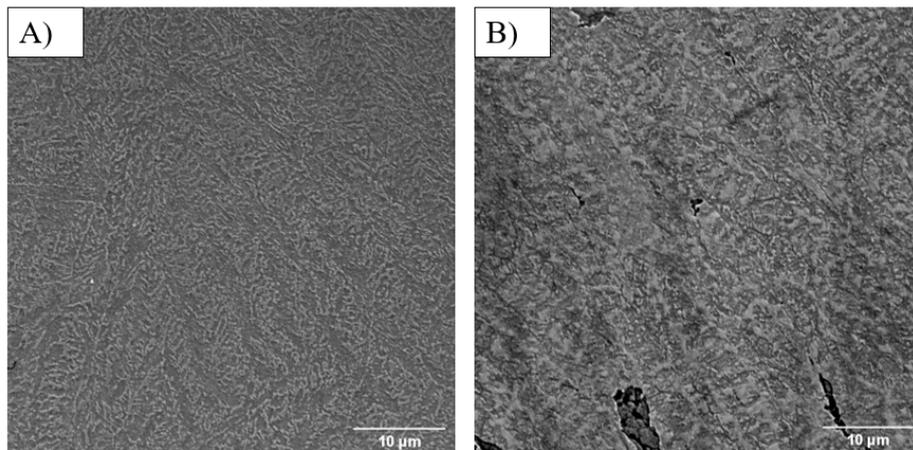


Figura 5.28 Immagini SEM componente primaria in zona A) middle bottom B) near top

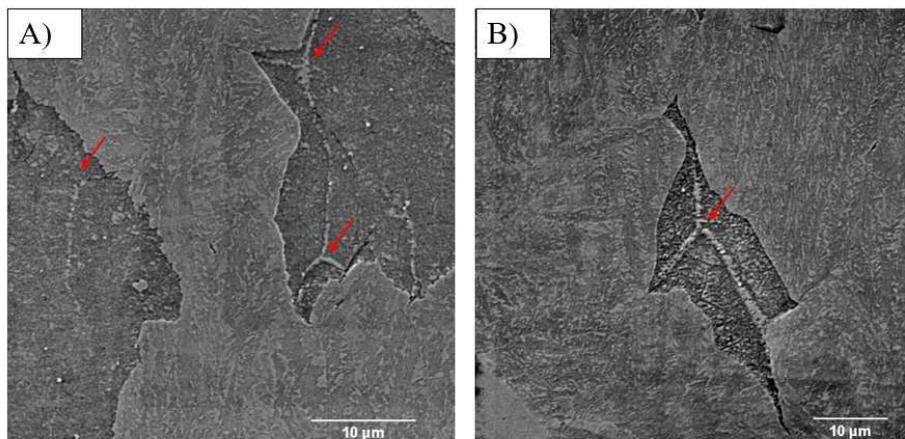


Figura 5.29 Immagini SEM componente primaria (chiara) e secondaria (scura)

Con l'analisi di figura 5.28 si rileva la zona aciculare della componente primaria con la formazione di dendriti sull'asse principale assimilabili alla struttura martensitica. Nella seconda serie di immagini (figura 5.29) si osserva la differenza di profondità raggiunta dalla componente secondaria rispetto a quella primaria validando la forte reattività della seconda alla soluzione NitAl 2. Si ricorda che gli elettroni secondari riportano in sfumature più chiare le porzioni di materia più vicine al rivelatore che interagiscono maggiormente con il fascio elettronico primario. Le immagini acquisite dopo attacco NitAl 2 non garantiscono la possibilità di identificare chiaramente la microstruttura bainitica e validare le ipotesi date dall'analisi dei diagrammi CCT. Da una ricerca in letteratura scientifica è però emerso che la bainite superiore risulti facilmente attaccabile chimicamente, lasciando zone scure ampie e con durezza inferiore rispetto al resto della struttura [1]. Questa affermazione, dopo ulteriori verifiche sperimentali, potrebbe confermare la presenza di bainite nei provini caratterizzati. Allo stato attuale dello studio del 27 provini caratterizzati non è risultato possibile verificare concretamente la natura microstrutturale delle due componenti, anche dopo un'osservazione ad alto ingrandimento con elettroni secondari. È però importante indicare come la componente secondaria sia originata intorno ai bordi di grano dell'austenite preesistente (freccia rossa) indicando una possibile trasformazione avvenuta dopo segregazione di elementi in lega. La tesi può essere sostenuta dalla presenza di punti di colore bianco, sopraelevati rispetto al piano della fase secondaria, assimilabili a carburi di cromo, molibdeno o vanadio.

