



UNIVERSITA' POLITECNICA DELLE MARCHE

FACOLTA' DI INGEGNERIA

Corso di Laurea triennale in Ingegneria Meccanica

**Analisi microstrutturale di microstrutture reticolari in superlega
di nichel fabbricate tramite fusione a letto di polvere**

**Microstructural analysis of superalloy nickel reticular
microstructures fabricated by power bed fusion**

Relatore:

Prof.ssa Eleonora Santecchia

Tesi di Laurea di:

Luigi Olivieri

A.A. 2021 / 2022

INDICE

INTRODUZIONE	2
1. Tecnologie di additive manufacturing	3
1.1 Additive Manufacturing	3
1.2 Processi di additive manufacturing	5
1.2.1 Binder Jetting.....	5
1.2.2 Direct Energy Deposition	6
1.2.3 Material Extrusion	6
1.2.4 Power Bed Fusion.....	7
1.2.4.1 Selective Laser Melting.....	7
1.3 Strutture reticolari fabbricate tramite Additive Manufacturing	9
2. Le superleghe di Nichel	11
2.1 INCONEL 718	11
2.2 Trattamenti termici tipici dell'INCONEL 718 e delle superleghe di Nichel	14
3. Procedure sperimentali.....	17
3.1 Provini	17
3.2 Preparazione dei campioni	18
3.2.1 Elettroerosione	18
3.2.2 Bagno in ultrasuoni.....	19
3.2.3 Assottigliamento meccanico e lucidatura	20
3.2.4 Osservazione al microscopio ottico	22
3.2.5 Attacco chimico	23
3.3 Microscopia ottica.....	26
3.4 Microscopia elettronica a scansione.....	28
4. Risultati Sperimentali.....	31
4.1 Caratterizzazione dei vuoti.....	31
4.1.1 Image J.....	31
4.2 Analisi excel.....	33
4.3 Foto all'ottico pre e post attacco chimico	35
4.3.1 Pre-attacco chimico	35
4.3.2 Post attacco chimico	36
CONCLUSIONI	38
BIBLIOGRAFIA	39

INTRODUZIONE

L'argomento di questo lavoro è lo studio metallografico di due provini di acciaio provini in struttura reticolare realizzati tramite il processo additivo di "selective laser melting" in Inconel 718, una superlega che presenta eccezionali proprietà meccaniche e chimiche e con una considerevole resistenza termica che permette l'applicazione in campo aerospaziale, impianti olio/gas e turbomachinery. Andranno studiati diversi campioni di cui uno con le caratteristiche as-built, cioè appena fabbricato, mentre l'altro sottoposto a ulteriori trattamenti termici. La loro struttura è a cella FCCZ o Gyroid e dopo osservazione generale si andrà a studiare più dettagliatamente la struttura Gyroid. Le prove sono state effettuate ad alta temperatura viste le circostanze e l'ambiente a cui poi dovranno essere sottoposte sotto sforzo nei loro ambiti. Lo studio in ambito metallografico è stato effettuato catturando delle foto al microscopio ottico sulle quali sono stati caratterizzati i vuoti tramite software, tutto ciò ovviamente dopo sezionamento del provino, bagno in ultrasuoni e lucidatura "a specchio". Successivamente si è passati alla caratterizzazione microstrutturale, sempre al microscopio ottico, post attacco chimico. Nel seguito di questa discussione sono state analizzate in capitoli tutte le caratteristiche approfondite del materiale prima e dopo trattamento termico, le procedure sperimentali durante la preparazione dei campioni e i rispettivi risultati, traendone le conclusioni.

1. Tecnologie di additive manufacturing

Questo capitolo è dedicato alle caratteristiche principali della nuova tecnologia di additive manufacturing, in cui fra le diverse tecniche di fabbricazione che racchiude si andrà ad approfondire la Selective Laser Melting (SLM) che è racchiusa nel gruppo della stampa tramite fusione a letto di polvere. Si andrà poi anche ad approfondire le strutture reticolari complesse dei metalli da lavorare, riproducibili solo tramite stampa 3D.

1.1 Additive Manufacturing

Il nome additive manufacturing (AM) si riferisce a una varietà di processi di produzione di componenti tridimensionali basati su un modello CAD 3D, creati effettuando lo slicing del file corrispondente all'aggiunta di strati di materiale fino al raggiungimento della forma desiderata. La necessità di optare per questa tecnologia è dovuta al fatto che è possibile non solo di ridurre le perdite di materiale presenti nelle comuni lavorazioni di asportazioni di truciolo, di fonderia o fucinatura (per quanto riguarda i materiali metallici), ma anche di creare modelli più funzionali e forme geometriche più complesse, non riproducibili con i metodi classici, adatte al compito specifico da svolgere. Un altro aspetto rivoluzionario sta nel fatto che non è richiesto alcun attrezzo individuale, questo la rende una tecnologia ideale per rapide prototipazioni e produzioni, il che implica anche a un minor impatto energetico ed ecologico. In generale, i materiali utilizzabili per la stampa 3D possono essere compositi, cere, termoplastiche, fibre, resine e materiali metallici. La catena di produzione, come si può osservare in Figura 1.0, parte della creazione di un modello 3D tramite software CAD da cui poi si andrà ad elaborare il file STL per definire orientamento, direzione di accrescimento e supporti. Successivamente si opera con lo slicing, cioè la suddivisione in strati (tramite il software della

stampante) dove si andranno a definire appunto lo spessore di ognuno di essi, i parametri di processo e i tempi e costi di produzione [6].

Una volta terminata questa operazione e completata anche la stampa 3D dell'oggetto, nella maggior parte dei casi il componente non è ultimato del tutto poiché è possibile che non si siano raggiunte le proprietà meccaniche ottimali o la superficie non sia levigata abbastanza o debba essere separata dai supporti prima della stampa. Questi sono certamente difetti su cui si sta svolgendo ancora ricerca visto che si sta trattando di una tecnologia innovativa, anche se si è già scoperto che se lo slicing viene fatto considerando un numero di superfici maggiori, il pezzo appena stampato risulterà più omogeneo. Altre problematiche sono dovute sicuramente anche dal tipo di materiale che si sceglie di utilizzare, ma ci soffermeremo solo sulle leghe metalliche (quali le leghe di alluminio, le leghe di acciaio, le leghe di titanio, gli alluminuri di titanio e le superleghe di nichel [1]) poiché una volta ultimato il pezzo riescono a dare proprietà meccaniche di gran lunga superiori a quelle conferite dagli altri tipici materiali usati nel campo. Esse vengono adoperate dalla stampante tramite il processo di fusione a filo o a polvere permesso da una fonte di energia, tipicamente laser o raggio di elettroni.



Figura 1.1

Viene illustrata la sequenza dei passaggi di un processo generico di additive manufacturing. (Fonte: ridix.it)

1.2 Processi di additive manufacturing

Le principali tecniche per la fabbricazione dei componenti metallici tramite questa tecnologia sono divise in più categorie:

1.2.1 Binder Jetting

Questa tecnologia consiste nell'applicazione di un getto di materiale legante su un letto di polvere, guidato dalla tecnologia CAD, che forma la sezione trasversale di ogni strato che comporrà il pezzo ultimato. Successivamente si procede con l'indurimento e la rimozione della polvere in eccesso. Poi si arriva alla sinterizzazione e deceratura, che andranno a migliorare la solidità e la microstruttura. Questo processo a differenza di molti altri ha il vantaggio di non avere l'ausilio di gas inerti, poiché le temperature raggiunte sono basse e non favoriscono la formazione di ossidi sulla superficie del materiale [2].

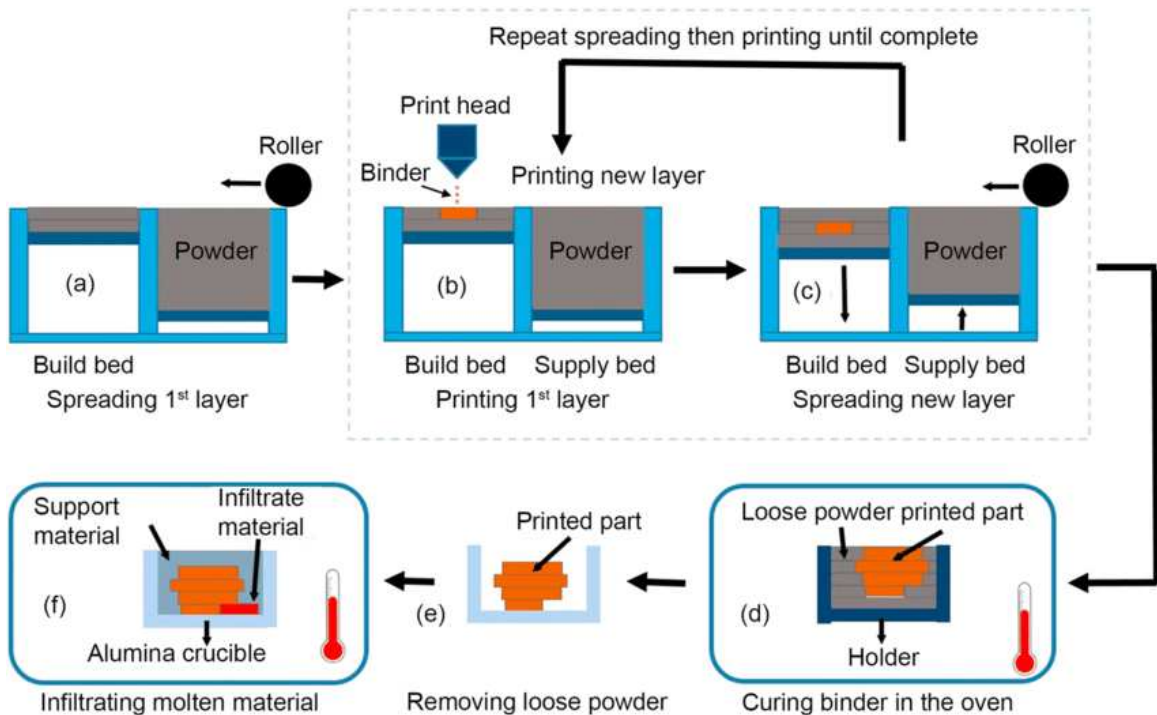


Figura 1.2 Rappresentazione processo di Binder Jetting. (Fonte: [12])

1.2.2 Direct Energy Deposition

Essa comprende tre metodi, la Laser Metal Deposition (LMD) che consiste in un raggio laser che va a formare una “piscina” di fusione su un substrato metallico in cui viene immessa polvere per aggiungere materiale; la Laser Engineering Net Shape (LENS) che è molto simile alla precedente tranne il fatto che in questo caso si usa più spesso un filo invece che polvere metallica, per rendere la forma post processo più vicina possibile a quella del pezzo ultimato (come suggerisce appunto il nome “net shape”); mentre l’Electron Beam Additive Manufacturing (EBAM) si serve di un fascio di elettroni per compiere la fusione del filo, a differenza della LENS.

1.2.3 Material Extrusion

Si tratta di una tecnica molto conveniente poiché non necessita di apparecchiature complesse come è solito adoperare nel campo della stampa 3D, per questo richiedono dei costi minori sia all’acquisto che durante il mantenimento. Questo però a discapito della qualità del pezzo, che viene appunto ottenuto posizionando e modellando a mano a mano degli strati metallici semi-solidi precedentemente ammorbiditi su una struttura di supporto, infatti sono comunemente presenti fenomeni come la scarsa adesione degli strati o la porosità che impongono dei necessari trattamenti post fabbricazione. Sotto sono riportate in figura le tre modalità in cui può essere eseguita questa tecnologia in funzione dello stato in cui si trova la materia prima [5][6].

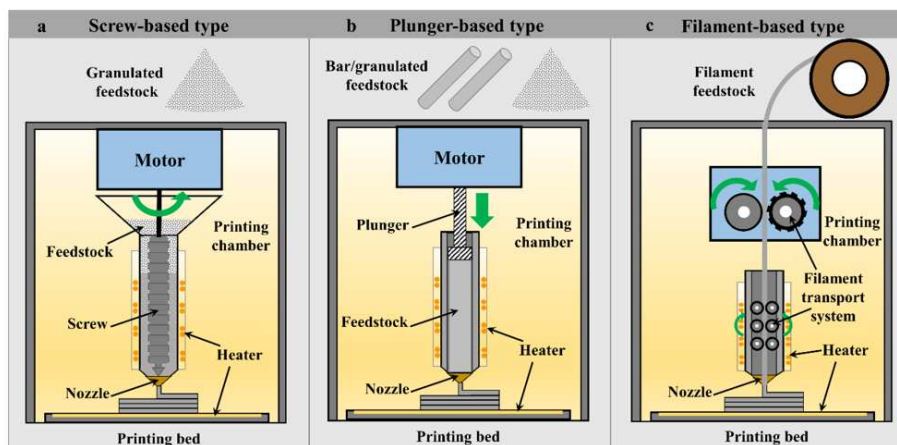


Figura 1.3 Illustrazione dei 3 principali metodi di Material Extrusion di materiali metallici. (Fonte: [10])

In particolare però, ci concentreremo di più sulla:

1.2.4 Power Bed Fusion

Comprende la Direct Metal Laser Sintering (DMLS) e la Selective Laser Melting (SLM) che permettono di stampare parti metalliche fondendo con un fascio laser la polvere metallica strato dopo strato fino al completamento del pezzo, e la Electron Beam Melting (EBM) che a differenza delle altre due, porta a temperatura di fusione il materiale tramite un fascio di elettroni.

