



UNIVERSITÀ POLITECNICA DELLE MARCHE

Dipartimento di Ingegneria Industriale e Scienze Matematiche

Corso di Laurea Triennale in Ingegneria Meccanica

CARATTERIZZAZIONE MICROSTRUTTURALE DI UN COMPONENTE IN Ti6Al4V PRODOTTO PER ADDITIVE MANUFACTURING

**MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF A Ti6Al4V COMPONENT
PRODUCED BY ADDITIVE MANUFACTURING**

Relatore: Stefano Spigarelli

Tesi di laurea di:
Lorenzo Mattetti

Correlatore: Chiara Paoletti

Anno accademico 2019/2020

INDICE

INTRODUZIONE.....	1
1. ADDITIVE MANUFACTURING	2
1.1 CHE COS'È L'ADDITIVE MANUFACTURING.....	2
1.2 PRINCIPALI TECNOLOGIE.....	3
1.3 MATERIALI.....	4
1.4 POWDER BED FUSION.....	6
1.4.1 PARAMETRI DI PROCESSO	6
1.4.2 METODI DI DISTRIBUZIONE DELLA POLVERE.....	9
1.4.3 RIUTILIZZO DELLA POLVERE.....	10
1.4.4 DIFETTI CARATTERISTICI	11
1.4.5 LASER PBF.....	12
1.4.6 E-BEAM PBF	13
2. CREEP	14
2.1 MACCHINA DI PROVA	14
2.2 LA CURVA DI CREEP	15
3. LEGA DI TITANIO Ti6Al4V	17
3.1 IL TITANIO	17
3.1.1 STRUTTURA MICROCRISTALLINA.....	17
3.1.2 LE LEGHE ALFA.....	18
3.1.3 LE LEGHE ALFA-BETA	19
3.1.4 LE LEGHE BETA.....	19
3.2 TRATTAMENTI TERMICI	19
3.2.1 DISTENSIONE	20
3.2.2 RICOTTURA IN CAMPO β	20
3.2.3 RICOTTURA DUPLEX.....	21
3.2.4 RICOTTURA IN CAMPO $\alpha+\beta$	21
3.3 MICROSTRUTTURA DELLE LEGHE DI TITANIO PRODOTTE DA AM	22
3.4 APPLICAZIONI DELLA LEGA Ti-6Al-4V	24
4. PROCEDURE SPERIMENTALI.....	26
4.1 METODOLOGIA DI CARATTERIZZAZIONE DEI PROVINI.....	30
4.1.2 PROVE DI MICRODUREZZA VICKERS.....	30
4.1.2 OSSERVAZIONE AL MICROSCOPIO OTTICO	32

4.1.3 ANALISI DELLE POROSITÀ	32
4.1.4 OSSERVAZIONE AL MICROSCOPIO ELETTRONICO A SCANSIONE (SEM).....	33
5. RISULTATI.....	35
5.1 ANALISI DELLE MICRODUREZZE.....	35
5.2 RISULTATI ANALISI AL MICROSCOPIO OTTICO	38
5.3 RISULTATI AL SEM.....	40
5.4 ANALISI DELLA POROSITÀ.....	41
5.5 RISULTATI CREEP	45
5.6 CONCLUSIONI	46
BIBLIOGRAFIA.....	47

INTRODUZIONE

Questo elaborato ha l'obiettivo di studiare la microstruttura, di provini di Ti-6Al-4V, realizzati tramite il processo additivo di Laser Powder Bed Fusion, e di farne uno studio preliminare del comportamento a creep.

Il LPBF è uno dei più comuni processi per quanto riguarda l'additive manufacturing (AM) di leghe metalliche.

La lega Ti-6Al-4V è la lega di titanio più utilizzata nel campo della manifattura additiva. Infatti, gode di ottime proprietà meccaniche, sfruttate in molteplici campi. Essa però presenta problemi di lavorabilità, bassa conducibilità termica e modulo elastico relativamente basso. Il titanio e le sue leghe sono molto sfruttati nel campo aerospaziale e navale, ad esempio nella fabbricazione di motori a turbina, nel campo medico per la produzione di protesi, ed in altri campi specifici. Processando il materiale con le innovative tecniche di metallurgia delle polveri e manifattura additiva, si può lavorare il Ti e le sue leghe senza problemi, mentre con le tradizionali tecnologie produttive è di difficile lavorazione.

Dopo aver introdotto le tematiche legate all'ampio e complesso mondo dell'AM, che porta ad un'evoluzione dell'ambiente industriale definita come *Industria 4.0*, l'elaborato si concentra sulla descrizione della microstruttura dei provini di Ti-6Al-4V, evidenziandone strutture, microdurezze e porosità. Si riporta infine una prova di creep effettuata su un campione, da cui si evince che, nonostante le problematiche tipiche nella microstruttura date dalla stampa 3D, il comportamento a creep è paragonabile a quello mostrato da leghe prodotte con metodi convenzionali.

1. ADDITIVE MANUFACTURING

1.1 CHE COS'È L'ADDITIVE MANUFACTURING

La stampa 3D è ad oggi, nell'ambito di Industry 4.0, la tecnologia più dirompente, potenzialmente in grado di stravolgere i tradizionali paradigmi produttivi. Si tratta di una vera e propria rivoluzione, visto che la produzione non avviene più per asportazione di materiale dal pieno, bensì si parte da un modello 3D (virtuale) e poi si "stampa" strato dopo strato. Proprio per questa ragione si parla di additive manufacturing (AM) o manifattura additiva.

Il termine AM racchiude tre concetti:

- **Rapid prototyping:** insieme di tecniche industriali volte all'ottimizzazione topologica del prodotto, a partire da una definizione matematica tridimensionale dell'oggetto (CAD). Questi processi hanno l'obiettivo di ridurre sia i costi di realizzazione che i tempi di costruzione del prototipo stesso.
- **Rapid tooling:** tecnica che consente, in tempi rapidi, di realizzare attrezzature per la creazione di prototipi come alternativa allo stampo metallico
- **Rapid manufacturing:** si intende la produzione rapida di prodotti personalizzati per il cliente. Contrariamente a quello che avviene con il Rapid Prototyping, con il rapid manufacturing non viene realizzato alcun modello, bensì prodotti finali per l'utilizzo in condizioni reali. Il processo di produzione additiva ha come input la realizzazione del modello 3D (progettazione CAD), seguito da un processo semi-automatico di conversione del file in formato STL. Attraverso software di modellazione, si provvede alla scomposizione dell'oggetto in strati stampabili (layer). A seconda delle finalità d'uso, sono necessarie attività di postproduzione e finitura per ottenere adeguati livelli di finitura e proprietà meccaniche.

Il principale vantaggio dell'additive manufacturing è la possibilità di realizzare, in un unico processo di stampa, oggetti che con le tradizionali tecnologie sottrattive sono realizzati in un certo numero di componenti singoli, successivamente da assemblare, oppure componenti non realizzabili con le tradizionali tecniche di lavorazione.

L'AM è quindi destinato ad affiancare e/o sostituire le più comuni tecniche di fabbricazione industriale e si prevede un utilizzo sempre più pervasivo e conveniente, con tempi e costi di processo sempre più contenuti. [1]

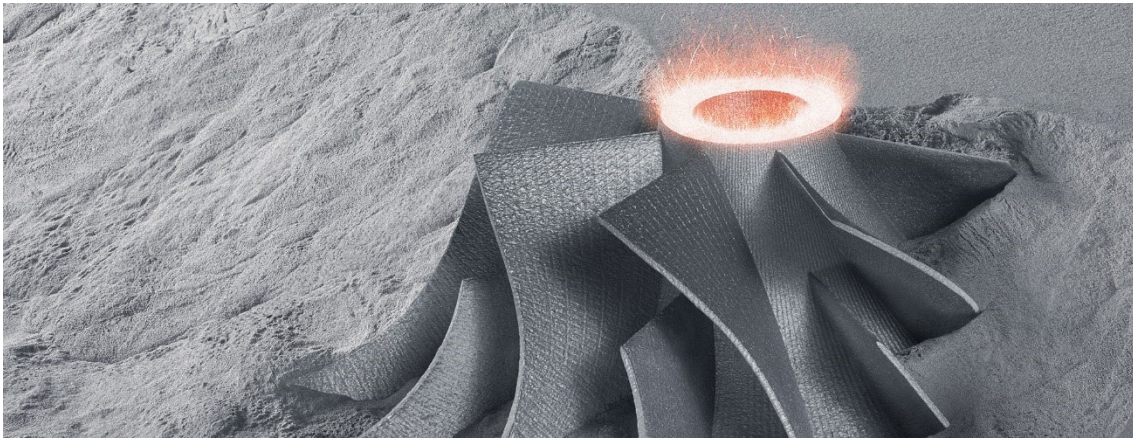


Figura 1.1 - Esempio di componente realizzato per AM

1.2 PRINCIPALI TECNOLOGIE

Una classificazione delle tecnologie additive può essere fatta sulla base della tipologia di materia prima utilizzata, in tal senso si possono identificare tre macroaree:

- **Polveri:** tecniche basate sulla sinterizzazione o fusione delle polveri (attuata attraverso laser o fascio di elettroni) o sulla deposizione di un legante chimico su un letto di polvere omogeneo;
- **Solidi:** tecniche che prevedono l'incollaggio stratificato di fogli o l'estrusione di un materiale solido, spesso sotto forma di fili, o semi solido;
- **Liquidi:** tecniche di fotopolimerizzazione tramite lampade UV o di stampaggio a getto. Il materiale subisce una reazione chimica creando legami tra molecole separate.

È importante sottolineare come oggi nel caso dei metalli si parte da polvere o filamento, mentre tramite materiali liquidi non si ottengono i risultati desiderati.

L'impiego di una specifica tecnologia è una scelta da effettuare in base ad una serie di parametri, quali: tipo di materiale, resistenza meccanica del pezzo, finitura superficiale richiesta, velocità di produzione, investimento necessario, costo finale.

Le principali tecnologie utilizzate oggi sono:

- **Vat polymerization:** una sorgente luminosa attiva il fotopolimero, direzionando il fascio lungo la traiettoria che percorre la sezione dell'oggetto tramite uno specchio in rapido movimento. La vasca che contiene il fotopolimero, tramite una piattaforma orizzontale, si abbassa di uno step dopo la solidificazione di ogni strato;
- **Material extrusion:** una resina termoplastica malleabile in uno stato semi-solido depositata, attraverso un estrusore, su uno strato di materiale

sottostante depositato in precedenza. La finitura superficiale è grezza, infatti sono visibili gli strati dei filamenti.

