



**UNIVERSITÀ POLITECNICA DELLE MARCHE
FACOLTÀ DI INGEGNERIA**

Corso di Laurea Triennale in Ingegneria Meccanica

**Studio strutturale e microstrutturale di campioni metallici reticolari
fabbricati tramite additive manufacturing**

**Structural and microstructural study of reticular metal samples
manufactured through additive manufacturing**

**Relatore:
Prof.ssa Eleonora Santecchia**

**Tesi di Laurea di:
Alessandro Bisci**

Sommario

1. Introduzione.....	3
2 Additive Manufacturing	5
2.1 Binder Jetting	8
2.2 Direct Energy Deposition.....	9
2.2.1 Laser Metal Deposition	10
2.2.2 Laser Engineering Net Shape.....	11
2.2.3 Electron Beam Additive Manufacturing.....	12
2.3 Powder Bed Fusion	13
2.3.1 Electron Beam Melting	13
2.3.2 Selective Laser Melting.....	15
2.3.2.1 Parametri di processo	16
2.3.3.2 Difetti di produzione	19
2.3.3.3 Strutture reticolari	21
3 Superleghe di nichel	23
3.1 Inconel 718	27
4 Procedure sperimentali	34
5 Risultati sperimentali.....	45
5.1 Analisi delle porosità.....	45
5.2 Microstruttura	48
5.3 Microdurezza.....	53
6 Conclusioni	58
7 Bibliografia.....	60
8 Ringraziamenti	

1 Introduzione

Il seguente lavoro di tesi ha come obiettivo lo studio e la caratterizzazione di campioni metallici reticolari di Inconel 718, prodotti mediante la tecnologia additiva a letto di polvere definita Laser Powder Bed Fusion (LPBF). Per tale studio è stato effettuato un accurato controllo dei parametri di processo al fine di ottenere componenti con il minor numero di difetti, con l'ausilio di trattamenti termici per migliorarne le caratteristiche meccaniche e microstrutturali.

L'Inconel 718 è una superlega a base di nichel indurita per precipitazione, concepita per resistere agli ambienti più corrosivi e alle elevate temperature. I suoi campi di applicazione principali risiedono in ambito navale, aerospaziale e nucleare, settori che già da diversi decenni trovano soluzioni ai problemi riguardanti i processi di formatura tradizionale con le nuove tecnologie di Additive Manufacturing.

Il lavoro è incentrato sulla caratterizzazione microstrutturale e meccanica di campioni as built e trattati termicamente, con lo scopo di valutare eventuali variazioni delle prestazioni meccaniche e microstrutturali in seguito ad un adeguato trattamento termico, in questo caso di solubilizzazione e doppio invecchiamento. Nello specifico, dopo aver lucidato la superficie dei campioni a specchio, vengono quantificate le porosità dovute al processo produttivo tramite microscopia ottica, per poi procedere con la valutazione della microstruttura in seguito ad attacco chimico tramite microscopia elettronica a scansione (SEM) ed analisi EDS. Infine viene esaminata la durezza dei campioni con l'utilizzo del microdurometro Vickers.

Gli argomenti della tesi sono disposti in tal modo:

- Nel primo capitolo sono introdotte le principali tecnologie di Additive Manufacturing per la fabbricazione di componenti metallici;

- Nel secondo capitolo sono trattate le superleghe di nichel e il materiale oggetto dello studio, l'Inconel 718;
- Nel terzo capitolo sono descritte le procedure sperimentali relative a tale lavoro di tesi;
- Nel quarto capitolo sono presentati i risultati sperimentali;
- Nell'ultimo capitolo della tesi sono riportate le conclusioni.

2 Additive Manufacturing

L'Additive Manufacturing (AM) “è una tecnologia di produzione corrispondente ad un processo di giunzione di materiale per costruire un oggetto 3D a partire dal modello CAD, generalmente strato su strato, in opposizione alle tecniche tradizionali di manifattura sottrattiva” [1].

L'AM rappresenta un nuovo concetto costruttivo: mettere il materiale esclusivamente dove è necessario, mantenendo la libertà di progettazione senza sovrapprezzo con un livello di ecosostenibilità elevato grazie all'elevata riciclabilità delle materie prime per tali applicazioni.

E' stato possibile progettare strutture ingegnerizzate con prestazioni tecniche migliorate rispetto ai materiali equivalenti utilizzati nel passato e fabbricare strutture con elevata complessità geometrica, dando la possibilità di creare, quantomeno teoricamente, oggetti di qualunque forma [2].

Le tecnologie additive vengono applicate in molti campi che variano dal mondo dell'automotive all'industria aerospaziale, dalla medicina (di particolare rilievo in ortopedia ed odontoiatria) all'architettura e all'edilizia, fornendo innovazioni e soluzioni uniche per la produzione di componenti non in serie mediante l'utilizzo di materiali dalle elevate caratteristiche meccaniche, che altrimenti sarebbero risultati di complessa lavorazione se sottoposti a processi tradizionali, quali la fresatura, la tornitura e forgiatura, per citarne alcuni.

In ogni caso le applicazioni di tali tecniche comportano un miglioramento delle performance grazie alla minore quantità di materiale impiegato a cui corrisponde un minor peso finale, eliminando tutto ciò che non possiede alcun requisito funzionale all'interno del prodotto finito [2].

Tra i principali vantaggi dell'AM troviamo:

- Risparmio di materiale ed energia, con riduzione degli scarti di lavorazione
- Possibilità di realizzare in modo flessibile e rapido forma complesse;
- Elevata personalizzazione attuabile direttamente tramite modifica del solo modello CAD e minore costo di prototipazione;
- Caratteristiche meccaniche analoghe o superiori rispetto ai componenti prodotti con tecniche di fonderia;
- Per la produzione di lotti di piccole quantità è imbattibile sia dal punto di vista della velocità che dal punto di vista del budget;
- È possibile consolidare un gruppo di parti in un singolo pezzo, viceversa le componenti tradizionali e complesse richiedono più fasi di produzione, insieme a più materiali e costi di manodopera e assemblaggio;
- Flessibilità di produzione con una particolare capacità di personalizzazione del prodotto; inoltre lavorando su ordinazione le aziende che operano nei settori di stampa 3D si ritrovano con meno prodotti invenduti e meno spreco di inventario [3].

Ovviamente sono presenti anche dei limiti e degli svantaggi, che possiamo riassumere in questo modo:

- Necessità di trattamenti post-stampa e finitura superficiale per assicurare la durata nel tempo;
- Disponibilità di un range limitato di leghe metalliche lavorabili tramite AM;
- Applicazione di supporti a causa del ritiro eccessivo di alcuni materiali in fase di solidificazione;
- Costi di produzione elevati, infatti i materiali sono richiesti sotto forma di particelle eccezionalmente piccole che possono aumentare notevolmente il costo della materia prima;
- Non adatto ad elevati volumi di pezzi a causa di velocità di produzione non molto elevate;

- Presenza di rugosità e stress residui nei componenti [1].

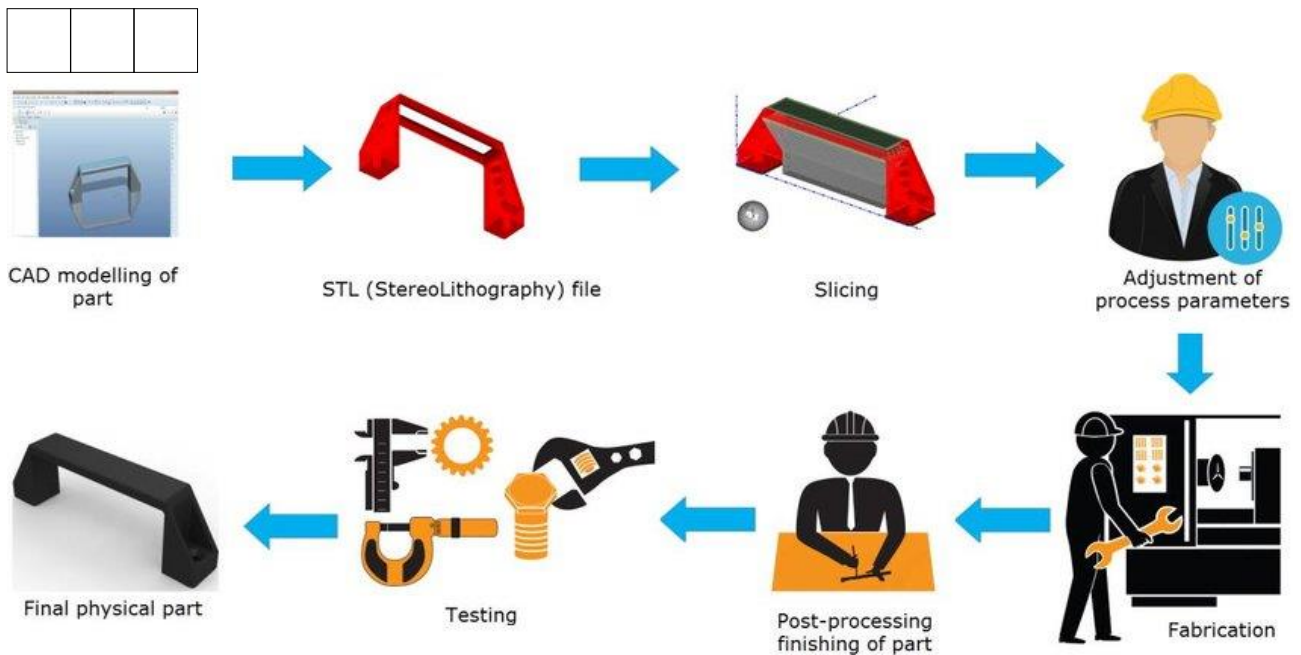


Figura 2.1 Schema di processo produttivo di tecnologie additive [4].

Come vediamo dalla Figura 2.1, il processo di AM è composto da più fasi:

- 1) Progettazione tramite CAD del prototipo;
- 2) Elaborazione del file STL (acronimo di Standard Tessellation Language) [5] generato dal CAD da parte della macchina per stabilire l'orientamento del pezzo e i supporti da inserire;
- 3) Determinazione di parametri mediante l'operazione di Slicing (precisione dimensionale, tempi e costi di produzione...);
- 4) Generazione del pezzo da parte del macchinario, il quale utilizza come materia prima polveri ottenute tramite atomizzazione, la cui granulometria varia a seconda del processo;
- 5) Eventuale trattamento per migliorare proprietà meccaniche ed estetiche (sabbatura, pallinatura, vernice di rivestimento...) [1].

Ora andremo ad analizzare le diverse tecniche di AM per metalli, soffermandoci principalmente sul Selective Laser Melting (SLM), che sarà oggetto di studio essendo la tecnologia utilizzata per la generazione dei campioni di interesse del lavoro di ricerca su cui si basa la presente tesi. In generale, le tecnologie additive vengono classificate in base al principio di deposizione e fusione della materia prima, la quale può essere metallica, polimerica o ceramica.

L'ASTM International, un organismo normativo statunitense, acronimo di American Society for Testing and Materials, suddivide le tecnologie additive in più gruppi di processi che verranno riportati di seguito per offrire la possibilità di confrontarli tra loro ed evidenziare le differenze esistenti. In figura 2.2 troviamo elencate le principali metodologie AM applicate alla produzione di componenti metallici relativa alla norma ASTM F2792-12a [6].

ASTM Categories	Main technologies	Material	Process
Binder Jetting	Binder Jetting (BJ)	Sand-Metal-Plastic	Joined with bonding agent
Powder Bed Fusion	Direct Metal Laser Sintering (DMLS)	Metal	Fused with laser
	Selective Laser Melting (SLM)	Metal	Fused with laser
	Electron Beam Melting (EBM)	Metal	Fused with electron beam
Direct Energy Deposition	Laser Metal Deposition (LMD)	Metal	Fused with laser
	Laser Engineering Net Shape (LENS)	Metal	Fused with laser
	Electron Beam Additive Manuf. (EBAM)	Metal	Fused with electron beam

Figura 2.2: Tecnologie AM secondo la norma ASTM [1]

2.1 Binder Jetting

Il processo di Binder Jetting consiste nella deposizione di un agente legante su un letto di polvere del materiale di base (sabbia, plastica, metallo) strato dopo strato, tramite delle teste di deposizione, e di far polimerizzare il polimero tramite lampade UV o altri

mezzi di cura. Una volta terminato uno strato, il letto di polvere viene abbassato tramite l'utilizzo di un pistone che possiamo vedere in figura 2.3, permettendo alla testa di depositare un altro strato. Questa tecnologia di stampa 3D permette di lavorare senza calore, richiede però un trattamento in fornace per i particolari metallici così da eliminare il legante e compattare la polvere metallica (sinterizzazione), per diminuire le porosità ed ottenere migliori proprietà strutturali [7] [1].

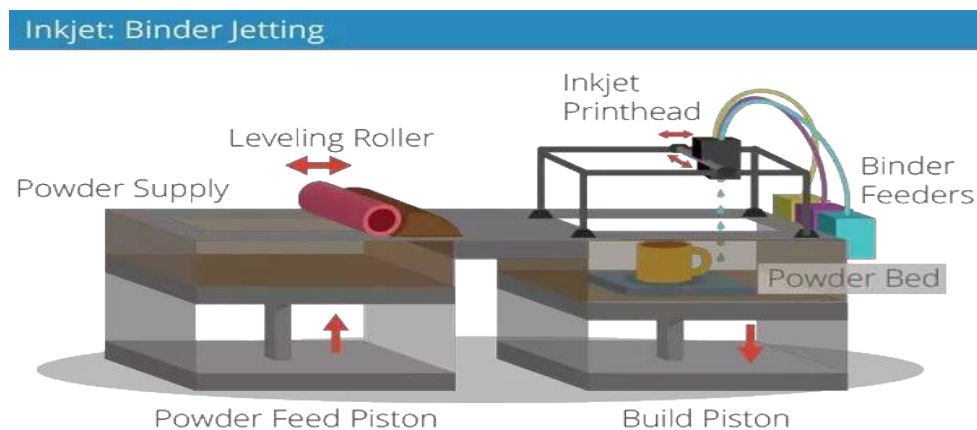


Figura 2.3: processo di Binder Jetting [7].

2.2 Direct Energy Deposition (DED)

Le materie prime, in forma di polvere o il filo metallico, vengono fuse da una fonte di calore, accumulandosi in un punto preciso in cui il metallo fuso viene depositato ed ottenendo il prodotto finito dopo una rapida solidificazione. La materia prima è rilasciata da una testa di deposizione (figura 2.5), la quale è composta da un ugello montato su un braccio a più assi a causa della complessa geometria che si può ottenere nella componente stampata, un sistema ottico e in alcuni casi dei sensori. Il sistema ottico è utilizzato per focalizzare il fascio laser (figura 2.4), il quale è generato da una sorgente di calore con caratteristiche precise, quali potenza del fascio, lunghezza d'onda della radiazione e emissione continua o impulsata. Esistono più tecniche di fabbricazione appartenenti a questa categoria di stampa [1].

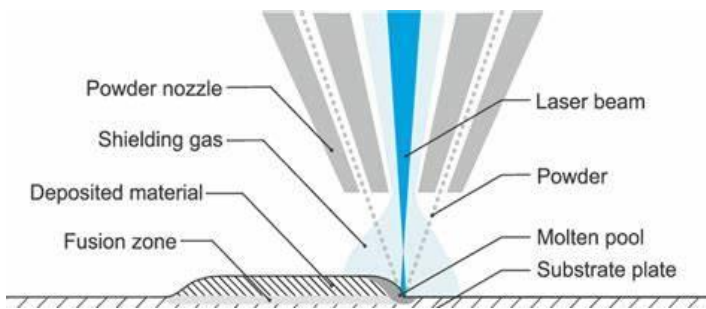


Figura 2.4 : schema di DED [4]

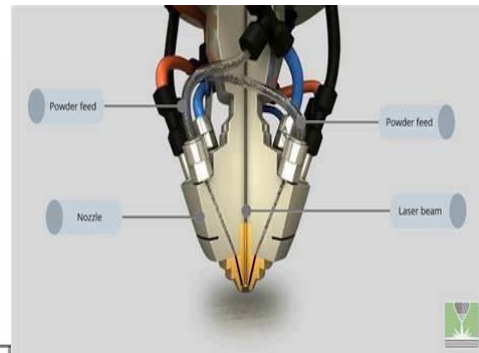


Figura 2.5: testa di deposizione [1]

2.2.1 Laser Metal Deposition (LMD)

Processo di DED caratterizzato dall'utilizzo di sistemi a ugelli che rilasciano la polvere metallica al di sopra del pozzetto di fusione (figura 2.6). Successivamente entra in funzione una sorgente laser la quale emette l'energia necessaria per avviare la fusione del metallo, portando alla formazione del prodotto finito. E' presente una miscela gassosa di elio o argon preserva il sistema ugello-pozzetto, evitando possibili danneggiamenti. Le potenze oscillano tra i 500 W ai 5 KW a seconda delle case produttrici [8].

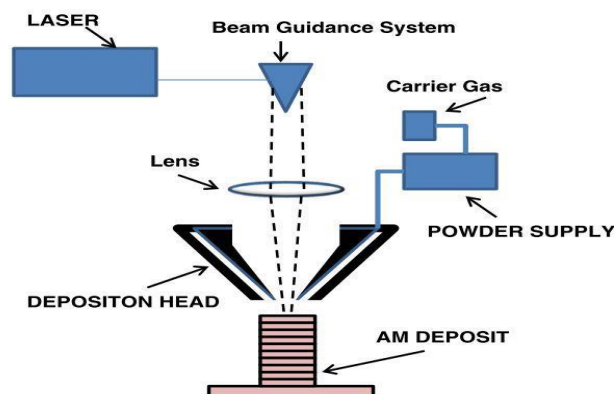


Figura 2.6: schema di un processo LMD [9]

2.2.2 Laser Engineering Net Shape (LENS)

Tramite l'iniezione di un ugello, la polvere metallica viene depositata su una piattaforma di costruzione, successivamente viene irradiata con un raggio laser ad alta densità per fondere il materiale, uno strato per volta (figura 2.7). Dopo la deposizione di ogni strato, la piastra base si abbassa in modo controllato. Questo processo si ripete finché non viene realizzato il componente previsto, il tutto avviene in atmosfera controllata per evitare problemi alle componenti del sistema. Sebbene la tecnica LENS sia stata sviluppata per produrre componenti geometrici complessi, è anche utilizzata per la riparazione di pezzi e strutture danneggiate [10].