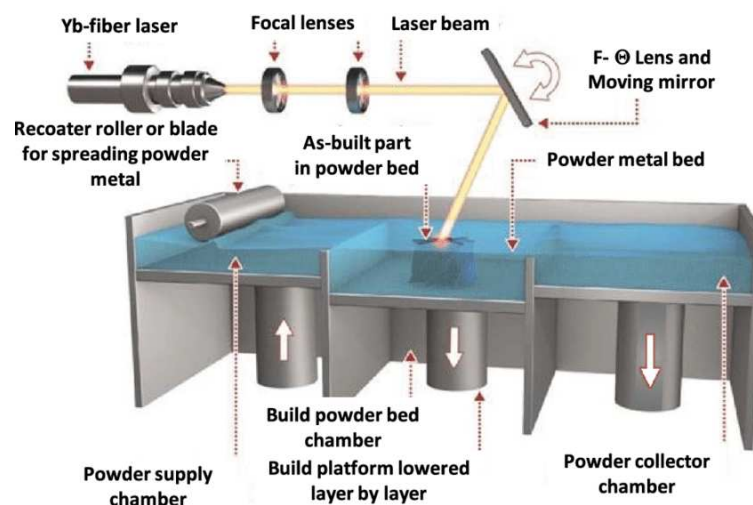


Figura 1.4 Illustrazione di un processo di Power Bed Fusion, Selective Laser Melting. (Fonte: [11])

1.2.4.1 Selective Laser Melting

La Selective Laser Melting è la più utilizzata fra quelle di questa categoria ed è quella su cui ci andremo a soffermare meglio. L'operazione consiste in un raggio laser che colpisce la superficie di un sottile strato di polvere metallica precedentemente depositato su un substrato. Il processo di formatura segue il percorso di scansione del raggio laser. Ogni sezione trasversale (strato) della parte viene appunto divisa in "strisce" (vettori) di polvere fusa dettate dallo scorrimento del laser sui rispettivi canali individuati durante lo slicing. La qualità di ogni singolo livello e vettore utilizzato in questa tecnica determina il risultato dell'oggetto. Trovare i valori ideali della potenza del laser e della

velocità di scansione è essenziale poiché hanno una forte influenza sulle caratteristiche della parte (porosità, durezza e proprietà meccaniche).

La temperatura raggiunta nell'intorno del campo di fusione è un parametro fondamentale per la stabilità del processo e la qualità del risultato perché influisce sulla liquefazione e la sinterizzazione in fase solida o in fase liquida.

Per la tecnologia SLM le variabili di processo principali sono quindi:

- polvere: composizione, distribuzione delle dimensioni, forma, proprietà ottiche e di trasferimento di calore, spessore dello strato depositato per ogni ciclo di fabbricazione.
- laser: potenza, dimensioni del punto, distribuzione spaziale del fascio, velocità di scansione e tipo di gas inerte usato come protezione dalle ossidazioni.
- strategia di fabbricazione: divisione in piani per sinterizzare la polvere su un certo numero di strisce (vettori) solidificate, definizione di orientamento e distanza tra di esse, determinazione delle posizioni relative delle strisce in due piani consecutivi. Una tendenza abbastanza evidente per la miniaturizzazione di dispositivi e componenti in più applicazioni rende importante sviluppare processi definibili e ripetibili di oggetti di produzione con strutture interne di dimensioni che possono essere anche inferiori a 1 mm. L'uso della tecnologia SLM a questo scopo dimostra una notevole promessa e quindi richiede uno sforzo di ricerca per massimizzare la stabilità e l'accuratezza del processo rispetto alle dimensioni desiderate del prodotto finale. [2]

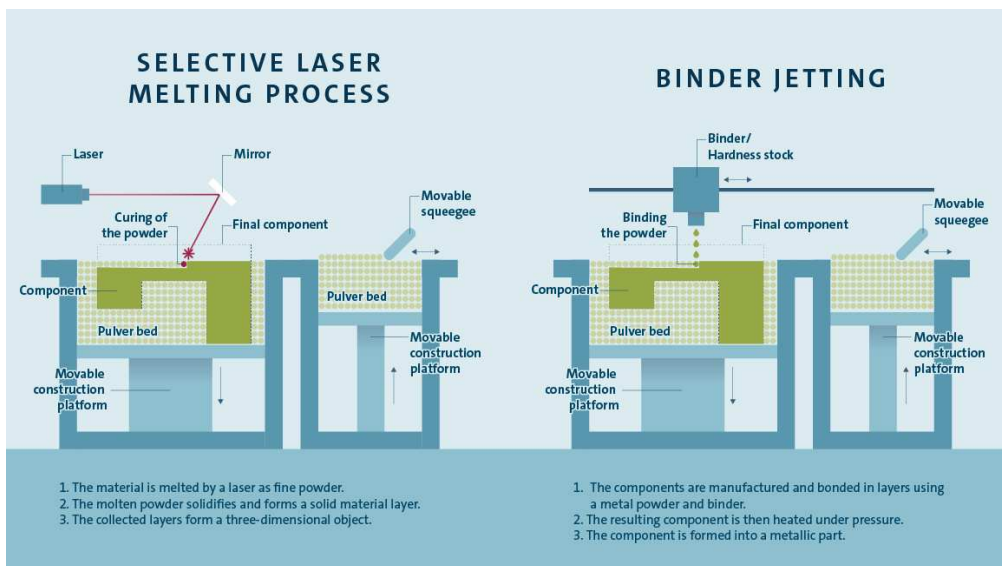


Figura 1.5 Nella figura si possono osservare le principali differenze pratiche fra quello di selective laser melting e binder jetting. (Fonte: additivelab.com)

I parametri in termini matematici posso esprimersi come: potenza laser $P(W)$, diametro del punto focalizzato $D(\mu m)$, velocità di scansione $V(mm/s)$, distanza tra le linee di fusione distanza di tratteggio $h(mm)$, spessore dello strato $t(mm)$ e temperatura di preriscaldamento della camera e della piattaforma di costruzione $T(^{\circ}C)$. La densità di energia $E(J/mm^3)$ che ha contribuito a un volume di materiale fuso, deriva da alcuni di questi parametri di processo.[21] Si può quindi dedurre l'equazione:

$$E = \frac{P}{V \cdot h \cdot t}$$

1.3 Strutture reticolari fabbricate tramite Additive Manufacturing

Le tecnologie di Additive Manufacturing consentono di realizzare geometrie non riproducibili dagli altri metodi tipici di fabbricazione. Un tipico esempio sono le strutture reticolari, ossia quelle strutture ottenute ripetendo una cella elementare fino a riempire completamente una porzione della parte.

Tali strutture hanno sia una rigidità, sia una resistenza nettamente inferiore a quelle del solido pieno; in genere quindi, si realizzano in zone poco sollecitate del pezzo, lasciando una porzione di solido sufficiente a trasmettere i carichi in gioco, oppure in modo da garantire la desiderata cedevolezza al pezzo stesso. Si deve poi tener presente che queste strutture, oltre ai normali meccanismi di cedimento, possono anche essere soggetti a problemi di instabilità locale. Esse sono quindi convenienti per aspetti principalmente economici per il notevole risparmio di materiale e quindi alla conseguente leggerezza del pezzo, rispetto a uno realizzato da sezioni piene. [7]

Le proprietà meccaniche dei solidi composti da queste strutture dipendono da:

- Le proprietà del materiale come la densità ρ , il Modulo di Young E , e le tensioni massime di snervamento e a rottura (rispettivamente σ_s e σ_r);
- La densità relativa $\tilde{\rho}/\rho$, cioè la densità del volume occupato dalla struttura reticolare e quella del materiale;

- La topologia della cella elementare, che è definita dalla distribuzione spaziale dei giunti e delle struts o delle facce della cella unitaria e provoca eventualmente l'anisotropia della struttura;
- La grandezza della cella, che non influenza le proprietà meccaniche ma quelle termiche.

Una volta definito il materiale, uno dei parametri più importanti è la topologia cellulare, vale a dire il modo in cui i nodi che compongono le cellule sono interconnessi. Ciò ha una notevole influenza sulle proprietà meccaniche della struttura, come il modulo di Young, la resistenza allo snervamento e il tipo di deformazione.

I tipi di cella si possono osservare in Figura 1.6 dove vengono di fianco riportati tre numeri: il numero di “travi” “b” presenti in essa, il numero di giunzioni “j” e il numero di Maxwell “M”, risultato di un criterio che va a individuare il livello di resistenza al tipo di carico, cioè se più adatto a quello di torsione o trazione/compressione. In base al tipo di travatura si ha:

- Per travatura bi-dimensionale $M = b - 2j + 3$
- Per travatura tri-dimensionale $M = b - 3j + 6$











Cells	Beam, b	Joints, j	Maxwell number, M	Cells	Beam, b	Joints, j	Maxwell number, M		
BCC		8	9	-13	F2CCZ		28	14	-8
BCCZ		12	9	-9	FBCXZY		44	15	5
FCC		16	12	-14	OCTET TRUSS		36	14	0
FCCZ		20	12	-10	BCCXYZ		20	9	-1
F2CC		24	14	-12	DOUBLE GYROID		/	/	/

Figura 1.6 Tipi di celle di strutture reticolari realizzate tramite Additive Manufacturing (Fonte: [9])

2. Le superleghe di Nichel

Le superleghe di nichel sono una classe di leghe metalliche con un'eccezionale combinazione di durezza alle alte temperature, tenacità, e resistenza alla corrosione dagli agenti ossidanti. Essa è largamente utilizzata nelle turbine degli aeromobili e degli impianti a gas, nei motori dei razzi, e anche negli impianti chimici e nelle centrali nucleari.

La ricerca e lo studio di queste leghe durante gli ultimi decenni hanno portato allo sviluppo di leghe che possono tollerare temperature medie di 1050°C con occasionali excursus (o zone più colpite dal calore come quelle vicino all'assottigliamento del profilo alare delle turbine) fino a 1200°C, cioè circa il 90% del punto di fusione del materiale. [13]

Questa categoria di leghe è usata moltissimo per fabbricare componenti tramite l'additive manufacturing; infatti, generalmente il materiale non trattato si vende sotto forma di polvere.

Una superlega appartenente a questa classe e che è molto usata nella fabbricazione tramite stampa 3D è l'INCONEL 718 che verrà approfondita nel paragrafo successivo.

2.1 INCONEL 718

Il primo a sviluppare una superlega di nichel resistente alla corrosione fu Monel, nel 1906. Più tardi, negli anni '40, Wiggin Alloys di Hereford, in Inghilterra, sviluppò le superleghe INCONEL da utilizzare nei motori a reazione. Nel 1959, la International Nickel company sviluppò la superlega INCONEL 718 dopo diversi tentativi, con lo scopo di costruire una robusta lega rinforzabile tramite i processi di solubilizzazione e invecchiamento. In seguito, secondo gli standard API, la lega ha ricevuto una significativa attenzione come materiale per le industrie nucleari, petrolifere e del gas, e

veniva impiegata nella fabbricazione di strumenti di perforazione e attrezzature per pozzi di prelevamento.

L'INCONEL 718 è quindi una superlega di nichel, dotata di eccellenti proprietà meccaniche sia a temperature elevate che criogeniche, facilmente lavorabile e spesso indurita a caldo. Il picco delle sue prestazioni lo può raggiungere nel range di temperature compreso fra i -253°C e i 705°C e presenta un'ottima resistenza a corrosione in ambiente ossidante fino alla temperatura di 980°C ; ecco perché viene largamente utilizzata in ambienti estremi, come nei componenti delle turbine a gas e dei serbatoi di stoccaggio criogenici, nei motori a reazione, corpi e parti di pompe, motori a razzo e inversori di spinta, distanziatori di elementi di combustibile nucleare, utensili per estrusione a caldo. La combinazione delle sue proprietà ha permesso l'utilizzo della superlega anche in ambito militare nei primi anni '60. Altri usi abbastanza diffusi sono la bullonatura ad alta resistenza e alberi passanti [14].