- **Material jetting:** costituita da un primo materiale allo stato liquido come resine acriliche o cera, e da un secondo materiale, solubile, utilizzato per gli elementi di supporto a perdere. Elevato livello estetico e proprietà meccaniche medio alte.
- **Binder Jetting:** viene rilasciato su un legante chimico in grado di unire in maniera puntiforme e progressiva i singoli granelli di un letto omogeneo di polvere. Le polveri possono essere plastiche, composite o metalliche. I manufatti sono fragili e porosi ma ottimi modelli estetici, la tecnologia è molto economica.
- **Powder bed fusion:** processo che sfrutta energia termica per solidificare una regione di un letto di polvere, posizionata su un piano mobile in posizione verticale. Completato un layer la piattaforma si muove verso il basso e un elemento mobile deposita nuove polveri. La polvere non processata viene recuperata e riutilizzata;
- **Direct energy deposition:** una polvere metallica, gas di protezione e un laser vengono erogati simultaneamente attraverso lo stesso ugello, la polvere viene trasportata da un gas inerte che permette al materiale di essere soffiato lungo una traiettoria del fascio laser in modo selettivo. Il laser fonde le particelle di metallo. [1]

1.3 MATERIALI

Le tecnologie dell'AM prevedono l'utilizzo di varie tipologie di materiali, di cui due in particolare risultano di grande interesse nel settore dell'ingegneria industriale:

- Polimeri: resine termoplastiche che garantiscono costi inferiori sia per l'acquisto del materiale stesso sia in termini di tecnologie di stampa;
- Metalli: prestazioni di livello più elevato per le proprietà meccaniche, ma richiedono tecnologie più costose e complesse.

I produttori spendono ingenti risorse per implementare e sviluppare nuovi materiali sempre più performanti.

Tra i polimeri, solo i termoplastici possono essere utilizzati per l'AM. Tra i più interessanti troviamo:

- PLA: molto flessibile adatto a molte applicazioni, derivante dall'amido, eco-friendly, buona stabilità coniugata ad un ritiro ridotto, buone caratteristiche meccaniche, stampabile anche a basse temperature;

- ABS: ottime proprietà meccaniche, alta resistenza meccanica e al graffio buona resistenza al calore, molto rigido, può essere lucidato e verniciato facilmente, elevato ritiro;
- Nylon: proprietà meccaniche molto buone, si salda bene su sé stesso rendendo meno visibili i layer, stampabile senza necessità di un piano riscaldato, temperature di stampaggio superiori a 250°, molto sensibile all'umidità;
- HDPE: materiale atossico utilizzato nei settori alimentare, chimico ed elettrico, basso assorbimento d'acqua, grande resistenza agli agenti chimici;
- PVA: utilizzato come materiale di supporto solubile, idrosolubile ma resistente agli idrocarburi, più complesso da estrarre per l'alta temperatura di stampa, va conservato in un luogo asciutto per evitarne il degrado.

Tra i materiali metallici troviamo:

- Alluminio: utilizzato nell'automotive e nell'aeronautica, molto leggero, buon compromesso fra proprietà meccaniche e peso contenuto;
- Cobalto –Cromo: applicazioni ingegneristiche ad alta temperatura, come motori per gli aerei e ambito biomedico, proprietà meccaniche e termiche elevatissime, proprietà meccaniche che migliorano col salire della temperatura fino a 500-600°C, ottima resistenza alla corrosione;
- Nichel: utilizzato nel settore aerospaziale ed energetico ad esempio per le turbine, resistente a temperature elevatissime, spesso utilizzato a temperature fino a 1200°C, ottima resistenza meccanica e all'ossidazione;
- Acciaio: lega con rapporto costo/prestazioni ottimo, con notevole flessibilità applicativa, acciai per AM con le stesse caratteristiche che possiedono i normali acciai forgiati, possono anche essere inossidabili e sottoposti a tempra, come quelli derivanti da forgiatura
- Titanio: ideale per applicazioni biomediche ma anche in ambito motorsport e aerospaziale, lega dalla bassa densità, notevoli proprietà meccaniche, resistenza alla corrosione, purezza ottenibile in alcune polveri, eccellente biocompatibilità. [1]

1.4 POWDER BED FUSION

Questo processo produttivo è costituito da una o più fonti termiche che portano la polvere alla fusione, un sistema che permette di controllare la fusione delle polveri e di prescriverla in una certa regione e un meccanismo per aggiungere un nuovo strato di polvere. Le fonti termiche utilizzate sono il laser e il fascio di elettroni.

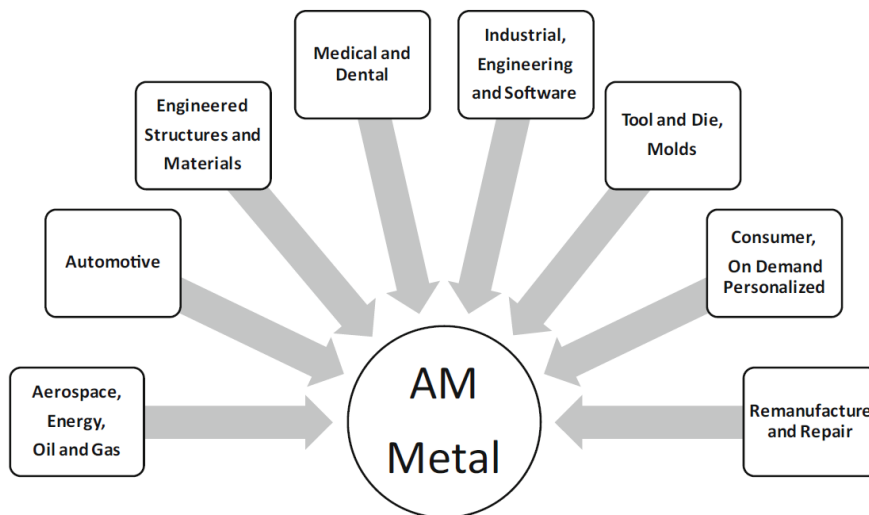


Figura 1.2 - Applicazioni PBF

1.4.1 PARAMETRI DI PROCESSO

I parametri di processo che influenzano la produzione con la metodologia PBF sono oltre 130, quelli principali sono di seguito elencati [2]:

PARAMETRI DI PROCESSO

Fonte Termica

- Potenza
- Dimensione dell'area focale
- Espansione del fascio termico
- Angolo di incidenza
- Fonte termica utilizzata (Laser, E-Beam)

Parametri Tecnologici

- Orientamento del pezzo
- Presenza di due supporti
- Distorsioni da restringimento
- Spessore dello strato di polvere
- Gas inerte utilizzato
- Temperatura della camera
- Posizione nella camera

Scansione

- Strategia di scansione
- Velocità di scansione
- Distanza tra due scansione

Polveri

- Dimensione e forma delle particelle
- Densità
- Scorrevolezza
- Metodo di misura
- Impurità

Materiale

- Coefficiente di assorbimento
- Composizione chimica
- Conducibilità termica

I parametri vengono quindi suddivisi in cinque categorie in funzione del tipo di sorgente termica, della modalità di scansione, del tipo di polvere, del materiale e dalla tecnologia utilizzata.

La strategia di scansione più utilizzata suddivide ogni strato in due zone: il contorno e il centro. Il contorno viene implementato attraverso un'unica traccia che conferisce al pezzo buona finitura superficiale e accuratezza dimensionale, il centro viene diviso in quadrati. La scansione viene effettuata in direzioni diverse, in modo da diminuire le tensioni residue e contemporaneamente migliorare la densità del pezzo. La fig. 1.3 mostra la tipica strategia di scansione in un processo PBF. [3]

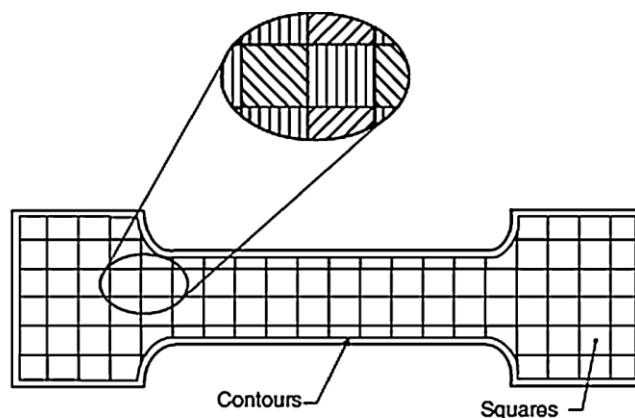


Figura 1.3 - Strategia scansione PBF. [3]

I principali fattori che vanno ad influenzare l'assorbimento di energia della polvere sono: distribuzione forma e dimensione delle polveri, la densità dello strato e la conduttività termica del materiale. La temperatura dello strato di polvere, la potenza della fonte termica utilizzata, la velocità di scansione vanno bilanciati in modo da ottenere il miglior compromesso tra dimensione della zona fusa, accuratezza dimensionale, finitura superficiale, velocità di produzione e proprietà meccaniche.

Utilizzando un'alta potenza termica e quindi alta temperatura dello strato di polvere, possiamo ottenere oggetti caratterizzati da alta densità, ma con una microstruttura grossolana e una bassa finitura superficiale. Al contrario, con bassa potenza della sorgente termica e bassa temperatura di preriscaldamento della polvere si può ottenere una migliore accuratezza dimensionale, ma con pezzi a bassa densità. Utilizzando infine un'alta potenza termica e una bassa temperatura della polvere vengono a crearsi tensioni residue elevate che portano a deformazioni.

L'energia richiesta per fondere la polvere è determinata dalla potenza della fonte termica, dalla dimensione dell'area focale, dalla velocità di scansione e dalla temperatura della polvere.

La temperatura della polvere va mantenuta costante in modo da poter ottenere risultati ripetibili nel tempo e costanti da layer a layer.

La densità dello strato di polvere, come già visto precedentemente dipende dalla forma, dalla dimensione e dal meccanismo di distribuzione delle polveri, è generalmente compresa tra il 50% e il 60%. Una densità alta permette di ottenere migliori proprietà meccaniche del materiale.

Per realizzare geometrie particolarmente complesse con sottosquadri e per evitare che le tensioni generate durante la produzione deformino il prodotto, è necessario l'utilizzo di supporti. Va fatta particolare attenzione durante la rimozione dei supporti, perché si potrebbe compromettere il livello di finitura superficiale. [3]

1.4.2 METODI DI DISTRIBUZIONE DELLA POLVERE

I metodi di distribuzione delle polveri devono avere queste quattro caratteristiche:

- la riserva di polvere deve essere sufficiente per realizzare l'intero pezzo;
- va stesa la corretta quantità di polvere sulla piattaforma di costruzione, per coprire lo strato precedente, senza eccedere;
- il nuovo strato di polvere che si realizza deve essere liscio, sottile e ripetibile;
- la stesura del nuovo strato di polvere non deve creare forze di taglio eccessive che disturbino gli strati sottostanti.