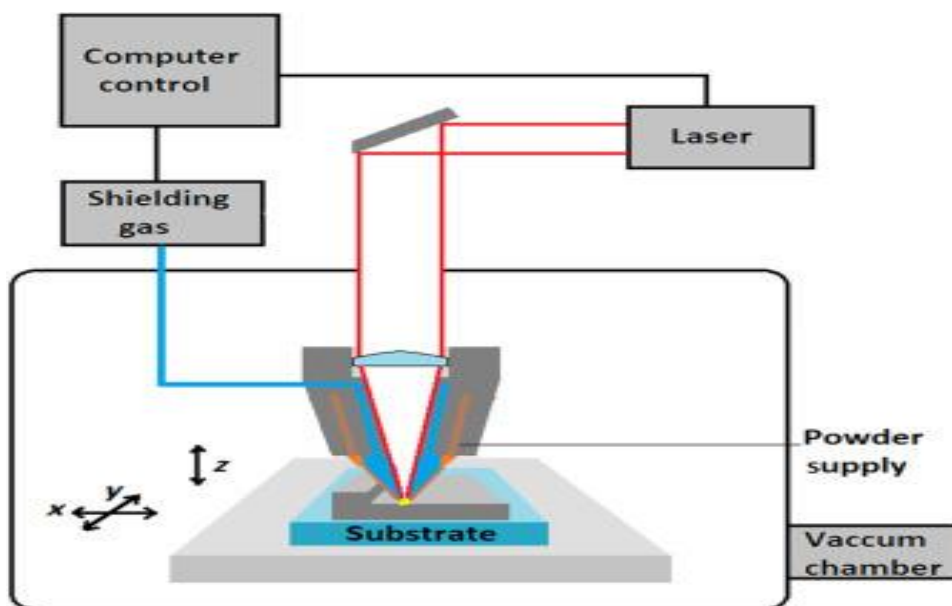


Figura 2.7: tecnologia LENS [10]

2.2.3 Electron Beam Additive Manufacturing (EBAM)

Processo di produzione additiva a fascio di elettroni, utilizza materie prime a filo e una fonte di calore a fascio di elettroni per produrre una parte di forma quasi perfetta all'interno di una camera in vuoto. Partendo da un modello 3D di un programma CAD, con una Electron Beam gun (figura 2.8) viene depositato il metallo strato dopo strato. La componente viene poi sottoposta a trattamento termico di finitura e lavorazione. Il processo stesso è applicabile per componenti di dimensioni da millimetri a più metri, essendo limitato solo dalle dimensioni della camera a vuoto [11].

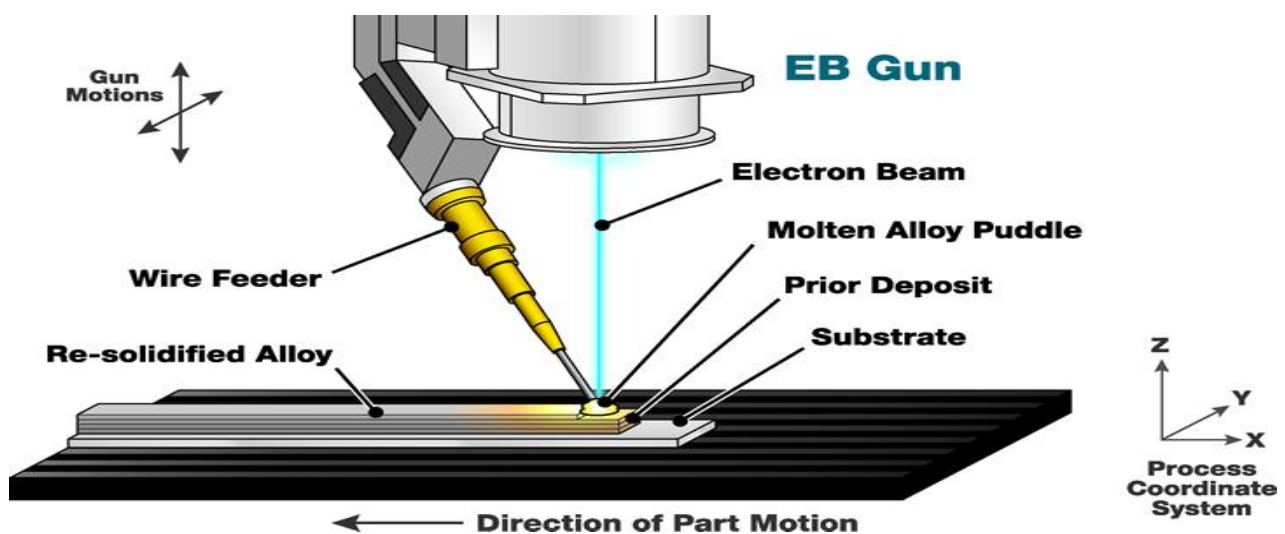


Figura 2.8: processo EBAM [11]

A questo punto concentriamoci sulle tecnologie a letto di polvere ed analizziamo le varie tipologie.

2.3 Powder Bed Fusion (PBF)

L'energia proveniente da un fascio laser o di elettroni fonde esclusivamente alcune regioni di un letto di polvere seguendo un modello CAD, dopo essere stato realizzato un supporto, che fa da collegamento tra il pezzo e la piattaforma di costruzione.

Questa tecnologia è ampiamente utilizzata per la produzione di geometrie complesse a causa dell'elevata precisione dimensionale che non è possibile raggiungere con altri sistemi AM. Tutte le tipologie di tecniche a letto di polvere sono accomunate dalla stessa logica ed è possibile trovare in commercio processi simili a quello visibile in figura 2.9 [1] [12].

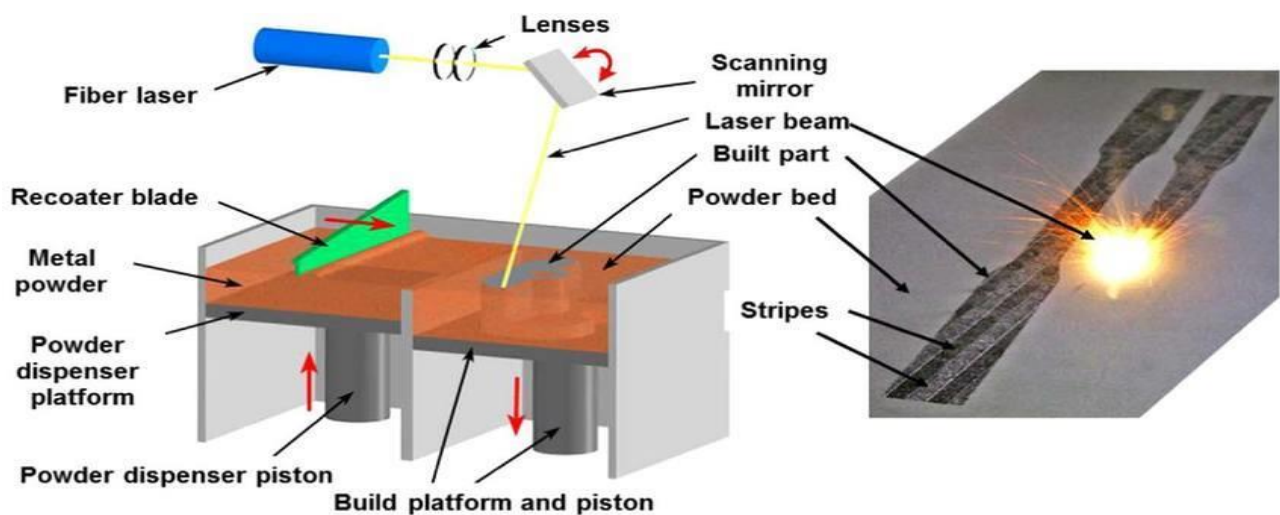


Figura 2.9: schema funzionamento PBF [1]

2.3.1 Electron Beam Melting

Le particelle sono unite mediante l'azione di un fascio elettronico generato da un filamento di tungsteno, il quale sarà proiettato su un letto di metallo in una camera di

lavoro posta in condizioni di alto vuoto. Il fascio subisce una accelerazione di 60 kV, per poi essere focalizzato in un sistema di lenti elettromagnetiche: la prima lente è definita “focus lens” ed ha la funzione di ridurre la dimensione del fascio al diametro necessario, la seconda lente invece è detta “deflection lens” ed ha il compito di indirizzare il fascio nei punti richiesti per la fusione del letto di polvere (figura 2.10) [13]. Nelle camere di lavoro deve essere assicurata la condizione di alto vuoto, altrimenti si potrebbero verificare dei problemi nel fascio di elettroni; tipicamente la camera di lavoro ha dimensioni di circa 210 mm x 210 mm x 350 mm [9]. Queste macchine sono caratterizzate dal principio di sinterizzazione, in base alla quale le particelle di polvere vengono unite grazie al preriscaldamento della camera di lavoro, non giungendo però a fusione. In questo modo si otterrà una componente caratterizzata da minori stress termici, quindi dalle migliori proprietà generali [1]. I materiali attualmente commercializzati prodotti tramite EBM sono pochi ma tra questi troviamo anche le superleghe di Nichel IN718, che saranno oggetto del lavoro di tesi.

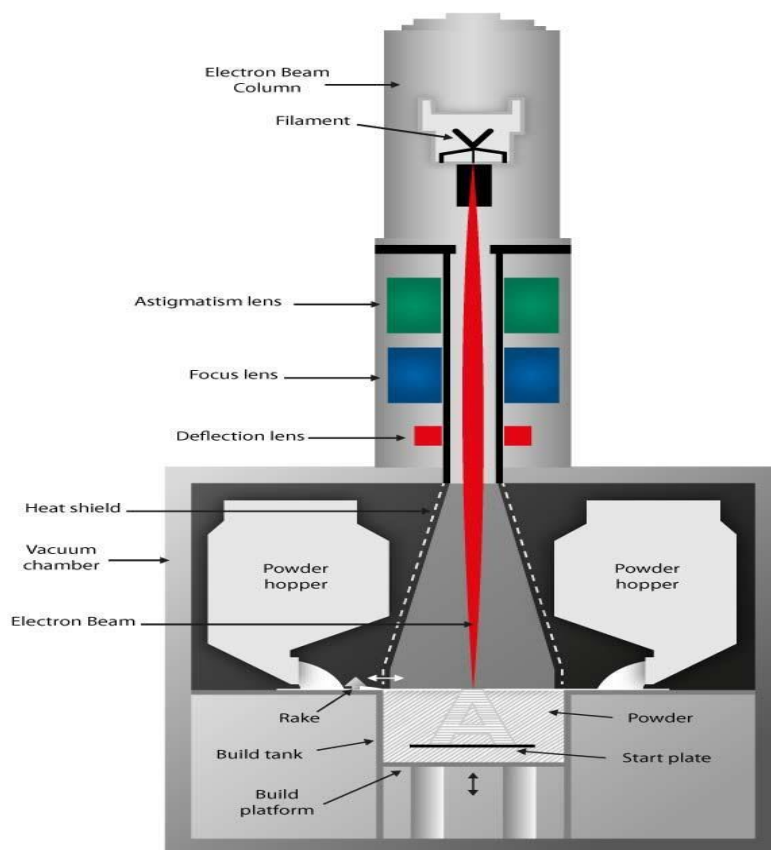


Figura 2.10: schema di una macchina EBM [14]

2.3.2 Selective Laser Melting

Noto anche come LPBF (Laser Powder Bed Fusion), è un metodo AM che utilizza un raggio laser focalizzato ad alta densità, il quale scansiona selettivamente un letto di polvere e i vari strati, una volta scansionati, vengono impilati l'uno sull'altro per costruire una parte avente la geometria desiderata. In questo sistema troviamo un “Powder delivery piston”, il quale solleva la materia prima fino ad arrivare ad una lama (recoater), la quale trasporta la polvere su una piastra che a sua volta è sorretta da un “Fabrication piston” (Figura 2.11) [15]. Troviamo due tipologie di lame: la “soft recoater” in silicone e la “hard recoater” che invece è metallica [16]. Al di sopra di esso troviamo il laser, che andrà ad operare sul letto di polvere secondo le istruzioni del file CAD, tutto sotto il controllo di un sistema ottico che seleziona quali zone fondere, permettendo poi al materiale di raffreddare e solidificare. A seguito della scansione del primo strato, il pistone di fabbricazione si abbassa, così che la lama può allineare un ulteriore strato di polveri e continuare il processo già precedentemente descritto. Successivamente al raffreddamento del pezzo o “cooldown”, esso viene separato dal piatto di stampa e vengono poi rimosse le polveri in eccesso. Il processo SLM utilizza generalmente polveri con dimensioni delle particelle comprese tra 20 e 50 μm e con uno spessore dello strato di 20–100 μm [17]. Nella camera è presente gas inerte per preservare il campione da ossidazione; inoltre una componente fondamentale dei sistemi SLM è la struttura di supporto, la quale assicura maggiore resistenza e stabilità al pezzo e facilita il raffreddamento dello stesso. Le temperature raggiunte nelle macchine SLM variano solitamente tra i 100 °C e i 500 °C [13] [18].

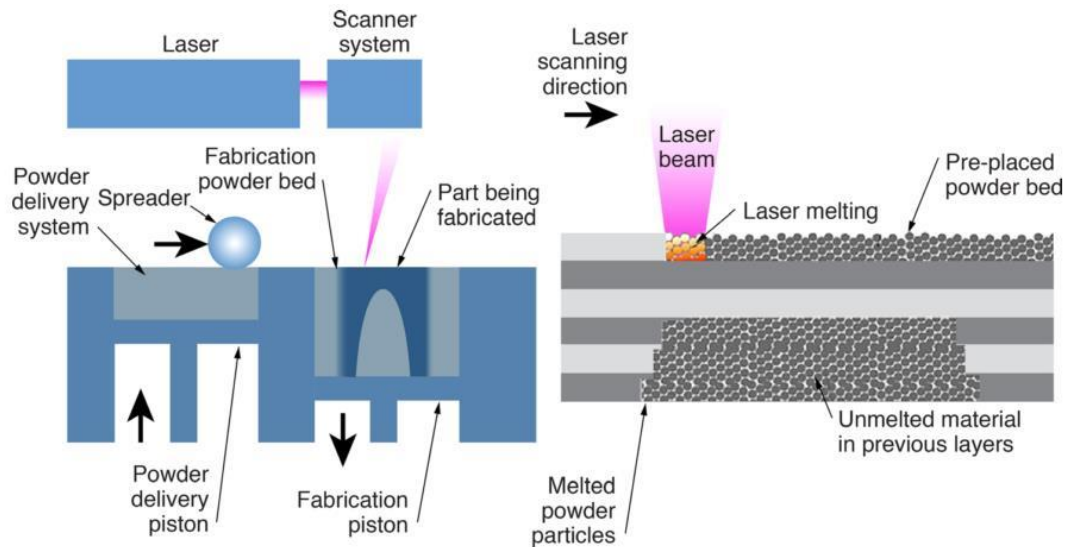


Figura 2.11: rappresentazione del processo SLM a sinistra, e scansione delle polveri a destra [15] [18]

2.3.2.1 Parametri di processo

Risulta fondamentale scegliere ed adattare i parametri di processo dei sistemi SLM per assicurare la miglior riuscita dell'operazione di stampa 3D.

Ci sono diversi parametri fondamentali che regolano i processi SLM ed è possibile classificarli in quattro macrocategorie: parametri del laser, parametri di scansione, parametri della polvere e parametri della working chamber (temperatura del letto di polvere e quantità di gas inerte nell'atmosfera).

I parametri principali e più importanti ai fini del controllo, visibili in figura 2.12, risultano essere i seguenti:

- Velocità di scansione (V_s), corrispondente alla velocità di avanzamento del fascio laser. Generalmente può assumere valori compresi tra 1 m/s e 7 m/s [16] ed eccessivi valori di questo parametro comportano una bassa quantità di energia

trasferita al componente, dunque si potrebbero creare delle porosità, nel caso contrario un eccesso di energia potrebbe provocare l' evaporazione della materia prima;

- Spessore dello strato di polveri (D_s) o Layer Thickness: corrisponde alla altezza di uno strato di materiale depositato dal recoater sulla piastra di stampa e solitamente varia tra i 20–100 μm ;
- Distanza di scansione o Hatching distance (H_d): è la distanza tra i due raggi laser consecutivi, misurata dal centro di un raggio al centro del raggio successivo. Solitamente è necessaria una spaziatura di scansione bassa per realizzare elementi sottili, viceversa ad un' ampia spaziatura di scansione permette di ottenere prodotti con un elevato grado di porosità [19];
- Potenza del laser (P_l): solitamente variabile tra i 20 W e i 400 W [14] e non necessariamente si tratta di un parametro costante durante il processo di stampa 3D di un componente;
- Densità di energia volumetrica (E_v): è il risultato della combinazione dei parametri introdotti precedentemente ed equivale a (Equazione 1) [13], [18]:

$$E_v = (P_l) / (V_s \times H_s \times D_s) \quad (1)$$

Un valore adeguato di densità di energia è necessario sia per la fusione dello strato di polvere appena entrato in contatto con il laser, sia per la fusione della parte di campione che è già stata sottoposta a raffreddamento così da arrivare ad un componente caratterizzato da elevata omogeneità e dalla limitata presenza di vuoti o porosità.

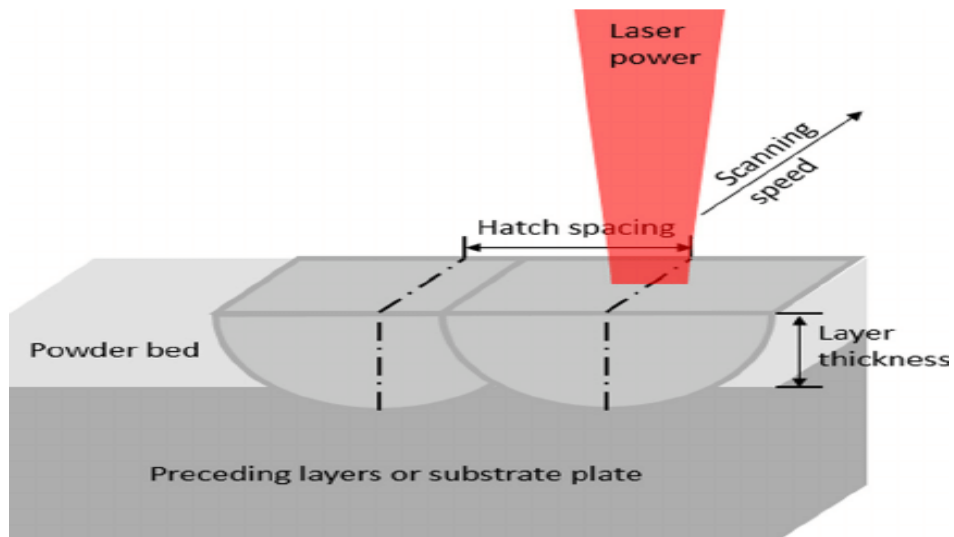


Figura 2.12: parametri di processo di una macchina SLM [20]

Un altro importante parametro da valutare e mettere a punto è la strategia di scansione, ovvero la modalità in cui il laser scansiona lo strato di polveri. La scelta dipende da alcuni dei parametri già precedentemente elencati quali l'Hatching Distance o la potenza, la lunghezza e la direzione dei fasci laser: considerando i percorsi del laser tra uno strato e l'altro, si possono seguire direzioni lineari o a zig-zag di scansione. Le più diffuse stampanti SLM utilizzano un sistema di scansione che ruota l'orientazione dei percorsi di 67° tra uno strato e il successivo (figura 2.13) al fine di ottenere migliori proprietà in tutte le direzioni [16] [18].