Come si già detto più volte, la fase di identificazione e comprensione dell'evoluzione delle componenti microstrutturali è complessa e sono necessari ulteriori caratterizzazioni per avere informazioni sicure e definitive. Queste indagini saranno oggetto di studi successivi sull'argomento.

6. Conclusioni

Il lavoro di tesi trattato in questo elaborato descrive le attività sperimentali ed i risultati ottenuti dalla caratterizzazione dell'acciaio AISI H13 prodotto via Electron Beam Melting (EBM). L'obiettivo principale perseguito riguarda lo studio di porosità e microstruttura con l'identificazione della finestra dei parametri di processo ottimale per la produzione di campioni con densità superiore al 98%.

In base ai risultati ottenuti e discussi in questo lavoro di tesi si ritiene possibile la costruzione efficiente di provini in acciaio AISI H13 in tutto l'intervallo di parametri di processo indagati. In risposta all'obiettivo dell'elaborato è stata ristretta la finestra di accettabilità in modo tale che stabilizzasse i risultati ottenuti garantendo maggiore affidabilità nella produzione.

Il lavoro di ottimizzazione è stato eseguito sui risultati di porosità ottenuti dall'analisi delle immagini, tramite software ImageJ, acquisite al microscopio ottico. Nella scelta degli intervalli ottimali, si è ritenuto necessario ricercare le situazioni che garantissero risultati conformi all'obiettivo prefissato ma, al contempo, assicurassero un risparmio in termini di risorse e tempistiche per avvicinarsi alla visione industriale del problema. Con queste premesse si sono studiate le dipendenze dei risultati di porosità rispetto ai parametri di processo *diretti* ed indiretti principali: *spessore dello strato del letto di polvere* (Δs) (valori indagati 50 μm e 90 μm), velocità del fascio elettronico (v) (intervallo indagato 373.33 mm/s 1100.00 mm/s) e density energy (E_D) (intervallo indagato tra 96.00 J/mm³ e 33.33 J/mm³) calcolata dalla combinazione delle due grandezze precedenti con il *Line offset* (LO) impostato nella strategia di scansione. Si sono inizialmente valutate le relazioni tra i dati di porosità ottenuti e i parametri di processo indagati. Come ci si aspettava da preliminari ricerche bibliografiche, un aumento di *spessore dello strato* (Δs) e velocità del fascio (v) deprimono l'efficacia della fusione localizzata aumentando le possibilità di ottenere difetti nel prodotto finale. Stesso effetto ha una diminuzione della density energy (E_D) che limita l'apporto energetico sul letto di polvere riducendone l'efficienza dello scambio. La scelta dello *spessore dello strato* (Δs) ottimale è stata dettata dalla necessità di limitare i tempi di costruzione, risultati aderenti agli obiettivi del lavoro di tesi trattato sono stati ottenuti lavorando con Δs pari a 90 μm , decrementando notevolmente i tempi di realizzazione del singolo provino. L'identificazione dell'intervallo ottimale di velocità del fascio elettronico (v) e density energy (E_D) è stata dettata invece dall'analisi degli andamenti di porosità rispetto alle due grandezze. In entrambi i casi si sono scelti i valori che garantissero una distribuzione definita dei dati escludendo le porzioni più disperse. Con questa linea operativa, l'intervallo di velocità del fascio (v) è stato ridotto tra 373.33 mm/s e 800 mm/s e la density energy tra i 50 J/mm³ ed i 96 J/mm³. La definizione del provino, delle serie caratterizzate, costruito nelle condizioni ottimali è stata eseguita tenendo in considerazione il tempo di costruzione dei singoli campioni. La contemporanea minimizzazione della porosità e del tempo di costruzione è stata osservata nel campione numero 14. Il suo valore di densità si attesta a 99.96% a fronte dell'utilizzo di parametri di processo nella porzione ottimizzata degli intervalli identificati precedentemente ($\Delta s=90 \mu\text{m}$, $v=700 \text{ mm/s}$ e $E_D=57.41 \text{ J/mm}^3$).

