

POLITECNICO DI TORINO

Collegio di Ingegneria Chimica e dei Materiali

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

Tesi di Laurea Magistrale

Additive Manufacturing di leghe Al-Si-Mg-Zn



Relatore

firma del relatore (dei relatori)
prof. Matteo Pavese

.....
.....

Candidato

firma del candidato
Matteo Vanzetti

Ottobre 2017



INDICE

1.	Introduzione.....	1
2.	Classificazione processi di AM di metalli.....	3
2.1.	Processo blown powder	3
2.2.	Processo wire-feed	4
2.3.	Laser Beam Melting (LBM) di metalli	4
2.4.	Electron Beam Melting (EBM).....	6
3.	AM di leghe di alluminio.....	9
3.1.	Lega di AlSi10Mg.....	11
3.2.	Leghe di Al 7XXX modificate.....	13
4.	Materiali e metodi.....	17
4.1.	Polveri.....	17
4.1.1.	Polveri di AlSi10Mg.....	17
4.1.2.	Polveri Al7075	18
4.2.	Flowability	19
4.3.	Tap density.....	21
4.4.	Granulometria laser.....	22
4.5.	EOSINT M270 Dual Mode.....	23
4.6.	Produzione dei provini.....	25
4.7.	Misura della densità	28
4.7.1.	Metodo di archimede	28
4.7.2.	Calcolo porosità tramite l'analisi di immagine.....	30
4.8.	Preparazione dei campioni per l'analisi microstrutturale	31
4.8.1.	Taglio della sezione dei campioni inglobamento.....	31
4.8.2.	Lucidatura	32
4.8.3.	Microscopio ottico	33
4.9.	FESEM (Field Emission Scanning Electron Microscope).....	34
4.10.	Diffrazione di raggi X (XRD).....	35
4.11.	Durezza	36
4.12.	TGA-DTA.....	37
4.13.	Invecchiamento	38
4.14.	Prova di trazione	39
5.	Risultati.....	41
5.1.	Caratterizzazione delle polveri	41
5.2.	Caratterizzazione dei campioni.....	46

5.2.1.	Porosità	46
5.2.2.	Analisi microstrutturale	48
5.2.3.	Analisi composizionale.....	52
5.2.4.	Trattamenti termici.....	55
5.2.5.	Proprietà meccaniche	62
5.2.6.	Analisi delle superfici di frattura	64
6.	Conclusioni	71
7.	Bibliografia.....	73
8.	Ringraziamenti.....	77

1. INTRODUZIONE

L'additive manufacturing (AM) è basato sulla formatura additiva di un pezzo layer by layer, cioè il pezzo prende forma aggiungendo materiale strato per strato, al contrario di altri metodi di formatura più convenzionali, che sono basati su una formatura per asportazione di materia.

Le tecnologie AM più importanti utilizzano come materia prima della polvere o un filo, i quali vengono fusi selettivamente da una fonte di calore focalizzata e consolidati nel successivo raffreddamento per formare il pezzo. L'AM ha attirato molta attenzione negli ultimi anni a causa dei suoi innumerevoli vantaggi, come ad esempio la possibilità di creare forme molto complesse. Le tecniche di AM sono conosciute da più di 30 anni ma all'inizio sono state limitate alla fabbricazione rapida di strutture e prototipi porosi. Oggi è diventato possibile produrre in modo affidabile pezzi densi con alcuni processi AM e per un certo numero di materiali come materiali polimerici, ceramici e metallici. Tra i vari materiali metallici si possono trovare l'acciaio, leghe di titanio e di alluminio. Le leghe di alluminio hanno buone proprietà meccaniche accompagnate da una bassa densità, che lo rende ideale ad esempio per l'utilizzo in aeronautica. È proprio in aeronautica che questo tipo di processo potrebbe trovare ampio utilizzo dato il basso numero di pezzi prodotti e dalla loro complessità di forma. La lega più utilizzata in aeronautica è la lega di alluminio Al7075 con trattamento termico T6 che presenta la migliore resistenza a trazione tra le leghe di alluminio. Essa però a causa della sua bassa saldabilità non è una lega adatta ad essere processata tramite AM. In questo lavoro di tesi è stata studiata una modifica alla composizione di questa lega in modo tale da renderla processabile tramite AM. È stato effettuato un primo lavoro di ricerca bibliografica per trovare delle possibili soluzioni al problema della saldabilità della lega Al7075 e ai possibili trattamenti termici da utilizzare per migliorare le proprietà meccaniche della lega. Scelta la composizione della lega da processare sono stati effettuati dei test per ottimizzare i parametri della macchina di AM e successivamente sono stati effettuati test per caratterizzare la microstruttura e le proprietà meccaniche di questa nuova lega. Sono anche stati studiati dei trattamenti termici in modo da ottenere le migliori proprietà meccaniche possibili.

Il seguente lavoro di tesi si divide in un primo capitolo dedicato all'introduzione all'Additive Manufacturing di materiali metallici e alle varie tipologie e classificazioni. Il secondo capitolo descrive le tipologie di leghe di alluminio incentrandosi soprattutto su quelle utilizzate per lo sviluppo di questa tesi e più in generale su quelle utilizzate nell'AM. Il terzo capitolo raccoglie tutte le tecniche, gli strumenti e i materiali utilizzati durante la sperimentazione in laboratorio con la descrizione dei vari procedimenti effettuati. Infine il quarto e il quinto capitolo contengono i risultati delle varie prove e analisi con le relative conclusioni.

2. CLASSIFICAZIONE PROCESSI DI AM DI METALLI

I processi produttivi di AM di metalli possono essere classificati in base alla natura della materia prima, al meccanismo utilizzato per unire gli strati di materiale e al metodo usato per alimentare le macchine. Nell'AM di metalli la materia prima può essere sotto forma di polvere o più raramente di un filo. Essa viene completamente fusa dall'apporto di energia da parte di un laser o di un fascio di elettroni [1]. Per quanto riguarda invece il modo in cui viene fornita la materia prima, le tecnologie più conosciute possono essere classificate in processi powder-bed, blown powder o processi wire-feed [2]. I processi più popolari per AM di metalli sono Laser Beam Melting (LBM), Electron Beam Melting (EBM) e Laser Metal Deposition (LMD). Il processo di LBM è una tecnologia a letto di polvere in cui un fascio laser fonde selettivamente strati di polvere. Questa tecnologia è anche conosciuta come Selective Laser Melting (SLM), Direct Metal Laser Sintering (DMLS), LaserCUSING, Laser Metal Fusion (LMF) o industrial 3D printing. Il processo EBM è un processo powder-bed in cui la fonte di energia utilizzata per fondere lo strato di polvere è un fascio laser. Questo processo è conosciuto con il solo nome di EBM perché, fino ad ora, l'unica azienda che produce questo tipo di macchine è l'Arcam AB. Infine i processi LMD possono utilizzare polvere o fili come materia prima. I sinonimi ampiamente utilizzati per la descrizione del processo LMD sono tra gli altri Direct Metal Deposition (DMD), Laser Engineered Net Shaping (LENS), Directed Energy Deposition (DED), laser cladding or laser deposition welding.

Nonostante la diversa denominazione, i diversi processi AM hanno alla base lo stesso principio: si parte da un modello CAD 3D creato su un computer. Il modello è virtualmente tagliato in strati sottili con uno spessore tipico compreso tra i 20 μm e 1 mm, a seconda del processo AM. Sulla base di questi dati il pezzo vero e proprio viene quindi costruito mediante deposizione ripetuta di singoli strati e fusione locale del materiale da una sorgente di calore [1].

2.1. *Processo blown powder*

Nel processo blown powder, le polveri vengono convogliate attraverso un ugello sulla piattaforma di costruzione. Il principio di funzionamento che sta alla base di questo processo consiste nella fusione della polvere insufflata tramite l'ugello con un fascio laser in movimento. Il laser viene utilizzato come fonte di energia per fondere gli strati di polvere nella forma desiderata. Questi processi possono essere suddivisi in due tipologie principali di sistemi. Nel primo, il pezzo prodotto rimane fermo e l'ugello di deposizione si muove. Al contrario, in una seconda classe di processi, la testa di deposizione rimane fissa e il pezzo di lavoro viene spostato. I vantaggi di questo ultimo tipo di sistemi sono un maggior volume di costruzione, una maggiore velocità di costruzione (fino a 300 cm^3/h) e la possibilità di riparare parti danneggiate.

2.2. Processo wire-feed

Nell' AM wire-feed, come materiale di alimentazione viene utilizzato un filo metallico. A seconda della fonte di energia utilizzata per la deposizione del metallo, il processo wire-feed può essere classificato in tre gruppi: il primo basato sul laser, il secondo basato sulla saldatura ad arco e il terzo basato sui raggi elettronici. Questo processo ha un'efficienza di utilizzo della materia prima che raggiunge il 100%, cioè tutto il materiale metallico utilizzato viene depositato nel componente. Pertanto, è un processo rispettoso dell'ambiente, e poco pericoloso perché gli operatori non sono esposti ad un ambiente polveroso come avviene in un processo powder-bed o blown powder. Questo processo ha una velocità di deposizione molto superiore a $2500 \text{ cm}^3/\text{h}$ ($330 \text{ g}/\text{min}$ per l'acciaio inossidabile) e permette di avere un'alta percentuale di deposizione insieme ad un'elevata risoluzione. È un processo promettente per la produzione di componenti di grandi dimensioni con moderata complessità, come flange o pannelli rigidi. Questo processo riscontra alcune difficoltà nella progettazione del pezzo a causa degli stress residui che portano alla distorsione del componente finale. Questo tipo di processo è anche caratterizzato da una relativamente scarsa precisione causata dall'effetto "stair step" e la scarsa rifinitura superficiale [2].

2.3. Laser Beam Melting (LBM) di metalli

LBM è un processo che appartiene alla tipologia powder-bed, nella quale la polvere metallica viene stesa in strati sottili con uno spessore s compreso tra i $20 \mu\text{m}$ e i $100 \mu\text{m}$ su una superficie di lavoro che ad oggi può partire da una dimensione di $50 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}$ fino a $800 \text{ mm} \times 400 \text{ mm}$. Uno schema di un sistema generico LBM è rappresentato in Figura 2.1.

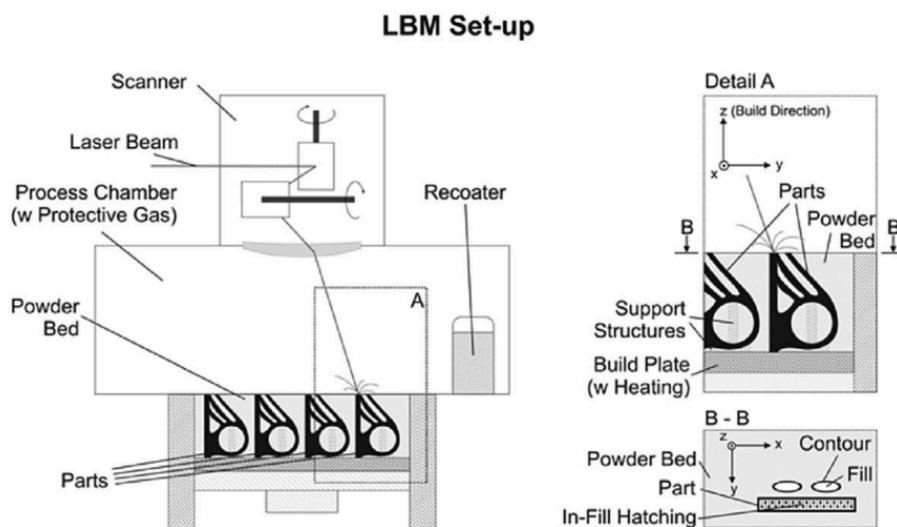


Figura 2.1 Schema di una macchina LBM.[1]

Mentre nella Figura 2.2 vengono illustrati i passaggi per la costruzione del pezzo. La polvere metallica viene alimentata da una tramoggia o fornita da un serbatoio vicini all'area di lavoro. Per la distribuzione uniforme della polvere viene utilizzato un sistema di livellamento o una lama di recupero (recoater, Figura 2.2, Fase I. Deposizione della polvere). Con l'aiuto di uno scanner galvanometrico, un raggio laser con una potenza P compresa tra 20W e 1 kW è diretto con una velocità di scansione v fino a 15 m/s sullo strato di polvere depositato (Figura 2.2, Fase II Esposizione laser). Le sorgenti a raggi laser prevalentemente utilizzati in LBM sono laser a onda continua che emettono radiazioni con una lunghezza d'onda di 1060-1080 nm nel vicino infrarosso. Le dimensioni tipiche del raggio laser nel piano focale sono tra 50 μm e 180 μm , a seconda del sistema di produzione utilizzato. Seguendo la sezione trasversale del pezzo, la polvere metallica è selettivamente esposta al raggio laser nel piano x-y. Superando la temperatura di fusione del materiale, la polvere è completamente fusa (Figura 2.1, B-B). Di solito, la sequenza delle singole tracce di fusione segue un modello, la cosiddetta strategia di scansione, per cui le tracce di fusione si sovrappongono con una certa distanza h_d (hatching distance). Nell'equazione (2.1) viene calcolata la densità volumetrica di energia (VED) la quale fornita allo strato di polvere induce, non solo la fusione del materiale esposto, ma anche quella di aree adiacenti a causa della conduzione del calore.

$$VED = P / (v * h_d * s) \quad (2.1)$$

Esistono metodi numerici 2D e 3D con simulazioni che permettono di predire temperature e campi di deformazione nei vari pezzi e quindi di scegliere i vari parametri da utilizzare nella maniera più opportuna come approfondito nell'articolo di Hussein et al. [3]. Durante la solidificazione della parte fusa, le singole tracce e lo strato sottostante già solidificato sono fusi. Dopo l'esposizione selettiva dello strato di polvere al raggio laser, viene abbassata la piastra di costruzione (Figura 2.2, fase III), viene applicato un altro strato di polvere e viene ripetuto il processo di fusione dello strato di polvere depositato di recente.

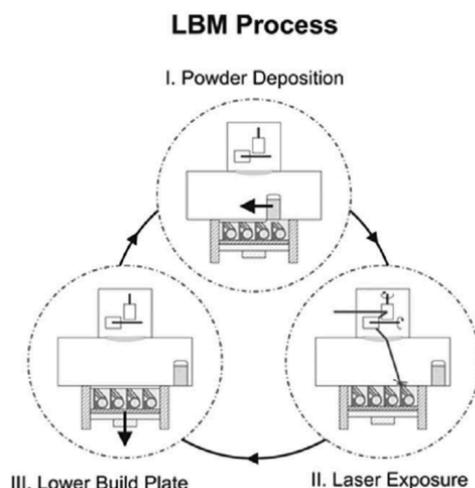


Figura 2.2 Schema dei tre passaggi di processo durante la costruzione dei pezzi [1].

Questi tre passaggi vengono ripetuti finché il pezzo non viene completato. Dopo il completamento, la polvere metallica non fusa può essere setacciata e reintrodotta in un successivo processo LBM. Il pezzo stesso è fissato ad una piastra di costruzione tramite supporti: strutture reticolari necessarie per la dissipazione del calore e il fissaggio della parte nel letto in polvere, in particolare per sostenere le superfici orientate e sovrastanti orizzontalmente. Le strutture di supporto devono essere rimosse in seguito per terminare il pezzo. Oltre alle strutture di supporto, è possibile pre-riscaldare la piastra di costruzione per evitare distorsioni delle parti riducendo i gradienti termici, con conseguente riduzione di sollecitazioni residue che si evolvono durante il processo LBM. Un approfondimento su questo aspetto è stato condotto nell'articolo di Vora et al. dove è stata studiata un'alternativa all'utilizzo di supporti. È stato notato che il pre-riscaldamento serve per mantenere il materiale nell'intervallo di temperatura in cui è attiva la diffusione, e che è la diffusione stessa ad aiutare a ridurre le sollecitazioni [4]. Il processo LBM viene eseguito in una camera di processo chiusa, in un'atmosfera di gas inerte, e viene mantenuta in modo continuo in modo che il contenuto di ossigeno residuo sia inferiore allo 0,1%. L'azoto o l'argon vengono alimentati nella camera per evitare interazioni indesiderate della polvere metallica con il suo ambiente e per proteggere la fusione. Inoltre, i prodotti secondari del processo vengono rimossi dal flusso di gas inerte attorno all'area di lavoro.

2.4. *Electron Beam Melting (EBM)*

Nel processo Electron Beam Melting (EBM) viene creato un letto in polvere simile a quello del processo LBM. La polvere metallica viene alimentata da una tramoggia e distribuita da un rastrello su una piastra di costruzione con una dimensione di solito di 200 mm x 200 mm in direzione x-y, o con un diametro di 350 mm come si può vedere in Figura 2.3.

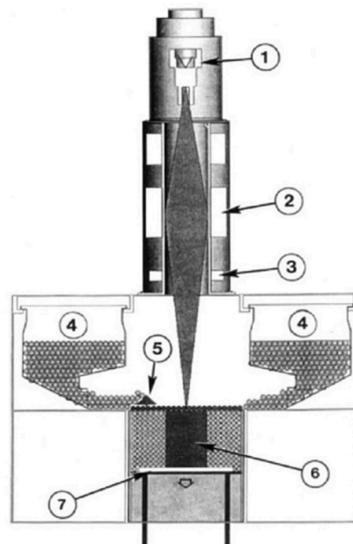


Figura 2.3 Schema di una macchina EBM, 1) cannone elettronico, 2) sistema di lenti, 3) lente deflettente, 4) cassette con materiale di alimentazione, 5) rastrello, 6) componente in costruzione, 7) piastra di costruzione.[1]

Solitamente, lo spessore dello strato di polvere è di 50-200 μm . In questo processo viene utilizzato un fascio di elettroni, al posto di un fascio laser, che funge da fonte di calore per fondere la polvere. Il fascio di elettroni viene generato con un cannone a elettroni (Figura 2.3, parte 1) prima di essere accelerata con una tensione di 60 kV, focalizzata con lenti elettromagnetiche (Figura 2.3, parte 2) e diretta da una bobina di scansione magnetica (Figura 2.3, parte 3) alle posizioni desiderate nel piano xy sulla piastra di costruzione (Figura 2.3, parte 7). La potenza, la messa a fuoco e la velocità di scansione del fascio elettronico sono generalmente determinati rispettivamente dalla scelta della corrente del fascio, della funzione di sfasamento e della velocità. Per prima cosa, il letto di polvere viene pre-riscaldato da un fascio non focalizzato che esegue la scansione dello strato superficiale diverse volte. Utilizzando un'alta corrente fino a 30 mA e una velocità di scansione di circa 10^4 mm/s, si ottengono temperature maggiori di 700°C se utilizzate su polvere di Ti-6Al-4V, mentre per esempio su polvere di Cu è stata riportata una temperatura inferiore a 550°C . Questo porta, non solo al riscaldamento della polvere, ma anche a una parziale sinterizzazione delle particelle. Al fine di garantire la completa fusione della polvere di metallo, la velocità del fascio e la velocità di scansione vengono ridotti rispettivamente a circa 10^2 mm/s e 5-10 mA durante lo svolgersi della scansione per portare a fusione la polvere seguendo un determinato schema. Analogamente al processo LBM, la piastra di base viene abbassata e successivamente la polvere metallica viene distesa nuovamente. Il processo di spargimento di polveri (Figura 2.3, parti 4 e 5), scansione dello strato superiore e abbassamento della lastra di compilazione, viene ripetuto finché il pezzo (Figura 2.3 parte 6) non è terminato. L'atmosfera operativa per il processo EBM è in vuoto con pressione minore di 10^{-2} Pa. Introducendo dell'elio nell'area di lavoro durante il processo di fusione, la pressione all'interno del sistema viene aumentata a circa 1 Pa in modo da evitare la carica elettrica delle particelle di polvere e migliorare la conduzione del calore e il raffreddamento della parte fusa [1].

3. AM DI LEGHE DI ALLUMINIO

Le leghe di alluminio sono di grande interesse per la loro leggerezza e sono usate principalmente nel settore aerospaziale e automobilistico. Esse possono essere lavorate tramite casting o per deformazione plastica e negli ultimi anni si stanno studiando delle composizioni che restituiscano delle buone proprietà anche tramite Additive Manufacturing.

Riuscire a creare strutture in lega di alluminio tramite AM può essere molto importante soprattutto nel campo spaziale in cui il basso numero di pezzi rende questa tecnologia molto competitiva. In Tabella 3 vengono riportate le varie tipologie di leghe di Al per deformazione plastica.

Tabella 3.1 Leghe di alluminio per deformazione plastica

Nomenclatura leghe	Principali elementi in lega
1XXX	Al puro al 99,9%
2XXX	Al-Cu
3XXX	Al-Mn
4XXX	Al-Si
5XXX	Al-Mg
6XXX	Al-Si-Mg
7XXX	Al-Zn
8XXX	Altri (Es: Litio)

Le leghe di Al però, presentano alcuni vincoli tecnologici nel loro utilizzo per AM. Innanzitutto, l'accoppiamento della sorgente di calore con il materiale di alimentazione è impegnativo per i processi AM che usano il laser, ed è stato studiato in vari articoli come ad esempio quello di N. Read et al. [5] e quello di D. Manfredi et al. [6]. Le difficoltà sono date a causa della riflessione ad alto spettro dell'alluminio della lunghezza d'onda più utilizzata del laser (ad esempio Nd: YAG a 1064 nm) e l'elevata conducibilità termica che aumentano notevolmente la potenza necessaria per la fusione. Questa elevata riflessione rende alcune leghe di alluminio più adatte per i processi EBM [7]. In secondo luogo, la veloce ossidazione delle leghe di Al ostacola, aumentando l'energia necessaria, la fusione. Il sottile film di ossido che aderisce alla parte fusa riduce la bagnabilità e quando parte di questo ossido si mescola nei melt pool, viene intrappolato generando

zone che indeboliscono il pezzo. I melt pool sono le “pozze fuse”, ovvero le zone dove il laser passando fonde localmente la polvere che poi solidifica rapidamente. Altro fattore importante per l’ottenimento di pezzo denso è riuscire a spargere uno strato sottile di polvere. La stesura di uno strato sottile di polvere di alluminio risulta molto difficile a causa della sua bassa densità e conseguente bassa scorrevolezza. Di conseguenza, le polveri a base di Al non possono essere distese con molti meccanismi di deposizione di polveri esistenti, nonostante essi siano efficaci per altre polveri metalliche della stessa forma della particella e con la stessa distribuzione di dimensioni [8]. Inoltre, alcune classi di leghe di alluminio non sono saldabili. Le leghe della serie Al-Zn 7XXX, particolarmente importanti per le applicazioni aerospaziali, rientrano in questa categoria. Lo zinco in queste leghe è altamente volatile e crea spruzzi e porosità eccessivi quando vengono saldati. Inoltre, le leghe di alluminio a più alta prestazione si basano sull’indurimento per precipitazione, e proprio questi precipitati possono portare difficoltà relative alla micro e macro segregazione durante il processo di AM. Infine, molte leghe di alluminio contengono aggiunte di elementi con pressioni di vapore molto diverse rispetto alla base di alluminio (ad esempio Mg in leghe di serie 5XXX, Li in leghe di serie 2XXX) questo può causare la vaporizzazione preferenziale di questi elementi e alterare significativamente la stechiometria della lega. Nonostante questi problemi, le materie prime delle leghe di alluminio sono attualmente disponibili in polvere o in filo di saldatura per vari processi AM. Queste materie prime sono generalmente basate su composizioni di leghe di alluminio per colata (ad esempio Al-Si-Mg), in quanto il processo AM è essenzialmente un processo di casting incrementale. Nella tabella 3.2 sono raffigurate le varie tipologie di leghe di Al per colata:

Tabella 3.2 Leghe di alluminio per colata

Nomenclatura leghe	Principali elementi in lega
1XX.X	Al puro al 99,9%
2XX.X	Al-Cu
3XX.X	Al-Si-(Cu/Mg)
4XX.X	Al-Si
5XX.X	Al-Mg
6XX.X	Leghe non utilizzate
7XX.X	Al-Zn
8XX.X	Al-Sn
9XX.X	Altri

Sebbene le leghe di alluminio per colata siano adatte per processi AM presentano minori prestazioni meccaniche rispetto alle leghe di alluminio rinforzate dai precipitati [7].

3.1. Lega di AlSi10Mg

Le leghe di alluminio-silicio sono caratterizzate da buona saldabilità e ottima resistenza alla corrosione. Grazie alla combinazione di buone proprietà meccaniche, di elevata conducibilità di calore e di peso ridotto, le leghe Al-Si hanno trovato grande impiego nell'industria automobilistica, aerospaziale e domestica. La lega AlSi10Mg è una lega da colata che si può indurire per invecchiamento. Questa lega è caratterizzata da una buona fusibilità e saldabilità grazie alla composizione vicina all'eutettico Al-Si come si può vedere nella Figura 3.1 [9].