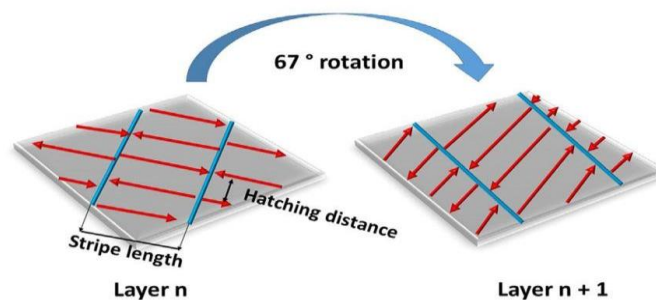


Figura 2.13: sistema di scansione EOS [18]

2.3.2.2 Difetti di produzione

I principali difetti di tali tecnologie sono dettati dalle scelte non corrette dei parametri di processo. Infatti, da ciò che abbiamo detto precedentemente sappiamo che ad elevate velocità di scansione corrispondono una minore densità di energia e maggiori velocità di solidificazione, dunque la polvere non è completamente fusa a causa del riscaldamento insufficiente e si ottengono particelle dalle grosse dimensioni, inoltre in secondo luogo la bagnabilità del fuso risulta inferiore e di conseguenza i vari strati fusi non aderiranno l'uno all'altro in maniera perfetta. In queste condizioni si origina il fenomeno del “Balling”, ovvero la presenza di residui di materiale che provocano il non perfetto funzionamento della lama o “recoater”, creando delle porosità a forma di “palla”(figura 2.14) [21].

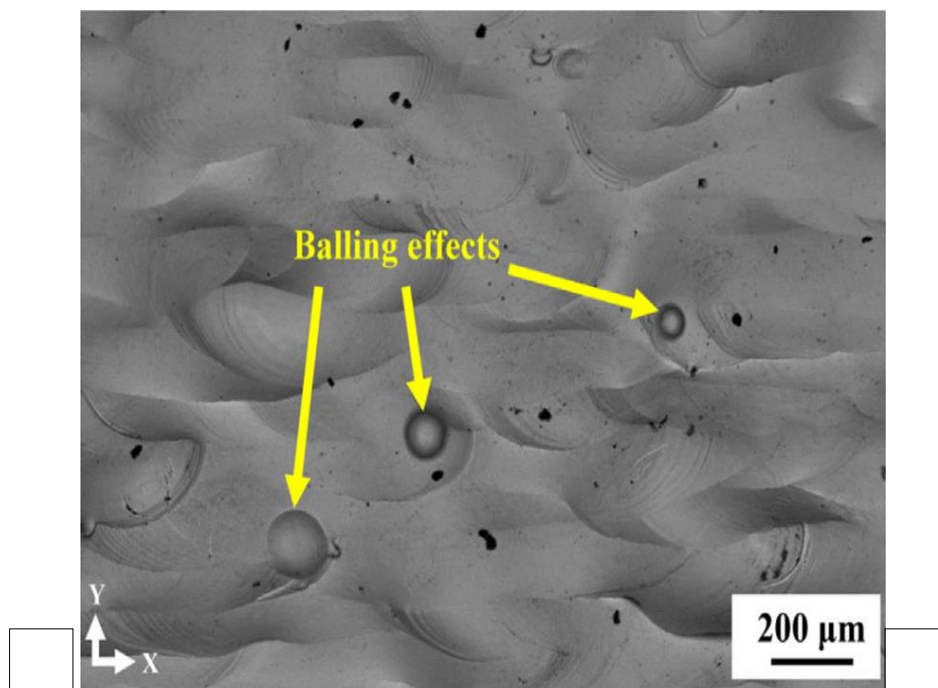


Figura 2.14: effetto “Balling” ripreso al SEM [22]

Viceversa a basse velocità di scansione corrisponderà un'elevata densità di energia, la quale può causare l'evaporazione di materiale che si trova ancora allo stato liquido, creando in corrispondenza dei pozzetti di fusione il fenomeno del “keyhole”,

determinando una elevata porosità in prossimità della superficie del campione (figura 2.15) [18].

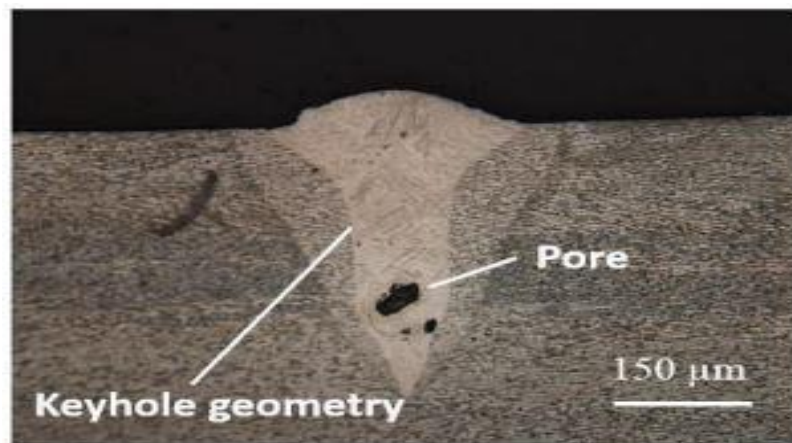


Figura 2.15: Fenomeno del “keyhole” [18]

Un altro fenomeno è il “cracking”, il quale consiste nella formazione di cricche durante il raffreddamento del fuso, infatti è possibile che le zone interdendritiche siano ancora liquide e durante la loro solidificazione esse potrebbero facilmente collassare originando microcricche. In alcuni casi si verificano delle mancate fusioni della polvere metallica, che graficamente sono simili a delle porosità, causate dalla non perfetta compattazione degli strati di polvere legata spesso all’utilizzo della lama siliconica (soft recoater) al posto di quella metallica (hard recoater).

Tutti i parametri in gioco ed i possibili effetti negativi sulla buona riuscita della stampa, portano ad implementare lo sviluppo di Design of Experiment (DoE) del processo. Esso non è da considerarsi universale ma risulta essere dipendente da fattori quali la materia prima coinvolta nel processo, la tipologia di macchina utilizzata e la funzione che svolgerà il prodotto stesso una volta terminata la fase di stampa [18].

2.3.2.3 Strutture reticolari

Una peculiarità del Selective Laser Melting è la capacità di fabbricare strutture reticolari che conferiscono proprietà uniche alle componenti stampate con tale tecnologia, ottenendo geometrie complesse ed eccellenti proprietà meccaniche (resistenza, rigidità, smorzamento...), con risultati non ottenibili tramite le tecniche tradizionali. I principali reticoli di interesse per il lavoro di ricerca della presente tesi sono i seguenti [23]:

- BCC: Body Centred Cubic
- BCCZ: Body Centred Cubic with Z axis struts
- FCC: Face Centred Cubic
- FCCZ: Face Centred Cubic with Z axis struts

In figura 2.16 possiamo vedere le orientazioni degli assi di tali strutture.

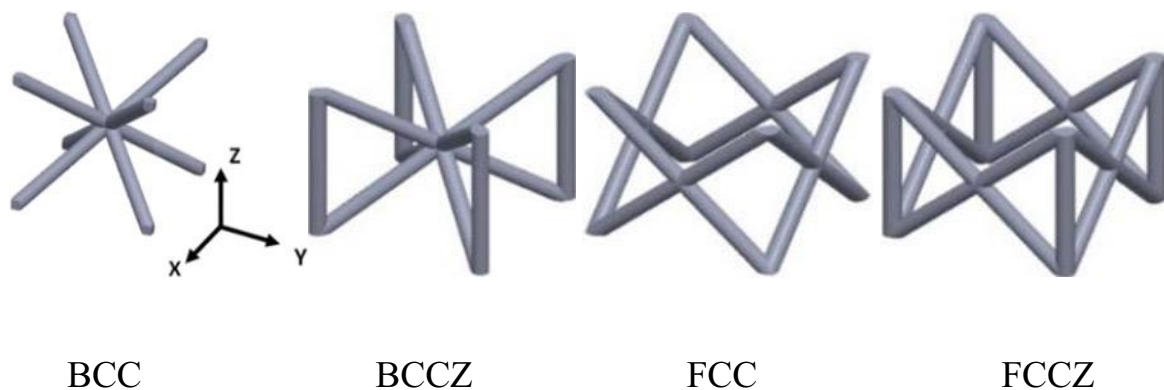


Figura 2.16: strutture reticolari [23]

A questo punto concentriamoci sul reticolo FCCZ, visibile in figura 2.16, il quale è utilizzato nei provini in Inconel 718 oggetto di studio per tale tesi. L'aggiunta di rinforzi in direzione Z, tipici di tale cella, permette di aumentare la resistenza e la rigidità

rispetto alla FCC che non presenta tali strutture di rinforzo verticali. Inoltre, le celle FCCZ mostrano una risposta meccanica tipica delle strutture dominate dall'allungamento dovuto all'irrigidimento dettato dai rinforzi in direzione Z, che risultano allineati con la direzione del carico. Tuttavia, al diminuire delle dimensioni delle celle, il collasso plastico diventa meno pronunciato e prevale la flessione della struttura [23]. Graficamente questo risultato è visibile in figura 2.17:

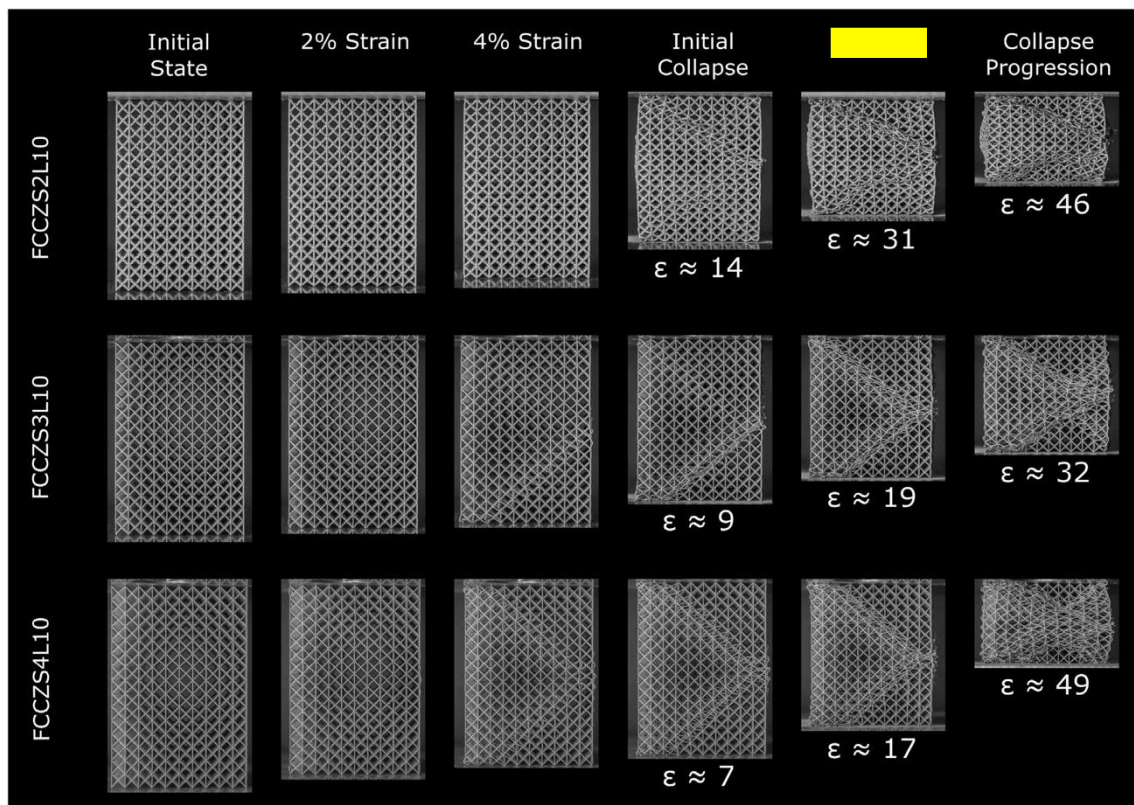


Figura 2.17: deformazioni di campioni di reticolo FCCZ [23]

Il reticolo FCCZ presenta una elevata capacità di assorbimento di energia per unità di volume e per unità di massa, a causa dell'elevata resistenza a snervamento attribuita dai rinforzi. Dunque in generale presenta caratteristiche meccaniche molto elevate e superiori rispetto alle strutture costituite da altri tipi di celle.

3 Superleghe di nichel

Le superleghe a base di Nichel sono materiali che si compongono di una matrice in lega di nichel a cui vengono addizionati una serie di altri elementi di lega. Queste leghe metalliche sono caratterizzate da un punto di fusione elevato ed una buona resistenza ad ossidazione alle alte temperature, il che rende le superleghe di Nichel adatte per le applicazioni industriali che presentano temperature tra i 500 °C e i 1000 °C [24]; per queste ragioni esse sono utilizzate nelle parti di motori e di turbine più sollecitate meccanicamente e termicamente ma anche in altri settori in cui è necessaria la resistenza alla corrosione (figura 3.1).

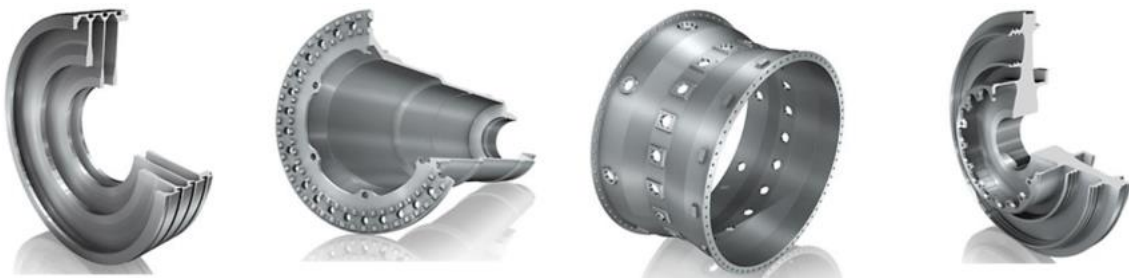


Figura 3.1: Componenti di motori aeronautici fabbricati in Inconel 718 [25]

Nel corso degli anni sono state sviluppate diverse superleghe di Nichel, ottenendo dei prodotti dalle migliori proprietà composizionali e microstrutturali. Infatti esse dal punto di vista della microstruttura, presentano un reticolo FCC, ma il nichel non possiede elevate proprietà meccaniche, dunque è necessaria la presenza di elementi alliganti o precipitati intermetallici che rendano la lega stabile e resistente. Nel primo caso parleremo di leghe rafforzate per soluzione solida, nella quale gli elementi alliganti vanno a sostituirsi agli atomi della matrice frenando il movimento delle dislocazioni ed aumentando resistenza e tenacità; gli elementi alliganti più largamente utilizzati sono Nb, Al, Ti. Nel secondo caso invece parleremo di leghe rafforzate per

precipitazione, nella quale gli intermetallici sono ottenuti attraverso trattamenti termici di solubilizzazione ed invecchiamento, che comporta la precipitazione di seconde fasi nella matrice della lega [18]. Esse sono:

- γ' : la cui composizione è Ni_3Al o $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$, è una fase intermetallica FCC che rappresenta la principale fase rinforzante di molte superleghe di Ni. La morfologia dei precipitati può essere sferoidale e variare fino a diventare cuboidale a seconda del tempo e della temperatura a cui le leghe sono state trattate. Determina un aumento della resistenza ma una diminuzione della lavorabilità, per questo motivo i suoi valori in percentuale vengono mantenuti bassi e varia in volume tra il 20% e il 40%. Rappresenta la principale fase per molte superleghe ma non per tutte (figura 3.2) [26] [18];

- γ'' : è una fase intermetallica la cui composizione è Ni_3Nb , dunque è data dalla risultante dalla combinazione di nichel e niobio in presenza di ferro, la quale presenta struttura tetragonale a corpo centrato (TCC). L'aggiunta di una notevole quantità di ferro fa in modo che la fase γ'' tenda ad essere più stabile rispetto a γ' diventando quindi la principale fase intermetallica rinforzante la matrice, e soprattutto la principale fase utilizzata per la lega Inconel 718. Il precipitato in questo caso ha la forma di “dischetti”(figura 3.2) [26];

- η : ottenuta per trasformazione della fase γ' in seguito a trattamenti termici prolungati ad elevate temperature. E' una fase di formula Ni_3Ti di reticolo esagonale compatto, che riduce le proprietà meccaniche della lega, in particolare è dannosa per la duttilità nel caso di precipitato in forma cellulare, mentre per precipitati allungati o a “piastrina” diminuiscono la resistenza del materiale;

- δ : deriva dalla trasformazione della fase γ'' per esposizione termica, spesso per tempi prolungati a temperature non elevate. La sua formula chimica è Ni_3Nb e il reticolo è ortorombico invece in questo caso (figura 3.2).

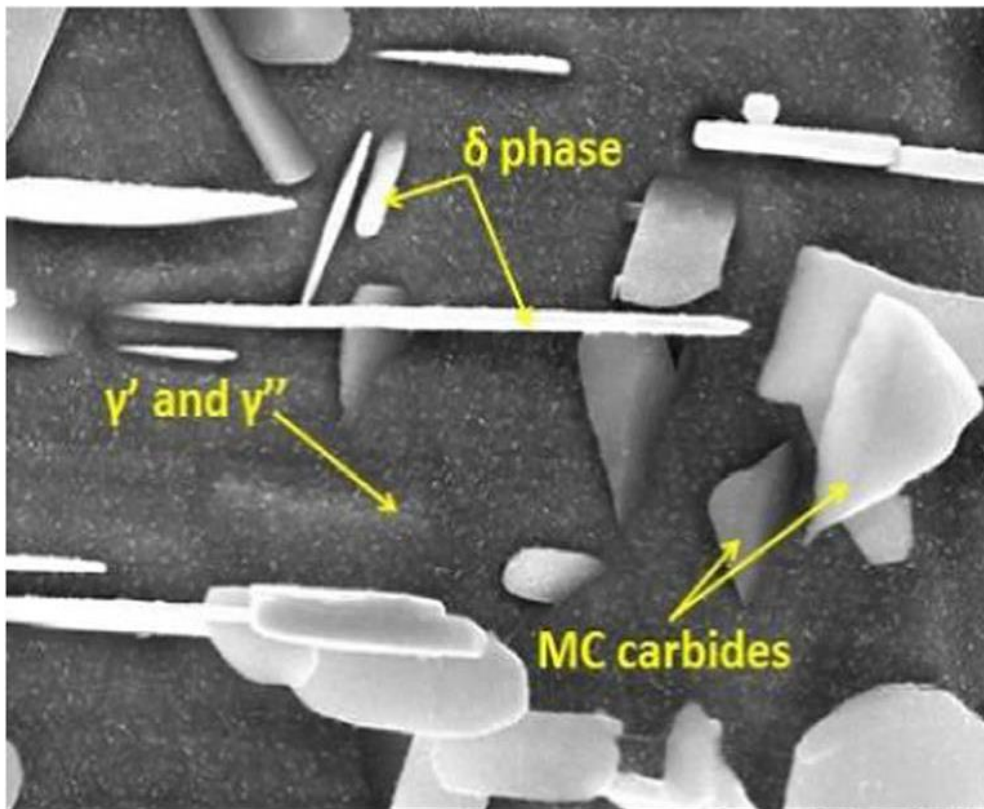


Figura 3.2: fasi secondarie al SEM [25]

Tuttavia, non tutte le fasi creano effetti positivi nelle superleghe di Nichel; ne esistono infatti alcune che sono considerate come elementi indesiderati, in quanto determinano effetti di infragilimento del materiale. Si tratta nello specifico delle fasi TCP (Topologically Close Packed), che possono formarsi durante il trattamento termico [24]. Nello specifico ne troviamo di tre tipi: μ , σ e Laves, e concentriamoci su quest'ultima. Le fasi di Laves sono caratterizzate da struttura esagonale ed appaiono con morfologia irregolare, variando dalla forma allungata a quella a “placchette” a seconda del trattamento termico utilizzato per il materiale. La formazione delle fasi di Laves è altamente indesiderabile in quanto priva la matrice di utili elementi di lega e favorisce l’inizio e la propagazione della cricca, deteriorando notevolmente le proprietà meccaniche, come la duttilità, la resistenza a trazione e la vita a fatica [27].