Inoltre, durante la realizzazione di un sistema di distribuzione delle polveri, vanno tenuti in considerazione i seguenti punti: scegliendo una polvere sottile di piccole dimensioni crescerà l'attrito quindi diminuirà la fluidità e la scorrevolezza delle polveri; quando il rapporto superficie/volume cresce, l'energia superficiale cresce e il materiale diventa più reattivo.

Per alcuni materiali questo fenomeno porta la polvere a bruciare in presenza di ossigeno e a temperature molto alte, quindi il processo deve avvenire in atmosfera controllata; particelle di piccole dimensioni tendono a sollevarsi in aria nella camera durante la stampa, andando a ridurre la sensibilità dei sensori, a deviare il fascio laser e a danneggiare le parti in movimento; l'utilizzo di particelle più piccole permette però, di ottenere una migliore finitura superficiale, una migliore accuratezza e strati più sottili.

Un sistema di distribuzione delle polveri è di qualità quando è in grado di gestire particelle molto piccole senza incappare nei problemi elencati, e soprattutto quando è in grado di garantire uno spessore uniforme in ogni punto dell'area di stampa da layer a layer.

In fig. 1.4 è rappresentato il sistema più utilizzato per la distribuzione delle polveri. Al centro è presente il piatto di stampa, su cui andranno stesi gli strati di polvere da processare, ai lati vi sono due sistemi di accumulo della polvere da fornire durante il processo. Ad ogni layer di stampa, il pistone sotto uno dei contenitori si solleva in modo tale da fornire la giusta quantità di polvere per stendere uno strato, allo stesso tempo la piattaforma di costruzione si abbassa dello spessore dello strato. La polvere viene spinta da un cilindro contro-rotante che si muove dai contenitori fino ad aver superato la piattaforma di costruzione. L'altezza del cilindro deve rimanere costante e con l'asse perfettamente parallelo al piano di costruzione per garantire uno strato sottile e costante di polvere, spesso quanto il movimento verso il basso della piattaforma di costruzione. La contro-rotazione genera un'onda di polvere che avanza di fronte al cilindro, solleva la polvere, rendendola più fluida possibile. [3]

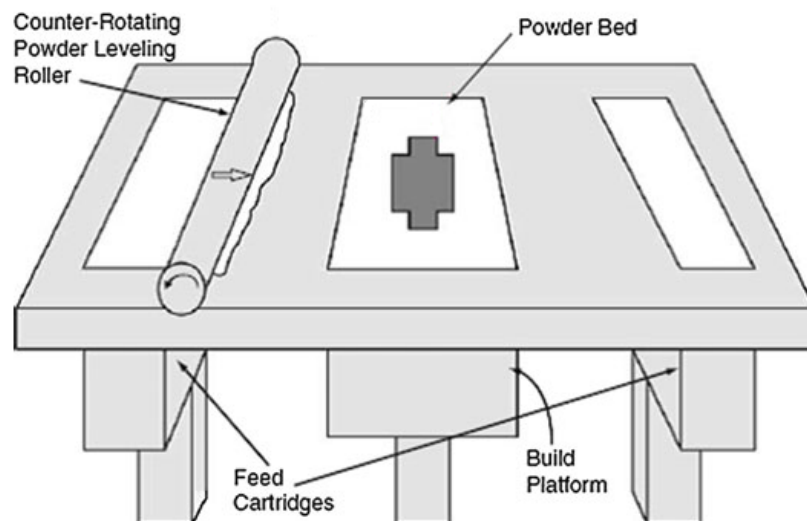


Figura 1.4 - Sistema di distribuzione delle polveri. [3]

1.4.3 RIUTILIZZO DELLA POLVERE

A causa dei gas presenti all'interno della camera dopo la fusione di un primo layer di polvere, le particelle di polvere inutilizzate cambiano la propria composizione chimica. Questo problema è accentuato dall'alta temperatura. Quindi utilizzando polveri riciclate otterremo pezzi con proprietà differenti. La qualità della polvere stessa deve essere tale da ottenere le medesime proprietà strato dopo strato del componente realizzato.

Però, per quanto riguarda il riutilizzo della polvere, il problema del cambiamento della composizione chimica è secondario. Il problema principale è legato alla variazione della forma della polvere. Essa può variare, all'interno della camera, a

causa di diversi fattori: alta temperatura, vicinanza al laser, oppure a causa di possibili schizzi provenienti da un laser troppo potente durante la stampa. Lo schizzo andando a finire su polvere esterna alla zona di stampa, avrà sicuramente dimensione maggiore rispetto alla polvere nuova. La fluidità della polvere è il parametro fondamentale se si considerano polveri riciclate. Partendo un contenitore, la quantità nota di polvere scende attraverso un imbuto con degli orifizi calibrati (come una clessidra), durante quest'operazione viene misurato il tempo necessario al completo svuotamento del contenitore. Se la polvere è vergine, quindi tutte le sfere sono di dimensioni identiche, senza difetti, senza essere attaccate l'una con l'altra e se sono state precedentemente ben deumidificate tramite un essiccatoio, si otterrà un certo valore di fluidità che andrà a incidere sulla qualità della stampa con polveri riciclate.

1.4.4 DIFETTI CARATTERISTICI

Il processo di Powder Bed Fusione (PBF) insieme ad altri processi ad esempio la fusione laser selettiva (SLM) sono considerati i processi più complicati da gestire a causa dell'elevato numero di parametri di processo e di proprietà intrinseche del materiale da considerare. Ciascuno di essi, infatti, può dare origine a determinate tipologie di difetti che possono causare delaminazione dei vari layer, porosità, scarsa resistenza o irregolarità superficiali.

La porosità è uno dei principali difetti dei componenti prodotti per additive: la principale causa è un'insufficiente o incompleta fusione, possono anche essere conseguenza della presenza di gas intrappolati a causa di moti turbolenti sulla superficie del melting pool oppure dovuti a un ritiro volumetrico causato da un'alimentazione inadeguata del flusso di metallo. Porosità dovute a incompleta fusione sono state rilevate prevalentemente lungo i bordi dei layer. Le dimensioni e il numero di porosità sono fortemente influenzate dai parametri di processo, in particolare dalla potenza del laser, dallo spessore del layer. Un altro fattore che influenza la presenza di porosità può essere individuato nell'irregolarità della forma (o comunque nella non sfericità) delle singole sfere di polvere che determina una scarsa scorrevolezza delle polveri. Quindi, quando la lama passa per stendere lo strato successivo di polvere, questa non si distribuisce in modo uniforme e può determinare la formazione di porosità.

Per quanto riguarda la polvere, il parametro che porta a difetti caratteristici del componente è sicuramente la dimensione delle polveri. Nella produzione additiva la sfera di polvere deve esser tale da poter essere fusa interamente dalla sorgente termica. Nelle tecnologie PBF le dimensioni variano da 20 a 40 μm . La dimensione delle particelle influenza l'aspetto reologico.

Le interazioni fra le particelle vanno a modificare la forma delle particelle stesse e quindi la struttura del componente, sono influenzate da una serie di fattori:

- a) Rugosità superficiale: le particelle devono essere per non creare attrito,
- b) Morfologia irregolare: genera problemi di bloccaggio meccanico,
- c) Forze elettrostatiche: generano attrazione tra le particelle,
- d) Umidità superficiale: fa sì che nasca una tendenza all'adesione,
- e) Densità: legata alla forza gravitazionale, agisce sulle particelle.



Figura 1.5 - Interazioni che modificano la forma delle particelle [a-e]

Un altro difetto caratteristico comune ad esempio nelle leghe di alluminio è la formazione di cricche. Le cause principali sono: l'ampio intervallo di temperature di solidificazione o l'ampio ritiro volumetrico.

Nei processi laser l'elevata densità di energia può causare la perdita per evaporazione di alcuni elementi in lega, in particolare quelli con una bassa temperatura di fusione rispetto al componente principale della lega. Quest'evaporazione causa una degradazione delle proprietà del prodotto, tra cui la durezza e l'allungamento, a favore di porosità e formazione di cricche.

1.4.5 LASER PBF

La PBF utilizza come fonte termica un laser e avviene all'interno di una camera con un gas inerte (spesso si utilizza l'argon), l'obiettivo è evitare l'ossidazione del pezzo. Il processo inizialmente vede la stesura di uno strato di polvere su un piano di costruzione. Il laser, ad ogni passata, fonde la polvere in corrispondenza delle zone da realizzare. La polvere che non partecipa al processo di fusione, presente nella camera, funge da supporto agli strati successivi. Finito uno strato, la piattaforma di costruzione si abbassa e si stende lo strato successivo di polvere. Il procedimento si ripete finché non si realizza l'intero pezzo. Una volta completata la produzione del pezzo va atteso un certo periodo di tempi per far sì che il pezzo si raffreddi, fino ad una temperatura sufficientemente bassa da consentire l'esposizione all'ambiente. L'ultimo step è l'estrazione del componente realizzato dalla polvere. Il primo strato è sempre uno strato che funge da supporto,

stampando il primo layer direttamente sulla piastra, complica l'estrazione del componente.

1.4.6 E-BEAM PBF

Il processo produttivo è simile a quello laser PBF con alcune differenze.

L'e-beam PBF utilizza un raggio di elettroni concentrato per fondere la polvere metallica. Le particelle fondono a causa del trasferimento dell'energia cinetica fornita dagli elettroni. Questo processo è possibile applicarlo solo a materiali conduttori, se così non fosse alcune zone del materiale si caricherebbero negativamente e respingerebbero il fascio di elettroni e la polvere presente nelle zone circostanti. Per permettere al materiale di non caricarsi negativamente si può prevedere l'utilizzo di supporti.

Per evitare il problema dell'ossidazione, la lavorazione avviene in una camera a pressione inferiore a quella atmosferica (condizione di vuoto).

Il costo del e-beam è inferiore rispetto al laser e la velocità di produzione è maggiore, ma la finitura superficiale ottenibile è peggiore perché la polvere viene preriscaldata a una temperatura maggiore, il fascio di elettroni fonde più polvere e quindi è difficile realizzare componenti precisi.

La temperatura di preriscaldamento dello strato di polvere è maggiore rispetto al laser PBF, di conseguenza la velocità di raffreddamento è inferiore, la microstruttura è differente e si generano meno tensioni residue.