La microstruttura consiste in una matrice cubica a facce centrate (FCC) rafforzata dalle fasi γ' con formulazione $\text{Ni}_3(\text{Nb},\text{Ti},\text{Al})$ e γ'' con formulazione Ni_3Nb . Nella microstruttura si possono trovare però altre fasi indesiderate come le fasi δ , i carburi (C_x) e i nitruri (TiN) sia nei fabbricati "as-built" che in quelli che hanno fatto il trattamento termico. L'effetto di rafforzamento di questa lega è dato dalla precipitazione delle fasi γ' e γ'' . La fase γ' è una fase cubica coerente alla matrice con una dimensione

Powder chemical composition (wt.-%)		
Element	Min.	Max.
Fe	Rem.	
Ni	50.00	55.00
Cr	17.00	21.00
Nb	4.75	5.50
Mo	2.80	3.30
Ti	0.65	1.15
Al	0.20	0.80
Co	-	1.00
Cu	-	0.30
Si	-	0.35
Mn	-	0.35
Ta	-	0.05
C	-	0.08
S	-	0.015
P	-	0.015
B	-	0.006
Pb	-	0.0005
Se	-	0.0020
Bi	-	0.00003

Figura 2.1 Viene rappresentata la composizione della superlega INCONEL 718. (Fonte: [18])

sferica di circa 20 nm, mentre γ'' è una fase metastabile tetragonale con morfologia paragonabile a dischi ellissoidali sottili. Queste fasi precipitano dalla soluzione solida sovrassatura durante il trattamento termico del doppio invecchiamento, γ' nell'intervallo da 621 °C a 649 °C e γ'' nell'intervallo da 718 °C a 760 °C. [21]

Sono stati utilizzati diversi metodi di Additive Manufacturing per INCONEL 718, vale a dire la direct laser deposition (DLD), la direct electron beam deposition (DEBD), e la selective laser melting (SLM), ma secondo le statistiche quella più usata è proprio quest'ultima, come si può osservare in Figura 2.2. Uno dei principali problemi, però, che impediscono l'uso diffuso del metodo AM per la produzione di parti critiche è l'incertezza nell'integrità meccanica; le parti infatti sono talvolta limitate

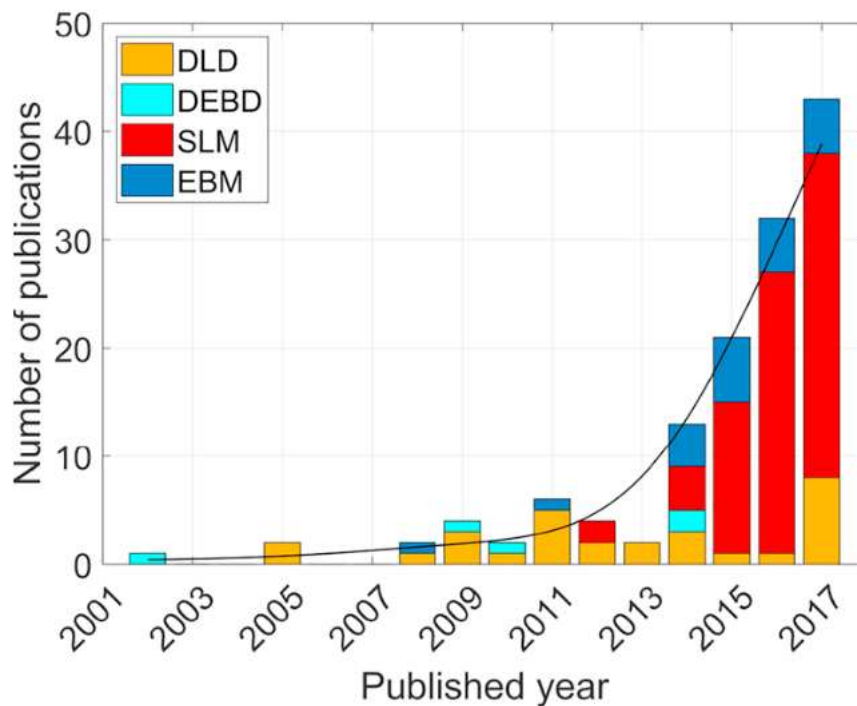
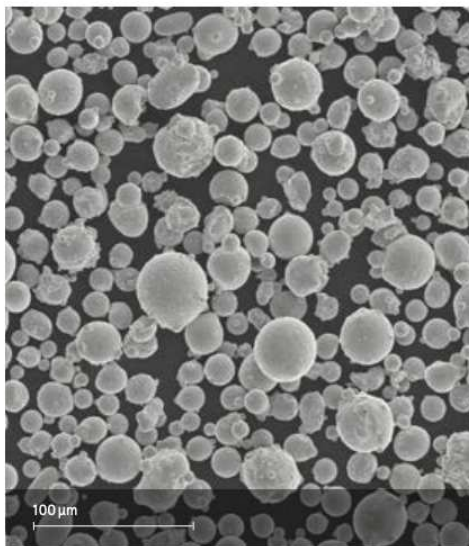


Figura 2.2 Si può osservare come negli ultimi anni si tendono ad utilizzare sempre più le tecnologie di AM per l'INCONEL 718; in particolar modo la SLM. (Fonte: [4])

dalla qualità, dalla riproducibilità e dalla prevedibilità delle proprietà meccaniche a causa di difetti di legame, presenza di porosità, anisotropia, eterogeneità e complessità della microstruttura prodotta. Quindi per un più ampio utilizzo di queste tecnologie nell'industria, sono necessarie specifiche e standard ASTM (American Society for Testing and Materials) unificati per la conformità, la ripetibilità e la riduzione del rischio all'interno e tra aziende diverse. [4]

I parametri del processo SLM influenzano le proprietà del materiale. Dopo opportune valutazioni ed esperimenti viene riportato il valore ottimale della variazione della densità di energia del laser



Powder particle size	
Generic particle size distribution	20-55 μm

Figura 2.3 Foto di un campione di polvere di INCONEL 718 al SEM. (Fonte: [18])

(rapporto fra potenza del laser e velocità di scansione) che è di 330 J/m. A questa densità la finitura superficiale del materiale era relativamente liscia; ha raggiunto il 98,4% della densità teorica e ha

Hardness as per ISO 6508-1	
Hardness, HRC	47
Number of samples	45

Figura 2.4 Durezza superlega INCONEL 718 post trattamento termico (Fonte: [18])

raggiunto un alto valore di durezza di quasi 400 HV e ha raggiunto un tasso di usura più basso durante un test di resistenza a usura da scorrimento. [17]

2.2 Trattamenti termici tipici dell'INCONEL 718 e delle superleghe di Nichel

Si può ovviare ai problemi esposti nei paragrafi precedenti sottoponendo i componenti fabbricati a trattamenti termici, passaggi indispensabili per ottenere le prestazioni desiderate.

I principali trattamenti che si possono effettuare su un pezzo realizzato in INCONEL 718 sono:

- Hot Isostatic Pressing (HIP). Il pezzo viene messo all'interno di una camera pressurizzata dall'immissione di un gas inerte (in genere argon) che consente di pressare uniformemente il componente, in tutte le direzioni. Pressioni tipiche vanno da 400 bar fino a 2.070 bar e temperature fino a 2000°C. I trattamenti termici tramite HIP possono far raggiungere il 100% della densificazione teorica massima al pezzo. Inoltre, questo processo migliora la duttilità e la resistenza a fatica dei materiali, condizioni di esercizio più critiche per il materiale.
- Solubilizzazione. È un trattamento che consiste nel portare il pezzo ad elevate temperature, in genere dai 1000°C ai 1200°C, ecco perché a volte viene chiamata “tempra di solubilizzazione”. Si viene quindi a formare una soluzione sovra-satura in cui ai bordi dei grani che costituiscono la lega si formeranno dei precipitati che creano una forte opposizione alle dislocazioni, migliorando le proprietà del materiale.
- Tempra. Consiste nel raffreddare velocemente il pezzo dopo averlo portato a una temperatura molto elevata (quella di solubilizzazione tipicamente). Il raffreddamento può avvenire in forno, in aria, in acqua o in olio. Tale trattamento consente di ottenere notevoli miglioramenti sulle proprietà meccaniche, ma causa forti tensioni residue nel pezzo una volta giunto a temperatura ambiente.

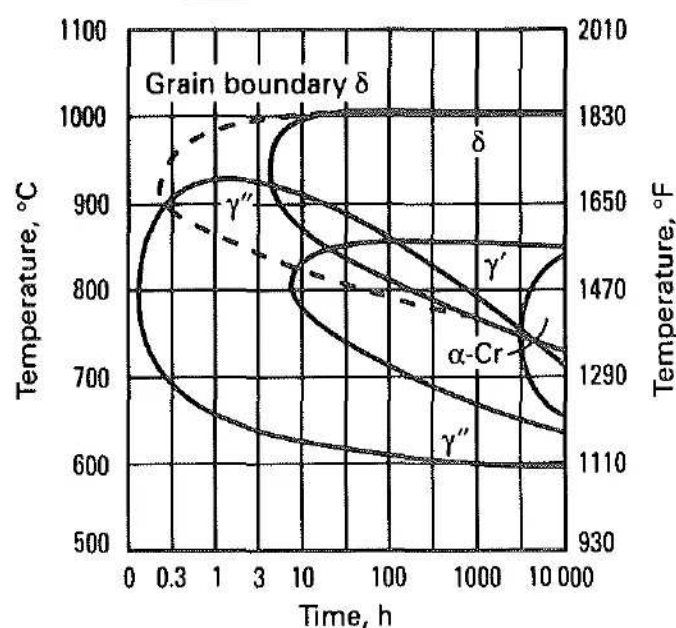


Figura 2.6 Diagramma TTT INCONEL 718 (Fonte: [16])

- Invecchiamento. Si tratta di un trattamento termico in grado di portare il pezzo lavorato a temperature più basse rispetto a quelle di solubilizzazione. Ciò comporta l'attenuamento delle tensioni residue tipiche, presenti nei materiali dopo le varie lavorazioni. Dopodiché si effettua un altro raffreddamento, più lento rispetto alla tempra. [15]



Figura 2.5 Proprietà meccaniche di un provino in INCONEL 718 realizzato tramite AM. (Fonte: [18])

3. Procedure sperimentali

In questo capitolo verranno spiegate tutte le procedure sperimentali che verranno effettuate su due provini realizzati in INCONEL 718 tramite il processo di “selective laser melting” utili a capire poi a saper trarre delle eventuali conclusioni riguardanti le proprietà meccaniche del materiale. Ma dopo la preparazione dei provini ci si limiterà solo alla microscopia ottica per la caratterizzazione dei vuoti post lucidatura e alla microscopia ottica post attacco chimico.

3.1 Provini

Nello studio svolto in laboratorio, sono stati scelti due provini a forma di parallelepipedo di base 1cm x 1cm formati da:

- a. un piatto superiore spesso 0,3mm
- b. un piatto inferiore spesso 0,8mm

come parte strutturale il reticolo Gyroid avente le seguenti caratteristiche:

- a. Cell size di 2mm
- b. Wall thickness 0,5mm
- c. 4 celle per lato

Essi sono stati realizzati tramite “Selective Laser Melting” con polvere metallica di INCONEL 718; uno dei quali viene analizzato nella forma “as build” cioè non viene soggetto a nessun trattamento che possa cambiare la sua microstruttura e proprietà chimiche e fisiche dopo essere stato stampato, mentre all’altro sono stati effettuati i trattamenti termici, primo fa cui la “solubilizzazione per omogeneizzazione”, dove il pezzo rimane per 1 ora, per ogni 25mm di spessore, alla temperatura di 1050°C fino a scendere a quella di 950°C. Si esegue poi il “doppio invecchiamento” partendo dalla

temperatura del trattamento precedente per arrivare tramite raffreddamento ad aria a quella di 718°C, dove rimane 8 ore, per poi passare a quella di 621°C, rimanerci per altre 18 ore e infine eseguire il raffreddamento ad aria fino a temperatura ambiente. Il primo trattamento oltre alla comune solubilizzazione consiste in una ricottura di omogeneizzazione, che è caratterizzata da ciclo termico simile a quello della ricottura completa con lo scopo di conferire alla superlega il massimo grado di omogeneità fisica e chimica, e quindi in questo caso di evitare la formazione della fase δ , che andrebbe a ostacolare la creazione del precipitato γ'' (Ni_3Nb , tetragonale a corpo centrato), garante delle proprietà meccaniche desiderate post trattamento. [19,21]

3.2 Preparazione dei campioni

Visto che la dimensione dei provini è relativamente modesta e la presenza del reticolo Gyroid si è deciso di non effettuare l'inglobamento in resina, per evitare accumuli di carica dovuti al charging.

La preparazione dei campioni alla microscopia consiste nelle seguenti operazioni successive:

3.2.1 Elettroerosione

Una volta ultimati i provini tramite i processi precedentemente descritti, essi vengono sezionati tramite il processo elettroerosione EDM (Electrical Discharge Machining), con lo scopo di facilitare

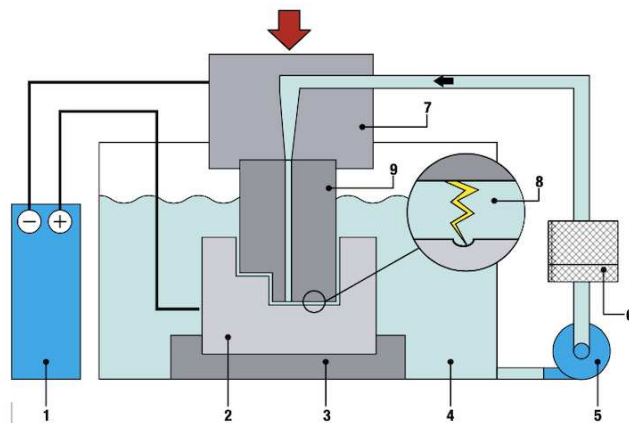


Figura 1 Schema del processo (1) Generatore di scariche; (2) Pezzo; (3) Portapezzo; (4) fluido dielettrico; (5) Pompa; (6) Filtro; (7) Portautensile; (8) Scarica; (9) utensile

Figura 3.1
Schematizzazione del processo di taglio tramite EDM elettroerosione. (Fonte: [20])

la manipolazione e visualizzare meglio durante la microscopia la microstruttura al cuore del fabbricato. L'EDM consiste nell'avvicinamento dell'utensile da taglio (detto elettrodo) al materiale da lavorare, il tutto all'interno di un dielettrico liquido. L'utensile viene alimentato con un potenziale negativo rispetto al materiale lavorato. Quando la distanza dell'utensile dal materiale è sufficientemente ridotta da rompere il dielettrico e far fluire la corrente attraverso esso, gli elettroni generano un canale di plasma, detto arco, che fonde la superficie del materiale.