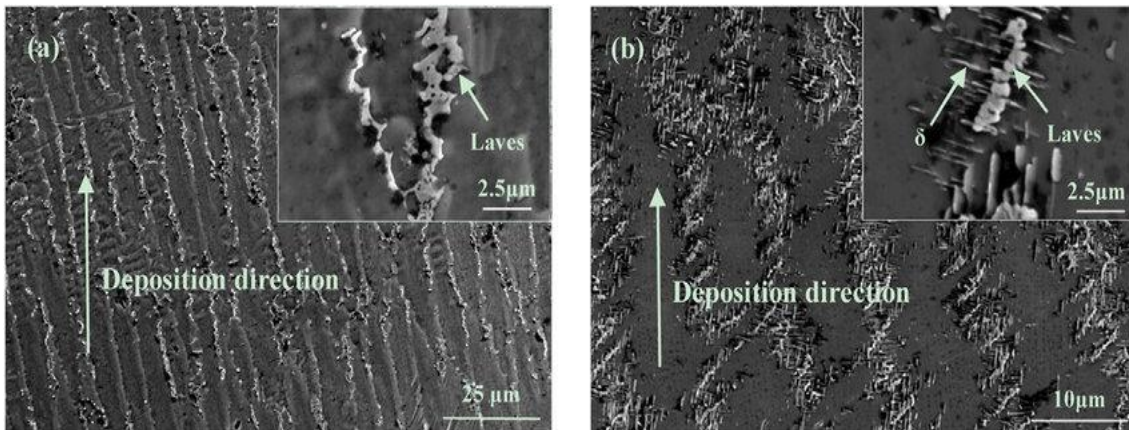


Figura 3.3: Fasi di Laves al SEM [25]

Le fasi rafforzanti servono a migliorare le proprietà della lega, ma la loro eccessiva presenza può ridurre la saldabilità della lega. Infatti le leghe più saldabili si adattano con più facilità alle tecniche AM visti i continui processi di fusione e solidificazione [26]. Un indice di saldabilità è dato dalla fase γ' (Ti e Al) e dalla presenza dei carburi quali quelli formati da Cr e Co. In entrambi i casi si ha una riduzione della saldabilità, in contrasto con materiali come l'Inconel 718 e 625, che al contrario presentano ottime proprietà anche da questo punto di vista (figura 3.4).

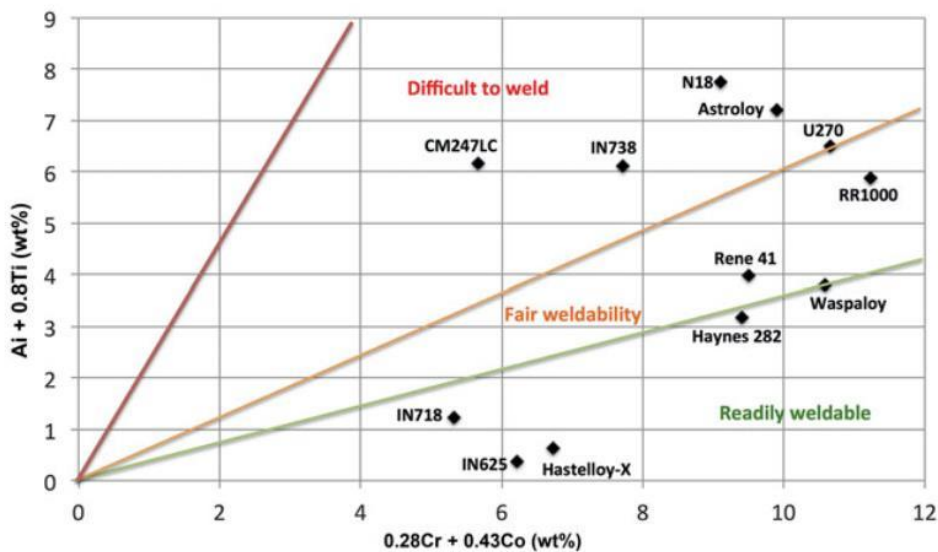


Figura 3.4: saldabilità delle principali leghe di Nichel [26]

3.1 Inconel 718

L’Inconel 718 è una superlega a base di nichel induribile per precipitazione, dotata di eccellenti proprietà meccaniche. E’ utilizzabile sia ad elevate temperature che a temperature criogeniche, grazie alla sua elevata resistenza e saldabilità, eccellente resistenza alla fatica, all’ossidazione e alla rottura a temperature fino a 700 °C; questo la rende di elevato interesse per settori quali aeronautico, aerospaziale ed energetico. Tuttavia la produzione per piccoli lotti di IN718 tramite tecniche convenzionali non è conveniente né dal punto di vista progettuale che economico, l’alternativa perfetta è rappresentata dall’AM, e nello specifico dal Selective Laser Melting, tramite il quale si ottengono geometrie complesse e forme speciali [28].

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 3.5: composizione chimica IN718 [16]

Dalla figura 3.5 notiamo i principali elementi costituenti della lega di Inconel 718 durante il processo di formazione SLM utilizzati da EOS; tra essi troviamo il Cr, Nb, Ti e Al. Tuttavia tali componenti fusi hanno granulometria grossolana che portano a scarse proprietà meccaniche della lega Inconel 718 allo stato “as built” e ad alcuni problemi, come le sollecitazioni residue, la porosità, la crescita direzionale dei grani e altri difetti indotti dal processo devono essere studiati e migliorati [24]. Al fine di raggiungere le proprietà meccaniche e microstrutturali desiderate, sono comunemente richiesti post-trattamenti termici per alleviare le tensioni residue e per permettere la precipitazione delle fasi di rinforzo. Il principale meccanismo di rafforzamento dell’Inconel è il trattamento termico caratterizzato da solubilizzazione e doppio invecchiamento. Questo trattamento cerca di dissolvere le fasi indesiderate (Laves) e di omogeneizzare elementi come Ti, Nb e Al nella matrice per favorire la precipitazione di γ' e γ'' , le quali sono le principali fasi indurenti [18]. Nello stato “as built”, la microstruttura è costituita da fase γ (figura 3.6). Inoltre notiamo la presenza di dendriti e una superficie disomogenea.

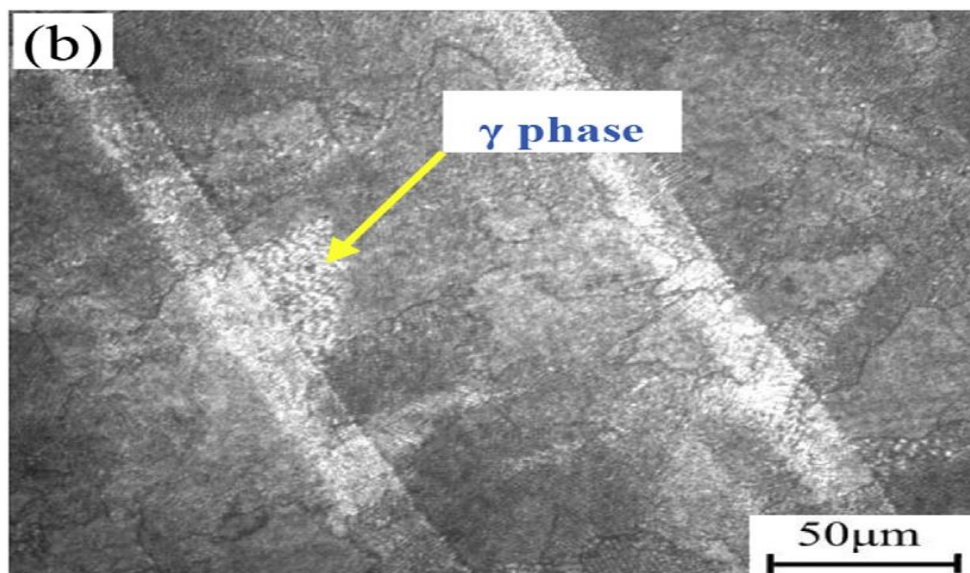


Figura 3.6: microstruttura Inconel 718 nello stato “as built” [29]

Per evitare gli effetti indesiderati di cui sopra, occorre portare avanti un'attenta analisi sulla composizione e sulla quantità delle fasi, in modo tale da poter intervenire nel correggere la microstruttura del materiale tramite degli appositi trattamenti termici. EOS sottopone l'Inconel 718 a tale trattamento termico:

- Solubilizzazione: si esegue mantenendo il materiale a 954 °C per 1 ora, in aria o in argon;
- Doppio invecchiamento: si esegue in forno a 718 °C per una durata di 8 ore, successivamente si passa ad una temperatura del forno di 621 °C per un tempo di precipitazione totale di 18 ore, in aria o in argon [16].

Una volta terminato il processo, il quale deve avvenire in condizioni di vuoto per evitare l'ossidazione, la microstruttura dell'IN718 diventa come quella visibile in (figura 3.7), dove anche i cristalli colonnari e le dendriti sono scomparse [29].

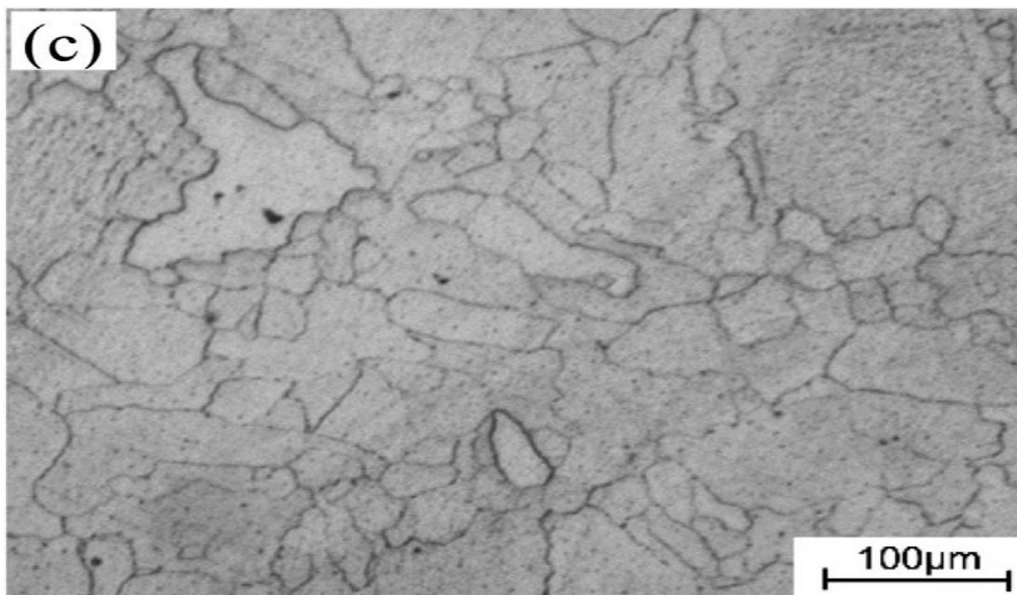
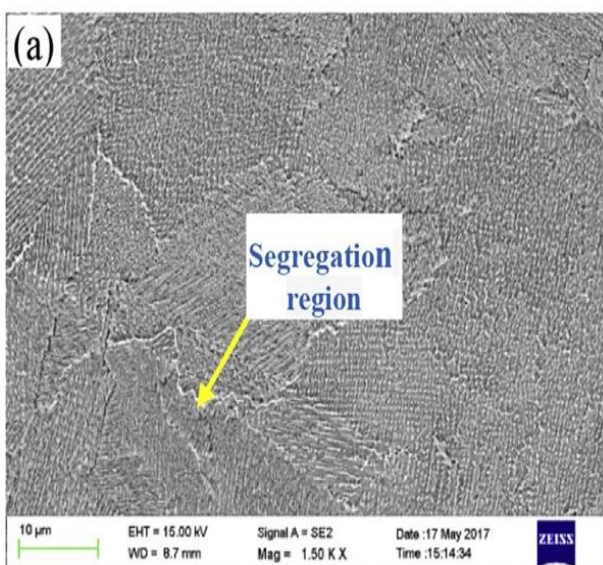
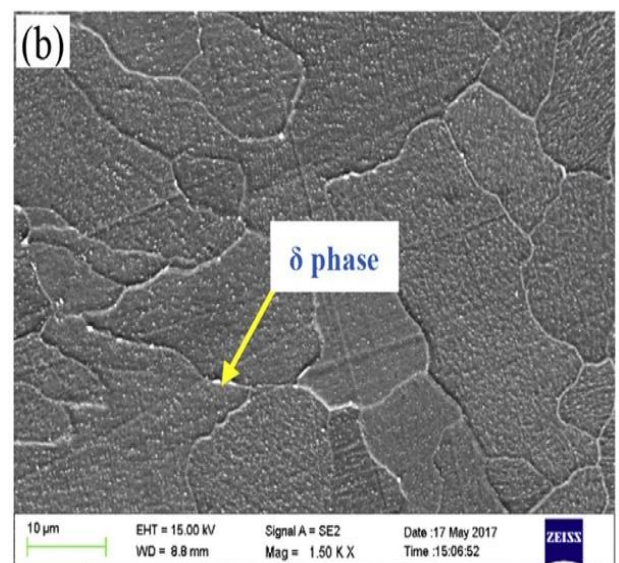


Figura 3.7: microstruttura Inconel 718 post-trattamento termico [29]

In letteratura è possibile trovare tale trattamento con valori diversi di temperatura e di tempo di applicazione, infatti è possibile variare tali parametri in funzione delle caratteristiche richieste; inoltre tale processo non è l'unico applicato per queste superleghe. In alcuni casi viene messo in atto un trattamento di omogeneizzazione in forno, con lo scopo di ridurre la separazione chimica risultante dal processo di fusione; esso può avvenire ad una temperatura di 1093°C per un tempo di 2 ore [27]. Una volta usciti dal forno, i componenti così prodotti sono caratterizzati da una minore presenza di distorsioni o di eventuali difetti di fabbricazione. Per analizzare ulteriormente l'influenza del processo di trattamento termico sulla trasformazione microstrutturale, è necessario l'utilizzo del SEM per osservare e analizzare le leghe tramite EDS (Energy Dispersive Spectrometry) (figura 3.8), per poi studiare la transizione delle fasi e la composizione chimica post-trattamento tramite XRD (X-Ray Diffraction) [29].



(a) SEM morphology of unheated



(b) SEM morphology after heat treatment

Figura 3.8: morfologia Inconel 718 allo stato “as built” e trattato termicamente al SEM [29]

La spettroscopia a dispersione di energia (EDS) è una delle tecniche primarie utilizzate per identificare i costituenti chimici nei materiali solidi. Gli spettrometri a dispersione di energia utilizzano dei rilevatori dei raggi X a semiconduttore (solitamente silicio) che raccolgono i fotoni emessi dal campione dopo che questo è stato interessato dal fascio incidente di elettroni [30]. Le varie informazioni ottenute vengono inserite in istogrammi di energia i cui picchi rappresentano i principali elementi chimici presenti nel campione analizzato. I risultati dell'analisi EDS dei precipitati tipici sulla superficie superiore delle leghe di Inconel 718 sono mostrati nella Figura 3.9.

The EDS analysis of precipitates on the upper surface of alloys (wt. %).

Location	Element							
	C	Al	Mo	Ti	Cr	Fe	Ni	Nb
A	0.22	0.60	3.00	1.07	19.87	18.98	50.10	6.16
B	1.08	0.66	0.00	2.82	15.55	14.50	37.63	27.76

Figura 3.9: precipitati prima e dopo il trattamento termico sulla superficie dei campioni [29]

La composizione chimica sulla superficie superiore per le leghe non trattate termicamente è composta da elementi ad alta temperatura, come Ni, Cr, Fe e Nb. Una volta eseguito il trattamento termico, ci sarà la precipitazione di composti intermetallici e fasi indurenti, in questo caso principalmente δ [29]. La fase δ è una fase dannosa per le proprietà meccaniche della lega per due ragioni: in primo luogo, abbassa il contenuto di Nb, riducendo il potenziale di precipitazione di γ' e γ'' e, in secondo luogo, può dare origine alle fasi di Laves, le quali sono tipicamente punti di innesco per la propagazione delle cricche. Fondamentale è il trattamento termico di doppio invecchiamento, grazie al quale si verificherà un indurimento dovuto alle particelle fini della fase delta e la precipitazione della fase γ' . L'analisi XRD invece funziona irradiando un materiale con raggi X incidenti, per poi misurare le intensità e gli angoli di diffusione dei raggi X che lasciano il materiale [31]. Tramite questa tecnica, la letteratura mostra che la principale

fase allo stato “as built” è γ , ma si può trovare anche la fase γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti}, \text{Nb})$), caratterizzata da un'elevata stabilità. Inoltre è stata riscontrata la presenza di carburi Cr-Ni-Fe-C, che possono portare a formazione di cricche ad elevate temperature. Dopo il trattamento, il niobio inizia a precipitare e si forma il precipitato NbNi_3 (costituente della fase δ) mentre il ferro muta in FeNi_3 . La tecnica XRD per l'identificazione di queste fasi non è di grande supporto perché i campioni hanno stessa struttura reticolare ed in più mostra due limiti generali: vengono solamente identificati cristalli di dimensioni maggiori di 10 nm e di solito non riesce a riconoscere fasi presenti per meno del 5% della frazione di massa del campione. Pertanto non è possibile verificare l'esistenza della fase δ tramite XRD e allo stesso tempo nemmeno la fase γ' può essere rilevata (figura 3.10) [28].

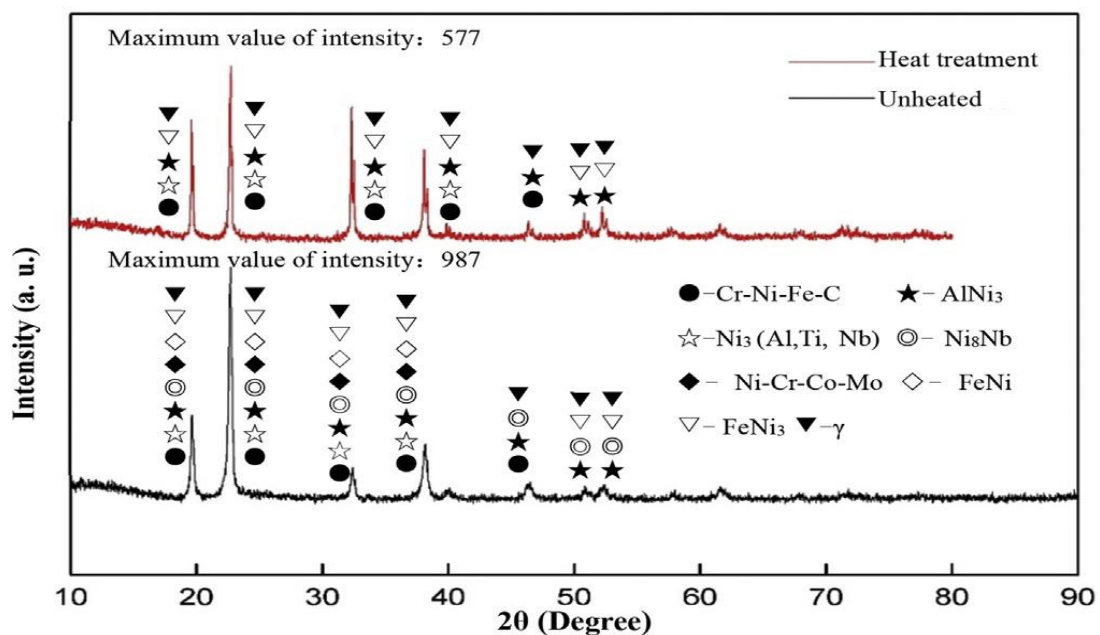


Figura 3.10: elementi e fasi riconosciuti tramite analisi XRD per Inconel 718, nel caso non trattato e trattato [29]

Chiaramente sono notevoli i cambiamenti della microstruttura dell'Inconel con il trattamento termico e non solo; infatti anche le proprietà meccaniche variano ed in generale tendono a migliorare. Infatti, come notiamo dalla (figura 3.11), la microdurezza di campioni trattati termicamente è superiore rispetto a quelli in

condizione “as built”. Ciò è dovuto alla precipitazione delle fasi indurenti, come già detto precedentemente.

