

POLITECNICO DI TORINO

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Aerospaziale

Tesi di Laurea Magistrale

Analisi degli effetti microstrutturali dell'aggiunta di Stronzio in campioni di leghe di Alluminio prodotti per SLM



Politecnico di Torino

Relatori

Prof.ssa Mariangela Lombardi
Dott. Fabrizio Marinucci

Candidato

Samuele Di Sturco

ANNO ACCADEMICO 2021 – 2022

INDICE

CAPITOLO 1 INTRODUZIONE.....	1
CAPITOLO 2 STATO DELL'ARTE.....	3
2.1 Tecniche di produzione di polveri per Additive Manufacturing	3
2.1.1 Atomizzazione a gas	4
2.1.2 Effetti delle proprietà delle polveri sui componenti L – PBF.....	6
2.2 Vantaggi e svantaggi delle tecniche di Additive Manufacturing.....	8
2.3 Principali settori d'impiego delle tecniche di Additive Manufacturing	10
2.4 Materiali per l'Additive Manufacturing	11
2.4.1 Metalli e leghe	11
2.5 Principali tecnologie di Additive Manufacturing	12
2.6 Laser – Powder Bed Fusion (L – PBF).....	14
2.7 Parametri che influenzano il processo di Laser – Powder Bed Fusion.....	16
2.8 Effetti dei parametri di processo sui componenti L – PBF.....	17
2.9 Difetti metallurgici derivanti dal processo di Laser – Powder Bed Fusion	21
2.10 Electron Beam – Powder Bed Fusion (EB – PBF).....	22
2.11 Leghe di alluminio (Al)	23
2.12 Leghe AlSi10Mg.....	26
2.13 Microstruttura delle leghe AlSi10Mg	28
2.14 Proprietà meccaniche delle leghe AlSi10Mg.....	32
2.15 Rafforzamento delle leghe AlSi10Mg con trattamento termico	33
2.16 Rafforzamento delle leghe di Alluminio con altri elementi	35
2.16.1 Rafforzamento delle leghe di alluminio con aggiunta di stronzio	37
CAPITOLO 3 METODI APPLICATI E MATERIALI UTILIZZATI	39
3.1 Produzione dei campioni	39
3.2 Preparazione metallografica	41
3.2.1 Taglio dei campioni	41
3.2.2. Lucidatura	43
3.2.3 Inglobatura	45

3.3 Analisi delle porosità	46
3.3.1 Acquisizione delle immagini	46
3.3.2 Analisi Software	48
3.4 Prove di micro-durezza	48
3.5 Attacco acido	52
3.5 Scanning Electron Microscope (SEM)	52
3.6 Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM)	56
3.7 Analisi XRD	57
CAPITOLO 4 RISULTATI SPERIMENTALI	61
4.1 Analisi della porosità media	61
4.2 Analisi sulla micro-durezza	70
4.3 Analisi della microstruttura	72
4.4 Risultati ottenuti mediante SEM.....	76
4.5 Risultati ottenuti mediante FESEM	91
4.6 Analisi XRD.....	95
CAPITOLO 5 CONCLUSIONI.....	98
BIBLIOGRAFIA	100

CAPITOLO 1

INTRODUZIONE

Al giorno d'oggi, una delle tecniche in maggiore crescita e ascesa di produzione e realizzazione di pezzi, componenti e/o parti di essi è, senza ombra di dubbio, l'*Additive Manufacturing*. L'*Additive Manufacturing* (AM), o *Fabbricazione Additiva*, è un processo industriale impiegato per fabbricare oggetti partendo da modelli 3D computerizzati, aggiungendo uno strato sopra l'altro, in opposizione alle metodologie tradizionali di produzione sottrattiva (fresatrici o torni), che partono da un blocco di materia prima dal quale viene rimosso via via del materiale, per ottenere la geometria finale. Sotto l'etichettatura AM, in realtà, rientrano tutta una nuova serie di tecniche di creazione di componenti come: la stereolitografia, la Fused Deposition Modeling (FDM), la Selective Laser Sintering e molte altre ancora.

Nel corso degli ultimi decenni, l'*Additive Manufacturing* ha trovato (e sta trovando tutt'ora) nuovi settori in cui questa tecnica è sempre più utilizzata, diffusa e richiesta con i relativi mercati in rapida crescita e sempre più profittevoli. Nello specifico, al giorno d'oggi, tra i principali settori in cui i componenti e/o parti di essi prodotti con AM sono diventati una cosa comune. Troviamo, in testa, il settore aerospaziale e quello biomedicale. Tuttavia, come si è accennato, nuovi mercati si stanno affacciando e stanno sfruttando queste tecniche e nuove conoscenze realizzative, pertanto non sorprende se, prodotti creati strato su strato con tecniche di AM, si inizino a trovare anche nei settori più diversificati e distanti tra loro quali quello meccanico, automobilistico, edile e perfino in quello artistico.

La ragione per cui tecniche di realizzazione mediante AM siano ad oggi così diffuse e richieste è presto detto; tra i principali vantaggi sono infatti da segnalare:

- la produzione di geometrie complesse con alta precisione;
- ridotti sprechi di materiale;
- elevata possibilità di personalizzazione del componente prodotto;
- costi di produzione ridotti.

La scelta dei materiali che si possono utilizzare con l'AM è limitata, infatti, ad oggi, si possono realizzare prodotti soltanto con una selezione ben precisa di materiali quali: materiali metallici, polimerici, compositi, ceramici e perfino con il calcestruzzo.

In questo contesto, il presente lavoro di Tesi si è pertanto concentrato sullo studio di campioni di materiali metallici realizzati con la tecnica di AM nota come *Laser – Powder Bed Fusion* (L – PBF). Tali campioni sono stati creati partendo da polveri a base di alluminio (uno dei materiali maggiormente utilizzati nel settore aerospaziale) prodotte mediante gas atomizzazione. Utilizzare l'alluminio come elemento per fabbricare un componente, permette di realizzare pezzi estremamente leggeri e con buone proprietà meccaniche e termiche. Nello specifico, sono state studiate tre

differenti tipologie di leghe e a due di esse è stato aggiunto del silicio e del magnesio. L'aggiunta del silicio permette di fluidificare la lega, abbassando il punto di fusione e rendendo la lega più processabile mediante AM, mentre l'aggiunta di magnesio porta ad un ulteriore miglioramento delle caratteristiche meccaniche del materiale in quanto promuove la formazione di precipitati rinforzanti

Nello specifico, le tre leghe analizzate sono state:

- AlSr;
- AlSi10Mg + AlSr;
- AlSi10Mg + AlSr + 304L.

Come si può notare, tutte le composizioni proposte hanno previsto stronzio (un metallo alcalino – terroso) in quanto, l'obiettivo del presente lavoro di Tesi è stato quello di definire quali effetti avrebbe potuto avere l'aggiunto di stronzio sulle proprietà finali dei componenti.

Il lavoro di Tesi è quindi così organizzato:

- nel Capitolo 2 sono riportate un'introduzione alle varie tecniche di produzione delle polveri per AM nonché un elenco delle principali tecnologie di Fabbricazione Additive. Vengono inoltre descritti i principali settori di impiego di queste tecnologie e i principali materiali ad oggi utilizzati. Ci si soffermerà infine sulle leghe di alluminio e sull'AlSi10Mg che sono quelle studiate e analizzate;
- nel Capitolo 3 verranno descritti i metodi del processo sperimentale adottato e la strumentazione di laboratorio utilizzata che hanno portato all'ottenimento dei vari risultati;
- nel Capitolo 4 verranno presentati i risultati ottenuti;
- nel Capitolo 5 si trarranno le dovute conclusioni.

CAPITOLO 2

STATO DELL'ARTE

Tutti i campioni presi in esame per le varie analisi di questo lavoro di Tesi sono stati creati mediante la tecnica di *AM* di Laser – Powder Bed Fusion (L – PBF) utilizzando polveri sferiche derivanti da un processo di realizzazione di tali polveri mediante un atomizzatore a gas. Le polveri utilizzate sono di materiali metallici e posseggono determinate caratteristiche e proprietà. I provini sono tutti basati su leghe di alluminio (Al) e, in particolar modo, è stata utilizzata la lega AlSi10Mg (quantomeno per la creazione di due dei tre lotti realizzati) ampiamente diffusa nei processi di AM.

Per tali regioni, in questo capitolo, verranno introdotti i concetti di carattere generale relativi allo stato dell'arte delle tecnologie di AM. In più, si andrà a parlare di tutti i vari aspetti ad esse collegati. In particolare, saranno presentate nozioni inerenti la produzione delle polveri necessarie per la realizzazione dei provini (con particolare attenzione alla gas atomizzazione), le varie tecniche di AM (con un focus sulla tecnologia L – PBF), si parlerà dei vari campi applicativi in cui si sono maggiormente diffuse le tecniche di AM e si discuterà dei vantaggi nel loro utilizzo. Infine, nella sezione conclusiva del capitolo, si indicheranno i principali materiali per la fabbricazione additiva con un approfondimento sulle leghe AlSi10Mg utilizzate nel processo, quindi la microstruttura ottenuta.

2.1 Tecniche di produzione di polveri per Additive Manufacturing

Da quando le tecniche e gli strumenti di AM hanno iniziato a nascere e a diffondersi, di fondamentale importanza è stata la realizzazione e la produzione delle polveri impiegate nei vari processi di AM.

Un componente realizzato con specifiche tecniche di AM si origina dalla stesura di un letto di polveri formato da strati sovrapposti delle suddette polveri finemente distribuite. L'uniformità di questi strati può influenzare le proprietà del componente finale e il modo in cui una polvere si sparge durante il processo di realizzazione del componente dipende dalle proprietà delle polveri usate. Le proprietà delle polveri metalliche variano ampiamente a seconda del metodo di atomizzazione utilizzato e delle condizioni del processo di fabbricazione.

Inoltre, la ricerca ha dimostrato che i costi della polvere di metallo saranno la più grande spesa continua per tutta la vita di una macchina per AM soprattutto se comparato con il costo delle materie prime impiegate nei processi tradizionali. Le cause principali dell'aumento del costo delle polveri sono da ricercare soprattutto nella difficoltà del loro processo produttivo e realizzativo e nella scarsa presenza di produttori di polveri all'interno del panorama mondiale [1].

La produzione di polvere metallica per AM consiste generalmente in tre fasi principali: in breve, la prima fase prevede l'estrazione di minerale per formare un prodotto metallico puro o in lega (lingotto, billetta e filo) appropriato per la produzione di polvere; la seconda fase è la produzione della polvere e la fase finale consiste nella classificazione e nella validazione. La catena di approvvigionamento del prelievo del minerale e dell'estrazione di un metallo è ben consolidata e fornisce una vasta gamma di metalli puri e leghe specifiche ai mercati globali. Una volta che un lingotto del metallo o della lega è stato formato, possono essere necessarie numerose fasi di lavorazione aggiuntive per rendere la materia prima adatta per il processo di produzione scelto. Una volta ottenuta la prima forma di lavorazione, sono disponibili numerosi metodi per produrre polveri metalliche: riduzione dello stato solido, elettrolisi, vari processi chimici, atomizzazione e macinazione. Storicamente, l'atomizzazione è stata identificata come il modo migliore per formare polveri metalliche per AM grazie alle proprietà geometriche della polvere che produce. Nessuno dei percorsi di produzione della polvere produce effettivamente una resa in polvere del 100 % nelle frazioni dimensionali richieste. È quindi necessario un po' di post – elaborazione. Come minimo, la polvere metallica così prodotta deve essere classificata in una distribuzione granulometrica ben definita adatta al processo richiesto: tipicamente 15 – 45 μm per L – PBF e 45 – 106 μm per Electron Beam Melting (EBM) [1].

Con l'obiettivo di migliorare la qualità delle polveri e ridurre il costo, sono state sviluppate numerose soluzioni produttive:

- atomizzazione ad acqua;
- atomizzazione a gas;
- atomizzazione al plasma;
- atomizzazione centrifuga;
- processo Armstrong;
- processo Idruro – Deidruro [2].

Nel presente lavoro di tesi, dei sei processi appena menzionati, in particolar modo, si è posto il focus sull'atomizzazione a gas essendo questa la tecnica con la quale sono state realizzate le polveri con cui sono stati prodotti i provini studiati e analizzati. Ad oggi, la gas atomizzazione è, tra tutte, la tecnica leader di settore nella produzione di polveri per AM.

2.1.1 Atomizzazione a gas

Il processo di atomizzazione inizia con la fusione della lega o prodotto metallico puro di partenza. La fusione presenta una serie di variazioni: la materia prima viene inizialmente fusa in un forno per poi essere trasferita in un crogiolo che regola la portata della massa fusa nell'atomizzatore. La lega (o il metallo puro) liquida entra nella camera di atomizzazione dall'alto tramite l'azione combinata di un ugello, che l'accelera, e della spinta di un gas pressurizzato presente sopra il crogiolo; quindi, è libera di cadere attraverso la camera [1]. Il flusso prodotto, entrato nella camera di atomizzazione, viene raffreddato da getti di gas inerte pressurizzati mediante un sistema di pompaggio e posizionati simmetricamente e circolarmente attorno al flusso di metallo liquido. Essi atomizzano il metallo fuso, dividendolo in piccole goccioline

[2]. La polvere finale (originatasi dalla solidificazione delle suddette goccioline) esce sul fondo della camera, dove viene raccolta. [1].

Comunemente, come mezzo di atomizzazione si utilizza un gas inerte (azoto, argon o elio) per ridurre il rischio di ossidazione delle polveri e contaminazione del metallo. La necessità di mantenere un basso livello di contaminanti nel bagno fuso vede necessario l'utilizzo di specifiche tecniche di fusione in vuoto (Vacuum Induction Melting – VIM). Un forno VIM è tipicamente installato direttamente sopra la camera di atomizzazione in modo tale che il flusso fuso di metallo liquido entri nella camera di atomizzazione direttamente dal forno, simile alla configurazione mostrata nella **Figura 2.1** [3]. Il flusso di metallo liquido è atomizzato da getti di gas ad alta pressione ed elevate velocità. [2]. Con l'atomizzazione a gas si possono trattare materiali come: leghe di rame, leghe di alluminio, magnesio, zinco, leghe di titanio, leghe di nickel, leghe di cobalto, metalli preziosi, ecc [2].

Inoltre, il fatto che si possano regolare la velocità, la pressione e il flusso del gas, permette di realizzare particelle con diametri di 40 – 60 μm . Per quanto riguarda i crogioli per i sistemi ad induzione, essi sono di solito realizzati in materiale ceramico come la zirconia o l'allumina. Tali materiali garantiscono elevata stabilità chimica ed evitano reazioni indesiderate della materia prima. Un grande vantaggio dell'atomizzazione a gas è la possibilità di unire e mixare tra loro differenti metalli all'interno dello stesso crogiolo e quindi ottenere delle leghe custom [2].

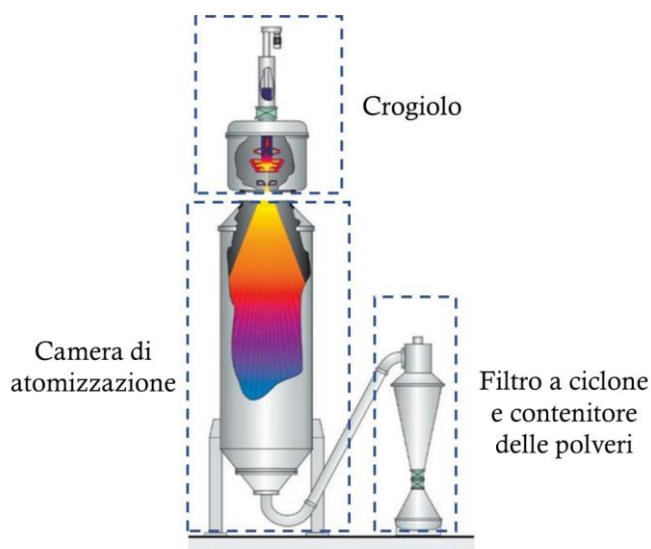


Figura 2.1: Schematizzazione di atomizzazione a gas [2]

Sebbene non sia possibile avere il controllo completo sulla dimensione delle particelle di polvere atomizzata, la distribuzione può essere influenzata variando il rapporto tra il gas e la velocità di flusso di fusione. La ricerca nel campo dell'atomizzazione del gas ha dimostrato che è possibile ottenere distribuzioni granulometriche ancora più fini mediante l'uso di un gas caldo per l'atomizzazione. Sebbene gli elementi interstiziali possano essere ben controllati nelle polveri atomizzate con gas, esistono ancora potenziali rischi di contaminazione. La contaminazione più pertinente a componenti critici non statici, come parti di motori aeronautici, include materiali refrattari che possono provenire dai crogioli ceramici e dagli ugelli atomizzatori utilizzati. Una soluzione a questo è utilizzare l'atomizzazione

del gas di fusione a induzione di elettrodi (Electrode Induction Melting Gas Atomisation – EIGA) [3].

2.1.2 Effetti delle proprietà delle polveri sui componenti L – PBF

Specifiche tecniche di AM si basano sulla processazione di polveri metalliche e, pertanto, le proprietà dei pezzi fabbricati dipendono soprattutto dal materiale di partenza che viene utilizzato. Le principali caratteristiche delle polveri che devono essere tenute in considerazioni al fine di ottimizzare il processo tecnologico sono [4]:

- la **forma**: tra le possibili forme adatte alle polveri metalliche si preferisce quella sferica poichè permette una buona scorrevolezza nonché un'elevata densità del letto delle polveri. Generalmente, le polveri atomizzate con gas sono preferite per i processi di AM proprio per la loro forma sferica. L'atomizzazione ad acqua produce polveri più economiche dell'atomizzazione a gas, ma hanno una forma più irregolare e, di conseguenza, il tempo di flusso e la densità di impacchettamento sono ridotti. Una buona scorrevolezza della polvere è necessaria per ottenere strati di polvere a spessore costante, che assicurino un assorbimento uniforme del raggio laser nell'area di costruzione del componente. Regioni più spesse del letto di polvere possono portare a profondità di rifusione insufficienti nello strato precedente, oltre a favorire effetti di instabilità nella fusione [4];
- la **granulometria**: la dimensione delle particelle di polvere influenza le interazioni fisiche tra la polvere e il raggio laser. Infatti, le particelle di polvere fini hanno un'elevata energia superficiale che porta a una cinetica di densificazione superiore, mentre l'energia di particelle di grandi dimensioni richiedono una densità laser incidente maggiore per essere fuse correttamente [5]. Si è osservato che esiste una possibile correlazione diretta tra la densità del letto di polvere e la densità del pezzo realizzato: polveri con un range di dimensioni delle particelle più ampio e variabile garantiscono una densità del letto di polvere più elevata e generano prodotti finali con anch'essi una densità più elevata; tra l'altro utilizzando una bassa intensità di energia del fascio laser [6];
- la **composizione chimica**: spesso le particelle hanno un alto grado di contaminazione che può essere causato da umidità, sostanze organiche, gas adsorbiti e film di ossido che sono presenti sulla superficie delle particelle stesse, a causa della loro elevata area superficiale per unità di volume. Questi contaminanti non solo inibiscono la riuscita densificazione del materiale, ma degradano anche le proprietà meccaniche dei prodotti consolidati [7] [8].
- l'**assorbività/riflessività**: Nei processi di AM dei metalli, un aspetto importante è l'assorbimento della luce del laser da parte della polvere metallica. L'assorbività della polvere è un fattore importante, non solo nell'ottimizzazione del processo di produzione additiva, ma anche nella valutazione della sinterizzazione da parte del laser, del rivestimento del materiale e della lega stessa. Le tradizionali misurazioni sull'assorbività di una specifica polvere di una lega si basano sul valutare la quantità di luce

riflessa dopo che la polvere è stata colpita dalla sorgente laser. Per utilizzare appieno le misurazioni, è necessario disporre di informazioni sperimentali dettagliate, poiché l'assorbimento dipende non solo dal materiale in polvere e dal profilo del raggio laser, ma anche dallo spessore dello strato di polvere e dalle distribuzioni dimensionali e spaziali delle particelle di polvere. In pratica, queste distribuzioni spesso non sono ben caratterizzate. Inoltre, la distribuzione delle dimensioni può variare con la posizione all'interno di uno strato di polvere, poiché durante la diffusione può verificarsi una separazione delle dimensioni stesse. Queste considerazioni suggeriscono la necessità di uno stretto coordinamento tra la misurazione che porta al rilevamento della luce riflessa dal lotto di polvere e la modellazione che si esegue dei dati raccolti per indicare un valore di assorbività corretto [9].

2.1.2 Operazioni di post-processing sulle polveri metalliche

Dopo la produzione solitamente le polveri metalliche vengono sottoposte a setacciatura. In base alla dimensione posseduta dalle particelle, esse possono essere più o meno adatte, e quindi utilizzate, per uno specifico processo di AM piuttosto che per un altro. A titolo di esempio per tale affermazione si può osservare quanto mostrato in **Tabella 2.1** [2]:

Tabella 2.1: Dimensione media delle polveri metalliche in funzione della tecnica di AM [2]

Tecnologia di AM	Dimensione della polvere
EB – PBF	Grossolana (45 – 100 μm)
L – DED	Fine (25 – 45 μm)
L – PBF	Da fine a molto fine (15 – 45 μm)

A seguito del processo di atomizzazione, potrebbero formarsi degli agglomerati di polvere e questi, andando a depositarsi sulla piattaforma di costruzione del pezzo, durante il processo di AM peggiorerebbero la distribuzione della polvere stessa e andrebbero a causare dei difetti nel componente prodotto. Inoltre, i pezzi prodotti sono ancora costituiti da particelle che presentano una rugosità superficiale e una variabilità dimensionale. Per garantire una porosità omogenea al lotto di polvere, questa viene fatta passare in una serie di setacci, disposti l'uno sull'altro e la cui dimensione delle maglie tende a diminuire dall'altro in basso come visibile in **Figura 2.2**. Per questa ragione, anche la dimensione massima delle particelle che possono passare all'interno delle varie griglie andrà progressivamente a diminuire. [2].

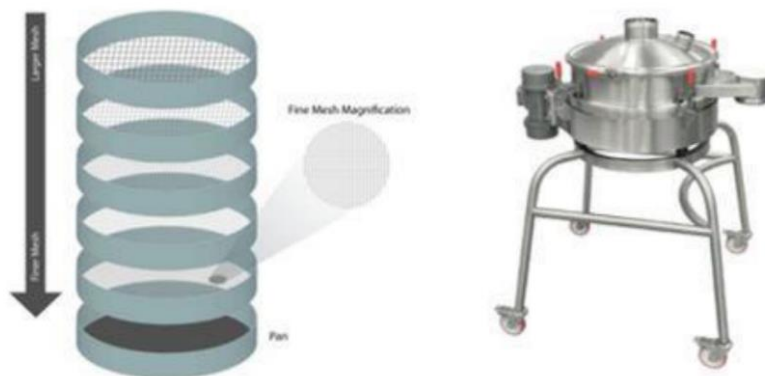


Figura 2.2: Sistema di setacciamento delle polveri metalliche [2]

Grazie a questi procedimenti di setacciatura è quindi possibile ottenere dei lotti di polvere aventi le dimensioni desiderate e quindi adatte ad una specifica tecnica di AM piuttosto che ad un'altra.

Infine, per garantire distribuzioni, dimensioni e composizioni chimiche omogenee alle particelle dei vari lotti prodotti, essi possono essere miscelati utilizzando un V – Blender a flusso incrociato come visibile in **Figura 2.3** [2].



Figura 2.3: V – Blender a flusso incrociato [2]

2.2 Vantaggi e svantaggi delle tecniche di Additive Manufacturing

Tra i principali vantaggi delle tecniche di AM si possono riscontrare:

- *la fabbricazione di geometrie complesse con alta precisione*: una tecnica di AM è in grado di fabbricare parti di varie dimensioni dalla micro alla macro-scala da modelli CAD;
- *il massimo risparmio di materiale*: i componenti prodotti tramite AM sono semifiniti, quindi, generalmente, non richiedono lavorazioni meccaniche successive. In aggiunta la fabbricazione additiva consente di svolgere

un'ottimizzazione nella progettazione, impiegando il materiale solo dove necessario, in confronto alle tradizionali tecniche di colata;

- *un'elevata flessibilità nella progettazione e personalizzazione del componente prodotto*: da sempre la personalizzazione del prodotto è stata una sfida per i produttori a causa degli alti costi di produzione di prodotti su misura per gli utenti finali. Tuttavia, al giorno d'oggi, con l'AM si è invece in grado di realizzare piccole quantità di prodotti personalizzati con costi relativamente bassi. Infatti, i prodotti funzionali personalizzati stanno diventando di tendenza tanto che il 50 % dei prodotti realizzati sono di tipo commerciale. Il cambio tra i diversi design è semplice con costi aggiuntivi trascurabili e senza bisogno di una preparazione speciale;
- *la riduzione al minimo delle spese aggiuntive sostenute nel processo di sviluppo di un prodotto*: i recenti sviluppi hanno ridotto il costo delle stampanti 3D, ampliando così le applicazioni di prodotti realizzati con tecniche di AM nelle scuole, nelle case, nelle biblioteche e nei laboratori. Inoltre, la stampa 3D è priva del costo aggiuntivo dovuto alla realizzazione di stampi e agli strumenti per un prodotto personalizzato [10].

Tra gli svantaggi delle tecniche di AM si può segnalare che:

- nonostante essa permetta, come si è detto nei vantaggi, di fabbricare geometrie complesse con alta precisione, l'esattezza delle parti stampate dipende dall'accuratezza del metodo impiegato e dalla scala di stampa. Ad esempio, la stampa 3D su micro-scala pone sfide con la risoluzione, la finitura superficiale e il legame degli strati, che a volte richiedono tecniche di post-elaborazione come la sinterizzazione;
- i materiali ad oggi disponibili per la stampa 3D sono limitati e pongono sfide nell'utilizzo di questa tecnologia in vari settori. Pertanto, è necessario sviluppare materiali adatti che possano essere utilizzati per la stampa 3D;
- le parti prodotte presentano delle inferiori proprietà meccaniche e fenomeni di anisotropia che limitano la dimensione massima dei manufatti realizzabili. Pertanto, sono necessari ulteriori sviluppi per migliorare le proprietà meccaniche delle parti stampate in 3D. Per tale ragione, i componenti necessitano di trattamenti termici successivi, volti al raggiungimento delle proprietà desiderate;
- i miglioramenti nella velocità di fabbricazione e nella riduzione dei costi devono essere risolti attraverso il miglioramento del design della macchina [10].
- i costi elevati e il dispendio di tempo del processo di AM restano i principali ostacoli che inibiscono la produzione di massa [10]. A tal proposito, è da valutare se si riesca ad ammortizzare il costo più elevato di questa tecnica rispetto a quelle tradizionali anche considerando una riduzione delle operazioni di post-processo. Ad esempio, nel caso delle produzioni di massa, come si diceva in precedenza, l'AM è sconsigliabile anche se, in alcuni casi, la riprogettazione permette di ridurre il peso del componente e questo renderebbe accessibile tale tecnologia anche a produzioni su larga scala. Per tali ragioni, bisogna valutare bene se effettivamente convenga utilizzare questo insieme di tecniche innovative di AM piuttosto che le vecchie tecnologie tradizionali,

anche considerando la complessità dei pezzi ottenuti in relazione al contro e alla spesa necessari per ottenerli (**Figura 2.4**) [11].

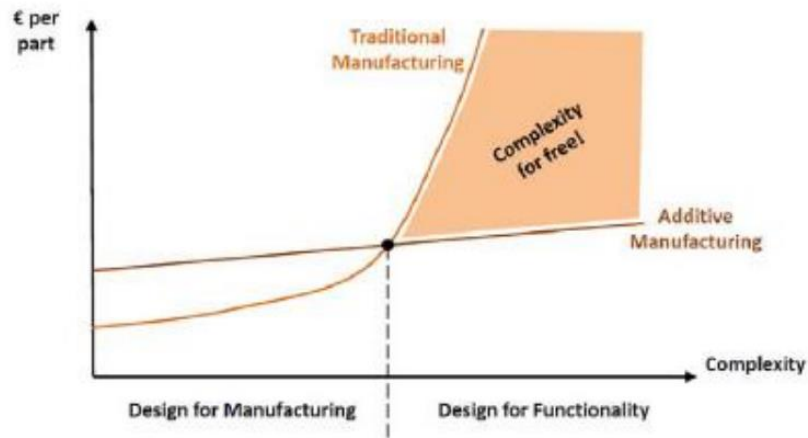


Figura 2.4: Confronto tecniche AM e processi tradizionali in base alla relazione costo/complessità del pezzo ottenuto [11]

2.3 Principali settori d'impiego delle tecniche di Additive Manufacturing

Al giorno d'oggi, le tecnologie di AM trovano grande impegno e utilizzo per la produzione di parti e/o componenti in diversi ambiti. Essi rientrano prevalentemente nella sfera delle discipline ingegneristiche ma sono sempre più i settori, che esulano dal mondo dell'ingegneria, che stanno nascendo e si stanno diffondendo, soprattutto a partire dagli ultimi anni come, ad esempio, il settore artistico o del design dove sempre più persone stanno realizzando opere d'arte con tecniche di AM. In **Figura 2.5** è possibile osservare alcuni oggetti artistici e di design realizzati con tali tecnologie.

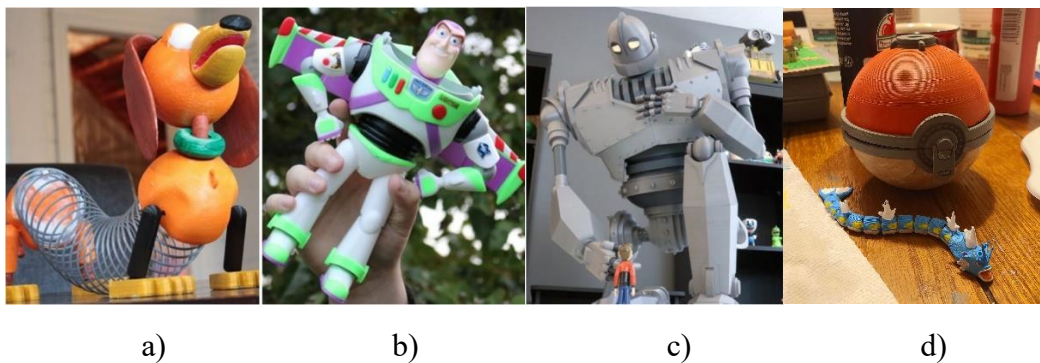




Figura 2.5: Oggetti artistici realizzati con tecniche di AM come giocattoli (a, b, c, d) e pezzi per arredamento di design (e, f) [12]

Nello specifico, come si è detto poc’anzi detto, i principali settori di applicazione delle tecniche di AM sono quelli strettamente legati alle varie discipline ingegneristiche. In particolare, essi sono:

- biomedicale;
- aerospaziale;
- edilizio;
- delle strutture protettive [10].

2.4 Materiali per l’Additive Manufacturing

Ad oggi, diversi sono i materiali che possono essere utilizzati nei vari processi di AM. A tal proposito, si possono menzionare sia materiali appartenenti allo stesso gruppo che a gruppi differenti. Nello specifico, è possibile trovare materiali per applicazioni di AM nelle seguenti classi:

- metalli e leghe;
- polimeri e compositi;
- ceramici;
- calcestruzzo [10].

Nel presente lavoro di Tesi si è scelto di concentrarsi soprattutto sui materiali metallici e sulle leghe in quanto, i provini studiati sono composti da leghe di alluminio.

2.4.1 Metalli e leghe

La produzione additiva di materiali metallici mostra eccellenti prospettive di crescita. Il numero di aziende che vendono sistemi per AM è passato da 49 nel 2014 a 97 nel 2016, di cui il 49 % commerciano tecnologie che operano con materiali metallici. Questa tecnologia è stata utilizzata principalmente per la ricerca, la prototipazione o applicazioni avanzate nell’industria aerospaziale. Viene anche utilizzato nell’industria biomedica, della difesa e automobilistica. L’AM dei materiali

metallici offre grande libertà per la produzione di geometrie complesse con connessioni speciali rispetto ai metodi di produzione convenzionali. In particolare, è possibile sviluppare componenti multifunzionali per fornire soluzioni a problemi strutturali, di ingegneria protettiva e di isolamento allo stesso tempo. Molti materiali metallici come acciai inossidabili e per utensili, alcune leghe di alluminio, titanio e sue leghe e leghe a base di nichel possono essere prodotti utilizzando processi di AM basati su L – PBF. Tali tecnologie possono produrre componenti con buone proprietà meccaniche e forme complesse con elevata precisione [10].

Tra le principali leghe e materiali metallici si possono trovare:

- il titanio e le sue leghe, le leghe di acciaio, alcune leghe di alluminio, le leghe di nichel e alcune leghe a base di cobalto e magnesio sono state ottimizzate per l'AM. In particolare, il titanio e le sue leghe sono materiali ad alte prestazioni comunemente usati in vari settori. Sono caratterizzati da elevati costi di lavorazione e lunghi tempi di consegna basati sui metodi di produzione convenzionali. Pertanto, l'AM può offrire notevoli vantaggi economici producendo strutture molto complesse a costi inferiori con meno sprechi;
- acciai come acciai inossidabili austenitici, acciai maraging, acciai inossidabili temprabili per precipitazione e acciai per utensili sono comunemente usati nelle tecniche di AM. Queste leghe possono essere utilizzate per applicazioni generali ma anche per condizioni di elevata resistenza e durezza, ad esempio per utensili o applicazioni di stampaggio. Gli acciai austenitici e gli acciai inossidabili temprabili per precipitazione sono particolarmente sensibili ai parametri di AM [10];
- solo poche leghe di alluminio sono attualmente utilizzate in AM per diversi motivi. Rispetto alle leghe di titanio, sono facili da lavorare e il loro costo è basso. Pertanto, vi è stato un minore interesse commerciale per il loro utilizzo nell'AM. Inoltre, alcune leghe di alluminio ad alte prestazioni sono difficilmente processabili (a causa dell'elevata volatilità di alcuni loro elementi, come zinco) e l'alluminio stesso presenta un'elevata riflettività per le lunghezze d'onda del laser comunemente utilizzate in AM. Inoltre, la bassa viscosità dell'alluminio fuso non consente un grande pool di fusione e la tecnica di L - PBF è preferita a quella di DED per la sua produzione. Una nota positiva è che l'alluminio ha un'elevata conduttività termica che riduce gli stress termici interni e consente processi di AM più veloci. Al momento, le leghe più comunemente utilizzate sono AlSi10Mg e AlSi12;
- le superleghe a base di nichel (Inconel 625 e 718) sono state sviluppate per applicazioni ad alta temperatura, mentre le leghe CoCr sono state studiate per applicazioni biomediche e odontoiatriche. Sono stati valutati anche altri materiali come leghe di magnesio (per applicazioni biomediche riassorbibili), oro e rame [13].

2.5 Principali tecnologie di Additive Manufacturing

A seguito della realizzazione delle polveri, le stesse possono essere utilizzate in una delle varie tecniche di AM per la creazione di diversi componenti. Il processo di AM definisce una classe di tecnologie di produzione in grado di creare componenti

tridimensionali a partire da un modello *CAD* (*Computer Aided Design*), del componente in esame, tramite la sovrapposizione di strati di materiale secondo uno specifico pattern bidimensionale [2].

Una prima classificazione delle tecniche di AM la si può fare in base alla tipologia della materia prima utilizzata per la realizzazione del componente. A tal proposito, si possono riscontrare due classi:

- applicazioni basate sulla polvere;
- applicazioni basate su filo [2].

Nello specifico, le applicazioni basate sulla polvere possono essere inoltre classificate in base alle modalità di unione delle polveri e in base alle dimensioni del volume di costruzione della camera:

- *Laser – Powder Bed Fusion* (*L – PBF*), anche nota come *Selective Laser Melting* (*SLM*) o *Direct Metal Laser Sintering* (*DMLS*);
- *Laser – Directed Energy Deposition* (*L – DED*) anche nota come *Laser Metal Deposition* (*LMD*) o *Direct Metal Deposition* (*DMD*);
- *Electron Beam – Powder Bed Fusion* (*EB – PBF*) anche nota come *Electron Beam Melting* (*EBM*);
- *Binder Jetting – Powder Bed* (*BJ – PB*) anche nota come *Three-Dimensional Printing* (*3DP*) [2].

Per quanto concerne le prime tre tecniche di produzione, la sorgente di calore che viene utilizzata e che permette la fusione della polvere nonché la formazione del componente finale risulta essere o un raggio laser o un fascio di elettroni. Il quarto procedimento, invece, non utilizza una sorgente di calore con la quale fondere le varie polveri bensì un legante chimico che, al contrario, permette la compattazione delle polveri utilizzate [2].

Nel gruppo delle tecnologie basate sull'impiego di un filo metallico rientra la seguente tecnica:

- *Electron Beam – Directed Energy Deposition* (*EB – DED*) anche nota come *Electron-beam additive manufacturing* (*EBAM*) [2].

Nel diagramma visibile in **Figura 2.6** sono riportate schematicamente le varie tecniche di AM appena presentate e opportunamente differenziate:

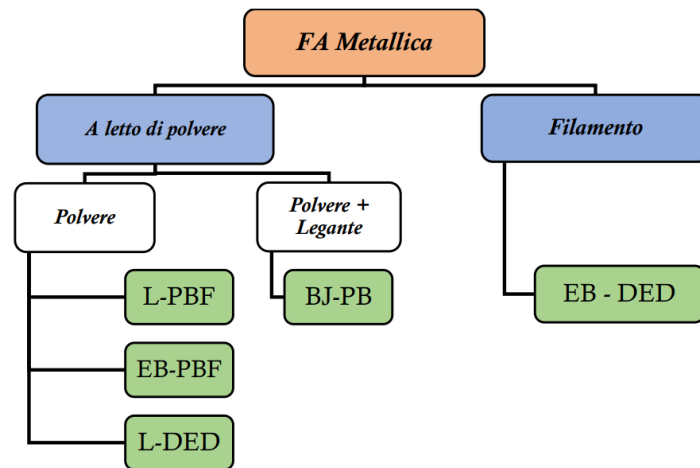


Figura 2.6: Diagramma ad albero delle principali tecnologie per la AM metallica [2]

2.6 Laser – Powder Bed Fusion (L – PBF)

Un diagramma schematico della tecnologia Laser – Powder Bed Fusion è mostrato nella **Figura 2.7**. Questa tecnica è anche conosciuta come Selective Laser Melting o Direct Metal Laser Sintering [2].

Questo processo realizza componenti e/o parti di essi fondendo selettivamente polveri di un materiale metallico, distribuite su una piattaforma di costruzione da una lama (o da un roller, a sezione circolare). Una fonte di energia, come un fascio laser, fonde e lega insieme il materiale per creare una struttura solida definita a partire da un modello CAD 3D precedentemente realizzato. Il principio di funzionamento di questa tecnologia la rende in grado di progettare e produrre geometrie complesse sia interne che esterne al componente realizzato [14]. Le parti e i componenti principali di un sistema di L – PBF sono: il sistema di controllo, la piattaforma di costruzione dotata di movimento lungo l'asse Z (direzione di costruzione), la lama (o il *roller*) dotata di movimento lungo il piano X – Y, la sorgente di energia (sistema laser), il sistema di specchi per direzionare il fascio laser sul piano, il contenitore di alimentazione della polvere (*powder feeder*) e il contenitore di raccolta della polvere in eccesso (*powder collector*), entrambi controllati da pistoni che permettono il movimento lungo l'asse Z [2]. In questo processo, per evitare la collisione della lama, durante il suo spostamento, con il componente in costruzione, le piattaforme su cui giace il pezzo da realizzare e quella in cui è contenuta la polvere di alimentazione vengono rispettivamente abbassate ed alzate dello spessore assunto pian piano dall'oggetto in fase di creazione [14].

La polvere di metallo necessaria per creare i vari strati (*layers*) del componente viene fornita dalla piattaforma contenente il contenitore di alimentazione della polvere. Questa piattaforma trasla verticalmente verso l'alto e fornisce una certa quantità di polvere alla lama la quale, a sua volta, spalma in modo omogeneo tale polvere sulla piattaforma di costruzione del componente fino a coprirla completamente. In questo modo si è creato il primo *layer* [2]. Lo spandimento della polvere metallica dal contenitore della polvere alla piattaforma di costruzione viene effettuata dalla lama spostandosi sul piano X – Y; la polvere metallica avanzata cade nel raccoglitore della polvere in eccesso. A questo punto, il sistema di scansione sposta il raggio laser

attraverso la sezione bidimensionale del componente seguendo il percorso stabilito dal sistema di controllo, derivato dalla suddivisione della parte in strati [14]. Il fascio laser, utilizzato come sorgente di calore per questo tipo di processo, riesce a penetrare in profondità di uno spessore che è pari ad almeno tre volte (generalmente anche di più) lo spessore di un singolo strato di apporto del materiale. In questo modo, si riesce ad ottenere un componente finale estremamente denso ed omogeneo. Dopo che il laser ha fuso completamente il primo strato di apporto di materiale, la piattaforma di costruzione si abbassa verticalmente; viene spalmato un nuovo strato di polvere sulla piattaforma, sovrastante il precedente, e il processo esposto in precedenza si ripete nuovamente. Si ha quindi una costruzione strato per strato del componente finale fino al suo completamento [2].