3.2.2 Bagno in ultrasuoni

Una volta ultimati i processi di fabbricazione è possibile che nel caso delle strutture reticolari rimangano dei residui di polvere metallica all'interno delle celle, residui che è meglio rimuovere per garantire maggior sicurezza all'operatore e per evitare problemi in fase di preparazione metallografica. Per ovviare a questi problemi è bene servirsi di una vasca in ultrasuoni per eseguire il bagno tramite una soluzione di acqua ed etanolo con una frequenza fra i 40 e i 50 kHz. Di solito il bagno si fa solo al provino as build, ma in questo caso avendo a disposizione una struttura Gyroid dotata di intricate cavità, la scelta diventa necessaria.



Figura 3.2 Vasca a ultrasuoni del laboratorio in funzione.

3.2.3 Assottigliamento meccanico e lucidatura

L'assottigliamento meccanico delle sezioni dei provini viene effettuata dalla parte in cui essi sono stati tagliati e viene effettuata tramite delle smerigliatrici a carta abrasiva al SiC con costante uscita di acqua dalle bocchette per evitare un'usura precoce della carta.



Figura 3.3 Smerigliatrice a carta abrasiva del laboratorio

Le carte sono classificate secondo una normativa internazionale assegnandone un numero che indica la densità media dei carburi di silicio per inch^2 (mesh). Minore sarà il numero riportato nella carta abrasiva e tanto minore sarà la densità di SiC con conseguente maggiore grossezza media dei singoli



Figura 3.4 Carte abrasive a disposizione nel laboratorio

carburi presenti. Le carte con mesh più comunemente utilizzate sono le seguenti: 180, 320, 600, 1200, 2400, 4000; se non basta neanche la 4000 per ottenere il risultato desiderato, si può scegliere di terminare la lucidatura con una lappatrice a pasta diamantata. Per lucidare a specchio i provini in questo caso basta utilizzare la sequenza fino ad arrivare alla 1200. Si può ricorrere anche all'aiuto di un lubrificante come una saponetta per facilitare la procedura. È importante iniziare la smerigliatura con la carta di mesh più bassa e arrivare a quella col valore massimo gradualmente, passando prima il campione su tutte le altre carte, così che i solchi si andranno a levigare in modo omogeneo e facendo sì che la carta abrasiva non vada a rovinarsi a causa dei solchi della superficie smerigliata più spessi. Fondamentale è anche assicurarsi che da un cambio di carta all'altra la superficie del provino appoggi sulla smerigliatrice con la faccia ruotata di 90°, per grattare uniformemente i solchi e diminuire la comparsa di eventuali graffi, al fine di rendere la superficie più liscia alla fine del processo.

Si fa rimanere il provino sulla smerigliatrice fino a quando non si raggiunge il risultato finale, cioè l'ottenimento di una superficie lucidata "a specchio" in modo tale che all'ottico risulti come una superficie "bianca" dove si possono osservare con chiarezza e definizione i difetti interni, come i vuoti formatisi durante lo stampaggio.

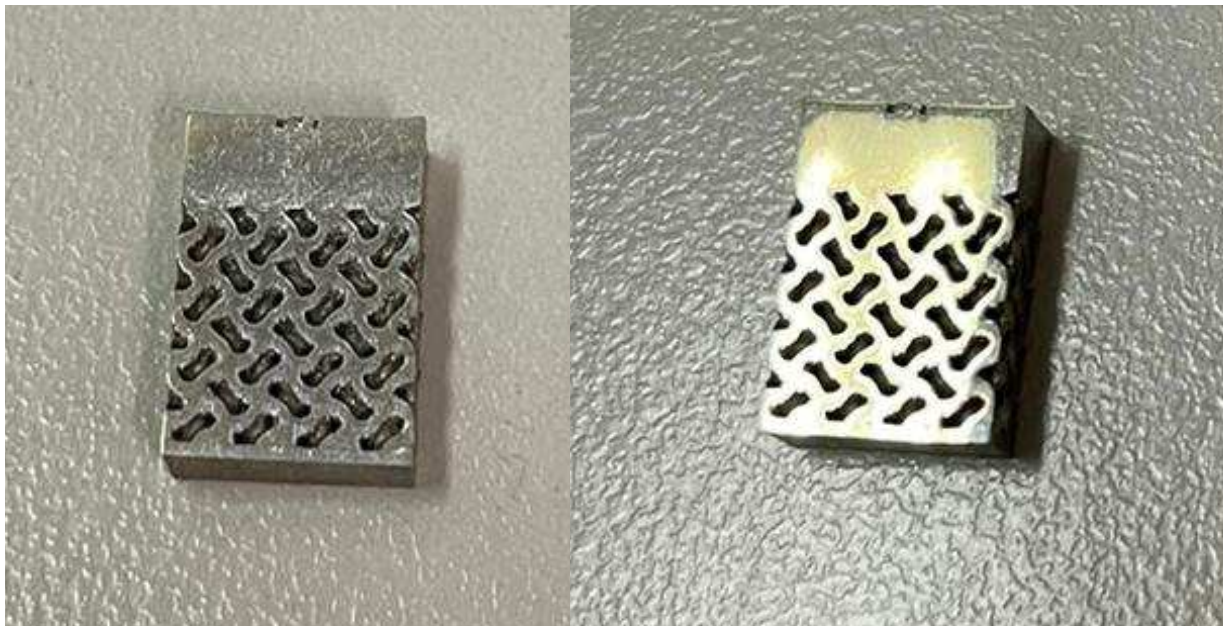


Figura 3.5 Provini lucidati

3.2.4 Osservazione al microscopio ottico

Raggiunto il livello di lucidatura desiderato, i campioni sono pronti per l'analisi al microscopio ottico. Il microscopio adoperato illumina la faccia lavorata del provino rivolta verso il basso e tramite una fotocamera viene condivisa la foto sul computer, dove è possibile modificare la luminosità e il contrasto dell'immagine. Una volta disposto il provino si procede con un'osservazione generale di tutta la superficie del campione con un ingrandimento a 10x1 per scegliere le zone migliori dove si possono osservare le porosità, cavità, soffiature, cricche, inclusioni senza l'eccessiva presenza di sporcizia o graffi, lasciati dall'operatore. Dopo aver salvato le immagini migliori per la caratterizzazione dei vuoti si va ad inserire un marker che nel caso di ingrandimento 10x1 sarà di 200 μ m. Si procede allo stesso modo per gli altri ingrandimenti, quello di 20x1 con marker 100 μ m, e quello di 50x1 con marker 50 μ m.

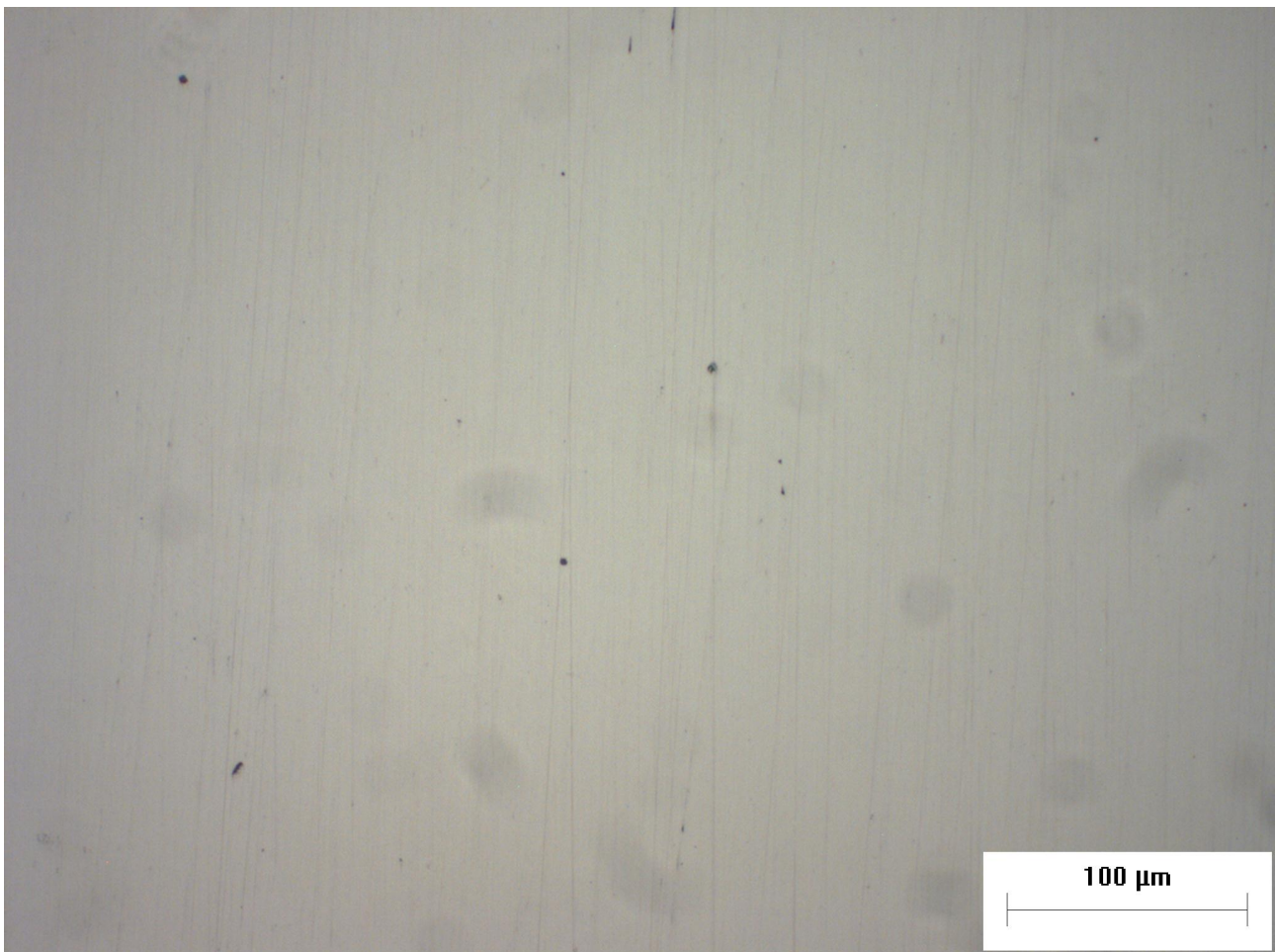


Figura 3.6 Foto all'ottico obiettivo 20x1 del piatto superiore provino "as build"

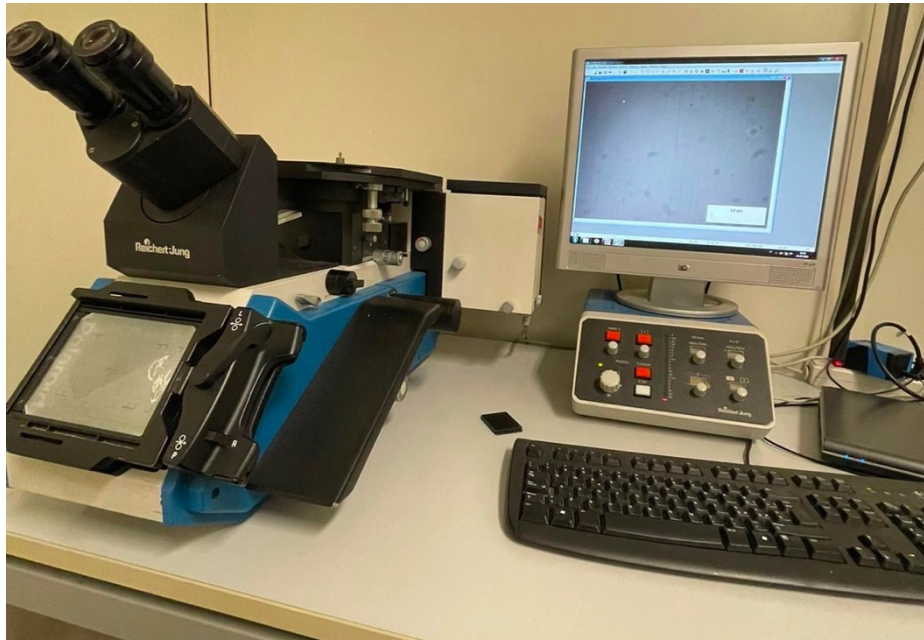


Figura 3.7 Microscopio ottico utilizzato in laboratorio

3.2.5 Attacco chimico

Gli attacchi chimici sono costituiti da un solvente (alcool metilico o etilico, acqua distillata etc.) e da uno o più acidi. Ha lo scopo di “attaccare” alcuni siti preferenziali (ad esempio il confine di grano) in modo da creare un contrasto superficiale che permetta alla luce riflessa di evidenziare la morfologia dell'elemento in questione. Con questo processo si vogliono mettere in risalto bordi di grano, seconde fasi, strutture allotropiche (martensite, ferrite, austenite), carburi, grafite (nel caso delle ghise), geminati, linee di flusso dovute al raffreddamento in fase di formatura del materiale, e soprattutto gli effetti di lavorazioni meccaniche, test di varia natura sulla microstruttura rispetto al materiale che non ha subito tali trattamenti.