L'indagine microstrutturale ha invece parzialmente risposto agli obiettivi di quantificazione ed identificazione delle caratteristiche microstrutturali rilevate. La prima indagine qualitativa sulle acquisizioni, dopo attacco NitAl 2, ha rivelato la presenza di due componenti della caratteristica microstrutturale. La prima più abbondante e lievemente attaccabile dalla soluzione acido alcolica, la seconda di colore scuro con dimensioni più contenute la cui morfologia appare prevalentemente allungata in direzione di costruzione. La prima quantificazione ha evidenziato una possibile correlazione della caratteristica microstrutturale primaria con lo *spessore dello strato* (Δs). L'alternanza della zona colonnare con quella globulare segue un andamento stratiforme con la prima che si sviluppa con altezze paragonabili al Δs impiegato nella costruzione. L'analisi quantitativa della componente secondaria ha rivelato una dipendenza forte dal tempo di costruzione e permanenza in camera di lavoro. I provini sottoposti per più tempo all'atmosfera calda della camera di costruzione sviluppano maggiormente questa caratteristica con estensione superiore in termini di area percentuale e diametri. L'indagine della componente secondaria ha ancora rivelato una correlazione con la direzione di costruzione, le sezioni al middle bottom manifestano massiccia presenza di componente secondaria mentre le porzioni al near top quasi esclusivamente componente primaria. Anche questo scenario si può spiegare con l'evoluzione termica del campione in camera di costruzione. Le zone costruite in precedenza, come il middle bottom, saranno soggette per più tempo a temperature elevate favorendo la formazione e crescita della componente secondaria. In ultima battuta si è osservata una possibile correlazione delle dimensioni della componente secondaria dal tempo di solidificazione, facilmente relazionabile con la velocità del fascio elettronico (v) e alla density energy (E_D). Si è osservato come un aumento del primo parametro, e una diminuzione del secondo, massimizzano la solidificazione del pozzetto di fusione lasciando una microstruttura più fine della componente secondaria.

Le prove di durezza Vickers sono state realizzate nel tentativo di rispondere all'obiettivo di identificazione delle caratteristiche microstrutturali e dare una prima caratterizzazione meccanica dei provini in AISI H13. Dai risultati si è osservato che i campioni costruiti con *spessore dello strato* pari a 90 μm manifestano valori globali di durezza nell'intervallo di accettabilità definito dal software Granta, indicando buona qualità metallurgica. Si è inoltre identificata una possibile dipendenza del valore di durezza dalla direzione di costruzione e dalla distribuzione relativa di componente primaria e secondaria. Con l'avvicinarsi al top del campione e lo sbilanciamento della caratteristica microstrutturale verso la componente primaria, si è osservata una crescita del valore complessivo di durezza. La prova Vickers ha ancora permesso di dare un'indicazione preliminare sull'identificazione delle caratteristiche microstrutturali. Dal confronto dei valori medi ottenuti e le curve di raffreddamento dei diagrammi CCT convenzionali, si è ipotizzata un'associazione della componente primaria con martensite e della secondaria con bainite. Queste affermazioni richiedono necessariamente ulteriori accertamenti che saranno oggetto di studi successivi.