I processi di fusione a letto di polvere odierni utilizzano un raggio laser e raggiungono delle potenze variabili dalle centinaia fino alle migliaia di Watt (generalmente 200 – 400 W fino a potenze di 2 kW). Essi presentano anche un elevato gradiente di raffreddamento ($10^5 - 10^7$ °C/s) che, unito alla fusione plurima degli strati durante il processo, fa in modo che la parte finale abbia una microstruttura più fine rispetto a quelle possedute dai componenti realizzati con processi tradizionali. Inoltre, le lunghezze d'onda di tali laser sono tarate in modo da fondere al meglio le polveri metalliche poiché, come si è detto, un aspetto importante del lotto di polveri utilizzato è l'assorbività ovvero la capacità delle polveri di assorbire al meglio la potenza del laser (per essere fuse) e rifletterne il meno possibile [2] [9][15]. Durante il processo di L – PBF, potrebbero verificarsi degli spiacevoli fenomeni ossidativi; per tale ragione, si cerca di rimuovere il più possibile l'ossigeno presente all'interno dalla camera di costruzione del componente. Per questa ragione, il processo avviene sempre in un'atmosfera di un gas inerte (tipicamente azoto o argon) che serve anche per raffreddare il componente prodotto e rimuovere ed eliminare eventuali particelle metalliche non fuse. In questo modo si ha una riduzione dei difetti che potrebbero generarsi. Questi accorgimenti sono molto utili soprattutto quanto si utilizzano materiali altamente reattivi come le leghe di titanio [2].

Utilizzando questo processo, i prodotti che sono stati realizzati con successo sono costituiti da materiali quali leghe di alluminio, acciaio inossidabile, leghe di titanio e superlega di cromo e cobalto [14].

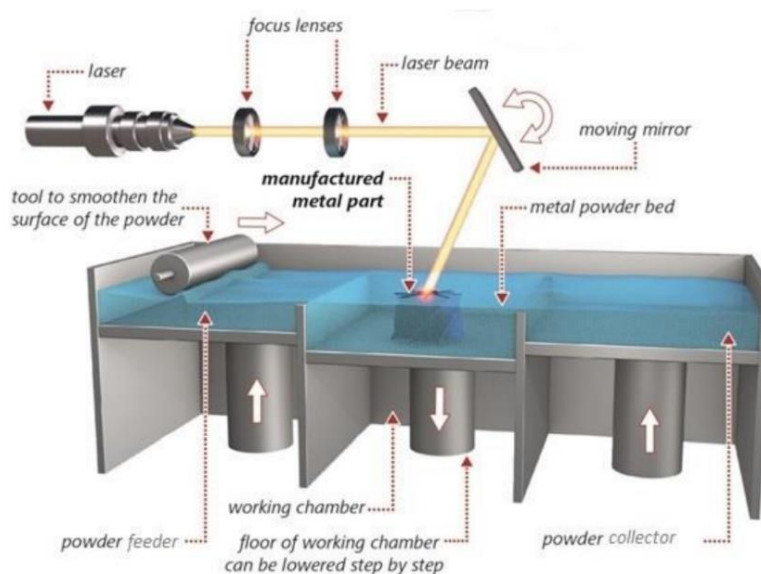


Figura 2.7: Schematizzazione del sistema di Laser – Powder Bed Fusion [2]

Poiché il processo L – PBF è il più diffuso tra le tecnologie metalliche per le applicazioni industriali. Alcuni dei vantaggi di questo processo di produzione additiva sono evidenziati di seguito:

- alta velocità: le parti e i componenti vengono prodotti facilmente in poche ore poiché non sono necessari strumenti speciali;
- geometria complessa: questa tecnologia consente la progettazione di caratteristiche sia interne che esterne ai vari prodotti;
- alta qualità: crea parti e componenti con elevata precisione e risoluzione dettagliata. Fornisce loro una migliore resistenza meccanica [14].

Nonostante tutti questi vantaggi, alcuni dei fattori limitanti sono i seguenti: il processo è costoso e richiede molta energia, la superficie deve essere lucidata poiché la finitura superficiale non è delle migliori, la struttura di supporto metallica rimossa e c'è bisogno di trattamenti termici successivi che richiedono del tempo per essere portati a compimento [14].

2.7 Parametri che influenzano il processo di Laser – Powder Bed Fusion

Il processo di L – PBF coinvolge una grande varietà di fattori e variabili che determinano le proprietà finali dei componenti. A tal proposito, in **Tabella 2.2** si possono osservare i parametri di processo. Ciascuno di essi ha un'influenza diretta sulla densificazione, microstruttura e proprietà meccaniche delle parti finali [4].

Tabella 2.2: Variabili della tecnologia L - PBF [4]

Parametri di processo	
Potenza del laser	Spessore dello strato
Velocità di scansione	Strategia di scansione
Hatching distance	Orientamento del pezzo in costruzione

Atmosfera protetta	Flusso del gas
Raggio del fascio laser	Temperatura del letto di polveri
Tipologia del laser	-

2.8 Effetti dei parametri di processo sui componenti L – PBF

Per definire la corretta quantità di energia che deve essere erogata al letto di polvere, si sono analizzate le combinazioni di parametri che influenzano l'energia immessa durante il L – PBF. Assumendo che le proprietà del materiale siano fisse, la quantità di energia trasferita al letto di polvere, durante il periodo di interazione tra irradiazione laser e materiale, dipende dal numero di esposizioni e dal tempo tra ciascuna esposizione. I parametri di processo che influiscono maggiormente sull'intensità e sul metodo adottato per fornire energia a un singolo strato di polvere sono:

- *potenza laser (P)*: l'energia trasferita dal laser alle polveri costituenti il campione per unità di tempo. Si misura in $[J/s]$;
- *velocità di scansione (v)*: la velocità con la quale si muove il laser sulla piattaforma di costruzione. Si misura in $[mm/s]$;
- *hatching distance (h)*: interlinea di scansione o distanza di tratteggio, ovvero lo spazio tra due linee successive di scansione. Si misura in $[mm]$;
- *spessore del layer (t)*: spessore dello strato ovvero lo spessore del singolo strato di polvere. Si misura in $[mm]$.

Per valutare l'effetto combinato di questi parametri, è stato definito un fattore chiamato *densità di energia* (ψ), con un'unità (J/mm^3), secondo l'Equazione [4]:

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

Molti autori hanno utilizzato questo approccio per studiare il processo di L – PBF di diversi materiali [16] [17] [18]. Variando i parametri di processo, hanno scoperto che l'intervallo di densità di energia (ψ) adatto per ottenere una combinazione ottimale di densità del materiale e qualità della superficie era compreso tra 40 e 90 J/mm^3 , mentre un'erogazione eccessiva della densità di energia provocava instabilità e complicazioni nella pozza fusa che prende il nome di *melt pool* ovvero una regione di interazione tra il raggio laser e la polvere. Questo fenomeno può essere descritto come la sferoidizzazione del bagno di fusione liquido durante l'interazione del laser con il letto di polvere [19] [20]. D'altra parte, tenendo conto del fatto che molte macchine di L – PBF commerciali mantengono fisso il valore dello spessore dello strato, altri autori non lo hanno considerato per l'ottimizzazione dei parametri di processo. Di conseguenza, hanno considerato un approccio alla densità di energia superficiale [21] [22].

Inoltre, l'apporto di una quantità eccessiva di densità di energia ha come conseguenza un'instabilità dei melt pool. La maggior parte dell'energia laser viene rapidamente assorbita dalle particelle di polvere. La temperatura e la forma del melt pool sono determinate da parametri di irradiazione laser come la potenza del laser, la dimensione del punto laser e la velocità di scansione, la conduzione del calore tra le

particelle di polvere e la piastra metallica e la convezione del calore tra l'atmosfera della camera e la zona di fusione [23]. In **Figura 2.8** è possibile osservare dei melt pool per leghe AlSi10Mg.

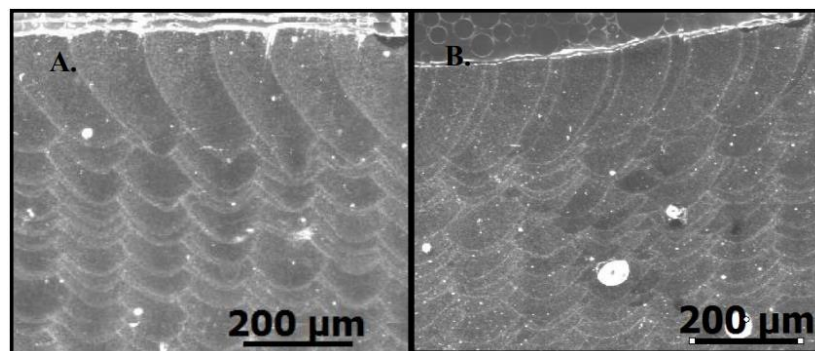


Figura 2.8: (A) Campione prodotto con 300 W, 3500 mm/s, 0,4 Al. Mostra vari melt pool stabili e a bassa porosità ~ 230 di profondità, 160 di larghezza. (B) Campione prodotto con 150 W, 500 mm/s, 0,4 Al. Il melt pool adiacente è quasi completamente ombreggiato dal precedente [24]

Il valore della hatching distance non è stato considerato nel calcolo della quantità di densità di energia (ψ) erogata al letto di polvere in altri studi [20] [25] [26] [27]. In questo modo è stata valutata la finestra di processo per la lavorazione del pezzo in termini di densità di energia (ψ) lineare. Partendo dalla considerazione che le proprietà dei manufatti dipendono in larga misura da ogni singolo tratto fuso dal laser e da ogni singolo strato, dei ricercatori hanno studiato gli effetti della velocità di scansione e della potenza del laser sulla formazione di tracce singole di fusione per diversi materiali come acciaio inossidabile 316L, acciaio per utensili H13, lega di rame CuNi10 e superlega Inconel 625. I risultati hanno mostrato che il processo ha una zona di stabilità in cui la traccia di fusione è continua e una zona di instabilità per basse velocità di scansione. La gamma della velocità di scansione ottimale è più ampia per una maggiore potenza laser e si restringe per materiali ad alta conduttività termica [4].

La strategia di scansione, che è il modello geometrico che il raggio laser segue durante il processo di fabbricazione per fondere e consolidare una sezione su uno strato, influenza in larga misura anche la porosità e la microstruttura nei materiali processati con tecniche di L – PBF [21] [28] [29] [30]. La **Figura 2.9** mostra due principali strategie di scansione. Inoltre, l'adozione della corretta strategia di scansione aiuta a creare parti finali esenti da distorsioni, deformazioni, porosità e anisotropia. Nella formazione del pezzo, dopo la definizione del contorno esterno, si possono adottare differenti strategie di scansione per il riempimento interno. Tra le più comuni figurano:

- seguire un metodo a linee parallele;
- seguire un metodo a isola o scacchiera [4].

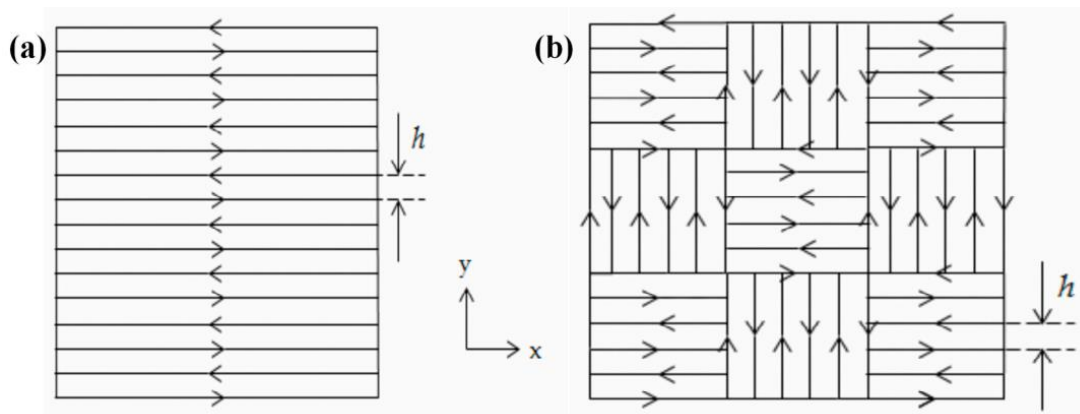


Figura 2.9: Metodo parallelo di scansione (a); metodo a isola di scansione (b) [4]

Importanti sono state le ricerche [30] che hanno trattato tre diversi tipi di regimi di sovrapposizione degli strati di materiale al fine di selezionare l'approccio migliore per perfezionare l'efficienza di fabbricazione nonché la densità relativa del processo di L – PBF utilizzando acciaio inossidabile 316 (**Figura 2.10**). I tre strati sono:

- intra-layer (intrastrato);
- inter-layer (interstrato);
- mixed overlapping regime (misto).

I risultati hanno mostrato che si poteva raggiungere un regime di sovrapposizione tra gli strati quando lo spazio tra di essi era inferiore a 0,2 mm e gli altri parametri venivano mantenuti costanti; sono state così ottenute parti con la densità relativa più alta [4].

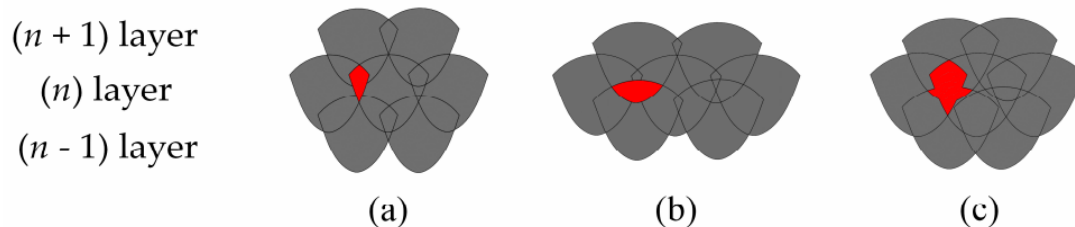


Figura 2.10: Tre strategie di sovrapposizione degli strati di materiale: intra-layer (a); inter-layer (b); mixed overlapping regime (c) [4]

Un altro fattore molto importante e profondamente studiato che influenza la microstruttura, nonché i valori di durezza e resistenza alla trazione dei pezzi realizzati con L – PBF, è l'orientamento costruttivo del componente, che è spiegato graficamente nella **Figura 2.11**. L'orientamento può modificare l'evoluzione microstrutturale del materiale, e può introdurre anisotropia e difetti [16] [17] [31] [32]. C'è chi ha osservato [32] come le proprietà tensili di un provino prodotto in Inconel 625 variassero a seconda dei diversi orientamenti costruttivi, sottolineando come i provini verticali avessero un modulo elastico inferiore rispetto a quelli orizzontali. La ragione di questa anisotropia era correlata al maggior numero di difetti, che erano causati da una maggiore concentrazione di stress residui, come osservato anche in altri studi [4] [33].

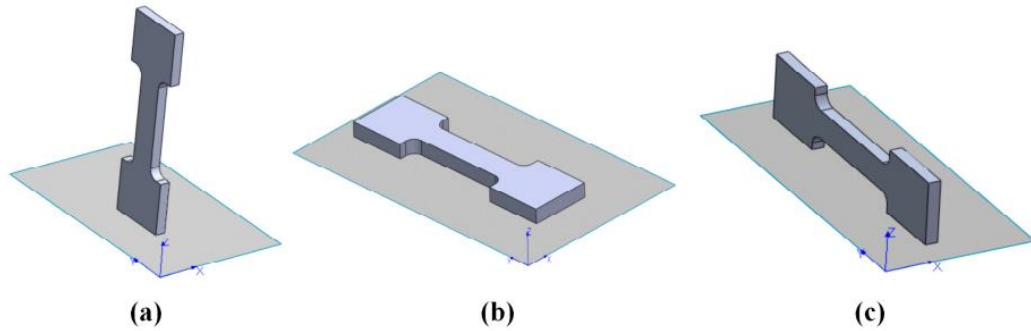


Figura 2.11: Esempi di orientamento del pezzo realizzato: (a) direzione principale parallela al piano $X - Z$; (b) direzione principale parallela al piano $X - Y$; e (c) direzione principale parallela al piano $Z - X$. L'asse Z nell'immagine indica la direzione di costruzione del componente, mentre gli assi X e Y identificano il piano di costruzione sul quale è costruito il pezzo [4]

L'atmosfera di processo durante la realizzazione del componente è un altro fattore in grado di influenzare la quantità e il tipo di difetti all'interno del materiale e quindi il comportamento meccanico [7] [34] [35] [36] [37] [38]. Le polveri di metalli fini sono molto sensibili all'ossigeno, a causa della loro elevata superficie, e la formazione di uno strato di ossido altera la stabilità del tratto di fusione durante la scansione laser, favorendo instabilità. Inoltre, quando si considerano le polveri reattive, come le leghe di alluminio e titanio, il contenuto di O_2 dovrebbe essere sempre mantenuto al di sotto dello 0,1 % per evitare reazioni pericolose. Dei ricercatori [35] hanno studiato l'influenza di tre diverse atmosfere inerti, utilizzando argon (Ar), azoto (N_2) ed elio (He) di elevata purezza sulla densità e le proprietà meccaniche delle parti in lega Al – Si12. Dai risultati è emerso che nessuna delle diverse atmosfere abbia influenzato in modo significativo la densificazione del materiale. Solo una leggera differenza è stata osservata nella microstruttura delle parti prodotte con elio: regioni ad alta porosità, composte da pori di 50 μm di diametro, sono state trovate in aree isolate. È risultato che la dimensione di queste aree non ha condizionato la misurazione della densità, ma ha influenzato la duttilità del pezzo. Degli studi [37] hanno analizzato l'effetto di un flusso di gas inerte sulla ripetibilità del processo di L – PBF e hanno mostrato come questo fattore abbia influenzato direttamente il meccanismo di densificazione e la resistenza alla compressione delle parti porose. Il flusso di gas ha permesso di rimuovere il materiale condensato prodotto durante la fusione del laser, e ciò ha avuto un effetto deleterio sulla quantità di energia assorbita durante l'esposizione al laser. Recentemente [39] si è formulato un modello per studiare l'interazione tra polvere, laser e atmosfera durante il processo di L – PBF: questo modello permette di studiare come la pressione del gas argon all'interno della camera di processo possa influire sul comportamento del metallo fuso. Si è riscontrato che abbassando la pressione complessiva da 995 a 1 mbar, la traccia laser solida diventava meno continua e tendeva a scomparire, lasciando segni di una leggera rifusione della superficie solida. La quantità di materiale evaporato è aumentata in un'atmosfera rarefatta (100 mbar) e il vapore generato si è espanso in modo significativo nell'atmosfera, rispetto a condizioni di pressione più elevate. Infatti, un'atmosfera di gas argon permette di ridurre l'ossidazione e di vincolare il materiale evaporato sulla superficie del componente prodotto [4].

2.9 Difetti metallurgici derivanti dal processo di Laser – Powder Bed Fusion

Durante il processo di L – PBF, sono da menzionare i principali difetti che possono nascere sui componenti e/o parti di essi. Tra di essi troviamo:

- *balling*: secondo il principio della minima energia superficiale, un metallo liquido si restringe in una forma sferica dovuta alla tensione superficiale quando è in scarso contatto con un substrato. Questo fenomeno è chiamato balling. Il fenomeno del balling si traduce in una superficie ruvida sullo strato solidificato accompagnata da un gran numero di pori, che riduce la densità e la qualità dei pezzi e può anche danneggiare il rullo o la lama che sparge la polvere, facendo fallire il processo di realizzazione del componente. In genere, il fenomeno del balling è da attribuire alla scarsa bagnabilità e agli schizzi di goccioline durante la lavorazione. Come mostrato in **Figura 2.12**, il melt pool può essere suddiviso in una parte superiore costituita dalla polvere fusa e una parte inferiore costituita dal materiale del substrato fuso [40];

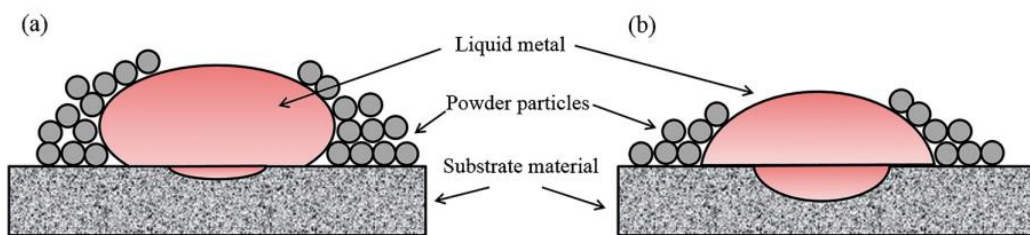


Figura 2.12: Diagramma schematico del fenomeno del balling: (a) Materiale del substrato meno fuso; (b) Materiale del substrato più fuso [40]

- *porosità*: i pori nelle parti realizzate con tecniche di L – PBF sono divisi in tre tipi: pori generati da errori di fusione, pori prodotti dal gas e pori da ritiro. Gli errori di fusione sono attribuiti all'insufficiente densità di energia del laser, che provoca una rifusione incompleta dell'ultimo strato solidificato e uno scarso legame metallurgico. Questi pori sono di forma irregolare e sono comuni alle interfacce degli strati. La loro dimensione e numero sono fortemente influenzati dai parametri di processo. Il gas intrappolato negli spazi vuoti delle particelle di polvere contribuisce alla formazione di errori di fusione. Quando la scansione laser è in corso, il gas fuoriesce causando percorsi di scansione instabili. Con la formazione di queste cavità, la forza del fluido nel melt pool tende a bilanciarsi con la pressione del vapore nella cavità, provocando il collasso del metallo liquido e la formazione di pori periodici. La porosità da ritiro è principalmente attribuita ad un insufficiente apporto di metallo liquido durante il processo di solidificazione. Poiché le bolle tendono sempre ad esistere nello stato di energia superficiale minima, i pori del gas sono generalmente sferici e fini [40];
- *sollecitazioni residue e fessurazioni*: la fusione e la solidificazione rapide durante il processo di produzione di L – PBF portano a una velocità di

raffreddamento e un gradiente di temperatura più elevati nel melt pool [63]. A causa del continuo ciclo termico e delle complesse reazioni fisico/chimiche, una disomogenea distribuzione del calore porta all'espansione e alla contrazione termica della struttura solidificata. Pertanto, il processo di L – PBF è inevitabilmente accompagnato da elevati livelli di stress residuo. Elevate zone di sollecitazione residua formate attorno al melt pool possono portare a cricche, delaminazione, cedimento per fatica e deformazione termica [64] [65]. Di conseguenza, la precisione dimensionale e le proprietà meccaniche delle parti saranno significativamente influenzate. La formazione di crepe nelle leghe di alluminio è persino aggravata dalla sua elevata conduttività termica, dall'ampio intervallo di temperature di solidificazione, dall'elevato coefficiente di dilatazione termica e dal forte ritiro di solidificazione [40];

- *ossidazione*: sebbene le parti vengano lavorate in atmosfera protetta, nel processo di produzione reale c'è ancora circa lo 0,1 % di ossigeno a causa del riempimento d'aria negli spazi tra le particelle di polvere. Simile al processo di colata, le inclusioni di ossido in pezzi realizzati con tecniche di L – PBF provengono principalmente da due fonti. Uno è dovuto alla parziale ossidazione della materia prima in polvere. L'altro deriva dall'ossigeno intrappolato nell'atmosfera dal flusso turbolento superficiale del melt pool [41][42]. L' Al_2O_3 formatosi durante la lavorazione per L – PBF delle leghe di alluminio ostacola la fusione delle particelle di polvere, riduce l'effetto di legame metallurgico tra gli strati solidificati e i percorsi di scansione, aggrava il fenomeno del balling e riduce la densificazione della lega [40] [43];
- *perdita di elementi di lega*: Nella produzione additiva che utilizza tecnologie di fusione laser o fascio di elettroni, l'elevato surriscaldamento dei melt pool e le perdite per evaporazione degli elementi di lega porteranno inevitabilmente alla deviazione della composizione della lega originale e alla riduzione delle prestazioni [44] [45]. La densità di energia è identificata come un parametro chiave che influenza la vaporizzazione. Un'elevata perdita di elementi di lega si verifica solitamente ad alta densità di energia a causa del surriscaldamento e dell'evaporazione degli elementi volatili [44][46].

2.10 Electron Beam – Powder Bed Fusion (EB – PBF)

L'altro processo importante di AM è la tecnica di EB – PBF è anche nota come Electron Beam Melting (EBM). La **Figura 2.13** seguente mostra una presentazione schematica di tale processo. Questi processi che utilizzano un fascio di elettroni si distinguono da quelli basati su una sorgente laser poiché il raggio elettronico garantisce una maggiore densità di energia, possiede un'elevata potenza e poiché è possibile realizzare il vuoto all'interno della camera di costruzione del pezzo. Nonostante queste differenze, il processo di EB – PBF possiede anche alcune caratteristiche in comune con il processo di L – PBF come il fatto che, per costruire il componente, bisogna sempre partire dalla realizzazione di un file CAD e, anche in questo caso, si ha la

deposizione dei vari strati di polvere metallica sulla piattaforma di costruzione per formare i vari layer [2].

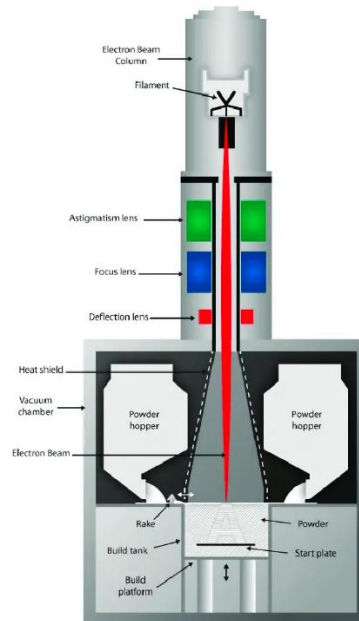


Figura 2.13: Schematizzazione del sistema di Electron Beam – Powder Bed Fusion [3]

Tra i materiali che maggiormente vengono lavorati e processati con nell'EB – PBF troviamo gli acciai e le leghe di titanio [2].

I seguenti vantaggi sono caratteristici di questa tecnologia:

- una maggiore efficienza nell'uso della materia prima;
- il vuoto elimina le impurità e fornisce un buon ambiente termico per la fabbricazione del componente;
- riduce notevolmente la quantità di operazioni di finitura;
- libertà di design del componente;
- lavorazione di materiali ad alto punto di fusione e altamente reattivi;
- tempi di consegna ridotti per la progettazione e la fabbricazione;
- un alto grado di personalizzazione dei componenti [14].

Alcuni degli svantaggi della tecnologia a fascio di elettroni sono i seguenti:

- richiede lavorazione in vuoto che deve essere mantenuto, con un costo elevato.
- produce raggi X durante il funzionamento, il che richiede particolari norme di sicurezza [14].

2.11 Leghe di alluminio (Al)

Le leghe di alluminio, i materiali strutturali metallici più utilizzati, dopo il ferro e l'acciaio, hanno il potenziale per l'applicazione e lo sviluppo in numerosi settori grazie

alla loro bassa densità, elevata resistenza specifica, facile lavorazione e una buona resistenza alla corrosione nonché un'eccellente conduttività elettrica e termica [45] [46] [47]. In base alla loro composizione, microstruttura e caratteristiche di processo, le leghe di alluminio possono essere classificate in leghe di alluminio fuso e leghe di alluminio lavorato. A seconda che la lega risponda al trattamento termico mediante indurimento per precipitazione, le leghe di alluminio possono essere ulteriormente suddivise in leghe di alluminio trattabili termicamente e non trattabili termicamente, come mostrato in **Figura 2.14** [40].

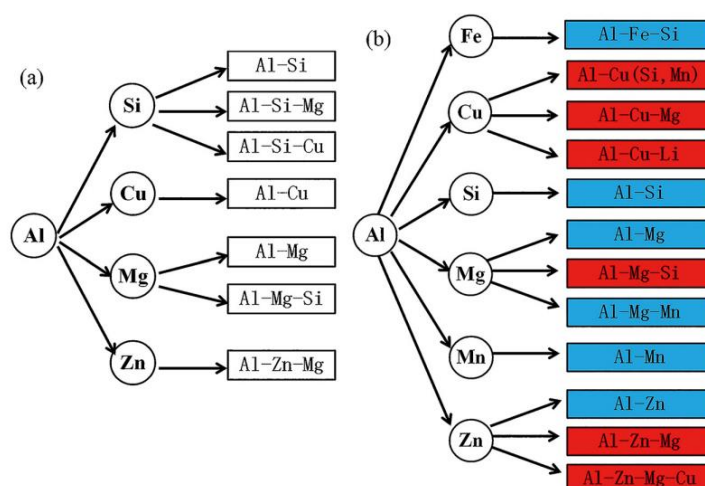


Figura 2.14: Classificazione delle leghe di alluminio fuso e delle leghe di alluminio lavorato: a) leghe di alluminio per colata. (b) leghe di alluminio lavorato. Le leghe di alluminio non trattabili termicamente sono in blu e le leghe di alluminio trattabili termicamente sono in rosso [40]

Le proprietà delle leghe di alluminio commerciali sono mostrate nella **Tabella 2.3** [40].

Tabella 2.3: Proprietà delle leghe della serie di alluminio [40]

Serie	Tipo	Elementi	Prestazione
1xxx	Non trattabile termicamente	Al puro ($\geq 99,00$ %)	➤ Bassa resistenza ➤ Buona resistenza alla corrosione e conducibilità ➤ Facile lavorazione
2xxx	Trattabile termicamente	Al – Cu Al – Cu – Mg	➤ Lega di alluminio duro ➤ Alta resistenza ➤ Buona resistenza al calore ➤ Scarsa resistenza alla corrosione
3xxx	Non trattabile termicamente	Al – Mn	➤ Lega di alluminio antiruggine ➤ Bassa resistenza

			➤ Incrudimento a freddo ➤ Buona plasticità e saldabilità
4xxx	Non trattabile termicamente	Al – Si	➤ Alto silicio, ➤ Basso punto di fusione ➤ Buona saldabilità ➤ Buona resistenza al calore e all'usura
5xxx	Non trattabile termicamente	Al – Mg	➤ Alto magnesio ➤ Buona resistenza alla corrosione e saldabilità
6xxx	Trattabile termicamente	Al – Mg – Si	➤ Media resistenza ➤ Buona formabilità ➤ Saldabilità e lavorabilità
7xxx	Trattabile termicamente	Al – Zn – Mg	➤ Altissima resistenza ➤ Non saldabile ➤ Scarsa resistenza alla corrosione
8xxx	-	Altri elementi	-
9xxx	-	Leghe di ricambio	-

Fino ad oggi, le parti strutturali in lega di alluminio sono state fabbricate principalmente con metodi tradizionali come fusione, forgiatura, estrusione e metallurgia delle polveri. Sebbene i prodotti in lega di alluminio realizzati con i processi tradizionali di cui sopra siano stati ampiamente utilizzati, ci sono ancora molti problemi nel processo di produzione e nelle loro applicazioni. In primo luogo, la bassa velocità di raffreddamento nei processi di colata rende la microstruttura grossolana ed esistono molti difetti, come difetti di offset, porosità da ritiro, inclusione di scorie e segregazione degli elementi nelle leghe di alluminio fuso, che abbassano le proprietà meccaniche delle parti. In secondo luogo, il processo di preparazione e formatura dei componenti in lega di alluminio ad alte prestazioni viene separato, il che provoca una lunga catena di processo con flessibilità limitata. Inoltre, con i moderni sviluppi industriali, i requisiti di struttura e prestazioni delle parti in lega di alluminio sono in continuo aumento. La produzione di parti in lega di alluminio con strutture diverse, elevata precisione dimensionale e forma quasi netta sarà un importante obiettivo di ricerca e sviluppo in futuro. [40] [48] [49] [50].

Per tali motivi, sempre di più si sono iniziate a processare le leghe di alluminio con tecniche di L – PBF in quanto, oltre ad avere tutti i vantaggi già elencati precedentemente dovuti alla tecnica di AM in generale, l'approccio e la creazione a strati, dovuto alla fusione laser della polvere nella tecnica di L – PBF, ha dei vantaggi unici nella formazione integrata di componenti strutturati complessi e a parete sottile realizzati in leghe di alluminio:

- il processo di saldatura e rivettatura viene eliminato e non è necessario lo stampo, accorciando così i tempi di progettazione e produzione;
- il riciclaggio della polvere metallica aumenta il tasso di utilizzo della materia prima e riduce i costi di produzione;
- le parti realizzate in L – PBF hanno qualità e prestazioni eccellenti [51] [52] [53].

Tuttavia, rispetto alle leghe a base di ferro, nichel e titanio, le difficoltà di lavorazione delle leghe di alluminio mediante L – PBF sono le seguenti [34] [40] [54]:

- la scarsa fluidità della polvere di lega di alluminio induce la formazione di agglomerati durante la distribuzione della polvere, che si traduce in uno spessore non uniforme degli strati di polvere e influisce sulla qualità dello strato;
- la riflettività laser dell'alluminio raggiunge il 91 %. La conducibilità termica dell'alluminio è 237 W/(mK), che è undici volte il valore di quella del titanio e cinque volte il valore di quella ferro. Una velocità di raffreddamento più elevata porta all'innescio di crepe. È più probabile che un minore accumulo di calore durante la lavorazione causi la formazione di difetti metallurgici come pori e crepe. Pertanto, è necessaria una maggiore potenza del laser per formare parti dense, quindi sono necessari maggiori richiedi di potenza all'apparecchiatura;
- l'alluminio si ossida facilmente. L'esistenza di film di ossido indurrà la passivazione superficiale del bagno fuso e promuoverà la formazione di difetti metallurgici, il che si traduce in requisiti severi per il vuoto o la pressione parziale dell'ossigeno dell'ambiente di lavorazione;
- l'assorbimento di umidità della polvere di lega di alluminio è forte e i valori di solubilità dell'idrogeno nell'alluminio solido e liquido sono molto diversi. Pertanto, la porosità dell'idrogeno viene facilmente prodotta quando il fuso solidifica rapidamente;
- l'elevato coefficiente di dilatazione termica e l'ampio intervallo di temperature di solidificazione dell'alluminio possono generare una grande quantità di stress residuo durante la rapida solidificazione, che provoca la rottura e la deformazione delle parti;
- le leghe di alluminio contengono spesso magnesio e altri composti a basso punto di fusione. La fluttuazione della composizione della lega e la formazione di cricche si verificano facilmente durante il ciclo del laser [40].

Attualmente, le leghe di alluminio fabbricate con L – PBF sono per lo più leghe Al – Si di grado fuso, in particolare AlSi10Mg e Al – Si12, la cui colabilità e saldabilità sono relativamente buone. La richiesta di più leghe di alluminio e lo sviluppo della tecnologia L – PBF hanno portato a studi su Al – Mg, Al – Cu – Mg, Al – Si – Mg, leghe di alluminio modificate con zirconio e altre leghe di alluminio lavorato [40].

2.12 Leghe AlSi10Mg

Tra le leghe di alluminio commerciali, principalmente le leghe Al – Si vicine ai punti eutettici, come AlSi10Mg, Al – 12Si, A357 e A356, sono generalmente utilizzate nei processi di AM e in particolare in quello di L – PBF e, tra queste, la composizione più studiata è sicuramente AlSi10Mg [4] [55] [56] [57] [58]. Il successo di questa composizione è principalmente legato al contenuto di silicio, che è vicino a quello eutettico e ostacola il fenomeno del *cracking* di solidificazione. È noto che questo meccanismo di cracking è correlato all'intervallo di solidificazione della lega, alla fluidità della fase fusa, al ritiro per solidificazione e al coefficiente di dilatazione termica della lega. Nell'AlSi10Mg, la presenza del 10 % in peso di silicio implica un intervallo di solidificazione fine di questa lega, che è stato calcolato essere di circa 30 °C [59]. Questo valore è estremamente basso rispetto ad altre leghe di alluminio ad alta resistenza come la 2024 che ha un intervallo di solidificazione di 135 °C. Inoltre, è noto che il silicio migliora la fluidità dell'alluminio fuso, riduce il ritiro per solidificazione e il coefficiente di dilatazione termica [60]. Inoltre, degli studi hanno suggerito che il silicio è anche fondamentale per l'elaborazione di AlSi10Mg mediante tecniche di L – PBF perché è responsabile dell'assorbimento della potenza del laser. Infatti, il silicio ha una bassa solubilità nell'alluminio, ed è contenuto nella lega principalmente come particelle pure caratterizzate da un elevato assorbimento della potenza del laser (~ 70 %) [61]. Legare invece il magnesio alla lega Al – Si consente la precipitazione di Mg_2Si che rafforzerà la matrice in misura significativa senza compromettere le altre proprietà meccaniche [57].

Le leghe da colata Al – Si sono ampiamente utilizzate nell'industria automobilistica e della trasmissione di potenza. Le composizioni di AlSi10Mg e AlSi12 sono vicine ai punti eutettici, dove il punto di fusione è più basso e l'intervallo di temperatura di solidificazione è più ristretto. Pertanto, le leghe fuse Al – Si quasi eutettiche hanno buone proprietà di colata e una minore porosità da ritiro, quindi sono più adatte per la lavorazione mediante tecniche di L – PBF [40]. Esse inoltre posseggono buona saldabilità ed eccellente resistenza alla corrosione. Grazie alla loro interessante combinazione di proprietà meccaniche, elevata conducibilità termica e peso ridotto che hanno permesso loro di trovare anche un gran numero di applicazioni nell'industria aerospaziale e domestica [57].

Le leghe AlSi10Mg presentano una composizione in peso variabile degli elementi chimici che le costituiscono. In **Tabella 2.4** sono mostrati i valori massimi e minimi di tali composizioni [62].

Tabella 2.4: Composizione chimica della polvere di AlSi10Mg (wt. %) [62]

Elemento	Minimo	Massimo
Al	Restante parte	
Si	9,0	11,0
Fe	-	0,55
Cu	-	0,05
Mn	-	0,45
Mg	0,25	0,45
Ni	-	0,05
Zn	-	0,10
Pb	-	0,05
Sn	-	0,05
Ti	-	0,15

La dimensione delle particelle di polvere delle leghe AlSi10Mg sono invece variabili tra 25 – 70 μm [62].

2.13 Microstruttura delle leghe AlSi10Mg

Negli ultimi anni numerosi lavori hanno studiato le correlazioni tra i parametri di processo delle tecniche di L – PBF per leghe AlSi10Mg e le relative microstrutture, resistenza alla corrosione, porosità residua, durezza, carico di rottura, carico di snervamento e allungamento a rottura, in alcuni casi dopo diversi trattamenti termici [17] [21] [57] [63] .

In un processo di colata tradizionale di AlSi10Mg, la soluzione solida di silicio in alluminio si rompe facilmente durante il raffreddamento lento e il silicio precipita sotto forma di particelle relativamente grossolane, come mostrato in **Figura 2.15**: si ottiene generalmente una struttura eutettica continua di alluminio e silicio, insieme all' α – Al primario disperso. Il processo di L – PBF, come detto in precedenza, crea invece una micro e macrostruttura unica nei componenti AlSi10Mg, a causa della ripetuta fusione estremamente rapida e del successivo rapido raffreddamento del materiale. Si possono osservare due diverse microstrutture: una struttura cellulare – dendritica di α – Al e una rete della fase di silicio eutettica lungo il confine che circonda la fase α – Al. Le dimensioni dei dendriti cellulari di alluminio, misurate tramite analisi TEM, corrispondono a 500 – 1000 nm, cioè valori molto inferiori a quelli delle parti fuse. In modo simile, anche se per un'altra lega Al – Si, si è osservato [64] che il processo di L – PBF favoriva cineticamente la solidificazione di α – Al in una morfologia cellulare e l'estesa solubilità del silicio nell'alluminio. La quantità residua di silicio era localizzata preferenzialmente ai confini cellulari, che avevano uno spessore di circa 200 nm. La macrostruttura complessiva dei campioni di AlSi10Mg ottenuti mediante L – PBF, costituita dalla sovrapposizione di tracce di scansione successive, dipendeva dalla strategia di scansione e dai parametri di processo adottati. La **Figura 2.16** e **Figura 2.17** mostrano esempi di diverse macrostrutture prodotte mediante diverse strategie di scansione utilizzando una macchina Direct Metal Laser Sintering (DMLS) [4] [63].