Nel caso dei provini di INCONEL 718 si opera creando una soluzione composta da 3 parti di acido cloridrico HCl, 1 parte di acido nitrico HNO₃ e 2 parti di acido acetico CH₃COOH misurando le quantità in un cilindro graduato prelevando ogni acido con una sua specifica pipetta, e successivamente versare il contenuto in uno spruzzino che servirà per bagnare con l'acido la superficie del provino. È molto importante prestare attenzione a rispettare il tempo di durata

dell'attacco poiché bastano pochi secondi in più e un'eccessiva esposizione dell'acido sul materiale potrebbe provocare delle “bruciature” ossia delle zone scure blu-violacee che rendono impossibile intravedere la struttura granulare. Al contrario se la durata dell'attacco dovesse essere troppo breve l'acido non riuscirebbe ad agire in modo efficace non riuscendo a far risaltare bene le strutture granulari.

Per il provino “as build” l'attacco viene fatto bagnando omogeneamente la superficie con lo spruzzino contenente gli acidi con una soluzione composta da proporzioni di parti da 5ml e ha una durata di 45 secondi, dopodiché si ferma l'attacco spruzzando acqua per disattivare l'effetto della soluzione.

Per il provino termicamente trattato invece la durata è minore, perché il materiale essendo più resistente grazie alla formazione di precipitati dovuti alla solubilizzazione si oppone aggressivamente all'azione degli acidi, a differenza del provino “as build” che risulta più “morbido”, ed è più facile che si vadano a creare bruciature. Dopo aver effettuato diversi tentativi, si è visto che il tempo di esposizione più giusto è di 20 secondi; nel quale si deve cercare di effettuare più getti per far sì che l'acido a contatto con la superficie sia sempre rinnovato per garantire delle reazioni più efficaci. Le proporzioni in questo caso vengono raddoppiate, cioè ogni parte contiene 10ml, per far sì che l'acido non venga ad esaurirsi durante l'utilizzo dello spruzzino.



Figura 3.8 Attacco chimico sul provino “as build”

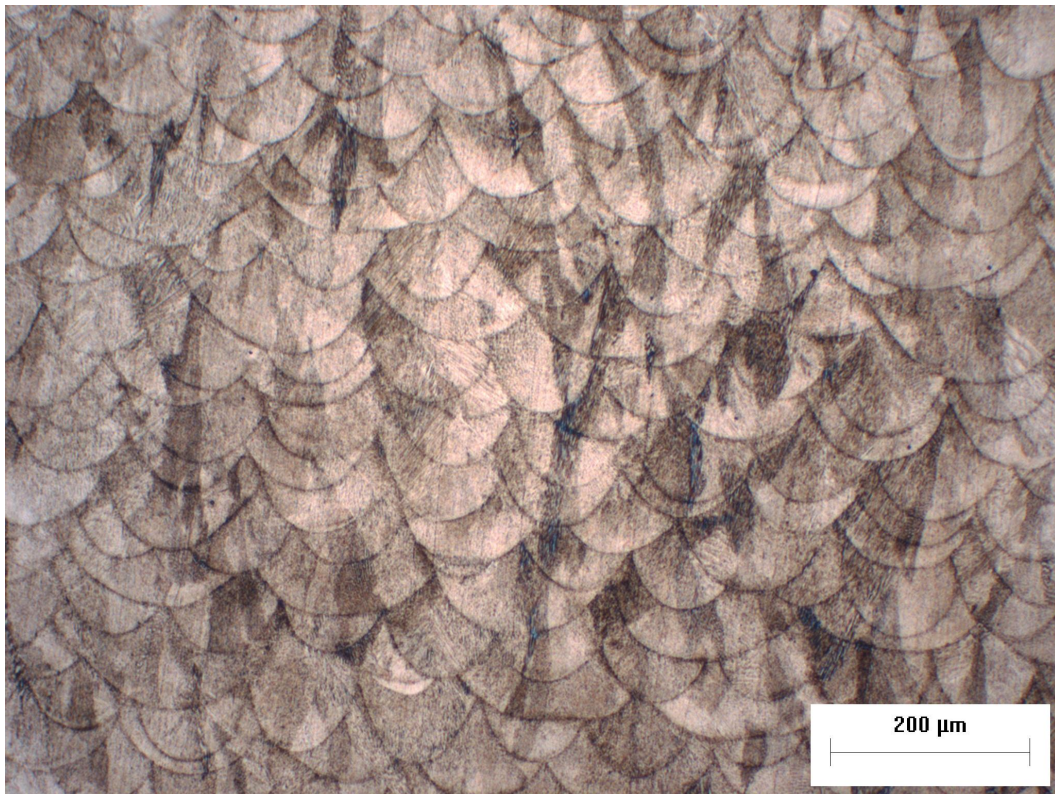


Figura 3.9 Immagine 10x1 piatto del provino “as build” post attacco chimico

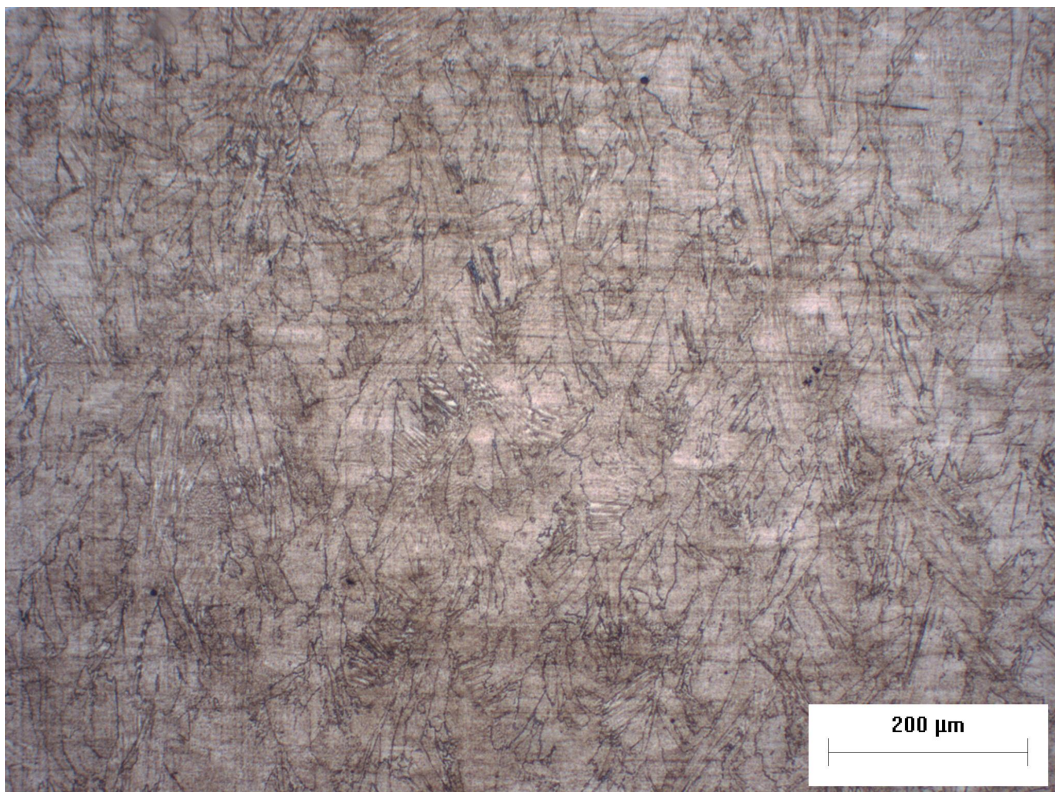


Figura 3.10 Immagine 10x1 piatto del provino trattato termicamente post attacco chimico

3.3 Microscopia ottica

Gli obiettivi dei microscopi vengono classificati spesso in base all'apertura numerica (NA). Essa è il prodotto della metà del seno dell'angolo α dei raggi di luce più esterni del fascio che entra nella lente frontale dell'obiettivo e dell'indice di rifrazione "n" del materiale tra la lente e il campione.

$$NA = n \cdot \sin \alpha$$

Per migliorare l'apertura effettiva e il potere di risoluzione si aggiunge un condensatore, cioè una lente che consente all'obiettivo di raccogliere raggi di luce, generando un cono sul lato di illuminazione, aumentando la risoluzione del sistema microscopico. Se l'angolo di apertura del condensatore corrisponde a quello dell'obiettivo, si ottiene la massima risoluzione. La somma dei due angoli viene definita "apertura di lavoro".

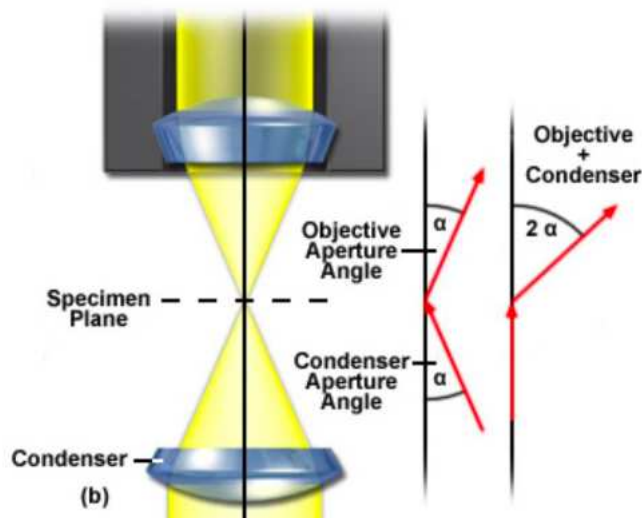


Figura 3.11 Angoli prodotti dalla lente e dal condensatore.

Nel caso di lente reale aumentando l'angolo α si ha il problema dell'astigmatismo (dovuto a una non perfetta sfericità della lente) che genera delle aberrazioni, che andrebbero a compromettere una buona risoluzione. Le aberrazioni possono essere "sferiche" o "cromatiche", le prime sono causate dalla distanza diversa di focalizzazione dei raggi lontani dall'asse dalla lente; mentre le altre sono dovute

a proprietà intrinseche del materiale della lente dell'obiettivo e peggiorano con l'aumento della NA e con l'aumento della risoluzione, in

Si cerca di risolvere il problema inserendo un diaframma che corregge le aberrazioni o aumentando la profondità di campo diminuendo NA o aumentando il contrasto. Un altro modo per ovviare a questo problema è dotarsi di obiettivi composti da un numero maggiore di elementi ottici, essi si possono distinguere in obiettivi "acromatici", "semiapocromatici", "apocromatici"; rispettivamente in ordine crescente di correzione, anche se con i primi si otterranno immagini incurvate, mentre anche con gli ultimi anche se la correzione è molto buona si andranno a creare immagini non piane, difficili quindi per entrambi da mettere a fuoco.

Un parametro importante degli obiettivi ottici è la profondità di campo, cioè il valore della distanza in cui si può spostare l'oggetto dal punto di fuoco, affinché rimanga ancora al fuoco, essa è determinabile tramite la seguente espressione:

$$d = \frac{\lambda \sqrt{n^2 - NA^2}}{NA^2}$$

Da questa osservazione si può dedurre la profondità di fuoco che corrisponde alla profondità di campo riportata sul piano immagine:

$$\text{Profondità di fuoco} = \text{Profondità di campo} \times \text{ingrandimento}^2$$

Un'altra condizione importante per osservare bene l'immagine di un campione è avere un sufficiente contrasto tra le aree adiacenti dello stesso, minore sarà l'intensità dello sfondo rispetto a quella dell'immagine, migliore sarà il contrasto:

$$C = \frac{I_s - I_b}{I_b}$$

Gli effetti principali sul contrasto sono dovuti al diaframma, migliorandolo facendo entrare meno luce nella lente eliminando però i dettagli, o aumentandolo diminuendo il fondo diffuso.

Elemento fondamentale del microscopio ottico è l'oculare che serve a dare il minimo ingrandimento ulteriore necessario per far vedere all'occhio i dettagli risolti nell'immagine.