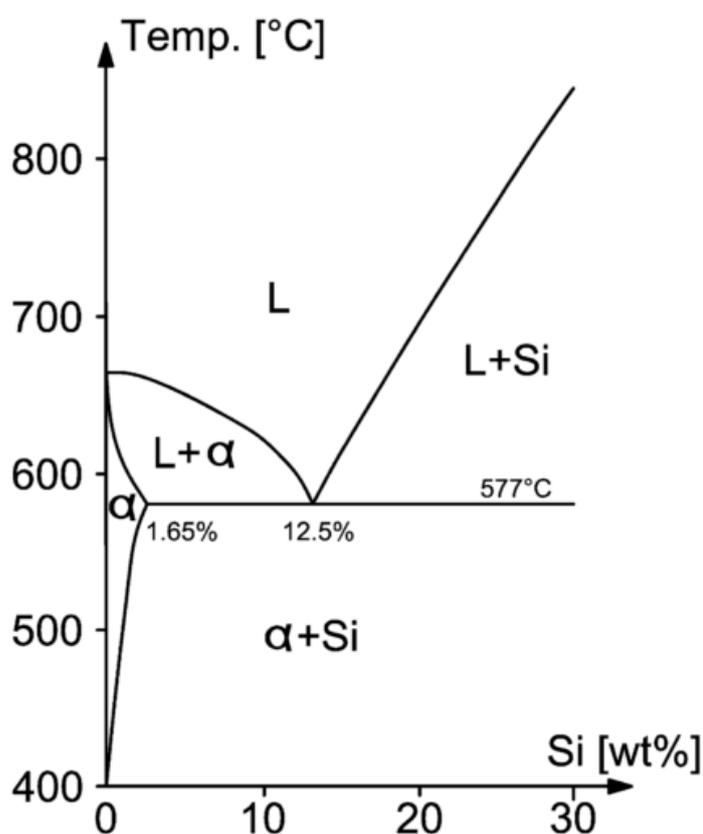


Figura 3.1 Diagramma di fase Al-Si[7]

Questa caratteristica la rende ideale per applicazioni di AM con laser perché rende l'intervallo di solidificazione relativamente piccolo rispetto a quello delle leghe di alluminio ad alta resistenza come la serie 7000. Aggiungere il magnesio alla lega di Al-Si permette la precipitazione di Mg_2Si che rafforza la matrice in maniera significativa senza compromettere le altre proprietà meccaniche. La lega AlSi10Mg contiene tra 0.45 e 0.6% in peso di Mg e può essere indurita attraverso il suddetto meccanismo di precipitazione applicando un trattamento termico specifico[10]. Questo tipo di lega è stata molto studiata

e sono presenti in bibliografia molti articoli che parlano dell'ottimizzazione dei parametri di processo per la produzione di pezzi tramite Selective Laser Melting in modo da riuscire a produrli con la porosità più bassa possibile. Per fare ciò, come si può apprendere dagli articoli di K. Kempen et al. [11][12] e di N. Read et al.[5] sono state modificate la potenza del laser della macchina, la velocità di scansione, l'hatching distance (distanza tra due linee di scansione parallele) e lo spessore degli strati di polvere. Questa lega deve le sue buone proprietà meccaniche alla sua particolare microstruttura. Questa microstruttura si può osservare in Figura 3.2

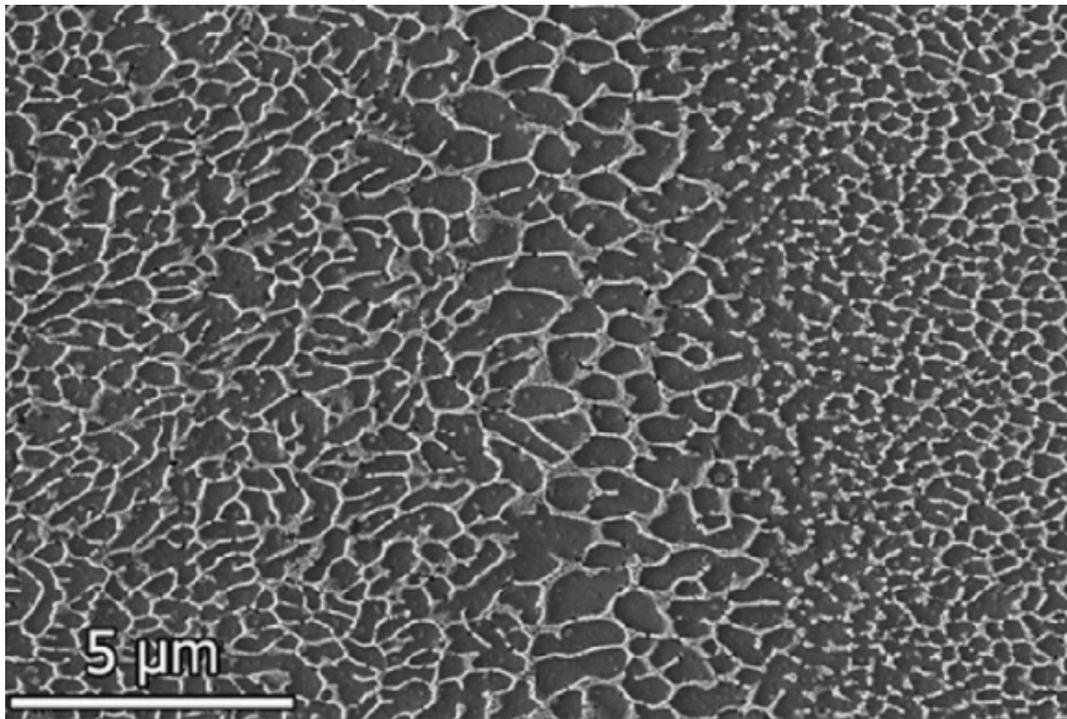


Figura 3.2: Immagine ottenuta tramite elettroni secondari con un SEM di un provino di AlSi10Mg[11]

Essa, come si può notare, è molto fine e composta principalmente da grani colonnari che si possono osservare in Figura 3.3 e che possono arrivare fino a centinaia di μm di lunghezza e fino a circa 20 μm di larghezza.

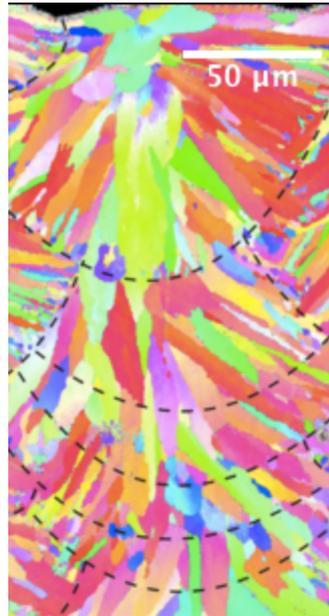
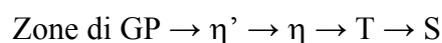


Figura 3.3: Mappa di orientamento EBDS (Electron Backscattered Diffraction spectroscopy) dove si possono osservare i grani colonnari di una lega di AlSi10Mg[13]

I grani contengono una struttura cellulare sulla scala di circa 500 nm, con i bordi delle regioni ricche di Si. I bordi delle celle e di grano sono visibili ma non si distinguono facilmente perché l'eutettico Al-Si è presente in tutti i bordi. Le celle adiacenti hanno orientamenti praticamente identici fino a raggiungere un bordo di grano [11]. Questa particolare microstruttura è dovuta al raffreddamento rapido e quindi alla veloce solidificazione che è una caratteristica importante dei processi di Additive Manufacturing.

3.2. Leghe di Al 7XXX modificate

Le leghe di alluminio serie 7XXX sono costituite da un sistema quaternario Al-Cu-Mg-Zn che le rende una delle leghe più resistenti. La serie 7XXX è costituita da composizioni che possono essere invecchiate naturalmente o tramite trattamenti termici, con la precipitazione di, tra gli altri, Al_2CuMg (fase S), $\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$ (fase T) e MgZn_2 (fase η). La lega con le prestazioni migliori di questa serie è l'Al7075. La sequenza di indurimento di Al7075 avviene come segue:



Si formano prima le zone di GP ricche in Mg e Zn, successivamente si ha la formazione della fase η' metastabile, che in seguito si evolve nella fase stabile η . Con un ulteriore invecchiamento possono formarsi le fasi T ($\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$) e S (Al_2CuMg). Anche se la lega Al7075 presenta eccellenti proprietà meccaniche, la lavorabilità di questa lega è limitata a

causa della bassa saldabilità, che risulta da hot-cracking e stress-corrosion [14]. Il problema principale della Al7075 è il liquation cracking nella zona termicamente alterata (ZTA) durante la saldatura. Le cricche si sviluppano ad alta temperatura nella white zone (WZ), ovvero una zona con precipitati eutettici, fusione ai bordi di grano e grani ricristallizzati. Inoltre si verifica una variazione nella composizione di questa zona (~ 0,4-1 mm), con una diminuzione del contenuto di zinco e un aumento di quello di magnesio.

Un'immagine delle white zone è rappresentata in Figura 3.4 [15].

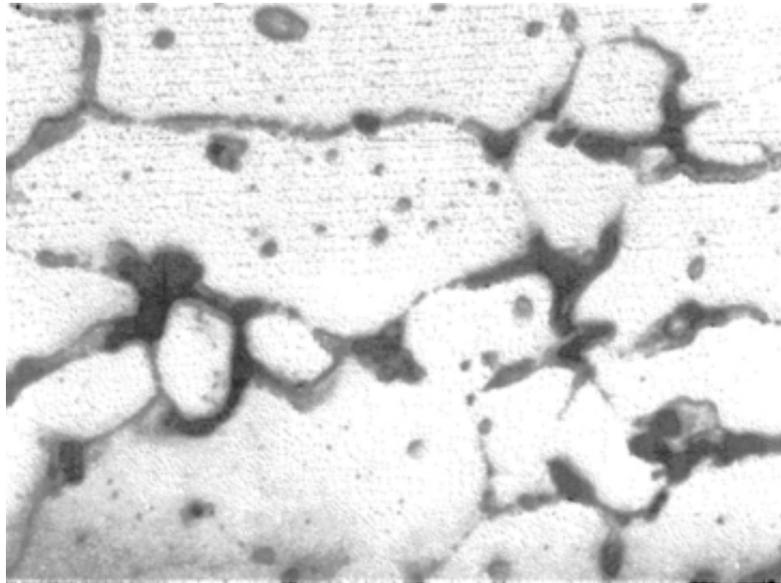


Figura 3.4: White zone x1000 [15]

Le cricche intergranulari microscopiche possono generarsi immediatamente dopo la saldatura o con il passare del tempo. La suscettibilità alla cricatura è legata alla presenza e alla persistenza di film liquidi ai bordi di grano e all'incapacità di questi film di eliminare gli stress termici e/o meccanici riscontrati durante il raffreddamento. Quindi, è chiaro che, sia il fatto che la composizione sia particolarmente suscettibile alla formazione di cricche, sia la presenza di un livello critico di stress residui sono necessari per creare danni [16]. Questo fenomeno è molto importante da comprendere, perché i processi di AM sono paragonabili, per velocità di fusione e solidificazione e dimensioni della zona interessata, ad una saldatura. Per ovviare a questi problemi sono state fatte numerose ricerche. Nell'articolo di Kaufmann et al. si è iniziato ad investigare su possibili soluzioni alla formazione di queste cricche, iniziando a studiare la forma, la distribuzione della grandezza della polvere utilizzata come materia prima. Pur riuscendo ad avere un'alta densità (superiore al 99% della densità teorica) non si è riuscito ad eliminare il liquation cracking [17]. Una possibile soluzione risiede, come si vede nelle leghe di alluminio per colata, nell'aggiungere del silicio all'alluminio per migliorarne la lavorabilità. Il silicio diminuisce la temperatura e l'intervallo di solidificazione attraverso la formazione di un eutettico migliorando la fluidità e riducendo l'espansione termica. In lavori precedenti del gruppo di ricerca è stato dimostrato che appunto l'alluminio si cricca per il liquation cracking come si può osservare nella Figura 3.5.

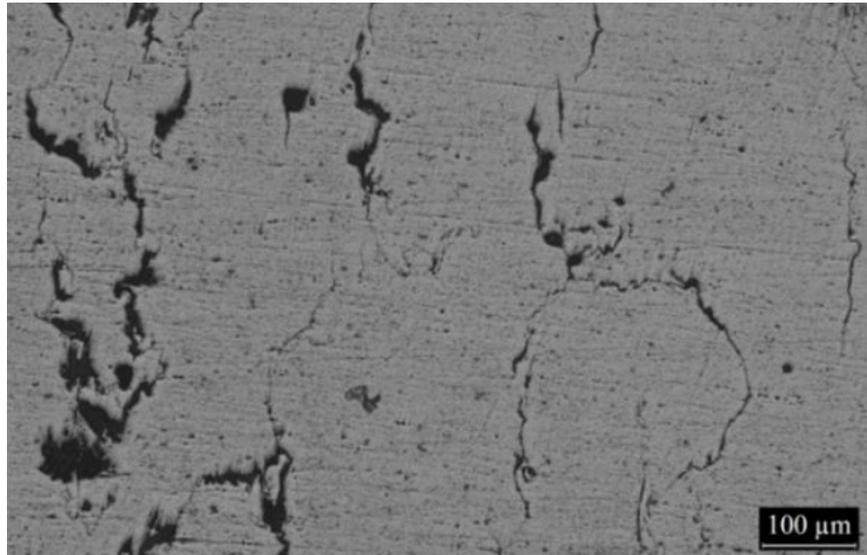


Figura 3.5: Micrografie della lega Al7075 processata tramite SLM che presenta cricche

Successivamente è stato modificato il range di solidificazione della lega aggiungendo del Silicio che ne modifica anche la scorrevolezza della lega, migliorandola. Si trova conferma di ciò anche nell'articolo di M. Montero Sistiaga et al. dove viene dimostrato che l'aggiunta di quantità crescenti di Si alla polvere di 7075 riduce significativamente ed a volte riesce ad eliminare le cricche che si formano durante il processo LBM [14].

4. MATERIALI E METODI

4.1. Polveri

4.1.1. Polveri di AlSi10Mg

Sono state utilizzate polveri della lega AlSi10Mg prodotte dall'azienda EOS GmbH. Esse, sono state fornite sotto forma di polvere fine, specialmente ottimizzata per la lavorazione su sistemi EOSINT. La composizione fornita dal produttore è riportata nella tabella 4.1.

Tabella 4.1: composizione della polvere della lega AlSi10Mg EOS [18]

	%wt
Al	restante
Si	9.0-11.0
Fe	≤ 0.55
Cu	≤ 0.05
Mn	≤ 0.45
Mg	0.2 – 0.45
Ni	≤ 0.05
Zn	≤ 0.10
Pb	≤ 0.05
Sn	≤ 0.05
Ti	≤ 0.15

Sono state analizzate tramite l'utilizzo di un microscopio FESEM (Field Emission Scanning Electron Microscope) per determinarne la forma e le dimensioni. Come si può vedere dalla Figura 4.1 esse presentano una forma sferica regolare e presentano dei satelliti, che non sono altro che delle particelle più piccole che si sono attaccate a quelle più grandi durante il processo di solidificazione.

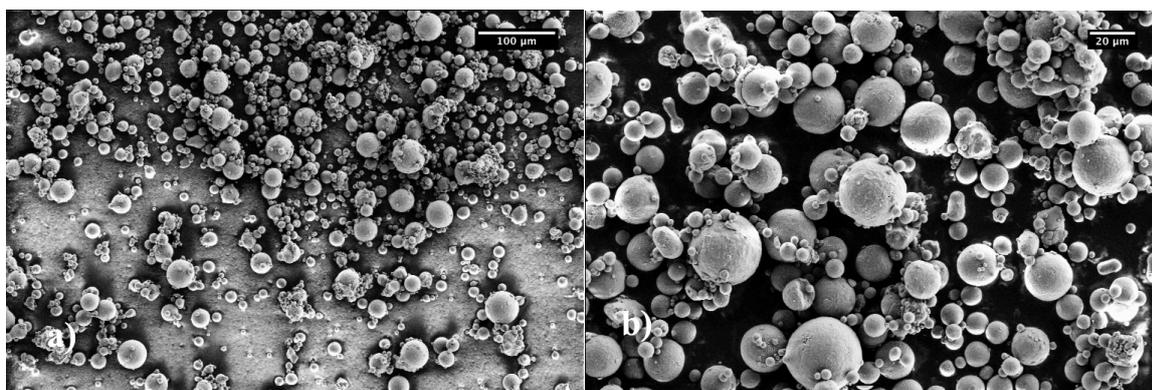


Figura 4.1: immagini FESEM delle polveri di AlSi10Mg EOS a) 500x e b) 1500x

4.1.2. Polveri Al7075

Sono stati utilizzate polveri della lega Al7075 prodotte dall'azienda LPW Technology Ltd. La composizione fornita dal produttore è riportata nella tabella 4.2

Tabella 4.2: composizione della polvere della lega Al7075 LPW Technology Ltd [19]

elemento	%wt
Al	restante
Cr	0.18 – 0.25
Cu	1.2 – 2.0
Fe	≤ 0.50
Mg	2.1 – 2.9
Mn	≤ 0.30
Si	≤ 0.40
Ti	≤ 0.2
Zn	5.1 – 6.1

Come per le polveri di AlSi10Mg, anche le polveri di Al7075, sono state analizzate tramite l'utilizzo di un microscopio FESEM per determinarne la forma e le dimensioni. Come si può vedere dalla Figura 4.2 queste polveri presentano una forma allungata e irregolare, ma anche esse presentano dei satelliti.

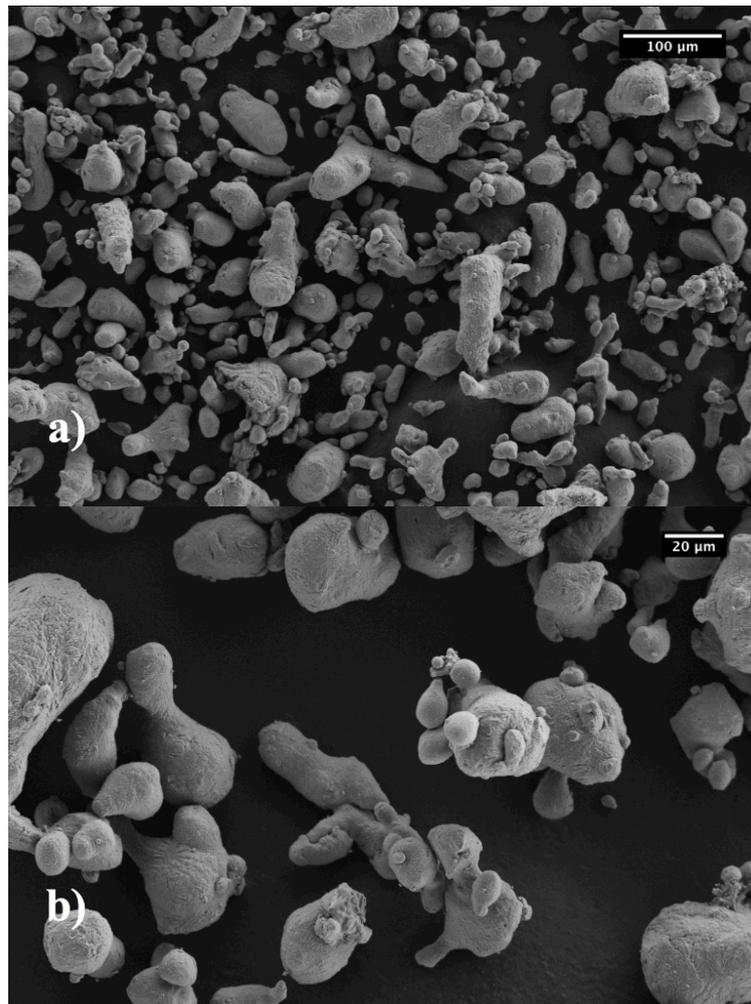


Figura 4.2: immagini FESEM delle polveri di Al7075 LPW a) 500x e b) 1500x

4.2. Flowability

La flowability, è l'abilità di scorrere, e per una polvere è l'abilità di scorrere in funzione dell'attrito interparticellare. Esso dipende dall'area e dalla rugosità superficiale, dalla forma e dalle proprietà chimiche della superficie. Se l'attrito interparticellare aumenta, lo scorrimento è più lento e per questo polveri fini potrebbero anche non riuscire a scorrere. Questo aspetto nell' Additive Manufacturing è molto importante perché, come nei processi che utilizzano la tipologia powder-bed, la scorrevolezza della polvere è fondamentale nella stesura di ogni strato. Quindi è possibile migliorare la scorrevolezza della polvere modificando la granulometria, la forma delle particelle, e il contenuto interno di umidità.

Per misurare la scorrevolezza il metodo più utilizzato è quello che prevede l'utilizzo di un flussometro a imbuto Hall. Nella Figura 4.3 è rappresentato lo schema di una prova di flowability con un flussometro appena citato.

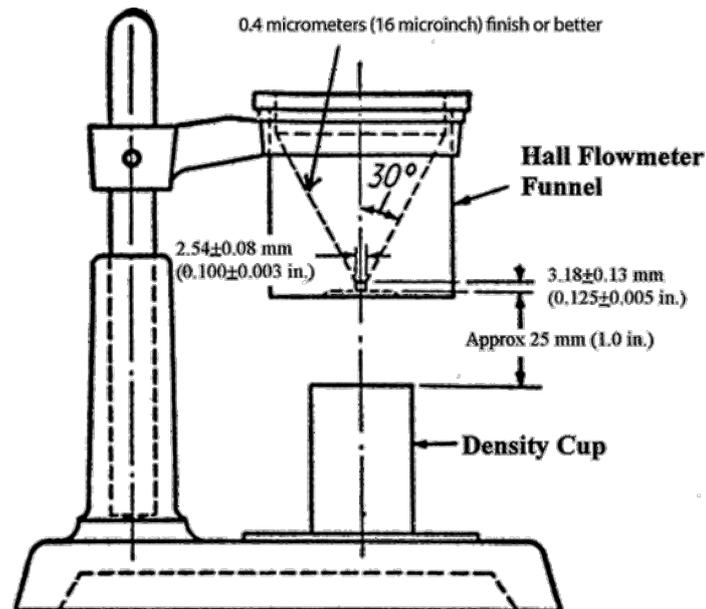


Figura 4.3: Schema di un test di flowability con il flussometro a imbuto Hall [20]

La procedura è stata eseguita seguendo lo standard della norma ASTM B213-13. Questa procedura restituisce un valore in s/50g che esprime il tempo necessario per far scorrere 50 g di polvere, soggetta alla forza di gravità, attraverso un flussometro a imbuto Hall. La procedura è stata eseguita come segue:

- 1) Sono stati pesati 50 g di polvere dentro un contenitore
- 2) È stata inserita la massa di polvere all'interno dell'imbuto tappando il buco con un dito asciutto in modo tale da non far scorrere la polvere
- 3) È stato posto un contenitore al di sotto dell'imbuto in modo da raccogliere la polvere scesa
- 4) È stato fatto partire un cronometro nello stesso identico istante in cui è stato rimosso il dito
- 5) È stato fermato il cronometro nel momento esatto in cui l'ultima parte della polvere è uscita dal buco dell'imbuto

Durante la procedura è stato possibile battere una sola volta l'imbuto per far sì che la polvere iniziasse a scendere.

4.3. Tap density

La tap density è la densità di impacchettamento che hanno le polveri, cioè è la proprietà delle polveri che esprime la capacità di una polvere di impacchettarsi, dopo essere stata battuta meccanicamente.

Per calcolarla è stato effettuato un test che è stato eseguito seguendo il metodo standard ASTM B527-15. La procedura è la seguente:

- 1) È stato preso un cilindro avente volume pari a 25 cm³
- 2) È stato pulito con alcol in modo tale da non avere residui di polveri usate precedentemente
- 3) Il cilindro è stato riempito fino all'orlo di polvere, ed è stata eliminata quella in eccesso
- 4) È stato pesato il cilindro insieme alla polvere con una bilancia, dalla massa totale poi è stata sottratta la massa del cilindro misurata precedentemente in modo da ricavare la massa della polvere
- 5) È stato battuto meccanicamente il sistema, in modo da compattare la polvere
- 6) È stata aggiunta altra polvere in modo tale da riempire il cilindro fino all'orlo e sono stati ripetuti questi passaggi fino a quando la polvere, dopo esser stata battuta meccanicamente, non si è più compattata

Questo procedimento è stato effettuato tre volte per tutte e quattro le miscele di polveri, sia eseguendo un'essiccazione prima del test, sia senza essiccazione.

Successivamente è stato calcolato il valore di tap density (TD o ρ_{tapped}) e bulk density (BD o ρ_{bulk}) rispettivamente con le equazioni (4.1) e (4.2):

$$TD = \rho_{tapped} = \frac{M_{tapped}}{V} \quad (4.1)$$

$$BD = \rho_{bulk} = \frac{M_{bulk}}{V} \quad (4.2)$$

dove M_{tapped} e M_{bulk} sono rispettivamente le medie dei valori delle masse finali e iniziali ottenuti nelle 3 misurazioni di ogni miscela e V è il volume del cilindro.