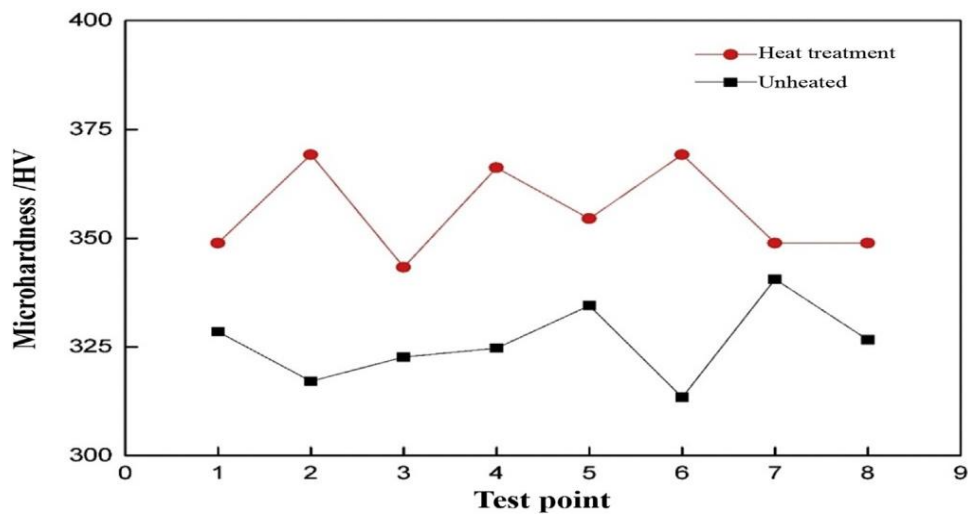


Figura 3.11: curva della durezza di campioni di Inconel [29]

Confrontando le curve sforzo-deformazione dei campioni SLM (figura 3.12), è visibile una differenza apprezzabile tra il comportamento elasto-plastico dei campioni di IN718 trattati e non trattati. Infatti notiamo che la tensione applicabile ai provini trattati è superiore agli “as built”, dunque si avrà maggiore resistenza e un notevole miglioramento in termini di proprietà meccaniche [28].

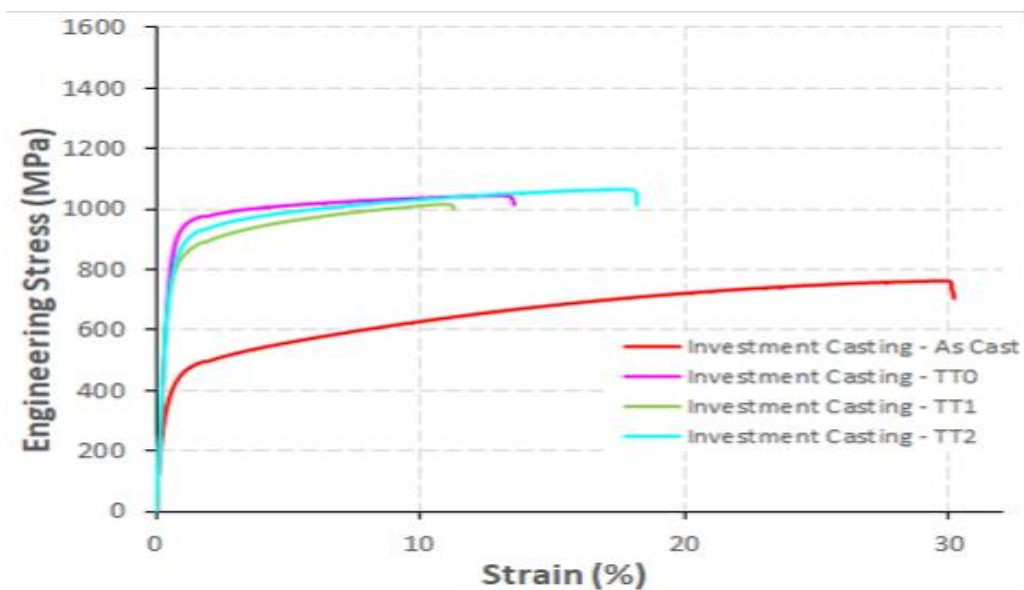


Figura 3.12: Curva stress-deformazione di campioni di Inconel al variare dei trattamenti termici [28]

Le migliori proprietà meccaniche ottenute nella lega IN718 lavorata da SLM sono dunque causate dalla precipitazione delle fasi γ' e γ'' nella matrice della superlega oltre che dalla presenza di una piccola quantità di fasi delta nelle regioni interdendritiche. Altri fattori importanti sono la microstruttura fine ed omogenea ottenuta tramite SLM e notevolmente migliorata tramite solubilizzazione e doppio invecchiamento. Il processo SLM genera un materiale con resistenza adeguata già in condizione di “as built”, ma abbiamo visto come la letteratura scientifica mostri che i provini trattati termicamente siano superiori in termini di resistenza, duttilità e durezza.

4 Procedure sperimentali

Il campione oggetto di questo studio è un provino di Inconel 718, in particolare parliamo di C2F, caratterizzato da reticolo FCCZ, ottenuto tramite il processo di SLM utilizzando la seguente combinazione di parametri di stampa (Tabella 4.1):

Velocità di scansione	Layer Thickness	Potenza laser	Hatch distance
960 mm/s	0.04 mm	285 W	0.11 mm

Tabella 4.1: parametri di processo del campione C2F

Successivamente il campione è stato sezionato a metà lungo l’asse z (direzione di crescita) tramite elettroerosione a filo (EDM). L’elettroerosione a filo è una tecnologia di lavorazioni meccanica che sfrutta le capacità erosive delle scariche elettriche e, per questo motivo, si può utilizzare soltanto sui materiali che sono buoni conduttori [32].

Il risultato del taglio sono due provini equivalenti, di cui uno dei due è stato trattato termicamente mentre l'altro è stato lasciato allo stato "as built" (figura 4.1).

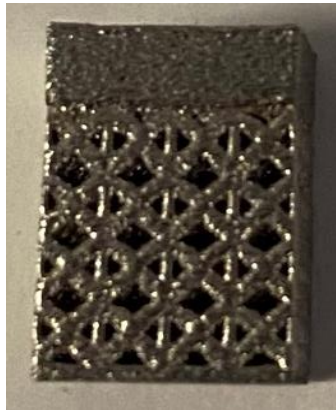


Figura 4.1: campione oggetto della tesi

La metà del provino trattata ha subito un trattamento di solubilizzazione a 954 °C per 1 ora (raffreddamento in aria), per poi essere sottoposto a doppio invecchiamento in forno, inizialmente a 718°C per 8 ore e successivamente a 621°C per 18 ore, anche esso seguito da raffreddamento in aria. Lo step successivo è stato il processo di lucidatura dei due campioni con l'utilizzo di lappatrici (figura 4.2), utilizzando carte abrasive al SiC di diverse granulometrie, passando dalla 1200 alla 4000 per ottenere una superficie lucida a specchio. La lubrificazione del processo avviene tramite acqua e, ad ogni cambio di granulometria della carta è necessario ruotare il campione di 90° al fine di collegare gli eventuali graffi ad una carta o ad un'altra. In ultimo, è stata utilizzata la lucidatura tramite pasta diamantata su un panno abrasivo. Questa fase è fondamentale per l'osservazione del provino al microscopio ottico.



Figura 4.2: lappatrice [1]

Una volta ottenuta la condizione di perfetta lucidatura, i campioni sono stati analizzati mediante un microscopio ottico metallografico invertito (figura 4.3), attraverso il quale è possibile evidenziare inclusioni, difetti, porosità. Nel microscopio invertito, gli obiettivi si trovano al di sotto del tavolino e il campione è posto sopra agli obiettivi, dunque è l'opposto di un microscopio verticale. Il funzionamento è lo stesso per entrambi: una sorgente di luce, focalizzata su una lente condensatrice, irradia il campione. Tramite l'utilizzo di una lente obiettivo e dell'oculare, l'occhio umano riesce a visualizzare l'immagine ingrandita fino ad un massimo di 1000x. Il microscopio ottico invertito offre maggiore libertà rispetto ad uno verticale, infatti la presenza del campione al di sopra dell'obiettivo rende possibile l'analisi di provini più grandi e pesanti, grazie alla presenza di maggiori spazi di lavoro [33].



Figura 4.3: microscopio ottico invertito

Attraverso tale microscopio, sono state effettuate diverse foto dei due campioni, utilizzando ingrandimenti a 10x e 20x, per poi analizzare le micrografie del piatto e del reticolo al fine di riscontrare la presenza di difetti e porosità (figura 4.4). Per ogni micrografia è stato necessario inserire il marker visibile in basso a destra a seconda del relativo ingrandimento utilizzato, in questo caso 200 μm per 10x.

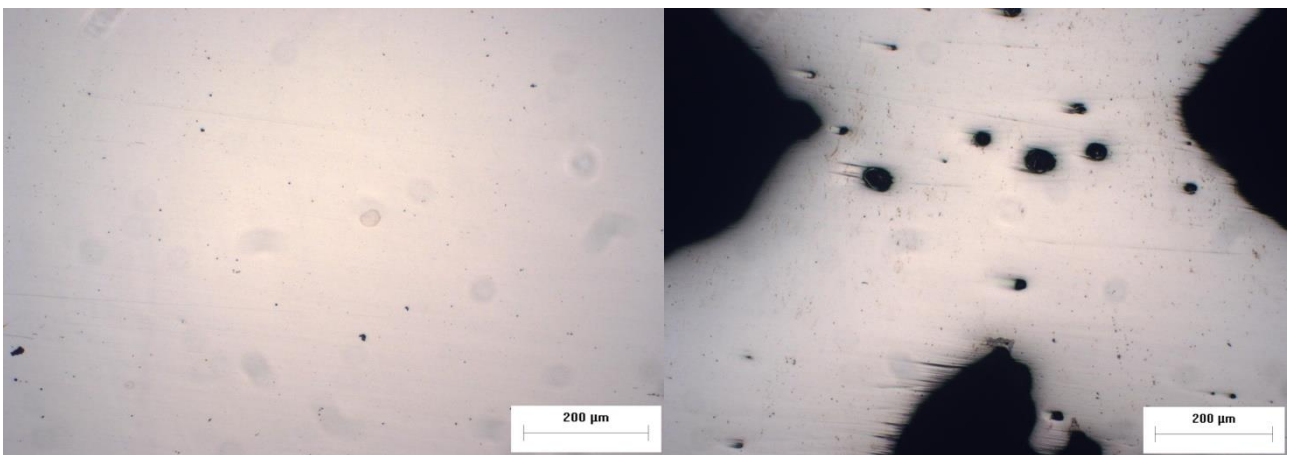


Figura 4.4: a sinistra micrografia C2F del piatto, a destra del reticolo

Tali micrografie sono state sottoposte all'analisi di caratterizzazione dei vuoti tramite ImageJ, un software di dominio pubblico per l'elaborazione e l'analisi di immagini scientifiche. Seguendo una apposita procedura all'interno del programma, abbiamo effettuato un'analisi statistica e siamo arrivati ad ottenere il numero e l'area dei vuoti (figura 4.5), da cui è stato possibile ricavare la percentuale dei vuoti presenti in media all'interno dei campioni, i cui valori verranno analizzati nel capitolo seguente.

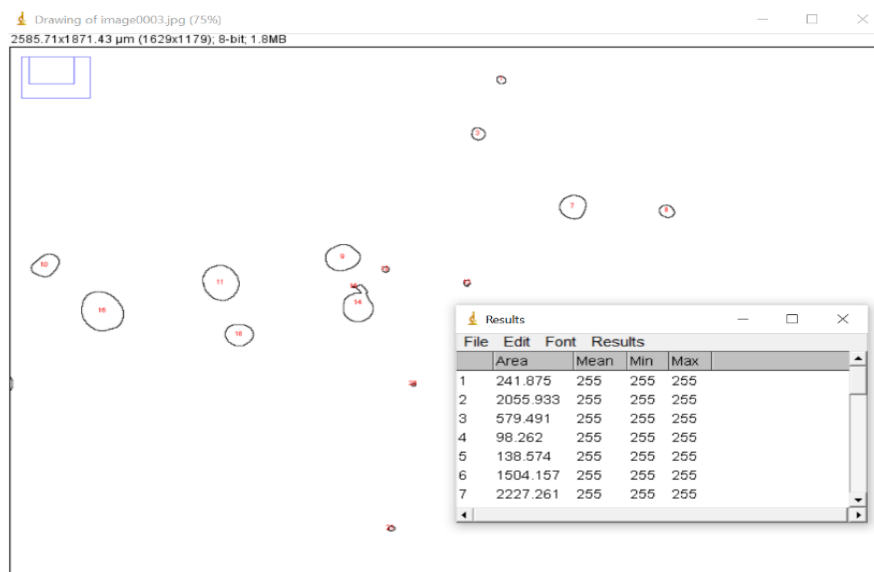


Figura 4.5: esempio di risultati ottenuti tramite ImageJ

Lo step successivo è stato l'attacco chimico, il quale permette di mettere in risalto i dettagli della microstruttura del materiale (come ad esempio bordi di grano, seconde fasi, linee di flusso, pozze di fusione dovute alla solidificazione del materiale dopo il passaggio del laser). Nel nostro caso i campioni di C2F sono stati attaccati chimicamente, a temperatura ambiente, in una soluzione con la seguente composizione chimica (% in volume): 28% acido acetico glaciale, 28% acido nitrico, 44% acido cloridrico [34]. I provini attaccati sono stati quindi analizzati nuovamente al microscopio ottico e le micrografie ottenute hanno messo in risalto diverse differenze dal punto di vista microstrutturale tra i campioni "as built" e trattati termicamente. In particolare è interessante notare il fatto che l'attacco chimico abbia messo in risalto le pozze di fusione nell'as built, mentre queste ultime non sono presenti nel campione trattato termicamente (figura 4.6).

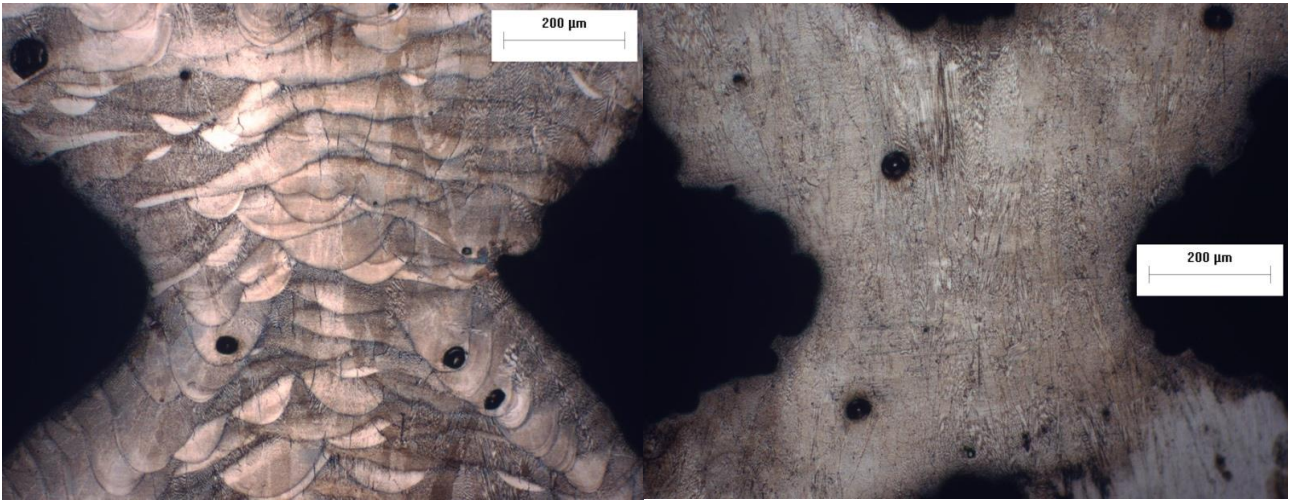


Figura 4.6: micrografie C2F del reticolo post attacco chimico, a sinistra troviamo il provino as built mentre a destra troviamo il trattato

Il passo successivo è stato quello di analizzare i campioni tramite microscopio elettronico a scansione (SEM, Scanning Electron Microscope). Il microscopio elettronico a scansione utilizza come sorgente luminosa un fascio di elettroni, il quale entrando in contatto con il campione causa l'emissione di elettroni che forniscono informazioni dal punto di vista morfologico (elettroni secondari), dal punto di vista compositivo (elettroni Auger) e misto (elettroni retrodiffusi).

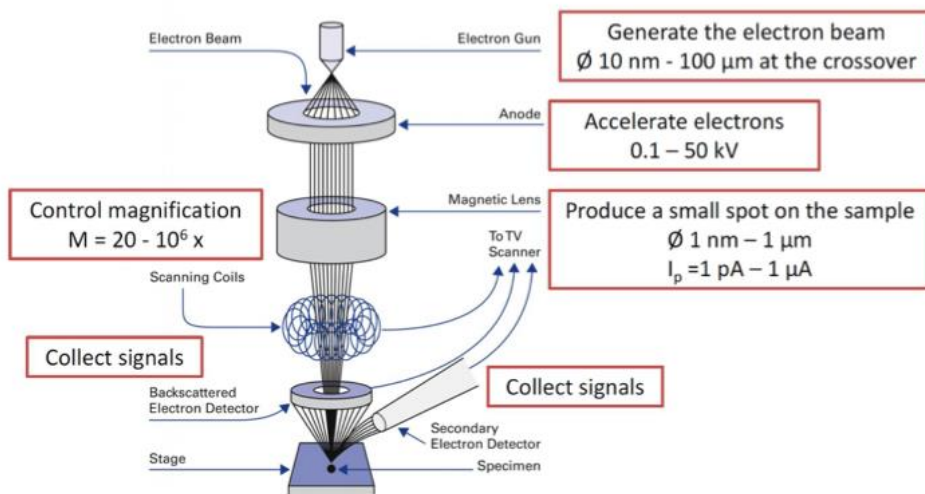


Figura 4.7: colonna del SEM [1]

Un cannone elettronico genera il fascio di elettroni che viene accelerato tramite un anodo per poi attraversare delle lenti magnetiche (figura 4.7). Nella parte bassa del SEM troviamo il provino montato su uno stub (supporto), il quale nel momento in cui entrerà in contatto con il fascio elettronico, emetterà elettroni secondari e retrodiffusi che verranno raccolti da detector (rivelatori) per ottenere le informazioni riguardo morfologia e composizione. I principali detector di elettroni retrodiffusi sono l'Energy Selective Backscattered (EsB), l'Angle Selective Backscattered e il Solid State Detector (SSD), mentre per quanto riguarda gli elettroni secondari troviamo l'Everhart-Thornley Detector (ETD) e il Through The Lens (TTL) [1]. Una volta inserito il campione montato sullo stub all'interno della camera del SEM (figura 4.8), è necessario ottenere la condizione di vuoto a pressioni di circa 10^{-5} Pa, per la generazione ed il movimento degli elettroni del fascio e di quelli emessi dal campione. Il vuoto viene ottenuto utilizzando una o più pompe rotative e turbomolecolari.