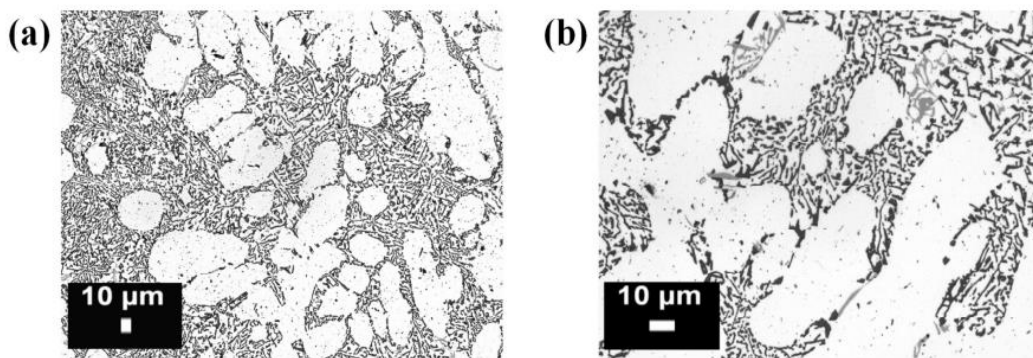


Figura 2.15: Micrografie ottiche di una microstruttura in lega AlSi10Mg prodotta mediante processo di colata a (a) bassi e (b) alti ingrandimenti: le particelle bianche sono composte da una fase primaria α , mentre la matrice è composta da una fase eutettica $\alpha + \text{Si}$ [4]

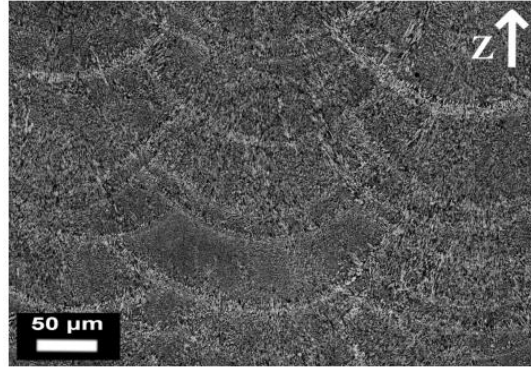


Figura 2.16: Micrografie ottiche di campioni AlSi10Mg prodotti mediante sinterizzazione laser diretta di metalli (DMLS) utilizzando una strategia di scansione unidirezionale (lungo l'asse X). Questa strategia produce tracce di scansione parallele all'interno del materiale e i pool di fusione con una forma quasi semicilindrica possono essere rilevati in una sezione trasversale parallela al piano Z – Y [4]

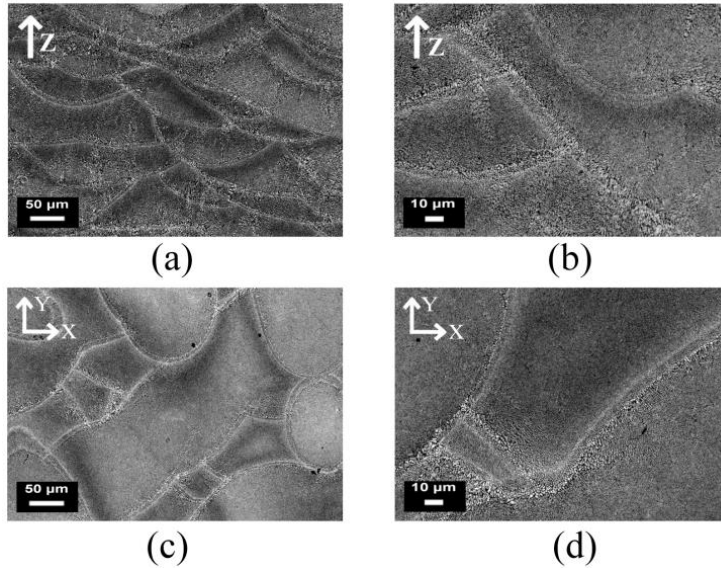


Figura 2.17: Micrografie ottiche di campioni AlSi10Mg ottenute mediante DMLS, costruite utilizzando una strategia di scansione rotante (67° di rotazione tra strati successivi), a diversi ingrandimenti: (a, b) descrivono una sezione verticale del pezzo prodotto lungo la direzione di costruzione (asse Z); mentre (c, d) mostrano la sezione parallela al piano di costruzione (piano X – Y) [4]

Le parti prodotte con tecniche di L – PBF presentano generalmente una maggiore resistenza alla trazione, con anisotropia che dipende dalla direzione di costruzione, e una migliore durezza rispetto alle loro controparti fuse [64]. Ciò è dovuto principalmente alla microstruttura ultrafine, con le sue complesse direzioni di crescita dei cristalli, e alle sollecitazioni termiche residue. I valori di resistenza superiori sono solitamente spiegati adottando l'equazione di Hall – Petch [4] [65]:

$$\sigma_0 = \sigma_i + \frac{k}{d^{\frac{1}{2}}}$$

L'equazione evidenzia che la resistenza del materiale (σ_0) è data dalla somma della sollecitazione di attrito (σ_i) e da un fattore (k) moltiplicato per l'inverso della radice quadrata della granulometria (d). Le velocità locali di riscaldamento e raffreddamento, durante la fusione delle polveri, sono molto elevate ($10^3 - 10^8 \text{ K} \cdot \text{s}^{-1}$) [66] [67], e ciò porta ad un processo di solidificazione non di equilibrio, con sviluppo di microstrutture ultrafini, solubilità solida estesa e possibile formazione di fasi di non equilibrio [4] [33].

Altri due aspetti importanti coinvolti nel processo di fusione sono il raffreddamento direzionale e la rapida solidificazione, che hanno entrambi una profonda influenza sulla microstruttura delle parti prodotte con tecniche di L – PBF. Ricercatori hanno studiato [63] [68] la microstruttura dell'AlSi10Mg, considerando ingrandimenti elevati, come illustrato nella micrografia FESEM di **Figura 2.18**. L'area etichettata come 2 e 3 corrisponde alla zona termicamente alterata dei melt pool adiacenti: ciò che vale la pena notare è la fine struttura dendritica cellulare all'interno del melt pool (area 1) e la diversa dimensione delle stesse strutture a causa dei gradienti termici (area 4) [4].

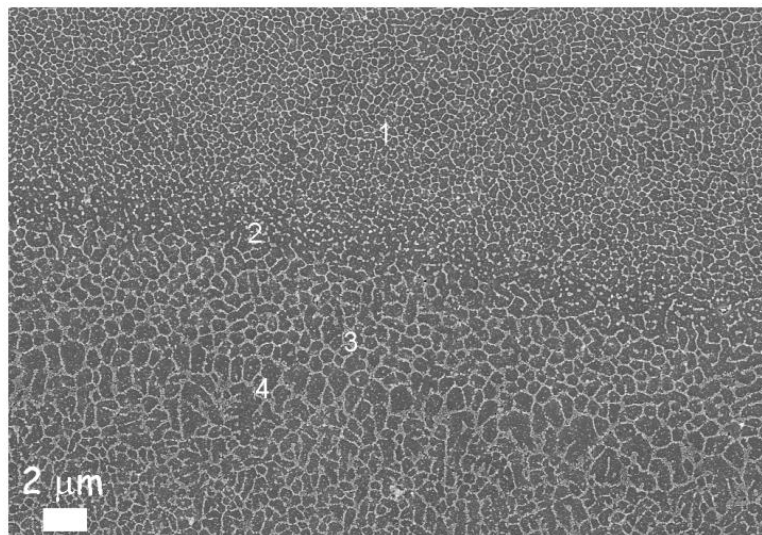


Figura 2.18: Immagine FESEM di una lega AlSi10Mg prodotta mediante il processo DMLS allo stato as-built dopo attacco con un reagente Keller: è possibile osservare le diverse dimensioni delle strutture cellulare – dendritiche [4]

La solidificazione nella lavorazione L – PBF di una lega AlSi10Mg dipende dal gradiente termico (G) nei melt pool e dal tasso di crescita (R) [69]. Il tasso di crescita potrebbe essere modulato modificando la velocità di scansione e l'angolo tra la direzione della traccia di scansione laser e la direzione di crescita del materiale solidificato. L'abbassamento del valore R ha contribuito ad ottenere un fronte di consolidamento planare stabile, mentre un aumento di R ha indotto la formazione di morfologie di solidificazione cellulare e infine dendritiche. Moltiplicando G per R si ottiene la velocità di raffreddamento del sistema: maggiore è il prodotto, più fine è la microstruttura. Sia il gradiente termico che il tasso di crescita sono al massimo al centro del melt pool, e diminuiscono leggermente andando verso il bordo: il tasso di crescita raggiunge un valore zero verso i bordi della scansione laser, dove il percorso laser è perpendicolare al trasferimento di calore [70]. In conseguenza della modifica dei valori G e R , varia anche la finezza dei grani [4].

Un altro effetto della solidificazione direzionale nel bagno di fusione è la formazione di una trama cristallografica all'interno del materiale. Ricercatori [70] hanno studiato la struttura complessiva dei pezzi realizzati con leghe AlSi10Mg prodotte mediante tecnica L – PBF e gli effetti delle diverse strategie di scansione sui suddetti componenti. È stato dimostrato che quando la modalità di solidificazione cellulare era attiva, la direzione preferenziale di crescita delle cellule era lungo la direzione del cristallo $\langle 100 \rangle$, andando verso la linea centrale del bagno di fusione. Le celle cubiche di alluminio a facce centrate così ottenute sono circondate con una fase di silicio con reticolo simile al diamante. Questa distribuzione fine porta ad un'elevata durezza delle parti prodotte con L – PBF di circa 127 Hv0.5. Inoltre, si vede che la finezza delle celle cambia da meno di 0,7 μm , al bordo del pool di fusione, a 0,4 μm al centro della traccia di scansione. Inoltre, sulla base di questo studio, si potrebbe affermare che si potrebbe ottenere una parte più anisotropa o isotropa a seconda della strategia di scansione applicata [4].

In un'altra ricerca [21] hanno studiato gli effetti di diversi parametri di processo sulla formazione di difetti all'interno della microstruttura dei campioni di AlSi10Mg. I pori metallurgici si sono formati prevalentemente in campioni costruiti con una bassa velocità di scansione (250 mm/s), mentre sono stati trovati fori per velocità più elevate (superiori a 500 mm/s). La ragione di ciò è stata attribuita alla quantità di energia troppo elevata fornita al materiale. Con un'elevata velocità di scansione e bassi valori di potenza laser, il balling ha alterato il comportamento di solidificazione e modificato il consolidamento degli strati. D'altra parte, l'adozione di basse velocità di scansione e di un'elevata potenza laser ha indotto un aumento dell'energia per unità di lunghezza, che a sua volta ha indotto l'instabilità del fuso. Inoltre, la distanza tra ciascuna traccia di scansione ha influenzato il comportamento di consolidamento della zona fusa: la mancanza di sovrapposizione tra le tracce di scansione ha comportato un notevole aumento del livello di porosità [21].

Tutti gli studi sopra descritti hanno concluso che i parametri di processo in effetti influenzano il livello di porosità, a causa dell'effetto diretto che hanno sulla quantità di energia trasferita al letto di polvere. I valori di densità energetica (per lunghezza [65], per area o per volume [17]) offrono un'indicazione dei limiti della finestra di processo, ma è necessario effettuare uno studio accurato dell'influenza dei parametri di processo sulla formazione di porosità per stabilirne i valori corretti per un processo di L – PBF ottimizzato [4].

Infine, un fattore che influenza notevolmente la microstruttura della parte è l'orientamento assunto dalla stessa durante la sua costruzione, in quanto questo può indurre la nascita di anisotropie e quindi di difetti. L'anisotropia riscontrata nelle parti prodotte tramite L – PBF è stata attribuita alla condizione di trasferimento di calore locale, che può essere determinata mediante la strategia di scansione [31]. Hanno identificato due diversi tipi di bordi di melt pool nella microstruttura del componente (**Figura 2.19**) [71]:

- layer – layer (strato – strato);
- track – track (traccia – traccia).

Essi sono generati rispettivamente dalla sovrapposizione di melt pool di fusione multistrato e multitraccia durante il processo.

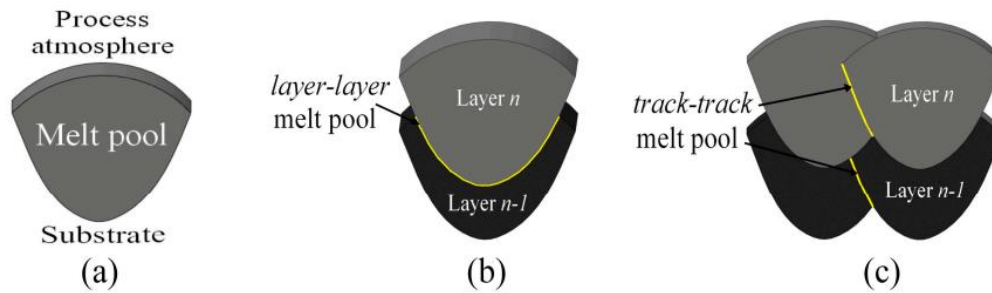


Figura 2.19: Rappresentazione schematica di differenti tipologie di bordi di melt pool (MPBs): (a) singolo MPB; (b) “layer – layer” MPB; (c) “track – track” MPB [4]

È stato osservato, da prove meccaniche, che i campioni costruiti lungo l'asse Z sembravano avere valori di resistenza alla trazione più bassi e una maggiore duttilità rispetto a quelli costruiti parallelamente al piano X – Y. La maggiore duttilità potrebbe essere correlata al fatto che i campioni verticali hanno un numero di superfici di scorrimento maggiore rispetto a quelli orizzontali. Infatti, quando i campioni costruiti nella direzione verticale vengono sottoposti ad uno sforzo, lo slittamento avviene contemporaneamente lungo le superfici MPB “layer – layer” e “track – track”, mentre nel caso di campioni con direzione di crescita orizzontale si verificava lo scorrimento solo lungo le superfici “track – track” [4] [71].

2.14 Proprietà meccaniche delle leghe AlSi10Mg

La microstruttura della lega Al – Si, come la dimensione e la morfologia delle particelle di silicio e dei composti intermetallici, determina le proprietà meccaniche dei componenti processati con tecniche di AM [72]. Attualmente, gli studi sulle proprietà meccaniche delle leghe di alluminio realizzate con L – PBF riguardano principalmente la durezza e le proprietà di trazione [40]. Per quanto riguarda il comportamento meccanico di tali componenti prodotti mediante queste tecniche, è stato dimostrato che essi hanno una maggiore resistenza alla trazione e, allo stesso tempo, una duttilità comparabile e una minore durata a fatica rispetto alle parti prodotte tramite un processo di fabbricazione tradizionale [4]. La durezza Vickers di parti in leghe AlSi10Mg prodotte mediante L – PBF è di circa 130 – 150 HV, che è il doppio di quella di una matrice di lega da colata [40] [73]. Il motivo per cui i pezzi in AlSi10Mg prodotti da processi di L – PBF presentano una durezza e una resistenza alla trazione maggiori rispetto a quelli fusi tradizionalmente può essere spiegato considerando tre fattori principali:

- la microstruttura a grana ultrafine, che favorisce il rinforzo del bordo del grano;
- gli elementi di lega, che sono responsabili del rafforzamento della soluzione solida;
- Il rafforzamento dato dalle interazioni delle dislocazioni [4].

Inoltre, c'è da segnalare che le sollecitazioni residue presenti all'interno del pezzo non sono sempre dannose per il processo di produzione di L – PBF. Possono anche

migliorare la durezza di un componente se presenti ad un livello ragionevole [74] [75]. L'aumento della durezza migliora anche la resistenza all'usura di tali prodotti [40].

A causa del rafforzamento della grana fine e della soluzione solida associati alla lavorazione L – PBF, il carico di snervamento (*Yield Strength* – *YS*) e il carico di rottura (*Ultimate Tensile Strength* – *UTS*), dei provini realizzati mediante questo processo, sono superiori a quelli delle leghe Al – Si fabbricate mediante la metallurgia delle polveri convenzionale [76] o tramite metodi di colata [17] [77], ma la plasticità è ridotta. Simili resistenze di rottura e di snervamento sono state ottenute da diversi gruppi di ricerca in entrambi i casi ($UTS = 380 - 450 \text{ MPa}$; $YS = 250 - 350 \text{ MPa}$). Le differenze nelle proprietà meccaniche sono principalmente attribuite alle diverse condizioni del processo di L – PBF, che portano ad alcune deviazioni nelle microstrutture dei campioni, come imperfezioni, consistenza e dimensione cellulare [40].

Inoltre, è stato descritto come tre aspetti principali dovrebbero essere presi in considerazione per quanto riguarda l'anisotropia di allungamento a rottura in un processo L – PBF:

- difetti e presenza di pori;
- orientamento e tessitura del grano;
- interfacce tra tracce e strati di fusione [4].

Risultati contrastanti [69] sono stati trovati in altri studi che hanno riportato un allungamento a rottura maggiore per gli esemplari costruiti orizzontalmente rispetto a quelli costruiti verticalmente. La ragione di ciò è stata trovata dopo un'analisi delle superfici di frattura: i campioni costruiti verticalmente hanno mostrato una rottura prevalentemente duttile situata tra strati debolmente legati, mentre la frattura si è verificata all'interno di ogni strato in quelli costruiti orizzontalmente.

Altra proprietà meccanica importante è quella della resistenza a fatica. Essa è un attributo critico per applicazioni affidabili in componenti funzionali in ambito industriale. Tuttavia, gli studi sulle proprietà di fatica delle leghe di alluminio processate mediante L – PBF sono molto meno numerosi di quelli sulle loro proprietà statiche. In delle ricerche [78] hanno studiato l'effetto della temperatura della piattaforma di costruzione del pezzo, della direzione di costruzione e del trattamento termico sulla resistenza a fatica di leghe AlSi10Mg. L'indurimento al picco ha l'impatto più notevole e la direzione di costruzione l'impatto meno significativo sulla resistenza a fatica.

2.15 Rafforzamento delle leghe AlSi10Mg con trattamento termico

Il rafforzamento per precipitati delle leghe di alluminio e silicio ha l'obiettivo di ottenere una microstruttura finale differente rispetto a quella che si nota in un componente ottenuto tramite L – PBF con delle migliori proprietà meccaniche. Esso si compone di due fasi fondamentali [79]:

- il trattamento termico di solubilizzazione seguito da una tempra;
- un processo di invecchiamento artificiale.

Ogni fase è condotta per un certo intervallo di tempo. La durata di ogni passaggio è di fondamentale importanza per evitare il minor invecchiamento o il sovrainvecchiamento, che ha come conseguenza la riduzione della durezza [79].

Il fine del trattamento termico è quello di promuovere la diffusione del silicio in agglomerati all'interno dei grani di $\alpha - Al$, portando alla creazione di una microstruttura più grezza. Questi si collocano ai confini dei melt pool, dal momento che queste sono zone in cui avviene una rifusione durante il processo di L – PBF. Aumentando la durata del trattamento termico è possibile annullare l'effetto dei diversi passaggi di scansione; simili risultati possono essere ottenuti tramite l'invecchiamento artificiale, portando alla creazione di una struttura più omogenea [79].

Nella produzione convenzionale, la lega AlSi10Mg viene comunemente rinforzata mediante indurimento per precipitazione, che consiste in un trattamento termico in soluzione seguito da tempra e invecchiamento artificiale. L'adozione di un tale trattamento termico sui materiali realizzati con tecnica di L – PBF modifica in larga misura la microstruttura. In degli studi [78] hanno mostrato come la microstruttura as-built, costituita da dendriti $\alpha - Al$ cellulari e particelle di silicio interdendritiche, sia stata modificata da un trattamento termico e che, conseguentemente, si siano ottenute particelle di silicio globulari eutettiche, omogeneamente distribuite all'interno della matrice $\alpha - Al$: sono state eliminate tutte le differenze microstrutturali, come la diversa granulometria, la zona termicamente alterata e i melt pool.

Nuove ricerche [80] hanno recentemente stabilito in che misura la microstruttura realizzata con L – PBF richieda una durata del trattamento della soluzione diversa da quella dei materiali di colata. La microstruttura fine di leghe AlSi10Mg, create con L – PBF, ha richiesto tempi più lunghi di quella fusa per essere completamente stabilizzata e omogeneizzata: il comportamento di precipitazione era completamente diverso in una microstruttura grossolana da quella di una a grana ultrafine [4].

L'intero processo di L – PBF introduce elevate sollecitazioni termiche residue all'interno del materiale che generalmente provocano distorsioni, deformazioni e alterazioni delle proprietà meccaniche delle parti fabbricate. Al fine di ridurre la quantità di stress residuo, pur mantenendo una buona stabilità dimensionale e fisica, la distensione dello stress viene comunemente eseguito sulle parti realizzate con L – PBF dopo il processo di AM. Un trattamento di distensione riduce notevolmente la resistenza alla trazione delle parti as-built e aumenta il livello di duttilità. L'importanza di un trattamento termico di post-processo appare fondamentale per migliorare il comportamento di duttilità delle parti as-built prodotte con L – PBF, pur mantenendo le elevate proprietà di trazione [66] [68] [81].

Ulteriori ricerche [82] si sono focalizzate sullo studio dell'effetto del tempo di trattamento termico sulla microstruttura e sulle proprietà meccaniche delle leghe Al – Si. Dopo il trattamento termico, la microstruttura della lega viene trasformata da alluminio con una rete di silicio in particelle di silicio grossolane uniformemente distribuite nella matrice di alluminio. All'aumentare del tempo di trattamento termico, le particelle di silicio fini vengono precipitate dalla matrice di alluminio supersatura e si depositano sulla superficie delle particelle più grandi. A causa della maturazione e della coalescenza delle piccole particelle di silicio adiacenti, si verifica una crescita continua delle particelle di silicio stesse. La quantità e la dimensione delle particelle di silicio eutettico aumentano, ma il loro numero diminuisce e la differenza tra una zona a grana fine e una zona a grana grossa è meno ovvia, come mostrato in **Figura 2.20**. La temperatura del trattamento termico ha un effetto simile in quanto una

temperatura più elevata induce una microstruttura più grossolana e una dimensione maggiore ma un numero minore di particelle di silicio [40] [64].

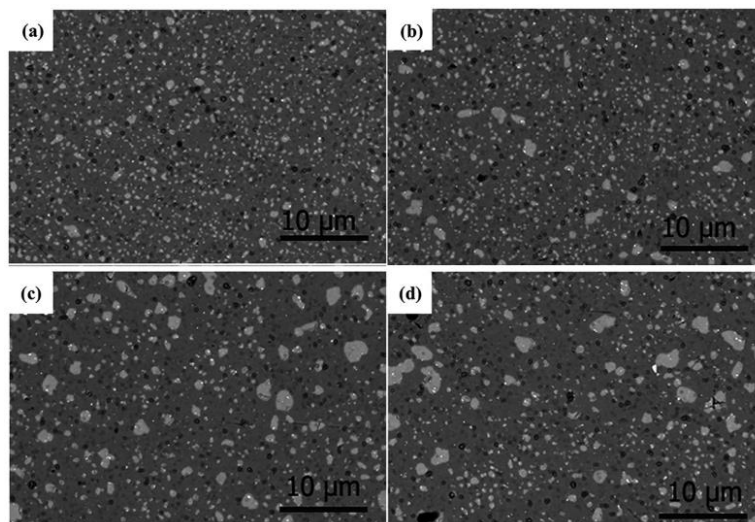


Figura 2.20: Microstruttura di Al – Si12 dopo il trattamento termico : (a) 15 min, (b) 30 min, (c) 2 h, (d) 4 h [40]

La morfologia della fase eutettica di silicio gioca un ruolo significativo nelle proprietà meccaniche delle leghe Al – Si. Oltre all'energia di interfaccia (Al/Si) tra alluminio e silicio, altri fattori cinetici o termodinamici, come la bagnabilità (angolo di contatto) e la concentrazione locale di atomi di alluminio e silicio, sono importanti per la microstruttura eutettica di solidificazione [79] [83] [84]. Le regioni ricche di silicio e alluminio nella zona fusa vengono per lo più trattenute durante il raffreddamento rapido e la loro crescita durante il processo di raffreddamento è notevolmente limitata. Quando il trattamento termico viene effettuato ad alta temperatura, la fase di silicio subisce una crescita attivata termicamente mentre la fase precipitata è sferica. Rispetto alla fase di silicio in forma lamellare, a bastoncino o aghiforme prodotta con il metodo di colata convenzionale, le particelle di silicio sferiche possono ridurre il taglio locale e limitare l'inizio e la propagazione della cricca quando deformate. Un aumento della dimensione delle particelle di silicio e una diminuzione del loro numero riducono lo stress e la deformazione locali. Anche il livello di stress residuo è notevolmente ridotto dopo il trattamento termico, quindi la plasticità a trazione dei campioni è migliorata [40].

2.16 Rafforzamento delle leghe di Alluminio con altri elementi

A partire dagli ultimi decenni, è sempre più aumentato il numero di studi che ha cercato di rafforzare le leghe di alluminio con altri elementi che abbiano con quest'ultimo una buona affinità chimica nella sua fase liquida e fusa. A seguito della solidificazione della lega, questi elementi vanno a formare delle strutture tridimensionali con la matrice di alluminio. Per produrre leghe di alluminio colabili, rafforzate per precipitazione, resistenti alle alte temperature e stabili, i vari elementi, selezionati dalla tavola periodica, devono presentare le seguenti quattro caratteristiche:

- essere in grado di formare un'adeguata fase di rinforzo;

- mostrare una bassa solubilità in fase solida nell'alluminio;
- avere una bassa diffusività nell'alluminio;
- conservare la capacità della lega di essere solidificata per vie convenzionali [72].

Otto elementi, raggruppati nella stessa regione della tavola periodica, soddisfano il primo criterio menzionato: il primo metallo del terzo gruppo di transizione (scandio – Sc), tre metalli del quarto gruppo di transizione (titanio – Ti, zirconio – Zr, niobio – Nb) e gli ultimi quattro metalli del gruppo dei lantanidi (erbio – Er, tulio – Tm, itterbio – Yb, lutezio – Lu). Sulla base di una revisione della letteratura esistente, questi elementi sono valutati in termini del secondo e terzo criterio e, pertanto, devono soddisfare la necessità di una dispersione in alluminio con una cinetica a lento discioglimento e sulla base del quarto criterio, che viene valutato in base ai diagrammi di fase binari [72].

Il miglioramento della resistenza a temperature elevate è stato un obiettivo costante nello sviluppo delle leghe di alluminio per più di tre decenni. Le leghe di alluminio hanno diverse caratteristiche che le rendono particolarmente attraenti per lo sviluppo di leghe ad alta temperatura e ad alta resistenza. Inoltre, le leghe di alluminio sono naturalmente resistenti all'ossidazione grazie ad uno strato di ossido protettivo passivante estremamente stabile. Per applicazioni sensibili al peso, la bassa densità delle leghe di alluminio consente l'utilizzo di materiali con elevate resistenze specifiche. Infine, le leghe di alluminio sono considerevolmente più economiche delle leghe aerospaziali per alte temperature ad oggi esistenti (ad esempio a base di nichel e titanio). Storicamente, la maggior parte degli sforzi per sviluppare leghe di alluminio ad alta resistenza e termicamente stabili hanno cercato elementi di lega che esibissero sia una solubilità solida limitata che una bassa diffusività in alluminio [72].

Un approccio diverso per lo sviluppo di nuove composizioni a base di alluminio può essere definito sulla base dei risultati ottenuti con le leghe solidificate rapidamente, introducendo metalli di transizione (TM) ed elementi di terre rare (RE) nelle composizioni delle leghe [85] [86] [87]. È noto che gli elementi TM e RE sono elementi di lega estremamente adatti per leghe di alluminio rapidamente solidificate. Per questo motivo, di recente, molti lavori si sono concentrati sullo studio della microstruttura e delle proprietà delle leghe di alluminio contenenti RE e TM lavorate da L – PBF. I principali vantaggi nell'utilizzo di RE sono legati ai precipitati fortemente coerenti e stabili che formano con l'alluminio e che consentono un affinamento del grano della lega. L'applicazione più nota dell'approccio basato sull'aggiunta di TM e RE è sicuramente lo Scalmalloy, una nuova composizione sviluppata e brevettata dal Gruppo Airbus e profondamente studiata negli ultimi anni [88] [89] [90].

Per apprezzare la solubilità, generalmente molto limitata per le leghe di alluminio, dell'elemento solido introdotto in questo tipo di leghe, è necessario considerare l'effetto quantitativo della frazione di volume del precipitato sul previsto incremento di rafforzamento della lega nel complessivo [72].

A causa della frazione di volume del precipitato intrinsecamente basso nelle leghe a base di alluminio, è fondamentale che queste fasi disperse siano piccole (dell'ordine di 10 nm o meno) e rimangano tali (resistano all'ingrossamento) durante l'esposizione termica. Tuttavia, questo requisito non si applica alle superleghe a base di nichel, data la loro solubilità molto più elevata e per diversi elementi di lega, consentendo così frazioni di volume più elevate della fase di rinforzo ordinaria. In ogni caso, le particelle

di precipitato tendono spontaneamente a crescere secondo un processo noto come maturazione di Orowan la quale si verifica durante le ultime fasi del processo di precipitazione e comporta la crescita di precipitati più grandi a scapito di quelli più piccoli. La cinetica di questo processo è controllata dalla diffusione in volume, poiché gli atomi di soluto vengono trasferiti dai precipitati in contrazione a quelli in crescita [72].

2.16.1 Rafforzamento delle leghe di alluminio con aggiunta di stronzio

In questo settore specifico, in cui si cerca di rafforzare le leghe a base di alluminio con gli elementi più disparati della tavola periodica, si colloca anche il lavoro svolto nella seguente attività di Tesi dove, nello specifico, si è cercato di studiare il comportamento di leghe, con matrice in alluminio, alle quali sono state aggiunte una certa quantità di stronzio.

Lo stronzio è utilizzato nell'industria della fonderia come elemento modificatore. Quando viene aggiunto, viene influenzata la cristallizzazione eutettica al fine di migliorare le proprietà meccaniche, in particolare la duttilità. I risultati degli autori [91] [92] [93] [94] [95] negli ultimi anni mostrano che gli elementi di modifica, incluso lo stronzio, oltre al cambiamento nella morfologia del silicio eutettico, influenzano anche le fasi intermetalliche.

Per quanto concerne la modifica nella morfologia del silicio eutettico, essa è un importante cambiamento nella qualità dei cristalli di silicio eutettico nella nuova struttura organizzativa della lega. Nello specifico, si ha un cambiamento di nucleazione e cristallizzazione della morfologia del silicio eutettico. La morfologia finale assunta dal cosiddetto silicio eutettico "modificato" forma uno scheletro solido, che cresce nella cella eutettica, e delle formazioni fibrose a forma di bastoncino. Gli elementi modificatori riducono la velocità di diffusione del silicio nel fuso bloccando la crescita dei cristalli a livello dell'interfaccia [96].

A seguito di diversi studi e ricerche, aggiungendo lo stronzio a varie leghe Al – Si si è trovato quanto segue:

- si può vedere una drammatica diminuzione della frequenza di nucleazione dei grani eutettici che sono nucleati indipendentemente dai centri di fase primari distribuiti negli spazi interdendritici [91] [96];
- a parte l'effetto sulla crescita del silicio eutettico, l'aggiunta di stronzio ha un cambiamento significativo nel comportamento di nucleazione delle fasi eutettiche. Infatti, l'aggiunta di stronzio disabilita anche i film di ossido come siti di nucleazione preferiti per il silicio eutettico. Il silicio è costretto a nucleare a temperature più basse su un substrato finora sconosciuto e a crescere come un silicio eutettico fine e fibroso con un'alta densità [92] [96];
- lo stronzio ha un'influenza sui difetti strutturali delle leghe Al – Si, che coinvolgono principalmente il ritiro e la porosità da gas e spesso una combinazione dei due fenomeni. In generale, lo stronzio ha un'influenza negativa sui difetti strutturali, come le cavità [97];
- l'elemento stronzio non influisce sulla conduttività termica delle leghe di alluminio, ma la modifica del silicio eutettico causata dallo stronzio aumenta significativamente la conduttività termica delle leghe di alluminio. La differenza di conducibilità termica tra le leghe Al – Si – Sr e le leghe Al – Si

aumenta continuamente con l'aumento del contenuto di silicio, raggiungendo l'11,8 % nel punto di composizione eutettica (circa 12 % in peso di Si) [98] .

- l'aggiunta di elementi modificatori può generare un aumento della porosità e il cambiamento dell'intervallo di temperatura di solidificazione. Quindi, gli elementi di modifica possono causare cambiamenti nel modello di solidificazione e nella porosità dovuta al gas. Al contrario, gli esperimenti hanno mostrato che il ritiro del volume totale, che è una proprietà della lega, non è influenzato dalla presenza di elementi di modifica. Tuttavia, il modo in cui i ritiri sono distribuiti e se ci sono delle macro o microporosità è fortemente influenzato dalla presenza o meno di questi elementi. Nello specifico, lo stronzio sui difetti strutturali delle leghe Al – Si causa una diminuzione della crescita dei ritiri volumetrici mirati e una maggiore aumento della microporosità [96].
- la presenza di stronzio può anche influenzare la morfologia di fasi intermetalliche indesiderate come le fasi contenenti ferro. Alcuni elementi modificatori [91] [93] [94] [95], come appunto lo stronzio e il potassio, hanno un effetto positivo sulla morfologia di alcune leghe mentre in altre, soprattutto quelle contenenti rame, causano una riduzione delle proprietà meccaniche [99]. Tuttavia, il trattamento termico T6 porta alla dissoluzione dell'effetto negativo dello stronzio sulla fase del rame.

Ponendosi nel filone degli studi condotti sull'indurimento di leghe a base di alluminio tramite l'aggiunta di precipitati di stronzio, lo studio e le analisi condotti nel seguente lavoro di Tesi hanno l'obiettivo e lo scopo di dimostrare sperimentalmente un miglioramento effettivo delle proprietà delle leghe AlSr e AlSi10Mg prodotte mediante tecniche di AM.

CAPITOLO 3

METODI APPLICATI E MATERIALI UTILIZZATI

Nel seguente capitolo verranno trattati gli strumenti utilizzati e i metodi applicati per le varie analisi dei campioni studiati nel presente lavoro di Tesi. Prima di effettuare tali analisi, alcuni dei campioni, la cui tecnica produttiva è stata descritta nella sezione introduttiva, e poi tutti quanti ad un successivo processo di preparazione metallografica che comprende troncatura, lucidatura e osservazione al microscopio ottico. Successivamente, sui provini sono stati eseguiti studi di porosità e micro-durezza nonché si sono attaccate, con una soluzione acida, le loro superfici per studiarne la microstruttura mediante l'utilizzo dei microscopi *SEM* (*Scanning Electron Microscope*) e *FESEM* (*Field Emission Scanning Electron Microscopy*). In ultimo, sono state svolte delle analisi tramite le tecniche di *DSC* (*Differential Scanning Calorimeter*) e *XRD* (*X – Ray Diffraction*) per approfondire i dettagli relativi alla presenza di precipitazioni e fasi differenti.

3.1 Produzione dei campioni

Tutti i campioni presi in esame per le varie analisi sono stati realizzati attraverso la tecnica di AM di L – PBF.

La macchina (Concept MLabR) impiegata presenta le seguenti caratteristiche:

- una piattaforma di costruzione in alluminio commercialmente puro delle dimensioni di 90 x 90 mm;
- un laser con lunghezza d'onda di 1070 nm;
- uno spot size di 50 μ m;
- una potenza massima di 100 W;
- un'atmosfera inerte in argon.

I campioni, così prodotti, appartengono a tre JOB differenti con le seguenti caratteristiche:

- nel primo JOB sono stati prodotti 10 campioni utilizzando una polvere commerciale AlSr. Tali provini presentano la seguente composizione: AlSr (Sr 10 % wt), dove wt indica la percentuale in peso;
- nel secondo JOB sono stati prodotti 4 campioni utilizzando una polvere di AlSr + AlSi10Mg. Tali provini presentano la seguente composizione: AlSi10Mg + AlSr (Sr 0,1 % wt). Le due polveri sono state miscelate meccanicamente in giara per 24 ore;
- nel terzo JOB sono stati prodotti 8 campioni utilizzando una polvere di AlSr + AlSi10Mg + 304L. Tali provini presentano la seguente composizione:

AlSi10Mg + AlSr (Sr 0,5 % at) + 304L (Fe 5 % at) dove at indica la percentuale in peso atomico (massa di un atomo di un elemento chimico). La polvere di questa lega è stata prodotta con un atomizzatore lab-scale, HERMIGA 100/10 VI, dell'azienda inglese PSI.

Il 304L è un acciaio aggiunto alla lega del terzo e ultimo JOB realizzata in laboratorio. Esso è un mix di vari elementi distribuiti secondo le seguenti percentuali in peso (wt):

- Carbonio (C): 0,019 – 0,03 %;
- Fosforo (P): 0,045 %;
- Azoto (N): 0,10 %;
- Silicio (Si): 0,75 %;
- Manganese (Mn): 2 %;
- Nichel (Ni): 8 – 12 %;
- Cromo (Cr): 18 – 20 %;
- Ferro (Fe): 65,075 – 71,086 % [100].

Tutti i campioni prodotti sono di forma cubica con dimensioni 10x10x10 mm.

Nella **Tabella 3.1**, **Tabella 3.2** e **Tabella 3.3** sono riportati i parametri di processo per ognuno dei tre JOB pocanzi descritti.

Tabella 3.1: Parametri di processo dei provini del JOB AlSr

Condizione	Potenza [W]	Scanning Speed [mm/s]	Hatching Distance [mm]	Layer Thickness [mm]	Strategia	Rotazione [°]	VED [J/mm ³]
1	95	650	0.105	0.015	Isole	90	92.80
2	95	650	0.105	0.015	Stripes	67	92.80
3	95	450	0.105	0.015	Isole	90	134.04
4	95	450	0.105	0.015	Stripes	67	134.04
5	95	850	0.105	0.015	Isole	90	70.96
6	95	850	0.105	0.015	Stripes	67	70.96
7	95	650	0.12	0.015	Isole	90	81.20
8	95	650	0.12	0.015	Stripes	67	81.20
9	95	650	0.09	0.015	Isole	90	108.26
10	95	650	0.09	0.015	Stripes	67	108.26

Tabella 3.2: Parametri di processo dei provini del JOB AlSi10Mg + AlSr

Condizione	Potenza [W]	Scanning Speed [mm/s]	Hatching Distance [mm]	Layer Thickness [mm]	Strategia	Rotazione [°]	VED [J/mm ³]
1	95	650	0.105	0.015	Stripes	No	92.80
2	95	650	0.105	0.015	Isole	90	92.80
3	95	650	0.105	0.015	Stripes	67	92.80
4	95	500	0.105	0.015	Stripes	67	120.63

Tabella 3.3: Parametri di processo dei provini del JOB AlSi10Mg + AlSr + 304L

Condizione	Potenza [W]	Scanning Speed [mm/s]	Hatching Distance [mm]	Layer Thickness [mm]	Strategia	Rotazione [°]	VED [J/mm ³]
1	90	400	0.08	0.015	Isole	90	187.50

2	90	400	0.09	0.015	Isole	90	166.67
3	90	600	0.085	0.015	Isole	90	117.65
4	90	600	0.095	0.015	Isole	90	105.26
5	95	400	0.08	0.015	Isole	90	197.92
6	95	400	0.09	0.015	Isole	90	175.93
7	95	600	0.085	0.015	Isole	90	124.18
8	95	600	0.095	0.015	Isole	90	111.11

3.2 Preparazione metallografica

Dopo la loro creazione, i provini sono stati separati dalla piattaforma di costruzione con un taglio WEDM (*Wire Electrical Discharge Machining*) [101].

Successivamente, gli stessi provini sono stati sottoposti ad un processo di preparazione metallografica completo che ha previsto la successione delle seguenti fasi:

- il taglio dei campioni lungo la loro direzione di crescita (Z);
- la lucidatura della superficie da osservare al microscopio;
- l'osservazione al microscopio ottico al fine di ricavare delle immagini da elaborare per gli studi e le analisi sulle porosità.
- l'attacco chimico al fine di analizzare la microstruttura dei campioni, con successiva osservazione a SEM e FESEM;

3.2.1 Taglio dei campioni

Il primo step della preparazione metallografica è il taglio dei campioni. In questa fase è della massima importanza che la superficie di taglio presenti la minor deformazione possibile. Numerosi fattori influenzano la qualità della superficie di taglio: tipo di disco da taglio, velocità di avanzamento (mm/s), forza (N) e pressione specifica nel taglio (N/mm^2). La superficie ottenuta dal taglio è la base per un ulteriore step di preparazione metallografica (la lucidatura) e dovrebbe quindi presentare una superficie pian parallela con un disegno il più regolare possibile. Il macchinario utilizzato per il taglio dei campioni è detto *troncatrice* [102].

Le troncatrici metallografiche/materialigrafiche sono realizzate per il taglio abrasivo a umido di un pezzo in lavorazione per ottenerne un campione. La macchina è normalmente costruita in modo da ospitare una lama troncitrice di forma circolare e di una certa dimensione stabilita a monte, determinando la potenza del motore elettrico che aziona la lama. È importante che la lama da taglio e il pezzo da lavorare siano sigillati dall'operatore durante il taglio per evitare danni alle persone in caso di rottura della lama. La macchina dispone di un sistema per spostare il pezzo o la lama per stabilire un movimento di avanzamento. Dispone inoltre di un sistema per l'aggiunta di fluido refrigerante/lubrificante all'area di taglio. Il pezzo da lavorare viene normalmente posizionato su di una piattaforma per consentirne il fissaggio prima del taglio. Il mandrino che porta la ruota deve essere privo di gioco e il design della macchina deve essere stabile per evitare vibrazioni. Le moderne macchine troncatrici sono costruite utilizzando una delle seguenti architetture:

- una lama circolare rotante che si muove verso il componente, fissato su di una piattaforma;
- una lama circolare rotante fissata con il pezzo incastonato su di una piattaforma mobile [102].

Il vano di taglio deve essere chiuso secondo le regole di sicurezza. Non deve essere possibile per l'operatore aprire il vano prima che la ruota si sia fermata. Il vano dovrebbe essere facile da pulire e con facile accesso, senza troppi componenti e angoli.