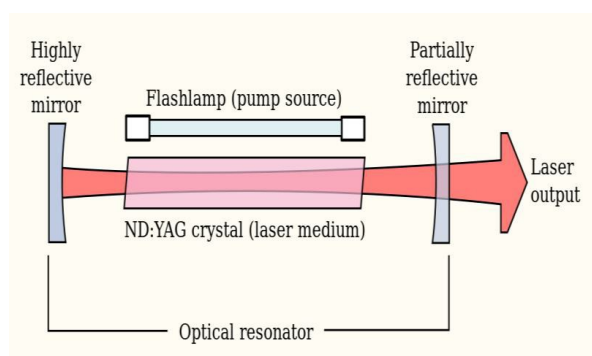


Figura 1.6 - Laser PBF

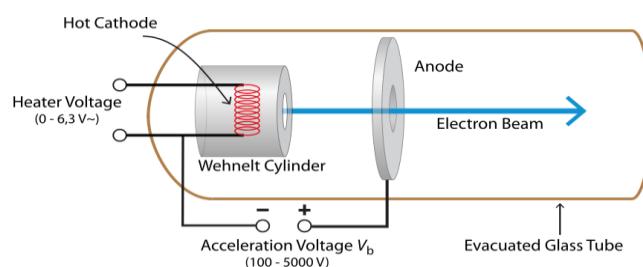


Figura 1.7 - EBM

2.CREEP

Creep in italiano può essere tradotto con attrito viscoso, anche se il termine è spesso fuorviante. La deformazione da creep è di tipo permanente e tende ad aumentare nel tempo quando un materiale viene sottoposto ad un carico costante ad elevata temperatura. Considerando una temperatura al di sopra del 30-50% rispetto alla temperatura di fusione (T_f), il creep è un fenomeno tipico di tutti i metalli. Per il titanio il creep diventa un fenomeno irrilevante quando il limite inferiore di temperatura: $T < 0.30T_f$. Il titanio ha un alto punto di fusione, 1725°C, e risentirà del creep a partire da una temperatura relativamente bassa, ovvero intorno ai 500 gradi.

2.1 MACCHINA DI PROVA

La macchina che permette di effettuare una prova di creep deve avere determinate caratteristiche:

- La tensione (quindi il carico) applicata deve essere il più possibile costante per centinaia (o migliaia, nel caso di prove a lungo termine) di ore. Il carico viene applicato assialmente;
- È necessario un forno per poter scaldare il campione per tutta la durata della prova;
- La temperatura va tenuta sotto controllo, è consentita la variazione di $\pm 1^\circ C$ rispetto alla temperatura di prova;
- È necessario consentire la misurazione dell'allungamento (spesso viene utilizzato un LVDT).

Il carico molto spesso viene applicato attraverso l'utilizzo di pesi. In alternativa esistono idropneumatiche, che funzionano ad energia elettrica e dunque rischierebbero interruzioni di funzionamento in caso di mancanza di corrente. La temperatura viene tenuta sotto controllo tramite l'utilizzo di termocoppie.

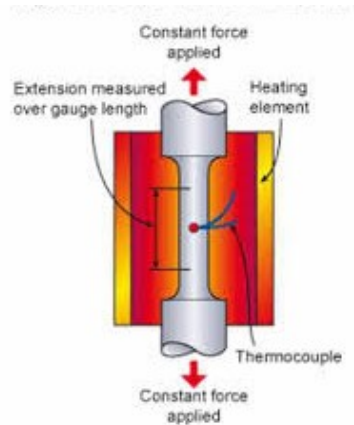


Figura 2.1 - Provino creep nella macchina di prova

Esistono tre principali tipo di prove di creep: prove del tipo *stress-rupture*, dove si misura soltanto il tempo a rottura, questo tipo di prova elementare è ormai in disuso. Il secondo tipo è la prova di *creep interrotta*, dove la prova viene interrotta di tanto in tanto e il campione smontato e misurato, anche questo tipo di prova non è più comunemente effettuata. L'ultima prova è la *creep-rupture*, dove l'allungamento viene misurato con continuità grazie a trasduttori di spostamento montati sul campione. Quest'ultima è la tecnica attualmente più utilizzata. [4]

2.2 LA CURVA DI CREEP

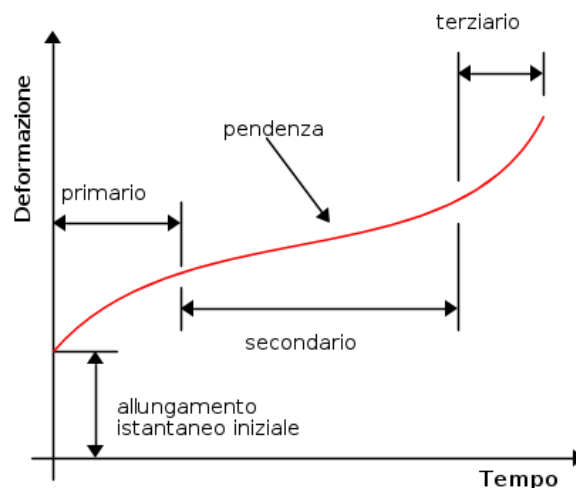


Figura 2.2 - La curva di creep

Il tipico andamento di una curva di creep si ottiene dalla registrazione dei dati rappresentati su un piano deformazione-tempo. Dopo un allungamento istantaneo

iniziale ε_0 , la deformazione aumenta all'aumentare del tempo t , fino alla rottura ε_R . La deformazione totale sarà quindi: $\varepsilon = \varepsilon_0 + \varepsilon(\sigma, T, t)$.

Generalmente la curva di creep è suddivisa in più stadi:

- I. un primario, dove la velocità di deformazione $\dot{\varepsilon}$ diminuisce nel tempo; a causa del moltiplicarsi delle dislocazioni la deformazione diventa sempre più difficile
- II. uno stadio stazionario, o secondario, dove la velocità di deformazione ha valore costante
- III. un terziario, durante il quale la velocità di deformazione aumenta con il tempo, portando alla rottura. L'aumento di $\dot{\varepsilon}$ in questa fase finale porta a dei fenomeni ad esempio la cavitazione, ovvero la nucleazione di cavità, la formazione di cricche e la strizione. [4]

3. LEGA DI TITANIO Ti6Al4V

3.1 IL TITANIO

Il titanio fu scoperto nel 1790, anno in cui venne intuita la sua presenza nell'ilmenite (un minerale presente soprattutto in rocce di origine lavica); ma cominciò ad esser testato e sperimentato nell'industria solamente dopo la Seconda guerra mondiale. Da subito si percepirono le grandi potenzialità del materiale. Esso però non era purtroppo facilmente manipolabile, infatti l'alta temperatura di fusione (1660°C) e un'elevata reattività con l'ossigeno rendevano il processo di fusione molto difficile da controllare con le tecnologie del tempo; le alte temperature di taglio facevano usurare molto velocemente gli utensili, quindi era frequentemente richiesta la sostituzione e di conseguenza anche i costi di taglio erano elevati.

Con l'avvento della metallurgia delle polveri o i processi additivi, a discapito dei processi tradizionali, il titanio e le sue leghe sono stati fra i primi materiali candidati ad essere processati.

Col passare dei decenni sono stati condotti molti studi sull'utilizzo delle leghe di titanio; tra le molte leghe sperimentate, quella che ha avuto un'importanza commerciale davvero significativa è la lega Ti-6Al-4V, che infatti copre il 45% delle leghe di titanio ad oggi utilizzate.

Il così ampio impiego è sicuramente dovuto all'alta resistenza, paragonabile a quella dell'acciaio. Un'alta resistenza combinata ad una bassa densità porta ad ottenere valori molto favorevoli del rapporto resistenza/peso, superiore alla maggior parte degli altri metalli. Altre caratteristiche che fanno della lega in titanio un ottimo materiale è sicuramente l'ottima resistenza alla corrosione e una eccellente biocompatibilità. [5]

3.1.1 STRUTTURA MICROCRISTALLINA

Il titanio presenta un comportamento allotropico, ovvero esiste in più forme cristalline: a temperatura ambiente presenta una cella esagonale compatta, comunemente indicata come fase α . Ad 885 °C la cella esagonale α si trasforma in cubica a corpo centrato, chiamata anche fase β , stabile fino al punto di fusione. Nelle leghe a base di titanio, la temperatura della trasformazione allotropica è influenzata fortemente dalla presenza degli elementi di lega, i quali possono favorire la fase α , allargandone il campo di esistenza, oppure al contrario possono incrementare la fase β , abbassando la temperatura di trasformazione.

La presenza di due strutture cristalline permette di realizzare molte leghe di titanio con proprietà differenti tra loro. La struttura esagonale presente alle basse temperature rende le proprietà meccaniche del titanio anisotrope. [5]

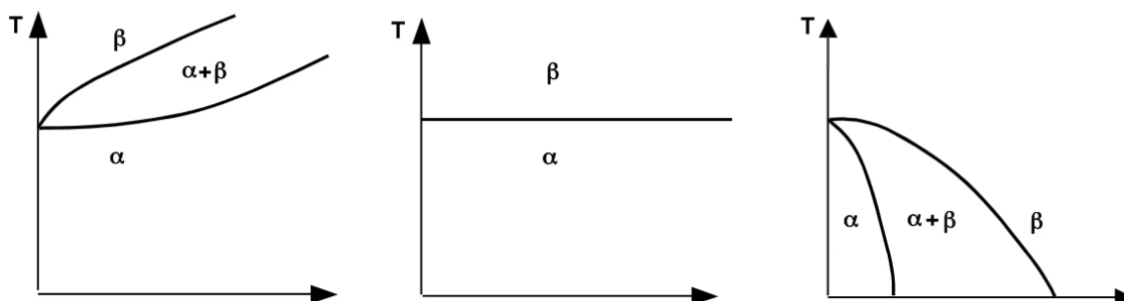


Figura 3.1 - A sinistra abbiamo l'effetto α -stabilizzante, al centro neutro ed a destra β -stabilizzante

Nella tabella seguente sono evidenziate le caratteristiche chimico-fisiche principali del titanio.

Numero Atomico	22
Massa Atomica	47.90 g.mol ⁻¹
Elettronegatività secondo Pauling	1,5
Densità	4.51 g.cm ⁻³ a 20°C
Punto di fusione	1660 °C
Punto di ebollizione	3287 °C
Raggio di Vanderwaals	0.147 nm
Raggio ionico	0.09 nm (+2); 0.068 nm (+4)
Isotopi	8
Guscio elettronico	[Ar] 3d ¹ 4s ²
Energia di prima ionizzazione	658 kJ.mol ⁻¹
Energia di seconda ionizzazione	1323 kJ.mol ⁻¹
Scoperta da	William Gregor nel 1791

3.1.2 LE LEGHE ALFA

Le leghe α presentano una percentuale di fase β inferiore al 5%, e mostrano una minore resistenza a corrosione a T_{amb} rispetto al titanio non legato. La resistenza meccanica è bassa e non migliorabile tramite trattamenti termici dato che la temperatura alla quale avviene la trasformazione è circa pari a 1000°C (a causa della presenza massiccia di elementi α -stabilizzanti).