Appendice 1

Tabella_A1 1 Risultati area percentuale, diametro su z e x ed aspect ratio con relative deviazioni standard (σ) nella regione near top dei campioni

Provino	Area NT	σ	Dz NT	σ	Dx NT	σ	Aspect ratio (AR)	σ
	[%]		[μm]		[μm]			
1	7.82	1.01	18.00	0.73	8.60	0.24	2.09	0.08
2	6.18	0.81	19.19	0.63	9.25	0.42	2.07	
3	16.01	3.76	24.39	1.78	11.20	0.32	2.18	
4	12.56	2.56	22.21	1.31	10.63	0.78	2.09	
5	21.53	2.71	25.96	1.10	11.83	0.66	2.19	
6	29.96	2.75	30.46	1.38	12.72	0.45	2.39	
8	46.51	3.16	26.98	4.43	12.24	1.82	2.20	
9	42.95	3.80	35.67	4.51	16.25	2.17	2.19	
10	2.62	0.85	13.38	1.87	6.32	0.95	2.12	
11	1.37	1.14	10.78	3.16	5.06	1.35	2.13	
12	0.36	0.19	8.66	1.53	4.04	0.40	2.15	
14	3.20	1.59	14.24	2.11	6.41	0.80	2.22	
15	0.85	0.24	11.17	0.90	5.26	0.43	2.12	
16	7.07	2.92	14.56	2.23	6.48	0.95	2.25	
17	4.26	1.06	12.67	1.38	6.04	0.72	2.10	
18	7.44	2.25	15.39	1.95	6.86	0.65	2.24	
19	5.45	1.67	13.43	1.13	6.21	0.45	2.16	
20	4.47	1.40	15.34	1.08	6.65	0.39	2.31	
22	5.73	3.13	13.26	1.89	5.99	0.82	2.21	
24	7.08	1.69	15.51	0.50	7.27	0.34	2.13	

Tabella_A1 2 Risultati area percentuale, diametro su z e x ed aspect ratio con relative deviazioni standard (σ) nella regione middle bottom dei campioni

Provino	Area MB	σ	Dz MB	σ	Dx MB	σ	Aspect ratio (AR)	σ
	[%]		[μm]		[μm]			
1	30.59	3.50	30.14	1.63	13.27	0.75	2.27	0.23
2	21.53	3.52	26.78	2.28	12.60	1.00	2.12	
3	41.35	11.52	30.81	1.46	14.07	0.85	2.19	
4	38.90	5.49	34.14	3.27	15.54	0.86	2.20	
5	46.62	3.25	29.74	3.78	13.11	1.28	2.27	
6	57.92	1.89	41.79	7.67	21.89	6.03	1.91	
8	66.20	5.52	49.77	10.44	28.49	8.01	1.75	
9	66.07	1.64	50.67	15.86	37.06	14.84	1.37	
10	16.22	6.68	21.02	3.06	9.39	1.17	2.24	
11	2.32	1.25	13.28	2.41	6.52	1.21	2.04	
12	5.05	1.02	13.42	1.90	6.53	0.81	2.06	
14	16.10	12.37	18.55	3.35	8.61	1.49	2.15	
15	18.34	17.02	20.81	5.75	8.86	2.19	2.35	
16	7.63	2.03	16.39	1.66	7.25	0.56	2.26	
17	14.84	2.39	16.68	0.21	7.76	0.01	2.15	
18	14.68	2.61	18.08	1.91	8.09	0.73	2.23	
19	19.37	12.37	20.61	3.39	9.25	1.43	2.23	
20	8.45	17.02	17.40	4.16	7.53	1.94	2.31	
22	19.18	2.03	20.02	3.58	8.64	1.08	2.32	
24	17.09	1.09	21.86	0.81	9.90	0.29	2.21	