I seguenti parametri sono quelli che influenzano un'operazione di taglio eseguita con una troncattrice tradizionale:

- *numero di giri al minuto della lama*: generalmente sono nell'intervallo 2000–3000 rpm a seconda del diametro del disco di supporto della lama;
- *velocità della lama*: In base al numero di giri, è possibile calcolare la velocità. Questa dovrebbe essere compresa tra 30 e 50 m/s. Nella maggior parte delle troncatrici il numero di giri, e di conseguenza la velocità, è un valore fisso che l'operatore non potrà modificare. La velocità diminuirà con la diminuzione del diametro della lama causata dall'usura. Su alcuni modelli più recenti di troncatrici il numero di giri è stato reso modificabile, rendendo possibile una variazione della velocità della lama. Questo cambia le forze agenti sulla e dalla lama e quindi influenza fortemente anche l'usura della lama stessa; questo significa che una lama "dura" può essere cambiata in una lama "morbida" riducendo il numero di giri e viceversa;
- *feed Speed*: Questa rappresenta la velocità di movimento del porta-campione e varia a seconda del materiale considerato e alla lunghezza del taglio. È un parametro che può essere controllato da un operatore al fine di ottenere la sezione ottimale. Essa varia nel range 0,005 – 5 mm/s [102];

Durante la fase di taglio si sviluppa calore a causa delle forze di attrito nel taglio. Per questi motivi è importante che avvenga una lubrificazione costante.

Il taglio metallografico viene sempre eseguito utilizzando un fluido lubrificante o refrigerante per mantenere una bassa temperatura. Il fluido svolge le seguenti funzioni simultaneamente:

- raffreddare l'interfaccia pezzo/lama troncattrice;
- lubrificare;
- lavare via gli scarti prodotti dal taglio;
- proteggere il pezzo e la macchina da eventuali corrosioni;
- prevenire lo sviluppo di batteri e funghi.

Poiché l'acqua è un ottimo mezzo di raffreddamento, viene utilizzata come ingrediente principale. Tuttavia, per ottenere le funzioni menzionate è necessario un additivo che contenga un certo numero di componenti [102].

La troncattrice presente nei laboratori DISAT che è stata utilizzata per il taglio dei campioni studiati è una *BRILLANT 220*, **Figura 3.1**. Nella ricerca affrontata nel presente lavoro di Tesi il campione è stato posizionato sulla piattaforma porta-campione mobile, al fine di separare il provino in due parti uguali in accordo con la

direzione di crescita dello stesso. Il taglio è stato eseguito con una velocità di 1600 rpm e un feed rate di 0.5 mm/s.



Figura 3.1: Troncatrice BRILLANT 220 [103]

3.2.2. Lucidatura

Il secondo step della preparazione metallografica dei campioni è quello della lucidatura. I provini dovranno adesso essere preparati per poterne osservare la microstruttura attraverso un apposito microscopio. Nello specifico, ciò che si andrà a svolgere durante tale fase sarà una pulizia di una delle superfici del campione in modo da renderla priva di difetti e/o deformazioni. Il macchinario utilizzato per la lucidatura dei campioni è detto *lucidatrice o smerigliatrice manuale*; esso presenta un piatto rotante sul quale vengono disposti i diversi panni di lucidatura. I panni possono essere posizionati e fatti aderire, con il loro dorso liscio, al piatto della lucidatrice bagnato dall'acqua. A questo punto, mettendo in rotazione il piatto, il panno aderirà perfettamente ad esso sfruttando l'azione della forza centrifuga. La carta può anche avere un supporto autoadesivo o è possibile utilizzare un foglio biadesivo [102].

Esistono diversi tipi di lucidatura: meccanica, chimica, elettrolitica; quella che si è svolta nel seguente lavoro di Tesi è stata la lucidatura meccanica. Il processo si compone di due fasi:

- la prima che permette di ottenere una rifinitura “grossolana” del campione, nota come grinding;
- la seconda fase si occupa, invece, di dare una finitura alla superficie del pezzo, rendendola ottimale per l'osservazione, definita polishing. Dopo di questa fase la superficie appare lucidata “a specchio” [102].

Nello specifico, la prima delle due fasi si rende necessaria per i seguenti motivi:

- per rendere il più possibile piana la superficie del campione dopo il sezionamento;
- rimuovere eventuali deformazioni causate dal sezionamento;

- quando più campioni sono fissati in un porta-campioni, le superfici dei campioni non sono sullo stesso piano e per ottenere ciò è necessario rimuovere del materiale [102].

La prima delle due fasi della lucidatura fa uso di panni abrasivi con differenti granulometrie, passando da grani più grezzi a grani più fini (in particolare, le carte sono state utilizzate con la seguente successione: *P400*, *P600*, *P800*, *P1200*) [104] [105]. I passaggi con carte abrasive con grani grezzi sono necessari perché la rimozione di materiale è relativamente elevata, contrariamente ai passaggi di lucidatura con carte abrasive con grani fini che presentano una bassa rimozione di materiale. Durante il processo di lucidatura, il panno abrasivo e il pezzo da lavorare vengono forzati l'uno contro l'altro e viene esercitata dall'operatore una forza di compressione che provoca l'usura della superficie metallica del provino sotto l'azione delle varie "punte" presenti sul panno abrasivo; il campione metallico è quindi costretto a scorrere sulla superficie del panno. Ciò che si osserva, guardando la superficie lucidata del campione, sono tutta una serie di righe allineate nella stessa direzione lasciate del panno abrasivo. Nel passaggio da una carta abrasiva a quella successiva il campione è ruotato di 90°, al fine di assicurare una lavorazione omogenea su tutta la superficie dello stesso. L'operazione di abrasione con la stessa carta continua fino a che le linee generate da quella precedente non sono del tutto scomparse e dunque non si ha una superficie omogenea, osservabile anche a occhio nudo. In questo modo, la sollecitazione farà sì che il materiale si asporti dal provino come del truciolo. In linea di principio, l'asportazione di materiale aumenta linearmente all'aumentare della pressione tra la superficie del provino e la superficie della carta abrasiva. Ciò significa che è necessaria una certa forza per ottenere una velocità di asportazione elevata soddisfacente. Poiché in questa fase il panno abrasivo e il provino potrebbero riscaldarsi per il calore sprigionato delle forze di attrito di contatto tra i due corpi, è fornito un continuo apporto d'acqua che svolge l'azione di lubrificante/refrigerante. Il liquido fuoriesce da un apposito rubinetto montato sulla lucidatrice stessa [102].

La seconda fase del processo di lucidatura fa uso di sospensioni diamantate poiché la loro applicazione in piccole quantità durante il processo è un vantaggio, fornendo una velocità di rimozione più costante rispetto ad altri tipi di prodotti diamantati. Le sospensioni diamantate possono essere a base di acqua, alcol, olio o altri idrocarburi. Inoltre, possono essere utilizzate sotto forma di spray oppure di pasta. Esse hanno granulometrie di 6 o 9 μm per una lucidatura grossolana oppure 3, 1, 0,25, 0,1 e 0,05 μm per una lucidatura più fine. Nella ricerca affrontata in questo lavoro è stata utilizzata una pasta diamantata in stick, dove le particelle di diamante, delle dimensioni di 6 μm , sono posti all'interno di una cera. Normalmente la sospensione viene utilizzata in combinazione con un lubrificante anche se sono comunque disponibili sospensioni diamantate che fungono da lubrificanti esse stesse. Nel nostro caso, come lubrificante per il processo è stata utilizzata acqua. Anche questa fase, come in precedenza, si definisce conclusa quando la superficie del campione presenta una serie di righe coerenti, osservabili mediante un dispositivo ottico [102].

Nella seconda parte del processo di lucidatura, si cerca di rendere la superficie del campione a specchio in modo tale da poterla poi guardare con appositi microscopi. Per tale ragione, quest'ultima parte è svolta utilizzando un panno più morbido e mezzi di lucidatura più fini come la silice o l'allumina che presentano particelle con dimensioni 0,05 – 0,1 μm . Nel seguente lavoro di Tesi, per svolgere tale procedura, si è utilizzata

una soluzione di ossido di silicio e acqua (usato in proporzioni di 1:2 e 1:3). La granulometria della silice è molto piccola, $0,1 - 0,02 \mu\text{m}$, e i grani sono quasi sferici e più morbidi dell'allumina, causando una rimozione meccanica molto bassa del materiale che rende SiO_2 molto adatta per la fase di lucidatura finale. Il processo finale di lucidatura è portato avanti per un tempo variabile dagli otto ai dieci minuti, ruotando ad intervalli regolari il campione, sul quale è impressa una leggera pressione (in questo caso il provino è quasi solo appoggiato sul panno con l'operatore che cerca di mantenerlo fermo il più possibile) [102].

La lucidatrice utilizzata per questo lavoro di Tesi è una *Mecatech 234* visibile in **Figura 3.2**.



Figura 3.2: Lucidatrice Mecatech 234 [106]

In seguito alla fase di lucidatura i campioni sono stati lavati sotto acqua corrente e asciugati con l'aria compressa.

3.2.3 Inglobatura

A valle del taglio e prima di effettuare la lucidatura dei provini, può essere necessario inglobare gli stessi. L'inglobatura è una delle fasi della preparazione dei campioni per l'analisi metallografica dove, il campione, in un modo o nell'altro, viene incapsulato per facilitare e spesso migliorare la successiva preparazione. L'inglobatura è necessaria per tutta una serie di motivi:

- il campione è piccolo ed è difficile da maneggiare quindi facilita la preparazione di campioni a ridotte superfici e/o campioni con ridotti spessori;
- il campione ha una forma scomoda e l'inglobatura è necessaria per garantire una corretta preparazione della superficie;
- la tenuta del bordo e la planarità del campione sono importanti per un esame corretto;
- il campione è fragile o presenta crepe o pori e l'inglobatura stabilizzerà la superficie. Inoltre, anche il campione potrebbe essere un materiale in polvere o di forma non idonea alla preparazione;

- è richiesta una dimensione del campione standard quando si utilizzano apparecchiature di preparazione semiautomatiche o automatiche [102].

Esistono due tipologie differenti di inglobatura: l'*inglobatura a caldo* e l'*inglobatura a freddo*. Generalmente, viene effettuata un'inglobatura a caldo per garantire una certa qualità del prodotto finale per evitare problemi durante la pulizia del provino, invece un'inglobatura a freddo è più spesso utilizzata se il campione da analizzare presenta forme e dimensioni ridotte e le richieste per la qualità della superficie preparata sono relativamente basse. Per effettuare l'inglobatura si possono utilizzare diverse tipologie di resine secondo la durezza del materiale e le esigenze di classificazione. Quando la resina indurisce, il campione può essere prelevato dallo stampo [102].

Per il seguente lavoro di Tesi si evidenzia come, di tutti i provini analizzati, soltanto quelli appartenenti al JOB AlSi10Mg + AlSr + 304L siano stati inglobati. Questo perché, a valle della loro creazione, essi presentavano numerose cricche e crepe sulla loro superficie, perfettamente visibili anche ad occhio nudo.

L'inglobatura adottata da questo lavoro di Tesi è quella a freddo che ha previsto l'uso di una resina termoindurente bicomponente. Le due componenti sono state miscelate in un contenitore apposito per poi essere colate in un stampino cilindrico, dove era stato posto precedentemente il campione. Dopo 10 – 15 minuti il campione inglobato è stato rimosso dallo stampo.

L'inglobatura a freddo, per motivi di sicurezza, è stata svolta sotto una cappa chimica e, come stampino per l'inglobatura dei provini, è stata scelta una formina cilindrica.

3.3 Analisi delle porosità

A seguito della procedura di preparazione metallografica, le superfici dei provini sono dunque pronte per essere osservate e studiate. A tal proposito, le prime analisi condotte sono state quelle sullo studio della porosità dei suddetti provini. Grazie all'ausilio di appositi microscopi è stato possibile osservare le superfici dei campioni e, di queste, si sono scattate delle foto (nello specifico 10 foto per ogni provino studiato). A seguito dell'acquisizione delle immagini, le varie foto sono state analizzate con *ImageJ* ovvero un software di analisi di immagine.

3.3.1 Acquisizione delle immagini

Come si è detto, per portare a compimento tali studi, si è partiti con l'osservare le superfici dei provini lucidati con degli appositi microscopi. Le osservazioni sono state condotte utilizzando due microscopi differenti: un *microscopio ottico da banco* (più commerciale) e un *microscopio ottico metallografico* (più performante). Con il primo sono state scattate foto ad ogni provino di ogni JOB considerato mentre con il secondo gli studi delle porosità si sono limitati ai soli provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L. Inoltre, per quest'ultimo gruppo di provini e utilizzando entrambi i microscopi, sono state svolte due tipologie di analisi differenti: in primo luogo si sono considerati cricche e pori come se fossero un unico tipo di difetto e poi si sono considerati cricche e pori come due difetti distinti. È stato fatto ciò perché, come si è esposto in

precedenza, i provini appartenenti a quest'ultimo JOB risultavano essere molto criccati fin dalla loro realizzazione. Riassumendo:

Con il microscopio ottico da banco sono stati studiati i provini:

- AlSr;
- AlSi10Mg + AlSr;
- AlSi10Mg + AlSr + 304L (considerando le cricche e i pori presenti sulla superficie come un unico tipo di difetto);
- AlSi10Mg + AlSr + 304L (considerando le cricche e i pori presenti sulla superficie come due difetti distinti).

Con il microscopio ottico metallografico sono stati studiati i provini:

- AlSi10Mg + AlSr + 304L (considerando le cricche e i pori presenti sulla superficie come un unico tipo di difetto);
- AlSi10Mg + AlSr + 304L (considerando le cricche e i pori presenti sulla superficie come due difetti distinti).

Il microscopio ottico da banco utilizzato è un modello *Dino – Lite Digital Microscope*. Per osservare i campioni è stato scelto un ingrandimento di 225x che è quello massimo raggiungibile da tale strumento.



Figura 3.3: *Dino - Lite Digital Microscope* [107]

Il microscopio ottico metallografico utilizzato è un modello *Leica MEF4* con videocamera e software di acquisizione di immagini *LAS 4.6v*. Tale strumento consente di osservare i campioni a diversi ingrandimenti; nello specifico: 50x, 100x, 200x, 500x, 1000x. Per lo studio delle porosità si è scelto di impostare il microscopio su un ingrandimento di 50x.



Figura 3.4: Microscopio Leica MEF4 [108]

3.3.2 Analisi Software

Le foto così ottenute sono state poi analizzate con ImageJ. Esso è un software sviluppato dal *National Institute of Health* degli Stati Uniti [109], che ha permesso di valutare la porosità per ogni foto inserita nel programma. Nello specifico, grazie ad ImageJ si è calcolata la percentuale di porosità di ogni foto sulla percentuale di area del provino “catturata” in quella foto. Ricavati 10 valori di porosità (uno per ognuna delle 10 foto) di ogni provino, si sono importati questi valori in un foglio di calcolo *Excel* e si sono calcolati i valori della media e della deviazione standard per i 10 valori forniti.

Nell'utilizzo di ImageJ il primo passo da compiere è il caricamento di una foto da analizzare all'interno del software e, a seguito di ciò, tale foto viene convertita in un file *8 bit*. Successivamente, sfruttando la funzione *threshold* si va ad imporre una soglia alla scala di grigi per individuare le varie porosità (che a questo punto appariranno di colore nero) e i relativi pixel. A questo punto, l'immagine viene convertita in bianco e nero e utilizzando la funzione *fill holes* si vanno a chiudere, usando del colore, tutte quelle porosità che hanno subito un difetto nella cattura delle immagini. Tale passaggio può anche essere svolto manualmente. Infine, si lancia l'analisi e si ricava la percentuale di porosità media di ogni foto sulla percentuale di area del provino fotografata. Il valore è dato come frazione di pixel neri su sfondo bianco.

3.4 Prove di micro-durezza

La durezza è una proprietà importante quando si valuta la qualità e le possibili applicazioni di un materiale. Può anche fornire indicazioni riguardanti la resistenza alla trazione, la duttilità o la tendenza all'usura del materiale [102]. Da un punto di vista storico e per scopi tecnici, si è sempre applicata la seguente definizione: “La

durezza è la resistenza di un materiale alla penetrazione di un altro materiale più duro” [110]. Questa semplice concettualizzazione rimane la base della nostra comprensione della durezza ancora oggi.

Il secondo tipo di analisi effettuate sui campioni ha riguardato proprio delle prove di durezza e, più nello specifico, prove di micro-durezza. Per compiere tali prove ciò che si utilizza è uno strumento chiamato *durometro*. Esso è costituito da un indentatore che esercita una forza (misurata in N o kgf) sul provino che è posto su un apposito supporto (**Figura 3.5**). Venendo a contatto con la superficie del campione, l'indentatore lascia un'impronta dalle cui caratteristiche geometriche si determinano i parametri utili alla valutazione della durezza [102].

Tra i parametri che influenzano le misure di durezza si possono trovare la forma e le dimensioni dell'indentatore, la velocità di penetrazione dell'indentatore, le caratteristiche del materiale in prova, la costruzione dell'attrezzatura e il sistema ottico.

Si può fare una distinzione tra le seguenti tre tipologie di prove di durezza:

- Prove di durezza con azione di carico statico;
- Procedure di prova di durezza con azione di carico dinamico;
- Procedure speciali di prova di durezza [102];

In tutti e tre i casi, in generale, la durezza è valutabile come: *valore di durezza = forza di prova/dimensione dell'impronta* [102].

Ai fini del seguente lavoro di Tesi, le prove di micro-durezza svolte (e che quindi verranno presentate più nel dettaglio del prosieguo della seguente trattazione) sono state con azione di carico statico.

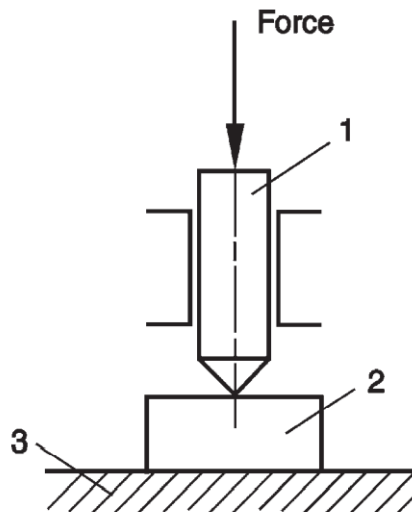


Figura 3.5: Schema di una prova di micro-durezza [102]

Anche all'intero delle stesse prove statiche, si possono distinguere differenti tipologie di procedure di durezza. Nello specifico, quelle eseguite sono delle prove di micro-durezza Vickers. Nel test di durezza Vickers, l'indentatore è a forma di piramide diamantata a quattro lati con un angolo interfacciale $\alpha = 136^\circ$. La piramide (punta) dell'indentatore viene pressata verticalmente sulla superficie del provino con una forza

di prova P (kgf). Seguendo il metodo di prova standard per la durezza Vickers dei materiali metallici, tali misurazioni vengono eseguite con forze di prova comprese tra 1 e 120 kgf [102].

Come si è detto in precedenza, le analisi eseguite sui vari campioni, nello specifico, sono state prove di micro-durezza e non prove di durezza. Ciò significa che i metodi e le macchine di misurazione devono essere opportunamente adattati per eseguire misurazioni della durezza su oggetti molto piccoli, strati sottili, materiali trattati in superficie o singoli componenti strutturali. Questo anzitutto comporta che c'è stata una determinazione di valori di durezza con test che prevedevano valori di forze applicate sostanzialmente più bassi. Rispetto ai metodi di prova di macro-durezza descritti in precedenza, l'intervallo della forza di prova nei test di micro-durezza è molto piccolo; nello specifico l'intervallo è compreso tra 1 e 1000 gf ($9,8 * 10^{-3}$ e 9,8 N) e, di conseguenza, le impronte lasciate dall'indentatore sono molto più piccole [102].

Il metodo di misurazione della durezza per microindentazione prevede il susseguirsi dei seguenti passaggi:

- accendere il sistema di illuminazione e calibrare opportunamente il durometro;
- posizionare o fissare il campione da indentare sulla piattaforma del durometro;
- mettere a fuoco usando una lente a basso ingrandimento la superficie del campione;
- selezionare l'area da indentare, regolare contrasto e risoluzione su valori ottimali;
- rimuovere la lente e spostare l'indentatore nella posizione operativa;
- selezionare la forza che l'indentatore deve esercitare sulla superficie del provino nonché scegliere il tempo di azione di tale forza;
- attivare il test e rispettare i tempi di forza specificati;
- dopo aver finito l'incisione, aspettare che l'indentare si retragga e portare la lente in modalità di misurazione;
- controllare che l'impronta lasciata dall'indentatore presenti la simmetria desiderata [102].

A questo punto il macchinario processa tali dati ed emette il risultato di durezza mediante la relazione:

$$HV = K * \frac{P}{d_1 d_2}$$

Dove K è una costante, P è il carico applicato e d_1 e d_2 sono le diagonali dell'impronta. In **Figura 3.6** si può osservare uno schema di una prova di durezza Vickers [102].

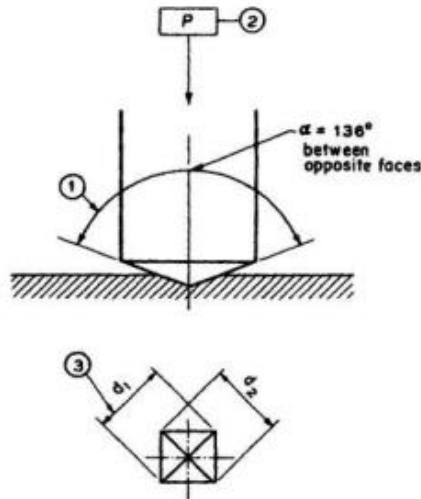


Figura 3.6: Test di micro-durezza Vickers (ASTM Standard E92) [102]

La distanza tra i centri di due indentazioni Vickers successive deve essere $\geq 4d$ (dove d è la lunghezza della diagonale Vickers) e la distanza di una indentazione dal bordo del provino deve essere $\geq 2d$ [102].

Per il seguente lavoro di Tesi sono state ricavate le micro-durezze Vickers di tutti i provini appartenenti ai seguenti due JOB:

- AlSi10Mg + AlSr;
- AlSi10Mg + AlSr + 304L.

Per ognuno dei provini sono state fatte 10 indentazioni e di ognuna il software implementato nel durometro ha fornito un valore di micro-durezza differente. Questi valori sono poi stati trascritti in un foglio di calcolo *Excel* e per ogni gruppo di 10 rilevazioni è stata calcolata la media e la deviazione standard.

Per ricavare i vari valori di micro-durezza è stata scelta una forza applicata dall'indentatore pari a 100 gf e un tempo di applicazione dell'indentatore di 15 s. Lo strumento utilizzato è un durometro *Leica VMHT Microhardness Tester* visibile in **Figura 3.7**.



Figura 3.7: Leica VMHT Microhardness Tester [111]

3.5 Attacco acido

Il terzo step che ha coinvolto l'analisi dei campioni è stato quello riguardante l'attacco chimico degli stessi con una *soluzione acida corrosiva*. L'attacco acido risulta essere di fondamentale importanza poiché esso è finalizzato ad evidenziare alcune caratteristiche della microstruttura dei provini [102].

Nel seguente lavoro di Tesi, la soluzione acida utilizzata per tale operazione è stata il *Keller* che ha portato alla corrosione della matrice, composta prevalentemente da alluminio, con lo scopo di analizzare il reticolo di silicio e la disposizione e distribuzione dello Stronzio all'interno della lega. Il Keller lo si è lasciato agire per 10 s. Trascorso questo lasso di tempo, in seguito all'azione della soluzione acida, i campioni sono stati spenti con acqua, lavati con acqua corrente e asciugati con aria compressa.

Nella Tabella seguente è riportata la composizione della soluzione acida Keller [112].

Tabella 3.4: Composizione della soluzione KELLER [112]

COMPOSIZIONE DELLA SOLUZIONE ACIDA KELLER	
Acido fluoridrico (HF)	1 cm^3
Acido cloridrico (HCl)	1,5 cm^3
Acido nitrico (HNO_3)	2,5 cm^3
Acqua (H_2O)	95 cm^3

3.5 Scanning Electron Microscope (SEM)

Come si è esposto verso la parte conclusiva del paragrafo precedente, nel seguente lavoro di Tesi, per lo studio e l'osservazione delle superfici dei provini analizzati, oltre all'utilizzo del microscopio ottico da banco e di quello metallografico (già ampiamente trattati) si è utilizzato un terzo tipo di microscopio molto più potente, performante e tecnologicamente avanzato rispetto ai precedenti due: lo *Scanning Electron*

Microscope (SEM) ovvero il *microscopio elettronico a scansione*. Esso è uno strumento che crea immagini ingrandite che rivelano informazioni su scala microscopica su dimensioni, forma, composizione, cristallografia e altre proprietà fisiche e chimiche di un campione. Al giorno d'oggi il SEM è utilizzato ed impiegato in diversi campi per risolvere problemi nelle scienze fisiche e biologiche, nell'ingegneria, nella tecnologia, nella produzione e nel controllo della qualità, nell'analisi dei guasti, nella medicina legale ed in tanti altri settori. Inoltre, il moderno SEM è uno strumento straordinariamente flessibile, in grado di operare su un'ampia gamma di parametri ottici ed elettronici e di produrre immagini da rivelatori di elettroni con diverse caratteristiche del segnale [102].

Il principio di funzionamento alla base del SEM prevede la creazione di un fascio finemente focalizzato di elettroni energetici mediante emissione da un'apposita sorgente. L'energia degli elettroni in questo fascio, E_0 , è tipicamente variabile nell'intervallo da $E_0 = 0,1$ a 30 keV. Dopo l'emissione dalla sorgente, il fascio di elettroni è accelerato ad alta energia e successivamente modificato da aperture, lenti magnetiche e/o elettrostatiche e bobine elettromagnetiche che agiscono per ridurre il diametro del fascio e scansionare il fascio stesso per focalizzarlo e indirizzarlo su tutta una serie di posizioni ravvicinate ma discrete della superficie del campione. A seconda della tensione di accelerazione degli elettroni primari, sono possibili ingrandimenti fino a 200.000 volte, a seconda dello strumento utilizzato [113].

In ciascuna di queste posizioni discrete nel modello di scansione, l'interazione del fascio di elettroni con il campione produce due prodotti elettronici in uscita:

- *gli elettroni retrodiffusi (backscattered electrons – BSEs)* costituiscono un fascio di elettroni che emerge dal campione dopo essere stati dispersi e deflessi da parte dei campi elettrici degli atomi nel campione stesso. Essi conservano intatta una grande frazione della loro energia incidente. Gli elettroni retrodiffusi sono quindi elettroni del fascio incidente che “rimbalzano” sulla superficie del campione;
- *gli elettroni secondari (secondary electrons – SEs)* sono elettroni che sfuggono dalla superficie del campione dopo che gli elettroni del fascio incidente li hanno strappati dagli atomi nel campione. Anche se gli elettroni del fascio sono tipicamente ad alta energia, questi elettroni secondari subiscono un basso trasferimento di energia cinetica e successivamente sfuggono alla superficie del campione con energie cinetiche molto basse, di solito comprese nell'intervallo 0 – 50 eV anche se la maggior parte ha energia inferiore a 5 eV [112].

Questi segnali elettronici in uscita dal campione vengono misurati utilizzando uno o più rivelatori di elettroni; solitamente sono utilizzati un *rivelatore di elettroni secondari (secondary electron detector)* che è effettivamente sensibile sia ai SEs che ai BSEs e un *rivelatore di elettroni retrodiffusi dedicato (dedicated backscattered electron detector)* che non permette la rilevazione dei SEs ma soltanto quella dei BSEs. Per ciascuno di questi rivelatori, il segnale misurato su ogni singola porzione del campione viene digitalizzato e registrato nella memoria del computer, quindi viene successivamente utilizzato per determinare il livello di scala di grigi nella corrispondente posizione X – Y dello schermo di un computer, formando un unico elemento dell'immagine (o pixel) [113].

In un SEM convenzionale, la camera all'interno della quale viene posto il campione deve funzionare in condizioni di alto vuoto ($< 10^{-4}$ Pa) per ridurre al minimo la dispersione e la rifrazione indesiderata che il fascio di elettroni emessi dalla superficie, nonché i BSEs e i SEs, subirebbe incontrando atomi e/o molecole di gas atmosferici.

La preparazione del campione per gli esami al SEM è semplice: il campione deve essere privo di elementi volatili come acqua, olio o grasso. Anche le particelle sciolte devono essere rimosse. Può capitare che alcuni campioni isolati nella camera di vuoto del SEM, a causa dell'impatto degli elettroni del fascio incidente, vadano a sviluppare una carica elettrica superficiale e, per tale motivo, devono essere dotati di un rivestimento conduttivo adeguatamente collegato a terra per fornire un percorso di scarica alla corrente elettrica. Generalmente, in questi casi, la superficie viene rivestita con uno strato di materiale elettroconduttivo quali il carbonio (C), il platino (Pt) oppure l'oro (Au) per evitare la carica. In caso di inglobatura del provino, prestare attenzione che la polvere di metallo, come il rame, contenuta nel materiale inglobante, non vada a contaminare il campione [113].

Grazie all'utilizzo del SEM è possibile andare ad analizzare le seguenti caratteristiche sui campioni in esso inseriti:

- *microstruttura compositiva*: Variazioni compositive di una unità di differenza nel numero atomico medio (Z) possono essere osservate generalmente con il rilevamento degli elettroni retrodiffusi (BSEs), con una sensibilità ancora maggiore ($\Delta Z = 0,1$) per numeri atomici bassi ($Z = 6$) e intermedi ($Z = 30$);
- *topografia (forma)*: È possibile visualizzare la struttura topografica con variazioni nell'inclinazione della superficie locale di pochi gradi. I bordi delle strutture possono essere localizzati con una risoluzione spaziale che va dal diametro del fascio incidente (che può essere pari o inferiore a 1 nm, a seconda della sorgente di elettroni) fino a 10 nm o superiore, a seconda del materiale e della natura geometrica del bordo (verticale, arrotondata, rastremata, rientrante, ecc.);
- *visualizzazione della terza dimensione*: L'ottimizzazione per una grande profondità di campo consente di visualizzare la struttura tridimensionale di un campione. Tuttavia, nella presentazione dell'immagine X – Y (bidimensionale) convenzionale, l'immagine risultante è una proiezione dell'informazione tridimensionale su un piano bidimensionale, che subisce una distorsione spaziale. La vera natura tridimensionale del campione può essere recuperata applicando le tecniche della stereomicroscopia, che invoca il naturale processo visivo umano combinando due viste indipendenti della stessa area realizzate con piccole differenze angolari;
- altre proprietà a cui è possibile accedere mediante analisi SEM: (1) *struttura cristallina*, inclusi bordi di grano, difetti cristallini ed effetti di deformazione cristallina; (2) *microstruttura magnetica*, compresi domini magnetici e interfacce; (3) *campi elettrici applicati in microstrutture ingegnerizzate*; (4) *emissione ottica stimolata da elettroni (catodoluminescenza)*, sensibile alla struttura elettronica a bassa energia [113].

Per quanto concerne la misurazione della composizione chimica, l'interazione del fascio di elettroni incidente con il campione produce due tipi di emissioni di fotoni di raggi X:

- *raggi X caratteristici*, le cui energie specifiche forniscono un'impronta digitale specifica per ciascun elemento, ad eccezione di idrogeno (H) ed elio (He), che non emettono raggi X;
- *raggi X continui*, che sono presenti per tutte le energie dei fotoni e formano uno sfondo al di sotto dei raggi X caratteristici.

Lo spettro di raggi X rilevato può essere utilizzato per identificare e quantificare gli elementi specifici (tranne H e He, che non producono raggi X) presenti all'interno del volume del campione colpito ed eccitato del fascio incidente in un ampio intervallo di concentrazioni (C, espressa in frazione di massa):

- “Componente principale”: $0,1 < C \leq 1$;
- “Componente minore”: $0,01 \leq C \leq 0,1$;
- “Costituente in traccia”: $C < 0,01$.

Lo spettro dei raggi X viene misurato con lo *spettrometro a raggi X a dispersione di energia a semiconduttore (Semiconductor Energy Dispersive X – ray Spectrometer – EDS)*, in grado di rilevare fotoni da una soglia di 40 eV fino ad un valore di circa 30 keV. Il software implementato nel SEM supporta la raccolta e l'analisi degli spettri nonché la microanalisi qualitativa a raggi X che comporta l'assegnazione dei picchi caratteristici riconosciuti nello spettro a elementi specifici. L'analisi qualitativa presenta sfide significative a causa delle interferenze reciproche di picco che possono verificarsi tra determinate combinazioni di elementi come, ad esempio, il titanio (Ti) e il bario (Ba), lo zolfo (S), il molibdeno (Mo) e il piombo (Pb); e molti altri, specialmente quando i picchi dei costituenti maggiori interferiscono con i picchi dei costituenti minori o in tracce [113].

Per il seguente lavoro di Tesi il SEM è stato utilizzato per analizzare e studiare la microstruttura dei campioni appartenenti ai vari JOB nonché le loro composizioni chimiche. Ancora una volta, non sono stati analizzati tutti i provini appartenenti ai tre gruppi ma ci si è limitati a considerare quelli che da un punto di vista delle porosità hanno mostrato i risultati migliori. Nello specifico:

- AlSr (provini 9 e 10);
- AlSi10Mg + AlSr (provini 1 e 3);
- AlSi10Mg + AlSr + 304L (provino 2).

Oltre a scattare delle immagini delle superfici a vari ingrandimenti, si sono condotte per ogni superficie dei provini delle analisi chimiche puntuali, lineari e, in alcuni casi, anche analisi si area.

Il microscopio elettronico a scansione utilizzato è un *Phenom ProX* è visibile nella successiva **Figura 3.8**.



Figura 3.8: Phenom ProX

3.6 Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM)

Il *Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM)* fornisce informazioni topografiche ed elementari con ingrandimenti da 10x a 300000x, con una profondità di campo praticamente illimitata. Rispetto al SEM convenzionale, il FESEM produce immagini più chiare e meno distorte dal punto di vista elettrostatico con una risoluzione spaziale dalle tre alle sei volte migliore e permette di arrivare fino alle scale nanometriche. Inoltre, sempre nel FESEM, è possibile variare la working distance ovvero la distanza tra la superficie del provino e l'estremità della colonna elettronica (ovvero quel macro-componente che racchiude al suo interno tutti gli elementi inerenti al fascio elettronico). Ciò permette di regolare la messa a fuoco dell'immagine [114].

Altri vantaggi del FESEM includono:

- la capacità di esaminare punti ed aree del campione molto piccole con tensioni di accelerazione degli elettroni compatibili con la spettroscopia a dispersione di energia (EDS);
- una ridotta penetrazione degli elettroni aventi una bassa energia cinetica che pertanto rimangono in prossimità e più vicino alla superficie del materiale analizzato;
- l'ottenimento di immagini di alta qualità (ad ingrandimento ultra elevato) e a bassa tensione (tensioni di accelerazione comprese tra 0,5 e 30 kilovolt), con i campioni studiati che presentano una carica elettrica trascurabile;
- non è necessario posizionare rivestimenti conduttivi su materiali isolanti [114].

Tra le applicazioni del FESEM troviamo:

- analisi della sezione trasversale del campione studiato;
- determinazione avanzata dello spessore del rivestimento e dell'uniformità della struttura;
- misurazione della geometria e della composizione elementare di piccole contaminazioni [114].

Il principio di funzionamento alla base del FESEM prevede l'emissione di un fascio elettronico generato da un catodo posto in un "cannone elettronico". Tale fascio viene quindi diretto verso la superficie del campione studiato per effetto capo e la sua intensità può essere regolata facendogli assumere o un'energia elettronica più bassa o più elevata. Regolando l'intensità degli elettroni presenti nel fascio si possono ottenere dei miglioramenti nella risoluzione spaziale nonché una riduzione al minimo della carica e del danno sul campione. Analogamente al SEM, anche il FESEM opera in vuoto per poter studiare e apprezzare meglio il reticolo di silicio [114].

Negli studi condotti in questo lavoro di Tesi, si sono svolte delle analisi al FESEM dei provini appartenenti ai seguenti gruppi:

- AlSi10Mg + AlSr (provini 3);
- AlSi10Mg + AlSr + 304L (provino 8).

Il FESEM utilizzato nelle analisi è stato un *FESEM ZEISS Supra 40* visibile in **Figura 3.9**.



Figura 3.9: FESEM ZEISS Supra 40 [115]

Altro aspetto importante, di cui si è tenuto conto nell'acquisizione delle immagini, è stata la *scan speed* ovvero la velocità di acquisizione del segnale e quindi delle immagini. Il valore che si è scelto per questo parametro è stato 3 o 4 in modo tale che la scan speed non fosse né troppo veloce ma nemmeno troppo lenta. Se il valore scelto fosse troppo basso (inferiore al 3) si avrebbe una scan speed molto veloce e quindi non adatta a rilevare bene le immagini.

3.7 Analisi XRD

La *diffrazione dei raggi X (XRD)* è un metodo utilizzato per studiare la struttura, la composizione e le proprietà fisiche dei materiali analizzando le loro strutture cristalline. Con l'XRD è anche possibile identificare i materiali cristallini.

L'XRD è comunemente applicato nella scienza dei materiali, ma avvantaggia anche molti settori dell'industria nello sviluppo di prodotti e nel miglioramento dei processi di produzione di diversi materiali [116].

La diffrazione dei raggi X (XRD) viene utilizzata per determinare le proprietà della struttura cristallografica (cioè la struttura cristallina) dei materiali cristallini. Per struttura cristallina si intende l'ordine delle particelle (atomi, ioni o molecole) in una materia cristallina, dove sono disposte in matrici regolari di celle unitarie ripetute. Tutti i materiali solidi hanno una sorta di struttura cristallina. I componenti di questa struttura sono solitamente piani cristallini, cioè atomi che si sono depositati come piani uno sopra l'altro a determinate distanze. Queste distanze possono essere misurate con l'XRD [116].

L'XRD si basa su un fenomeno chiamato diffrazione. Nella diffrazione, una serie regolare di scatterer produce una serie regolare di onde sferiche di radiazione quando la radiazione li colpisce e viene riflessa da loro. Questo è chiamato *dispersione elastica*. In quasi tutte le direzioni, le onde riflesse si annullano a vicenda, il che è chiamato *interferenza distruttiva*. Tuttavia, in alcune direzioni specifiche le onde si sommano in modo costruttivo e quindi si amplificano a vicenda, il che è chiamato *interferenza costruttiva*. Queste direzioni specifiche appaiono come punti luminosi chiamati *riflessi* sul modello di diffrazione formato. Questo fenomeno può essere rappresentato con la legge di Bragg [116]:

$$2d \sin(\theta) = n\lambda$$

dove:

- d è la distanza tra piani o oggetti di diffrazione (che riflettono le onde);
- θ è l'angolo della radiazione riflessa;
- n è un numero intero che rappresenta la quantità di scatterer;
- λ è la lunghezza d'onda della radiazione utilizzata.

In conclusione, i modelli di diffrazione derivano da onde di radiazione elettromagnetica che si riflettono da una serie regolare di diffusori. In **Figura 3.10** è possibile osservare uno schema della diffrazione a raggi X [116].

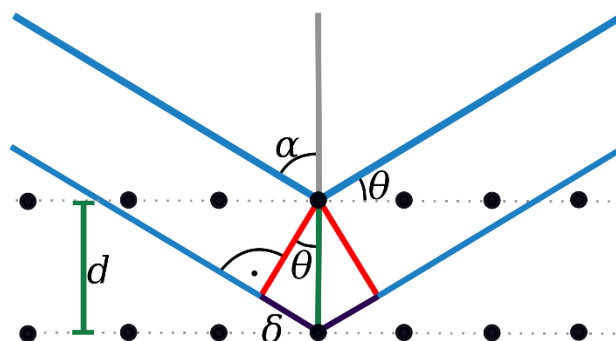


Figura 3.10: Schematizzazione della diffrazione a raggi X [117]

La diffrazione può essere applicata al livello atomico di diversi materiali, quando i raggi X vengono utilizzati come radiazione elettromagnetica per produrre il modello di diffrazione. I raggi X sono un buon strumento per determinare le strutture cristalline perché la lunghezza d'onda (λ) dei raggi X è spesso dello stesso ordine di grandezza della distanza degli spazi (d) tra i piani cristallini nel materiale. Nell'XRD, i raggi X si disperdono dagli atomi nella struttura cristallina principalmente perché interagiscono con gli elettroni negli atomi. Il modello di diffrazione prodotto dai raggi X diffratti è diverso per ogni sostanza a causa dell'ordine unico degli atomi o delle molecole in esse contenute. Le intensità e gli angoli di diffusione dei raggi X diffratti dal materiale vengono misurati con un analizzatore di raggi X. Il risultato finale della misurazione è un diffrattogramma, che è un grafico avente l'intensità dei raggi X sull'asse y e l'angolo tra il fascio di raggi X incidente e diffratto sull'asse x. Quando si misurano gli angoli in cui si verifica l'interferenza costruttiva e si verificano le riflessioni e si conosce la lunghezza d'onda dei raggi X utilizzati (λ), le distanze tra i piani cristallini o gli atomi nel materiale (d) possono essere calcolate utilizzando la formula matematica della legge di Bragg [116].

Dal diffrattogramma si possono ottenere molti tipi di informazioni. Poiché ogni materia cristallina produce il proprio tipo di pattern di diffrazione e quindi diffrattogramma, diversi materiali possono essere identificati confrontando il diffrattogramma ottenuto con database comunemente usati di diffrattogrammi di materiali diversi. È inoltre possibile determinare i singoli componenti e le relative quantità in un materiale costituito da più fasi o sostanze diverse. I parametri reticolari delle particelle in una struttura cristallina possono essere determinati con l'XRD, perché è possibile misurare le dimensioni, le forme e le geometrie delle particelle nel materiale. Inoltre, la dimensione e la deformazione dei cristalliti possono essere misurate con l'XRD, perché la larghezza dei punti luminosi nel modello di diffrazione dipende dalla dimensione dei cristalliti della materia e dalla microdeformazione nel campione. Pertanto, le informazioni sulla dimensione e la deformazione dei cristalliti possono essere ottenute dall'allargamento dei picchi nel diffrattogramma [116].