Figura 4.8: microscopio elettronico a scansione [1]

I principali parametri di lavoro di un SEM sono: tensione di accelerazione, Spot Size e distanza di lavoro (working distance). La tensione di accelerazione del fascio

elettronico è un fattore molto importante in quanto un eccessivo valore della tensione nasconde la morfologia, mentre un basso valore può causare un ridotto accumulo di carica. Lo Spot Size è il diametro del fascio di elettroni incidente sul provino (figura 4.9); per diametri grandi si ha una bassa risoluzione ma alta corrente sul provino, per diametri piccoli si ha alta risoluzione ma bassa corrente sul provino. Infine troviamo la distanza di lavoro, che rappresenta la distanza tra il pezzo polare della lente obiettivo e il campione. Per alti valori di distanza di lavoro si avrà bassa risoluzione ed alta corrente sul campione, viceversa a piccoli valori corrisponderà alta risoluzione e bassa corrente. E' dunque di fondamentale importanza scegliere i parametri di funzionamento del SEM per ottenere un giusto compromesso tra risoluzione e corrente sul provino, così da ottenere i migliori risultati in fase di analisi.

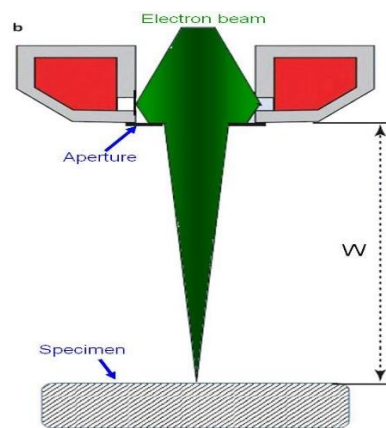


Figura 4.9: distanza di lavoro SEM [1]

Nel nostro caso è stato osservato il provino trattato termicamente utilizzando i seguenti parametri: tensione di accelerazione di 20 kV, Spot Size di 60 μm e distanza di lavoro di 7.7 mm. Dalle immagini ottenute è stato possibile esaminare le principali fasi indurenti del materiale e la sua composizione chimica (figura 4.10).

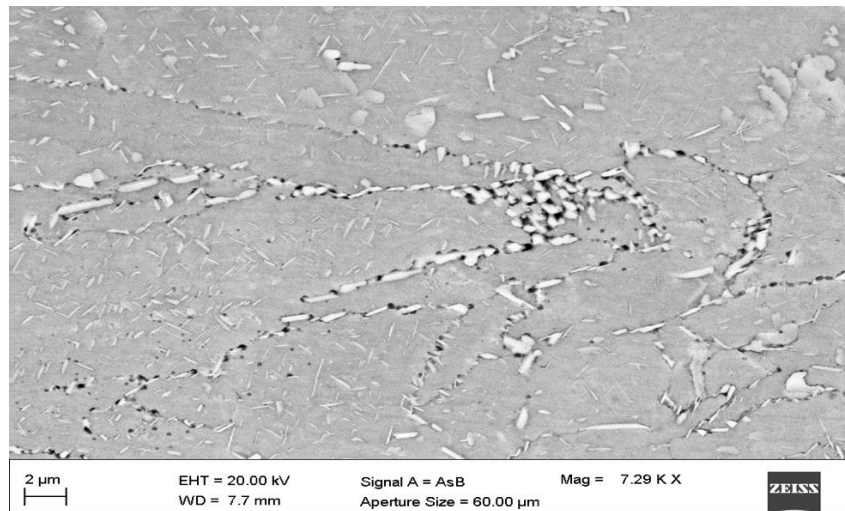


Figura 4.10: immagine al SEM

L'ultima operazione effettuata sui provini è stata la prova di microdurezza Vickers, la quale consiste nell'applicare sul campione un carico F tramite l'utilizzo di un penetratore a forma di piramide retta, con un angolo di 136° tra le facce opposte al vertice contro la superficie del pezzo. Una volta applicato il carico tramite la punta, viene misurata la diagonale media dell'impronta lasciata dal penetratore dopo la rimozione del carico, dalla quale si estrapolerà il valore della durezza, essendo questo proporzionale al carico di prova e alla superficie dell'impronta ed equivalente a (Equazione 2) [1]:

$$HV = 0,189F/d^2 \quad (2)$$

Tale prova è eseguita con un microdurometro (figura 4.11).



Figura 4.11: microdurometro Vickers

Per effettuare la prova Vickers, si serra il provino su un apposito portaprovino del microdurometro in modo che non si sposti durante la prova. Mediante un sistema ottico si visualizza la superficie del campione su uno schermo con ingrandimento fisso. Successivamente si procede all'applicazione del carico, il quale è applicato secondo una rampa iniziale che si esegue in un tempo variabile tra 2 e 10 s, per poi rimanere costante al valore massimo per un periodo compreso tra 10 e 15 s [1]. Trascorso tale tempo si rimuove il carico e si visualizza l'impronta impressa sulla superficie (figura 4.12). Vengono effettuate più prove per ogni provino così da poter prendere in considerazione più regioni del campione. Generalmente la distanza tra impronta e impronta, o tra impronta e il bordo del pezzo, deve essere almeno pari a 4 volte la misura della diagonale.

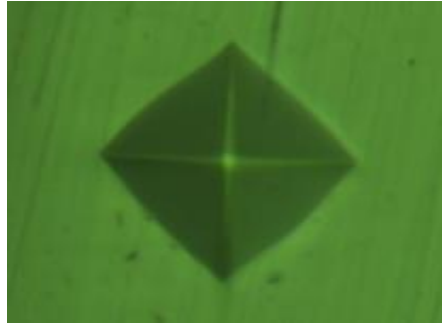


Figura 4.12: impronta penetratore Vickers

Nei nostri campioni sono stati applicati carichi di 300 gf per un tempo di 10 s; ogni impronta effettuata è distanziata rispetto alla successiva di 2 mm lungo l'asse z e di 1.5 mm lungo l'asse x (figura 4.13). Per ogni valore di x sono state realizzate 3 impronte lungo l'asse z, muovendoci poi lungo l'asse x per verificare e controllare la variazione del valore della durezza relativa alle principali zone d'interesse del campione: piatto, strut del reticolo e nodi del reticolo. Tutte le durezze ottenute sono state poi inserite all'interno di un foglio Excel per ottenere i valori della media, della deviazione standard e i principali grafici dell'andamento della microdurezza in funzione della variazione di posizione lungo il provino.

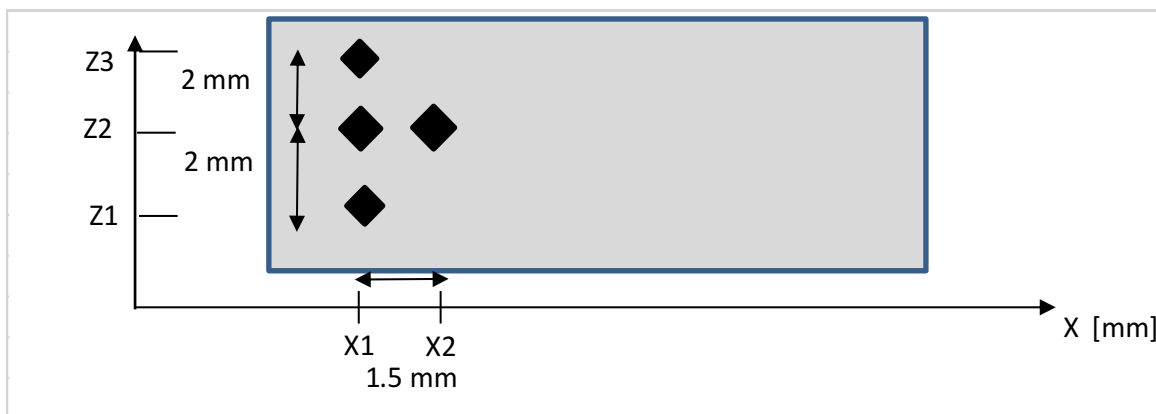


Figura 4.13: distanze tra le impronte del provino

5 Risultati sperimentali

5.1 Analisi delle porosità

Con il microscopio ottico abbiamo ottenuto le micrografie dei campioni di C2F e C2F trattato termicamente delle principali regioni di interesse: piatto superiore (analogo ad un campione massivo e, per questo, preso come riferimento), struts del reticolo e nodi del reticolo. Le micrografie sono state ottenute utilizzando diversi ingrandimenti (figura 5.1 e 5.2). Tutte le micrografie sono state inserite nel software ImageJ per effettuare la caratterizzazione dei vuoti sia a 10x che a 20x, per la quale sono state utilizzate 15 immagini per l'analisi del piatto e 10 immagini per l'analisi del reticolo (sia struts che nodi).

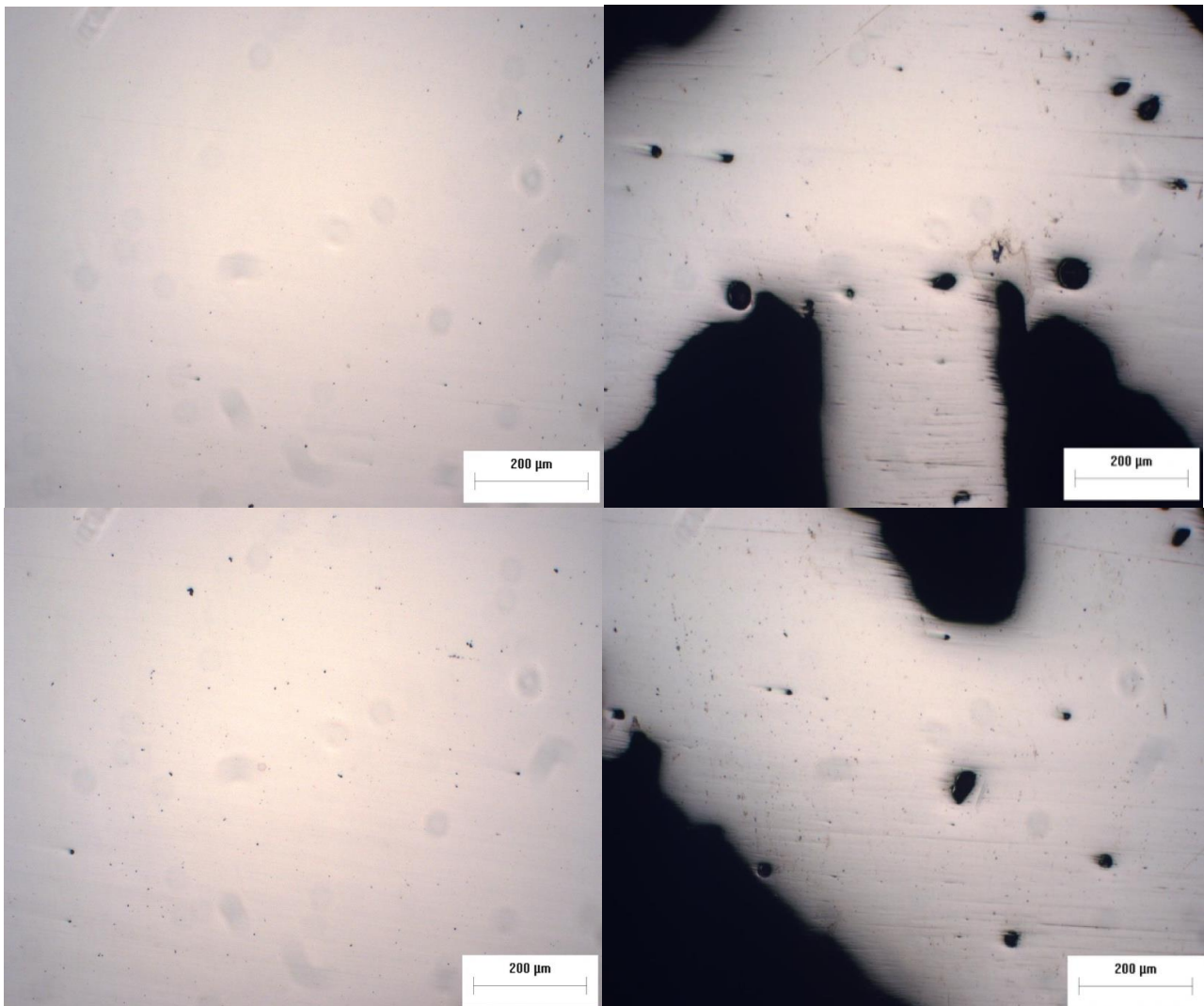


Figura 5.1: micrografie C2F 10x, a sinistra relative al piatto, a destra relative al reticolo

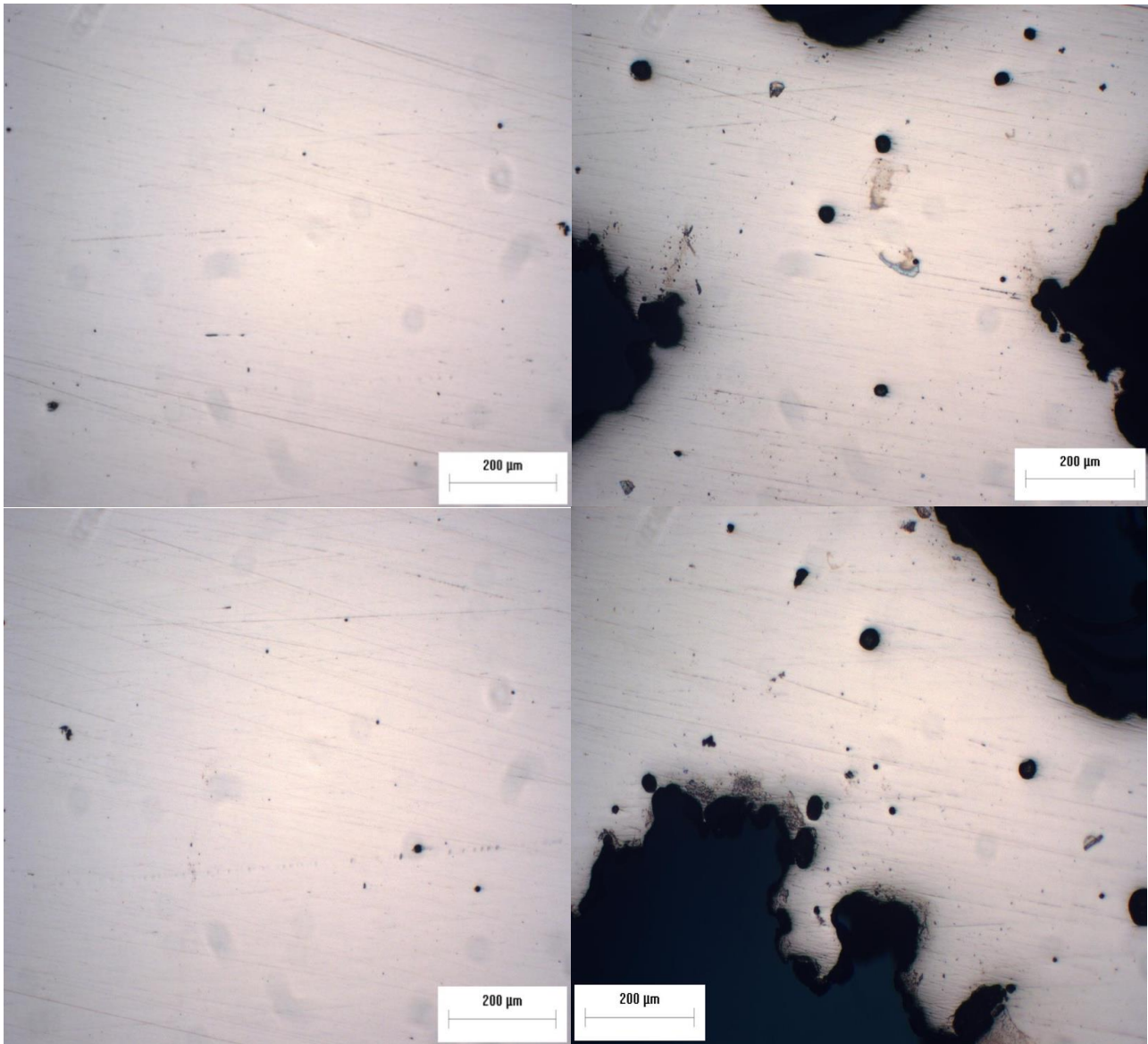
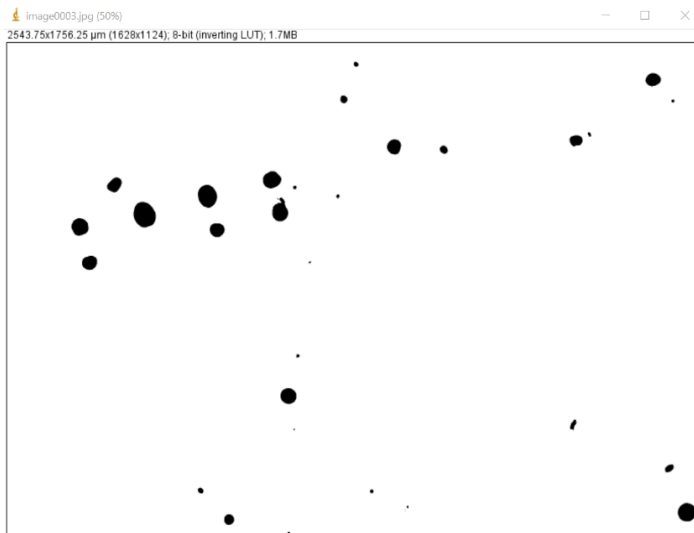


Figura 5.2: micrografie C2F trattato 10x, a sinistra relative al piatto, a destra relative al reticolo

Da ImageJ abbiamo ottenuto il numero e la superficie dei vuoti per ogni micrografia (figura 5.2 a sinistra), i cui valori sono stati inseriti in Excel (figura 5.2 a destra). Al suo interno abbiamo calcolato la percentuale dei vuoti per ogni immagine, distinguendo tra piatto e reticolo, per poi effettuare la media di tali percentuali, ottenendo il risultato finale (figura 5.3).