Le caratteristiche resistenziali della lega possono però esser migliorate in due modi principali: l'aggiunta di elementi in lega come lo stagno (Sn), che permette di

indurire la matrice α , o l'utilizzo di elementi β -stabilizzanti, come Mo o V ottenendo fase α e una piccola percentuale di fase β . Questo secondo tipo di lega prende il nome di lega super-alpha. Le leghe alfa hanno buona resistenza all'ossidazione ad alta temperatura, miglior saldabilità e duttilità rispetto ad altre leghe di titanio. [5]

3.1.3 LE LEGHE ALFA-BETA

Le leghe α - β , come si intuisce dal nome stesso, contengono sia elementi che stabilizzano la fase α sia elementi che stabilizzano la fase β , con una percentuale di quest'ultima compresa tra il 10 ed il 20%. Questo tipo di lega è molto diffusa in commercio sicuramente grazie all'ottima resistenza meccanica, anche se sono caratterizzate da una pessima lavorabilità rispetto alle leghe alfa. Dopo un'accurata pulizia, sgrassatura e asciugatura dei componenti per evitare la contaminazione del materiale, che lo renderebbe fragile e lo esporrebbe a corrosione sotto sforzo, queste leghe possono essere trattate termicamente per migliorarne le caratteristiche meccaniche.

Come già detto, la lega alfa-beta Ti-6Al-4V è quella che trova il più largo impiego (circa il 45% della produzione complessiva). [5]

3.1.4 LE LEGHE BETA

Le leghe β , ricche di elementi β -stabilizzanti, possono presentare a temperatura ambiente unicamente questa fase solo se si opera con velocità di raffreddamento appropriate; a causa dell'elevato contenuto degli elementi β -stabilizzanti, queste leghe hanno densità maggiore ($4,84 - 5,06 \text{ g/cm}^3$) rispetto alle leghe α e α - β . Quindi conseguentemente, i valori del rapporto resistenza/densità sono inferiori rispetto a quelli delle altre leghe di Ti. Le leghe β sono instabili. Il modo per rinforzare queste leghe, ottenendo una buona durezza, una buona lavorabilità a freddo è la precipitazione di fase α nella fase β metastabile. Poiché la struttura cubica del titanio in fase β contiene più piani di scorrimento rispetto alla forma esagonale α , la lega β è più facilmente deformabile. [5]

3.2 TRATTAMENTI TERMICI

Come già detto, l'elevata reattività dell'elemento alle alte temperature obbliga l'operatore ad eseguire delle operazioni preliminari quali la pulizia, sgrassatura e asciugatura del componente, al fine di eliminare le contaminazioni e che il materiale si infragilisca e corroda alle alte tensioni.

Dopo aver eseguito queste operazioni preliminari, si passa all'esecuzione del trattamento termico.

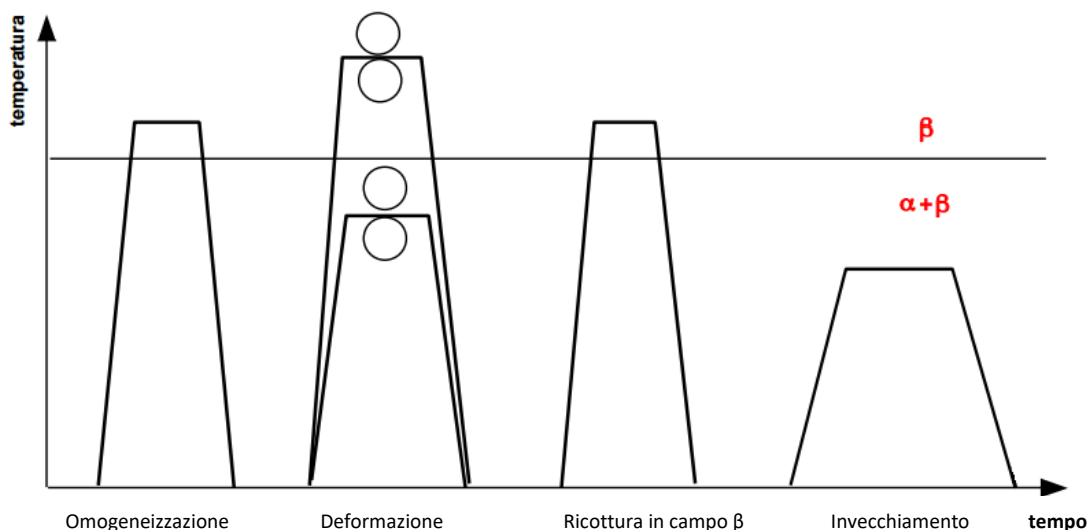


Figura 3.2 - Grafici dei vari TT [6]

3.2.1 DISTENSIONE

La distensione è uno dei trattamenti più adottati per le leghe di titanio, consente di ridurre le tensioni residue nate da lavorazioni precedenti quali la deformazione plastica o la saldatura. Questo TT consente di mantenere stabile la geometria e le dimensioni del componente. Il parametro fondamentale che influenza la riduzione delle tensioni è la temperatura di distensione che varia in base agli elementi presenti. [6]

3.2.2 RICOTTURA IN CAMPO β

La ricottura in campo β è in pratica una ricottura di ricristallizzazione, ovvero un processo nel quale i grani deformati vengono sostituiti da una nuova serie di grani che sono soggetti a nucleazione e crescita finché non si consumano completamente i grani originali. Le temperature del trattamento e la velocità di raffreddamento influiscono sulle dimensioni dei grani β ricristallizzati. Una velocità elevata permette di avere una trasformazione di tipo martensitico con una microstruttura che assume una diversa morfologia ed un diverso reticolo cristallino in base agli elementi in lega.

L'ottenimento di una struttura martensitica con grani molto fini determina un incremento delle tensioni di snervamento e rottura e quindi conseguentemente

della resistenza a fatica ad alto numero di cicli. Ottenuta questa microstruttura, per quanto invece riguarda la duttilità si osserva che tende a crescere fino al raggiungimento di un massimo, poi decresce all'aumentare della velocità di raffreddamento dalla temperatura di ricottura. La ricottura è normalmente seguita da un trattamento d'invecchiamento al fine di ottenere la formazione del precipitato di rinforzo Ti-3Al nella fase α . [6]

3.2.3 RICOTTURA DUPLEX

Lo scopo della ricottura duplex è quello di ottenere una struttura costituita da grani equiassici di fase primaria e da una struttura lamellare di fase secondaria. In questo tipo di ricottura sono ancora più importanti i parametri relativi a tutte le fasi del processo a cui è sottoposto il materiale prima del trattamento termico: le lamelle fini consentono di ottenere una struttura con grani equiassici di fase α distribuiti in maniera più omogenea. Durante la fase di deformazione plastica va tenuta sotto controllo la temperatura, che può incidere sulle percentuali relative di fase α e β presenti al momento della deformazione, ed il grado di deformazione di una struttura costituita da fase α oppure da fase β , che inciderà sul reticolo cristallino. Durante questo trattamento si ha la redistribuzione degli elementi di lega verso le fasi che essi stabilizzano, ciò comporta una scarsa omogeneità della composizione chimica del materiale, che andrà a condizionare il successivo trattamento d'invecchiamento. Il tempo di mantenimento a temperatura non influenza la dimensione dei grani, dato che la presenza di entrambe le fasi rende lento il processo di ingrossamento, invece, al contrario, la velocità di raffreddamento altera la microstruttura che si sviluppa dai grani di fase β ricristallizzata e deve essere sufficientemente elevata per ottenere una struttura lamellare, più o meno fine, od eventualmente una struttura costituita da fase β metastabile e/o martensite. Anche nel caso della ricottura duplex si utilizza un trattamento finale d'invecchiamento, allo scopo di favorire la formazione del precipitato di rinforzo Ti-3Al. [6]

3.2.4 RICOTTURA IN CAMPO $\alpha+\beta$

La ricottura in campo $\alpha+\beta$ consente di ottenere una struttura costituita da grani di fase α primaria equiassici. Il procedimento è indicativamente quello della ricottura duplex, viene variata la velocità di raffreddamento della ricottura di ricristallizzazione, che se è sufficientemente alta permette di evitare la formazione di lamelle. La dimensione dei grani può essere influenzata dalla microstruttura lamellare deformata di partenza e quindi dalla velocità di raffreddamento durante

il trattamento di omogeneizzazione, oppure dalla temperatura a cui viene eseguita la ricottura di ricristallizzazione. Aumentando la temperatura alla quale si effettua il trattamento si riduce la frazione di volume di fase α , ciò favorirà l'aumento della dimensione dei grani. Riducendo opportunamente la temperatura, è possibile ottenere una struttura costituita esclusivamente da grani di fase α ricristallizzati molto fini senza dover passare attraverso la ricristallizzazione dei grani di fase β . Anche in questo caso il trattamento finale d'invecchiamento promuove la formazione di precipitati Ti-3Al. [6]

3.3 MICROSTRUTTURA DELLE LEGHE DI TITANIO PRODOTTE DA AM

I componenti ottenuti tramite additive manufacturing sono molto differenti rispetto a prodotti ottenuti tradizionalmente. Le tecnologie basate sull'utilizzo del laser come sorgente termica (PBF) consentono di ottenere una maggiore resistenza accompagnata da scarsa duttilità, a causa della formazione della martensite α dovuta al rapido raffreddamento. Utilizzando invece il fascio di elettroni (EBM), il componente avrà una microstruttura con fase β , data dal processo di raffreddamento molto lento, ed il prodotto avrà una minore resistenza a trazione e una maggiore duttilità.

Nella figura (3.3) sottostante vengono descritte graficamente le varie forme microstrutturali che possiamo trovare nella lega Ti-6Al-4V, ottenuta mediante processi di manifattura additiva e mediante processi convenzionali, ad esempio la forgiatura.