Successivamente sono stati calcolati due parametri che, se confrontati con i valori della Figura 4.4, danno un'idea della scorrevolezza delle polveri. Questi due parametri sono L'Hausner Ratio (HR) e il Compressibility Index (CI) e si calcolano rispettivamente con le equazioni (4.3) e (4.4):

$$HR = \frac{\rho_{tapped}}{\rho_{bulk}} \quad (4.3)$$

$$CI = 100 * \left(\frac{\rho_{tapped} - \rho_{bulk}}{\rho_{tapped}} \right) \quad (4.4)$$

Compressibility index (per cent)	Flow Character	Hausner Ratio
1-10	Excellent	1.00-1.11
11-15	Good	1.12-1.18
16-20	Fair	1.19-1.25
21-25	Passable	1.26-1.34
26-31	Poor	1.35-1.45
32-37	Very poor	1.46-1.59
> 38	Very, very poor	> 1.60

Figura 4.4: Intervallo di valori di CI e HR per la determinazione del grado di scorrevolezza[21]

4.4. Granulometria laser

È stato utilizzata la granulometria laser per calcolare la distribuzione delle dimensioni delle varie particelle di polvere. Il test è stato eseguito con lo strumento Fritsch Analysette 22 Compact che è raffigurato in Figura 4.5.



Figura 4.5: Fritsch Analysette 22 Compact [22]

Il principio alla base della granulometria laser è la diffrazione di un fascio laser. Esso, dopo aver illuminato le particelle di polvere, viene diffuso con un angolo che dipende dalla dimensione di queste particelle. Anche l'intensità di scattering dipende dalle

dimensioni delle particelle, più sono grandi le particelle maggiore sarà l'intensità del fascio. Quindi per particelle piccole avremo alti angoli e bassa intensità, mentre per particelle grandi avremo angoli stretti ed alta intensità. Un tipico sistema è strutturato così:

- 1) Laser
- 2) Un sistema di supporto del materiale
- 3) Una serie di rilevatori

Uno schema è rappresentato in Figura 4.6

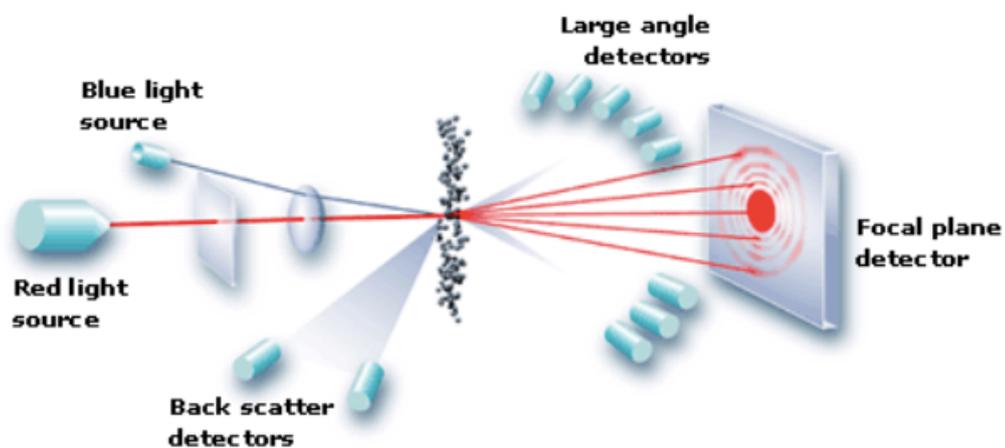


Figura 4.6: Schema generico granulometria laser[23]

4.5. EOSINT M270 Dual Mode

La produzione dei provini è stata effettuata utilizzando la macchina EOSINT M270 Dual Mode che è rappresentata in Figura 4.7



Figura 4.7: EOSINT M270 Dual Mode [24]

La EOSINT M270 è un sistema DMLS, e può processare un'ampia varietà di materiali come leghe leggere, acciai, superleghe e compositi. Il suo laser in fibra di Yb+, con una potenza che può arrivare fino a 200 W, offre alte prestazioni e un'affidabilità che dura nel tempo. I provini vengono prodotti nella camera di processo, dove avviene la fusione delle polveri metalliche per mezzo del raggio laser. Il raggio laser passa sulle polveri e scansiona l'area da fondere, la strategia di scansione di questa macchina prevede una rotazione di 67° nella direzione di scansione per cercare di ottenere una maggior isotropia della struttura. La camera di processo è sigillata ed è mantenuta in atmosfera inerte insufflando argon, in modo da evitare l'ossidazione delle polveri e prevenendo l'innescio di reazioni chimiche indesiderate al passaggio del fascio laser. Nella tabella 4.3 sono elencate le specifiche tecniche di questa macchina.

Per cercare di avere pezzi conformi alle richieste è possibile variare alcuni parametri della macchina. I parametri variati in questo lavoro di tesi sono:

- 1) *Potenza del laser P*: quantità di energia emessa per secondo dal laser e come gli altri parametri va ad influire sui possibili difetti che si ritrovano alla fine della produzione del pezzo.
- 2) *Velocità di scansione v*: velocità di passaggio del laser sul letto di polvere
- 3) *Hatching distance h_d*: distanza tra una linea di scansione e la sua vicina

Essi sono messi in relazione dall'equazione (4.5) che ci permette di ricavare la densità volumetrica di energia (*VED*)

$$VED = P / (v * h_d * s) \quad (4.5)$$

dove *s* è lo spessore dello strato di polvere che è stato mantenuto costante a 30 μm

Tabella 4.3: Specifiche tecniche EOSINT M270 Dual Mode [24]

Volume effettivo della camera di lavoro (inclusa la piattaforma di costruzione)	250x250x215 mm
Spessore dello strato (funzione del materiale)	20-100 μm
Velocità di costruzione (funzione del materiale)	2-20 mm^3/s
Tipo di laser	Yb- fiber laser, 200 W
Ottica di precisione	F-theta-lens, high-speed scanner
Velocità di scansione	Fino a 7 m/s
Diametro di focus	100-500 μm
Potenza consumata	Massimo 5,5 kW

4.6. Produzione dei provini

Una volta finita la caratterizzazione delle polveri si è passati alla produzione dei provini. Per la produzione dei provini sono state usate 2 miscele differenti delle due polveri di AlSi10Mg e Al7075.

La preparazione dei provini di Al7075 e di una lega ottenuta da una miscela di polvere contenente 25% in peso di AlSi10mg e 75% in peso di Al7075 sono stati ottenuti in lavori precedenti dallo stesso gruppo di ricerca. Il presente lavoro di tesi riguarda la preparazione e la caratterizzazione di campioni con una miscela di polvere contenente il 50% in peso di AlSi10mg e il 50 % di Al7075. Tutte le miscele di polveri descritte sono state preparate come segue:

innanzitutto sono state preparate 3 giare contenenti 1,5 kg di miscela di polveri ciascuna per un totale di 4,5 kg. Questo è il quantitativo necessario di polvere per riuscire a produrre campioni con un'altezza di circa 10 mm con il macchinario di Additive Manufacturing EOSINT M270 Dual Mode. Successivamente le tre giare sono state chiuse con chiusura ermetica e sono state fatte ruotare su un giragiere a rulli per circa 12 ore in modo da ottenere una completa miscelazione delle polveri. La composizione di questa miscela di polveri è riportata in tabella 4.4.

Tabella 4.4: Composizione miscela AlSi10Mg 50% e Al7075 50%

elemento	wt%
Al	Rimanente
Si	4.5 – 5.7
Fe	<0.5
Cu	0.6 – 1
Mn	< 0.38
Mg	1.15 – 1.7
Cr	0.1 – 0.15
Zn	2.5 – 3.2
Ti	< 0.15

Una volta ottenuta la miscela di polvere desiderata si è passati alla produzione dei campioni vera e propria. Si è eseguita un'operazione di setacciatura della polvere appena miscelata con un setaccio da 63 μm e successivamente con essa si è riempito il serbatoio della macchina sopraccitata per Additive Manufacturing. Il passo successivo è stato impostare lo spessore s dei singoli strati a 30 μm , il quale non è mai stato cambiato, e impostare il pre-riscaldamento della piattaforma di costruzione a 100 °C. Per quanto riguarda invece gli altri parametri è stato necessario effettuare due job. Per ogni job è stato effettuato quello che è stato fino a qui descritto, il primo è servito per determinare i parametri P , v e h_d in modo tale da ottenere la porosità più bassa possibile (i vari parametri usati sono riportati in tabella 4.5)

Tabella 4.5: Parametri usati nel job 1

Numero	P [W]	V [mm/s]	h_d [mm]	VED[J/mm³]
1	195	800	0.17	47.79
2	195	800	0.15	54.17
3	195	600	0.17	63.73
4	195	600	0.15	72.22
5	195	400	0.17	95.59
6	180	800	0.15	50.00
7	180	600	0.17	58.82
8	180	600	0.15	66.67
2 bis	195	800	0.15	54.17
4 bis	195	600	0.15	72.22
6 bis	180	800	0.15	50.00
7 bis	180	600	0.17	58.82
8 bis	180	600	0.15	66.67

e per fare ciò sono stati prodotti 13 provini cubici.

Il secondo job è stato effettuato con i parametri migliori ricavati dal primo job e sono stati prodotti 11 provini cubici su cui poi sono state fatte varie tipologie di trattamento termico, 12 provini per prove a trazione, i quali sono stati sotto posti a 3 trattamenti termici in base ai risultati ottenuti dai cubetti, e 2 provini per analisi pin on disc che si possono vedere in Figura 4.8.

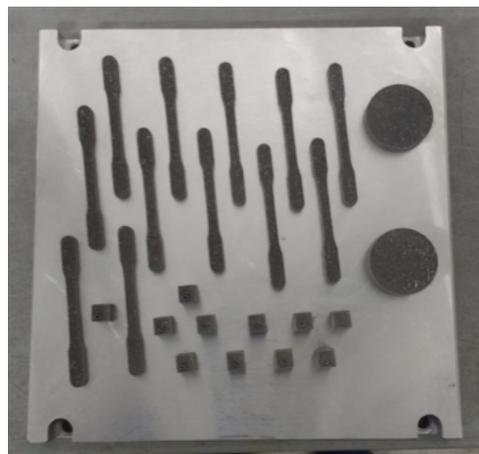


Figura 4.8: Provini job 2

4.7. Misura della densità

4.7.1. Metodo di archimede

È stato utilizzato questo metodo perché permette di misurare la densità apparente di un provino e la sua porosità interna utilizzando una bilancia Orma model BC, la cui sensibilità è di 0.001 g, con un sistema dedicato per effettuare questo tipo di misurazione. Il sistema e la bilancia sono mostrati in Figura 4.9.



Figura 4.9: Bilancia Orma model BC con relativo sistema per il metodo Archimede

Questo metodo è basato sul principio di Archimede che sfrutta per il calcolo della densità la forza dal basso verso l'alto, generata in questo caso dall'acqua distillata, subito da un corpo immerso in fluido.

Sono state effettuate tre pesate a secco e in aria ricavando il valore della massa in aria (m_A), successivamente sono state effettuate tre pesate in acqua distillata ricavando il valore della massa nel fluido (m_f), infine sono state effettuate tre pesate asciugando leggermente il provino in aria ricavando il valore della massa asciugata (m_D). Si può osservare uno schema della misurazione in aria e nel fluido nella Figura 4.10.

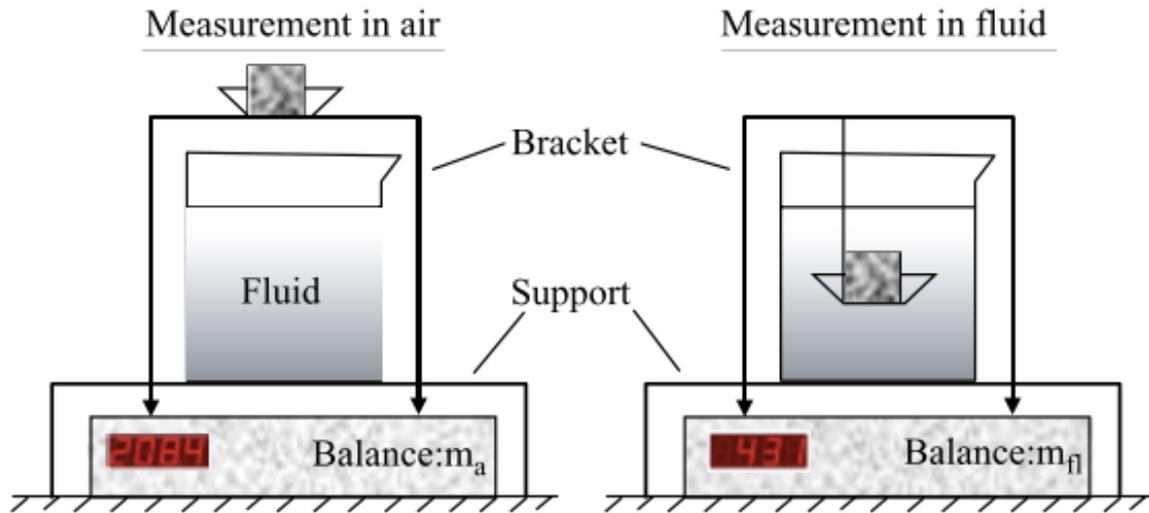


Figura 4.10: schema della misurazione in aria e nel fluido [25]

Tutti questi passaggi sono stati fatti per ogni provino, dopodiché sono state calcolati i valori medi di ogni massa e usando l'equazione (4.6) è stato possibile calcolare il valore della densità del provino (ρ_P).

$$\rho_P = \frac{m_A}{m_A - m_{fl}} * \rho_L \quad (4.6)$$

dove ρ_L è la densità dell'acqua che è stata assunta con un valore pari a 1 g/cm^3 .

Successivamente supponendo che la densità teorica (ρ_{Al}) dell'alluminio fosse $2,7 \text{ g/cm}^3$ è stato possibile calcolare la densità geometrica (ρ_G) con l'equazione (4.7)

$$\rho_G = \frac{m_A}{m_D - m_{fl}} * \rho_{Al} \quad (4.7)$$

e avendo calcolato la densità geometrica è stato possibile calcolare la percentuale di porosità aperte (P_A) e chiuse (P_C) e totale (P_T) rispettivamente tramite le equazioni (4.8), (4.9) e (4.10)

$$P_A = \frac{\rho_P - \rho_G}{\rho_P} * 100 \quad (4.8)$$

$$P_C = \rho_G * \left[\frac{1}{\rho_P} - \frac{1}{\rho_L} \right] * 100 \quad (4.9)$$

$$P_T = P_A + P_C \quad (4.10)$$

4.7.2. Calcolo porosità tramite l'analisi di immagine

Un altro metodo che è stato utilizzato per calcolare la porosità dei provini è quello tramite l'analisi di immagine.

Una volta acquisite le immagini dei campioni con un microscopio ottico, sono state elaborate con il software di elaborazione di immagini ImageJ, andando ad aumentare il contrasto delle immagini per differenziare meglio i pori (parte scura) dalla lega (parte chiara). Il software permette di selezionare una gamma cromatica, in questo caso è stata selezionata la gamma più scura, e di ricavare la percentuale di superficie occupata dalla nostra selezione rispetto alla superficie totale.

Questo metodo è abbastanza indicativo perché la porzione di provino analizzata è piccola, dipende dall'ingrandimento e dalla direzione in cui è stato tagliato il provino. Per avere un risultato più omogeneo è stato effettuato il calcolo della porosità su più zone dello stesso provino e con diversi ingrandimenti.

Un esempio di analisi dell'immagine è riportato nella Figura 4.11

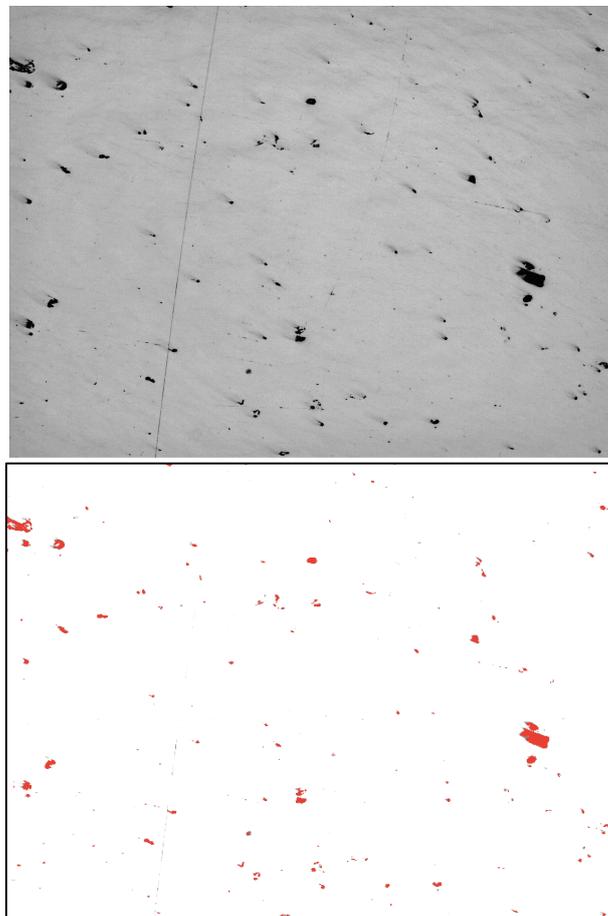


Figura 4.11: Immagine acquisita da microscopio ottico senza elaborazione grafica (sopra) e con elaborazione grafica (sotto)

4.8. Preparazione dei campioni per l'analisi microstrutturale

4.8.1. Taglio della sezione dei campioni in inglobamento

Per tagliare i campioni è stata adoperata una troncatrice IsoMet 4000 della Buehler che si può osservare in Figura 4.12, utilizzando una lama in cermet.



Figura 4.12: Troncatrice IsoMet 4000 della Buehler[26]

I campioni sono stati tagliati per la preparazione dei campioni da inserire nella macchina della TGA-DTA, per la preparazione per le prove di durezza e per la preparazione per le analisi al microscopio. Per riuscire a lucidarli meglio, successivamente al taglio, è stato necessario inglobarli all'interno di una resina. La resina che è stata utilizzata è una resina acrilica con indurimento a freddo che è presente nel ClaroCit Kit prodotto dal marchio Struers. Questo kit è costituito da una polvere e da un agente indurente liquido che vanno mischiati in proporzione 6:10 rispetto alla polvere. La preparazione della resina è consistita nel miscelare la quantità di polvere e di liquido pesate con l'utilizzo della bilancia, nelle giuste proporzioni, all'interno di un becher per circa un minuto. Successivamente è stato inserito il campione da inglobare in uno stampo e gli è stata colata la resina sopra in modo che lo coprisse tutto. Tutto il sistema è stato lasciato indurire sotto cappa per circa 20 minuti.

4.8.2. Lucidatura

La lucidatura è stata effettuata a mano utilizzando la lucidatrice Mecatech 234 che è possibile vedere in Figura 4.13.



Figura 4.13: Lucidatrice Mecatech 234 [27]

L'operazione di lucidatura è stata effettuata sui campioni, precedentemente tagliati con la troncattrice, prima delle prove di durezza e prima dell'osservazione al microscopio ottico. La lucidatura effettuata prima delle prove di durezza, è stata effettuata utilizzando una carta con grana 500, mirata a rendere le due superfici, superiore e inferiore, parallele come richiesto da tali prove. Invece la lucidatura a specchio dei provini per l'osservazione al microscopio ottico è stata eseguita come segue:

- 1) È stata effettuata una prima lucidatura con una carta con grana 800.
- 2) Si è effettuata una pulizia della macchina per togliere eventuali particelle residue che avrebbero potuto rigare il provino durante le lucidature successive (operazione che è stata effettuata dopo ogni lucidatura).
- 3) Sono state effettuate varie lucidature con carta con grana sempre più fine 1000, 2400 e 4000.
- 4) Dopo le carte sono stati utilizzati dei panni con delle soluzioni colloidali con particelle da 6, 3, 1 μm che permettono di ottenere una lucidatura specchio

- 5) Infine, i campioni appena lucidati, sono stati lavati con acqua e asciugati con aria compressa

Per alcuni campioni, successivamente alla lucidatura, sono stati effettuati degli attacchi chimici per far risaltare meglio la loro struttura. Gli attacchi chimici sono stati effettuati utilizzando una soluzione di acido fluoridrico, acido cloridrico e acido nitrico che ha il nome di soluzione Keller e una soluzione composta da bifluoruro di ammonio e acido cloridrico chiamata soluzione di Weck. I campioni sono stati immersi direttamente nelle soluzioni a temperatura ambiente per 10 secondi. Successivamente sono stati lavati con acqua e asciugati con aria compressa.

4.8.3. Microscopio ottico

Successivamente alla lucidatura, si sono osservati i campioni utilizzando un microscopio ottico metallografico rovesciato LEICA DMI 5000M, che si può osservare in Figura 4.14.



Figura 4.14: microscopio ottico metallografico rovesciato LEICA DMI 5000M [28]

Il microscopio è stato usato per analizzare le polveri, la microstruttura dei vari campioni, le superfici di frattura e acquisire le immagini per lo studio delle porosità sopra descritto.

4.9. FESEM (Field Emission Scanning Electron Microscope)

Le analisi al microscopio FESEM sono state effettuate con la macchina Zeiss Supra 40 che è possibile osservare in Figura 4.15



Figura 4.15: FESEM Zeiss Supra 40

Il microscopio FESEM è uno strumento che permette di analizzare i segnali prodotti dall'iterazione di un fascio incidente di elettroni con la superficie del campione che si vuole analizzare. I segnali che vengono generalmente analizzati sono 3:

- 1) *Gli elettroni secondari:* vengono utilizzati per un'analisi morfologica e topografica dei campioni. Essi sono degli elettroni a bassa energia (al massimo qualche decina di eV) che vengono estratti dalla zona più in superficie del campione. Essi permettono di avere un'immagine morfologica del campione, perché il numero di elettroni estratti dipende dalla rugosità superficiale, e l'immagine viene prodotta da un'analisi quantitativa della loro estrazione in ogni punto della superficie.
- 2) *Gli elettroni retrodiffusi:* vengono utilizzati per un'analisi morfologica composizionale dei campioni. Essi sono elettroni ad alta energia (da 50 eV all'energia degli elettroni del fascio) che vengono estratti da una sottile zona della superficie che può arrivare fino ad una profondità di pochi μm . Essi riescono a fornire informazioni sul numero atomico medio del volume analizzato perché la sezione d'urto dipende dal numero atomico del nucleo eccitato.
- 3) *Raggi X:* vengono utilizzati per effettuare un'analisi chimica quantitativa, qualitativa e non distruttiva del campione. Esso è possibile perché tramite un rilevatore EDS (Electron Dispersive Spectroscopy) si riesce a misurare l'energia e la distribuzione delle intensità de raggi X generati dal fascio elettronico.

Il FESEM è stato utilizzato perché permette di arrivare ad elevati ingrandimenti e possiede un'alta risoluzione e una larga ampiezza del fuoco. Le analisi al microscopio FESEM sono state effettuate per determinare la forma e le dimensioni delle polveri, la composizione effettiva delle miscele di polveri, la microstruttura dei vari campioni e le superfici di frattura dopo le prove di trazione.

4.10. Diffrazione di raggi X (XRD)

L'analisi XRD sono state effettuate con la macchina per la diffrazione di raggi X Panalytical Xpert che si può osservare in Figura 4.16.



Figura 4.16: macchina per la diffrazione di raggi X Panalytical Xpert [29]

L'analisi è una tecnica di caratterizzazione non distruttiva che permette di ottenere informazioni sulla struttura cristallina dei solidi. È utilizzata principalmente per identificare le fasi cristalline, i parametri di cella e l'orientazione dei vari cristalli.

I dati che si rilevano dagli esperimenti di diffrazione corrispondono a piani reticolari. I cristalli sono costituiti da piani atomici, i quali sono separati da una distanza caratteristica che viene chiamata distanza interplanare d . Per identificare un determinato piano vengono utilizzati gli indici di Miller (hkl), che non sono altro che le intercette del piano con gli assi x, y, z di un sistema di riferimento ortogonale orientato in modo solidale con gli spigoli della cella elementare. Le distanze interplanari tra i piani paralleli (hkl) vengono indicate con d_{hkl} .

La diffrazione di raggi X si osserva quando i raggi X entrano nel solido cristallino e interagiscono con il reticolo cristallino. In base all'angolo di incidenza dei raggi X e del campione si possono avere raggi diffratti di intensità diverse: si può avere interferenza costruttiva (alta intensità), quando la distanza percorsa tra due successivi piani atomici è uguale ad un multiplo intero della lunghezza d'onda del raggio incidente; o interferenza distruttiva. La legge di Bragg, rappresentata dall'equazione (4.11), ci permette di calcolare la condizione di interferenza costruttiva per i piani con distanza interplanare d_{hkl} .

$$n\lambda = 2d_{hkl} * \sin(\vartheta_{hkl}) \quad (4.11)$$

dove λ è la lunghezza d'onda della radiazione incidente, θ_{hkl} è l'angolo di incidenza del fascio di raggi X rispetto ai piani cristallini di interesse. Mentre l'angolo di diffrazione è uguale a $2\theta_{hkl}$.

Rappresentando in un grafico l'intensità dei raggi diffratti in funzione dell'angolo di diffrazione è possibile creare uno spettro di diffrazione, che presenta dei picchi più alti negli angoli in cui si ha interferenza costruttiva, caratteristico di ogni struttura cristallina.