Nel presente lavoro di Tesi sono state condotte analisi XRD sui provini dei seguenti gruppi:

- AlSi10Mg + AlSr (provini 3);
- AlSi10Mg + AlSr + 304L (provino 8).

Tali analisi sono state condotte con un Diffrattometro *XRD – X – Pert Philips PANalytical, Almelo, The Netherlands* visibile in **Figura 3.11**.



Figura 3.11: Diffratometro XRD – X – Pert Philips PANalytical, Almelo, The Netherlands [112]

Per portare a termine le seguenti analisi, sono stati scelti i seguenti parametri di esecuzione:

- range di misura: $20 - 95^\circ$;
- scarto: 0,013;
- le misure sono state effettuate con un passo di: 0,013;
- tempo per ogni misura: 25 s.

CAPITOLO 4

RISULTATI SPERIMENTALI

In questo capitolo verranno presentati e discussi i risultati ottenuti a valle dei processi sperimentali effettuati in questo lavoro di Tesi e descritti nel capitolo precedente. Di seguito, vengono pertanto riportati gli studi sulle porosità condotti sia con il microscopio ottico da banco che con quello metallografico, le analisi sulla microdurezza dei vari campioni effettuati mediante durometro, delle immagini riguardanti la microstruttura dei vari campioni, i risultati ottenuti con l'utilizzo del SEM e del FESEM ed infine le analisi XRD.

4.1 Analisi della porosità media

Gli studi sulla porosità media sono stati condotti su tutti i provini di tutti e tre i JOB di materiali analizzati:

- 10 provini del gruppo AlSr;
- 4 provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr;
- 8 provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L.

Inoltre, per l'ultimo gruppo (il mix finale AlSi10Mg + AlSr + 304L) si sono svolte due diverse tipologie di analisi: questo mix si è rivelato essere molto difettoso con cricche ben visibili anche ad occhio nudo e pertanto, nel ricavare i vari risultati sulle porosità, si sono dapprima considerati cricche e pori come se fossero un unico tipo di difetto e, successivamente, si sono ricondotte le stesse analisi ma, questa volta, si sono trattate cricche e pori come due difetti distinti.

Tali studi sulle porosità sono stati effettuati utilizzando come strumenti di cattura delle immagini due microscopi differenti: un microscopio ottico da banco più commerciale e meno potente e un microscopio ottico metallografico più performante.

È inoltre importante osservare che nelle considerazioni fatte prima e dopo l'ottenimento dei vari risultati, si è tenuto conto dei vari parametri di processo impiegati per la realizzazione di ogni singolo campione.

Partendo dalle analisi condotte con il microscopio ottico da banco, nelle **Tabella 4.1** e nella **Figura 4.1** sono riportati i risultati per i provini del JOB AlSr.

Tabella 4.1: Porosità media percentuale e deviazione standard dei provini del gruppo AlSr

Condizione campione	% Porosità	Deviazione Standard	Strategia	Rotazione [°]	VED [J/mm ³]
1	8,57	1,56	Isole	90	92,80
2	9,38	1,58	Stripes	67	92,80
3	9,20	1,54	Isole	90	134,04

4	8,27	0,70	Stripes	67	134,04
5	7,69	0,81	Isole	90	70,96
6	10,92	2,11	Stripes	67	70,96
7	6,94	1,01	Isole	90	81,20
8	8,85	1,36	Stripes	67	81,20
9	6,81	0,83	Isole	90	108,26
10	7,58	0,55	Stripes	67	108,26

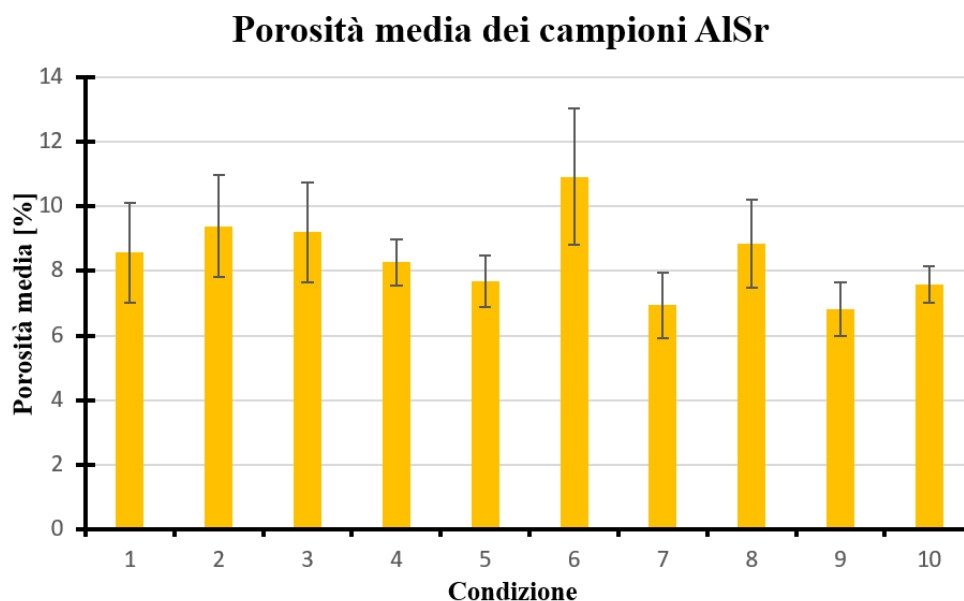


Figura 4.1: Porosità media percentuale e deviazione standard dei provini del gruppo AlSr (grafico Excel)

Osservando i provini in termini di VED, si può assistere che il peggiore, in termini sia di porosità percentuale media che di deviazione standard, sia risultato essere il numero 6.

Al diminuire della VED il valore delle porosità presenti all'interno del campione andranno ad aumentare. Al contrario, maggiore è il valore della VED fornita per la realizzazione del pezzo e minore sarà la porosità percentuale.

Nello specifico, i 10 campioni del gruppo AlSr sono stati realizzati a coppie e quindi verrebbe da dire che i provini peggiori, da un punto di vista di porosità, siano il 5 e il 6 poiché essi hanno la VED minore tra tutti i campioni del JOB. Come già detto, il 6 è risultato essere effettivamente il peggiore ma i risultati hanno mostrato che cambiando la strategia di realizzazione del provino passando da Stripes per il provino 6 a Isole per il provino 5 e utilizzando una rotazione differente (di 90° per il provino 5 a differenza dei 67° per il provino 6), il provino 5 che ci si aspettava essere uno dei peggiori, in realtà è risultato essere uno dei migliori o quantomeno migliore rispetto al 6.

Nella **Tabella 4.2** e nella **Figura 4.2** sono riportati i risultati per i provini del JOB AlSi10Mg + AlSr.

Tabella 4.2: Porosità media percentuale e deviazione standard dei provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr

Condizione campione	% Porosità	Deviazione Standard	Strategia	Rotazione [°]	VED [J/mm ³]
1	7,13	2,40	Stripes	No	92,80
2	5,24	0,64	Isole	90	92,80
3	4,21	0,83	Stripes	67	92,80
4	3,27	0,42	Stripes	67	120,63

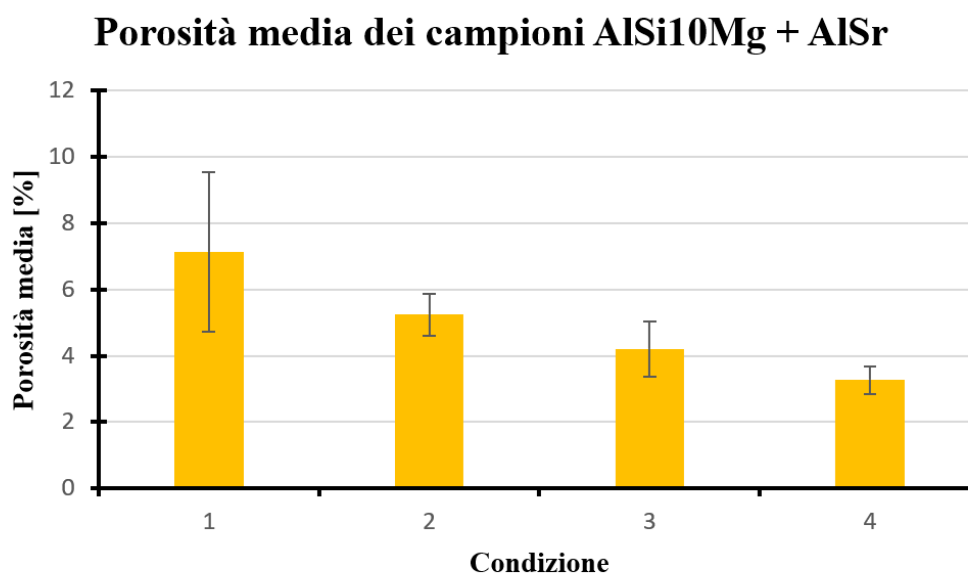


Figura 4.2: Porosità media percentuale e deviazione standard dei provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr (grafico Excel)

Per i provini del secondo JOB si può notare un miglioramento progressivo in termini di porosità percentuale media e deviazione standard andando dal provino 1 al provino 4. Nello specifico, il provino 1 è risultato essere il più poroso poiché, come si può leggere nella tabella, il provino 1 del gruppo AlSi10Mg + AlSr è stato realizzato senza che ci fosse una rotazione tra i vari strati di apporto del materiale. Questo ha fatto sì che, durante la realizzazione del campione, i vari difetti si sovrapponevano gli uni sugli altri e lungo la stessa direzione di apporto del materiale risultando paralleli ai vari layer di materiale depositato. Quindi, mancando la rotazione, si presentano delle zone in cui la polvere non viene fusa che, come detto, porta ad avere delle porosità allineate. È possibile affermare come l'introduzione della rotazione nella tecnica di preparazione del JOB influenzi la riduzione dell'anisotropia del provino sul piano X – Y, perpendicolare alla direzione di crescita dello stesso.

Passando invece alle analisi del terzo JOB di provini, gli 8 del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L, come si è detto, si sono svolte due analisi differenti avendo considerato dapprima cricche e pori come un unico tipo di difetto e poi cricche e pori come due difetti distinti. In **Tabella 4.3** e nel grafico di **Figura 4.3** sono riportati i risultati per i quali non si è fatta distinzione tra cricche e pori. Si sono pertanto calcolate la porosità

media percentuale e la relativa deviazione standard in maniera identica a quanto già fatto per i primi due JOB precedenti.

Tabella 4.3: Porosità media percentuale e deviazione standard dei provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L considerando cricche e pori come un unico tipo di difetto

Condizione campione	% Porosità	Deviazione Standard	Strategia	Rotazione [°]	VED [J/mm ³]
1	4,42	1,09	Isole	90	187,50
2	3,38	1,13	Isole	90	166,67
3	5,42	1,26	Isole	90	117,65
4	7,43	1,47	Isole	90	105,26
5	5,84	2,62	Isole	90	197,92
6	3,98	0,65	Isole	90	175,93
7	6,14	1,29	Isole	90	124,18
8	6,57	3,64	Isole	90	111,11

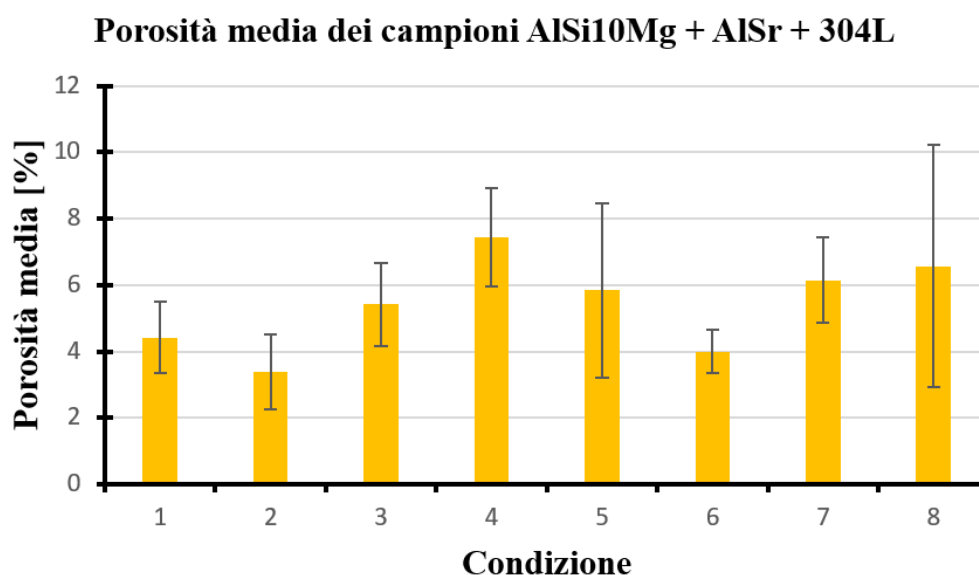


Figura 4.3: Porosità media percentuale e deviazione standard dei provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L considerando cricche e pori come un unico tipo di difetto (grafico Excel)

A valle delle analisi condotte, i provini peggiori sono risultati essere il 4, il 5 e l'8 mentre i migliori sono stati l'1 il 2 e il 6.

Per essere più specifici nelle analisi e volendo capire se le porosità appena esposte fossero effettivamente dovute ai pori o alle cricche, si sono considerati questi due aspetti come due difetti diversi (cosa che effettivamente sono). In **Tabella 4.4** e nei successivi grafici di **Figura 4.4** e **Figura 4.5** sono riportati i valori delle varie misurazioni ottenute. In particolare, in **Figura 4.6** è riportato in un unico grafico finale riassuntivo e di confronto quanto già mostrato nei grafici precedenti.

Tabella 4.4: Percentuale media delle porosità e delle cricche e relative deviazioni standard dei provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L considerando cricche e pori come due tipi di difetti differenti

Condizione provino	% Porosità	Deviazione Standard (Porosità)	% Cricche	Deviazione Standard (Cricche)
1	45,65	16,26	54,35	16,26
2	28,15	19,84	71,85	19,84
3	33,09	20,61	66,91	20,61
4	33,75	14,52	66,25	14,54
5	17,68	9,05	82,32	9,05
6	44,02	5,42	55,98	5,14
7	44,19	7,84	55,81	7,84
8	24,08	17,29	75,92	17,29

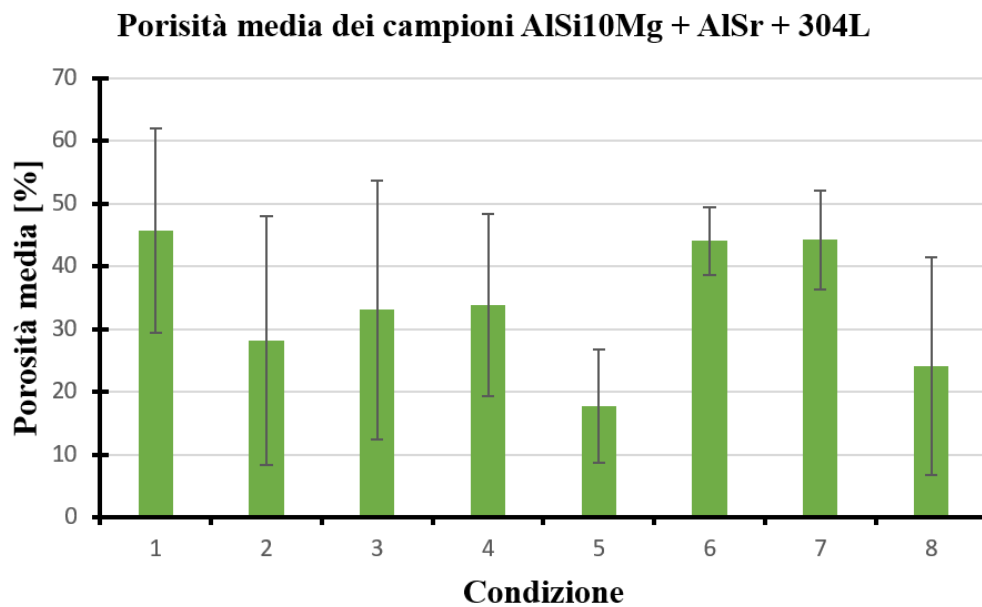


Figura 4.4: Porosità media percentuale e deviazione standard dei provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L considerando cricche e pori come due difetti differenti (grafico Excel)

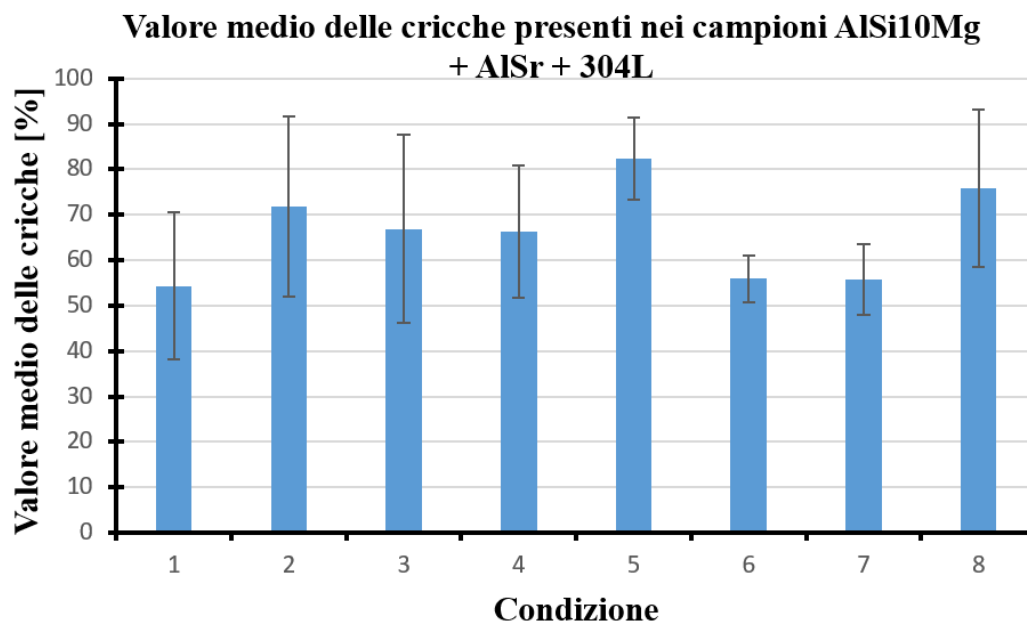


Figura 4.5: Valore percentuale medio del livello di cricche e deviazione standard dei provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L considerando cricche e pori come due difetti differenti (grafico Excel)

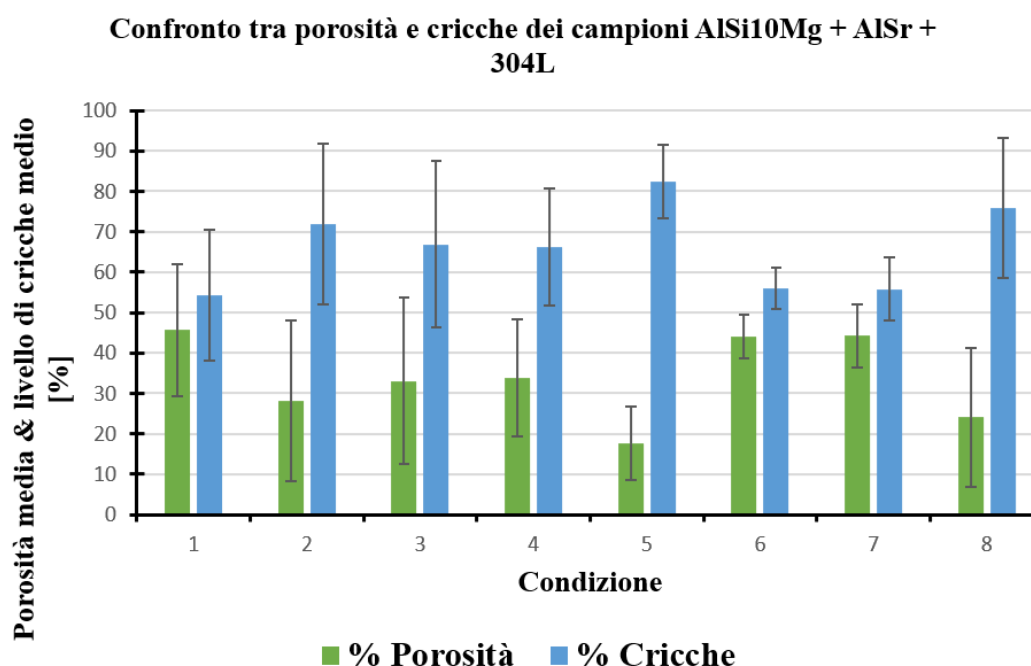


Figura 4.6: Confronto tra porosità media e valore percentuale medio delle cricche e relative deviazioni standard dei provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L considerando cricche e pori come due difetti differenti (grafico Excel)

Come ci si aspettava, tutti i provini tendono ad avere una percentuale di cricche maggiore rispetto a quella delle loro porosità. In particolare, i provini 4, 5 e 8, da un punto di vista della presenza delle cricche sono sicuramente tra i peggiori mentre l'1,

il 6 e il 7 sono tra i migliori. Questi ultimi tre però, al contrario, hanno dei valori di porosità molto alti. Il provino 3 e sorprendentemente il provino 2, che nelle analisi precedenti era stato riscontrato essere tra i migliori, hanno presentato un elevato valore di cricche presenti e un basso valore di porosità.

In generale si può notare come i valori di porosità media dei provini del gruppo AlSr siano in genere più alti rispetto a quelli degli altri due gruppi formati dalla lega AlSi10Mg. Quest'ultima infatti, al suo interno, presenta una certa percentuale di silicio in lega che migliora le caratteristiche di processabilità.

Passando invece alle analisi condotte con il microscopio ottico metallografico Leica MEF4, con questo strumento si sono studiate la porosità percentuale media ed il livello medio della percentuale delle porosità e le relative deviazioni standard dei provini del terzo gruppo (AlSi10Mg + AlSr + 304L) considerando inizialmente cricche e pori come lo stesso tipo di difetto e poi analizzandoli come due imperfezioni differenti.

Seguendo lo stesso schema precedentemente adottato, nelle **Tabella 4.5** e nella **Figura 4.7** sono riportati i risultati considerando cricche e pori come un unico difetto.

Tabella 4.5: Porosità media percentuale e deviazione standard dei provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L considerando cricche e pori come un unico tipo di difetto

Condizione provino	% Porosità	Deviazione Standard
1	2,62	0,73
2	3,49	1,29
3	4,69	1,50
4	6,67	1,19
5	5,26	2,60
6	2,83	0,53
7	3,24	0,87
8	7,29	2,74

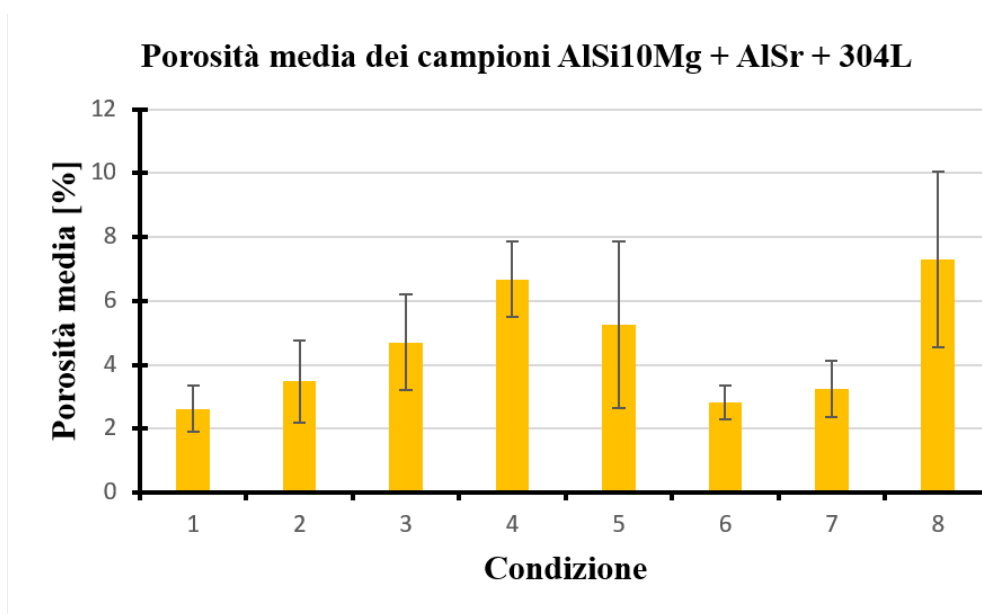


Figura 4.7: Porosità media percentuale e deviazione standard dei provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L considerando cricche e pori come un unico tipo di difetto (grafico Excel)

A valle delle analisi condotte con il microscopio ottico metallografico, si è voluto osservare se effettivamente ci fosse corrispondenza tra questi risultati e quelli ottenuti precedentemente con il microscopio ottico da banco. Osservando quanto riportato nella **Tabella 4.5** e nel grafico della **Figura 4.7** si può notare una corrispondenza con i risultati della **Tabella 4.3** e del grafico di **Figura 4.3**. I provini peggiori, anche in questo secondo caso risultano essere il 4, il 5 e l'8 mentre i migliori sono sempre l'1, il 2 e il 6.

Nella successiva **Tabella 4.6** e nei grafici di **Figura 4.8** e **Figura 4.9** sono riportati i risultati con microscopio metallografico considerando cricche e pori come due difetti distinti. La **Figura 4.10** confronta in un unico grafico i valori di porosità e cricche.

Tabella 4.6: Percentuale media delle porosità e delle cricche e relative deviazioni standard dei provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L considerando cricche e pori come due tipi di difetti differenti

Condizione provino	% Porosità	Deviazione Standard (Porosità)	% Cricche	Deviazione Standard (Cricche)
1	25,5	12,67	74,5	12,67
2	18,97	11,52	81,03	11,52
3	22,42	14,33	77,58	14,33
4	32,01	12,6	67,99	12,6
5	21,98	16,82	78,02	16,82
6	27,62	13,22	72,38	13,22
7	22	11,72	78	11,72
8	42,15	26,26	57,85	26,26

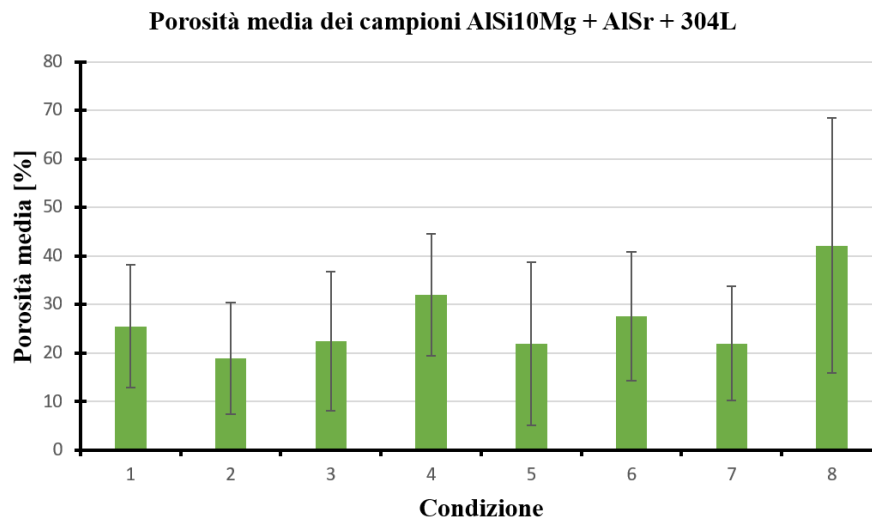


Figura 4.8: Porosità media percentuale e deviazione standard dei provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L considerando cricche e pori come difetti differenti (grafico Excel)

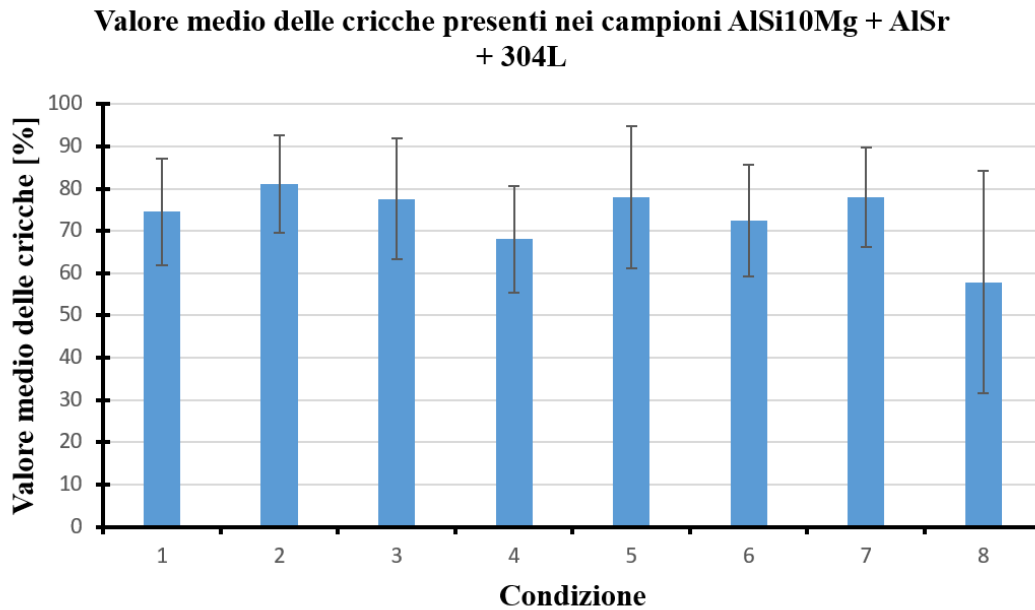


Figura 4.9: Valore medio percentuale delle cricche e deviazione standard dei provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L considerando cricche e pori come due difetti differenti (grafico Excel)

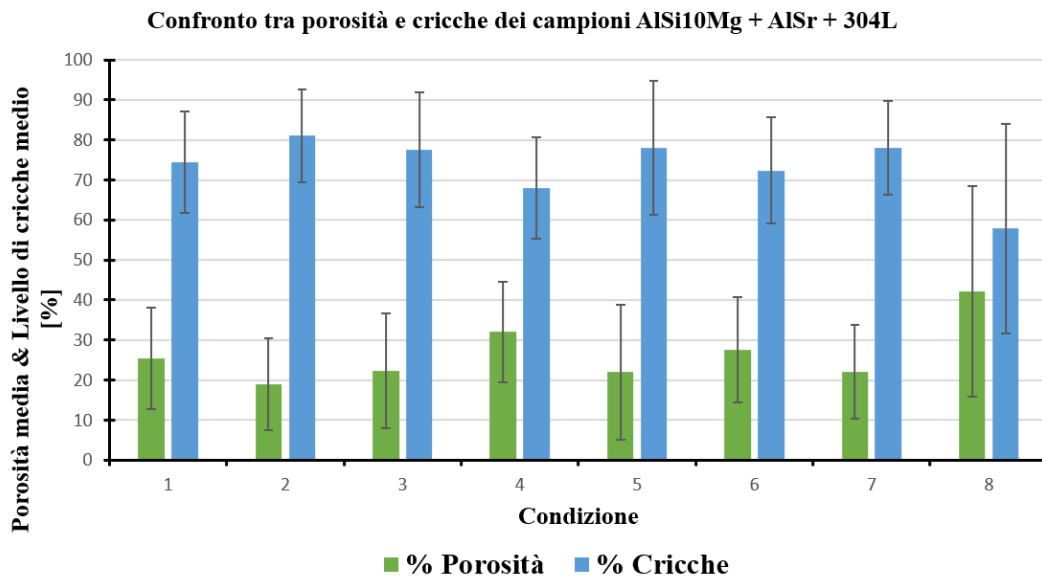


Figura 4.10: Confronto tra porosità percentuale media e livello percentuale medio delle cricche e relative deviazioni standard dei provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L considerando cricche e pori come due difetti differenti (grafico Excel)

Confrontati questi valori con quelli presenti nella relativa tabella e grafici ottenuti con il microscopio ottico da banco, si nota come, in questo caso, i valori delle cricche

siano molto più omogenei tra di loro rispetto al caso precedente. Il provino 8 è quello risultato più poroso e con i maggiori valori di deviazione standard sia in termini di porosità che di cricche presenti.

4.2 Analisi sulla micro-durezza

Questo tipo di analisi è stato effettuato sui seguenti gruppi di provini:

- 4 provini del gruppo AlSr;
- 8 provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr.

Nelle successive **Tabella 4.7** e **Figura 4.11** sono riportati i risultati sulla micro-durezza Vickers nonché le relative deviazioni standard per i provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr.

Tabella 4.7: Micro-durezza Vickers e relativa deviazione standard dei provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr

Condizione provino	Durezza Vickers media [HV]	Deviazione Standard
1	144,54	6,48
2	144,57	15,95
3	151,38	5,67
4	136,43	12,42

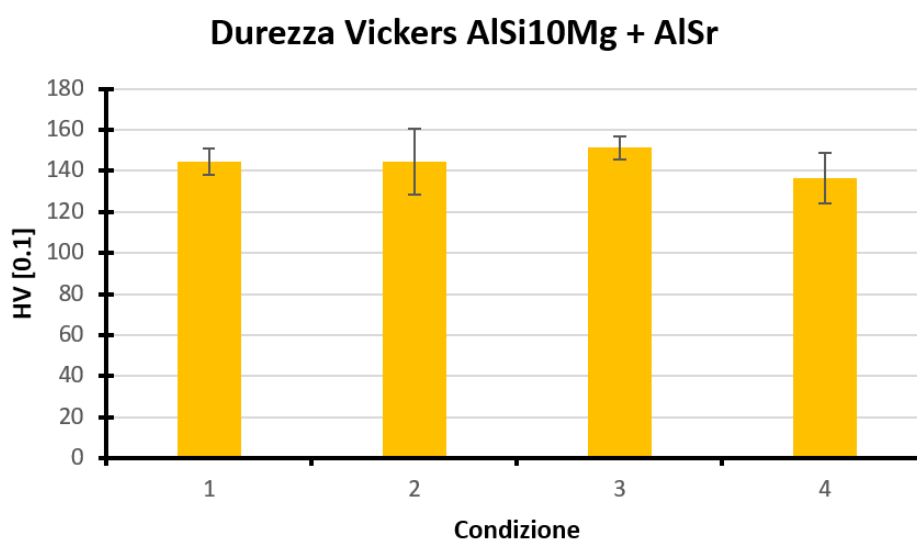


Figura 4.11: Micro-durezza Vickers e relativa deviazione standard dei provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr (grafico Excel)

I risultati ottenuti, confrontati sia con i valori di micro-durezza che si trovano in letteratura [2] per leghe AlSi10Mg (pari intorno a 127 HV) che con quelli ottenuti in analisi precedenti dove all'AlSi10Mg è stato aggiunto dell'erbio (in media intorno a 111 HV) [112], risultano essere più alti. Questo significa che, aggiungendo dello stronzio alle varie leghe AlSi10Mg, esse risultano essere più resistenti e duri.

All'interno di queste leghe di alluminio sembrerebbe che lo stronzio tenda a distribuirsi meglio rispetto all'erbio e questo aumento della durezza, in relazione all'aggiunta di erbio e in generale alle leghe AlSi10Mg, può essere giustificata col fatto che, grazie all'aggiunta dello stronzio, queste leghe risultino essere meno porose e quindi presentano una migliore processabilità [112].

In **Tabella 4.8** e nel grafico di **Figura 4.12** è possibile leggere i valori di micro-durezza Vickers e deviazione standard dei provini del JOB AlSi10Mg + AlSr + 304L.

Tabella 4.8: Micro-durezza Vickers e relativa deviazione standard dei provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L

Condizione provino	Durezza Vickers media [HV]	Deviazione Standard
1	340,63	27,81
2	343,15	14,34
3	364,88	36,37
4	364,43	18,99
5	378,90	35,42
6	349,93	25,97
7	353,25	25,81
8	381,53	26,22

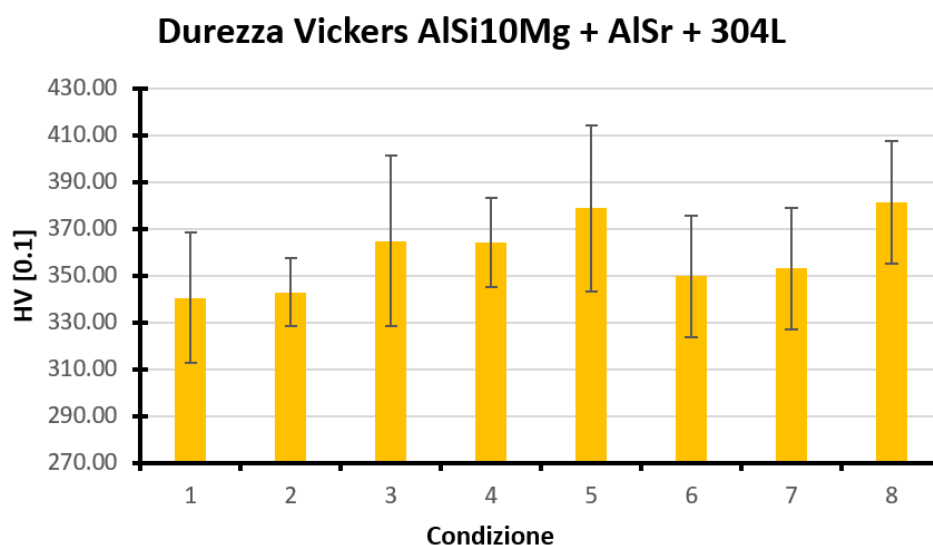


Figura 4.12: Micro-durezza Vickers e relativa deviazione standard dei provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L (grafico Excel)

Per quanto riguarda i provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L l'aumento della durezza non è tanto dovuta alla presenza di stronzio quanto, più che altro alla presenza del 304L. Infatti, il 304L, come già indicato in precedenza, è un acciaio (in esso sono presenti tutta una serie di elementi come il ferro e il cromo che sono più pesanti e duri) e se si introduce dell'acciaio nell'alluminio, automaticamente la durezza andrà ad incrementare. Da quanto trovato in letteratura, la durezza massima dell'acciaio 304L è pari a circa 190 HB (valore di durezza Brinnell) che corrisponde a circa 200 HV

(valore di durezza Vickers) [118] [119]. Da quanto si è trovato, questo mix realizzato in laboratorio risulta essere molto duro; ciononostante, i provini con essa realizzati sono molto criccati e pertanto non è ancora stato raggiunto un risultato soddisfacente che ci faccia realizzare dei pezzi o parti di essi (usando appunto questa lega) sicuri e funzionanti senza alcun pericolo di danno o rottura.

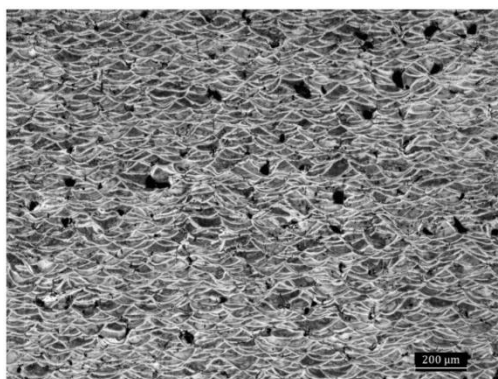
4.3 Analisi della microstruttura

Questo terzo tipo di analisi non è stato effettuato su tutti i provini dei tre JOB ma soltanto su alcuni di essi. Nello specifico, si sono portati avanti, in questa e nelle analisi successive, i campioni che da un punto di vista degli studi sulle porosità sono risultati essere i migliori (quindi i meno porosi). In particolare, sono stati attaccati:

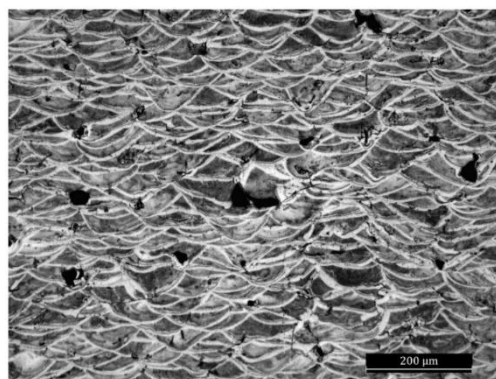
- i provini 9 e 10 del gruppo AlSr;
- i provini 1 e 3 del gruppo AlSi10Mg + AlSr;
- i provini 1, 2 e 6 del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L.

Per ognuno di questi provini attaccati sono state scattate delle foto al microscopio ottico metallografico a ingrandimenti diversi: 50x, 100x, 200x, 500x e 1000x.

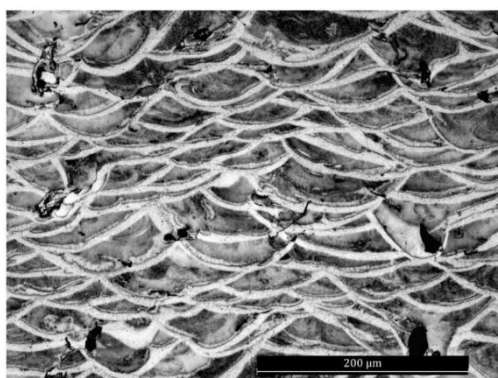
Nelle successive **Figura 4.13**, **Figura 4.14** e **Figura 4.15**, a titolo di esempio, sono state riportate le foto della microstruttura per uno dei vari provini appartenenti ai tre JOB analizzati.