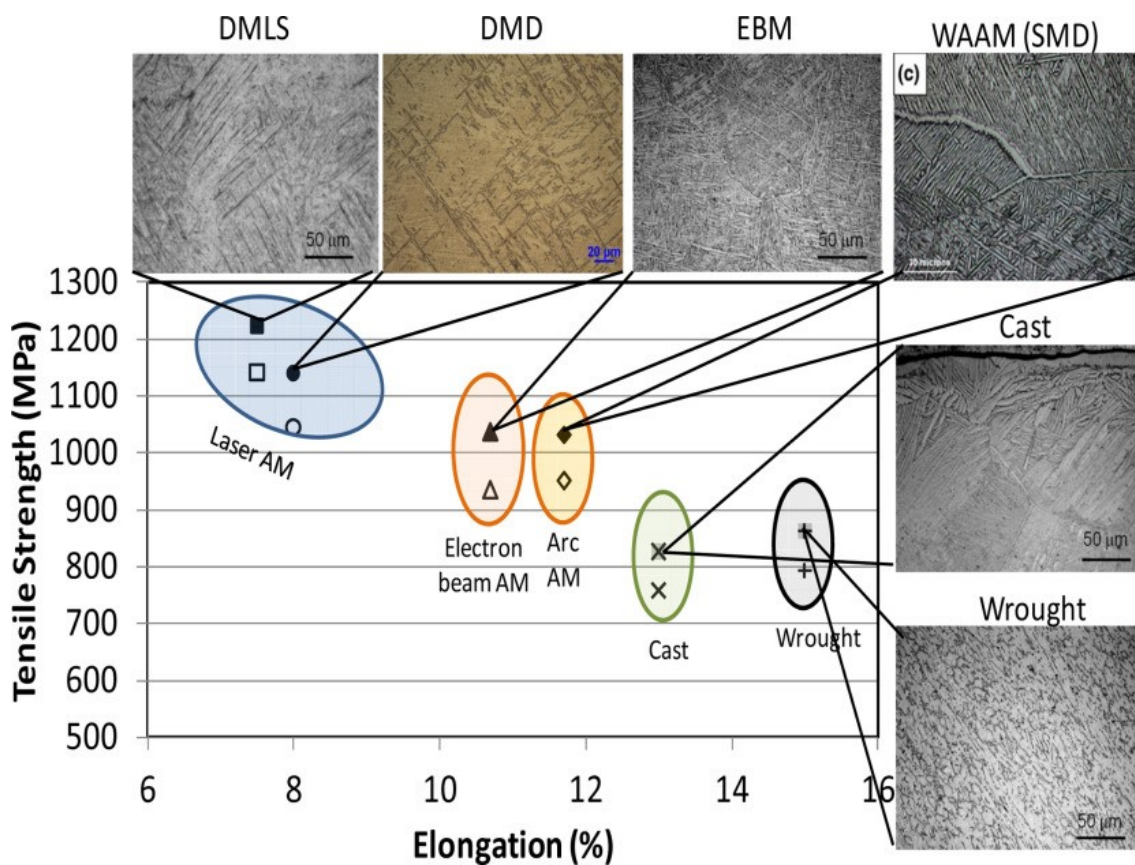


Figura 3.3 - Grafico rappresentante i diversi tipi di microstrutture

Nella figura 3.3 è ben visibile come provini di Ti-6Al-4V prodotti per “Laser AM” si comportino molto bene a trazione, resistendo a tensioni superiori ai 1200 Mpa, con un allungamento intorno al 5%. Possiamo inoltre osservare come provini prodotti convenzionalmente, ad esempio tramite forgiatura resistano molto meno alla trazione ma si dimostrano più duttili.

Molti ricercatori oggi cercano correlazioni tra la temperatura di stampa e la posizione e l’orientamento del componente relativo al letto di polvere. La differenza tra i profili di temperatura lungo la direzione di costruzione (asse z) è dovuta alla temperatura presente nella piattaforma di costruzione, indicativamente 650-700°C, e dalla capacità termica del materiale, quindi della polvere.

L’analisi microstrutturale fatta su provini posti in posizioni e direzioni diverse, rispetto alla piattaforma di costruzione, mostra come lo spessore delle lamelle α varia con l’altezza e/o la distanza dalla piattaforma di costruzione: questo fenomeno viene attribuito alla storia termica dei successivi strati aggiunti al

semilavorato. Lamelle di dimensioni maggiori possono trovarsi sugli strati più bassi del provino, ciò è dovuto all'esposizione per più tempo alle alte temperature della camera rispetto agli strati superiori.

La morfologia del grano del provino di titanio è determinata dalla sua nascita e crescita, le quali sono funzioni della temperatura di fusione e della rapida solidificazione durante il processo. Durante la formazione del componente, il laser fonde selettivamente porzioni di polvere del layer e via via si sposta su nuove zone da fondere; una parte dell'energia del laser viene assorbita dagli strati sottostanti il layer in lavorazione, che quindi è soggetta ad un secondo riscaldamento rapido. A stampa ultimata il primo stadio di raffreddamento, ovvero una fase molto lenta in cui si porta la temperatura della camera alla temperatura ambiente, è il più critico per la microstruttura perché la formazione di grano β si verifica durante la solidificazione, e la trasformazione da fase β a $\alpha + \beta$ inizia non appena la temperatura raggiunge la temperatura di β -transus. Sebbene i tassi di raffreddamento siano abbastanza alti per formare la fase martensitica α , l'alta temperatura alla fine di questa fase (650-700 °C) e le complesse ri-fusioni e riscaldamenti inibiscono la trasformazione della fase β nella struttura martensitica α . Le osservazioni di qualche fase martensitica α sulla superficie superiore del campione sono plausibili grazie all'assenza di strati superiori che provocherebbero il riscaldamento del materiale.

Quindi in conclusione è possibile affermare che durante un processo di LPBF, la morfologia del grano varia in base al raffreddamento, alla crescita dei grani (a partire dalla base della zona fusa), i quali dipendono dalla costanza del fascio laser e la sua intensità che va a modificarne la forma e la grandezza. [7]

3.4 APPLICAZIONI DELLA LEGA Ti-6Al-4V

Negli ultimi anni le tecnologie additive stanno comprendo una fetta di mercato sempre maggiore, grazie all'aumento della qualità dei componenti realizzati ma anche a grazie alla costante evoluzione dei processi.

La lega Ti-6Al-4V, come anche la lega tradizionale, è principalmente sfruttata nel campo aerospaziale e medicale, aumentano anche le richieste nel campo chimico o della difesa. I componenti realizzati laser powder bed fusion, hanno la peculiarità di essere molto piccoli, con geometrie complesse, possono presentare anche strutture cave. Grazie all'utilizzo di polvere più fine e di un laser non troppo potente, è possibile ottenere componenti con ottime finiture superficiali.

Di seguito vengono elencati i campi di applicazione della lega, che si stanno sviluppando negli ultimi anni.

- **Industria aerospaziale:** il campo aerospaziale e quello della difesa ricoprono gran parte della domanda di componenti in titanio. Le applicazioni riguardano piccoli componenti come ad esempio parti del motore, supporti, alloggiamenti. L'obiettivo legato all'utilizzo di questi materiali è la riduzione del peso, quindi il consumo di carburante, dando inoltre molti benefici alla vita dei singoli componenti. Un'ulteriore applicazione nel campo aerospaziale si individua nell'area riparazioni e revisioni, infatti l'AM garantisce costi di riparazione più bassi con un'ottima qualità e tempi di revisione molto brevi.

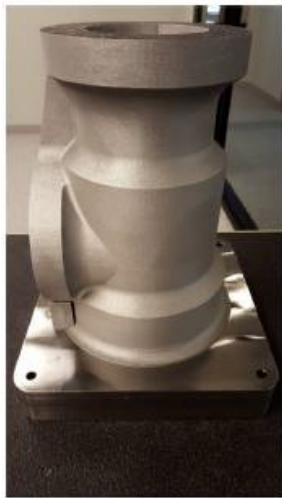


Figura 3.4 – A sinistra alloggiamento di una pompa in Ti6Al4V, a destra una paletta di una turbina riparata tramite AM [8]

- **Industria medicale:** il titanio gode di ottime prospettive in campo medicale grazie alla sua biocompatibilità. Vengono realizzati in Ti-6Al-4V dischi intervertebrali, protesi per ginocchia e anche, e altre applicazioni nel campo odontoiatrico e ortopedico. L'AM garantisce la completa personalizzazione del prodotto che si adatta perfettamente alle diverse anatomie dei pazienti.



Figura 3.5- Impianti medicali realizzati in Ti-6Al-4V tramite AM. [8]

[8]

4. PROCEDURE SPERIMENTALI

Il primo step della procedura sperimentale, dopo aver verificato che il provino di Ti-6Al-4V non presentasse difetti macroscopici di produzione è quello di andare a definire il sistema di riferimento, quindi associare ad ogni sezione del provino una coordinata. Per semplicità viene tracciata una linea rossa lungo l'asse Z per poter riconoscere ogni sezione anche dopo aver tagliato il componente.

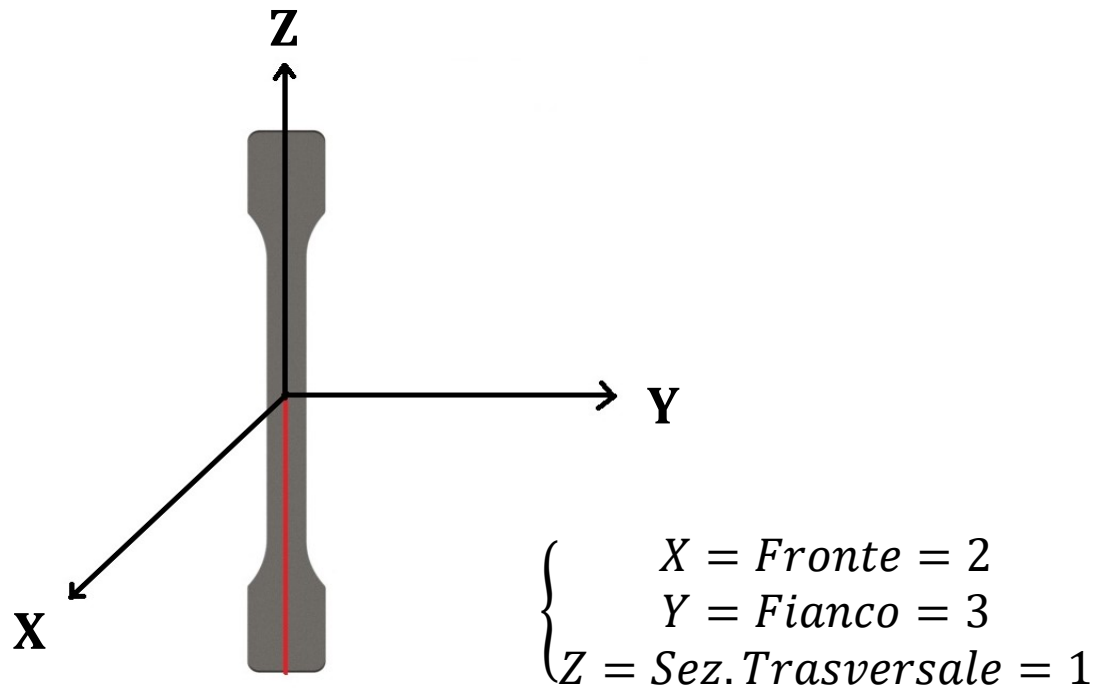


Figura 4.1 - Provino Ti-6Al-4V

Dopo aver definito il sistema di riferimento, lo step successivo è quello del taglio del tratto utile del provino in tre parti approssimativamente uguali. Il taglio viene effettuato con una troncatrice di precisione "Struers Setocom-10" con dischi da taglio, per garantire un taglio molto preciso e sprecare meno materiale possibile. Durante tutta la durata del taglio il campione è stato raffreddato con un'emulsione di acqua e olio da taglio.