L'analisi XRD sono state utilizzate per identificare le fasi che si formano utilizzando la miscela di polveri precedentemente indicata

Le misure sui campioni sono state effettuate con i seguenti parametri 40 kV e 40 mA con 2θ tra 20 e 100 ° 0.013 ° step size e 25 s come time per step.

4.11. Durezza

Sui provini sono state eseguite varie prove di durezza Brinell. Queste prove sono state eseguite con un durometro Wolpert che si può osservare in Figura 4.17



Figura 4.17: Durometro Wolpert [30]

Le prove di durezza sono state eseguite successivamente ai vari trattamenti termici per determinare il miglioramento o il peggioramento di alcune proprietà meccaniche. Queste prove ci danno un'indicazione della resistenza all'indentazione del materiale da cui si può effettuare una stima delle altre proprietà.

Sono stati effettuati 3 test di durezza su ogni provino sulla sezione x-z, applicando un carico di 62.5 kg per 15 secondi tramite una sfera in carburo di tungsteno con diametro di 2.5 mm (WC).

Una volta misurate le impronte di ogni provino in mm è stato fatto riferimento alle tabelle presenti nello standard ASTM E10 [31] per il calcolo dei valori delle relative durezza.

Per il calcolo della durezza è stata usata anche l'equazione (4.12)

$$\text{Durezza Brinell} = HBW = \frac{2F_{kgf}}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (4.12)$$

Dove F_{kgf} è il carico della prova in kgf, D è il diametro della sfera indentatrice in mm e d è il diametro medio dell'impronta indentata.

4.12. TGA-DTA

L'analisi termica differenziale (DTA) è stata effettuata con il macchinario TGA-DTA Mettler Toledo 1600 che si può vedere in Figura 4.18.



Figura 4.18: TGA-DTA Mettler Toledo 1600

Il funzionamento della DTA è basato sulla misurazione della variazione di temperatura in funzione del tempo, tra il campione in analisi e un campione di riferimento, mentre i due campioni vengono sottoposti alla stessa rampa di temperatura che può essere in riscaldamento o raffreddamento controllato. Le temperature dei due campioni saranno identiche fino a quando nel campione che si vuole analizzare non avverrà un fenomeno termico[32]. Nel grafico che scaturisce da questa analisi si avranno dei picchi che possono rappresentare fenomeni esotermici o endotermici.

Il test è stato eseguito per determinare l'intervallo di temperatura in cui si generano i precipitati.

Tutte le misurazioni sono state eseguite in atmosfera controllata, per l'esattezza in flusso di argon di 50 ml / min, con una velocità di riscaldamento di 10 °C / min da 25 a 450 °C. Prima delle vere e proprie prove è stato fatto un test senza campione, solo con il crogiolo in allumina, in modo da ottenere la curva di taratura che viene chiamata "bianco". Dopo aver eseguito i test e aver ottenuto le curve per ogni campione, a queste curve è stato sottratto il bianco.

4.13. Invecchiamento

Dopo la produzione dei campioni non sono stati fatti i classici trattamenti di solubilizzazione, tempra e invecchiamento tipici delle leghe di alluminio. Questo perché come è stato riportato nell'articolo di M. Montero Sistiaga et al.[14] questi trattamenti eseguiti su campioni prodotti per Additive Manufacturing portano ad avere valori di durezza che sono significativamente più bassi rispetto alla durezza dei campioni appena prodotti. La motivazione di ciò può essere spiegata dalla microstruttura unica che si forma durante il processo SLM. La microstruttura cellulare dendritica molto fine senza l'utilizzo di alcun trattamento termico porta ad elevati valori di durezza. Il trattamento di solubilizzazione scioglie questa microstruttura fine e riduce significativamente le proprietà meccaniche. L'applicazione dell'invecchiamento dopo il trattamento con solubilizzazione porta solo un limitato aumento della durezza. Perciò, per i pezzi prodotti tramite SLM con polveri di Al7075, è necessario evitare trattamenti di solubilizzazione perché i campioni as built hanno molto in soluzione solida sovrassatura.

Prendendo spunto dall'articolo di M. Montero Sistiaga et al.[14] sono state eseguite diverse tipologie di invecchiamento, sono state selezionate 3 temperature 150 (T1), 160 (T2), 170 (T3) °C. I provini sono stati messi dentro ad una stufa e dopo ogni ora sono stati rimossi per effettuare dei test di durezza e poi sono stati rimessi nella stufa a continuare l'invecchiamento. I provini sono stati invecchiati fino a 7 h ciascuno. Il trattamento termico del provino che ha riportato la maggiore durezza è stato utilizzato per trattare i provini per le prove a trazione.

4.14. Prova di trazione

Le prove di trazione sono state eseguite usando la macchina per prove di trazione Zwick Z100 che è possibile osservare in Figura 4.19.

Questa tipologia di prova permette di misurare il modulo elastico (E_{mod}), la tensione di snervamento (YS l'allungamento in cui si ha snervamento (ϵ_0), la resistenza alla trazione (UTS) e l'allungamento a rottura (ϵ_r). Il risultato di questa prova da informazioni sulla resistenza e sulla duttilità di un materiale sotto l'applicazione di un carico uniassiale. Ci sono due tipologie di prove:

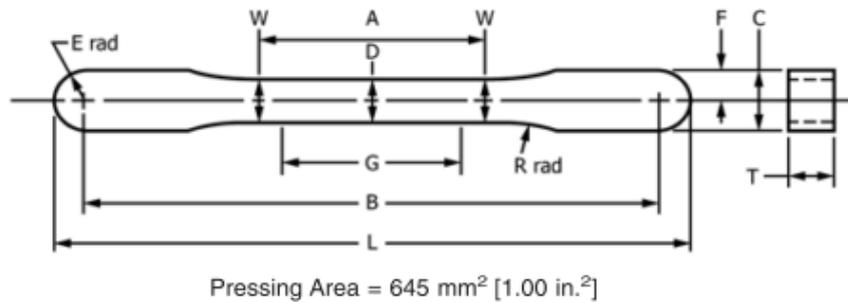
- 1) *Controllo di velocità di deformazione*: questa prova mantiene costante la velocità di deformazione variando il carico applicato.
- 2) *Controllo di carico*: questa prova mantiene costante il carico applicato mentre varia la velocità di deformazione/ allungamento.

I test più utilizzati sono quelli a controllo di velocità di deformazione e infatti i test che sono stati eseguiti in questo lavoro di tesi, sono stati eseguiti a controllo di velocità di deformazione.



Figura 4.19: macchina per prove di trazione Zwick Z100[33]

Tutti i test sono stati eseguiti seguendo la normativa ASTM E8M-16a utilizzando i provini con la forma che è raffigurata in Figura 4.20 in controllo di velocità di deformazione con una velocità di deformazione di $8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.



Dimensions, mm [in.]	
G—Gauge length	25.4 ± 0.08 [1.000 ± 0.003]
D—Width at center	5.72 ± 0.03 [0.225 ± 0.001]
W—Width at end of reduced parallel section	5.97 ± 0.03 [0.235 ± 0.001]
T—Compact to this thickness	3.56 to 6.35 [0.140 to 0.250]
R—Radius of fillet	25.4 [1]
A—Length of reduced parallel section	31.8 [1.25]
B—Grip length	80.95 ± 0.03 [3.187 ± 0.001]
L—Overall length	89.64 ± 0.03 [3.529 ± 0.001]
C—Width of grip section	8.71 ± 0.03 [0.343 ± 0.001]
F—Half-width of grip section	4.34 ± 0.03 [0.171 ± 0.001]
E—End radius	4.34 ± 0.03 [0.171 ± 0.001]

Figura 4.20: provino per prova di trazione prodotto da polveri metalliche

5. RISULTATI

5.1. Caratterizzazione delle polveri

Innanzitutto le polveri sono state inglobate nella resina, lucidate a specchio e successivamente sono state analizzate tramite l'utilizzo del microscopio metallografico rovesciato LEICA DMI 5000M. Nella Figura 5.1 sono mostrate delle micrografie delle polveri di Al7075 e nella Figura 5.2 sono mostrate delle micrografie delle polveri di AlSi10Mg

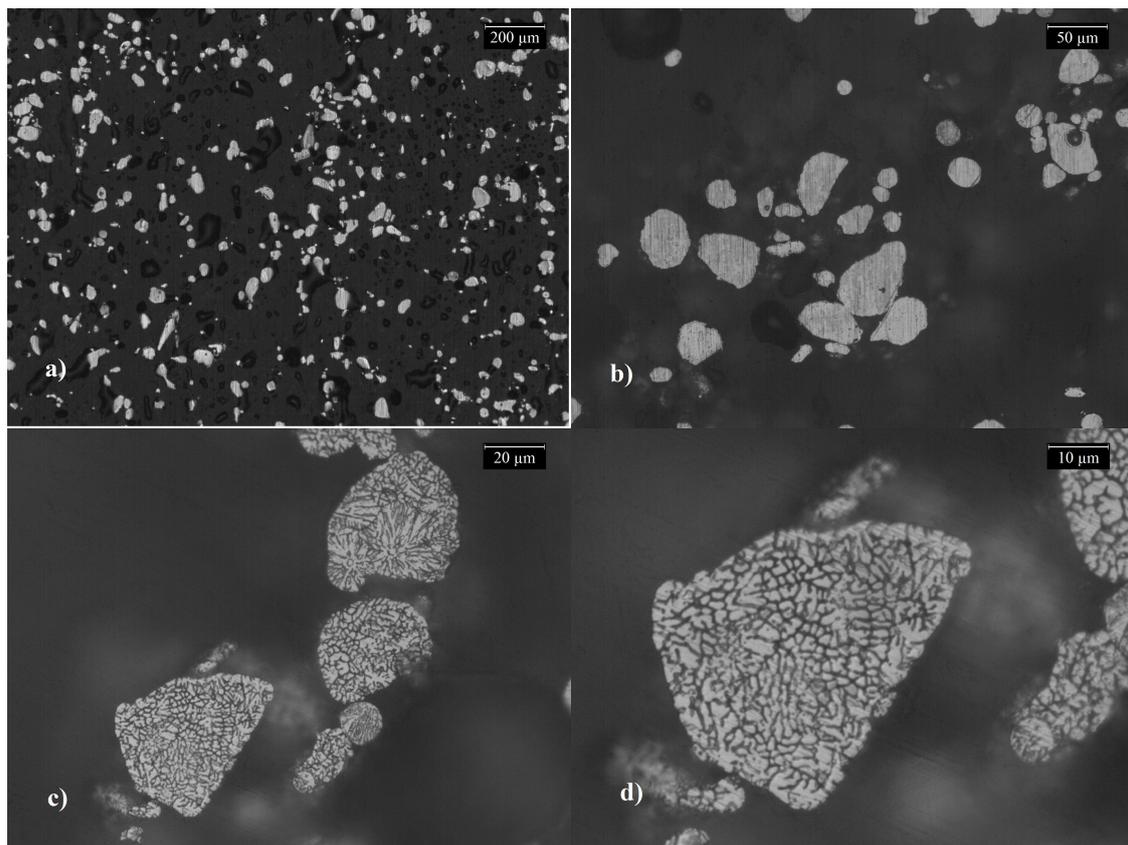


Figura 5.1: micrografie al microscopio ottico delle polveri di Al7075 a) 50X b) 200X c) attaccate con soluzione Keller 500X d) attaccate con soluzione Keller 1000X

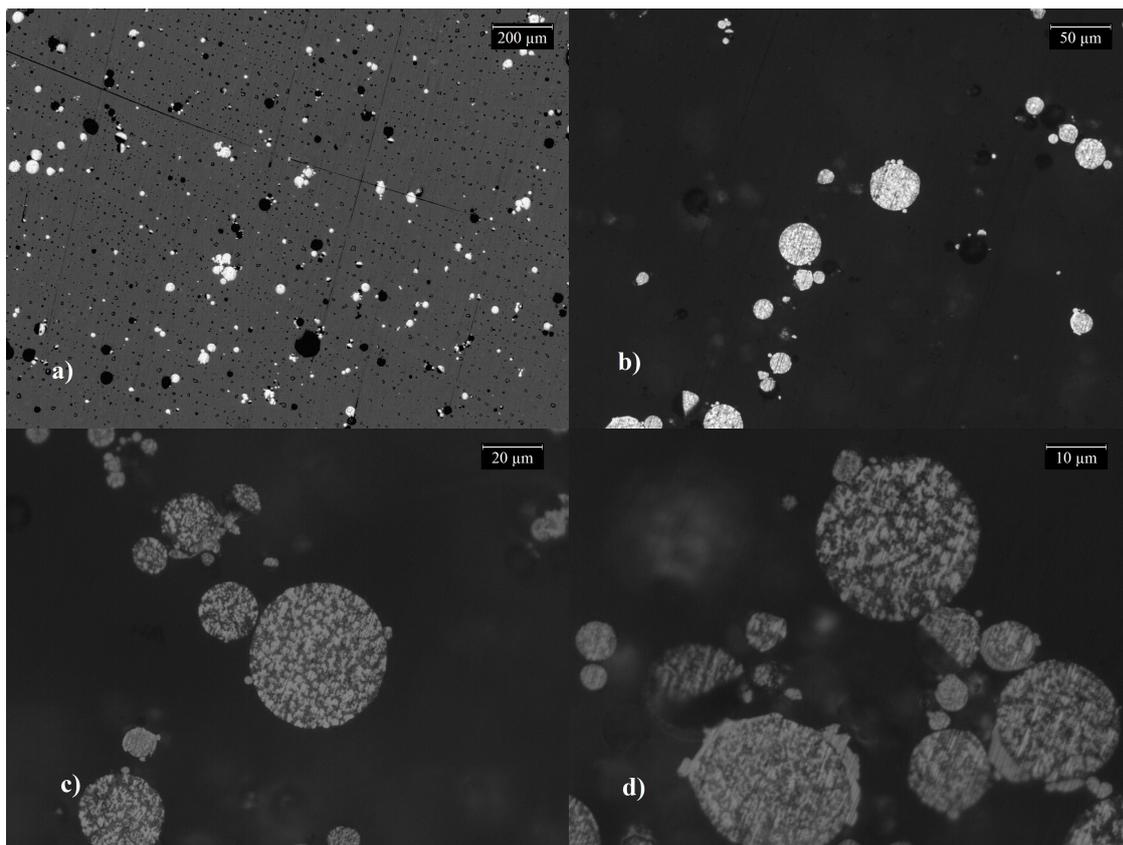


Figura 5.2: micrografie al microscopio ottico delle polveri di AlSi10Mg a) 50X b) 200X c) attaccate con soluzione Keller 500X d) attaccate con soluzione Keller 1000X

Da questa analisi si può osservare e confermare quanto già visto nelle foto FESEM, ovvero che le polveri di AlSi10Mg hanno una geometria regolare sferica mentre le polveri di Al7075 hanno una forma allungata e irregolare. Inoltre le particelle non hanno porosità o difetti interni.

Successivamente sono stati effettuati dei test per studiare la scorrevolezza e la tap density delle polveri. Il test per la scorrevolezza è stato eseguito con le polveri utilizzate e descritte in precedenza, ma non ha condotto a nessun risultato perché le polveri non sono riuscite a scorrere attraverso il foro del flussometro a imbuto Hall, dimostrando di avere una pessima scorrevolezza. Il secondo test, riguardante la tap density, è stato effettuato su quattro miscele di polveri diverse: Al7075 pura, AlSi10Mg pura, 75% Al7075 e 25% AlSi10Mg, 50% Al7075 e 50% AlSi10Mg. Esse sono prima state analizzate così come sono state comprate e successivamente sono state analizzate dopo avere eseguito un essiccamento in forno per un'ora a 80 °C.

I risultati di questo test sono riportati in tabella 5.1. e 5.2 ed è proposto un confronto nella Figura 5.3 e Figura 5.4

Tabella 5.1: tabella riepilogativa delle pesate e dei valori di tap density calcolati

Miscela	m_{iniziale} (g)	m_{finale} (g)	Bulk Density (g/cm³)	Tap Density (g/cm³)
Al7075 pura	31.80	38.8	1.28	1.55
Al7075 pura (dried)	31.45	38.21	1.26	1.53
75% Al7075 e 25% AlSi10Mg	30.14	37.09	1.21	1.48
75% Al7075 e 25% AlSi10Mg (dried)	30.42	36.80	1.22	1.47
50% Al7075 e 50% AlSi10Mg	28.22	36.32	1.12	1.45
50% Al7075 e 50% AlSi10Mg (dried)	28.64	35.68	1.14	1.43
AlSi10Mg pura	28.56	36.32	1.14	1.49
AlSi10Mg pura (dried)	29.3	37.26	1.17	1.49

Tabella 5.2: tabella riassuntiva CI, HR e carattere di scorrimento

Miscela	Compressibility Index	Hausner Ratio	Flow Character
Al7075 pura	18.21	1.22	Fair
Al7075 pura (dried)	17.80	1.21	Fair
75% Al7075 e 25% AlSi10Mg	18.74	1.23	Fair
75% Al7075 e 25% AlSi10Mg (dried)	17.31	1.21	Fair
50% Al7075 e 50% AlSi10Mg	22.3	1.29	Passable
50% Al7075 e 50% AlSi10Mg (dried)	19.73	1.24	Fair
AlSi10Mg pura	23.16	1.30	Passable
AlSi10Mg pura (dried)	21.36	1.27	Passable

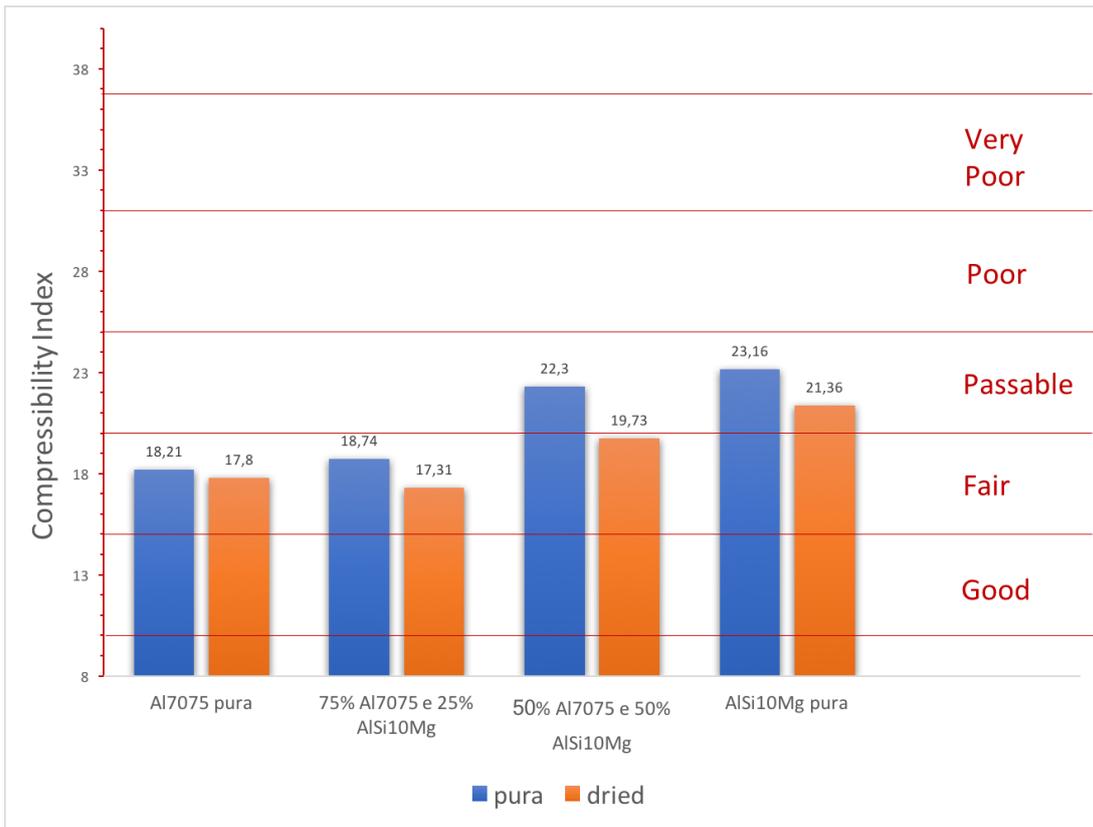


Figura 5.3: Grafico confronto Compressibility Index

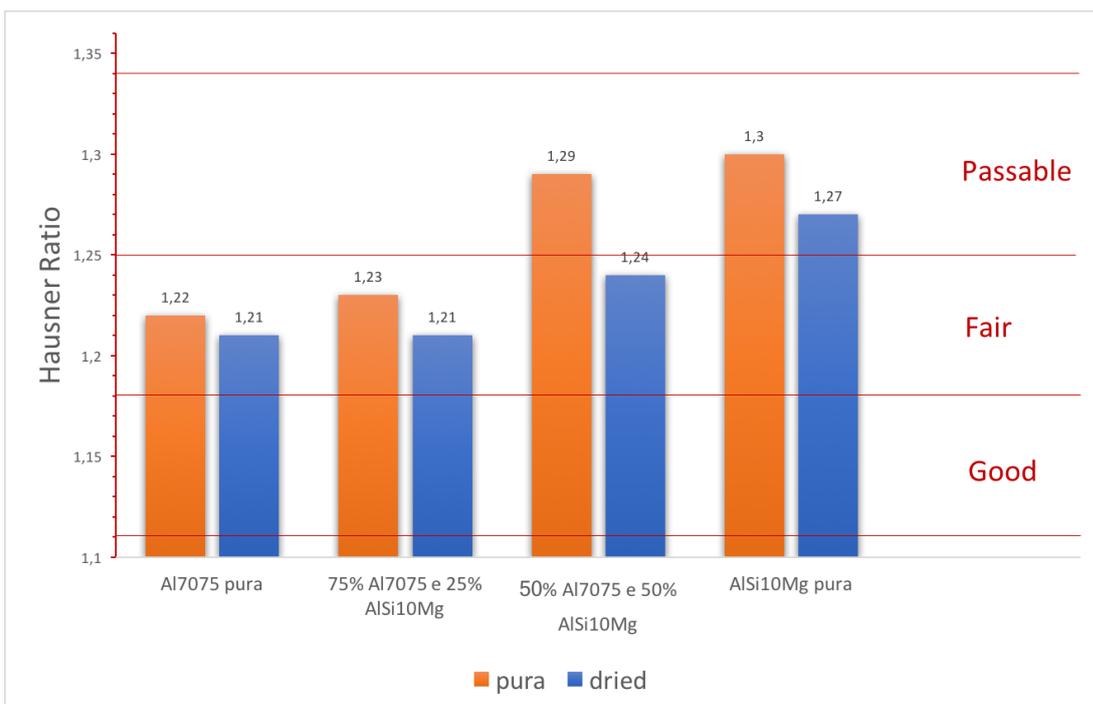


Figura 5.4: Grafico confronto Hausner Ratio

Da questi grafici si può osservare che praticamente per tutte le miscele di polveri la scorrevolezza è appena sufficiente se non tendente allo scarso e che l'essiccamento iniziale, influenza la scorrevolezza rendendola leggermente migliore, ma comunque non è sufficiente per raggiungere buoni valori.

Dopo di che è stata presa in considerazione solo la miscela di polveri costituita dal 50% di Al7075 e 50% di AlSi10Mg.

È stata effettuata un'analisi granulometrica laser usando lo strumento Fritsch Analysette 22 Compact per studiare la distribuzione granulometrica delle polveri. Nella Figura 5.5 è possibile osservare i grafici ottenuti eseguendo la prova assistita dall'utilizzo di ultrasuoni e senza il loro utilizzo.

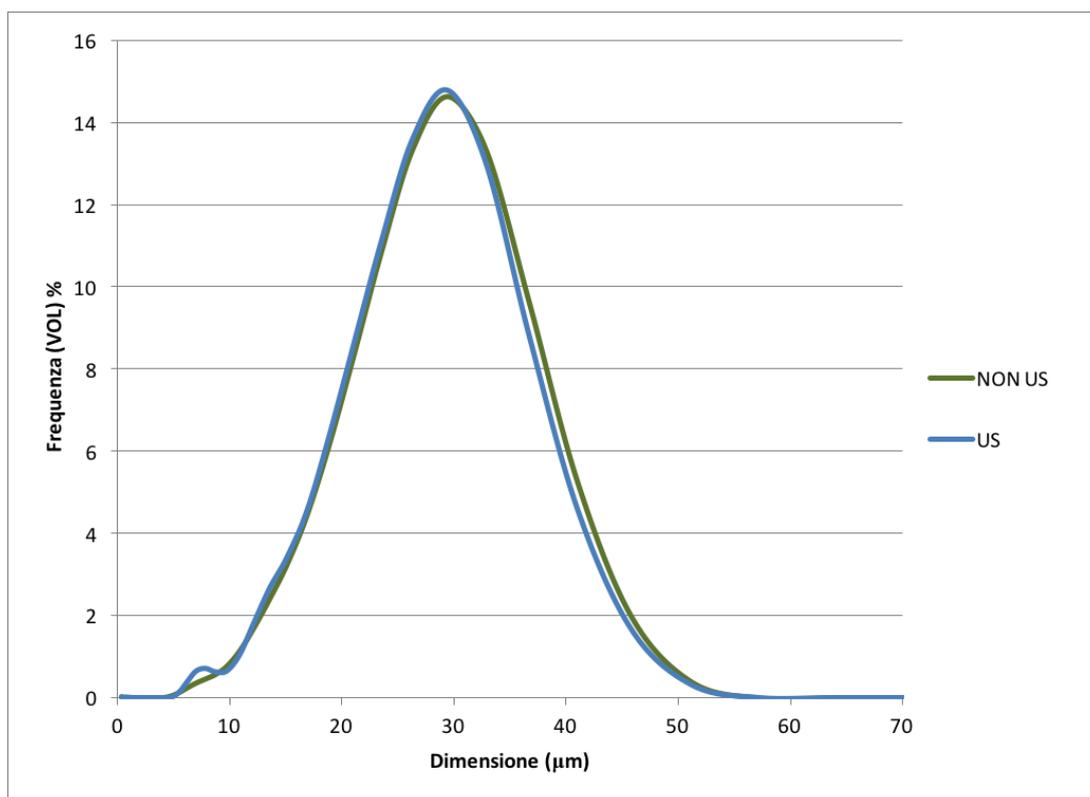


Figura 5.5: Granulometria laser effettuata la miscela di polveri costituita dal 50% di Al7075 e 50% di AlSi10Mg

Come si può osservare dal grafico le due curve, in blu è rappresentato il grafico dove sono stati usati gli ultrasuoni e in rosso dove non sono stati usati, sono molto simili tra di loro e hanno la forma di una gaussiana abbastanza simmetrica e il picco si trova per entrambe intorno ai 30 µm.