50x



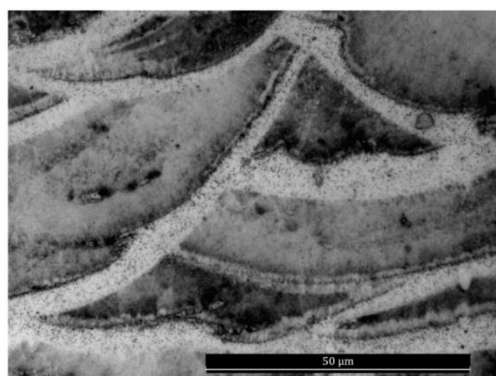
100x



200x



500x



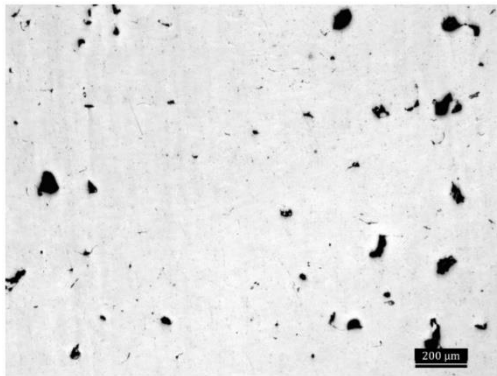
1000x

Figura 4.13: Immagini della microstruttura del provino 9 del JOB dei provini AlSr scattate con il microscopio ottico metallografico ad ingrandimenti crescenti: 50x, 100x, 200x, 500x, 1000x

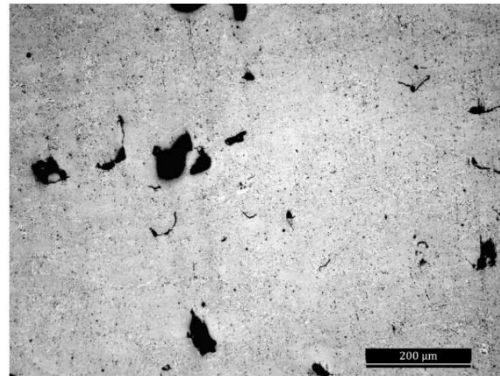
Per quanto concerne la microstruttura del primo JOB di provini, quelli dell'AlSr, dopo un tempo di attacco da parte del Keller di 10 secondi, è perfettamente visibile la microstruttura formata dai vari melt pool già a partire da ingrandimenti relativamente bassi come 50x. Si possono osservare delle zone più scure intervallate a zone più chiare. Le prime sono quelle in cui si registra una maggiore concentrazione dell'alluminio mentre nelle seconde si rileva una maggiore concentrazione dello stronzio. È possibile dedurre ciò in quanto, quando si scattano e successivamente si analizzano queste foto, le zone più scure sono da intendere come una maggiore

deposizione dell'elemento o degli elementi più leggeri mentre le zone più chiare sono quelle in cui si è avuta una maggiore deposizione dell'elemento o degli elementi più pesanti. Di primo acchito si potrebbe quindi dedurre che, per le leghe AlSr, ci sia una maggiore deposizione dello stronzio a bordo melt pool mentre l'alluminio tende a concentrarsi soprattutto al centro dei melt pool. Per avvalorare questa ipotesi, si sono condotte delle analisi più approfondite al SEM.

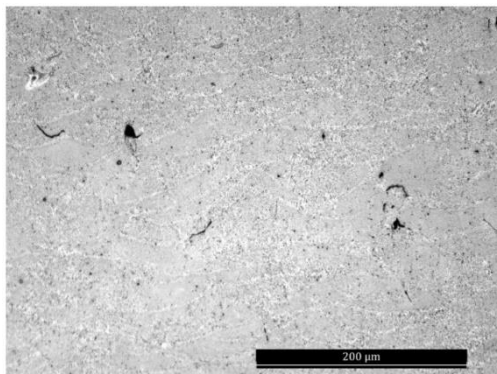
Inoltre, la distribuzione dei melt pool è importante in quanto ci fornisce un'indicazione su quale sia la direzione di crescita del provino durante la sua realizzazione.



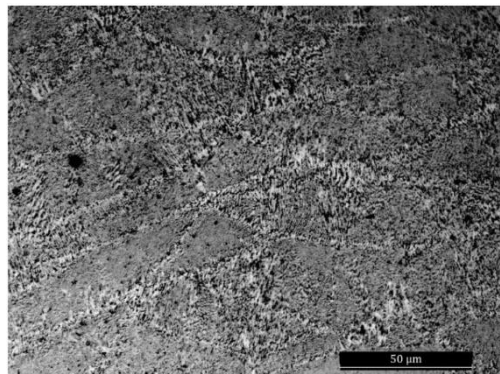
50x



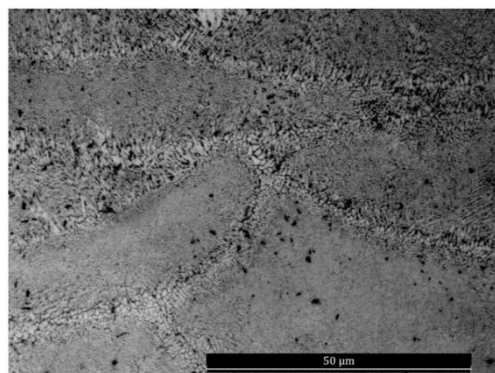
100x



200x



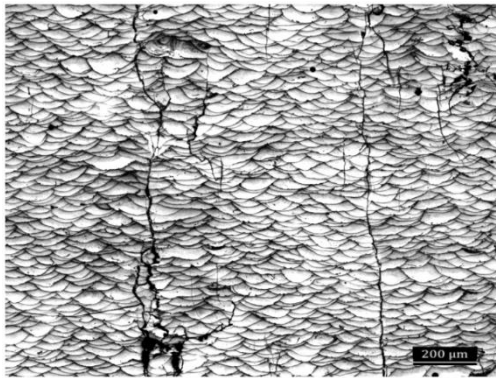
500x



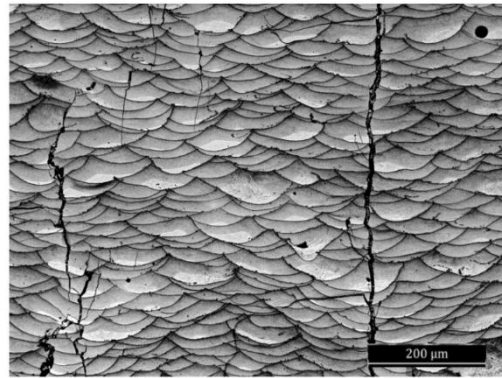
1000x

Figura 4.14: Immagini della microstruttura del provino 3 del JOB dei provini AlSi10Mg + AlSr scattate con il microscopio ottico metallografico ad ingrandimenti crescenti: 50x, 100x, 200x, 500x, 1000x

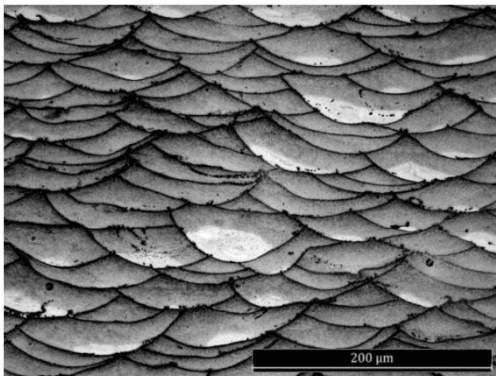
Passando al gruppo dei provini $\text{AlSi10Mg} + \text{AlSr}$, la prima cosa che si nota è che, a differenza del caso precedente, la microstruttura non risulta essere visibile già a bassi ingrandimenti (50x, 100x, 200x) ma, per iniziare ad osservarla, bisogna andare verso ingrandimenti più elevati (minimo da 500x in poi). Il motivo di ciò è che in questa lega è presente il silicio il quale forma una struttura eutettica di dimensioni visibili solo a partire da 500x.



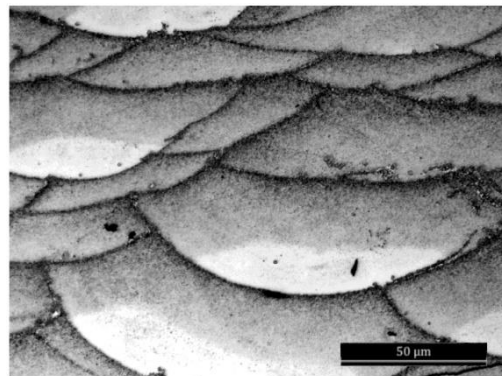
50x



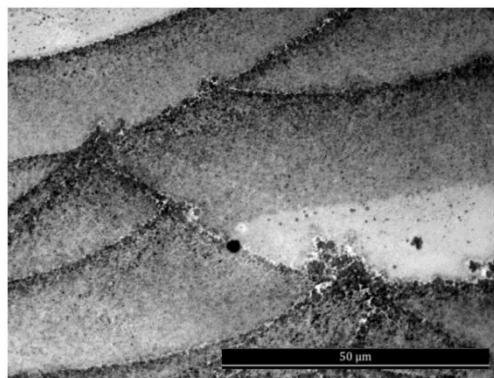
100x



200x



500x



1000x

Figura 4.15: Immagini della microstruttura del provino 2 del JOB dei provini $\text{AlSi10Mg} + \text{AlSr} + 304\text{L}$ scattate con il microscopio ottico metallografico ad ingrandimenti crescenti: 50x, 100x, 200x, 500x, 1000x

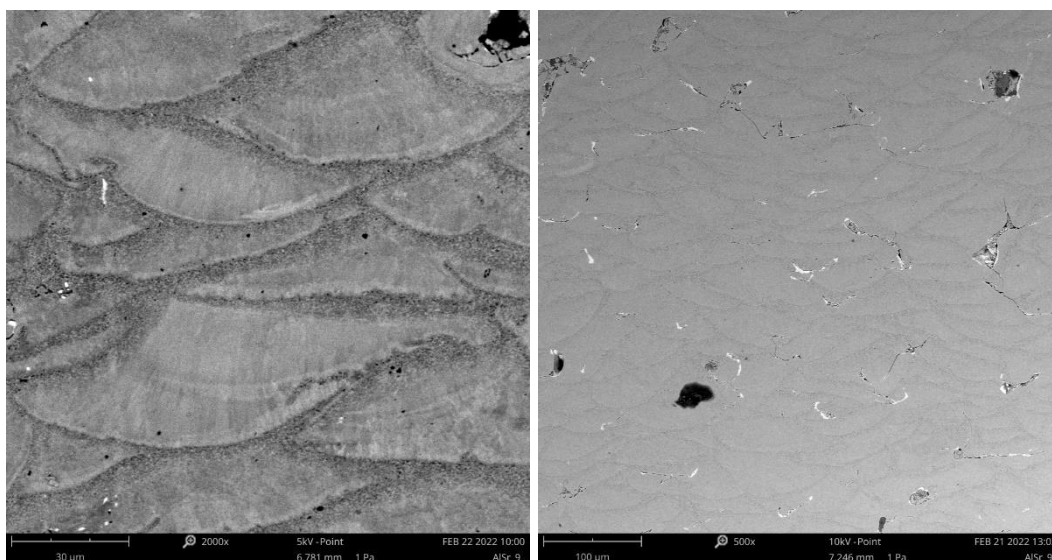
In ultimo, considerando le foto della microstruttura del mix finale $\text{AlSi10Mg} + \text{AlSr} + 304\text{L}$, sebbene anche questa, come quella del secondo JOB, sia una lega che alla base ha al suo interno AlSi10Mg , qui, a differenza del secondo JOB e in maniera analoga al primo, i melt pool sono visibili già a partire da piccoli ingrandimenti (50x). Ciò è stato motivato con il fatto che, in questa lega, sia stato aggiunto il 304L che a sua volta, come già detto, risulta essere un mix di vari elementi tra cui il ferro. Si è quindi avanzata l'ipotesi secondo cui quest'ultimo tenda a ripeggiare la resistenza alla corrosione della lega finale e permetta di osservare facilmente i vari melt pool ben distribuiti al suo interno.

4.4 Risultati ottenuti mediante SEM

Le successive analisi sono state condotte con un SEM Phenom ProX con cui, ancora una volta, si sono scattate delle foto della superficie dei campioni per andare a studiarne la microstruttura nonché hanno permesso di effettuare degli ingrandimenti delle varie immagini per determinare dimensioni, forma, composizione chimica ed altre proprietà chimiche e fisiche dei campioni. Anche in questo caso, come nelle analisi precedenti, non sono state scattate foto per ogni provino di ogni singolo JOB ma sono stati portati avanti nelle analisi soltanto quelli che da un punto di vista delle porosità hanno presentato i risultati migliori. Nello specifico sono state tratte delle considerazioni dai seguenti provini:

- provini 9 e 10 del gruppo AlSr ;
- provini 1 e 3 del gruppo $\text{AlSi10Mg} + \text{AlSr}$;
- provino 2 del gruppo $\text{AlSi10Mg} + \text{AlSr} + 304\text{L}$.

Nelle successive **Figura 4.16**, **Figura 4.17** e **Figura 4.18** è possibile osservare la microstruttura (questa volta analizzata con il SEM) dei provini appartenenti ai tre JOB distinti ad ingrandimenti più bassi ed ingrandimenti più elevati.

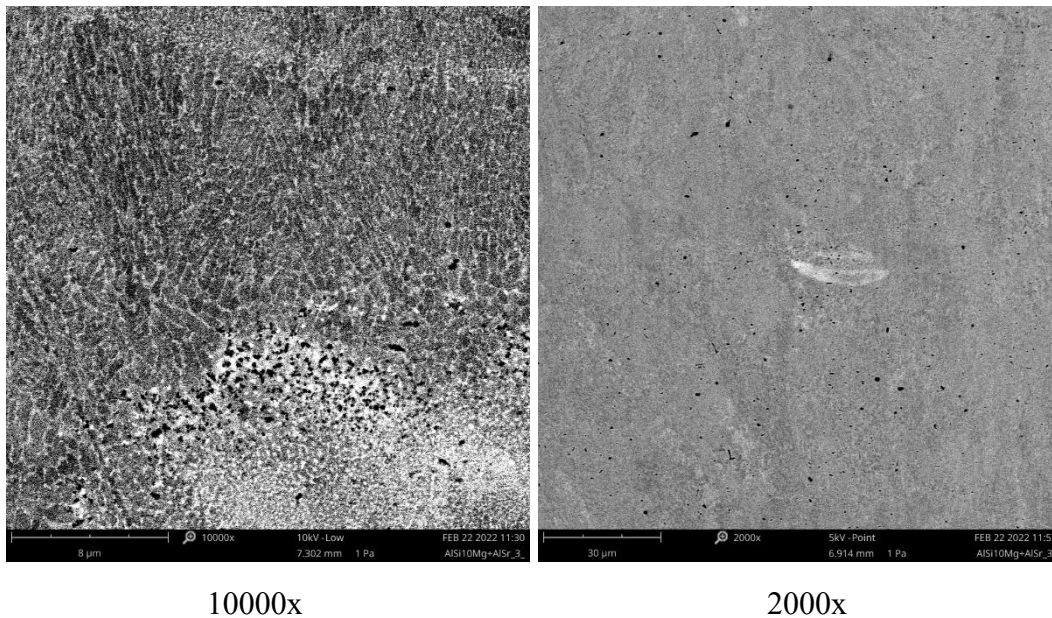


2000x

500x

Figura 4.16: Immagini della microstruttura del provino 9 del gruppo AlSr scattate con il microscopio elettronico ad ingrandimenti più bassi (500x) ed ingrandimenti più elevati (2000x)

Le immagini che sono state ricavate con il microscopio elettronico ci permettono di osservare la distribuzione dei grani all'interno dei provini. In particolar modo, guardando le foto della **Figura 4.16** (ad ingrandimenti di 2000x), riferita a provini AlSr, si vedono molto bene i vari grani colonnari che prosperano e si estendono nella direzione di crescita del provino. Tale configurazione è causata dai differenti gradienti termici locali presenti all'interno del provino e quindi dalla diversa dissipazione termica. Generalmente all'interno del melt pool si predilige il fenomeno della crescita del grano mentre a bordo melt pool, dove sono maggiori i gradienti termici, si sviluppa prevalentemente il fenomeno della nucleazione del grano.



10000x

2000x

Figura 4.17: Immagini della microstruttura del provino 3 del gruppo AlSi10Mg + AlSr scattate con il microscopio elettronico ad ingrandimenti più bassi (2000x) ed ingrandimenti più elevati (10000x)

Nelle immagini della **Figura 4.17**, riguardanti i provini del gruppo AlSi10Mg + AlSr, per ingrandimenti molto alti (come 10000x), è perfettamente visibile il reticolo di silicio in composizione eutettica che si ramifica all'interno della lega a base di alluminio e va a formare una struttura molto simile a quella di una rete.

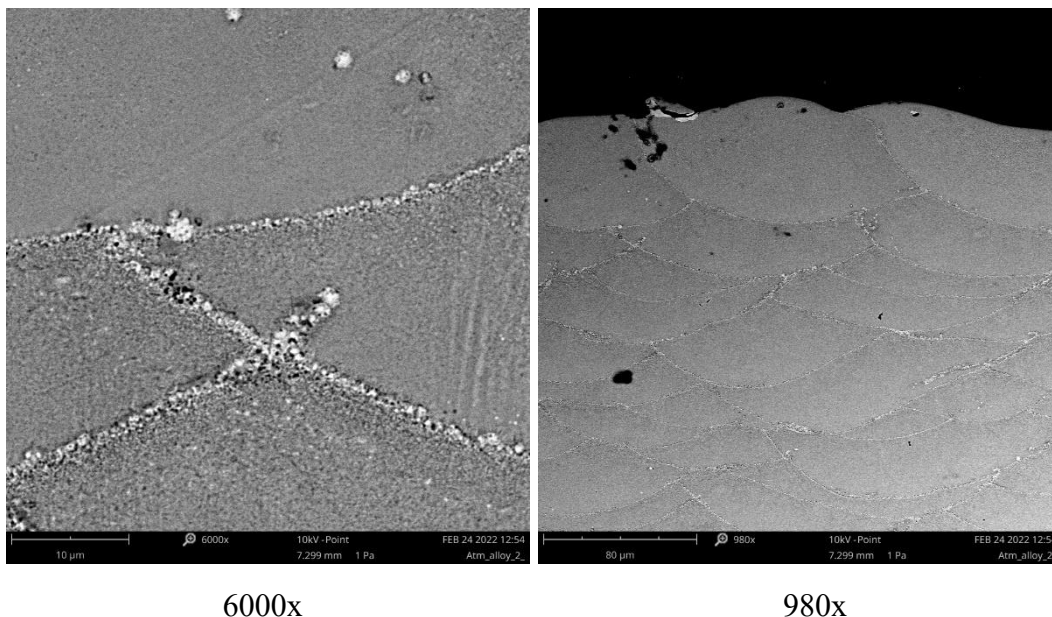


Figura 4.18: Immagini della microstruttura del provino 2 del gruppo $AlSi10Mg + AlSr + 304L$ scattate con il microscopio elettronico ad ingrandimenti più bassi (6000x) ed ingrandimenti più elevati (980x)

Passando adesso agli studi composizionali, i cui risultati si possono osservare nelle tabelle e nelle foto successive, sono stati dedotti i risultati di seguito riportati. Per i vari provini analizzati, sono state effettuate sia delle analisi puntuali che delle analisi lineari per determinare, nel miglior modo possibile, quale fosse la giusta composizione chimica. In alcune casistiche, per avere un quadro il più completo possibile, si sono condotte anche delle analisi di area.

Nelle figure dalla **Figura 4.19** alla **Figura 4.24** e nelle tabelle dalla **Tabella 4.9** alla **Tabella 4.14** sono riportati i risultati di queste analisi per i provini del JOB $AlSr$. Nello specifico, nelle **Figura 4.19**, **Figura 4.20** e **Figura 4.21** (con relative **Tabella 4.9**, **Tabella 4.10** e **Tabella 4.11**) sono visibili delle analisi puntuali, nelle **Figura 4.22** e **Figura 4.23** (e **Tabella 4.12** e **Tabella 4.13**) sono presenti delle analisi lineare e, infine, nella **Figura 4.24** e **Tabella 4.14** è riportata un'analisi di area.

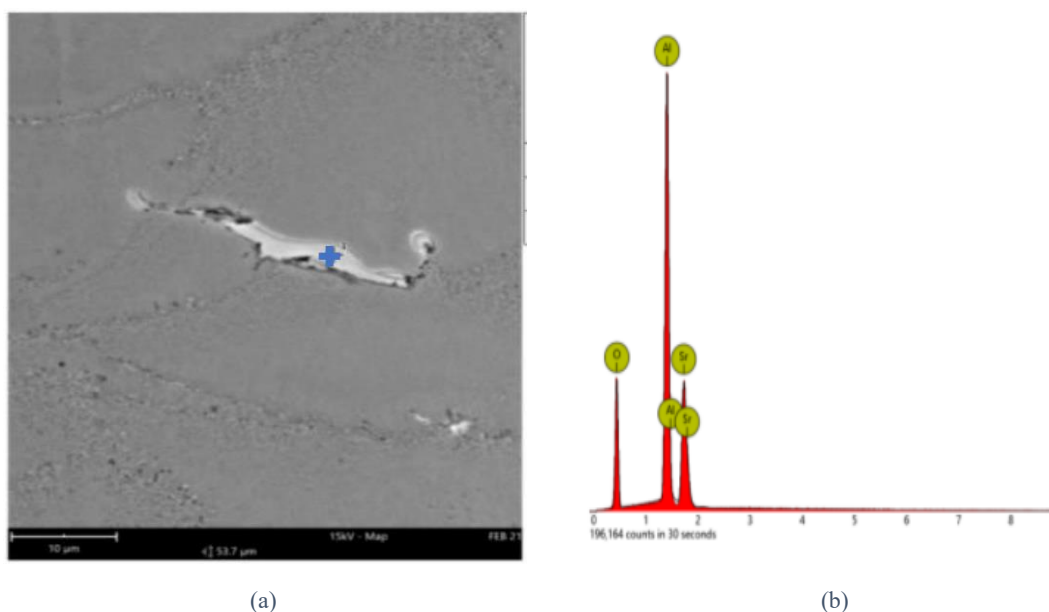


Figura 4.19: Analisi puntuale del provino 9 del gruppo AlSr; nella figura (a) è evidenziata la zona oggetto dell'analisi mentre nella (b) sono riportati gli elementi che sono stati rilevati in tale zona

Tabella 4.9: Analisi puntuale del provino 9 del gruppo AlSr; sono riportate la concentrazione atomica e la concentrazione in peso degli elementi che sono stati rilevati

Simbolo dell'elemento	Concentrazione atomica	Concentrazione in peso
O	60,59	38,77
Al	31,70	34,21
Sr	7,71	27,01

Dai risultati dell'analisi puntuale dei provini del JOB AlSr, visibili in **Figura 4.19** e **Tabella 4.9**, sono state riscontrate, oltre alla presenza dell'alluminio e dello stronzio, delle zone in cui si sono venute a creare delle zone più ricche di ossigeno. La presenza di questo elemento non previsto può essere imputabile con due ipotesi distinte: o le polveri impiegate, prima di entrare in lavorazione nella macchina, sono entrate in contatto con l'ossigeno atmosferico oppure, durante la creazione del pezzo in macchina, era penetrato dell'ossigeno all'interno della camera di realizzazione del macchinario che ha reso l'atmosfera di lavorazione non più inerte (tra le due ipotesi, quella più probabile potrebbe essere la prima).

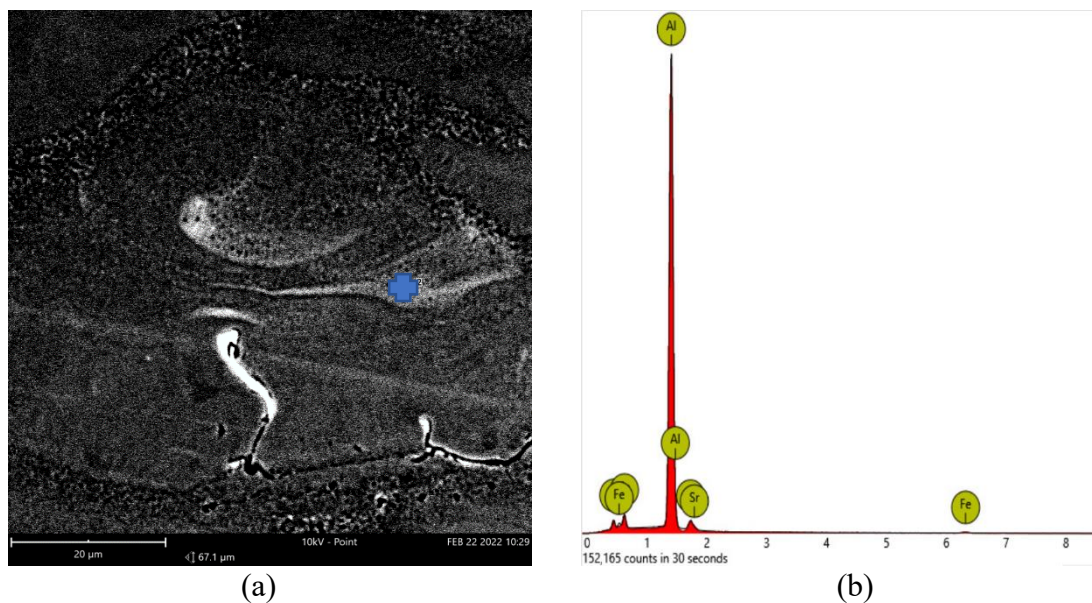


Figura 4.20: Analisi puntuale del provino 9 del gruppo AlSr; nella figura (a) è evidenziata la zona oggetto dell'analisi mentre nella (b) sono riportati gli elementi che sono stati rilevati in tale zona

Tabella 4.10: Analisi puntuale del provino 9 del gruppo AlSr; sono riportate la concentrazione atomica e la concentrazione in peso degli elementi che sono stati rilevati

Simbolo dell'elemento	Concentrazione atomica	Concentrazione in peso
Al	89,75	87,02
Sr	1,81	5,71
O	6,74	3,88
Fe	1,69	3,40

Svolgendo la medesima analisi in un altro punto del provino, è stata rilevata anche la presenza del ferro (**Figura 4.20 e Tabelle 4.10**). La presenza di questo elemento in provini di AlSr è stata motivata con il fatto che la camera di lavorazione e realizzazione del componente potrebbe non essere stata opportunamente pulita proprio a seguito di una lavorazione precedente che ha visto coinvolta la realizzazione di un pezzo prodotto con polveri di ferro. A causa di ciò, il ferro ha contaminato la nostra lega.

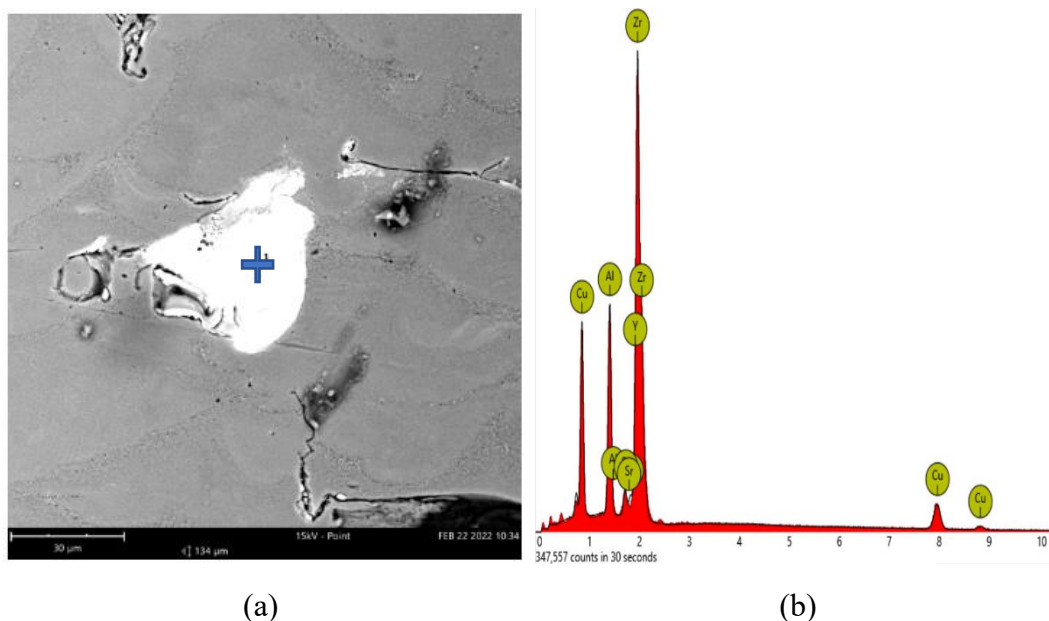


Figura 4.21: Analisi puntuale del provino 10 del gruppo AlSr; nella figura (a) è evidenziata la zona oggetto dell'analisi mentre nella (b) sono riportati gli elementi che sono stati rilevati in tale zona

Tabella 4.11: Analisi puntuale del provino 10 del gruppo AlSr; sono riportate la concentrazione atomica e la concentrazione in peso degli elementi che sono stati rilevati

Simbolo dell'elemento	Concentrazione atomica	Concentrazione in peso
Zr	47,81	65,80
Cu	19,80	18,98
Al	30,20	12,29
Y	2,07	2,78
Sr	0,11	0,1C4

Gli studi dell'analisi lineare e quella di area (da **Figura 4.22** a **Figura 4.24** e da **Tabella 4.12** a **Tabella 4.14**) vanno a completare quelli sull'analisi puntuale e permettono di osservare una distribuzione più precisa e accurata dei vari elementi all'interno della lega. Inoltre, grazie a queste analisi si è confutato quanto ipotizzato nel paragrafo precedente sulla microstruttura: effettivamente nelle leghe AlSr l'alluminio tende prevalentemente a depositarsi al centro del melt pool mentre lo stronzio si distribuisce a bordo melt pool. Soprattutto nei grafici dell'analisi lineare che riportano la percentuale degli elementi rilevati lungo la linea, si può osservare che a bordo melt pool c'è un calo della presenza dell'alluminio e un aumento di quella di stronzio.

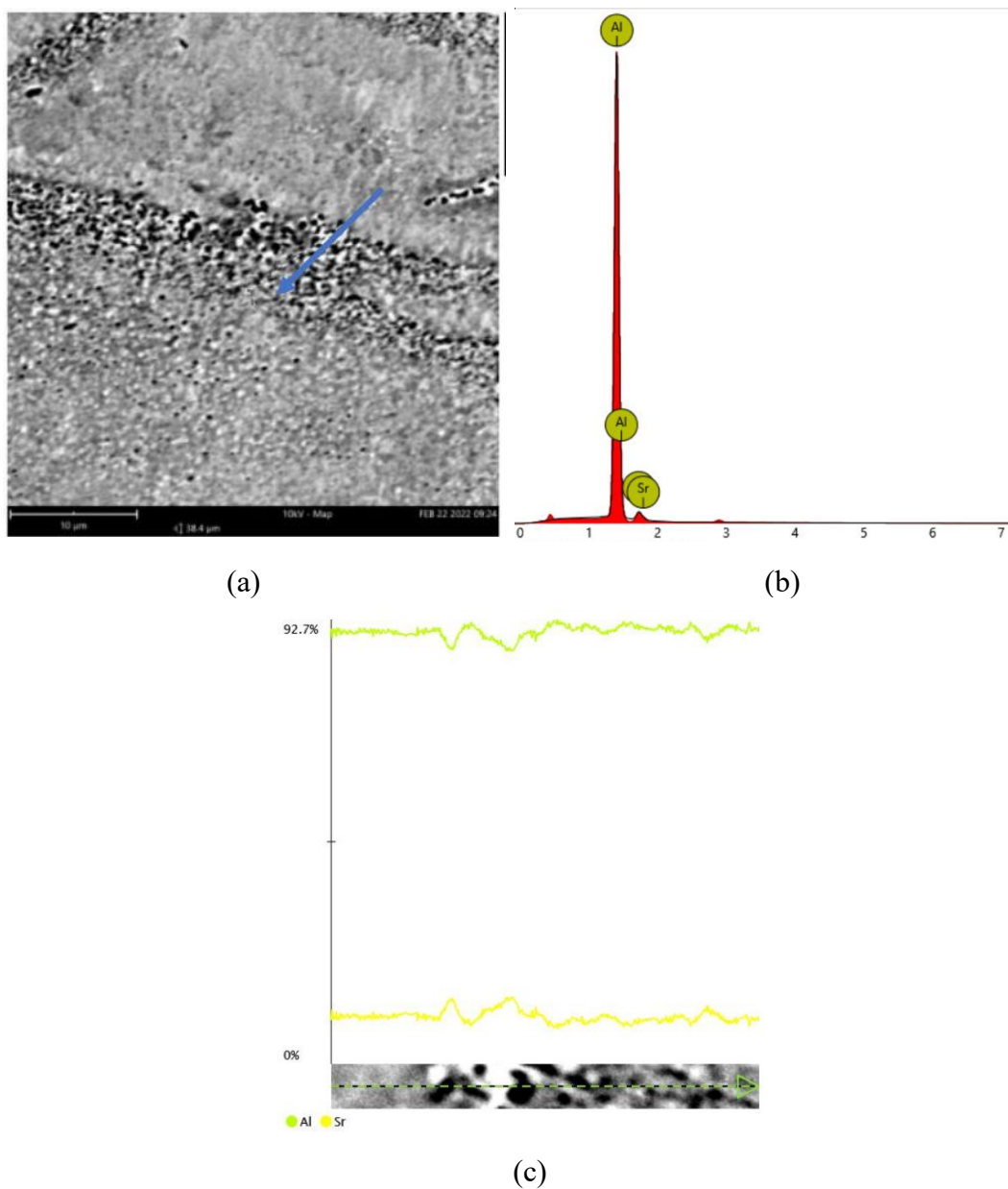
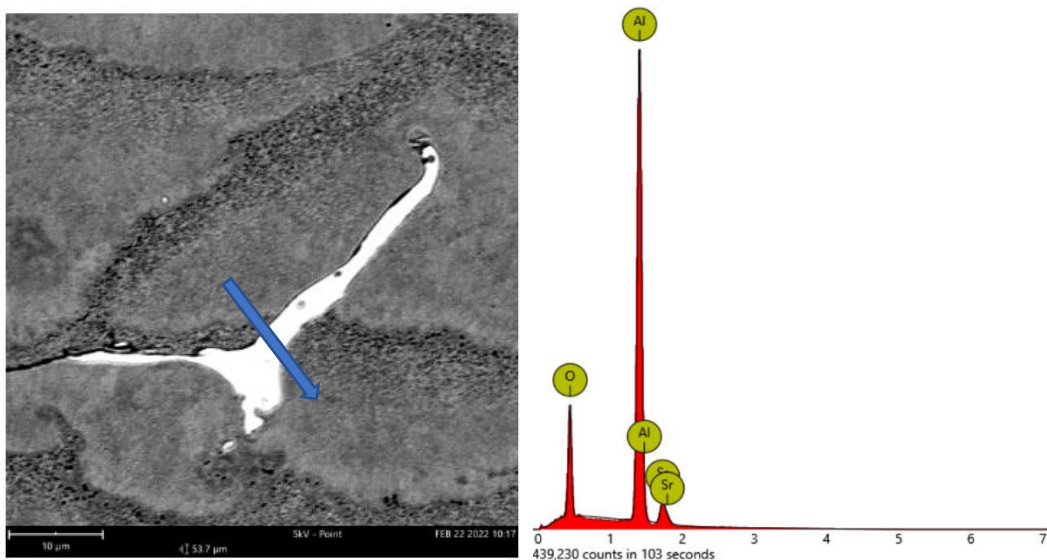


Figura 4.22: Analisi lineare del provino 9 del gruppo AlSr; nella figura (a) è evidenziata la zona oggetto dell'analisi, nella (b) sono riportati gli elementi che sono stati rilevati in tale zona e nelle (c) è riportata la percentuale di tali elementi rilevati lungo la linea

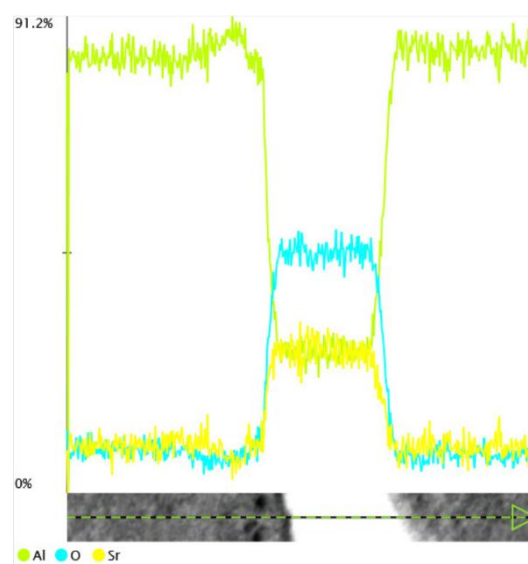
Tabella 4.12: Analisi lineare del provino 9 del gruppo AlSr; sono riportate la concentrazione atomica e la concentrazione in peso degli elementi che sono stati rilevati

Simbolo dell'elemento	Concentrazione atomica	Concentrazione in peso
Al	98,14	94,19
Sr	1,86	5,81



(a)

(b)



(c)

Figura 4.23: Analisi lineare del provino 9 del gruppo AlSr; nella figura (a) è evidenziata la zona oggetto dell'analisi, nella (b) sono riportati gli elementi che sono stati rilevati in tale zona e nelle (c) è riportata la percentuale di tali elementi rilevati lungo la linea

Tabella 4.13: Analisi lineare del provino 9 del gruppo AlSr; sono riportate la concentrazione atomica e la concentrazione in peso degli elementi che sono stati rilevati

Simbolo dell'elemento	Concentrazione atomica	Concentrazione in peso
Al	68,70	71,64
O	28,04	17,34
Sr	3,26	11,03

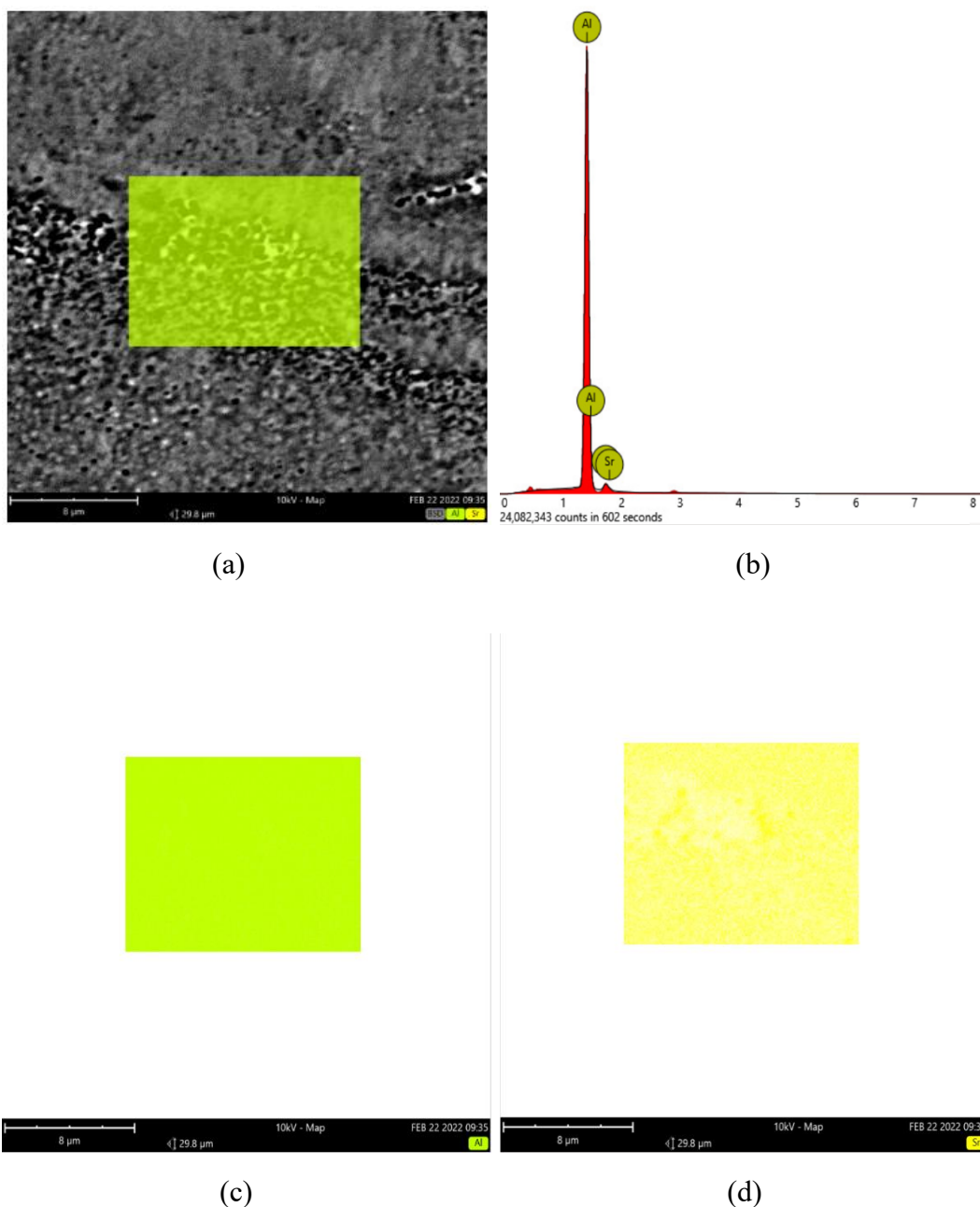


Figura 4.24: Analisi di area del provino 9 del gruppo AlSr; nella figura (a) è evidenziata la zona oggetto dell'analisi, nella (b) sono riportati gli elementi che sono stati rilevati in tale zona e nelle figure (c) e (d) sono riportate rispettivamente le quantità di Alluminio e Stronzio rilevate nella zona oggetto di studio

Tabella 4.14: Analisi di area del provino 9 del gruppo AlSr; sono riportate la concentrazione atomica e la concentrazione in peso degli elementi che sono stati rilevati

Simbolo dell'elemento	Concentrazione atomica	Concentrazione in peso
Al	98,33	94,78
Sr	1,67	5,22

Nelle figure dalla **Figura 4.25** alla **Figura 4.28** e nelle tabelle dalla **Tabella 4.15** alla **Tabella 4.18** sono riportati i risultati delle analisi per i provini del JOB AlSi10Mg + AlSr. Nello specifico, nelle **Figura 4.25**, **Figura 4.26** e **Figura 4.27** (con relative

Tabella 4.15, Tabella 4.16 e Tabella 4.17) sono visibili delle analisi puntuali mentre nella Figura 4.28 e Tabella 4.18 è presente un'analisi lineare.