3.4 Microscopia elettronica a scansione

La differenza fondamentale fra il microscopio ottico e quello elettronico a scansione (SEM) è il mezzo che usato per l'analisi dei campioni, nel primo vien sfruttato un fascio di luce generato da una lampadina che va a incidere sulla superficie dell'oggetto da analizzare; per il secondo viene sfruttato un fascio di elettroni generato da un cannone elettronico. In Figura 3.12 si possono trovare le principali differenze fra i due tipi di mezzi.

Luce	Elettroni	
<i>Lunghezza d'onda λ</i>		
La λ degli elettroni dipende dalla tensione di accelerazione. L'intervallo di lunghezze d'onda della luce utilizzabile è molto ristretto		
400 – 700 nm	0.001 – 0.01 nm	
<i>Pressione di lavoro</i>		
Gli elettroni subiscono fortemente fenomeni di scattering (diffusione) rispetto alla luce In aria gli elettroni non potrebbero percorrere più di qualche mm		
10^5 Pa (1 atm)	10^{-2} Pa ($\sim 10^{-7}$ atm)	
<i>Lenti</i>		
Le lenti in un ME sono sostanzialmente campi magnetici		
Gli elettroni sono portatori di carica		
<ul style="list-style-type: none"> • Lenti = focale fissa • non è possibile indirizzare il fascio e fare una scansione senza muovere meccanicamente le componenti del microscopio 	<ul style="list-style-type: none"> • Lenti = campi elettromagnetici • Lenti = focale variabile • E' possibile elettronicamente: <ul style="list-style-type: none"> ✓ indirizzare il fascio ✓ fare una scansione 	
limitata	<i>Profondità di campo</i>	elevata

Figura 3.12 Differenze fra luce ed elettroni, che caratterizzano rispettivamente il metodo di osservazione del microscopio ottico e quello elettronico a scansione SEM

Il motivo principale per cui si preferisce scegliere il SEM per immagini più accurate è la caratteristica di una grande profondità di campo dovuta alla diminuzione dell'angolo α per ridurre le aberrazioni sferiche. Si osserva infatti che avendo come lunghezza d'onda degli elettroni un valore molto minore rispetto a quella del fascio di luce visibile la profondità $h = \frac{0,61\lambda}{\alpha^2}$ aumenta sproporzionalmente e si è in grado di definire immagini che sarebbero impossibili da mettere a fuoco tramite microscopia ottica.

A differenza della luce che è solamente visibile tramite riflessione del campione, gli elettroni interagiscono con la materia in modo diverso, possono urtare contro i nuclei atomici in modo elastico o anelastico emettendo fotoni. Il volume di interazione è fortemente dipendente dalla tensione di accelerazione del fascio. Si possono osservare in Figura 3.13 quali diverse tipologie di informazioni si possono captare dalle interazioni elettroni-materia.

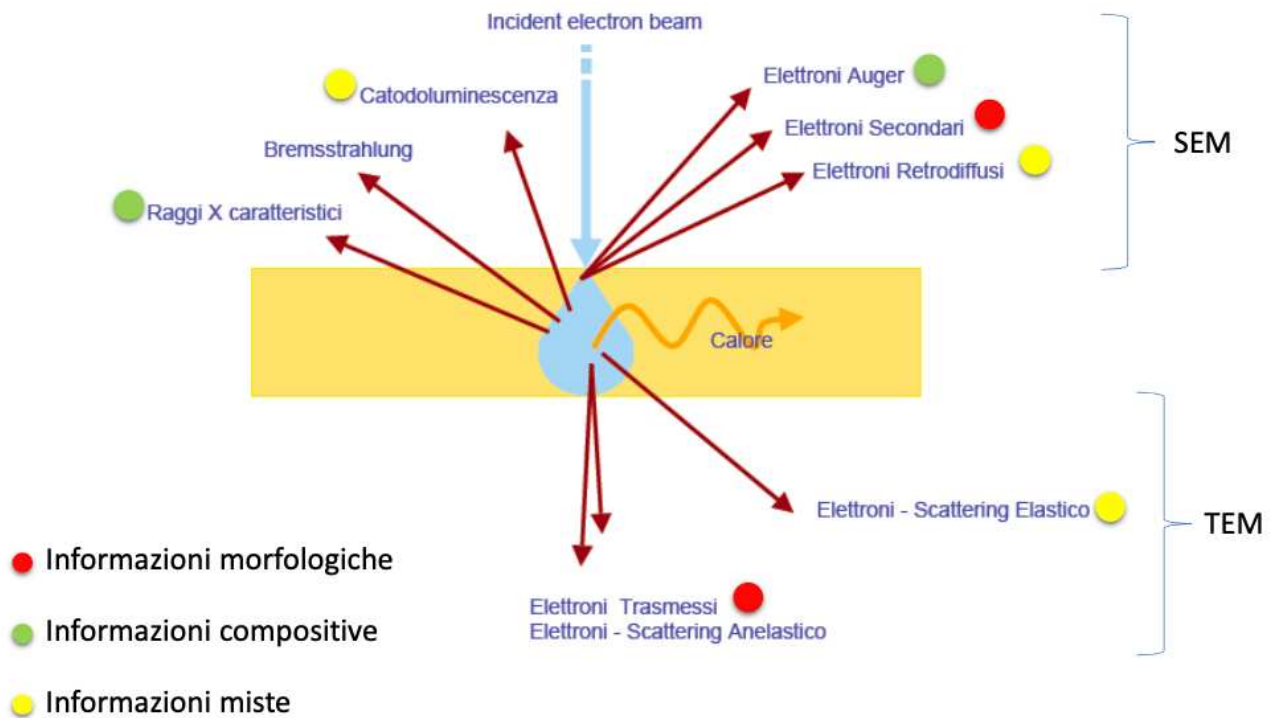


Figura 3.13 Rappresentazione interazione elettroni-materia

Le caratteristiche principali che determinano poi la qualità dell'immagine sono la risoluzione, la qualità dell'immagine e la profondità di campo; esse vengono definite dalla regolazione di tre variabili, da associare rispettivamente alle caratteristiche citate:

- La risoluzione cresce col diminuire del diametro della sonda elettronica o spot size d_p (1nm-1 μ m)
- La qualità dell'immagine e microanalisi cresce col crescere della corrente della sonda elettronica i_p (1pA-1 μ A)
- La profondità di campo cresce col diminuire dell'angolo di convergenza della sonda elettronica α_p ($10^{-4} - 10^{-1}rad$)

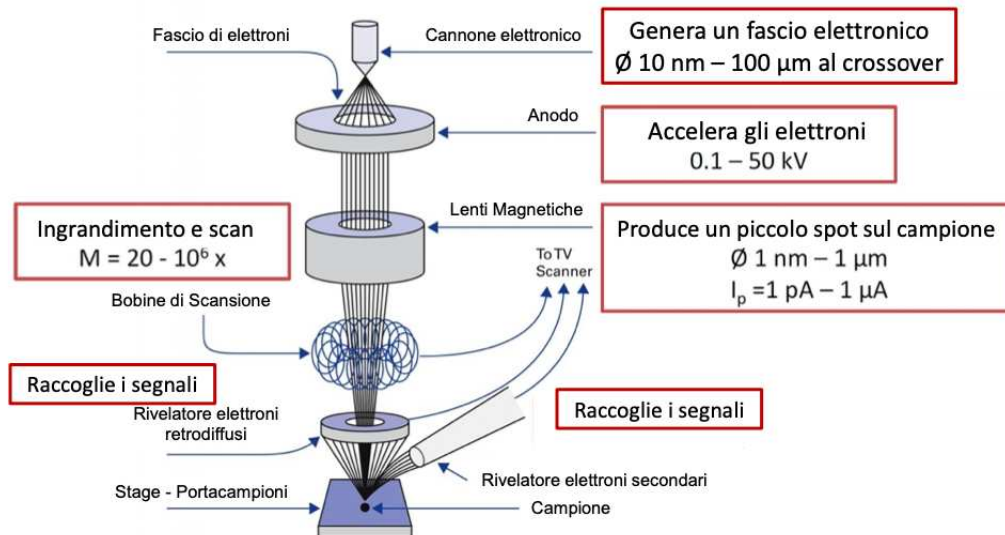


Figura 3.14 Schematizzazione SEM

La preparazione dei campioni per la microscopia al SEM avviene in maniera totalmente diversa da quella per l'ottico, per il semplice fatto che se ne possono analizzare di molte più tipologie (polveri metalliche, superfici di rottura ecc.) grazie alla vasta profondità di campo. Il campione dopo esser stato prelevato deve essere tagliato per rispettare le dimensioni massime per entrare nella camera del SEM, successivamente viene immerso in una vaschetta a ultrasuoni e viene eseguita un'ulteriore pulizia con etanolo; si passa infine all'inglobatura in resina conduttiva e trattamenti che vengono fatti generalmente per l'ottico se si vuole osservare la microstruttura, con l'unica differenza che l'attacco chimico viene eseguito con una durata molto minore. In genere i campioni vengono appoggiati su un supporto conduttivo chiamato stub che permette la collocazione centrata col fascio di elettroni che li attraverserà. Gli accumuli di carica si verificano se non tutte le zone del campione hanno una conduttività sufficiente, questo causa dei difetti visivi che compromettono la qualità dell'immagine. Per ovviare a questo problema si fa uso di resine conduttive per l'adesione del materiale allo stub o anche alla metallizzazione, cioè bombardare la superficie del campione in modo tale da creare uno strato con atomi conduttivi come oro, carbonio, cromo ecc., il tutto effettuato in una camera a pressione controllata con un gas inerte come l'argon. Si può anche optare di aumentare la velocità di scansione o usare gli elettroni retrodiffusi (BSE).

4. Risultati Sperimentali

In questo capitolo verranno esposti e analizzati tutti i dati rilevati dalle prove effettuate sui campioni, integrate con le immagini pre e post attacco chimico in modo da concentrarsi sui risultati della caratterizzazione dei vuoti e da far risaltare le differenze principali fra la microstruttura del provino trattato termicamente e quello “as build”.

4.1 Caratterizzazione dei vuoti

La caratterizzazione dei vuoti è un’analisi di conteggio e dimensionamento delle porosità che si presentano sulla superficie appena lucidata del provino. Possono essere visualizzate al microscopio ottico e in questa trattazione è possibile apprezzarle nelle foto dei provini in INCONEL 718 scattate all’ottico del laboratorio dell’università. L’analisi, quindi, viene fatta tramite microscopio ottico, che è già stato trattato approfonditamente nel capitolo precedente, e altri due software: Image J ed Excel.

4.1.1 Image J

Image J (Image Processing and Analysis in Java) è un software “open source” di elaborazione delle immagini sviluppato dalla National Institutes of Health che ha molte funzioni per l’analisi di immagine da microscopia, ed in particolare nel caso in questione viene usato perché permette di evidenziare e conteggiare il numero di vuoti presenti nelle immagini del provino lucidato. In questo modo è possibile calcolare l’area di ogni vuoto, al fine di ricavare una percentuale dei vuoti sull’area totale della faccia considerata. Nei provini in INCONEL 718 già preparati per la microscopia, pre-attacco chimico, vengono scattate circa 40 foto al microscopio ottico sia al campione “as build” che a quello trattato termicamente), caratterizzando sia il piatto superiore che le struts. In particolare, per il piatto

sono state catturate una decina di immagini ad ingrandimento 20x1 e una a 50x1, mentre per le struts quattro immagini ad ingrandimento 10x1, sei a 20x1 e una decina a 50x1.