5.2. Caratterizzazione dei campioni

I campioni del Job 1, dopo essere stati prodotti con il macchinario EOSINT M270 dual mode, sono stati staccati dalla piattaforma di costruzione della macchina e sono stati lucidati grossolanamente per ridurre la rugosità superficiale e rimuovere il numero distintivo stampato sulla faccia superiore.

5.2.1. Porosità

Finiti di lucidare, si è andato a effettuare il calcolo della densità e della porosità con i due metodi precedentemente esposti.

I risultati con il metodo di Archimede sono raccolti nella tabella 5.3

Tabella 5.3: tabella riepilogativa dei risultati ottenuti con il metodo di Archimede dei campioni prodotti con i parametri riportati in tabella 4.5

Provino	ρ_P [g/cm ³]	ρ_G [g/cm ³]	P_A [%]	P_C [%]	P_T [%]
1	2.714	2.713	0.0	0.9	0.9
2	2.729	2.720	0.3	0.3	0.6
3	2.712	2.711	0.0	0.9	0.9
4	2.713	2.712	0.0	0.9	0.9
5	2.719	2.703	0.6	0.6	1.2
6	2.701	2.700	0.0	1.3	1.3
7	2.712	2.710	0.1	0.8	0.9
8	2.710	2.707	0.1	0.9	1.0
2 bis	2.709	2.704	0.2	0.9	1.1
4 bis	2.715	2.710	0.2	0.7	0.9
6 bis	2.705	2.704	0.0	1.2	1.2
7 bis	2.706	2.706	0.0	1.1	1.1
8 bis	2.711	2.709	0.1	0.9	1.0

Da questi risultati si osserva facilmente che i campioni con la minore porosità sono il 2, il 4 e il 7. Nei campioni 2 bis e 7 bis (campioni che hanno gli stessi parametri di processo dei campioni 2 e 7) però, la porosità non è rimasta costante come nel campione 4 e 4 bis. Per i campioni 2 e 4 (che sono quelli più promettenti) è stato effettuato lo studio della porosità anche tramite un'analisi di immagini, di cui se ne possono osservare 2 del campione 4 in Figura 5.6. L'analisi è stata effettuata su 9 immagini prese in posizioni differenti con un ingrandimento di 50X, 100X e 200X. La porosità media e la relativa deviazione standard dei campioni 2 e 4 sono rispettivamente $0,84\% \pm 0,34\%$ e $1,26\% \pm 0,47\%$. I valori ottenuti sono un po' più elevati rispetto a quelli misurati con il metodo di Archimede ma confermano il trend e la differenza da quei valori rientra nella deviazione standard.

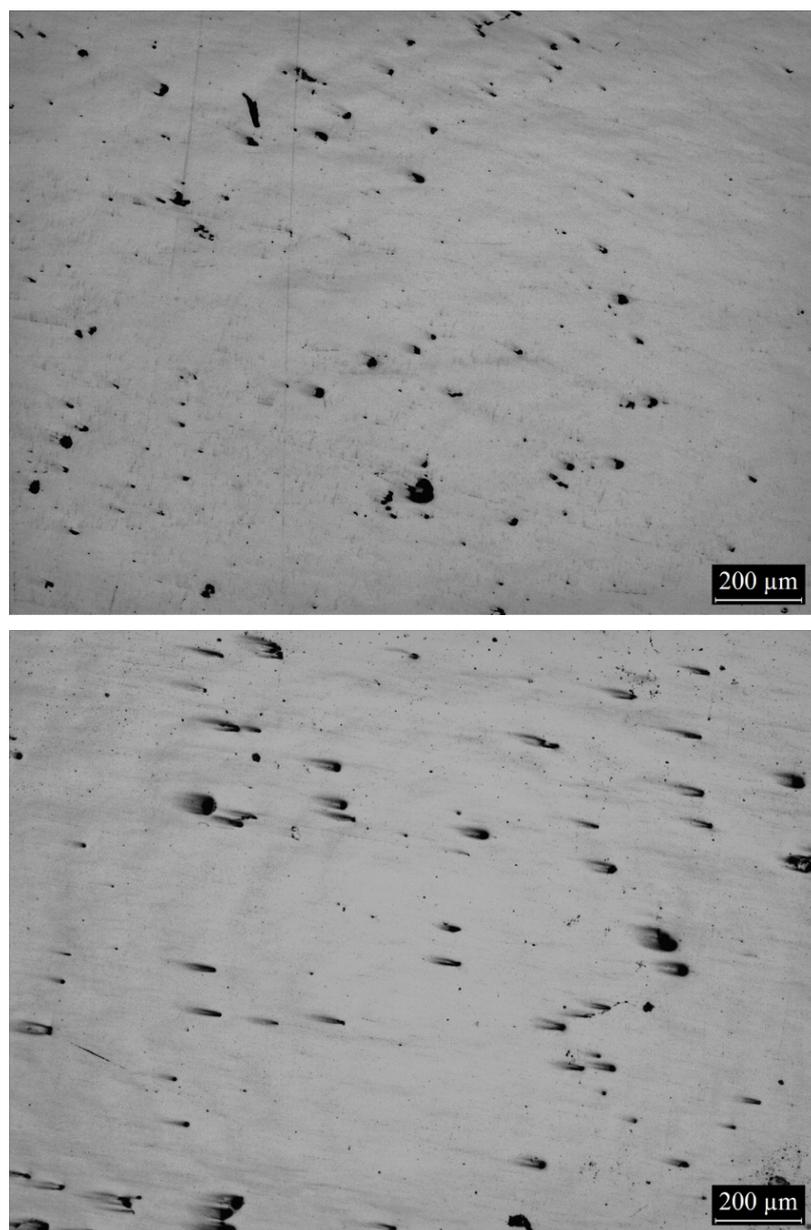


Figura 5.6: Immagini analizzate per calcolo porosità del campione 4 50X

Sono poi stati disegnati dei grafici mettendo in relazione la porosità con il VED dividendo in due gruppi i primi 8 campioni e i restanti 5 con denominazione “bis” che si possono osservare in Figura 5.7.

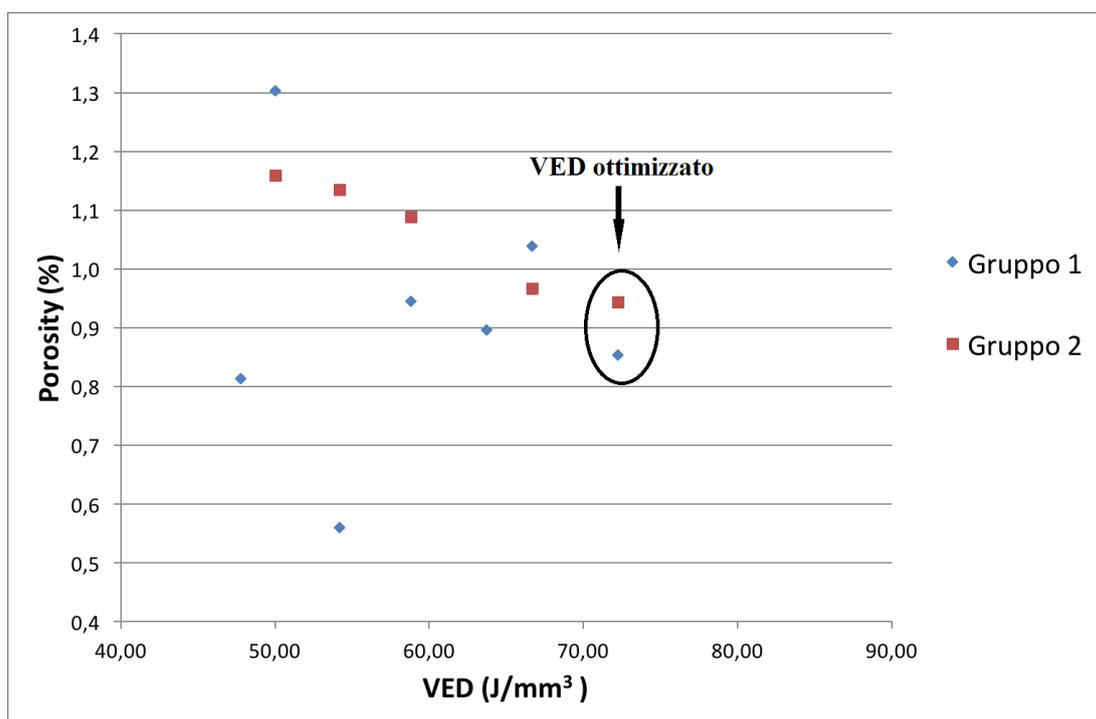


Figura 5.7: andamento della porosità in funzione del VED

In questo grafico si osserva che un valore elevato di VED porta ad avere una porosità minore come anche osservato nell’articolo di N. Read et al.[5] per questo è stato deciso di effettuare il Job 2 con i parametri del campione numero 4.

5.2.2. Analisi microstrutturale

Dopo l’analisi della porosità sono state osservate le microstrutture dei vari campioni usando il microscopio ottico metallografico e il microscopio FESEM.

Nella Figura 5.8 è possibile osservare una micrografia effettuata con il microscopio ottico di uno dei campioni che è stato prodotto bloccando la rotazione della direzione della scansione.

Il campione è stato tagliato, lucidato a specchio e attaccato chimicamente con la soluzione Keller per 10 secondi per far risaltare meglio i melt pool. In questo campione si può notare che, anche se i parametri che sono stati utilizzati sono quelli ottimizzati (VED 70J/mm³), la porosità risulta essere più alta perché la strategia di scansione ha un effetto importante sulla porosità.

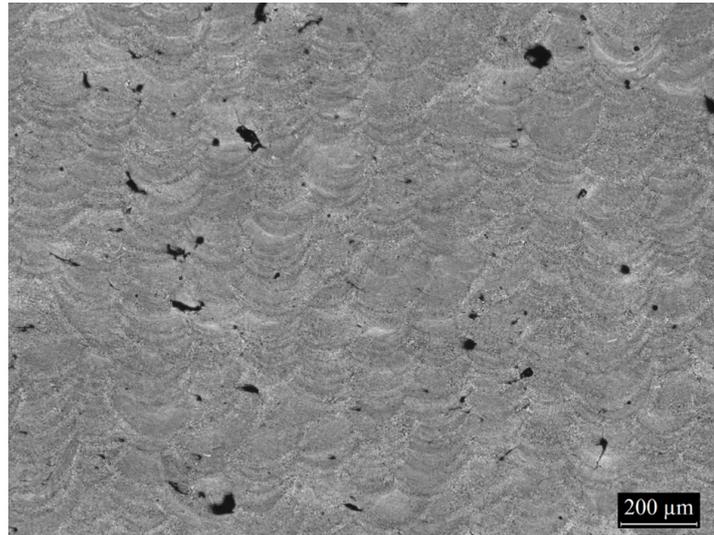


Figura 5.8: micrografia campione solo X attaccato con soluzione Keller con ingrandimento 50X

Nella Figura 5.9 è possibile osservare le micrografie del campione 4 dopo attacco Keller per 10 secondi effettuate a tre ingrandimenti diversi.

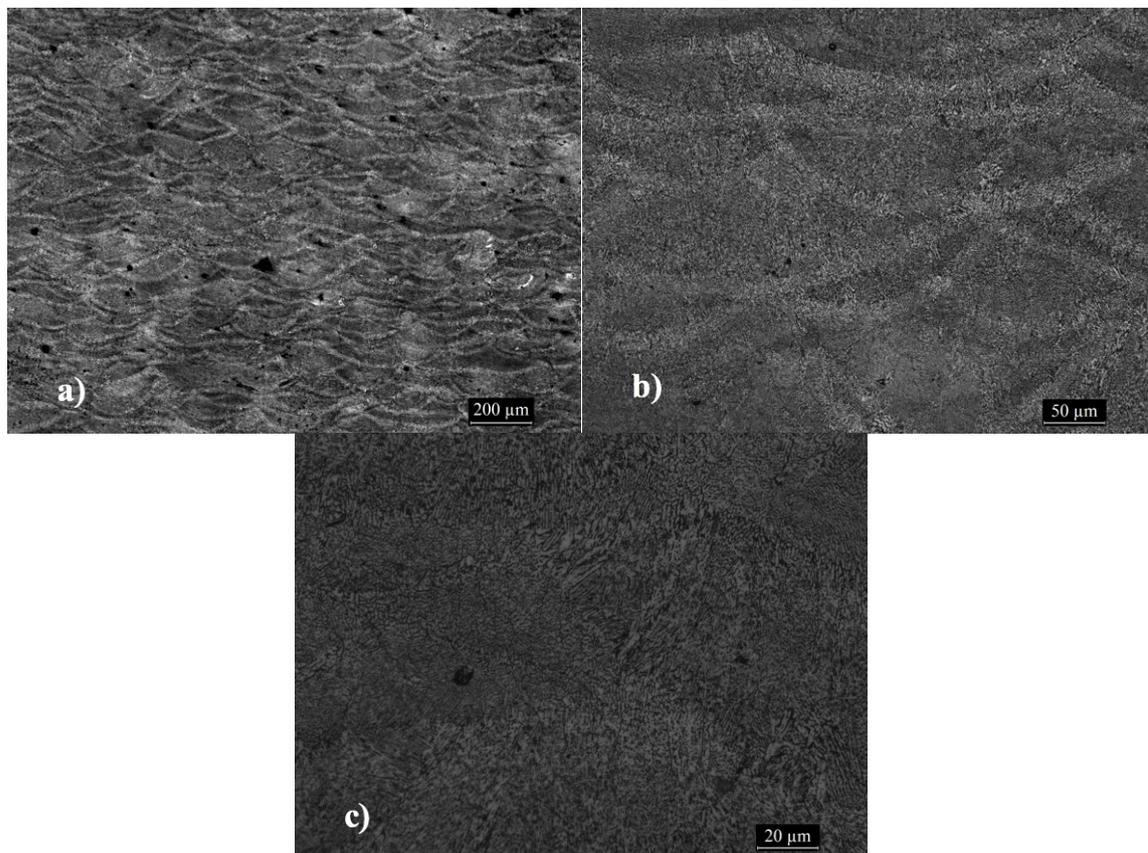


Figura 5.9: micrografie del campione 4 attaccato con soluzione Keller con diversi ingrandimenti
a) 50X b) 200X c) 500X

Dalle micrografie della Figura 5.9 si può osservare come la microstruttura sia molto simile a quella ottenuta con la sola polvere di AlSi10Mg [34]. Le immagini confermano l'alta densità che è stata misurata con il metodo di Archimede e la presenza di piccoli pori sferici. Questi piccoli pori possono essere generati dal gas, probabilmente prodotto dall'evaporazione degli elementi in lega [35], che rimane intrappolato durante la fusione e la solidificazione delle polveri, o anche essere dovuti ai dei pori già presenti nelle polveri. Si possono osservare molto chiaramente i melt pool e i loro bordi, la loro forma irregolare, le loro diverse dimensioni e il sovrapporsi di un melt pool sull'altro che permette di avere un buon legame tra i vari strati depositati.

Nella Figura 5.10 si possono vedere due micrografie effettuate con il microscopio FESEM dalle quali si può osservare la microstruttura dei melt pool.

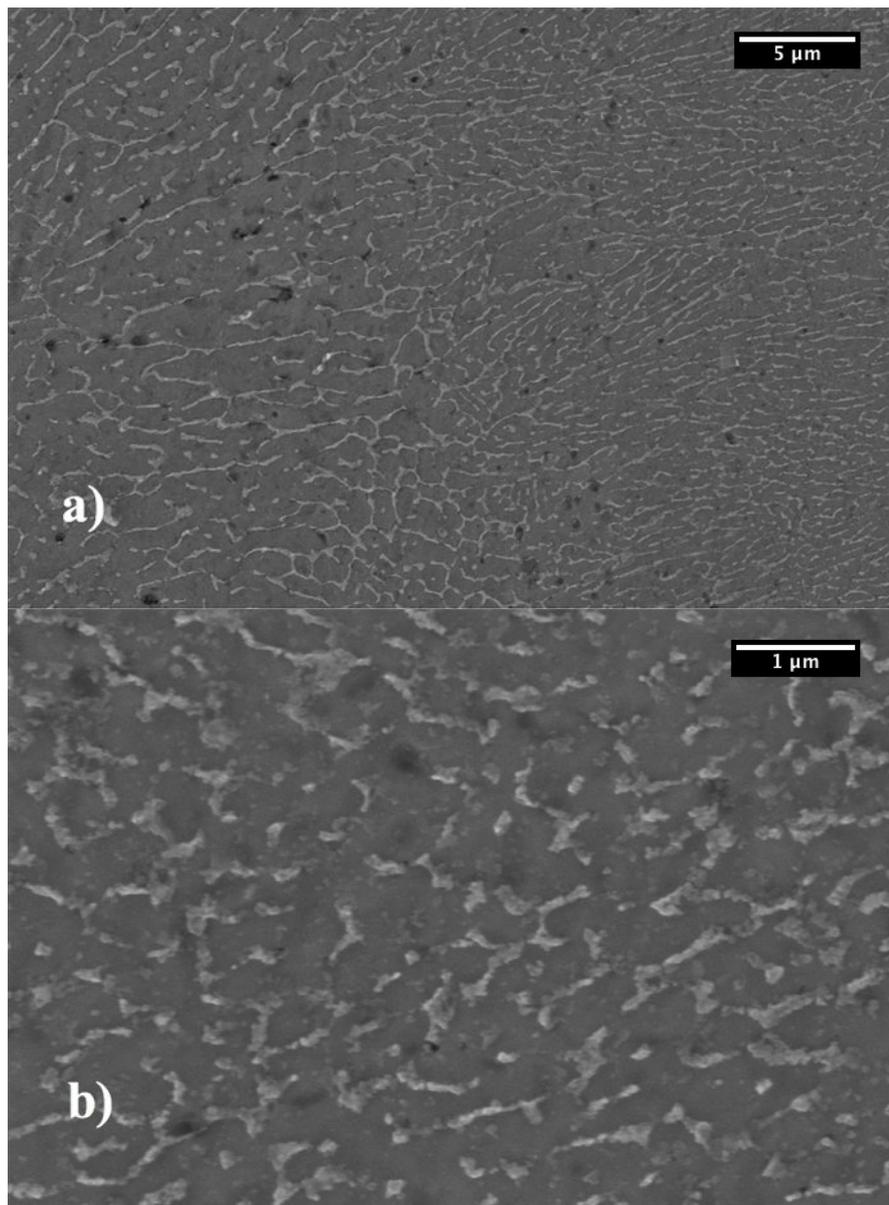


Figura 5.10: micrografie al microscopio FESEM del campione 4 con ingrandimento di a) 10000X e b) 50000X

Da queste micrografie si può osservare la microstruttura costituita da dendriti di matrice di α -Al con eutettico al bordo della cella e si può notare come ci siano zone a microstruttura diversa. Questa differenza di microstruttura può essere correlata alla diversa velocità di solidificazione attraverso i melt pool. Le regioni intorno ai bordi dei melt pool e/o le sovrapposizioni tra di essi, possono rimanere a temperature più alte per tempi più lunghi, con conseguente velocità di solidificazione più lenta e di conseguenza, una microstruttura più grossolana come è riportato in numerosi articoli [10][34][11][13].

Fatto ciò è stata eseguita un'analisi XRD su uno dei campioni cubici del Job 2 (i quali sono stati prodotti con gli stessi parametri del campione 4 analizzato fino ad adesso) per vedere quali fasi fossero presenti. Nella Figura 5.11 è raffigurato lo spettro dell'analisi XRD del campione as-built.

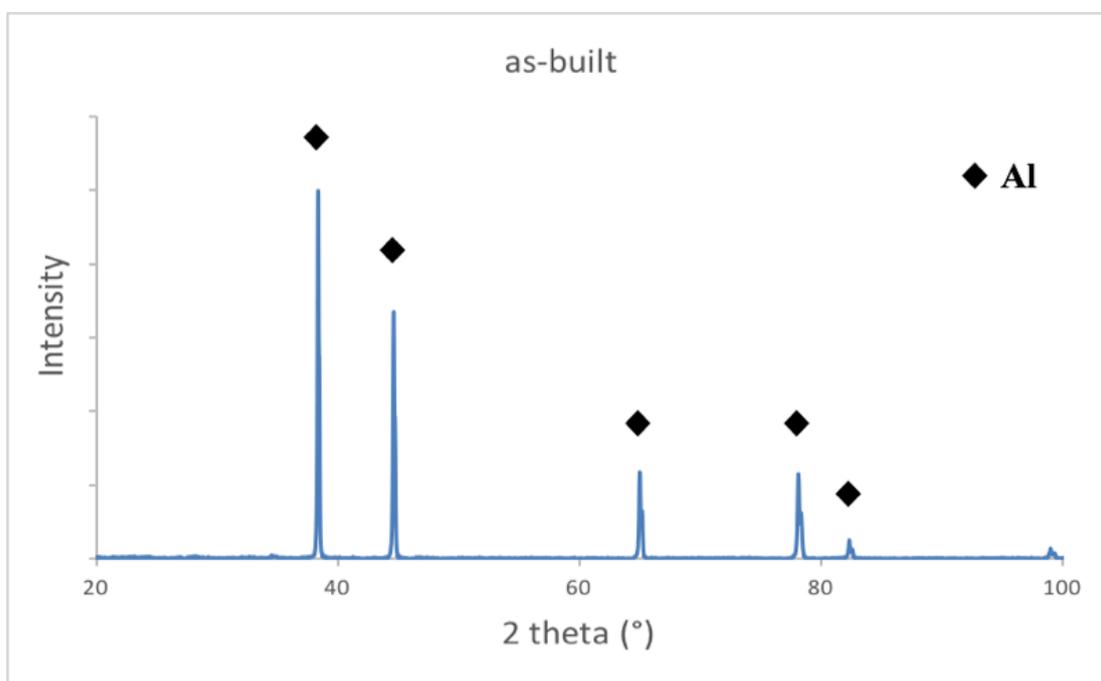


Figura 5.11: spettro XRD del campione as-built

Come si può osservare dal grafico i risultati dell'analisi XRD riportano solo una soluzione solida sovrassatura di α -Al.

Successivamente è stata effettuata un'analisi termica differenziale per indagare il comportamento delle precipitazioni nel campione 4. In Figura 5.12 troviamo il grafico dell'analisi DTA sul campione as-built.

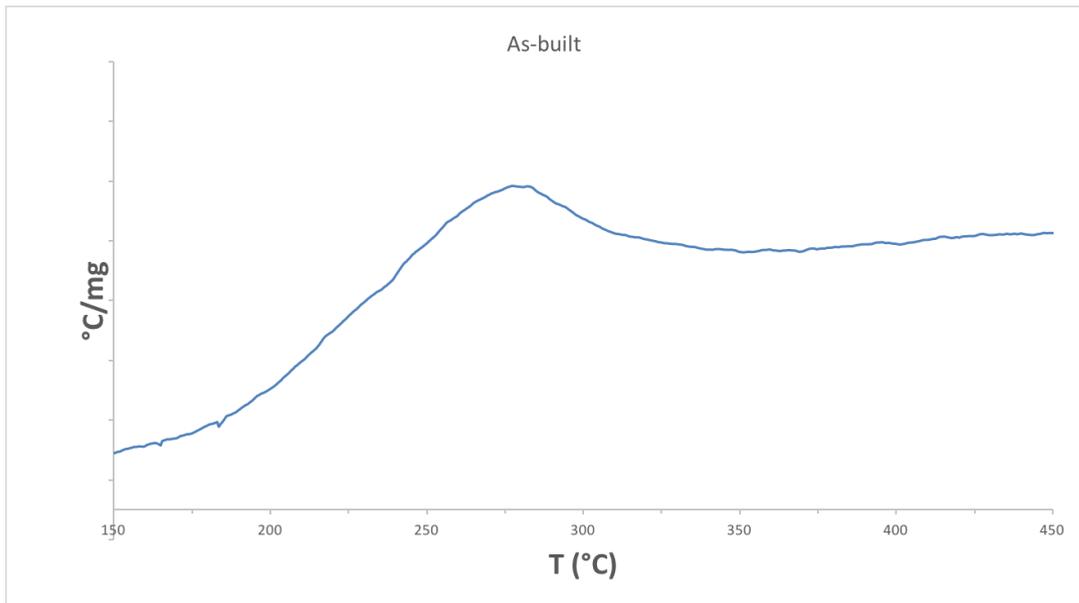


Figura 5.12: grafico analisi DTA su campione 4 as-built

In questo grafico è possibile notare la presenza di un picco tra i 250 e i 300 °C. Questo picco può essere associato alla precipitazione della fase η' tipica delle leghe Al7075 e quindi alla presenza di una soluzione solida sovrassatura[14].