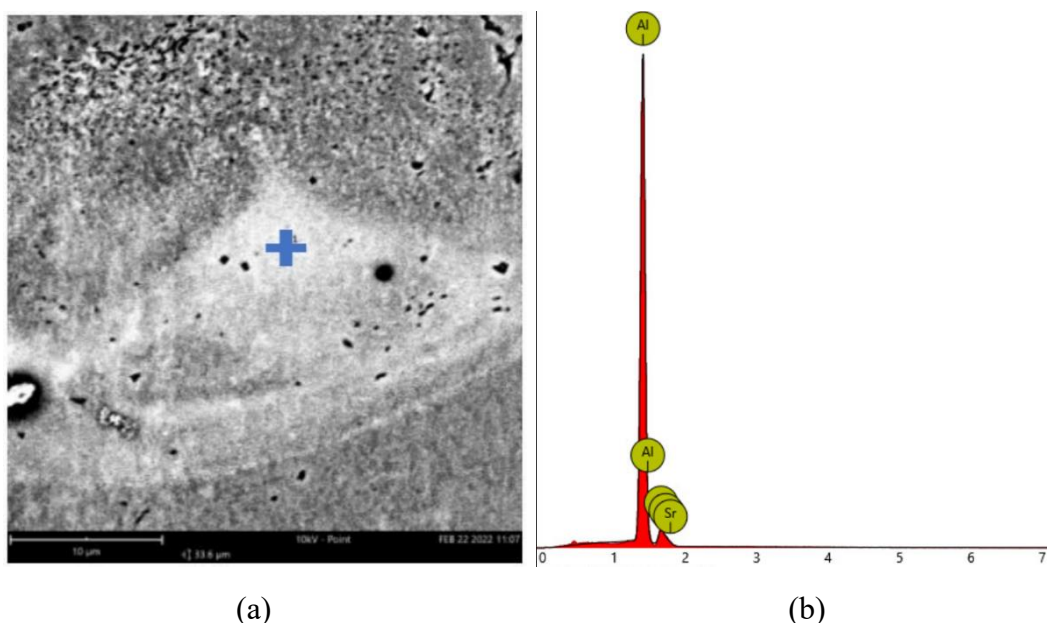


Figura 4.25: Analisi puntuale del provino 1 del gruppo AlSi10Mg + AlSr; nella figura (a) è evidenziata la zona oggetto dell'analisi mentre nella (b) sono riportati gli elementi che sono stati rilevati in tale zona

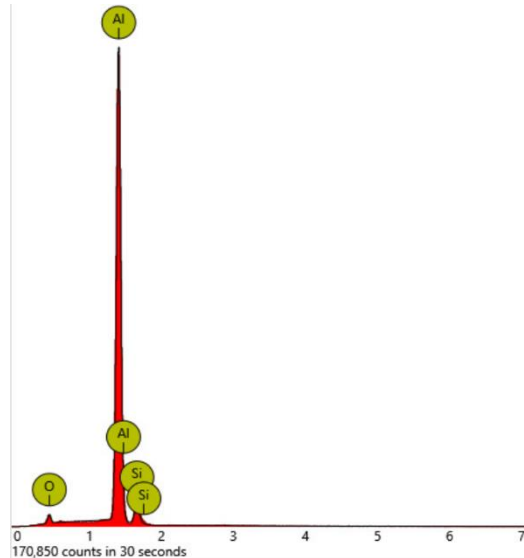
Tabella 4.15: Analisi puntuale del provino 1 del gruppo AlSi10Mg + AlSr; sono riportate la concentrazione atomica e la concentrazione in peso degli elementi che sono stati rilevati

Simbolo dell'elemento	Concentrazione atomica	Concentrazione in peso
Al	93,93	90,60
Sr	1,55	4,86
Si	4,52	4,54

Per quanto riguarda le analisi chimiche sui provini del JOB AlSi10Mg + AlSr si è visto che lo stronzio in alcune zone riesce a distribuirsi in maniera omogenea all'intero della lega mentre in altre questo miscelamento non è riuscito altrettanto bene. Si registrano infatti delle zone a mancata miscelazione (quelle più chiare in **Figura 4.25a**) in cui lo stronzio si concentra maggiormente.



(a)

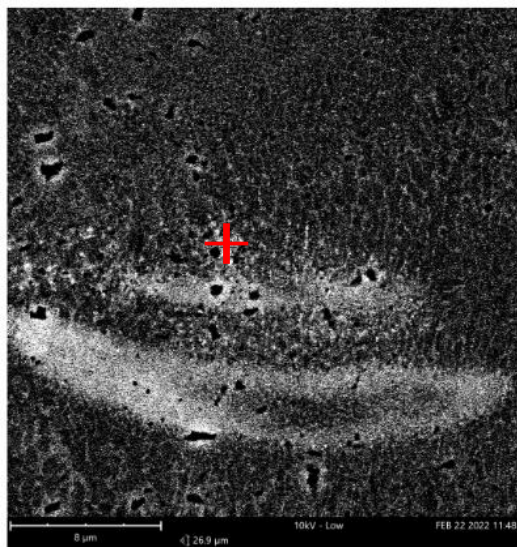


(b)

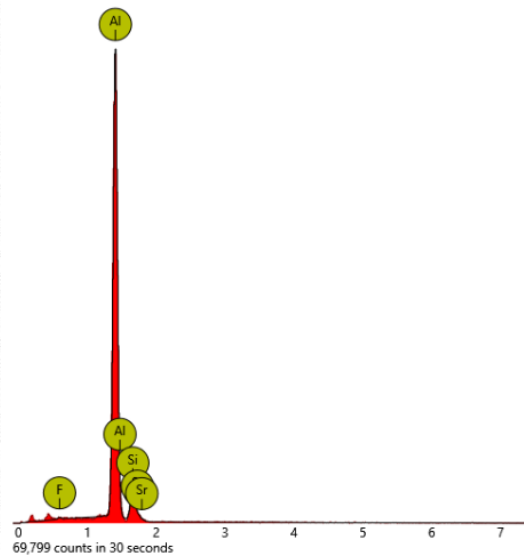
Figura 4.26: Analisi puntuale del provino 1 del gruppo $AlSi10Mg + AlSr$; nella figura (a) è evidenziata la zona oggetto dell'analisi mentre nella (b) sono riportati gli elementi che sono stati rilevati in tale zona

Tabella 4.16: Analisi puntuale del provino 1 del gruppo $AlSi10Mg + AlSr$; sono riportate la concentrazione atomica e la concentrazione in peso degli elementi che sono stati rilevati

Simbolo dell'elemento	Concentrazione atomica	Concentrazione in peso
Al	87,50	89,64
Si	6,01	6,41
O	6,49	3,94



(a)

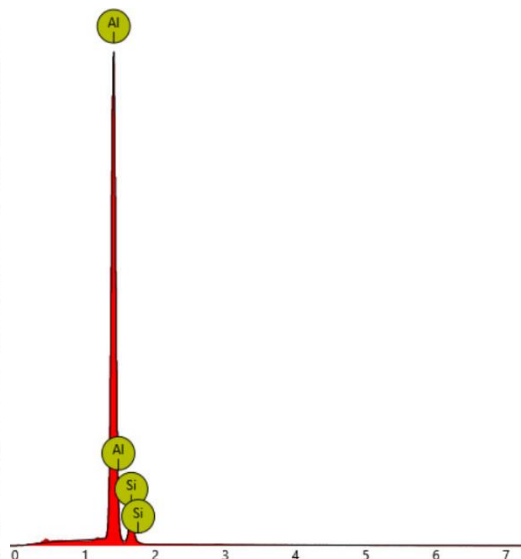
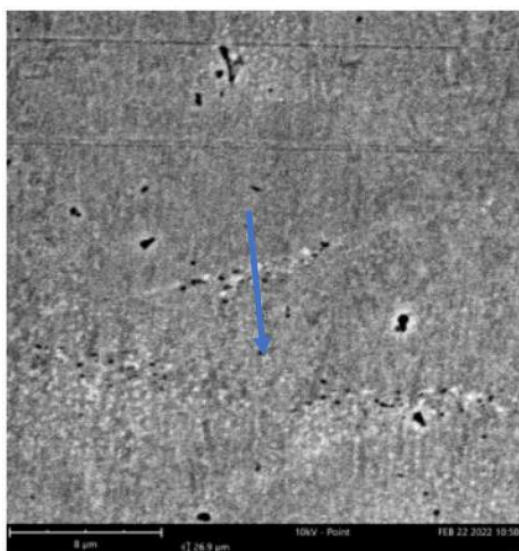


(b)

Figura 4.27: Analisi puntuale del provino 3 del gruppo $AlSi10Mg + AlSr$; nella figura (a) è evidenziata la zona oggetto dell'analisi mentre nella (b) sono riportati gli elementi che sono stati rilevati in tale zona

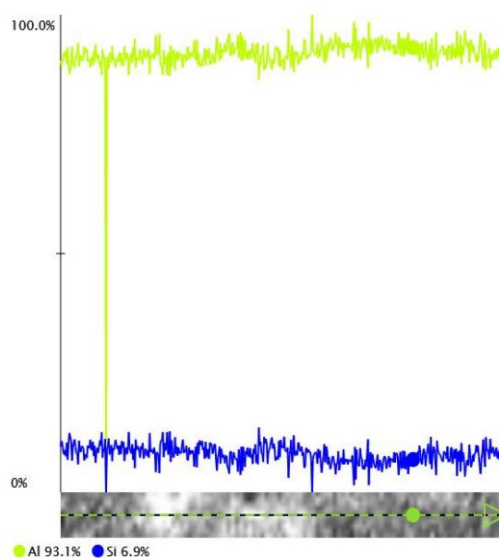
Tabella 4.17: Analisi puntuale del provino 3 del gruppo $AlSi10Mg + AlSr$; sono riportate la concentrazione atomica e la concentrazione in peso degli elementi che sono stati rilevati

Simbolo dell'elemento	Concentrazione atomica	Concentrazione in peso
Al	88,93	86,59
Si	9,16	9,28
Sr	1,14	3,59
F	0,78	0,54



(a)

(b)



(c)

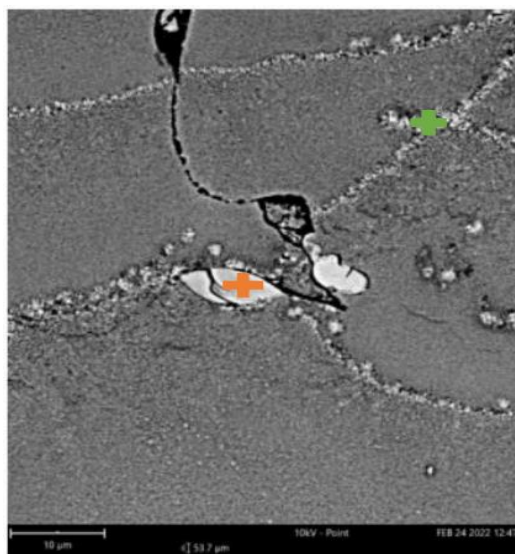
Figura 4.28: Analisi lineare del provino 1 del gruppo AlSi10Mg + AlSr; nella figura (a) è evidenziata la zona oggetto dell'analisi, nella (b) sono riportati gli elementi che sono stati rilevati in tale zona e nelle (c) è riportata la percentuale di tali elementi rilevati lungo la linea

Tabella 4.18: Analisi lineare del provino 1 del gruppo AlSi10Mg + AlSr; sono riportate la concentrazione atomica e la concentrazione in peso degli elementi che sono stati rilevati

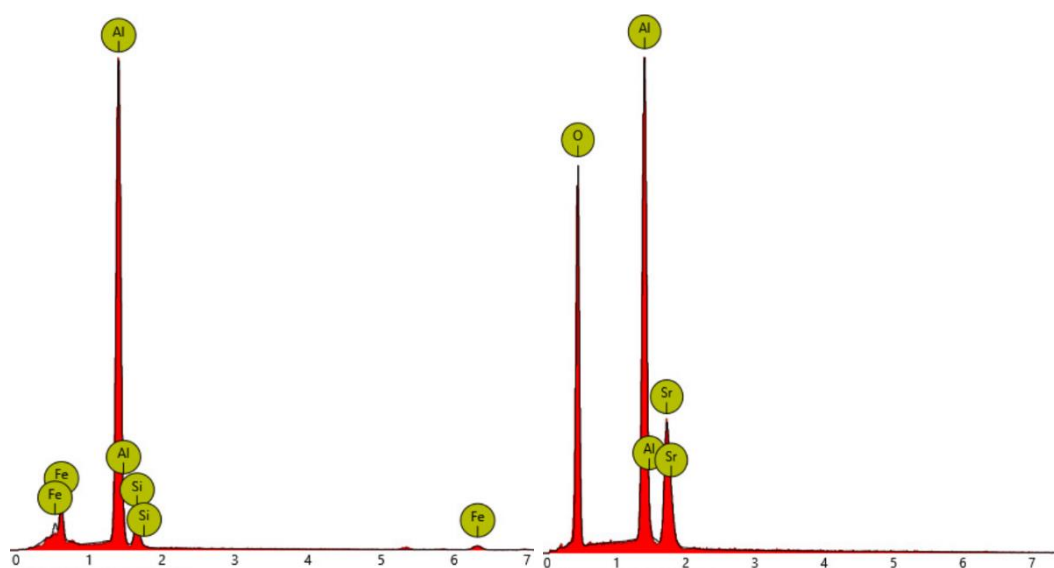
Simbolo dell'elemento	Concentrazione atomica	Concentrazione in peso
Al	91,90	91,60
Si	8,10	8,40

Ad avvalorare quanto detto, effettuando l'analisi lineare di **Figura 4.28**, non si è riscontrata la presenza di stronzio segno che, come si diceva, in alcune regioni del provino si è distribuito meglio che in altre.

Nelle **Figura 4.29 e Figura 4.30** e nelle **Tabella 4.19, Tabella 4.20 e Tabella 4.21** sono riportati i risultati delle analisi per i provini del JOB AlSi10Mg + AlSr + 304L. Nello specifico, nelle **Figura 4.29 e Tabella 4.19 e Tabella 4.20** sono visibili delle analisi puntuali mentre nella **Figura 4.30 e Tabella 4.21** è presente un'analisi lineare.



(a)



(b)

(c)

Figura 4.29: Analisi puntuale del provino 2 del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L; nella figura (a) sono evidenziata le zone oggetto dell'analisi, nella (b) sono riportati gli elementi che sono stati rilevati in tale zona verde mentre nella (c) sono riportati gli elementi rilevati nella zona arancione

Tabella 4.19: Analisi puntuale del provino 2 del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L; sono riportate la concentrazione atomica e la concentrazione in peso degli elementi che sono stati rilevati (zona verde)

Simbolo dell'elemento	Concentrazione atomica	Concentrazione in peso
Al	84,75	78,03
Fe	7,75	14,78
Si	7,50	7,19

Tabella 4.20: Analisi puntuale del provino 2 del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L; sono riportate la concentrazione atomica e la concentrazione in peso degli elementi che sono stati rilevati (zona arancione)

Simbolo dell'elemento	Concentrazione atomica	Concentrazione in peso
O	66,85	46,16
Al	27,33	31,83
Sr	5,82	22,01

Passando alle analisi sul gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L, anche in questo caso, come in quello dell'AlSr, guardando la **Figura 4.29b** e leggendo i parametri della **Tabella 4.19**, è stato riscontrato del ferro la cui presenza è stata giustificata perché in questa lega è presente il 304L che, come si è detto, è un acciaio contenente prevalentemente del ferro. È proprio la presenza del ferro, presente in questa terza lega, che porta i provini a criccare e, a tal proposito, sembrerebbe che lo stronzio non abbia sortito alcun effetto di miglioramento su tali crepe [120]. Si ricorda che in queste leghe lo stronzio svolge il ruolo di inoculante. Gli inoculanti sono elementi inseriti nella lega che potrebbero modificare alcune caratteristiche della stessa come quelle di affinazione del grano o di rottura del reticolo. In questo terzo mix atomizzato di leghe, lo stronzio avrebbe dovuto fornire un intervallo più corto di solidificazione e quindi diminuire il numero di cricche ma, come si è detto, dai dati ricavati, sembrerebbe non avere funzionato [121] [122].

Importanti nella **Figura 4.29a** sono le zone bianche ovvero regioni di ossido di stronzio dove, anche qui, si riscontra nuovamente la presenza di Ossigeno. Gli ossidi per loro natura sono dei materiali ceramici che fondono a temperature più elevate rispetto ai metalli. Questi ossidi di stronzio risultano essere deleteri per la lega stessa e tendono a far sviluppare dei difetti, delle cricche e delle crepe che, come si accennava in precedenza, sono perfettamente visibili ad occhio nudo sulle superfici dei provini appartenenti a questo terzo JOB.

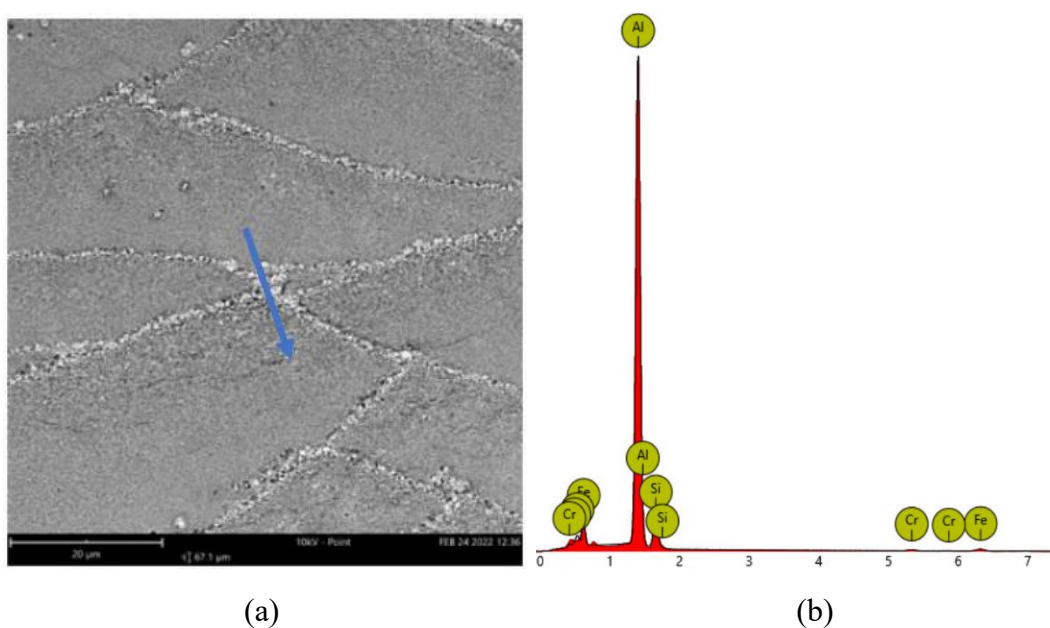


Figura 4.30: Analisi lineare del provino 2 del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L; nella figura (a) è evidenziata la zona oggetto dell'analisi, nella (b) sono riportati gli elementi che sono stati rilevati in tale zona e nelle (c) è riportata la percentuale di tali elementi rilevati lungo la linea

Tabella 4.21: Analisi lineare del provino 2 del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L; sono riportate la concentrazione atomica e la concentrazione in peso degli elementi che sono stati rilevati

Simbolo dell'elemento	Concentrazione atomica	Concentrazione in peso
Al	87,29	82.73
Si	7,70	7,60
Fe	3,95	7,75
Cr	1,05	1,92

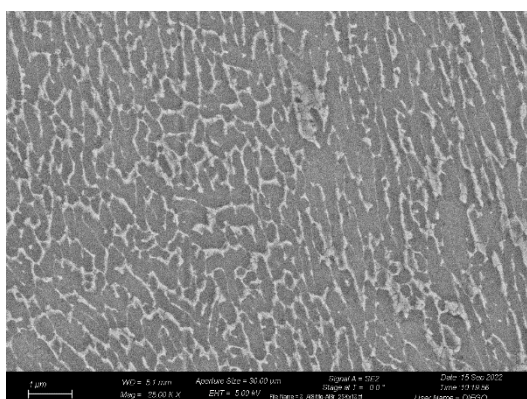
Infine, come visibile nell'analisi lineare di **Figura 4.30** e nella **Tabella 4.21** è stato anche rilevato del cromo la cui presenza è dovuto al 304L che è una lega contenente al suo interno varie elementi tra cui, appunto, il cromo.

4.5 Risultati ottenuti mediante FESEM

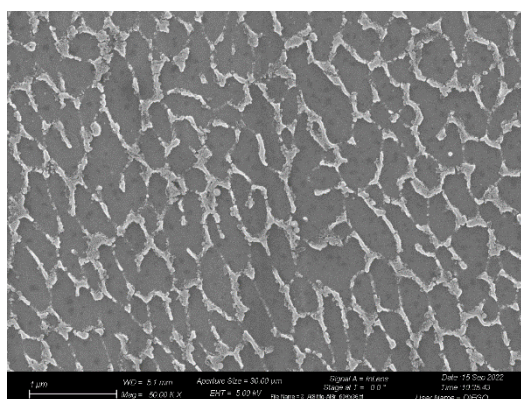
Ulteriori osservazioni sulla microstruttura dei campioni sono state condotte utilizzando un FESEM ZEISS Supra 40. Anche questo tipo di analisi non è stato condotto per tutti i campioni dei tre JOB studiati ma soltanto per un numero limitato di provini. Nello specifico, sono stati scattate foto del:

- provino 3 del gruppo AlSi10Mg + AlSr;
- provino 8 del gruppo AlSi10Mg + AlSr + 304L.

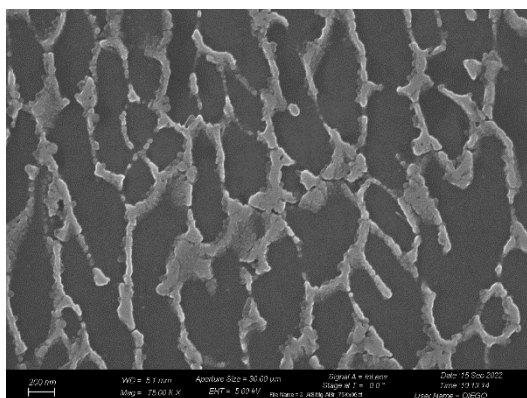
Ancora una volta, le foto scattate alla superficie del provino 3 del gruppo AlSi10Mg + AlSr hanno permesso di osservare la rottura del reticolo di silicio al fine di valutare un eventuale miglioramento delle caratteristiche e proprietà meccaniche. Nella successiva **Figura 4.31** è possibile osservare il reticolo di silicio a diversi ingrandimenti. Come si nota dalle immagini, il silicio che è l'elemento più pesante appare bianco mentre l'alluminio che è l'elemento più leggero appare grigio.



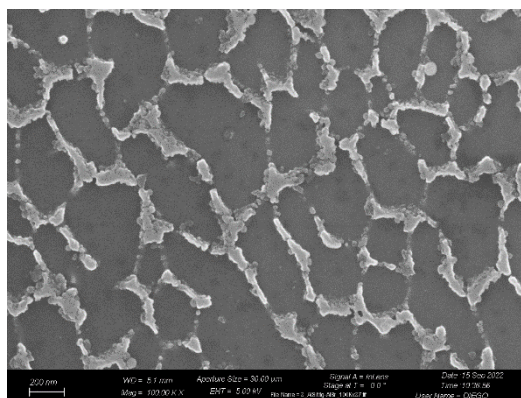
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.31: Rappresentazione della microstruttura con il reticolo di silicio a diversi ingrandimenti: (a) 25Kx, (b) 50Kx, (c) 75Kx, (d) 100Kx

Osservando bene le immagini, si è notato che attorno al reticolo di silicio si andavano a formare delle zone più scure, come visibile in **Figura 4.32**. Inizialmente si è ipotizzato che queste zone potessero essere banalmente dello sporco ma, variando i contrasti luminosi, si è visto che anche con un altro rilevatore queste zone venivano comunque captate. Si è quindi supposto che, in tali zone, ci potessero essere dei precipitati oppure possa essere rimasta della silice a valle del processo di lucidatura (tra le due questa seconda ipotesi è la più accreditata in quando la silice ha lo stesso colore del segno lasciato sulla superficie del provino dal fascio di elettroni inviato). Servirebbero delle analisi più approfondite per trarre delle analisi più specifiche.

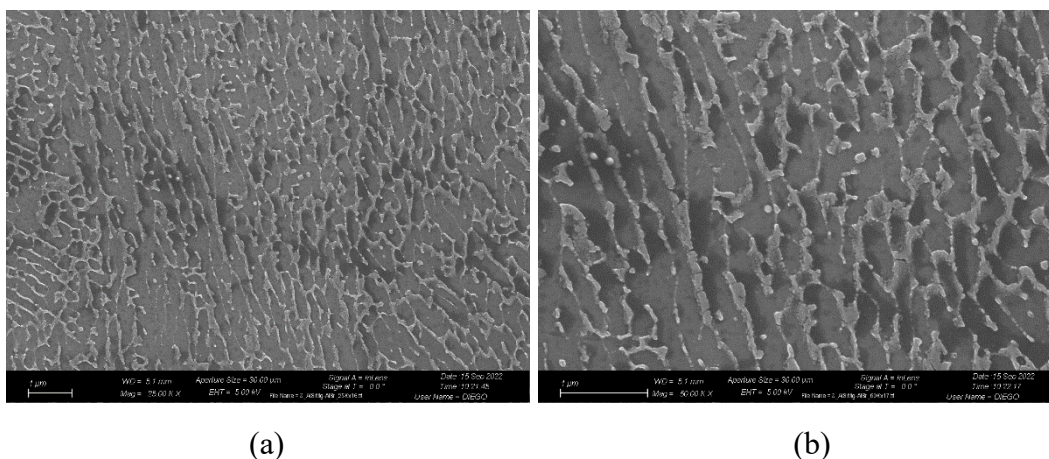
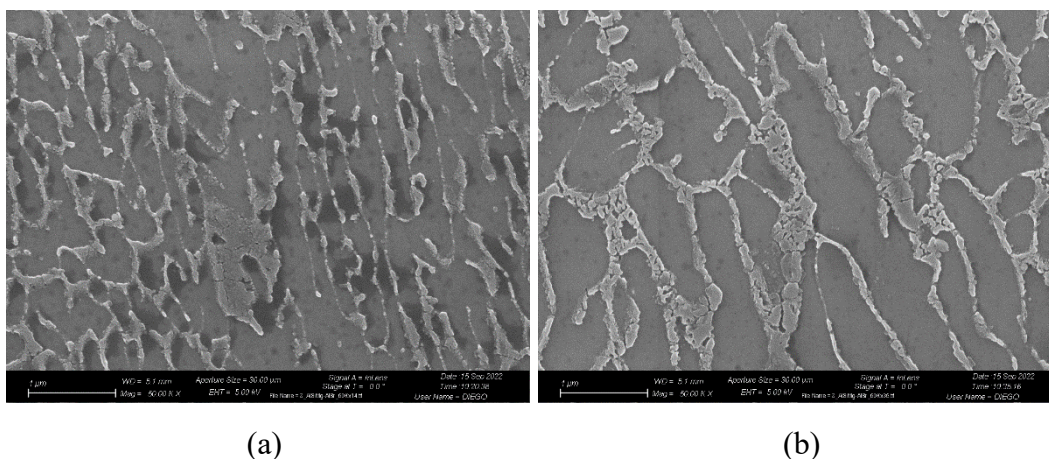
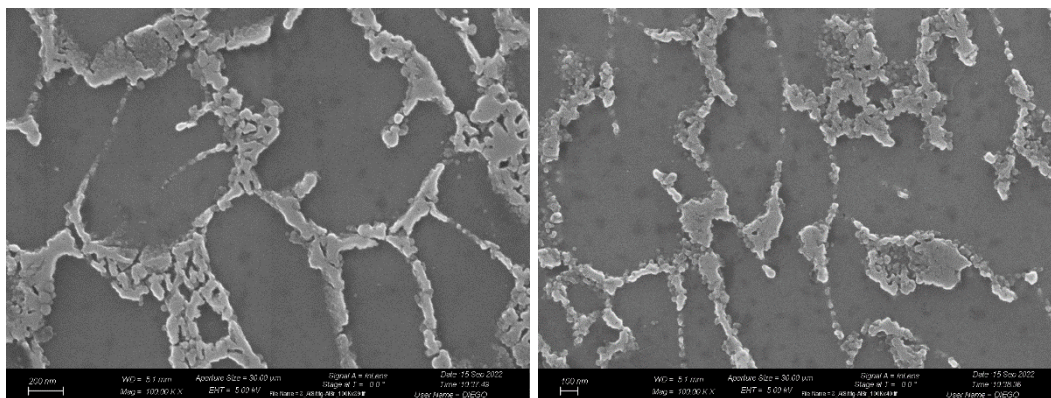


Figura 4.32: Rilevamento di zone più scure in cui si è supposto essere presente dei precipitati: (a) 25Kx, (b) 50Kx

Si è notato che in prossimità delle zone scure il reticolo di silicio presenta delle anomalie: o si rompe o le pareti del reticolo sono più spesse. Questi effetti sono visibili in **Figura 4.33**.





(c)

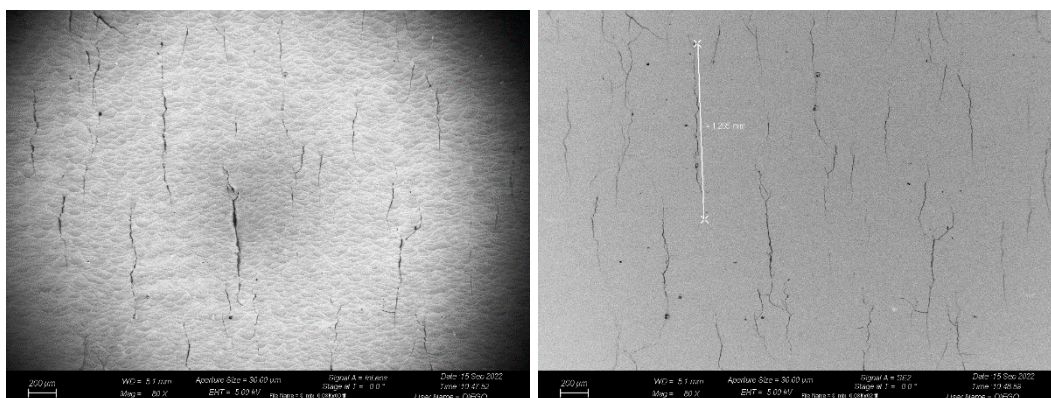
(d)

Figura 4.33: In prossimità delle zone più scure il reticolo di silicio o è più spesso o si rompe: (a) e (b) 50Kx, (c) e (d) 100Kx

Avere un reticolo di silicio rotto, frammentato e diviso, ai fini dell'attività di Tesi è un aspetto positivo poiché ciò è sintomo di un aumento di durezza e di miglioramento delle proprietà meccaniche. L'introduzione dello stronzio all'interno della lega ha proprio lo scopo di rompere questo reticolo.

Passando invece alle analisi del provino 8 del gruppo $\text{AlSi10Mg} + \text{AlSr} + 304\text{L}$, qui trarre delle conclusioni è davvero molto difficile. Sembra esserci la parvenza di un reticolo o comunque ciò che è rimasto di quello che in passato sembrerebbe essere stato un reticolo. Nelle figure successive, per completezza, si riportano comunque delle immagini della microstruttura del campione scattate a diversi ingrandimenti.

In **Figura 4.34** sono visibili le cricche presenti nel provino che attraversano più melt pool e più grani. Inoltre, osservando l'aspetto dei melt pool si nota che questi siano molto più chiari rispetto a quelli presenti nelle leghe precedenti.

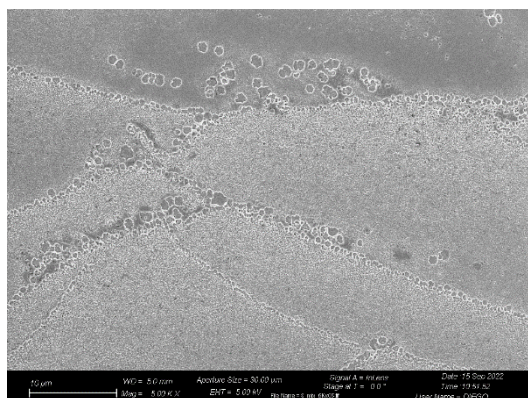


(a)

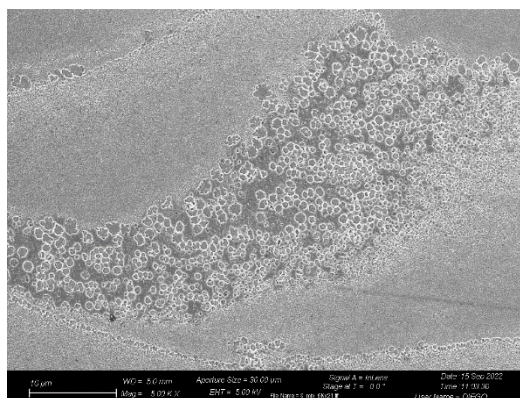
(b)

Figura 4.34: Microstruttura al FESEM del provino 8 del gruppo $\text{AlSi10Mg} + \text{AlSr} + 304\text{L}$: (a) sono visibili le cricche che si diramano intersecando più melt pool, (b) è indicata la lunghezza di una di queste cricche pari a 1,265 mm. Le immagini sono scattate ad ingrandimenti di 80x

A bordo melt pool si osservano dei precipitati globulari non presenti nei JOB precedenti. Probabilmente si tratta di intermetallici vista la diversa composizione chimica della polvere del JOB che comprende molti elementi quali il ferro, il cromo e il nichel che tendono a legarsi con l'alluminio (**Figura 4.35**).



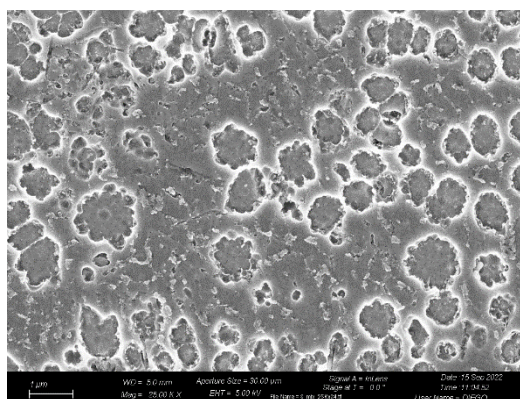
(a)



(b)



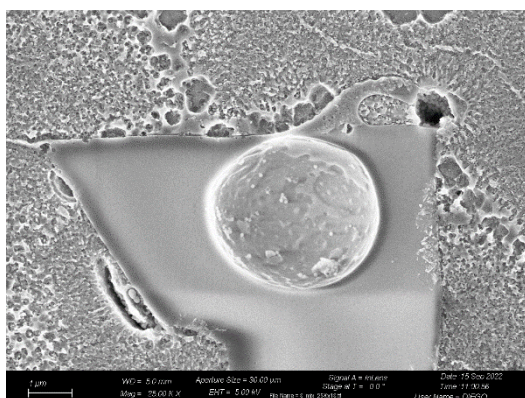
(c)



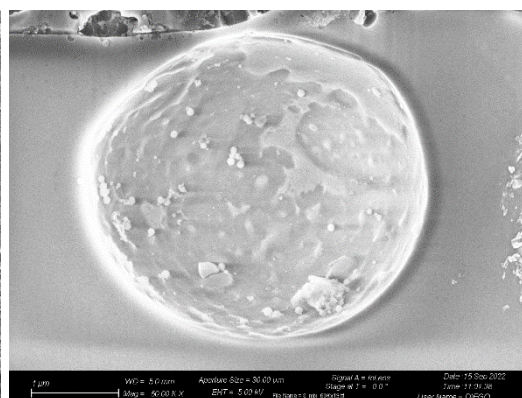
(d)

Figura 4.35: Microstruttura al FESEM del provino 8 del gruppo $AlSi10Mg + AlSr + 304L$; si osservano i precipitati globulari a bordo melt pool: (a) 5Kx, (b) 5Kx, (c) 25Kx, (d) 25Kx

In una zona del provino è stata inoltre rilevata una regione di forma sferica (**Figura 4.36**). Si è ipotizzato che in tale regione potrebbe esserci stata una particella di polvere di forma sferica che, in un secondo momento, è andata via lasciando una conca (ovvero il suo ex alloggiamento) che ha assunto la sua stessa forma.



(a)



(b)

Figura 4.36: Microstruttura al FESEM del provino 8 del gruppo $AlSi10Mg + AlSr + 304L$; si osserva la regione sferica lasciata da una particella di polvere: (a) 25Kx, (b) 50Kx

4.6 Analisi XRD

Nella successiva **Figura 4.37** viene riportato il grafico che è stato ricavato dall'analisi XRD dei campioni AlSi10Mg + AlSr. Si riporta anche la **Tabella 4.22** i cui dati aiutano a capire dove siano posizionati i vari picchi nel grafico XRD.

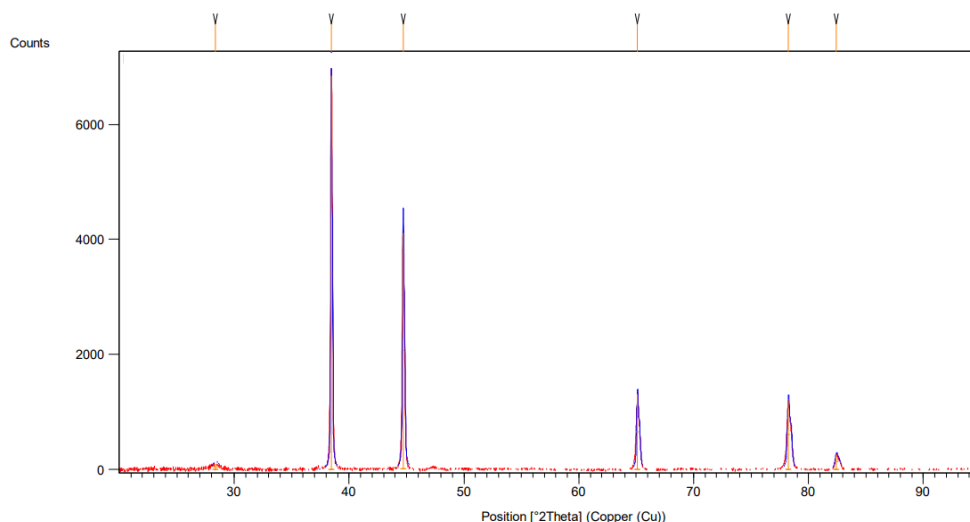


Figura 4.37: Analisi XRD di campioni AlSi10Mg + AlSr

Tabella 4.22: Parametri di lettura del grafico XRD

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
28,36	95,52	3,15	1,40
38,45	6845,08	2,34	100
44,71	4109,43	2,03	60,03
65,12	1315,61	1,43	19,22
78,26	1221,34	1,22	17,84
82,43	257,46	1,17	3,76

La prima colonna della tabella è relativa alla *posizione* del piccolo l'ungo l'asse delle ascisse. Tale posizione è misurata con l'angolo 2θ , dove θ è l'angolo della radiazione riflessa presente nella legge di Bragg. La seconda colonna indica invece l'*altezza* del picco. Essa è misurata in cts ovvero un valore che fa riferimento all'intensità del picco: maggiore è l'intensità e più il picco è elevato. Il *d-spacing* è la misura del parametro di cella elementare e si misura in Angstrom. La quarta colonna indica invece l'*intensità relativa* percentuale ovvero una misura secondo cui, si prende l'intensità del picco più alto e poi scala tutti gli altri picchi in percentuale rispetto al primo. Quindi, in questo caso, il picco più alto è il secondo, il primo picco è l'1,40 % del secondo, il terzo è il 60,03 % del secondo e così via.

I vari picchi presenti nel grafico di **Figura 4.37** corrispondono a delle fasi specifiche del campione. Quello più elevato (il secondo) corrisponde alla fase α – Al essendo questa quella più abbondante presente nei campioni AlSi10Mg + AlSr. Il resto dei picchi sono tutti tipici dell'AlSi10Mg. I picchi più elevati sono quelli dovuti alla

presenza dell'alluminio (che è l'elemento prevalente all'interno della lega) mentre quelli più bassi sono dovuti alla presenza dello stronzio.