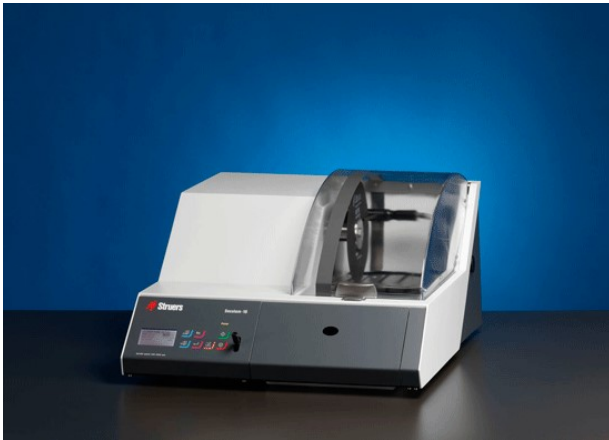


Figura 4.2 - Troncatrice di precisione.

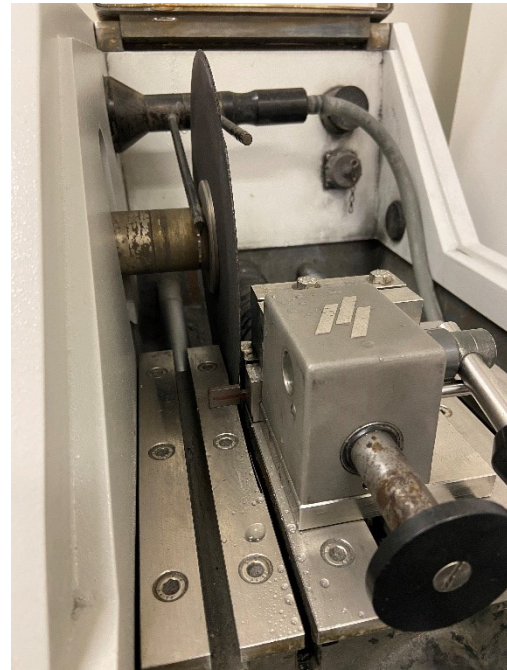


Figura 4.3 - Provino pronto al taglio.

Per poter procedere all'analisi dei provini si è reso necessario inglobarli in una resina fenolica termoindurente, in modo da poter essere più facilmente maneggiati durante la loro caratterizzazione. L'inglobamento è indispensabile per una serie di fattori:

- Impossibilità di manipolare il provino perché troppo piccolo;
- Esigenza di posizionarlo sui diversi dispositivi di analisi come ad esempio il microscopio ottico e il microscopio elettronico;
- Necessità di individuare facilmente il provino;
- Facilità di archiviazione.

Il processo è stato svolto mediante un'inglobatrice "Struers LaboPress-1". Dopo aver posto i provini sulla macchina (provini con la sezione di riferimento rivolta verso il basso), la macchina scalda e fonde a 150°C per sette minuti la resina fenolica, per raffreddarla all'interno dello stampo con acqua per circa cinque minuti. Il risultato ottenuto è mostrato in figura 4.4.

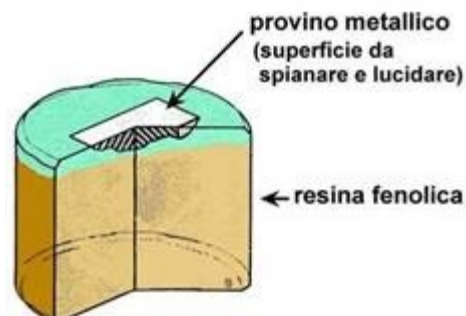
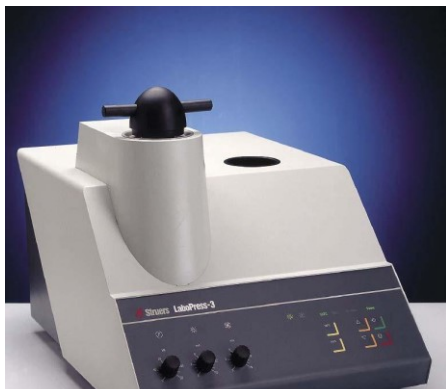


Figura 4.4 - A sinistra inglobatrice Struers LaboPress1, a destra provino inglobato in resina fenolica

Per preparare il metallo alla caratterizzazione, si procede alla lucidatura. In questa fase si conferisce una certa planarità alla superficie da esaminare e si lucida la superficie per renderla riflettente e, dunque, indagabile mediante microscopia.

La lucidatura prevede l'abrasione della superficie del provino da parte di carte abrasive con granulometria sempre più fine fino all'ottenimento della lucidatura a specchio. Le carte abrasive sono state disposte su un disco rotante di una lucidatrice "Struers LaboPol 21" (mostrata in figura 4.5); il provino viene premuto sulla carta abrasiva subendo l'asportazione di materiale; il tutto viene eseguito in presenza di acqua corrente.

Nel lucidare i provini è opportuno esercitare una pressione sufficiente all'asportazione del materiale ma senza apportare danneggiamenti alla superficie; è buona norma, poi, lavare bene il provino nel passaggio da una carta all'altra in modo da eliminare possibili particelle abrasive che andrebbero a contaminare la carta successiva. L'orientazione del provino deve essere mantenuta costante sulla stessa carta in modo da imprimere rigature tutte parallele fra loro. Le carte abrasive utilizzate in successione hanno previsto un MRR (Material Removal Rate) crescente: 600, 1200, 2500, 4000.



Figura 4.5 - Lucidatrice Struers LaboPol21

L'ultima fase del processo, che apporta la lucidatura a specchio, viene eseguita tramite l'utilizzo di un panno (mostrato in figura 4.6) montato su un disco rotante, sul quale viene posta una determinata quantità di pasta diamantata. Durante il processo viene lubrificato con una soluzione di acqua ed olio per pasta diamantata. Al termine di questa fase si ottiene una superficie lucidata "a specchio".



Figura 4.6 - Lucidatura a panno



Figura 4.7 - Provino lucidato a specchio

Per rilevare la microstruttura del campione sia al microscopio ottico che al microscopio elettronico a scansione, è stato necessario sottoporre la superficie del campione lucidato ad un attacco chimico. L'obiettivo dell'attacco è quello di mettere in risalto la struttura del materiale creando una lieve corrosione superficiale, in modo che essa sia osservabile e valutabile mediante esame microscopico.

Prima dell'analisi al microscopio ottico è stato effettuato un attacco con Kroll reagent. L'attacco è stato effettuato spruzzando costantemente per dieci secondi il reagente sulla superficie. Il Kroll ha la seguente composizione chimica:

- 93% di acqua distillata,
- 5% di acido nitrico (HNO_3),
- 2% di acido fluoridrico (HF).

Per quanto riguarda l'analisi al SEM è stato effettuato un attacco chimico diverso, più leggero, usando il KELLER reagent. Il Keller ha la seguente composizione.

- 95% di acqua distillata,
- 2,5% di acido nitrico (HNO_3),
- 1,5% di acido cloridrico (HCl),
- 1% di acido fluoridrico (HF).

È importante sottolineare che tra un attacco chimico e l'altro è necessario effettuare nuovamente il processo di lucidatura completa, dato che non è possibile sovrapporre i due reagenti.

4.1 METODOLOGIA DI CARATTERIZZAZIONE DEI PROVINI

Dopo la fase di preparazione dei provini, il lavoro di tesi ha previsto la loro caratterizzazione tramite le seguenti analisi:

- Analisi microdurezze (prova VICKERS).
- Osservazione al microscopio ottico.
- Osservazione al microscopio elettronico a scansione (SEM).
- Analisi della porosità.

4.1.2 PROVE DI MICRODUREZZA VICKERS

In metallurgia per durezza s'intende la resistenza che un materiale oppone alla penetrazione di un materiale più duro secondo una compressione localizzata.

Le prove di durezza si dividono in:

- *Prove per penetrazione statica*: utilizzate prevalentemente per le prove di durezza di metalli. Il carico di prova viene applicato in modo uniforme per un tempo minimo prescritto dalle norme.
- *Prove per penetrazione dinamica*: il carico di prova viene applicato in maniera istantanea alla massima intensità. Il provino viene quindi esposto a una sollecitazione d'urto.

In funzione delle dimensioni del provino si parla di:

- *Prove di macrodurezza (Brinell, Vickers o Rockwell)*: quando l'impronta provocata dal penetratore, di massa e dimensioni definite, interessa un notevole volume di materiale. Essa sarà dunque di notevoli dimensioni, generalmente visibile ad occhio nudo. I carichi applicati sul penetratore variano da un minimo di 2 N ad un massimo di 30 KN.
- *Prove di microdurezza (Vickers, Knoop)*: quando l'impronta provocata dal penetratore interessa un piccolissimo volume di materiale. L'impronta è visibile solo tramite l'utilizzo di un microscopio. I carichi applicati sono solitamente inferiori a 2 N

L'oggetto di questo lavoro di tesi sono le microdurezze VICKERS. [9]

Questa prova consiste nel nell'applicare un carico prestabilito "F" per un determinato tempo per mezzo di un penetratore contro la superficie del pezzo. Lo scopo della prova è misurare la diagonale media dell'impronta lasciata sul pezzo dal penetratore "d" col fine di calcolare la durezza relativa. Il penetratore è costituito da una piramide retta a base quadrata, di diamante, con angolo al vertice

fra le due facce opposte di 136°. Il valore della durezza Vickers può essere espresso tramite l'Equazione:

$$HV = 1,854 \frac{F}{d^2}$$

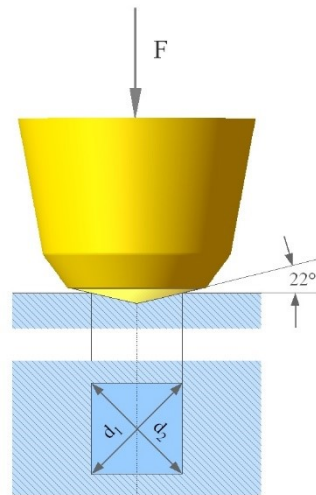


Figura 4.8 - Penetratore prova microdurezza

Durante la prova il penetratore deve essere portato sulla superficie del pezzo in maniera perpendicolare, senza oscillazioni, vibrazioni o urti.

Per ciascuno dei provini analizzati (piano trasversale, fianco, fronte) sono state svolte in totale sette misurazioni distribuite in maniera omogenea su tutto il provino. È stato utilizzato un carico di prova di 200 gF, mantenendolo sul materiale per la durata di 15 secondi.