5.2.3. Analisi composizionale

Successivamente sono state effettuate delle analisi composizionali sul campione 4 utilizzando la modalità EDS del microscopio FESEM. Esse sono servite a controllare se la composizione, dopo il processo produttivo, fosse rimasta invariata o avesse subito delle variazioni. Sono stati osservati in modo particolare la quantità di zinco che è evaporata e l'omogeneità della lega. Per effettuare ciò sono state effettuate un'analisi EDS di superficie e un'analisi EDS di linea.

Nella Figura 5.13 si può osservare la zona in cui è stata effettuata l'analisi EDS di superficie mentre nella tabella 5.4 sono riportati i dati dello spettro EDS di superficie riportato in Figura 5.14.

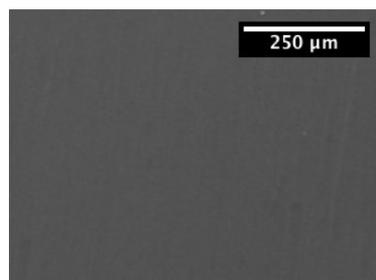


Figura 5.13: Porzione di campione su cui è stato effettuata l'analisi EDS di superficie

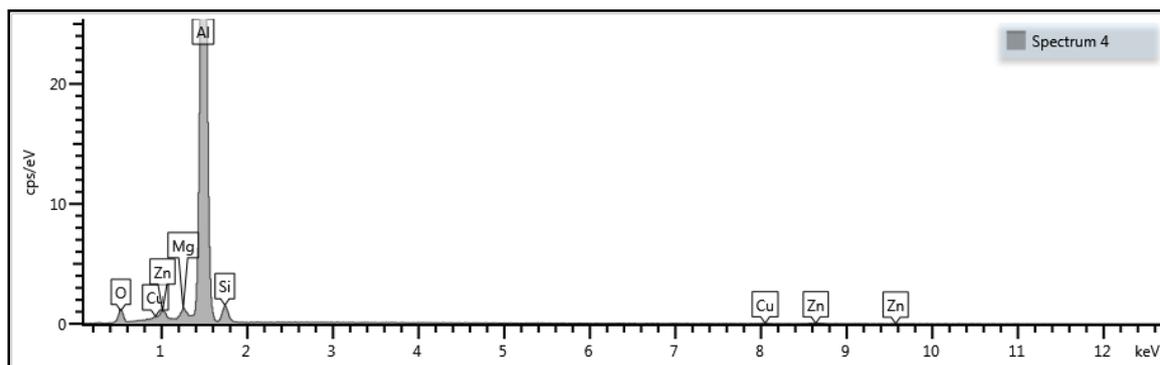


Figura 5.14: Spettro EDS campione 4.

Come si può notare dalla tabella 5.4 le composizioni analizzate differiscono solo per una minor quantità di zinco. La minor quantità di zinco è da attribuire al fatto che, durante il processo di produzione, la polvere viene fusa e una parte dello zinco evapora via.

Tabella 5.4: composizione teorica e EDS di superficie

	7075 50% th.	7075 50% EDS
Al	rimanente	rimanente
Si	4.5-5.7	5.36
Zn	2.5-3.2	2.34
Cr	0.1-0.15	
Mg	1.15-1.7	1,22
Mn	<0.38	
Cu	0.6-1	0,72
Fe	<0.5	
Ti	<0.15	

Nella Figura 5.15 viene riportata la porzione di campione su cui è stata effettuata l'analisi EDS di linea e vengono riportati gli spettri del silicio, dello zinco e del magnesio.

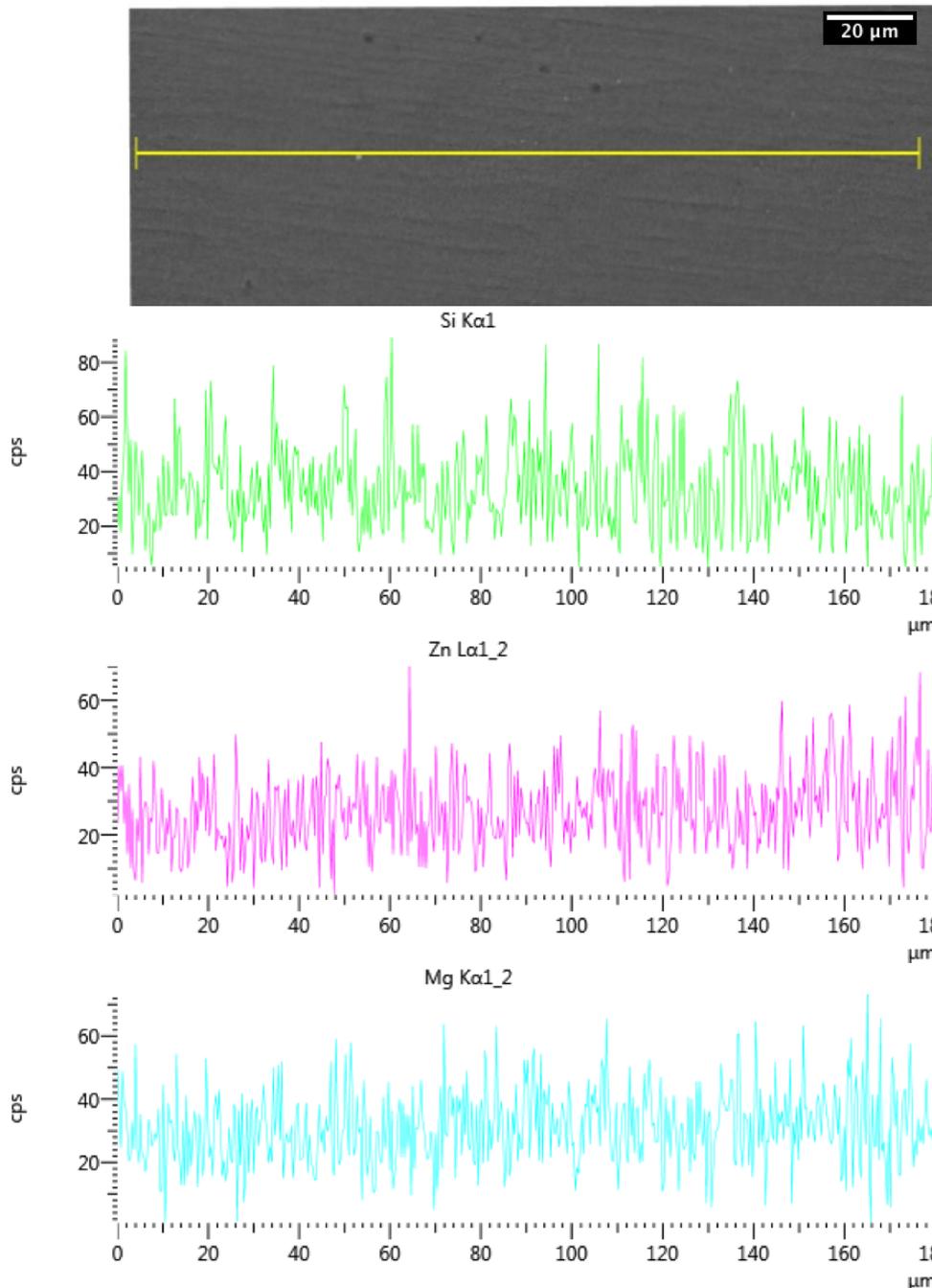


Figura 5.15: porzione di campione su cui è stata effettuata l'analisi EDS di linea e spettri EDS di linea del silicio, dello zinco e del magnesio

Osservando gli spettri della Figura 5.15 si può notare che la distribuzione degli elementi nel campione è omogenea. Questa osservazione è molto importante perché pur essendo partiti da una polvere miscelata si è riuscito ad ottenere una composizione omogenea,

anche nel melt pool, cioè le pozze di fusione generate dal passaggio del fascio laser, come se avessimo usato delle polveri prelegate.

5.2.4. Trattamenti termici

Avendo osservato un picco dovuto alla precipitazione della fase η tipica delle leghe Al7075, prendendo spunto dall'articolo di M. Montero Sistiaga et al. [14] sono state scelte 3 temperature e sono stati effettuati diversi trattamenti termici seguiti da delle prove di durezza Brinell. Le prove di durezza sono state effettuate per testare il modo in cui sarebbero cambiate le proprietà meccaniche. Le 3 temperature usate sono 150 °C, 160 °C e 170 °C e i diversi trattamenti termici sono differenziati dal tempo passato in stufa dai vari campioni. Questi trattamenti poi sono stati confrontati con lo stress relieving che è stato effettuato a 300 °C per 2h.

Nella Figura 5.16 è possibile osservare il grafico che è stato disegnato mettendo in relazione il numero di ore di trattamento termico e la durezza Brinell misurata dalla relativa prova di durezza.

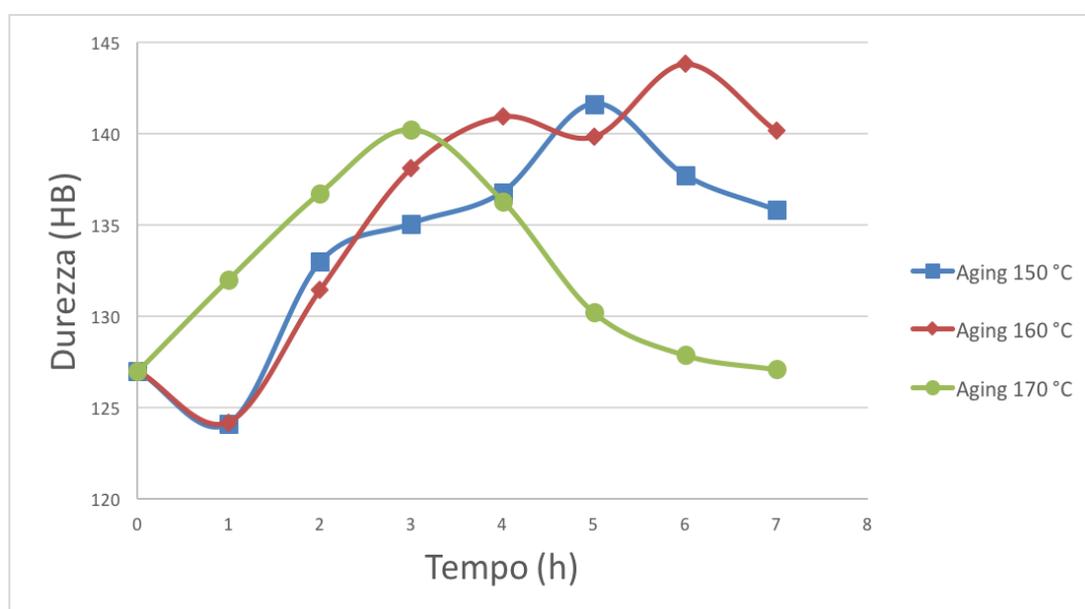


Figura 5.16: Confronto dell'andamento della durezza dei diversi trattamenti termici effettuati

Osservando questo grafico si può facilmente notare un differente andamento dei valori delle durezze nella prima ora. L'invecchiamento a 150 °C e a 160 °C porta a un'iniziale abbassamento della durezza, che potrebbe essere dovuto ad un rilassamento delle tensioni interne dovute ai trattamenti termici, mentre l'invecchiamento a 170 °C dopo la prima ora porta già ad un aumento della durezza. Dopo 3 ore troviamo il massimo della durezza per l'invecchiamento effettuato a 170 °C per poi decrescere fino a circa il valore iniziale. La curva dell'invecchiamento a 150 °C trova il suo massimo di durezza dopo 5h mentre quella dell'invecchiamento per 160 °C lo trova dopo 6h. Nella tabella 5.5 e nella Figura

5.17 sono riportati i valori della durezza prima dei trattamenti termici, dei massimi di ogni trattamento effettuato, e il valore di durezza di una lega di Al7075 T6 (Ergal).

Tabella 5.5: Confronto tra le durezza dei vari trattamenti termici

	Durezza (HB)
Al7075 T6 Ergal[36]	160
As-built	127
Aging 150 °C 5h	138
Aging 160 °C 6h	143
Aging 170 °C 3h	140
Stress relieving 300 °C per 2h	54

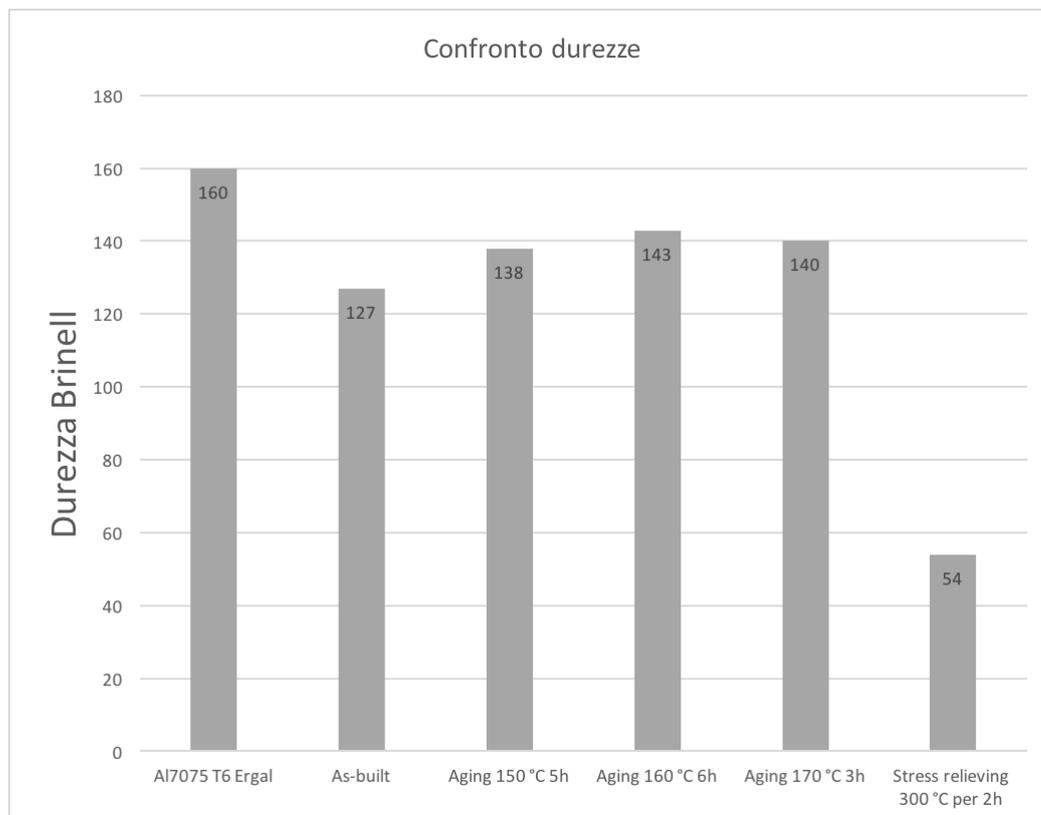


Figura 5.17: Grafico con confronto tra le varie durezza

Tutte e tre le curve presentano circa lo stesso andamento, i valori delle durezze aumentano fino ad arrivare al loro massimo, dopo di che diminuiscono con il passare del tempo. Nonostante questo trend comune, si nota facilmente un'incongruenza sulla curva dell'invecchiamento effettuato a 160 °C nell'intervallo tra le 4h e le 6h. Questa incongruenza è possibile che sia stata data da una preparazione non ottimale del campione, come ad esempio il non perfetto parallelismo delle due facce opposte su cui sono state eseguite le prove di durezza.

Come si può notare dalla Figura 5.17 il valore migliore di durezza si è ottenuto con l'invecchiamento a 160 °C per 6h ed è pari a 143 HB, che è abbastanza vicino al valore di durezza della lega Ergal (la lega di alluminio con la più elevata resistenza a trazione che ha un valore di durezza pari a 160 HB) e comunque in generale si sono ottenuti buoni valori come ad esempio la durezza dopo l'invecchiamento a 170 °C per 3h.

Dopo gli invecchiamenti sono state eseguite delle analisi microstrutturali di questi campioni.

Nella Figura 5.18 è possibile osservare come è variata la microstruttura del campione che è stato invecchiato a 160 °C per 6h.

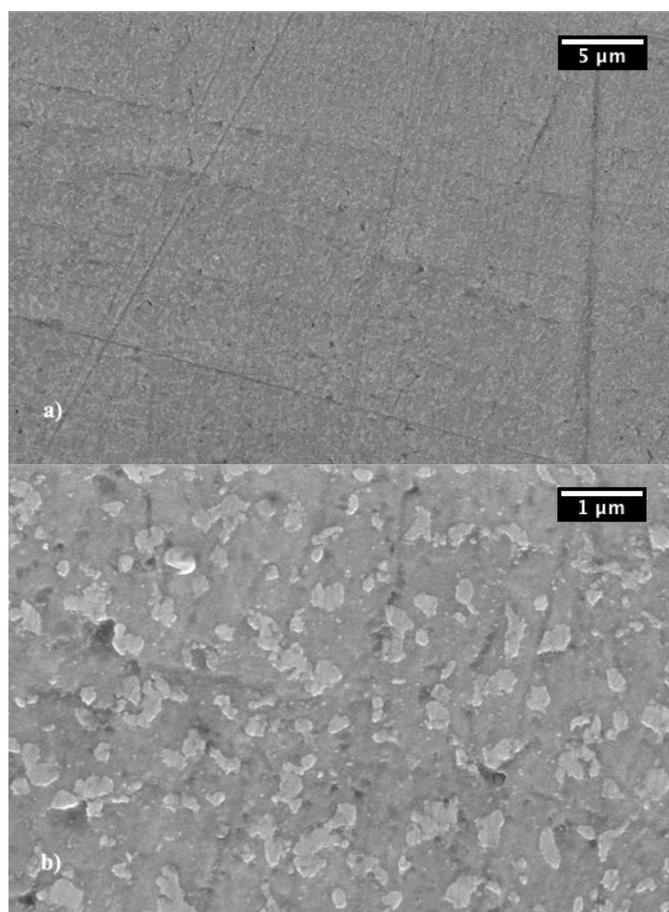


Figura 5.18: micrografie al microscopio FESEM del campione invecchiato a 160 °C per 6h con ingrandimento di a) 10000X e b) 50000X

Si può notare molto facilmente come sia cambiata la microstruttura rispetto all'as-built. Si possono vedere molto bene che l'eutettico e la struttura dendritica non è più presente. È stata effettuata una solubilizzazione solo sul campione stress relieved con NaOH per sciogliere il provino e raccogliere successivamente le polveri rimaste (che contengono i precipitati). Le polveri sono state analizzate tramite XRD e lo spettro di questa analisi lo si può osservare in Figura 5.19.

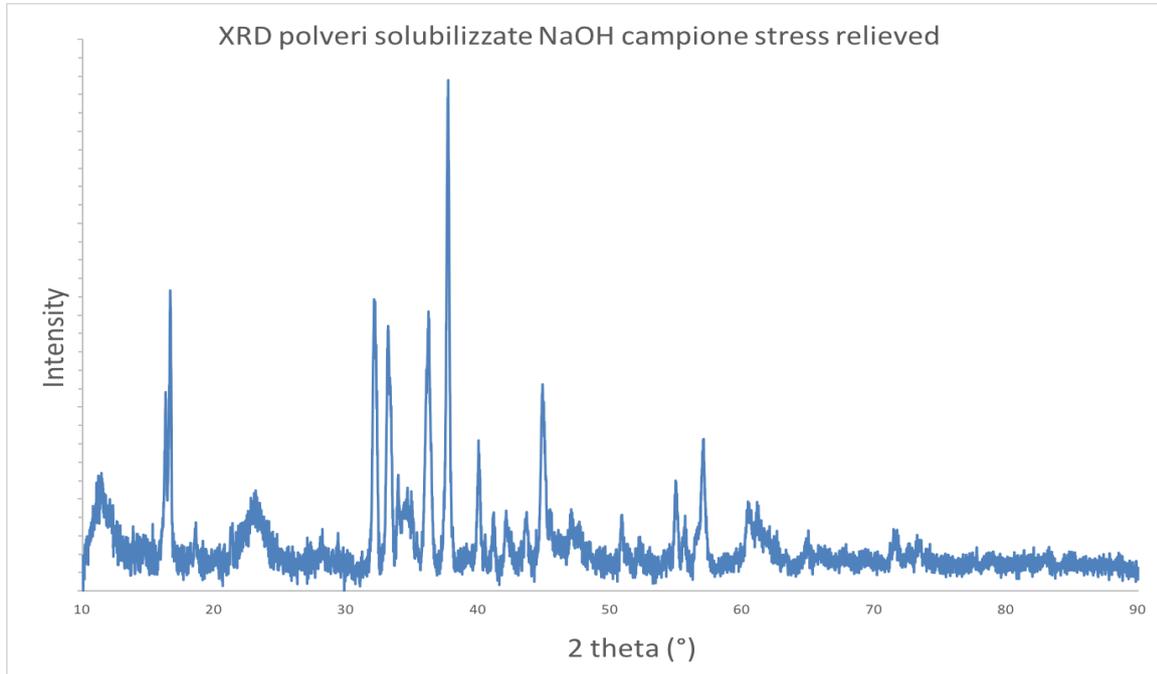


Figura 5.19: spettro XRD polveri dopo solubilizzazione in NaOH del provino stress relieved

Da questa analisi sono state osservate le fasi $MgZn_2$ e di altre fasi di intermetalliche con al loro interno Si, Mg, Cu e Al.

Successivamente sono state effettuate delle analisi XRD sui campioni invecchiati per studiare le eventuali fasi precipitate. I campioni su cui sono state effettuate le analisi sono quelli su cui è stato eseguito un invecchiamento a 170 °C per 3h, a 160 °C per 6h e sul campione su cui è stato effettuato stress relieving a 300 °C per 2h. Nelle Figure 5.20, 5.21, 5.22 sono raffigurati gli spettri rispettivamente dei campioni invecchiati a 160 °C per 6h, a 170 °C per 3h e quello su cui è stato effettuato un trattamento di stress relieving.