Riferimenti Bibliografici

- [1] G. Roberts, G. Krauss e R. Kennedy, *Tool Steel* (5th edition), ASM International, 1998.
- [2] M. S. Shinde e K. M. Ashtankar, «Additive manufacturing-assisted conformal cooling channels in mold manufacturing processes,» *Advances in Mechanical Engineering*, vol. 9, pp. 1-14, 2017.
- [3] K. Kurtulus, A. Bolatturk, A. Coskun e B. Gürel, «An experimental investigation of the cooling and heating performance of a gravity die casting mold with conformal cooling channels,» *Applied thermal engineering*, vol. 194, 2021.
- [4] P. Hu, B. He e L. Ying, «Numerical investigation on cooling performance of hot stamping tool with various channel designs,» *Applied thermal engineering*, vol. 96, pp. 338-351, 2016.
- [5] S. A. M. Tofail, E. P. Koumoulos, A. Bandyopadhyay, S. Bose, L. O'Donoghue e C. Charitidis, «Additive manufacturing: scientific and technological challenges, market uptake and opportunities,» *Materials Today*, vol. 21, n. 1, 2018.
- [6] L. Iuliano, «Materiale didattico "Tecnologie di fabbricazione additiva",» Facoltà di Ingegneria dei materiali, Politecnico di Torino, a.a. 2020/2021.
- [7] T. Wohlers e T. Gornet, «History of additive manufacturing,» WOHLER ASSOCIATES, INC, 2016.
- [8] Rahito, D. A. Wahab e A. A. H, «Additive Manufacturing for Repair and Restoration in Remanufacturing: An Overview from Object Design and Systems Perspectives,» *Processes*, vol. 7, n. 802, pp. 1-22, 2019.
- [9] L. E. Murr, «A Metallographic Review of 3D Printing/Additive Manufacturing of Metal and Alloy Products and Components,» *Metallography, Microstructure, and Analysis*, n. 7, pp. 103-132, 2018.
- [10] T. Pereira, J. V. Kennedy e J. Potgieter, «A comparison of traditional manufacturing vs additive manufacturing, the best method for the job,» *Procedia Manufacturing*, n. 30, pp. 11-18, 2019.
- [11] B. P. Conner, G. P. Manogharan, A. N. Martof, L. M. Rodomsky, C. M. Rodomsky, D. C. Jordan e J. W. Limperos, «Making sense of 3-D printing: Creating a map of additive manufacturing products and services,» *Additive Manufacturing*, vol. 1, n. 4, pp. 64-76, 2014.
- [12] «GE Additive,» [Online]. Available: <https://www.ge.com>.