N° Vuoto	Area (um)
1	30.178
2	0,814
3	0,136
4	1.017
5	0,339
6	0,271
7	0,543
8	0,949
9	1.424
10	0,678
11	2.441
12	8.070
13	0,136
14	0,068
15	0,949
16	0,814
17	0,949
18	0,271
19	3.391
20	0,543

Figura 5.3: a sinistra processing di ImageJ, a destra tabella di Excel con numero e superficie di vuoti

	% media vuoti piatto	% media vuoti reticolo
C2F as built	0.125%	1,382%
C2F trattato termicamente	0.138%	1.687%

Tabella 5.1: percentuale dei vuoti nei provini di C2F

In entrambi i casi siamo in presenza di microstrutture dalla elevata qualità, caratterizzate da una bassa percentuale di vuoti (tabella 5.1), alcuni dei quali originati dal soft recoater utilizzato in fase di stampa dei nostri campioni. In generale però tali valori ci fanno intuire che i parametri di processo applicati sono ottimi per la produzione di strutture sia bulk che reticolari in Inconel 718 tramite Laser Powder Bed Fusion. Notiamo che la percentuale media di vuoti presenti nel provino trattato termicamente è leggermente più elevata rispetto a quanto mostrato dal campione in condizioni as built e che la percentuale dei vuoti risulta maggiore nelle zone del reticolo per entrambi i campioni. Questo porta a concludere che, per i campioni presi in esame

nella seguente tesi, il trattamento termico non origina variazioni importanti in termini di percentuali di vuoti e, quindi, non influenza in maniera particolare la densità delle strutture realizzate.

5.2 Microstruttura

I campioni sono stati sottoposti all'attacco chimico descritto nel capitolo precedente e sono stati quindi nuovamente osservati tramite microscopia ottica. Le micrografie ottenute hanno messo in risalto diverse differenze dal punto di vista microstrutturale tra i campioni as built e quelli trattati termicamente. In particolare, è interessante notare il fatto che l'attacco chimico ha messo in risalto le pozze di fusione nell'as built, mentre queste ultime non sono presenti nel campione trattato termicamente, in virtù delle modifiche microstrutturali e dei fenomeni di precipitazione che hanno luogo nell'Inconel 718 durante il trattamento termico di solubilizzazione e doppio invecchiamento. Inoltre, è interessante puntualizzare che il trattamento termico applicato di solubilizzazione e doppio invecchiamento non ha eliminato totalmente le strutture che caratterizzano il campione "come prodotto" e che, pertanto il campione C2F trattato termicamente non mostra evidenti segni di ricristallizzazione, come visibile in figura 5.4 e 5.5.

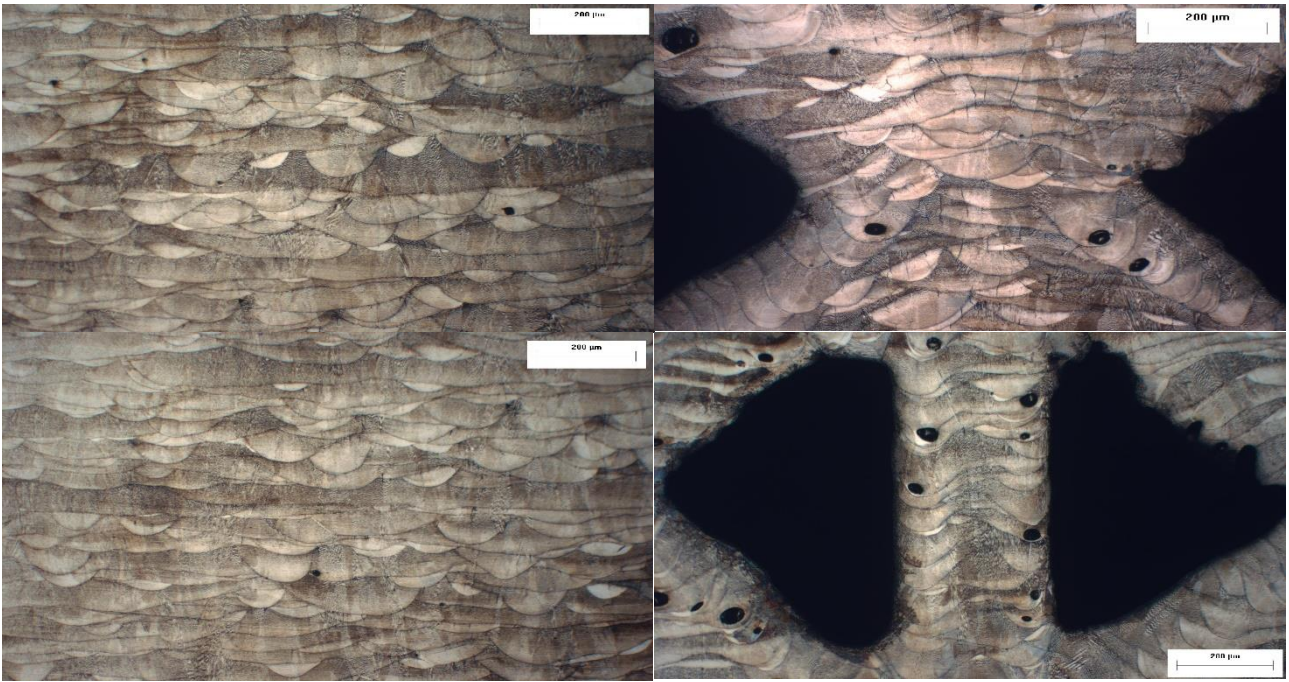


Figura 5.4: micrografie C2F post attacco, a sinistra del piatto, a destra del reticolo

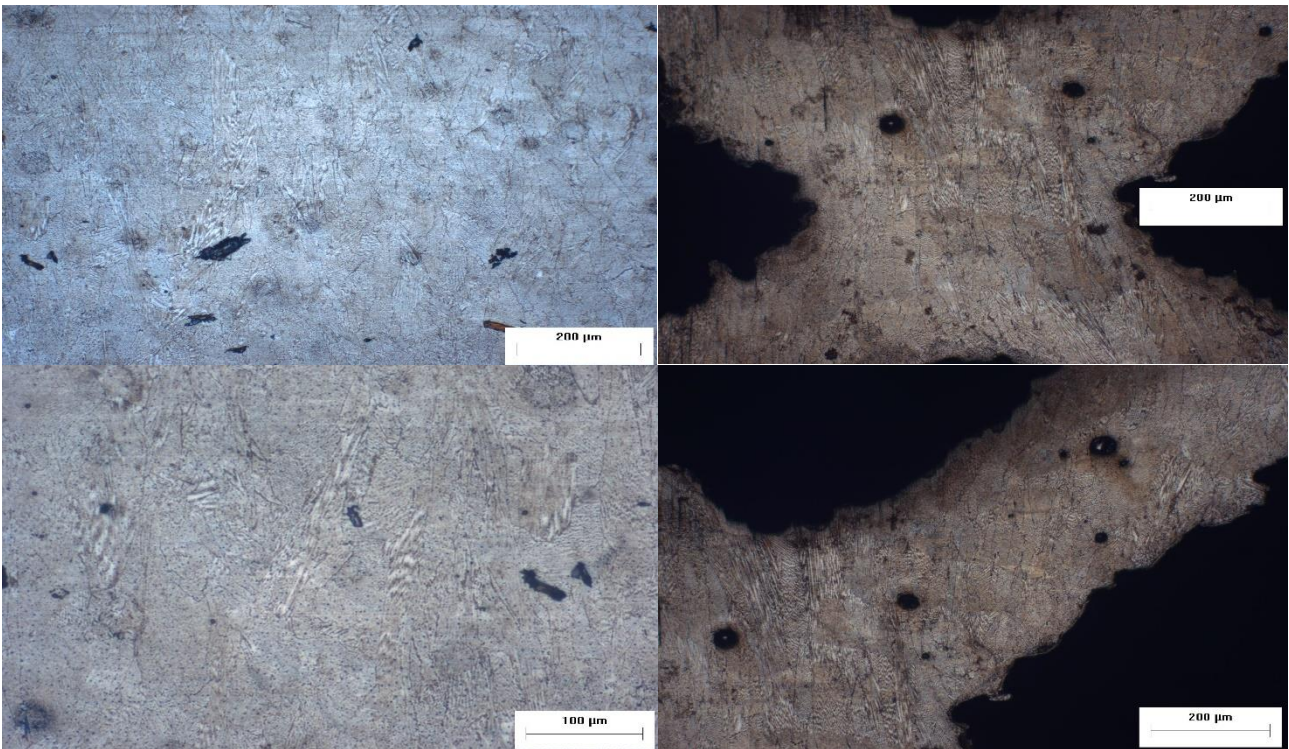


Figura 5.5: micrografie C2F trattato post attacco, a sinistra del piatto, a destra del reticolo

Durante l'analisi tramite SEM sono state acquisite diverse immagini del campione C2F trattato termicamente (figura 5.6 e 5.7).

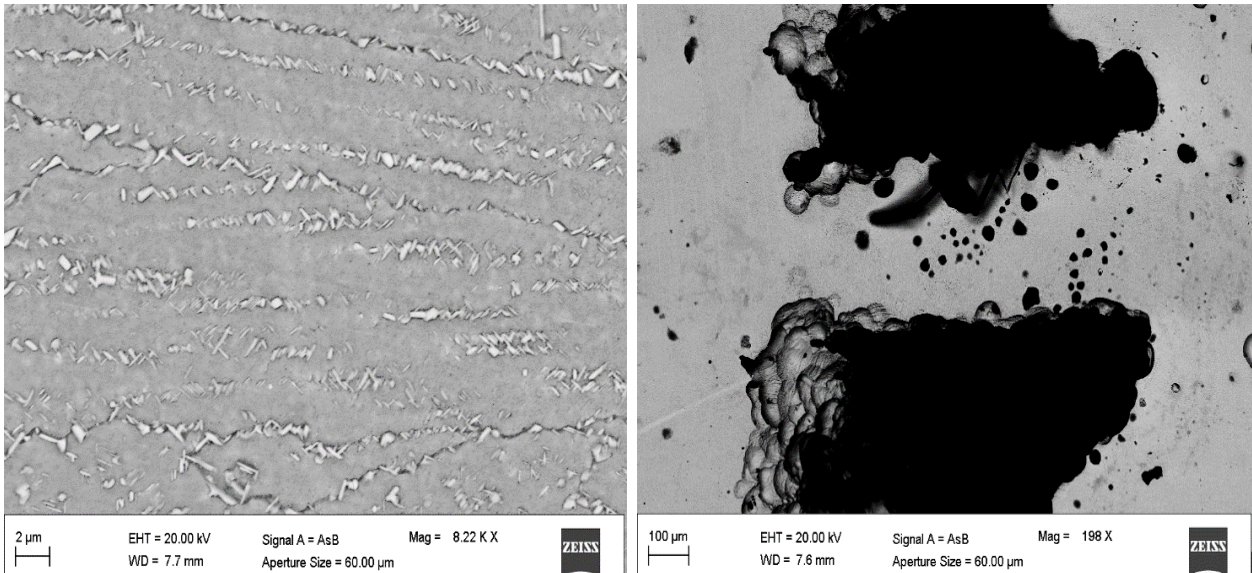


Figura 5.6: immagini al SEM del campione di C2F trattato, a sinistra relativa al piatto e a destra relativa al reticolo

Dall'immagine a sinistra di figura 5.6, relativamente al piatto, notiamo le principali fasi indurenti precipitate dopo il trattamento termico di solubilizzazione e doppio invecchiamento a cui il nostro campione è stato sottoposto: γ' , γ'' e δ . Sono visibili anche alcune fasi indesiderate, che al contrario diminuiscono le proprietà: le fasi di Laves (figura 5.7).

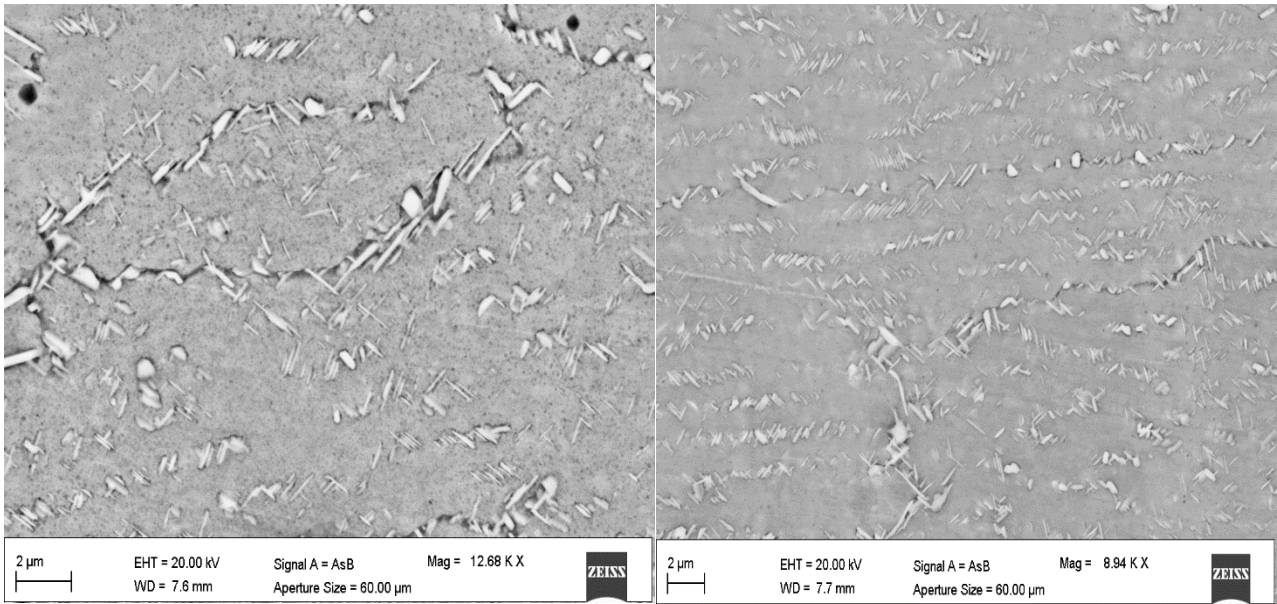


Figura 5.7: immagini al SEM di C2F trattato con presenza di fasi di Laves

Nelle immagini di figura 5.7, e in particolare in quella a sinistra, è possibile notare le fasi di Laves, rappresentate dai precipitati più grandi visibili in tali foto. La loro precipitazione post trattamento è difficile da ostacolare anche se si potrebbero effettuare alcuni trattamenti ulteriori per diminuire le percentuali di tali fasi. Anche in queste immagini però ritroviamo le stesse fasi presenti in figura 5.6: γ' , γ'' e δ . Quindi si avranno comunque buone proprietà generali anche in queste regioni del campione trattato. Durante l'investigazione dei campioni tramite microscopia elettronica a scansione è stato possibile utilizzare anche la tecnica della spettroscopia a dispersione di energia (EDS) per caratterizzarne la composizione chimica. Per questo, l'ultimo risultato da analizzare di tale studio è appunto la microanalisi (o EDS), che è stata effettuata sia sulla matrice di base sia sulle fasi di Laves, identificate grazie alle informazioni di tipo compositivo che sono state ricavate dall'analisi al SEM del campione C2F trattato, legate all'uso del segnale degli elettroni retrodiffusi. Per la matrice (figura 5.8 e 5.9), l'elemento predominante dal punto di vista compositivo è il Nickel, i cui principali elementi alliganti nella superlega risultano essere: Cromo,

Ferro, Niobio, Titanio, Molibdeno e Alluminio. Gli elementi con percentuali più elevate sono gli stessi che costituiscono le fasi indurenti γ' , γ'' e δ , ed in particolare il Nickel e il Niobio sono d'interesse per tali fasi.

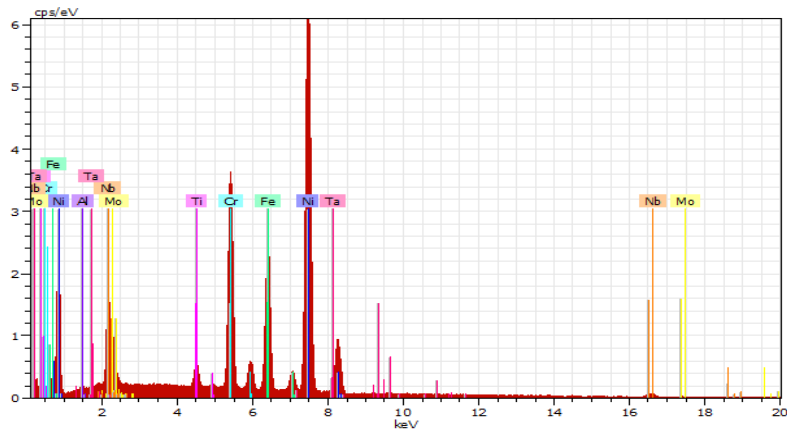


Figura 5.8: mappa compositiva della matrice

Element	Series	un. [wt. %]	C norm. [wt. %]	C Atom. [at. %]	Error (1 Sigma) [wt. %]
Nickel	K-series	52.13	55.76	56.19	1.33
Chromium	K-series	15.55	16.63	18.92	0.44
Titanium	K-series	1.61	1.72	2.12	0.08
Molybdenum	K-series	1.45	1.55	0.96	0.18
Niobium	K-series	8.51	9.10	5.79	0.42
Iron	K-series	13.71	14.66	15.53	0.39
Aluminium	K-series	0.15	0.16	0.35	0.04
Tantalum	L-series	0.39	0.42	0.14	0.05
Total:		93.50	100.00	100.00	

Figura 5.9: percentuali degli elementi costituenti della matrice

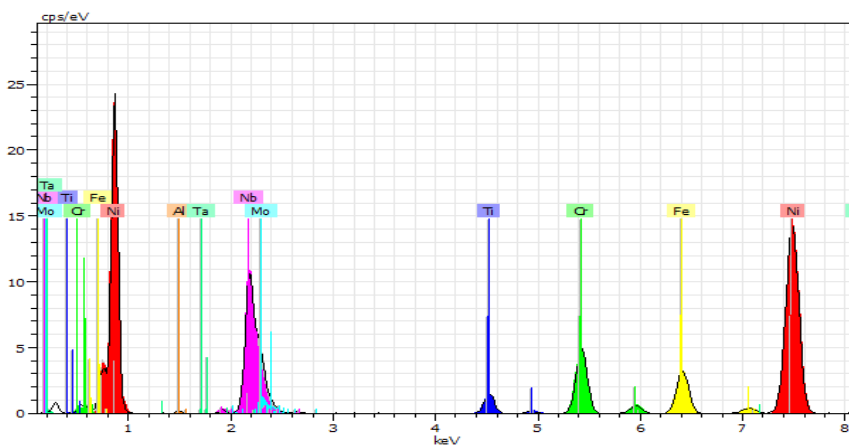


Figura 5.10: mappa compositiva della fase di Laves

Element	Series	unn. C [wt. %]	norm. C [wt. %]	Atom. C [at. %]	Error (1 Sigma) [wt. %]
Nickel	K-series	<u>54.89</u>	58.56	62.01	1.49
Chromium	K-series	8.85	9.44	11.29	0.27
Titanium	K-series	2.39	2.55	3.30	0.09
Molybdenum	L-series	2.04	2.18	1.41	0.10
Niobium	L-series	<u>16.96</u>	18.09	12.10	0.65
Iron	K-series	7.83	8.35	9.29	0.24
Aluminium	K-series	0.15	0.16	0.36	0.03
Tantalum	L-series	0.63	0.68	0.23	0.05
Total:		<u>93.73</u>	<u>100.00</u>	100.00	

Figura 5.11: percentuale degli elementi chimici riscontrati nella fase di Laves

Gli elementi costituenti le fasi di Laves sono gli stessi della matrice, ma in questo caso troviamo percentuali diverse (figura 5.10 e 5.11). In particolare notiamo una minore presenza di Cromo e Ferro e una percentuale più elevata di Niobio rispetto ai valori ottenuti per la matrice. Tale risultato è in linea con ciò che ci si poteva aspettare, infatti il cospicuo valore di Niobio a discapito degli altri elementi alliganti è giustificato dal fatto che esso è il principale costituente delle fasi di Laves.