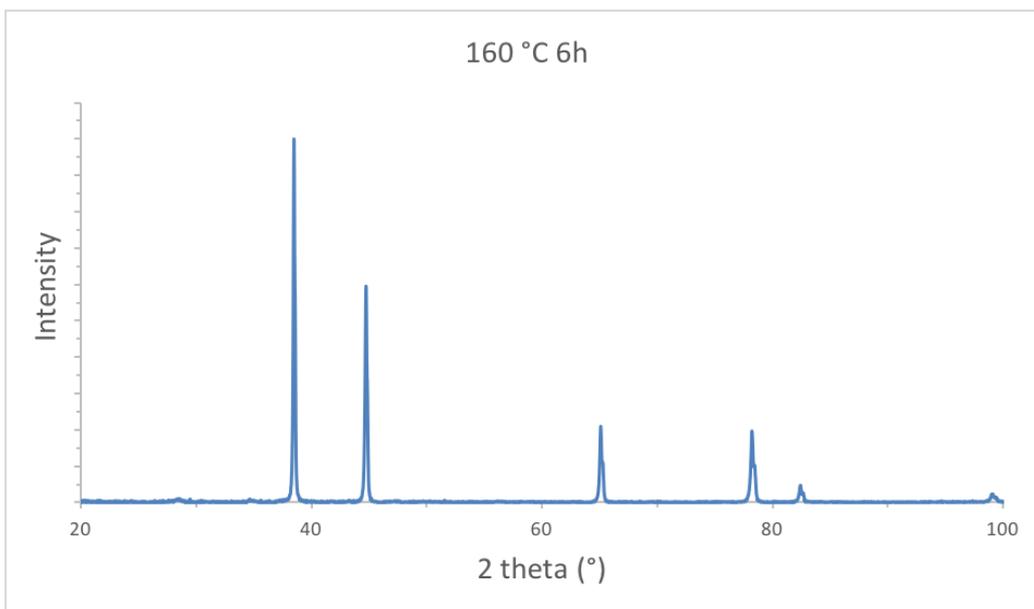


Figura 5.20: spettro XRD del campione invecchiato a 160 °C per 6h

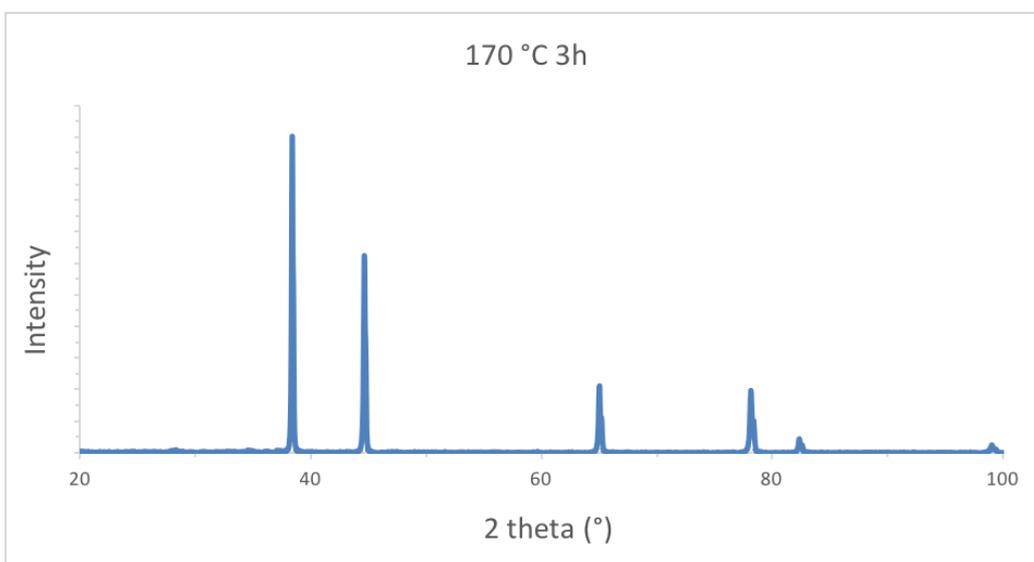


Figura 5.21: spettro XRD del campione invecchiato a 170 °C per 3h

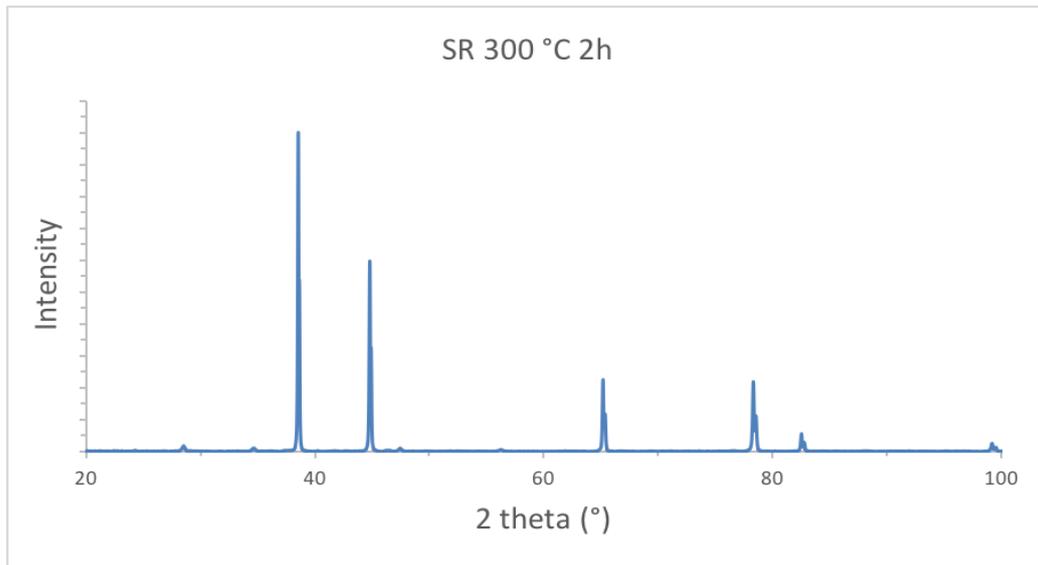


Figura 5.22: spettro XRD del campione trattamento di stress relieving a 300 °C per 2h

Nella Figura 5.23 è proposto un confronto tra gli spettri XRD precedenti compreso lo spettro effettuato precedentemente sul campione as-built.

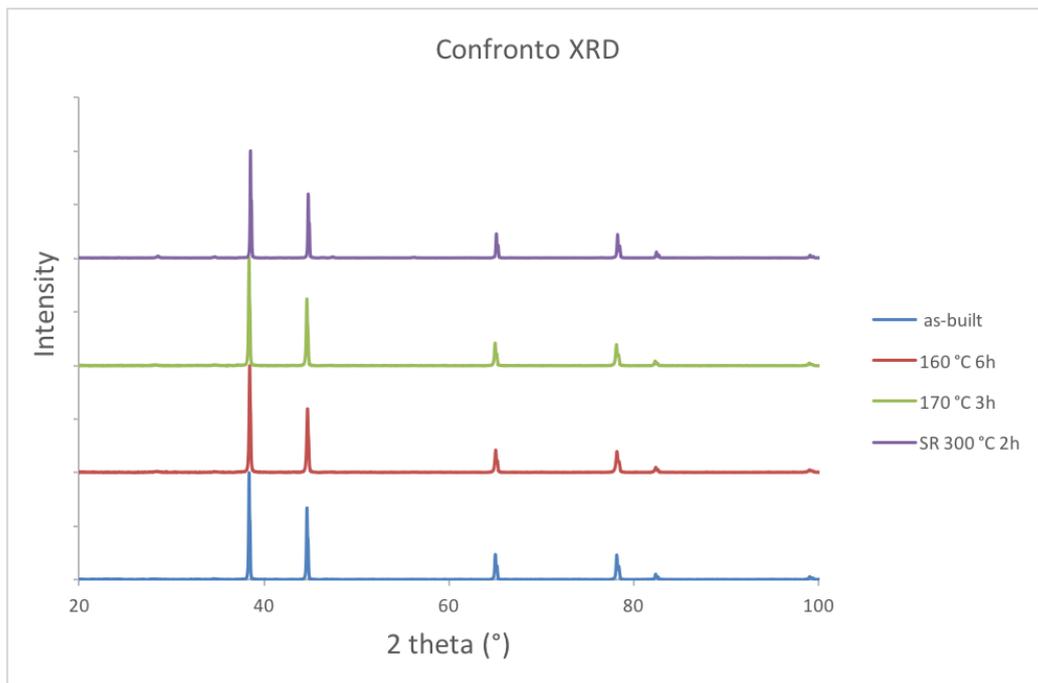


Figura 5.23: confronto tra spettri XRD

Da questo grafico si può facilmente notare come i picchi che prevalgono sono sempre quelli della fase α -Al, ma già dal grafico del campione invecchiato a 160 °C per 6h si iniziano a vedere dei picchi in prossimità dell'angolo 2θ pari a circa 30° e 35°. Questi

picchi si riescono a notare meglio guardando lo spettro del campione invecchiato a 170 °C per 3h, ma si notano distintamente solo nello spettro del campione su cui è stato effettuato un trattamento di stress relieving. Il picco riguarda la precipitazione della fase.

Dopo l'analisi XRD sono state effettuate delle altre analisi termiche differenziali sui campioni che sono stati invecchiati a 170 °C per 1h, 2h, 3h, e 4h per vedere se comparissero altri picchi oltre a quello già visto nell'as-built.

Nella Figura 5.24 è riportato il grafico con le curve delle varie delle analisi DTA messe a confronto.

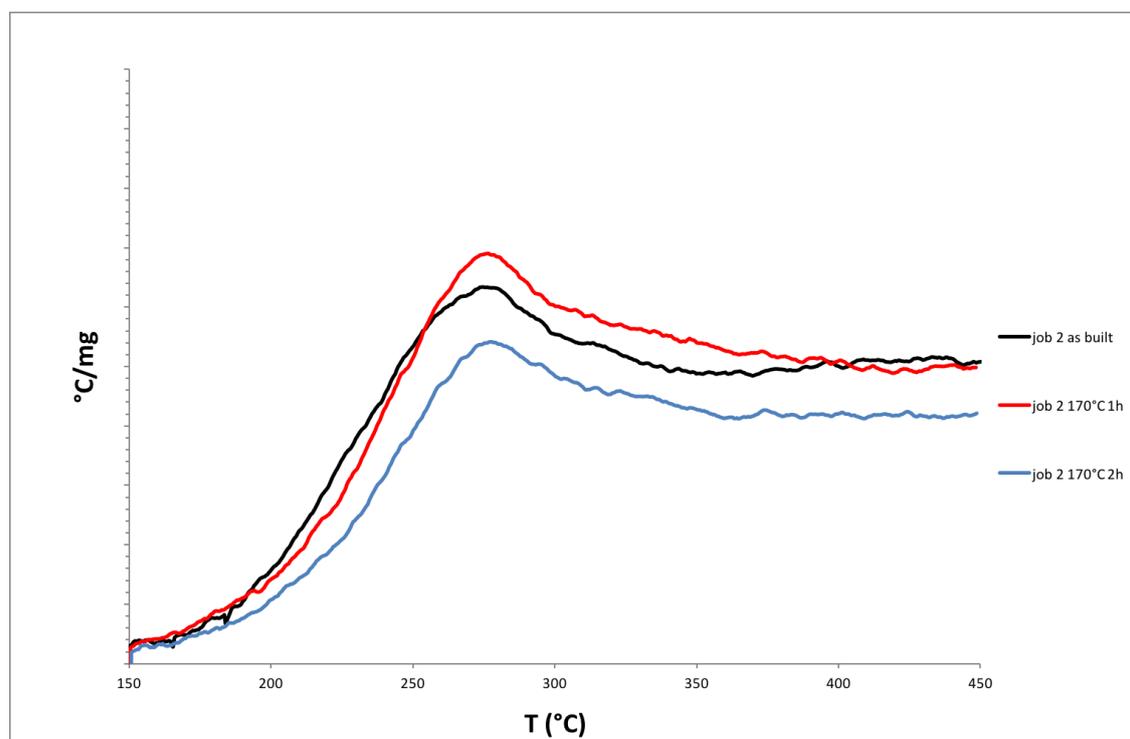


Figura 5.24: 5 analisi DTA messe a confronto

Come si può osservare dal grafico riportato in Figura 5.24 non sono comparsi nuovi picchi dopo i vari invecchiamenti.

5.2.5. Proprietà meccaniche

Successivamente sono stati trattati termicamente i 12 provini per le prove a trazione prodotti nel Job 2 con gli stessi trattamenti fin qui analizzati. Quindi 4 campioni sono stati invecchiati a 170 °C per 3 ore, 4 campioni a 160 °C per 6 ore e i rimanenti 4 sono stati testati as-built.

In Figura 5.25 sono riportati i grafici risultanti dai vari test di trazione delle 3 tipologie di trattamenti termici.

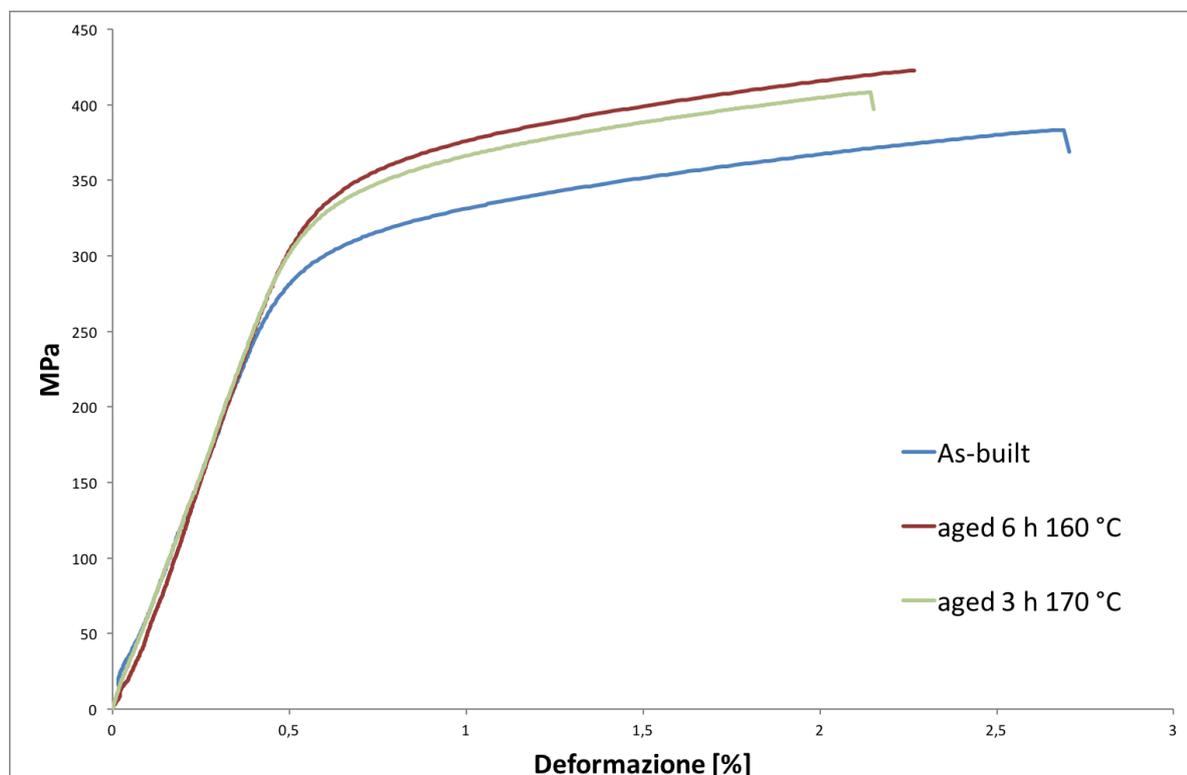


Figura 5.25: Grafici delle prove a trazione

Come ci si poteva aspettare, le prove di trazione confermano quanto analizzato con le prove di durezza, ovvero che il provino invecchiato a 160 °C per 6h è quello che ha riportato la migliore resistenza a trazione. Anche il provino invecchiato a 170 °C per 3h non ha valori molto distanti dal migliore e potrebbe essere più vantaggioso per un eventuale utilizzo industriale perché dimezza i tempi del trattamento. Nella tabella 5.6 e nella Figura 5.26 sono riportate le principali proprietà ricavate dalle prove di trazione dei 3 gruppi di provini e sono messe a confronto tra di loro. I valori riportati sono una media delle 4 prove per ogni gruppo di 4 provini.

Tabella 5.6: principali proprietà ricavate dalle prove di trazione dei 3 gruppi di provini modulo elastico (E_{mod}), resistenza a snervamento (YS), resistenza alla trazione (UTS) e allungamento a rottura (ϵ_r).

	E_{mod} (GPa)	YS (MPa)	UTS (MPa)	ϵ_r (%)
As-built	64 ± 3.8	315 ± 6.0	387 ± 22.0	2.7 ± 0.72
170 °C 3h	67 ± 13.0	316 ± 7.17	370 ± 17.3	2.07 ± 0.44
160 °C 6h	68 ± 4.0	353 ± 6.0	420 ± 12.5	2.4 ± 0.22
Al7075 T6 (Ergal)[36]	72	460	540	6

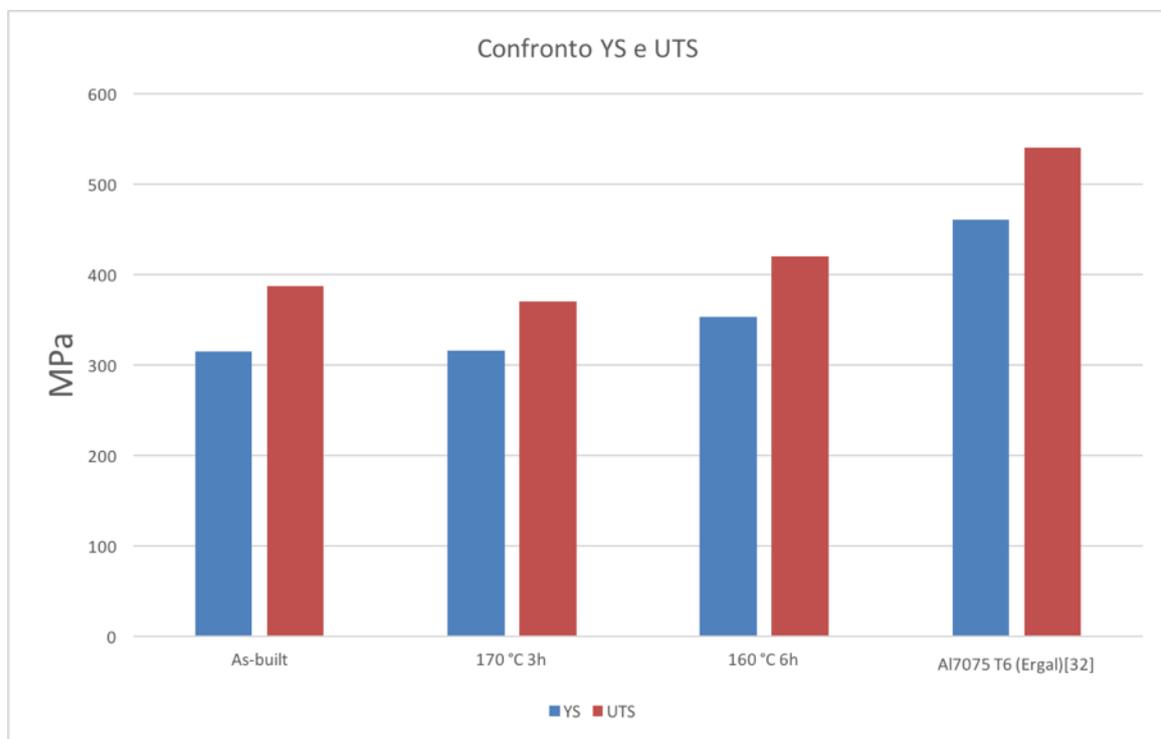


Figura 5.26: confronto tra i valori di YS e UTS dei vari provini e della lega Ergal

Questi risultati sono buoni anche messi a confronto con quelli ottenuti nell'articolo di Kempen et al.[10]

5.2.6. Analisi delle superfici di frattura

Infine, per determinare la modalità di frattura e valutare le possibili correlazioni tra la modalità di frattura e le proprietà meccaniche sono state analizzate le superfici di frattura dei campioni tramite microscopio FESEM e microscopio ottico. Nella Figura 5.27 si può osservare una micrografia effettuata con il microscopio FESEM rilevando gli elettroni secondari, che raffigura la superficie di frattura del provino as-built visto da sopra parallelamente alla linea di carico. Si possono notare i dimple molto fini che confermano la microstruttura molto fine e che indicano una tipologia di frattura duttile.

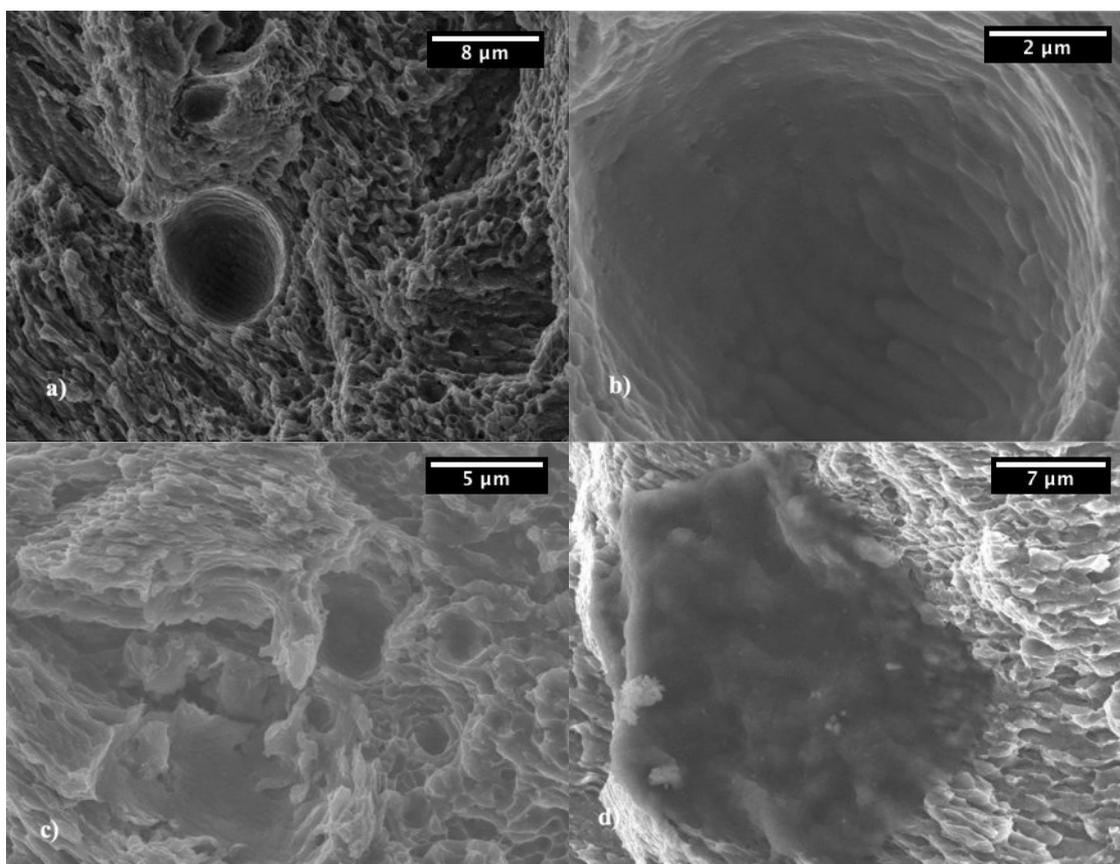


Figura 5.27: micrografie ottenute con elettroni secondari a) e c) superficie di frattura vista da sopra ad ingrandimento 3000X e b) poro sulla superficie di frattura a ingrandimento 12000X d) difetto nella superficie di frattura a ingrandimento 3000X

Nella Figura 5.27 a) e c) si possono vedere i dendriti che sono stati osservati nella prima analisi microstrutturale e dimples. La Figura 5.27 b) permette di osservare ancora meglio i dendriti all'interno di un poro che potrebbe essere anche il luogo da cui è partita a generarsi la cricca, mentre in Figura 5.27 d) oltre alla solita struttura si può notare una macchia più scura che può essere una zona difettuale contenente dell'ossido.

Nella Figura 5.28 si può osservare una micrografia effettuata con il microscopio FESEM rilevando gli elettroni secondari, che raffigura la superficie di frattura del provino invecchiato a 170 °C per 3h visto da sopra parallelamente alla linea di carico.

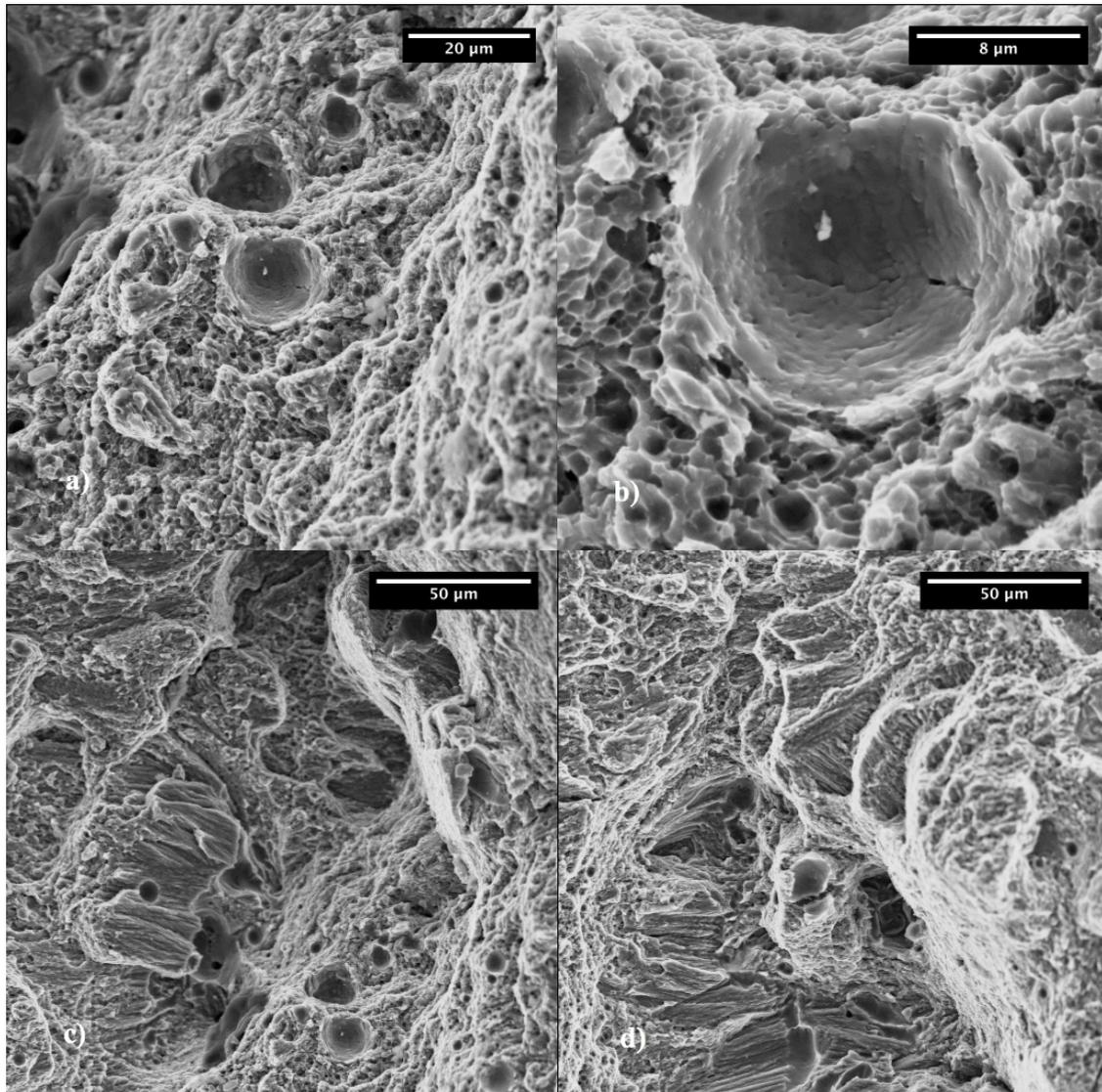


Figura 5.28: micrografie ottenute con elettroni secondari a) superficie di frattura vista da sopra ad ingrandimento 3000X, b) poro sulla superficie di frattura a ingrandimento 10000X c) e d) dimples e grani colonnari sulla superficie di frattura a ingrandimento 1500X

Nella Figura 5.28 a) e b) si possono osservare i dendriti e i pori sulla superficie di frattura come è stato osservato anche nel provino as-built. Nella Figura 5.28 c) e d) invece si può osservare come la frattura si sia sviluppata ai bordi dei grani colonnari e dei dimples, i quali sono caratteristici della frattura duttile come è stato anche osservato nell'articolo di Zang et al.[37].