- [13] M. Pavese, *Materiale del corso di "Scienze e tecnologie dei materiali funzionali"*, Politecnico di Torino: Facoltà di Ingegneria dei Materiali, a.a. 2019/2020.
- [14] M. Galati e L. Iuliano, «A literature review of powder-based electron beam melting focusing on numerical simulations,» *Additive Manufacturing*, n. 19, pp. 1-20, 2018.
- [15] S. M. Gaytan, L. E. Murr, F. Medina, E. Martinez, M. I. Lopez e W. R. B, «Advanced metal powder based manufacturing of complex components by electron beam melting,» *Materials Technology*, vol. 24, n. 3, pp. 180-190, 2009.
- [16] D. Cormier, O. Harryson e H. West, «Characterization of H13 steel produced via electron beam melting,» *Rapid Prototyping Journal*, vol. 10, n. 1, pp. 35-41, 2004.
- [17] B. Cheng, S. Price, X. Gong, J. Lydon, K. Cooper e K. Chou, «Speed Function Effects in Electron Beam Additive Manufacturing,» in *Proceedings of the ASME 2014 International Mechanical Engineering Congress and Exposition, IMECE2014*, Montreal, Quebec, Canada, 2014.
- [18] L. A. Al-Juboori, T. Niendorf e F. Brenne, «On the Tensile Properties of Inconel 718 Fabricated by EBM for As-Built and Heat-Treated Components,» *METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS B*, vol. 49B, pp. 2969-2974, 2018.
- [19] M. F. Zäh, S. Lutzmann, M. Kahnert e F. Walchshäusl, «Determination of Process Parameters for Electron Beam Sintering (EBS),» Hannover, 2008.
- [20] C. Körner, E. Attar e P. Heintl, «Mesoscopic simulation of selective beam melting processes,» *Journal of Materials Processing Technology*, n. 211, pp. 978-987, 2011.
- [21] R. Ammera, M. Markl, U. Ljungblad, C. Körner e U. Rüde, «Simulating fast electron beam melting with a parallel thermal free surface lattice Boltzmann method,» *Computers and Mathematics with Applications*, n. 67, pp. 318-330, 2014.
- [22] C. Smith, F. Derguti, E. Hernandez Nava, M. Thomas, S. Thammawilliams, S. Gulizia, D. Fraser e I. Todd, «Dimensional accuracy of Electron Beam Melting (EBM) additivemanufacture with regard to weight optimized truss structures,» *Journal of Materials Processing Technology*, n. 229, pp. 128-138, 2016.
- [23] J. Milberg e M. Sigl, «Electron beam sintering of metal powder,» *Production Engineering: Research & Development*, n. 2, pp. 117-122, 2008.
- [24] J. Schwerdtfeger e C. Körner, «Selective electron beam melting of Tie48Ale2Nbe2Cr: Microstructure and aluminium loss,» *Intermetallics*, n. 49, pp. 29-35, 2014.
- [25] H. Gong, K. Rafi, T. Starr e B. Stucker, «The Effects of Processing Parameters on Defect Regularity in Ti-6Al-4V Parts Fabricated By Selective Laser Melting and Electron Beam Melting,» ResearchGate, Louisville, 2013.
- [26] T. R. Mahale, «Electron Beam Melting of Advanced Materials and Structures, Mass Customization, Mass Personalization,» Raleigh, North Carolina, 2009.

- [27] T. Nakano e T. Ishimoto, «Powder-based Additive Manufacturing for Development of Tailor-made Implants for Orthopedic Applications,» *KONA Powder and Particle Journal*, n. 32, pp. 75-84, 2015.
- [28] A. Sola e A. Nouri, «Microstructural porosity in additive manufacturing: The formation and detection of pores in metal parts fabricated by powder bed fusion,» *Journal of advanced manufacturing and processing*, pp. 1-21, 2019.
- [29] M. Larsson, «Rapid Manufacturing with Electron Beam Melting (EBM) - A manufacturing revolution?,» Arcam AB.
- [30] M. Actis Grande, *Materiali didattico del corso "Metal forming technologies"*, Politecnico di Torino: Facoltà di Ingegneria dei Materiali, a.a. 2020/2021.
- [31] M. Rosso, «Materiale didattico "Materiali metallici",» Facoltà di Ingegneria dei Materiali, Politecnico di Torino, a.a. 2018/2019.
- [32] D. Ugues, «Materiale didattico "Impianti metallurgici",» Facoltà di Ingegneria dei materiali, Politecnico di Torino, a.a. 2019-2020.
- [33] Ansys (CES), *Granta EduPack*, Software for Materials Education.
- [34] R. Ding, H. Yang, S. Li, G. Hu, J. Mo, M. Chu, S. Paddea, S. Zhang, P. Zhang, Z. Liu e J. Wei, «Failure analysis of H13 steel die for high pressure die casting Al alloy,» *Engineering Failure Analysis*, n. 124, pp. 105-330, 2021.
- [35] Treccani, *Enciclopedia Online*.
- [36] Lucchini RS. [Online]. Available: <https://lucchinirs.com/>. [Consultato il giorno 04 luglio 2021].
- [37] B. J. Beddoes M.J., *Principles of Metal Manufacturing Processes*, Eastbourne: Elsevier, 2003.
- [38] M. P. Groover, *Fundamentals of Modern Manufacturing*, Wiley, 2010.
- [39] I. Zeynep Yildirim e M. Prezzi, «Chemical, Mineralogical and Morphological Properties of Steel Slag,» *Advances in Civil Engineering*, vol. 2011, 2015.
- [40] S. Wang, H. Li, Y. Zhang e Z. Zou, «An Integrated Methodology for Rule Extraction from ELM-Based Vacuum Tank Degasser Multiclassifier for Decision-Making,» *Energies*, vol. 12, n. 3535, 2019.
- [41] S. Gialanella e A. Malandrucolo, *Aerospace Alloys*, Springer, 2019.
- [42] Italtipres, [Online]. Available: <https://www.italtipres.it/>. [Consultato il giorno 05 08 2021].
- [43] N. Mohd Abbas, D. G. Solomon e M. Faud Bahari, «A review on current research trends in electrical discharge machining (EDM),» *International Journal of Machine Tools & Manufacture*, n. 47, pp. 1214-1228, 2007.