Per desumere delle considerazioni, il grafico di **Figura 4.37** è confrontato con quello visibile in **Figura 4.38**, reperito in letteratura, in cui è visibile un'analisi XRD per una lega semplice di solo AlSi10Mg, senza l'aggiunta dello stronzio come inoculante [124]. I diffrattogrammi visibili in **Figura 4.38**, come detto, fanno riferimento a campioni di una lega AlSi10Mg che è stata processata con due strategie produttive differenti: la strategia *meander* e quella *remelting*. Ai fini del nostro confronto, si è tenuto solo in considerazione il grafico della strategia *meander* poiché, tra le due, questa è la più simile alla tecnica di L – PBF con la quale sono stati realizzati i campioni studiati.

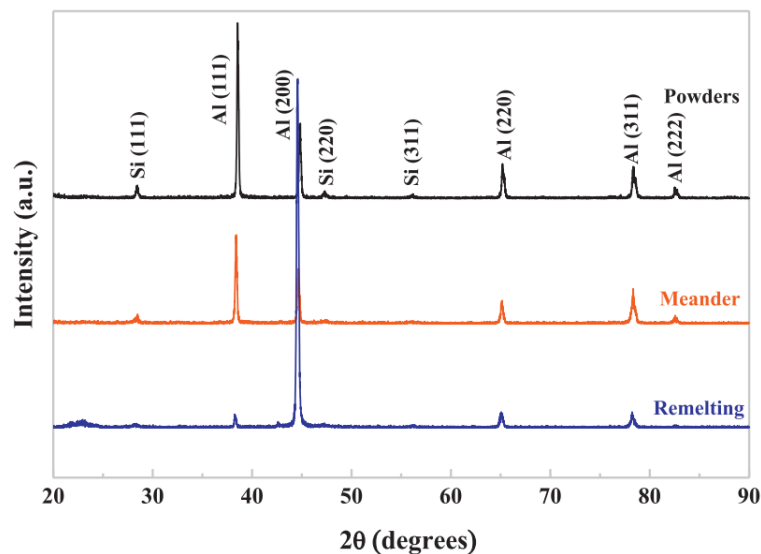


Figura 4.38: Diffrattogrammi di analisi XRD di campioni di lega AlSi10Mg processati con strategia *meander* e *remelting* [124]

Dal confronto dei grafici di **Figura 4.37** e **Figura 4.38**, si può notare come non ci siano particolari differenze della presenza e distribuzione dei picchi. Inoltre, questi grafici sono molto simili anche a quello ottenuto da uno studio precedente dove, al posto dello stronzio, si utilizzava come elemento inoculante dell'erbio [112]. L'assenza di precipitati e conseguentemente di picchi dovuti allo stronzio potrebbe, in primo luogo, essere imputata alla scarsa quantità di stronzio presente nella lega che non ha portato alla nascita di una fase intermedia. Discorso analogo può essere fatto per l'assenza di picchi e precipitati dovuti alla scarsa concentrazione del magnesio nella lega. Tali elementi, se presenti con le giuste quantità potrebbero portare ad una distorsione significativa del reticolo di silicio tale da essere rilevata alla strumentazione e dalla successiva analisi. Altre cause che potrebbero giustificare quanto pocanzi esposto sono:

- la presenza di zone a mancata miscelazione: quindi, non solo lo stronzio è presente con una scarsa percentuale all'interno della lega ma è anche poco distribuito;

- i precipitati di stronzio potrebbero essere molto piccoli ed avere delle dimensioni nanometriche non osservabili con i vari microscopi utilizzati.

CAPITOLO 5

CONCLUSIONI

L'obiettivo del presente lavoro di Tesi era quello di analizzare in dettaglio la superficie e la microstruttura dei provini delle tre leghe studiate: AlSr, AlSi10Mg + AlSr e AlSi10Mg + AlSr + 304L. In tutti e tre i gruppi di provini si è aggiunta una certa percentuale di stronzio come elemento inoculante e rinforzante. Soprattutto per il secondo e il terzo JOB, quelli nei quali era presenti il silicio, particolare oggetto di interesse è stato osservare se fosse avvenuta o meno una rottura del reticolo di silicio, ad opera dello stronzio, finalizzata al miglioramento delle caratteristiche meccaniche delle suddette leghe.

A valle delle analisi condotte, si è giunti ai seguenti risultati e conclusioni:

- confrontando i valori di porosità media dei tre JOB studiati, nei provini del gruppo AlSr si sono riscontrati dei valori maggiori rispetto a quelli dei gruppi AlSi10Mg + AlSr e AlSi10Mg + AlSr + 304L. In questi ultimi due è infatti presenti il silicio all'interno della lega che migliora e riduce la porosità dei campioni e ne migliora la processabilità;
- dalle osservazioni sulla microstruttura condotte con vari strumenti (microscopi ottico da banco e metallografico, SEM e FESEM) si è riscontrata una rottura del reticolo di silicio ad opera della distribuzione dello stronzio all'interno della lega. Rispetto all'erbio, lo stronzio sembrerebbe avere una migliore distribuzione e ciò porta a dei miglioramenti in termini di proprietà a prestazioni meccaniche. Infatti, confrontando i valori di micro-durezza dei JOB studiati, questi sono più elevati sia rispetto ai valori di micro-durezza delle leghe AlSi10Mg che si trovano in letteratura che rispetto a quelli delle stesse analisi che hanno visto l'erbio come elemento inoculante al posto dello stronzio;
- oltre ad un aumento della durezza, si è però riscontrata una diminuzione della densificazione dei provini. Infatti, quelli contenenti stronzio presentavano dei valori di densificazione inferiori rispetto ai normali campioni AlSi10Mg. Dalle analisi chimiche eseguite con il SEM, si sono trovate diverse zone a mancata miscelazione con un'elevata presenza di stronzio. Quindi, sebbene lo stronzio sia un inoculante migliore rispetto all'erbio, si potrebbe comunque pensare di variare ulteriormente i parametri di processo e svolgere delle successive prove meccaniche che confermino le proprietà migliorate;
- infine, dalle analisi XRD si sono trovati dei grafici e dei valori, per la lega AlSi10Mg + AlSr confrontabili e comparabili con quelli presenti in letteratura. La presenza dello stronzio non ha portato alla nascita di un nuovo picco nel diffrattogramma e questo ci ha portato alla conclusione che

lo stronzio nella lega sia in percentuali in peso talmente basse da non poter sortire questo effetto.

In conclusione, gli obbiettivi prefissati dal presente lavoro di Tesi possono considerarsi raggiunti: dall'analisi della microstruttura si è visto come lo stronzio abbia generato una rottura del reticolo di silicio. Nello specifico, lo stronzio sembra aver avuto una migliore distribuzione all'interno della lega rispetto all'erbio e la rottura del reticolo di silicio, per quanto risulti essere ancora localizzata, è sicuramente migliore e più distribuita se paragonata a quella avuta con l'erbio. Tale fenomeno ha portato ad un incremento della micro-durezza dei campioni e quindi ad un aumento delle proprietà meccaniche.

Ciononostante, in futuro, questo lavoro di Tesi potrebbe essere ulteriormente sviluppato ed implementato con successive sperimentazioni. Nello specifico, possono essere suggerite tre eventuali strade da percorrere:

- aumentare la percentuale di stronzio presente nei campioni;
- provare a cambiare l'elemento inoculante e quindi usarne uno nuovo al posto dello stronzio o dell'erbio;
- eseguire dei trattamenti termici per migliorare la distribuzione dell'elemento inoculante all'interno della lega oggetto di studio. Però, come si è detto, questi trattamenti risultano essere molto lunghi e costosi.

BIBLIOGRAFIA

- [1] J. Dawes, R. Bowerman, and R. Trepleton, "Introduction to the additive manufacturing powder metallurgy supply chain," *Johnson Matthey Technol. Rev.*, vol. 59, no. 3, pp. 243–256, 2015, doi: 10.1595/205651315X688686.
- [2] P. Rb and R. Universitario, "Politecnico di Torino Politecnico di Torino," no. October, p. 87316161, 2020.
- [3] F. Trevisan *et al.*, "On the selective laser melting (SLM) of the AlSi10Mg alloy: Process, microstructure, and mechanical properties," *Materials (Basel)*, vol. 10, no. 1, 2017, doi: 10.3390/ma10010076.
- [4] A. Simchi, "Direct laser sintering of metal powders: Mechanism, kinetics and microstructural features," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 428, no. 1–2, pp. 148–158, 2006, doi: 10.1016/j.msea.2006.04.117.
- [5] B. Liu, R. Wildman, C. Tuck, I. Ashcroft, and R. Hague, "Investigaztion the effect of particle size distribution on processing parameters optimisation in selective laser melting process," *22nd Annu. Int. Solid Free. Fabr. Symp. - An Addit. Manuf. Conf. SFF 2011*, no. mm, pp. 227–238, 2011.
- [6] S. Das, "Physical Aspects of Process Control in Selective Laser Sintering of Metals," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 5, no. 10, pp. 701–711, 2003, doi: 10.1002/adem.200310099.
- [7] C. D. Boley, S. C. Mitchell, A. M. Rubenchik, and S. S. Q. Wu, "Metal powder absorptivity: modeling and experiment," *Appl. Opt.*, vol. 55, no. 23, p. 6496, 2016, doi: 10.1364/ao.55.006496.
- [8] T. D. Ngo, A. Kashani, G. Imbalzano, K. T. Q. Nguyen, and D. Hui, "Additive manufacturing (3D printing): A review of materials, methods, applications and challenges," *Compos. Part B Eng.*, vol. 143, no. December 2017, pp. 172–196, 2018, doi: 10.1016/j.compositesb.2018.02.012.
- [9] "Giocattoli da stampare in 3D: i migliori 10 modelli per Natale – 3Dnatives." <https://www.3dnatives.com/it/giocattoli-stampa-3d-231220219/> (accessed Jun. 26, 2022).
- [10] S. A. Adekanye, R. M. Mahamood, E. T. Akinlabi, and M. G. Owolabi, "Additive manufacturing: The future of manufacturing: Dodajalna (3D) Tehnologija: Prihodnost Proizvajanja," *Mater. Tehnol.*, vol. 51, no. 5, pp. 709–715, 2017, doi: 10.17222/mit.2016.261.

- [11] P. D. I. Torino, D. F. Marinucci, and G. Barbero, “Analisi degli effetti microstrutturali dell ’ aggiunta di Erblio in campioni di leghe di Alluminio prodotti per SLM Indice,” 2021.
- [12] T. Kimura and T. Nakamoto, “Microstructures and mechanical properties of A356 (AlSi7Mg0.3) aluminum alloy fabricated by selective laser melting,” *Mater. Des.*, vol. 89, pp. 1294–1301, 2016, doi: 10.1016/j.matdes.2015.10.065.
- [13] N. Read, W. Wang, K. Essa, and M. M. Attallah, “Selective laser melting of AlSi10Mg alloy: Process optimisation and mechanical properties development,” *Mater. Des.*, vol. 65, pp. 417–424, 2015, doi: 10.1016/j.matdes.2014.09.044.
- [14] H. Meier and C. Haberland, “Experimentelle Untersuchungen zum Laserstrahlgenerieren Metallischer Bauteile,” *Materwiss. Werksttech.*, vol. 39, no. 9, pp. 665–670, 2008, doi: 10.1002/mawe.200800327.
- [15] J. P. Kruth, P. Mercelis, J. Van Vaerenbergh, L. Froyen, and M. Rombouts, “Binding mechanisms in selective laser sintering and selective laser melting,” *Rapid Prototyp. J.*, vol. 11, no. 1, pp. 26–36, 2005, doi: 10.1108/13552540510573365.
- [16] D. Gu and Y. Shen, “Balling phenomena in direct laser sintering of stainless steel powder: Metallurgical mechanisms and control methods,” *Mater. Des.*, vol. 30, no. 8, pp. 2903–2910, 2009, doi: 10.1016/j.matdes.2009.01.013.
- [17] N. T. Aboulkhair, N. M. Everitt, I. Ashcroft, and C. Tuck, “Reducing porosity in AlSi10Mg parts processed by selective laser melting,” *Addit. Manuf.*, vol. 1, pp. 77–86, 2014, doi: 10.1016/j.addma.2014.08.001.
- [18] F. Calignano, D. Manfredi, E. P. Ambrosio, L. Iuliano, and P. Fino, “Influence of process parameters on surface roughness of aluminum parts produced by DMLS,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 67, no. 9–12, pp. 2743–2751, 2013, doi: 10.1007/s00170-012-4688-9.
- [19] O. Kwon *et al.*, “A deep neural network for classification of melt-pool images in metal additive manufacturing,” *J. Intell. Manuf.*, vol. 31, no. 2, pp. 375–386, 2020, doi: 10.1007/s10845-018-1451-6.
- [20] J. P. White, N. Read, R. M. Ward, R. Mellor, and M. M. Attallah, “Prediction of melt pool profiles for selective laser melting of AlSi10Mg alloy,” *Mater. Sci. Technol. Conf. Exhib. 2014, MS T 2014*, vol. 3, no. December, pp. 1985–1992, 2014.
- [21] I. Yadroitsev, A. Gusarov, I. Yadroitsava, and I. Smurov, “Single track formation in selective laser melting of metal powders,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 210, no. 12, pp. 1624–1631, 2010, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2010.05.010.
- [22] I. Yadroitsev, P. Bertrand, and I. Smurov, “Parametric analysis of the selective laser melting process,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 253, no. 19, pp. 8064–8069, 2007, doi: 10.1016/j.apsusc.2007.02.088.

- [23] H. Krauss and M. F. Zaeh, "Investigations on manufacturability and process reliability of selective laser melting," *Phys. Procedia*, vol. 41, pp. 815–822, 2013, doi: 10.1016/j.phpro.2013.03.153.
- [24] A. B. Spierings, T. L. Starr, and K. Wegener, "Fatigue performance of additive manufactured metallic parts," *Rapid Prototyp. J.*, vol. 19, no. 2, pp. 88–94, 2013, doi: 10.1108/13552541311302932.
- [25] L. N. Carter, C. Martin, P. J. Withers, and M. M. Attallah, "The influence of the laser scan strategy on grain structure and cracking behaviour in SLM powder-bed fabricated nickel superalloy," *J. Alloys Compd.*, vol. 615, pp. 338–347, 2014, doi: 10.1016/j.jallcom.2014.06.172.
- [26] X. Su and Y. Yang, "Research on track overlapping during Selective Laser Melting of powders," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 212, no. 10, pp. 2074–2079, 2012, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2012.05.012.
- [27] L. Thijs, F. Verhaeghe, T. Craeghs, J. Van Humbeeck, and J. P. Kruth, "A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V," *Acta Mater.*, vol. 58, no. 9, pp. 3303–3312, 2010, doi: 10.1016/j.actamat.2010.02.004.
- [28] I. Yadroitsev, L. Thivillon, P. Bertrand, and I. Smurov, "Strategy of manufacturing components with designed internal structure by selective laser melting of metallic powder," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 254, no. 4, pp. 980–983, 2007, doi: 10.1016/j.apsusc.2007.08.046.
- [29] B. Song *et al.*, "Differences in microstructure and properties between selective laser melting and traditional manufacturing for fabrication of metal parts: A review," *Front. Mech. Eng.*, vol. 10, no. 2, pp. 111–125, 2015, doi: 10.1007/s11465-015-0341-2.
- [30] E. O. Olakanmi, R. F. Cochrane, and K. W. Dalgarno, "A review on selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of aluminium alloy powders: Processing, microstructure, and properties," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 74, pp. 401–477, 2015, doi: 10.1016/j.pmatsci.2015.03.002.
- [31] X. J. Wang, L. C. Zhang, M. H. Fang, and T. B. Sercombe, "The effect of atmosphere on the structure and properties of a selective laser melted Al-12Si alloy," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 597, pp. 370–375, 2014, doi: 10.1016/j.msea.2014.01.012.
- [32] G. B. Schaffer, B. J. Hall, S. J. Bonner, S. H. Huo, and T. B. Sercombe, "The effect of the atmosphere and the role of pore filling on the sintering of aluminium," *Acta Mater.*, vol. 54, no. 1, pp. 131–138, 2006, doi: 10.1016/j.actamat.2005.08.032.
- [33] B. Ferrar, L. Mullen, E. Jones, R. Stamp, and C. J. Sutcliffe, "Gas flow effects on selective laser melting (SLM) manufacturing performance," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 212, no. 2, pp. 355–364, 2012, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2011.09.020.
- [34] D. Dai and D. Gu, "Effect of metal vaporization behavior on keyhole-mode

- surface morphology of selective laser melted composites using different protective atmospheres,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 355, pp. 310–319, 2015, doi: 10.1016/j.apsusc.2015.07.044.
- [35] A. Masmoudi, R. Bolot, and C. Coddet, “Investigation of the laser-powder-atmosphere interaction zone during the selective laser melting process,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 225, pp. 122–132, 2015, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2015.05.008.
 - [36] J. Zhang, B. Song, Q. Wei, D. Bourell, and Y. Shi, “A review of selective laser melting of aluminum alloys: Processing, microstructure, property and developing trends,” *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 35, no. 2, pp. 270–284, 2019, doi: 10.1016/j.jmst.2018.09.004.
 - [37] S. L. Sing, J. An, W. Y. Yeong, and F. E. Wiria, “Laser and electron-beam powder-bed additive manufacturing of metallic implants: A review on processes, materials and designs,” *J. Orthop. Res.*, vol. 34, no. 3, pp. 369–385, 2016, doi: 10.1002/jor.23075.
 - [38] A. Hussein, L. Hao, C. Yan, and R. Everson, “Finite element simulation of the temperature and stress fields in single layers built without-support in selective laser melting,” *Mater. Des.*, vol. 52, pp. 638–647, 2013, doi: 10.1016/j.matdes.2013.05.070.
 - [39] C. Li, J. F. Liu, and Y. B. Guo, “Prediction of Residual Stress and Part Distortion in Selective Laser Melting,” *Procedia CIRP*, vol. 45, pp. 171–174, 2016, doi: 10.1016/j.procir.2016.02.058.
 - [40] W. E. King *et al.*, “Observation of keyhole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 214, no. 12, pp. 2915–2925, 2014, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2014.06.005.
 - [41] M. Xia, D. Gu, G. Yu, D. Dai, H. Chen, and Q. Shi, “Porosity evolution and its thermodynamic mechanism of randomly packed powder-bed during selective laser melting of Inconel 718 alloy,” *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, vol. 116, no. January, pp. 96–106, 2017, doi: 10.1016/j.ijmachtools.2017.01.005.
 - [42] M. Simonelli *et al.*, “A Study on the Laser Spatter and the Oxidation Reactions During Selective Laser Melting of 316L Stainless Steel, Al-Si10-Mg, and Ti-6Al-4V,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 46, no. 9, pp. 3842–3851, 2015, doi: 10.1007/s11661-015-2882-8.
 - [43] A. Klassen, V. E. Forster, V. Juechter, and C. Körner, “Numerical simulation of multi-component evaporation during selective electron beam melting of TiAl,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 247, no. January, pp. 280–288, 2017, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2017.04.016.
 - [44] C. Panwisawas *et al.*, “Mesoscale modelling of selective laser melting: Thermal fluid dynamics and microstructural evolution,” *Comput. Mater. Sci.*, vol. 126, pp. 479–490, 2017, doi: 10.1016/j.commatsci.2016.10.011.
 - [45] X. Shi, S. Ma, C. Liu, and Q. Wu, “Parameter optimization for Ti-47Al-2Cr-2Nb in selective laser melting based on geometric characteristics of single scan

- tracks,” *Opt. Laser Technol.*, vol. 90, no. December 2016, pp. 71–79, 2017, doi: 10.1016/j.optlastec.2016.11.002.
- [46] J. C. Williams and E. A. Starke, “Progress in structural materials for aerospace systems,” *Acta Mater.*, vol. 51, no. 19, pp. 5775–5799, 2003, doi: 10.1016/j.actamat.2003.08.023.
 - [47] A. Heinz, A. Haszler, C. Keidel, S. Moldenhauer, R. Benedictus, and W. S. Miller, “Recent development in aluminium alloys for aerospace applications,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 280, no. 1, pp. 102–107, 2000, doi: 10.1016/S0921-5093(99)00674-7.
 - [48] W. Xu, Y. Luo, W. Zhang, and M. Fu, “Comparative study on local and global mechanical properties of bobbin tool and conventional friction stir welded 7085-T7452 aluminum thick plate,” *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 34, no. 1, pp. 173–184, 2018, doi: 10.1016/j.jmst.2017.05.015.
 - [49] W. Li, K. Yang, S. Yin, X. Yang, Y. Xu, and R. Lupoi, “Solid-state additive manufacturing and repairing by cold spraying: A review,” *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 34, no. 3, pp. 440–457, 2018, doi: 10.1016/j.jmst.2017.09.015.
 - [50] R. S. Mishra and Z. Y. Ma, “Friction stir welding and processing,” *Mater. Sci. Eng. R Reports*, vol. 50, no. 1–2, pp. 1–78, 2005, doi: 10.1016/j.mser.2005.07.001.
 - [51] F. Nie *et al.*, “Microstructure and Mechanical Properties of Pulse MIG Welded 6061/A356 Aluminum Alloy Dissimilar Butt Joints,” *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 34, no. 3, pp. 551–560, 2018, doi: 10.1016/j.jmst.2016.11.004.
 - [52] Y. Liu, Y. Yang, S. Mai, D. Wang, and C. Song, “Investigation into spatter behavior during selective laser melting of AISI 316L stainless steel powder,” *Mater. Des.*, vol. 87, pp. 797–806, 2015, doi: 10.1016/j.matdes.2015.08.086.
 - [53] J. P. Kruth, L. Froyen, J. Van Vaerenbergh, P. Mercelis, M. Rombouts, and B. Lauwers, “Selective laser melting of iron-based powder,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 149, no. 1–3, pp. 616–622, 2004, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2003.11.051.
 - [54] L. E. Murr *et al.*, “Metal Fabrication by Additive Manufacturing Using Laser and Electron Beam Melting Technologies,” *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 28, no. 1, pp. 1–14, 2012, doi: 10.1016/S1005-0302(12)60016-4.
 - [55] E. Louvis, P. Fox, and C. J. Sutcliffe, “Selective laser melting of aluminium components,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 211, no. 2, pp. 275–284, 2011, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2010.09.019.
 - [56] A. Aversa *et al.*, “Effect of process and post-process conditions on the mechanical properties of an A357 alloy produced via laser powder bed fusion,” *Metals (Basel)*, vol. 7, no. 2, pp. 1–9, 2017, doi: 10.3390/met7020068.
 - [57] P. Vora, K. Mumtaz, I. Todd, and N. Hopkinson, “AlSi12 in-situ alloy formation and residual stress reduction using anchorless selective laser melting,” *Addit. Manuf.*, vol. 7, pp. 12–19, 2015, doi:

10.1016/j.addma.2015.06.003.

- [58] K. Kempen, L. Thijs, J. Van Humbeeck, and J. P. Kruth, “Mechanical Properties of AlSi10Mg Produced by Selective Laser Melting,” *Phys. Procedia*, vol. 39, pp. 439–446, 2012, doi: 10.1016/j.phpro.2012.10.059.
- [59] J. H. Rao, Y. Zhang, K. Zhang, A. Huang, C. H. J. Davies, and X. Wu, “Multiple precipitation pathways in an Al-7Si-0.6Mg alloy fabricated by selective laser melting,” *Scr. Mater.*, vol. 160, pp. 66–69, 2019, doi: 10.1016/j.scriptamat.2018.09.045.
- [60] M. Tang, P. C. Pistorius, S. Narra, and J. L. Beuth, “Rapid Solidification: Selective Laser Melting of AlSi10Mg,” *Jom*, vol. 68, no. 3, pp. 960–966, 2016, doi: 10.1007/s11837-015-1763-3.
- [61] H. min GUO and X. jie YANG, “Preparation of semi-solid slurry containing fine and globular particles for wrought aluminum alloy 2024,” *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.)*, vol. 17, no. 4, pp. 799–804, 2007, doi: 10.1016/S1003-6326(07)60177-0.
- [62] A. Aversa *et al.*, “New aluminum alloys specifically designed for laser powder bed fusion: A review,” *Materials (Basel)*, vol. 12, no. 7, 2019, doi: 10.3390/ma12071007.
- [63] EOS GmbH, “EOS Aluminium AlSi10Mg Material Data Sheet EOS Aluminium AlSi10Mg Good Strength & Dynamic Load Bearing Capacity,” 2022.
- [64] D. Manfredi, F. Calignano, M. Krishnan, R. Canali, E. P. Ambrosio, and E. Atzeni, “From powders to dense metal parts: Characterization of a commercial alsiing alloy processed through direct metal laser sintering,” *Materials (Basel)*, vol. 6, no. 3, pp. 856–869, 2013, doi: 10.3390/ma6030856.
- [65] K. G. Prashanth *et al.*, “Microstructure and mechanical properties of Al-12Si produced by selective laser melting: Effect of heat treatment,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 590, pp. 153–160, 2014, doi: 10.1016/j.msea.2013.10.023.
- [66] K. Kempen, L. Thijs, J. Van Humbeeck, and J. P. Kruth, “Processing AlSi10Mg by selective laser melting: Parameter optimisation and material characterisation,” *Mater. Sci. Technol. (United Kingdom)*, vol. 31, no. 8, pp. 917–923, 2015, doi: 10.1179/1743284714Y.0000000702.
- [67] X. P. Li, K. M. O’Donnell, and T. B. Sercombe, “Selective laser melting of Al-12Si alloy: Enhanced densification via powder drying,” *Addit. Manuf.*, vol. 10, pp. 10–14, 2016, doi: 10.1016/j.addma.2016.01.003.
- [68] Y. Li and D. Gu, “Parametric analysis of thermal behavior during selective laser melting additive manufacturing of aluminum alloy powder,” *Mater. Des.*, vol. 63, pp. 856–867, 2014, doi: 10.1016/j.matdes.2014.07.006.
- [69] M. Achparaki *et al.*, “We are IntechOpen , the world ’ s leading publisher of Open Access books Built by scientists , for scientists TOP 1 %,” *Intech*, p. 13, 2012, [Online]. Available:

<http://dx.doi.org/10.1039/C7RA00172J><https://www.intechopen.com/books/advanced-biometric-technologies/liveness-detection-in-biometrics><http://dx.doi.org/10.1016/j.colsurfa.2011.12.014>

- [70] I. Rosenthal, A. Stern, and N. Frage, “Microstructure and Mechanical Properties of AlSi10Mg Parts Produced by the Laser Beam Additive Manufacturing (AM) Technology,” *Metallogr. Microstruct. Anal.*, vol. 3, no. 6, pp. 448–453, 2014, doi: 10.1007/s13632-014-0168-y.
- [71] L. Thijs, K. Kempen, J. P. Kruth, and J. Van Humbeeck, “Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder,” *Acta Mater.*, vol. 61, no. 5, pp. 1809–1819, 2013, doi: 10.1016/j.actamat.2012.11.052.
- [72] W. Shifeng, L. Shuai, W. Qingsong, C. Yan, Z. Sheng, and S. Yusheng, “Effect of molten pool boundaries on the mechanical properties of selective laser melting parts,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 214, no. 11, pp. 2660–2667, 2014, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2014.06.002.
- [73] D. A. Lados, D. Apelian, and J. K. Donald, “Fatigue crack growth mechanisms at the microstructure scale in Al-Si-Mg cast alloys: Mechanisms in the near-threshold regime,” *Acta Mater.*, vol. 54, no. 6, pp. 1475–1486, 2006, doi: 10.1016/j.actamat.2005.11.019.
- [74] D. Buchbinder, H. Schleifenbaum, S. Heidrich, W. Meiners, and J. Bültmann, “High power Selective Laser Melting (HP SLM) of aluminum parts,” *Phys. Procedia*, vol. 12, no. PART 1, pp. 271–278, 2011, doi: 10.1016/j.phpro.2011.03.035.
- [75] P. Mercelis and J. P. Kruth, “Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting,” *Rapid Prototyp. J.*, vol. 12, no. 5, pp. 254–265, 2006, doi: 10.1108/13552540610707013.
- [76] D. Gu and W. Meiners, “Microstructure characteristics and formation mechanisms of in situ WC cemented carbide based hardmetals prepared by Selective Laser Melting,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 29–30, pp. 7585–7592, 2010, doi: 10.1016/j.msea.2010.08.075.
- [77] B. Chen *et al.*, “Strength and strain hardening of a selective laser melted AlSi10Mg alloy,” *Scr. Mater.*, vol. 141, pp. 45–49, 2017, doi: 10.1016/j.scriptamat.2017.07.025.
- [78] L. Wang, G. Zhang, L. Zhu, and H. Wang, “Biocrust wetting induced change in soil surface roughness as influenced by biocrust type, coverage and wetting patterns,” *Geoderma*, vol. 306, no. December 2016, pp. 1–9, 2017, doi: 10.1016/j.geoderma.2017.06.032.
- [79] E. Brandl, U. Heckenberger, V. Holzinger, and D. Buchbinder, “Additive manufactured AlSi10Mg samples using Selective Laser Melting (SLM): Microstructure, high cycle fatigue, and fracture behavior,” *Mater. Des.*, vol. 34, pp. 159–169, 2012, doi: 10.1016/j.matdes.2011.07.067.
- [80] N. T. Aboulkhair, C. Tuck, I. Ashcroft, I. Maskery, and N. M. Everitt, “On the

Precipitation Hardening of Selective Laser Melted AlSi10Mg,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 46, no. 8, pp. 3337–3341, 2015, doi: 10.1007/s11661-015-2980-7.

- [81] A. Mertens, O. Dedry, M. M. Science, and R. B. St-jean, “Thermal treatments of AlSi10Mg processed by laser beam melting,” *Proc. 26th Int. Solid Free. Fabr. Symp.*, pp. 1007–1016, 2015, [Online]. Available: <http://sffsymposium.engr.utexas.edu/2015TOC>
- [82] X. P. Li *et al.*, “A selective laser melting and solution heat treatment refined Al-12Si alloy with a controllable ultrafine eutectic microstructure and 25% tensile ductility,” *Acta Mater.*, vol. 95, pp. 74–82, 2015, doi: 10.1016/j.actamat.2015.05.017.
- [83] D. Qiu and M. X. Zhang, “The nucleation crystallography and wettability of Mg grains on active Al₂Y inoculants in an Mg-10 wt% y Alloy,” *J. Alloys Compd.*, vol. 586, pp. 39–44, 2014, doi: 10.1016/j.jallcom.2013.10.042.
- [84] S. Hegde and K. N. Prabhu, “Modification of eutectic silicon in Al-Si alloys,” *J. Mater. Sci.*, vol. 43, no. 9, pp. 3009–3027, 2008, doi: 10.1007/s10853-008-2505-5.
- [85] M. Asta *et al.*, “Solidification microstructures and solid-state parallels: Recent developments, future directions,” *Acta Mater.*, vol. 57, no. 4, pp. 941–971, 2009, doi: 10.1016/j.actamat.2008.10.020.
- [86] K. E. Knippling, D. C. Dunand, and D. N. Seidman, “Criteria for developing castable, creep-resistant aluminum-based alloys - A review,” *Int. J. Mater. Res.*, vol. 97, no. 3, pp. 246–265, 2006, doi: 10.1515/ijmr-2006-0042.
- [87] T. H. Lee and S. J. Hong, “Microstructure and mechanical properties of Al-Si-X alloys fabricated by gas atomization and extrusion process,” *J. Alloys Compd.*, vol. 487, no. 1–2, pp. 218–224, 2009, doi: 10.1016/j.jallcom.2009.07.108.
- [88] P. Ma, Y. Jia, K. G. Prashanth, S. Scudino, Z. Yu, and J. Eckert, “Microstructure and phase formation in Al-20Si-5Fe-3Cu-1Mg synthesized by selective laser melting,” *J. Alloys Compd.*, vol. 657, pp. 430–435, 2016, doi: 10.1016/j.jallcom.2015.10.119.
- [89] M. Rajabi, M. Vahidi, A. Simchi, and P. Davami, “Effect of rapid solidification on the microstructure and mechanical properties of hot-pressed Al-20Si-5Fe alloys,” *Mater. Charact.*, vol. 60, no. 11, pp. 1370–1381, 2009, doi: 10.1016/j.matchar.2009.06.014.
- [90] A. B. Spierings, K. Dawson, M. Voegtlin, F. Palm, and P. J. Uggowitzer, “Microstructure and mechanical properties of as-processed scandium-modified aluminium using selective laser melting,” *CIRP Ann. - Manuf. Technol.*, vol. 65, no. 1, pp. 213–216, 2016, doi: 10.1016/j.cirp.2016.04.057.
- [91] A. B. Spierings *et al.*, “Microstructural features of Sc- and Zr-modified Al-Mg alloys processed by selective laser melting,” *Mater. Des.*, vol. 115, pp. 52–63, 2017, doi: 10.1016/j.matdes.2016.11.040.

- [92] A. B. Spierings, K. Dawson, P. J. Uggowitzer, and K. Wegener, "Influence of SLM scan-speed on microstructure, precipitation of Al₃Sc particles and mechanical properties in Sc- and Zr-modified Al-Mg alloys," *Mater. Des.*, vol. 140, pp. 134–143, 2018, doi: 10.1016/j.matdes.2017.11.053.
- [93] Y. H. Cho, H. C. Lee, K. H. Oh, and A. K. Dahle, "Effect of strontium and phosphorus on eutectic Al-Si nucleation and formation of β -Al₅FeSi in hypoeutectic Al-Si foundry alloys," *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 39, no. 10, pp. 2435–2448, 2008, doi: 10.1007/s11661-008-9580-8.
- [94] M. Timpel, N. Wanderka, G. S. Vinod Kumar, and J. Banhart, "Microstructural investigation of Sr-modified Al-15 wt%Si alloys in the range from micrometer to atomic scale," *Ultramicroscopy*, vol. 111, no. 6, pp. 695–700, 2011, doi: 10.1016/j.ultramic.2010.12.023.
- [95] S. Haro-Rodríguez, R. E. Goytia-Reyes, D. K. Dwivedi, V. H. Baltazar-Hernández, H. Flores-Zúñiga, and M. J. Pérez-López, "On influence of Ti and Sr on microstructure, mechanical properties and quality index of cast eutectic Al-Si-Mg alloy," *Mater. Des.*, vol. 32, no. 4, pp. 1865–1871, 2011, doi: 10.1016/j.matdes.2010.12.012.
- [96] P. Ashtari, H. Tezuka, and T. Sato, "Modification of Fe-containing intermetallic compounds by K addition to Fe-rich AA319 aluminum alloys," *Scr. Mater.*, vol. 53, no. 8, pp. 937–942, 2005, doi: 10.1016/j.scriptamat.2005.06.022.
- [97] S. G. Shabestari and S. Ghodrat, "Assessment of modification and formation of intermetallic compounds in aluminum alloy using thermal analysis," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 467, no. 1–2, pp. 150–158, 2007, doi: 10.1016/j.msea.2007.05.022.
- [98] B. Bryksí Stunová, "Effect of strontium on the structure of non-binary casting alloys Al-Si," *Met. 2012 - Conf. Proceedings, 21st Int. Conf. Metall. Mater.*, no. April, pp. 1423–1429, 2012.
- [99] B. B. Stunová, "Strontium as a structure modifier for non-binary Al-Si alloy," *Acta Polytech.*, vol. 52, no. 4, pp. 26–32, 2012, doi: 10.14311/1580.
- [100] X. Zhang *et al.*, "Effects of Si and Sr elements on solidification microstructure and thermal conductivity of Al-Si-based alloys," *J. Mater. Sci.*, vol. 57, no. 11, pp. 6428–6444, 2022, doi: 10.1007/s10853-022-07045-7.
- [101] Z. Li, A. M. Samuel, F. H. Samuel, C. Ravindran, S. Valtierra, and H. W. Doty, "Parameters controlling the performance of AA319-type alloys Part I. Tensile properties," vol. 367, pp. 96–110, 2004, doi: 10.1016/j.msea.2003.09.090.
- [102] "Composizione chimica tipica di 304, 304L, 316, 316L e 316LN... | Scarica il diagramma scientifico." https://www.researchgate.net/figure/Typical-chemical-composition-of-304-304L-316-316L-and-316LN-austenitic-stainless_tbl1_341305420 (accessed Sep. 22, 2022).
- [103] K. H. Ho, S. T. Newman, S. Rahimifard, and R. D. Allen, "State of the art in wire electrical discharge machining (WEDM)," *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, vol. 44, no. 12–13, pp. 1247–1259, 2004, doi: 10.1016/j.ijmachtools.2004.04.017.

- [104] K. Geels and W. Kopp, *Kay Geels In collaboration with Daniel B. Fowler, Wolf-Ulrich Kopp, and Michael Rückert*. 2007.
- [105] “Troncatrici Metallografiche da Banco - Brillant 220 - QATM.” <https://www.qatm.it/it/prodotti/taglio/modelli-da-banco/brillant-220/function-features/> (accessed Sep. 22, 2022).
- [106] “Guida standard per la preparazione di campioni metallografici.” <https://www.yumpu.com/en/document/read/18422036/standard-guide-for-preparation-of-metallographic-specimens> (accessed Sep. 22, 2022).
- [107] “Guida alla molatura e lucidatura - Buehler - Attrezzature e forniture per metallografia per la preparazione dei campioni.” <https://www.buehler.com/blog/grinding-and-polishing-guide/> (accessed Sep. 22, 2022).
- [108] “PRESI - MECATECH 234 Comunità, Manuali e Capitoli | LabWrench.” <https://www.labwrench.com/equipment/25420/presi-mecatech-234> (accessed Sep. 22, 2022).
- [109] “Handheld digital microscopes, Dino-Lite High Magnification | VWR.” <https://it.vwr.com/store/product/15112484/handheld-digital-microscopes-dino-lite-high-magnification> (accessed Sep. 22, 2022).
- [110] “Microscopi a luce composta | Prodotti | Microsistemi Leica.” <https://www.leica-microsystems.com/products/light-microscopes/> (accessed Sep. 22, 2022).
- [111] “ImagineJ.” <https://imagej.nih.gov/ij/> (accessed Jun. 16, 2022).
- [112] “Come si definisce la durezza? - Teoria della prova di durezza.” <https://www.emcotest.com/it/il-mondo-della-prova-di-durezza/nozioni-sulla-durezza/teoria-della-prova-di-durezza/fondamenti-della-prova-di-durezza-77/come-si-definisce-la-durezza-296/> (accessed Jun. 17, 2022).
- [113] “Test di durezza Vickers.” <https://www.ism.cnr.it/it/tempism/analisi/analisi-meccanica-idrostatica-ed-ageing/test-di-durezza-vickers/test-di-durezza-vickers-2.html> (accessed Sep. 22, 2022).
- [114] H. N. Southworth, “Scanning Electron Microscopy and Microanalysis,” *Physicochem. Methods Miner. Anal.*, pp. 421–450, 1975, doi: 10.1007/978-1-4684-2046-3_11.
- [115] “Microscopia elettronica a scansione a emissione di campo (FESEM) - PhotoMetrics.” <https://photometrics.net/field-emission-scanning-electron-microscopy-fesem/> (accessed Sep. 22, 2022).
- [116] “File:Supra VP (6908585171).jpg - Wikimedia Commons.” [https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Supra_VP_\(6908585171\).jpg](https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Supra_VP_(6908585171).jpg) (accessed Sep. 22, 2022).
- [117] “X-ray diffraction | Measurlabs.” https://measurlabs.com/methods/x-ray-diffraction-xrd/?ppc_keyword=xrdanalysis&gclid=CjwKCAjwpqCZBhAbEiwAa7pXef-keqtpx3neqT4eqjfd

eKaBn-WtMmJ6NOpp8HfAkSD4ftvAvBxoCwHIQAvD_BwE (accessed Sep. 19, 2022).

- [118] “Legge di Bragg - Wikipedia.” https://it.wikipedia.org/wiki/Legge_di_Bragg (accessed Sep. 22, 2022).
- [119] “Tubo in acciaio inossidabile 304, carbonio, saldato, senza saldatura a tre vie Steel Co., Ltd.” https://www.threeway-steel.com/SS304-tube.html?gclid=Cj0KCQjwmdGYBhDRARIsABmSEeMszy_XBqlbfD4mXfTBk6XkOpzqrPve5KYqg2h_YKa97AIO4RetKhAaApMLEALw_wcB (accessed Sep. 04, 2022).
- [120] V. Di, C. Approssimativi, and D. Rockwell, “Valori di conversione approssimativi della durezza e della resistenza,” pp. 3–4.
- [121] S. Ji, W. Yang, F. Gao, D. Watson, and Z. Fan, “Effect of iron on the microstructure and mechanical property of Al-Mg-Si-Mn and Al-Mg-Si diecast alloys,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 564, pp. 130–139, 2013, doi: 10.1016/j.msea.2012.11.095.
- [122] T. E. Quested, “Understanding mechanisms of grain refinement of aluminium alloys by inoculation,” *Mater. Sci. Technol.*, vol. 20, no. 11, pp. 1357–1369, 2004, doi: 10.1179/026708304225022359.
- [123] T. E. Quested and A. L. Greer, “The effect of the size distribution of inoculant particles on as-cast grain size in aluminium alloys,” *Acta Mater.*, vol. 52, no. 13, pp. 3859–3868, 2004, doi: 10.1016/j.actamat.2004.04.035.
- [124] B. Liu, B. Q. Li, and Z. Li, “Selective laser remelting of an additive layer manufacturing process on AlSi10Mg,” *Results Phys.*, vol. 12, no. December, pp. 982–988, 2019, doi: 10.1016/j.rinp.2018.12.018.