Nella Figura 5.29 si può osservare una micrografia effettuata con il microscopio FESEM rilevando gli elettroni secondari, che raffigura la superficie di frattura del provino invecchiato a 160 °C per 6h visto da sopra parallelamente alla linea di carico.

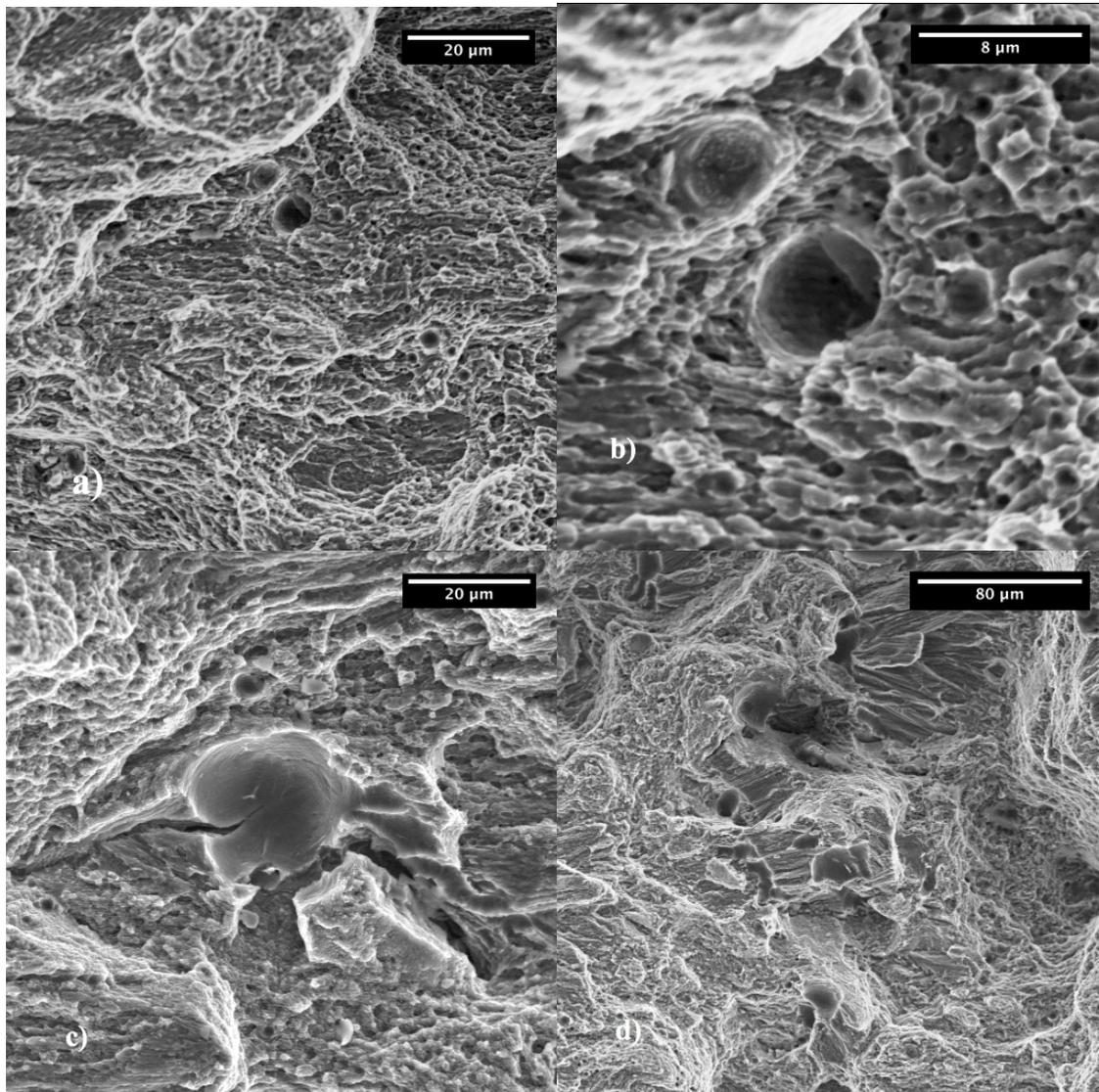


Figura 5.29: micrografie ottenute con elettroni secondari a) superficie di frattura vista da sopra ad ingrandimento 3000X, b) poro sulla superficie di frattura a ingrandimento 10000X c) difetto nella superficie di frattura a ingrandimento 3000X e d) dimples e grani colonnari sulla superficie di frattura a ingrandimento 1000X

Anche in questo provino si può osservare una superficie di frattura simile a quella del provino as-built con la presenza di pori, dendriti, e grani colonnari e dimples che sono stati osservati anche nel provino invecchiato a 170 °C per 3h.

Nella Figura 5.30 invece abbiamo un'immagine stitch che rappresenta la cross-section della superficie di frattura dei 3 provini: as-built, invecchiato a 160 °C per 6h e 170 °C per 3h.

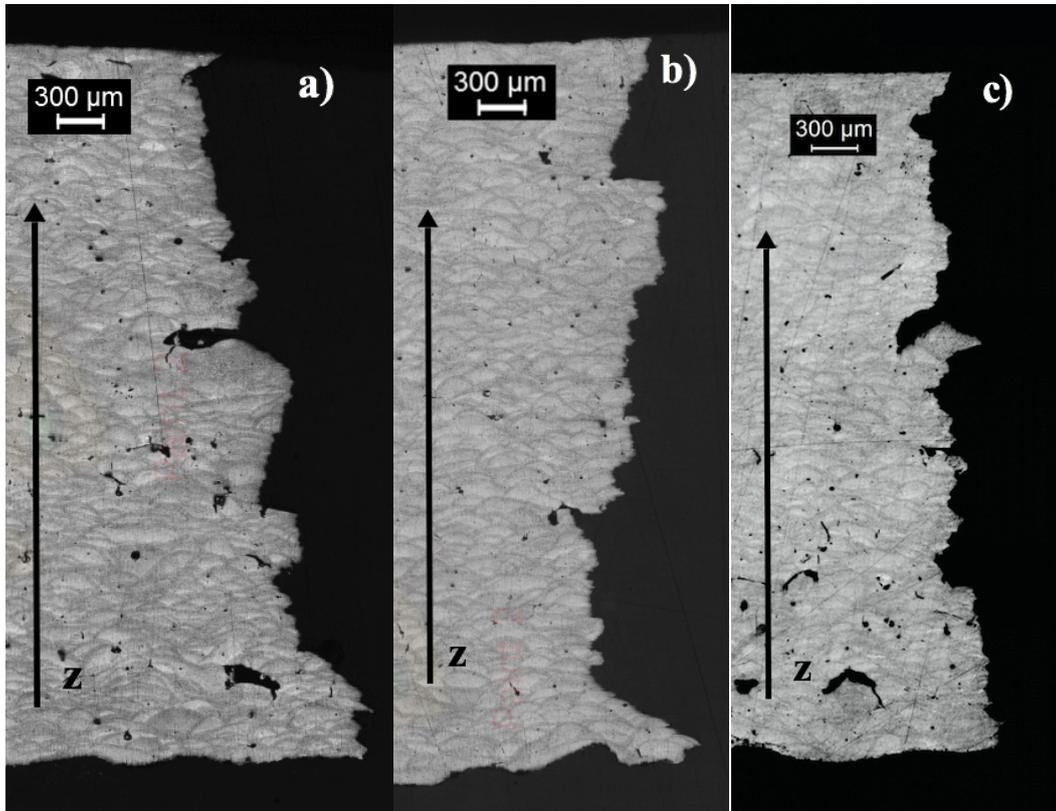


Figura 5.30: Image stitch della superficie di frattura di tre provini invecchiati a a) as-built b) 160 °C per 6h c) 170 °C per 3h

Nella Figura 5.31 a) e b) si possono osservare vari ingrandimenti della Figura 5.30 a) dove sembra che la frattura si sia avviata ai bordi dei melt pool e poi si sia propagata perpendicolarmente al carico di trazione applicato e abbia provocato una rottura dovuta al distacco dei melt pool lungo i loro bordi

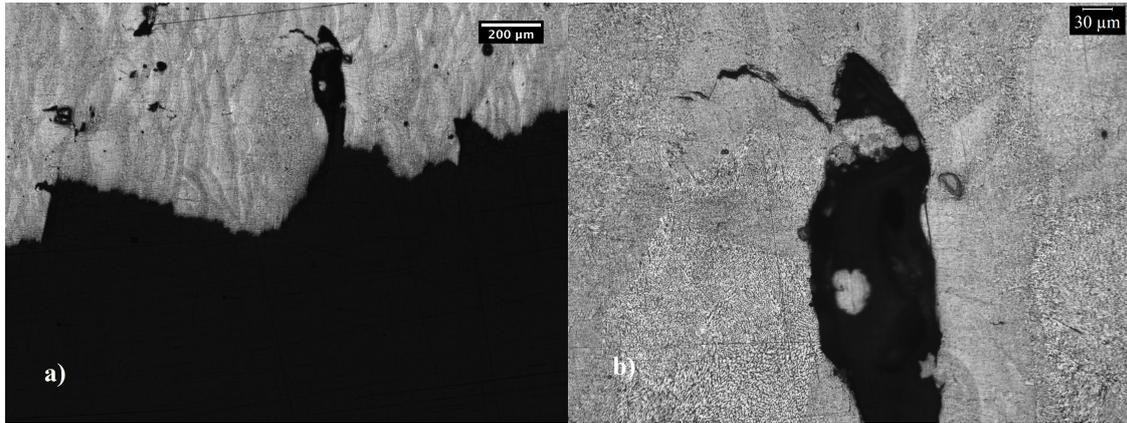


Figura 5.31: micrografia della superficie di frattura della Figura 5.30a a ingrandimento a) 50X b) 200X

Ciò potrebbe essere correlato alla presenza di eutettico, che lo rende più fragile, e alla presenza di difetti come i pori ai bordi dei melt pool, i quali potrebbero essersi formati ai bordi dei melt pool a causa dell'intrappolamento di gas durante il processo di fusione[34] come si può osservare nella Figura 5.31 b).

Nella Figura 5.32 a) e b) si possono osservare diversi ingrandimenti della Figura 5.30 b) del provino invecchiato a 170 °C per 3 h.

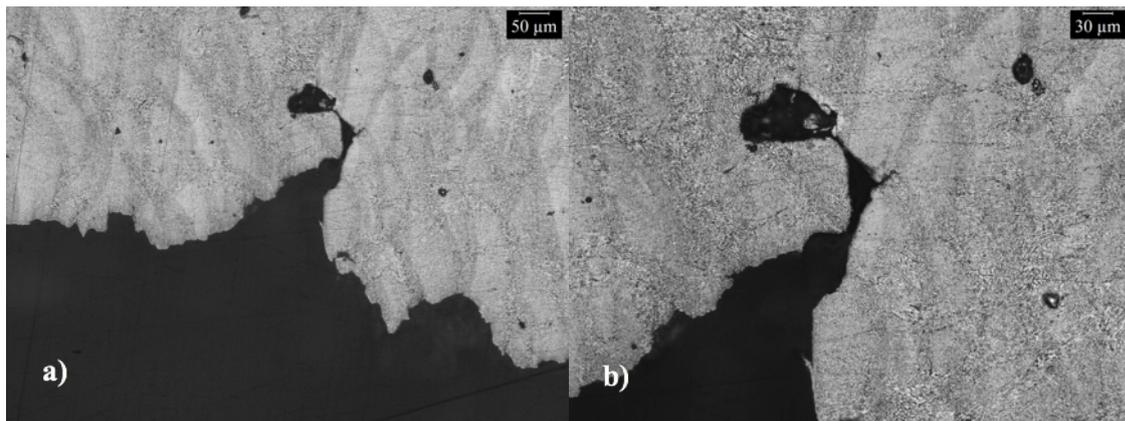


Figura 5.32: micrografia della superficie di frattura della Figura 5.30b a ingrandimento a) 100X b) 200X

Anche qui, come nella superficie di frattura del provino as-built, sembra che la frattura si sia avviata ai bordi dei melt pool e poi si sia propagata perpendicolarmente al carico di trazione applicato e abbia provocato una rottura dovuta al distacco dei melt pool lungo i loro bordi.

Nella Figura 5.33 a) e b) si possono osservare diversi ingrandimenti della Figura 5.30 c) del provino invecchiato a 160 °C per 6 h.

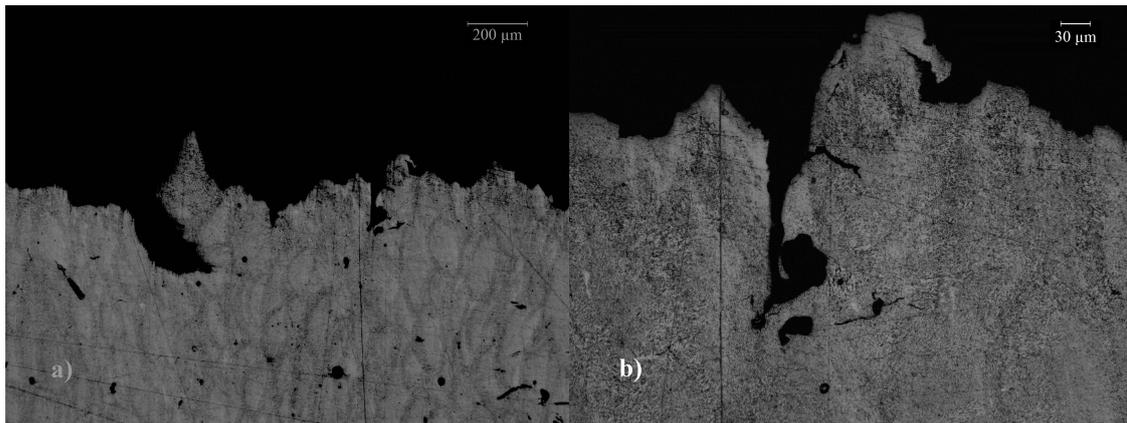


Figura 5.33: micrografia della superficie di frattura della Figura 5.30c a ingrandimento a) 50X b) 200X

Anche per questo provino è stata osservato come nei precedenti che la frattura sia partita da un difetto, come ad esempio un poro, e si sia propagata lungo i bordi dei melt pool.

6. CONCLUSIONI

L'Additive Manufacturing di metalli è un sistema di produzione molto promettente e versatile che in futuro troverà sempre più spazio all'interno di aziende e industrie. Essendo diventato oggetto di studio più approfondito soltanto nell'ultimo decennio, necessita di maggiori studi, un maggior numero di test e di scoprire e ottimizzare i parametri per un numero più elevato di leghe da processare. È stato proprio questo il principale obiettivo di questo lavoro di tesi. Lo studio condotto su questa nuova miscela di polveri, nonostante la scarsa scorrevolezza, ha permesso di ottenere ottimi risultati. Innanzi tutto si sono riusciti ad ottenere dei provini con una densità che varia tra il 99.0% e il 99.2% e privi di cricche. Questo è stato possibile utilizzando i parametri ottimizzati ($P = 195$ W, $h_d = 0.15$, $v = 600$ mm/s, $s = 30$ μ m) della macchina EOSINT M270 per AM e l'aggiunta alla polvere di Al7075 della polvere della lega AlSi10Mg, la quale contenendo silicio ha permesso di ridurre il range di temperatura di solidificazione e fusione e aumentarne la scorrevolezza. Avere la minore porosità possibile è fondamentale per riuscire ad ottenere delle buone proprietà meccaniche ed è stato osservato che maggiore è il VED e minore è la porosità. Dall'analisi FESEM è stato possibile osservare la microstruttura di questa lega che rimane molto di simile alla struttura della lega AlSi10Mg, cioè costituita da una struttura dendritica molto fine con eutettico ai bordi a formare un network. Dalla DTA sul provino as-built è stata rilevata la precipitazione di fasi intermetalliche. Questo risultato ha portato allo studio di diversi trattamenti termici per migliorare le proprietà meccaniche. Dei vari trattamenti termici quello che ha restituito il miglior risultato è stato l'invecchiamento a 160 °C per 6h con una durezza di 143 HB, una YS di 353 MPa, una UTS di 420 MPa e un ϵ_r del 2.4%. Infine è stata eseguita un'analisi delle superfici di frattura dei provini dopo le varie prove di trazione. Questa analisi ha permesso di osservare che le cricche iniziali si iniziano a sviluppare in prossimità dei difetti come dei pori o delle microcricche e si espandono lungo il bordo dei melt pool dove si ha una maggior concentrazione di eutettico che rende la zona più fragile.

Partendo dai dati ottenuti, possibili studi futuri, potrebbero essere orientati verso lo studio di nuovi trattamenti termici nel tentativo di avvicinarsi ancora di più alle proprietà meccaniche della lega Al7075 T6. e si potrebbero testare la resistenza a corrosione, alla torsione e all'urto di questa lega che sembra essere molto promettente.

7. BIBLIOGRAFIA

- [1] D. Herzog, V. Seyda, E. Wycisk, and C. Emmelmann, "Additive manufacturing of metals," *Acta Mater.*, vol. 117, pp. 371–392, 2016.
- [2] D. Ding, Z. Pan, D. Cuiuri, and H. Li, "Wire-feed additive manufacturing of metal components: technologies, developments and future interests," *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 81, no. 1–4, pp. 465–481, 2015.
- [3] 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.
- [4] 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.
- [5] 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.
- [6] D. Manfredi *et al.*, "World ' s largest Science , Technology & Medicine Open Access book publisher Additive Manufacturing of Al Alloys and Aluminium Matrix Composites (AMCs)," 2014.
- [7] C. Brice, R. Shenoy, M. Kral, and K. Buchannan, "Precipitation behavior of aluminum alloy 2139 fabricated using additive manufacturing," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 648, pp. 9–14, 2015.
- [8] D. D. Gu, W. Meiners, K. Wissenbach, and R. Poprawe, "Laser additive manufacturing of metallic components: materials, processes and mechanisms," *Int. Mater. Rev.*, vol. 57, no. 3, pp. 133–164, 2012.
- [9] 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.
- [10] 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.
- [11] J. Wu, X. Q. Wang, W. Wang, M. M. Attallah, and M. H. Loretto, "Microstructure and strength of selectively laser melted AlSi10Mg," *Acta Mater.*, vol. 117, pp. 311–320, 2016.
- [12] K. Kempen, L. Thijs, E. Yasa, M. Badrossamay, W. Verheecke, and J. P. Kruth, "Process Optimization and microstructural analysis for Selective Laser Melting of AlSi10Mg," *Solid Free. Fabr.*, pp. 484–495, 2011.
- [13] 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.
- [14] M. L. Montero Sistiaga *et al.*, "Changing the alloy composition of Al7075 for better processability by selective laser melting," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 238, pp. 437–445, 2016.
- [15] A. Calatayud, M. Rodenas, C. Ferrer, V. Amigo, and M. D. Salvador, "Effect of welding on the microstructure and stress corrosion cracking susceptibility of AA7028 alloy Effect of welding on the microstructure and stress corrosion cracking susceptibility of AA7028 alloy," vol. 7116, no. September, 2017.

- [16] Z. J. Lu, W. J. Evans, J. D. Parker, and S. Birley, "Simulation of microstructure and liquation cracking in 7017 aluminium alloy," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 220, no. 1–2, pp. 1–7, 1996.
- [17] N. Kaufmann, M. Imran, T. M. Wischeropp, C. Emmelmann, S. Siddique, and F. Walther, "Influence of process parameters on the quality of aluminium alloy en AW 7075 using Selective Laser Melting (SLM)," *Phys. Procedia*, vol. 83, pp. 918–926, 2016.
- [18] EOS GmbH - Electro Optical Systems, "http://gpiprototype.com/images/PDF/EOS_Aluminium_AlSi10Mg_en.pdf," vol. 49, no. 0, pp. 1–5, 2014.
- [19] "http://www.lpwtechnology.com/wp-content/uploads/2016/11/LPW_Powders_Brochure.pdf." .
- [20] "<http://www.labulk.com/wp-content/uploads/2013/06/free-flowing-metal-powders-apparent-density-hall-flowmeter-funnel.gif>," p. 2013, 2013.
- [21] "https://patentimages.storage.googleapis.com/WO2011009873A2/imgf000005_0001.png." .
- [22] "<http://www.fritsch-international.com/particle-sizing/static-light-scattering/details/product/laser-particle-sizer-analysette-22-nanotec-measuring-unit/>," p. 22.
- [23] "[http://www.alfatest.it/public/images/laser_diffraction_system\(1\).gif](http://www.alfatest.it/public/images/laser_diffraction_system(1).gif)." .
- [24] "http://www.eos.info/fileadmin/user_upload/newsletter/Bilder_2_2010/EOSINT_M_270_DM.jpg." .
- [25] A. B. Spierings, M. Schneider, and R. Eggenberger, "Comparison of density measurement techniques for additive manufactured metallic parts," *Rapid Prototyp. J.*, vol. 17, no. 5, pp. 380–386, 2011.
- [26] "https://www.wotol.com/images/thumbs/180x180/483865_1c3328236351dd1101d39ffb9178ec91.jpg," p. 483865.
- [27] "http://www.presi.com/278-large_default/mecatech-234.jpg." .
- [28] "http://www.leica-microsystems.com/typo3temp/_processed_/csm_DMI5000_M_1_11_6790499d8f.jpg," p. 6790499.
- [29] "<http://media.labcompare.com/m/1/product/42680-400x300.jpg>." .
- [30] "<http://www.temaflux.com/wp-content/uploads/2016/01/Durometro-Wolpert.png>." .
- [31] T. O. Standard, "ASTM 10 - 01 Standard Test Method for Brinell Hardness of Metallic Materials," *Am. Soc. Test. Mater.*, pp. 1–9, 2004.
- [32] "http://unica2.unica.it/~corrias/ANNA/Didattica/Lezione_an-term%202010-2011.pdf." .
- [33] "<https://www.zwick.com/-/media/images/redaktions-bilder/modernisierungen/zwick/retroline-testcontrol-tc-ii-allroundline/tpm/z100/98463.png?w=338&hash=F6325BC0569569EA3DC79A18EA4639E206E85D62>," p. 569569.
- [34] H. Asgari, C. Baxter, K. Hosseinkhani, and M. Mohammadi, "On microstructure and mechanical properties of additively manufactured AlSi10Mg_200C using recycled powder," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 707, no. September, pp. 148–158, 2017.
- [35] 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.*, vol. 31, no. 8, pp. 917–923, 2015.
- [36] “<http://www.aviometal.com/aa7075.php>.” .
- [37] H. Zhang, H. Zhu, T. Qi, Z. Hu, and X. Zeng, “Selective laser melting of high strength Al-Cu-Mg alloys: Processing, microstructure and mechanical properties,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 656, pp. 47–54, 2016.

8. RINGRAZIAMENTI

In queste poche righe vorrei ringraziare innanzi tutto il Politecnico di Torino e tutti i professori che in questi anni mi hanno permesso di approfondire i miei studi in questo ambito e di formarmi per il mio futuro professionale.

Desidero ringraziare il professor Pavese per avermi permesso di lavorare in questo gruppo e a questo progetto e la Dr. Alberta Aversa per avermi spiegato, aiutato e seguito durante tutto il lavoro di tesi con la massima disponibilità.

Ringrazio Flaviana Calignano, Diego Manfredi e Massimo Lorusso per aver messo a disposizione i macchinari in IIT.

Un grande ringraziamento va ai miei genitori che con i loro sacrifici mi hanno permesso di studiare e raggiungere questo traguardo e mi hanno supportato e sopportato anche durante i periodi più stressanti.

Infine ringrazio i miei fratelli, tutti i miei cari e i miei amici, che in un modo o nell'altro mi hanno aiutato a raggiungere questa meta.