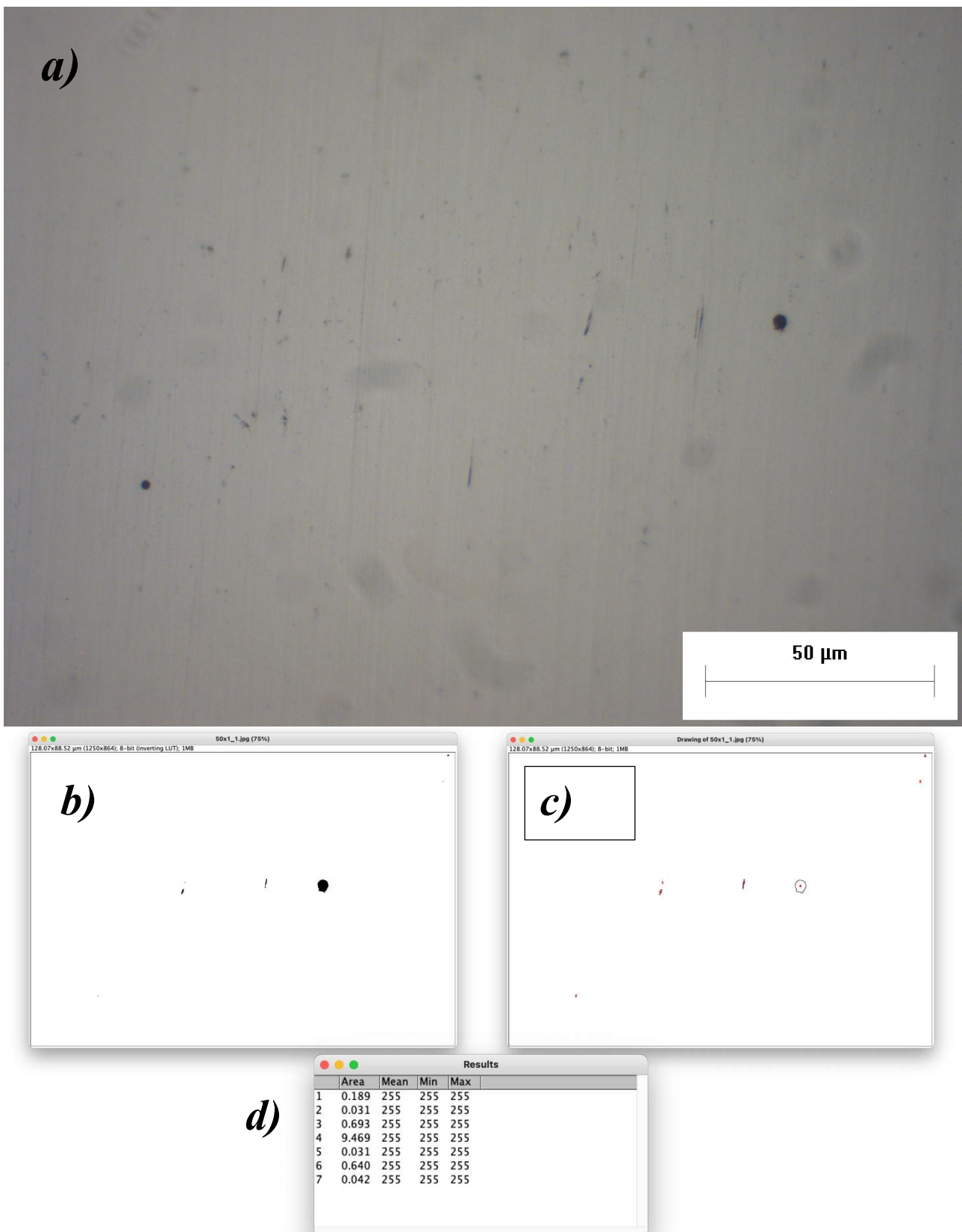


Figura 4.1 Caratterizzazione dei vuoti dell'immagine 50x1 del piatto del provino "as build"; a) foto all'ottico; b) dopo una specifica funzione del software individua le zone più scure corrispondenti ai vuoti; c) il software indicizza i vuoti tramite delle linee chiuse e li numera; d) risultati della numerazione e calcolo dell'area di ogni vuoto.

4.2 Analisi excel

Una volta effettuate le operazioni come mostrato in Figura 4.1 si riportano i dati (Figura 4.1c) relativi a ogni immagine in excel dove verranno calcolate l'area totale dei vuoti per ogni immagine, l'area totale di ogni immagine (già indicata su Image J dopo aver impostato la scala, come si può osservare in Figura 4.1b,c) e il valore percentuale di vuoti in ogni immagine; solo dopo aver calcolato questi valori per tutte le immagini si potrà calcolare il valore medio della percentuale dei vuoti.

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	
1	ANALISI DEI VUOTI							% media di vuoti=	0.068			
2												
3		PIATTO, SENZA TRATTAMENTO										
4												
5												
6		20X1				20X2			20X3			
7												
8		1	12.414			1	0.134		1	1.002		
9		2	4.992			2	6.712		2	1.536		
10		3	0.202			3	1.477		3	0.134		
11		4	1.417			4	1.074		4	0.534		
12		5	3.576			5	0.873		5	0.734		
13		6	0.270			6	0.805		6	13.955		
14		7	0.067			7	0.738		7	0.670		
15		8	0.135			8	0.470		8	0.601		
16		9	0.405			9	0.671					
17		10	1.349			10	0.134					
18		11	0.270									
19		12	4.250						area vuoti	19.166		
20		13	0.945			area vuoti	13.088		area imm	43241.440		
21		14	1.552			area imm	30715.920		%vuoti	0.044		
22		15	1.079			%vuoti	0.043					
23		16	0.270									
24												
25												
26		area vuoti	33.193									
27		area imm	42000.4									
28		%vuoti	0.079									
29												

Figura 4.2 Analisi dei vuoti in excel, viene mostrata solo una parte del file relativo alle immagini catturate della faccia della superficie sul piatto del provino "as build"

Con i valori della percentuale dei vuoti si possono anche vedere di quanto questi valori si discostano dal valore medio, calcolando con la rispettiva funzione in excel le deviazioni standard della percentuale di vuoti sul piatto e sulle struts di ogni provino. Si riportano tutti i dati nella tabella seguente (Tabella 4.1):

Tabella 4.1 Valori riportati dai relativi fogli excel sulla caratterizzazione dei vuoti dei provini.

	Piatto As build	Struts As build	Piatto Trattato	Struts Trattato
Media	0.068	1.386	0.061	1.397
Deviazione standard (σ)	0.036	1.118	0.020	1.524
Percentuale dei vuoti di ogni immagine	0.079	2.757	0.077	1.309
	0.043	0.307	0.062	0.173
	0.044	1.120	0.070	0.280
	0.133	2.832	0.054	0.375
	0.032	0.123	0.054	0.137
	0.067	0.935	0.103	0.549
	0.032	1.085	0.057	3.122
	0.110	2.075	0.064	0.221
	0.037	2.038	0.057	1.357
	0.098	1.197	0.050	2.766
	-	4.417	0.095	6.038
	-	1.018	0.062	2.472
	-	0.764	0.036	0.058
		0.716	0.040	1.239
		1.304	0.077	1.081
		0.549	0.053	0.982
		0.329	0.064	1.588
	-	0.020	-	
	-	-	-	
	-	-	-	

È interessante vedere come il valore della media delle percentuali cambia fra il piatto e le struts, essendo infatti superfici piccole la polvere in superficie fa più difficoltà a fondersi bene con il materiale sottostante. Si evince anche che i valori percentuali di densità sono pressappoco gli stessi fra il provino “as build” e quello trattato, questo perché i trattamenti termici effettuati sul provino non hanno l’obiettivo di ottenere una diminuzione della porosità del materiale, ma servono solo per elevarne le proprietà meccaniche cambiando la microstruttura interna. Come già detto infatti per questo scopo viene eseguito il trattamento HIP (Hot Isostatic Pressing), che va a comprimere e scaldare il materiale per far collassare su sé stessi i vuoti. In conclusione, si può comunque dire che nel complesso la densità del materiale è ottima per il processo di SLM e si prospettano buone proprietà meccaniche dovute alla bassa porosità.

4.3 Foto all'ottico pre e post attacco chimico

4.3.1 Pre-attacco chimico

Di seguito vengono riportate alcune immagini ottenute al microscopio ottico pre attacco chimico, divise in base all'ingrandimento:

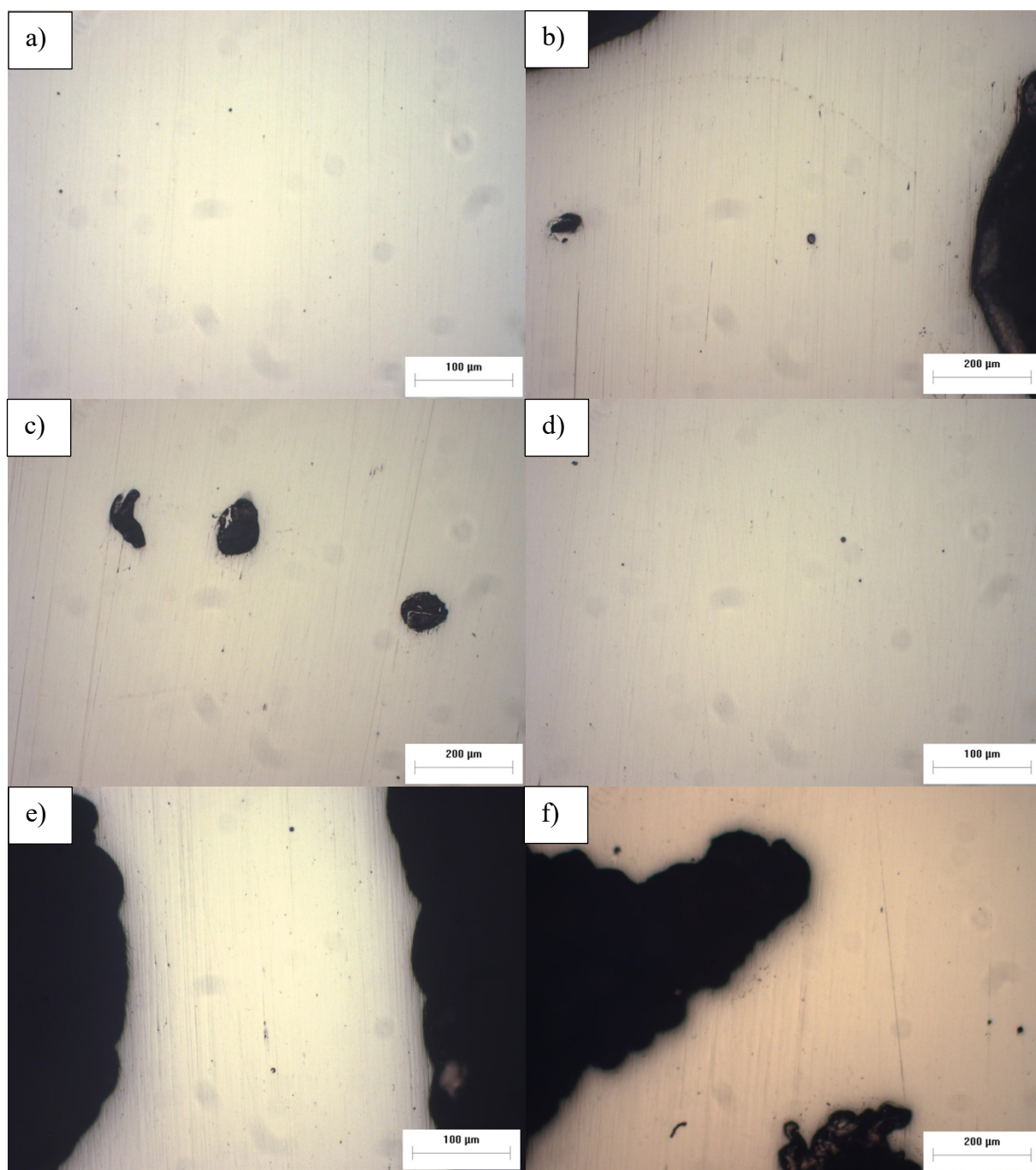


Figura 4.3 In ordine, le prime tre partendo da sinistra verso destra sono relative al provino "as build", le altre al provino con trattamento termico. a) piatto 20x1, b) strut 10x1, c) piatto e strut 10x1, d) piatto 20x1, e) strut 20x1, f) piatto e strut 10x1.

4.3.2 Post attacco chimico

Di seguito le foto relative post attacco chimico relative al piatto e alle struts del provino “as build”:

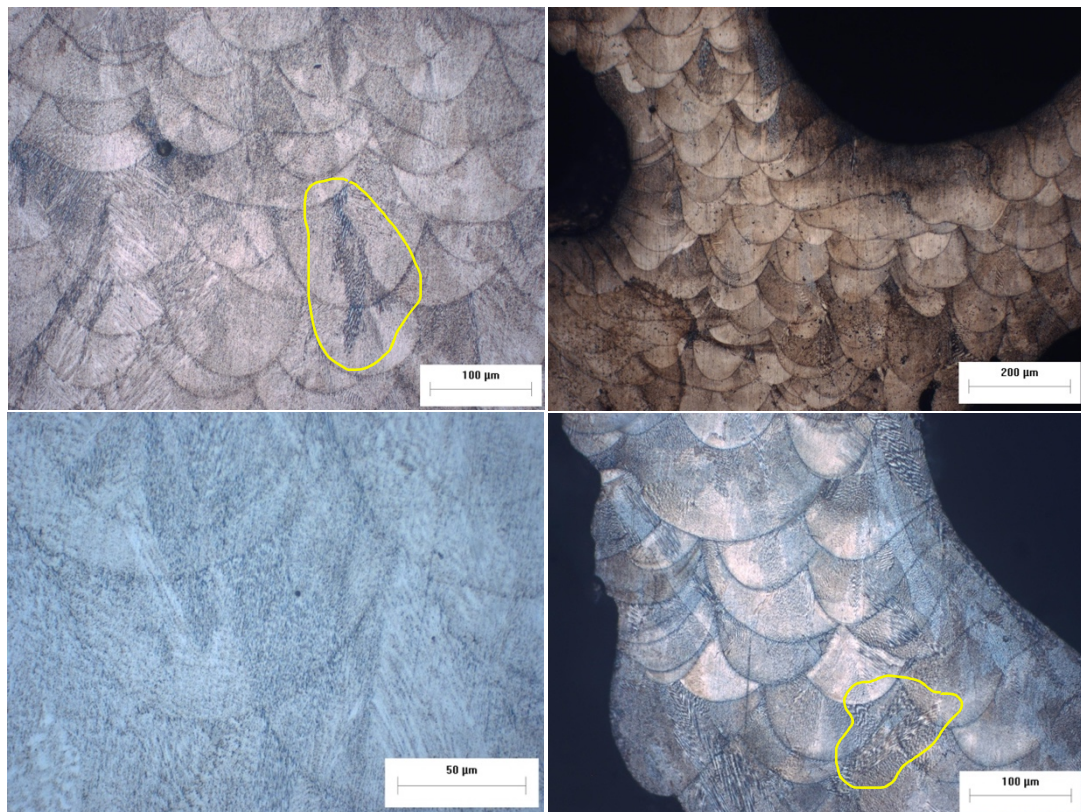


Figura 4.4 A sinistra le immagini del piatto a ingrandimenti 20x1 e 50x1, a destra le immagini delle struts a 10x1 e 20x1