- [44] F. Klocke, K. Arntz, M. Teli, K. Winands, M. Wegener e S. Olinari, «State-of-the-art Laser Additive Manufacturing for Hot-work Tool Steels,» *Procedia CIRP*, n. 63, pp. 58-63, 2017.
- [45] SLM-Solutions, [Online]. Available: <https://www.slm-solutions.com/>. [Consultato il giorno 05 agosto 2021].
- [46] OPTOMECH, [Online]. Available: <https://optomech.com/>. [Consultato il giorno 05 agosto 2021].
- [47] J. Wang, S. Liu, Y. Fang e Z. He, «A short review on selective laser melting of H13 steel,» *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, n. 108, pp. 2453-2466, 2020.
- [48] D. D. Gu, W. Meiners, K. Wissenbach e R. Poprawe, «Laser additive manufacturing of metallic components: materials, processes and mechanisms,» *International Materials Reviews*, vol. 57, n. 3, pp. 133-164, 2012.
- [49] Y. Ali, P. Henckell, J. Hildebrand, J. Reimann, J. P. Bergmann e S. Barnikol-Oettler, «Wire arc additive manufacturing of hot work tool steel with CMT process,» *Journal of Materials Processing Tech.*, n. 269, pp. 109-116, 2019.
- [50] M. F. V. T. Pereira, M. Williams e W. B. du Preez, «Application of laser additive manufacturing to produce dies for alluminum high perssure die casting,» *South African Journal of Industrial Engineering*, vol. 23, n. 2, pp. 147-158, 2012.
- [51] M. Kahlert, F. Brenne, V. Malte e T. Niendorf, «Influence of Microstructure and Defects on Mechanical Properties of AISI H13 Manufactured by Electron Beam Powder Bed Fusion,» *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2021.
- [52] L. M. Sochalski-Kolbus, E. A. Payzant, P. A. Cornwell, T. R. Watkins, S. S. Babu, R. R. Dehoff, M. Lorenz, O. Ovchinnikova e D. Duty, «Comparison of Residual Stresses in Inconel 718 Simple Parts Made by Electron Beam Melting and Direct Laser Metal Sintering,» *Metallurgical and materials transictions A*, vol. 46A, pp. 1419-1432, 2015.
- [53] M. Yonehara, T.-T. Ikeshoji, T. Nagahama, T. Mizoguchi, M. Tano, T. Yoshimi e H. Kyogoku, «Parameter optimization of the high-power laser powder bed fusion process for H13 tool steel,» *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, n. 110, pp. 427-437, 2020.
- [54] Thermo Fisehert Scinetific, [Online]. Available: <https://www.thermofisher.com/>. [Consultato il giorno 01 09 2021].
- [55] T. Kurzynowski, M. Madeja, R. Dziedzic e K. Kobiela, «The Effect of EBM Process Parameters on Porosity and Microstructure of Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe Alloy,» *Scanning*, vol. 2019, pp. 1-12, 2019.

[56] K. Pereira, L. E. Murr, S. M. Gaytan, E. Martinez, F. Medina e R. B. Wicker, «Effect of Melt Scan Rate on Microstructure and Macrostructure for Electron Beam Melting of Ti-6Al-4V,» *Materials Sciences and Applications*, n. 3, pp. 259-264, 2012.