5.3 Proprietà meccaniche: microdurezza

Dalle prove di microdurezza sono stati ottenuti i seguenti risultati per i 2 campioni considerati, facendo una distinzione tra i valori acquisiti nelle diverse posizioni considerate sul campione: piatto, struts del reticolo e nodi del reticolo.

Nel piatto dell'as built si nota un progressivo aumento della durezza procedendo dall'inizio di esso fino al centro (da X1 a X3), invece proseguendo verso il reticolo la durezza ritorna a diminuire (figura 5.12) (tabella 5.2).

	Z1	Z2	Z3	MEDIA	DEV.S
X1	293	273	296	287	12.35705
X2	292	278	297	289	9.50627
X3	295	281	302	293	10.76236
X4	277	288	291	285	7.12085
MEDIA	289	280	296		
DEV.S	8.07633896	5.936801755	4.381637122		

Tabella 5.2: valori di microdurezza C2F as built sul piatto

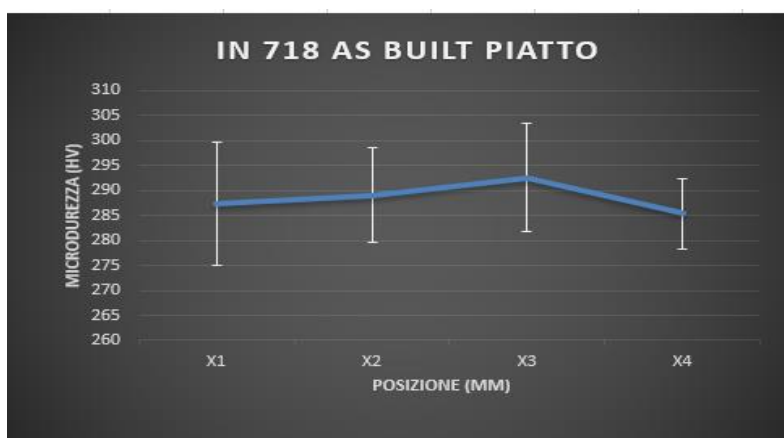


Figura 5.12: variazione della durezza C2F as built rispetto alla posizione lungo l'asse

X

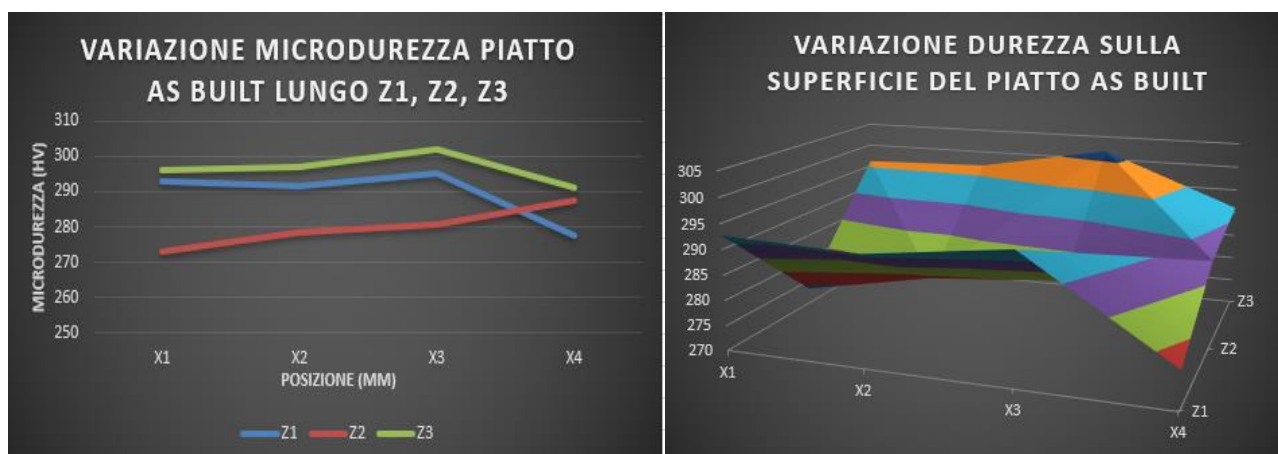


Figura 5.13: variazione microdurezza C2F piatto as built lungo l'asse z e sulla superficie

Dalla figura 5.13 si riscontra una maggiore durezza del piatto nelle estremità di esso, infatti per Z1 e Z3 si osservano dei picchi di durezza non presenti al centro del piatto.

	Z1	Z2	Z3	MEDIA	DEV.S
X5	306	296	316	306	9.747952
X6	282	295	298	292	8.360993
X7	299	301	312	304	6.921625
X8	300	297	310	302	7.200077
X9	292	287	302	293	7.867723
X10	301	292	300	297	4.573014
X11	312	317	298	309	9.791591
X12	297	290	335	307	23.80086
MEDIA	299	297	309		
DEV.S	8.89327279	9.38607781	12.33651642		

Tabella 5.3: valori di microdurezza C2F as built del reticolo

	Z1	Z2	Z3	MEDIA	DEV.S
X13	295	303	302	300	4.358899
X14	309	356	329	331.3333	23.58672
X15	352	319	294	321.6667	29.09181
X16	295	287	299	293.6667	6.110101
X17	314	308	299	307	7.549834
X18	300	314	316	310	8.717798
MEDIA	310.833333	314.5	306.5		
DEV.S	21.5723589	23.12358104	13.3078924		

Tabella 5.4: valori di microdurezza C2F as built dei nodi

Notiamo che i valori di durezza del reticolo (tabella 5.3) sono superiori rispetto a quelli del piatto visibili in tabella 5.2; in particolare è rilevante la durezza misurata in corrispondenza dei nodi, in quanto risulta essere la maggiore se confrontata con il piatto e il reticolo (tabella 5.4). Questo fatto può essere spiegato affermando che i nodi sono regioni del reticolo caratterizzate dalla presenza di molto materiale, inoltre in tali punti si verifica una continua e parziale rifusione che fa aumentare la media dei valori di microdurezza.

	Z1	Z2	Z3	MEDIA	DEV.S
X1	495	507	459	487	25.08564
X2	489	507	492	496	9.598856
X3	499	489	478	489	10.5475
X4	532	484	495	504	25.41427
MEDIA	504	497	481		
DEV.S	19.36546554	11.95635792	16.47856715		

Tabella 5.5: valori di microdurezza C2F trattato sul piatto

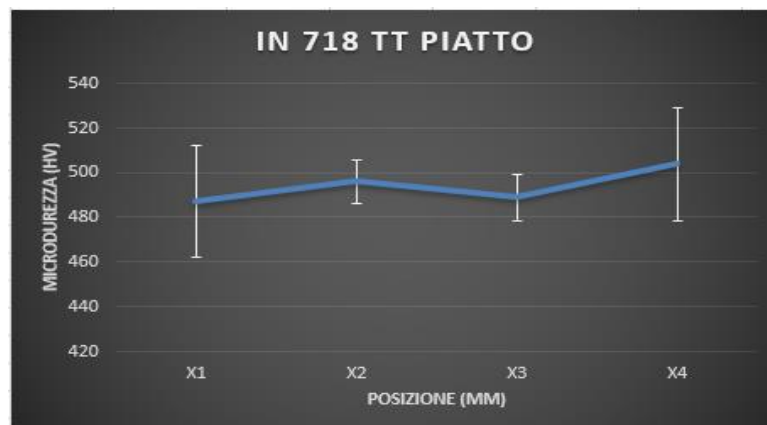


Figura 5.14: variazione della durezza C2F trattato rispetto alla posizione lungo l'asse x

Il campione trattato termicamente ha durezza molto più elevata dell'as built; ciò è dimostrato dai risultati ottenuti in tabella 5.5, i quali risultano essere nettamente superiori rispetto a quelli di tabella 5.2 relativi all'as built. Dunque, con il trattamento termico effettuato c'è stato un notevole miglioramento della durezza; inoltre il grafico di figura 5.14 mostra che si hanno valori più elevati di microdurezza in corrispondenza del bordo inferiore della superficie del piatto, ossia all'interfaccia tra il piatto e la struttura reticolare.

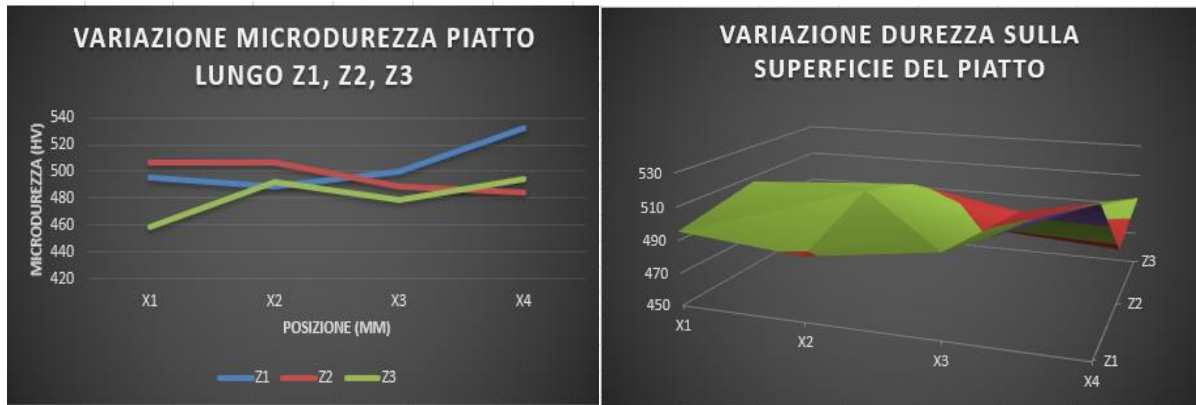


Figura 5.15: variazione microdurezza sul piatto C2F trattato termicamente lungo l'asse z e sulla superficie

In questo caso l'andamento della durezza lungo z è più omogeneo e crescente procedendo verso il reticolo (figura 5.15), cosa che non accadeva per il provino non trattato. Si hanno quindi valori più uniformi sul piatto trattato termicamente.

	Z1	Z2	Z3	MEDIA	DEV.S
X5	458	495	499	484	22.56296
X6	485	474	485	481	5.854565
X7	499	499	510	502	6.33271
X8	489	479	472	480	8.610994
X9	496	475	486	486	10.40556
X10	479	466	504	483	19.21033
X11	475	496	496	489	12.11032
X12	476	479	500	485	13.14889
MEDIA	482	483	494		
DEV.S	13.24688918	12.08430588	12.14827194		

Tabella 5.6: microdurezza C2F trattato termicamente del reticolo

	Z1	Z2	Z3	MEDIA	DEV.S
X13	466	462	329	419	77.90081
X14	453	472	489	472	18.08184
X15	469	479	450	466	14.64072
X16	459	504	459	474	25.49293
X17	479	453	486	473	17.38774
X18	482	489	482	484	4.041452
MEDIA	468	477	449		
DEV.S	11.13214426	18.21865586	60.90294481		

Tabella 5.7: microdurezza C2F trattato termicamente dei nodi

I valori di durezza per il reticolo e i nodi risultano essere in linea con quelli ottenuti per il piatto (tabella 5.6 e 5.7), dunque il campione trattato termicamente risulta avere una durezza omogenea ed allo stesso tempo elevata lungo tutta la sua superficie.

Questo risultato è di particolare rilevanza perché dimostra come, nonostante varino le caratteristiche velocità di raffreddamento tra piatto e struttura reticolare, il trattamento termico applicato è in grado di livellare ed omogeneizzare la risposta meccanica dell'assieme.

6 Conclusioni

Il lavoro di tesi ha previsto lo studio della lega di Inconel 718, e in particolare di un campione di C2F (diametro strut di 2 mm e dimensione cella di 0.5 mm), successivamente tagliato a metà tramite EDM. Una metà è stata caratterizzata allo stato as built, mentre l'altra è stata caratterizzata dopo essere stata sottoposta al trattamento termico di solubilizzazione e doppio invecchiamento.

I principali risultati ottenuti da tale studio sono:

- Nello stato as built, il materiale presenta valori di densità molto elevati e leggermente superiori di quelli ottenuti per il provino trattato termicamente; dunque dalle analisi di porosità si è dedotto che il trattamento termico non determina importanti variazioni in termini di percentuali di vuoti;
- La microstruttura del provino trattato termicamente non presenta evidenti segni di ricristallizzazione; pertanto, il trattamento termico di solubilizzazione e doppio invecchiamento non ha eliminato totalmente le strutture dendritiche, mentre le pozze di fusione, osservate nel campione as built, non sono più visibili a causa delle modifiche microstrutturali che si verificano dopo il trattamento termico;

- Le immagini SEM mostrano le principali fasi precipitate in seguito al trattamento termico: γ' , γ'' , δ e fasi di Laves. Queste ultime sono altamente indesiderate, ma vista la presenza degli altri precipitati, complessivamente hanno un'influenza marginale sulle proprietà meccaniche, valutate tramite prove di microdurezza;
- L'analisi della microdurezza ha rivelato che il provino trattato termicamente è caratterizzato da un valore di durezza maggiore rispetto al campione as built, grazie alla precipitazione delle fasi indurenti γ' , γ'' e δ . Il provino as-built è caratterizzato da un valore di durezza più elevato nei nodi e nelle strut rispetto che nel piatto superiore, mentre nel campione trattato si hanno proprietà meccaniche omogenee in termini di valori di microdurezza ottenuti. Pertanto, il trattamento termico selezionato è stato in grado di omogeneizzare la risposta meccanica dell'assieme, migliorandone le prestazioni.

7 Bibliografia

- [1] E. Santecchia, Corso di Metodologie Metallografiche, 2022.
- [2] E. Santecchia e S. Spigarelli, «Tecnologia per la produzione,» 2019.
- [3] M. Gayette, «Ptc.com,» 2019. [Online]. Available:
<https://www.ptc.com/it/blogs/cad/10-additive-manufacturing-advantages>.
- [4] O. A. Mohamed, «researchgate.net,» 2019. [Online]. Available:
https://www.researchgate.net/figure/Additive-manufacturing-process-chain_fig2_335970676.
- [5] «all3dp.com,» 2021. [Online]. Available: <https://all3dp.com/1/stl-file-format-3d-printing/>.
- [6] A. International, « F2792-12a-Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies,» 2013.
- [7] «3dsourced,» [Online]. Available: <https://www.3dsourced.com/guides/binder-jetting/>.
- [8] E. Herderick, «Additive manufacturing of metals,» 2011. [Online]. Available:
<http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0->
- [9] W.E. Frazier, «Metal additive manufacturing: a review,» 2014.
- [10] R. Prasad e S. Anand Kumar, «Additive Manufacturing,» [Online]. Available:
<https://www.sciencedirect.com/topics/engineering/laser-engineered-net-shaping>.
- [11] Sciaky, 2023. [Online]. Available: <https://www.sciaky.com/additive-manufacturing/electron-beam-additive-manufacturing-technology>.
- [12] A. Shrivastava e S. Rao, «Advances in metal additive manufacturing,» [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/topics/engineering/powder-bed-fusion>.
- [13] D. Herzog, V. Seyda, E. Wycisk e C. Emmelmann, «Additive manufacturing of metals, Alma Mater».
- [14] F. Calignano, «Overview on Additive Manufacturing Technologies,» 2016.

- [15] W. King, A. Anderson, R. Ferencz, N. Hodge, C. Kamath, S. Khairallah e A. Rubenchik, «Laser powder bed fusion additive manufacturing of metals; physics, computational, and materials challenges,» 2015.
- [16] EOS, «eos.info,» [Online].
- [17] S. Dasgupta e Y. Pratap Singh, «Advances in Additive Manufacturing,» 2023.
- [18] S. Tremamunno, Tesi di laurea magistrale, Studio dei trattamenti termici sulla lega di inconel 625 prodotta per Selective Laser Melting.
- [19] S.Kumar, «Comprehensive Materials Processing,» 2014.
- [20] C. Y. Yap, «researchgate.net,» [Online]. Available: https://www.researchgate.net/figure/SLM-process-parameters-laser-power-scanning-speed-hatch-spacing-and-layer-thickness_fig2_286497734.
- [21] S. Liu e H. Guo , «Balling Behavior of Selective Laser Melting (SLM) Magnesium Alloy».
- [22] L. Zhang, «researchgate.net,» [Online]. Available: https://www.researchgate.net/figure/Scanning-electron-microscopy-SEM-image-showing-balling-effect-in-SLM-processed-CP-Ti_fig2_283182584.
- [23] M. Leary, M. Mazur, H. Williams, E. Yang, A. Alghamdi, B. Lozanovski, X. Zhang, D. Shidid, L. Farhbod-Sternahl, G. Witt, I. Kelbassa, P. Choong, M. Qian e M. Brandi, «Inconel 625 lattice structures manufactured by selective laser melting (SLM): Mechanical properties, deformation and failure models».
- [24] T.-v. furnaces. [Online]. Available: <https://www.tav-vacuumfurnaces.com/blog/39/it/manifattura-additiva-superleghe-nichel>.
- [25] «researchgate.net,» [Online]. Available: https://www.researchgate.net/figure/Components-made-of-Inconel-718-used-in-Aircraft-engines-a-spool-b-shaft-c-combustion_fig6_335991698.
- [26] M. Beretta, «Tesi di laurea: Sviluppo e caratterizzazione della lega Inconel 625 modificata con l'aggiunta di Ti6Al4V prodotta tramite Selective Laser Melting».

- [27] J. C. Pereira, J. Aranzabe, M. C. Taboada, N. Ruiz e P. P. Rodriguez, «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».
- [28] F.-Y. Lu, H.-Y. Wan, X. Ren, L.-M. Huang, H.-L. Liu e X. Yi, «Mechanical and microstructural characterization of additive manufactured Inconel 718 alloy by selective laser melting and laser metal deposition».
- [29] K.-Y. Feng, P. Liu, H.-X. Lie, S.-Y. Sun, S.-B. Xu e J.-N. Li.
- [30] S. University. [Online]. Available: <https://maf.stanford.edu/applications/energy-dispersive-spectroscopy-eds>.
- [31] TWI. [Online]. Available: <https://www.twi-global.com/technical-knowledge/faqs/x-ray-diffraction>.
- [32] e. elettroerosione. [Online]. Available: <https://www.edmelettroerosione.com>.
- [33] Leica. [Online]. Available: <https://www.leica-microsystems.com/it/prodotti/microscopi-ottici/microscopi-rovesciati/>.
- [34] C. Bruni, A. Forcellese e F. Gabrielli, «Hot workability and models for flow stress of NIMONIC 115 Ni-base superalloy,» 2002.