Si possono osservare le strutture colonnari dei grani che si sono formati durante il processo di fusione del laser cerchiato in giallo, mentre sono più evidenti i bordi dei pozzetti di fusione al passaggio del raggio laser. [23]

Nelle foto in Figura 4.5 invece si osservano le foto del piatto e delle struts relative al provino trattato, si possono notare come le strutture colonnari tipiche di un provino as build tendono a trasformarsi in grani più equiassiali (anche se non del tutto). Durante il trattamento termico, le tensioni residue negli specifici fabbricati possono fungere da stimolo per la ricristallizzazione, che promuove questa transizione da colonnare a equiassiale. [24]

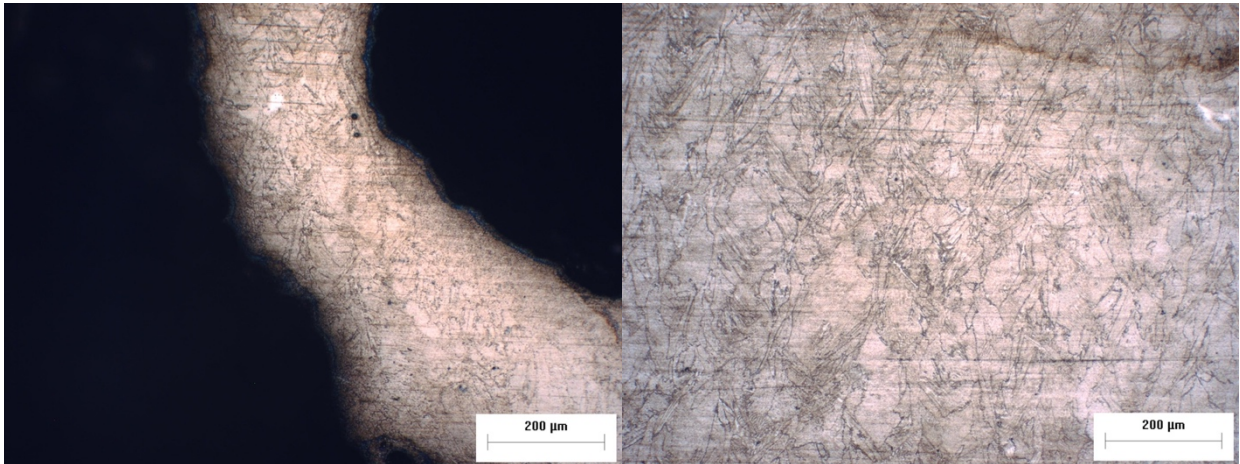
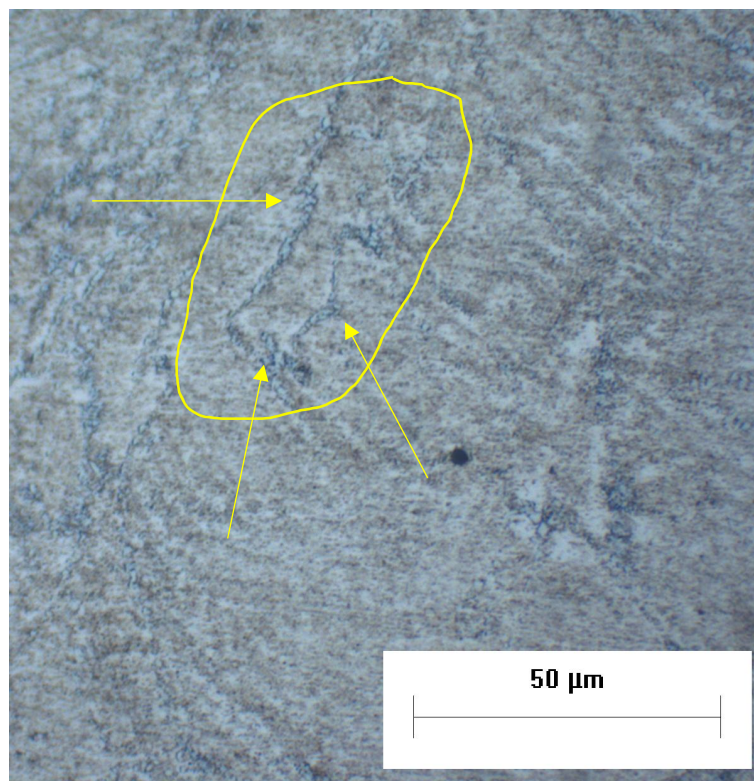


Figura 4.5 Sopra immagini della strut e del piatto del provino trattato post attacco chimico, entrambe ad ingrandimento 10x1.
Sotto immagine del piatto a 50x1



Come si può osservare, l'immagine a ingrandimento 50x1 in Figura 4.5 mostra come nella zona in questione il bordo del grano è caratterizzato dalla presenza di fasi δ , la cui formazione è dovuta ai trattamenti termici scelti per il provino.

CONCLUSIONI

Il lavoro di tesi ha previsto la caratterizzazione dei vuoti e la microscopia della microstruttura post attacco chimico di due provini in lega di nichel Inconel 718 ottenuta tramite SLM (Selective Laser Melting). I campioni di materiale sono stati caratterizzati sia nello stato as-built che nelle condizioni di trattamento termico di solubilizzazione e doppio invecchiamento.

Entrambi i provini hanno dimostrato una scarsa densità di porosità; quindi, promettono già dallo stato “as build” delle buone proprietà meccaniche, infatti grazie a questo risultato si possono promuovere i parametri di scansione e quindi privarsi di un possibile trattamento di HIP per la riduzione dei vuoti, magari però cercando un compromesso per migliorare la densità di materiale all’interno delle struts.

L’attacco chimico si è rivelato efficace per il provino “as build” grazie alla sua caratteristica “morbidezza” vista la non presenza di precipitati a differenza del provino sottoposto al trattamento di solubilizzazione e doppio invecchiamento, dove l’attacco ha richiesto più tentativi dovuti alle differenti caratteristiche microstrutturali e meccaniche. Nonostante le difficoltà si sono riuscite ad apprezzare le microstrutture di entrambi i campioni, potendo osservare nel primo le pozze di fusione e la struttura colonnare dei grani e nel secondo i grani più equiassiali e assenza di caratteristiche legate al processo di fabbricazione (anisotropia).

BIBLIOGRAFIA

- [1] Fasolin, V. (2021, Aprile 22). *I Materiali Metallici per l'additive manufacturing*. Gruppo Tecniche Nuove. Da <https://www.gruppotechnicenuove.it/i-materiali-metallici-per-ladditive-manufacturing/>
- [2] Ziaee, M., & Crane, N. B. (2019, June 22). *Binder jetting: A review of process, materials, and methods*. Additive Manufacturing. Retrieved September 14, 2022, from <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214860418310078>
- [3] Yadroitsev, I., Bertrand, P., & Smurov, I. (2007). Parametric analysis of the selective laser melting process. *Applied Surface Science*, 253(19), 8064–8069. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2007.02.088>
- [4] Karabulut, Y., & Kaynak, Y. (2020). Drilling process and resulting surface properties of Inconel 718 alloy fabricated by selective laser melting additive manufacturing. *Procedia CIRP*, 87, 355–359. <https://doi.org/10.1016/j.procir.2020.02.110>
- [5] Clemens Lieberwirth, Arne Harder, & Hermann Seitz. (2017). Extrusion based additive manufacturing of metal parts. *Journal of Mechanics Engineering and Automation*, 7(2). <https://doi.org/10.17265/2159-5275/2017.02.004>
- [6] Ramazani, H., & Kami, A. (2022). Metal FDM, a new extrusion-based additive manufacturing technology for manufacturing of metallic parts: A Review. *Progress in Additive Manufacturing*, 7(4), 609–626. <https://doi.org/10.1007/s40964-021-00250-x>
- [7] *Strutture Reticolari*. Creative Metal 3D Printing. (n.d.). Retrieved September 27, 2022, from <http://www.addmelab.polimi.it/stampare-in-metallo/la-tecnologia-slm/progettazione/strutture-reticolari/>
- [8] Ashby MF. The properties of foams and lattices. *Philos Trans R Soc A Math Phys Eng Sci* 2006; 364: 15–30
- [9] Hermitte, M. S. B. (2019, April 9). *Modellazione di Strutture Reticolari in ambito non lineare per applicazioni automobilistiche: Investigazione dei meccanismi di Assorbimento Energetico*. ETD-db: Home. Retrieved September 27, 2022, from <https://morethesis.unimore.it/theses/available/etd-03192019-150840/>
- [10] Suwanpreecha, C., & Manonukul, A. (2022). A review on material extrusion additive manufacturing of metal and how it compares with Metal Injection Moulding. *Metals*, 12(3), 429. <https://doi.org/10.3390/met12030429>
- [11] Özel, T., Altay, A., Kaftanoğlu, B., Leach, R., Senin, N., & Donmez, A. (2019). Focus variation measurement and prediction of surface texture parameters using machine learning in laser powder bed fusion. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, 142(1). <https://doi.org/10.1115/1.4045415>

- [12] Mercado, Francisco & Rojas Arciniegas, Alvaro. (2020). Additive manufacturing methods: techniques, materials, and closed-loop control applications. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 109. 10.1007/s00170-020-05663-6.
- [13] Pollock, T. M., & Tin, S. (2006). Nickel-based superalloys for advanced turbine engines: Chemistry, microstructure and properties. *Journal of Propulsion and Power*, 22(2), 361–374. <https://doi.org/10.2514/1.18239>
- [14] High Performance Alloys, I.- S. P. (n.d.). *Inconel 718 UNS N07718*. <http://www.hpalloy.com>. Retrieved September 29, 2022, from <https://www.hpalloy.it/Alloys/descriptions/INCONEL718.aspx>
- [15] Lancieri, A., & Lucana, A. L. D. origine. (2021, April 29). *Trattamenti Termici di una superlega Ni-Fe: Inconel 718*. Vehicle CuE | Close-up Engineering. Retrieved September 29, 2022, from <https://vehiclecue.it/trattamenti-termici-inconel-718-superlega-hip-solubilizzazione-invecchiamento-additive-manufacturing/30121/>
- [16] Jambor, Michal & Bokuvka, Otakar & Novy, Frantisek & Trško, Libor & Belan, Juraj. (2017). Phase Transformations in Nickel base Superalloy Inconel 718 during Cyclic Loading at High Temperature. *Production Engineering Archives*. 15. 15-18. 10.30657/pea.2017.15.04.
- [17] Sadiq, M. A., Hoang, N. M., Valencia, N., Obeidat, S., & Hung, W. N. P. (2018). Experimental study of micromilling selective laser melted Inconel 718 superalloy. *Procedia Manufacturing*, 26, 983–992. <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2018.07.129>
- [18] *Eos nickelalloy IN718 - e-manufacturing*. (n.d.). Retrieved October 5, 2022, from http://www.e-manufacturing.it/downloads/EOS_NickelAlloy_IN718.pdf
- [19] Feng, K.-yun, Liu, P., Li, H.-xue, Sun, S.-yu, Xu, S.-bo, & Li, J.-ning. (2017). Microstructure and phase transformation on the surface of Inconel 718 alloys fabricated by SLM under 1050°C solid solution + double ageing. *Vacuum*, 145, 112–115. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2017.08.044>
- [20] RedazioneMU. (2020, October 16). *Il processo di elettroerosione*. Meccanica News. Retrieved October 8, 2022, from <https://www.meccanicanews.com/2020/10/16/il-processo-di-elettroerosione/>
- [21] Pereira, J. C., Aranzabe, J., Taboada, M. C., Ruiz, N., & Rodriguez, P. P. (2021). Analysis of microstructure and mechanical properties in as-built/as-cast and heat-treated conditions for IN718 alloy obtained by selective laser melting and investment casting processes. *Crystals*, 11(10), 1196. <https://doi.org/10.3390/cryst11101196>
- [22] N. GOV, ImageJ, (n.d.). <https://imagej.nih.gov/ij/index.html>
- [23] A. Kreitzberg, V. Brailovski, S. Turenne, Effect of heat treatment and hot isostatic
- [24] Lu, F.-yun, Wan, H.-yuan, Ren, X., Huang, L.-ming, Liu, H.-lin, & Yi, X. (2022). Mechanical and microstructural characterization of additive manufactured Inconel 718 alloy by selective laser melting and laser metal deposition. *Journal of Iron and Steel Research International*, 29(8), 1322–1333. <https://doi.org/10.1007/s42243-022-00755-x>