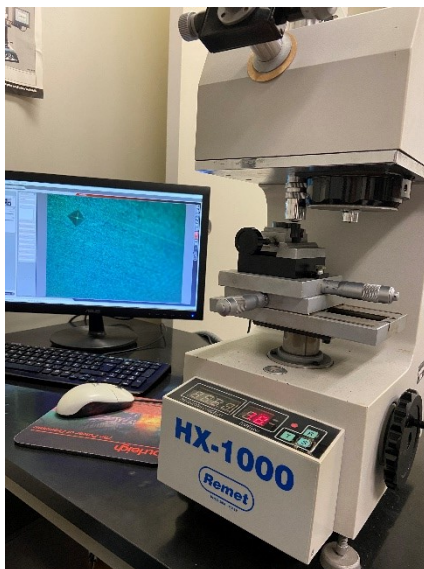


Figura 4.9 - Setup di misura delle microdurezze

4.1.2 OSSERVAZIONE AL MICROSCOPIO OTTICO

Tramite l'analisi ai microscopi è stato possibile stabilire quali microstrutture si sono presenti all'interno del campione, e correlarle alle proprietà meccaniche misurate.

La prova ha previsto l'attenta osservazione dei campioni l'acquisizione di tre immagini per ogni sezione del provino, in modo da analizzarne le microstrutture.

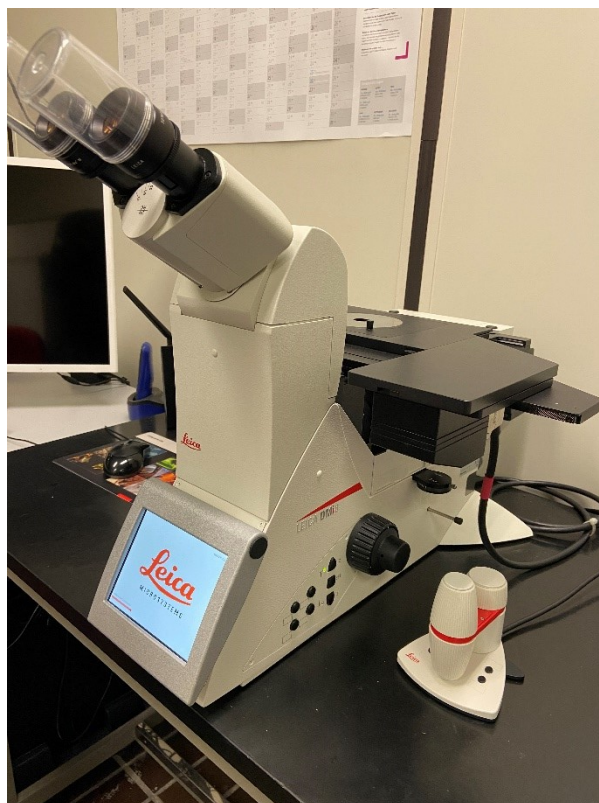


Figura 4.10 - Microscopio ottico

4.1.3 ANALISI DELLE POROSITÀ

La porosità di un materiale è una grandezza scalare ed è genericamente definita come il rapporto tra il volume dei vuoti (pori), e il volume totale del materiale considerato. Da essa dipendono anche la resistenza meccanica e la durabilità dei materiali.

Per l'analisi della porosità è stato preso in considerazione un nuovo provino di lega Ti-6Al-4V, senza essere tagliato e inglobato all'interno di resina fenolica. È stata valutata la presenza di pori sui provini, a partire da immagini prese in diversi punti del campione. I punti scelti per l'acquisizione sono state le due spalle del provino e

il tratto utile. Per il provino sono state acquisite un totale di cinque immagini, tramite un microscopio ottico.

Queste immagini sono state poi analizzate tramite un particolare software, che permette di determinare i pori e quindi il grado di porosità del campione, distinguendo i pori come le uniche parti nere su un'immagine di colore chiaro. L'analisi è stata effettuata sul tratto utile del provino, dato che lì in condizioni di carico, avverrà la rottura. Questi dati sono poi stati raccolti su un foglio di calcolo.



Figura 4.11 - Microscopio ottico per calcolo delle porosità

4.1.4 OSSERVAZIONE AL MICROSCOPIO ELETTRONICO A SCANSIONE (SEM)

Infine, si è osservata meglio la microstruttura al microscopio elettronico a scansione, comunemente chiamato SEM. Il microscopio non sfrutta (come ad esempio microscopio ottico) la luce come sorgente di radiazioni. Il fascio viene generato da una sorgente elettronica, tipicamente un filamento in Tungsteno, che emette un flusso di elettroni primari concentrato da una serie di lenti elettromagnetiche e deflesso da una lente obbiettivo. Quest'ultima, oltre a rifocalizzare ulteriormente il fascio, impone allo stesso una deflessione controllata, in modo da permettere la scansione di aree del campione.

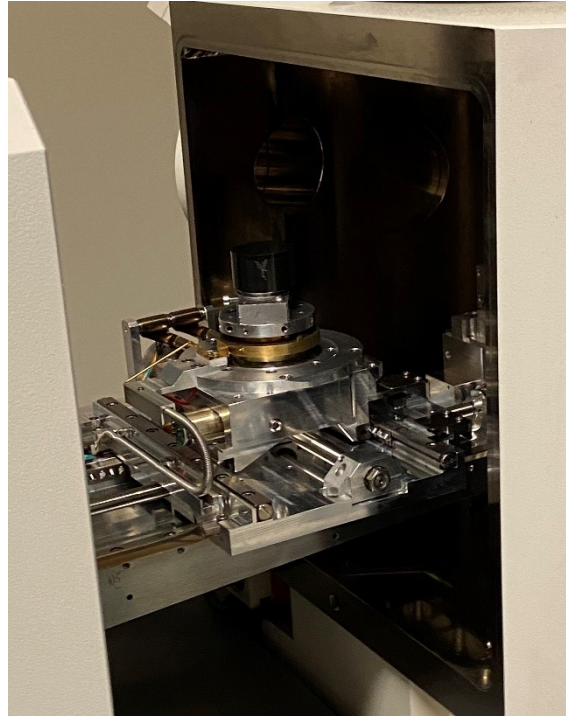
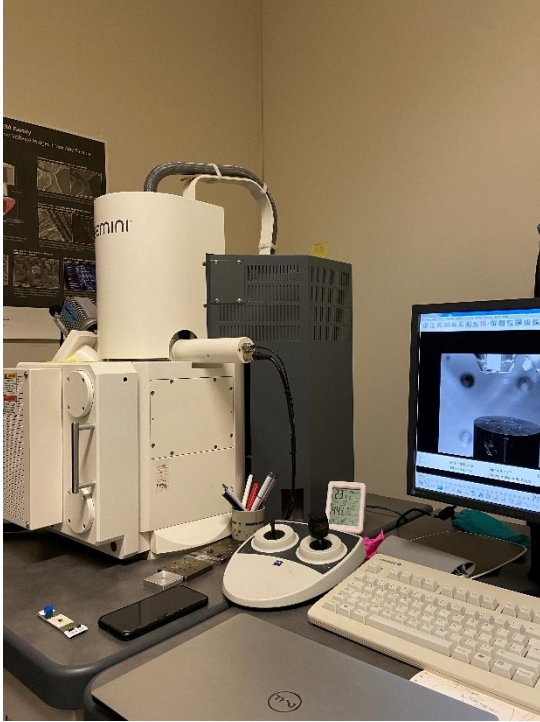


Figura 4.12 - Microscopio elettronico a scansione (SEM)

5. RISULTATI

5.1 ANALISI DELLE MICRODUREZZE

L'analisi delle microdurezze effettuata sul provino di Ti-6Al-4V è stata svolta su tutti e tre i piani del provino: piano frontale, piano trasversale e fianco del provino stesso.

Per quanto riguarda il piano frontale (x), possiamo ben vedere come il penetratore con un carico applicato pari a 200 gf, abbia inciso cinque prismi in cinque punti diversi del provino con diagonale pari a 125-126 μm . Il risultato dell'analisi è una durezza Vickers media pari a 376,1 HV.

CALCOLO MICRODUREZZA			
Carico applicato	200	gf	
Diagonale	HV	MPa	GPa
126	374	3665	3,66
126	374	3665	3,66
125	380	3724	3,72
126	374	3665	3,66
125	380	3724	3,72

Figura 5.1 - Microdurezze piano frontale

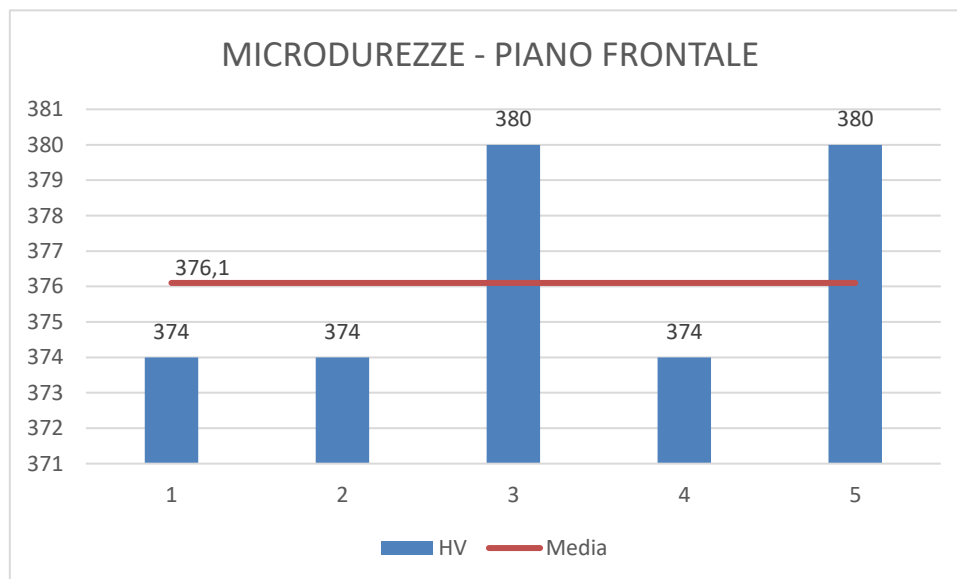


Figura 5.2 - Istogramma microdurezze piano frontale

L'analisi delle microdurezze del fianco del provino (y) è stata eseguita ugualmente a quella del piano frontale. I risultati ottenuti sono leggermente diversi, infatti il valore delle diagonali dei prismi è compreso all'interno di un intervallo che va da 122 a 124 μm . La durezza Vickers ha un valore medio di 392,2 HV.

CALCOLO MICRODUREZZA			
Carico applicato	200	gf	
Diagonale	HV	MPa	GPa
122	399	3909	3,91
124	386	3784	3,78
122	399	3909	3,91
124	386	3784	3,78
123	392	3846	3,85

Figura 5.3 - Microdurezze fianco del provino

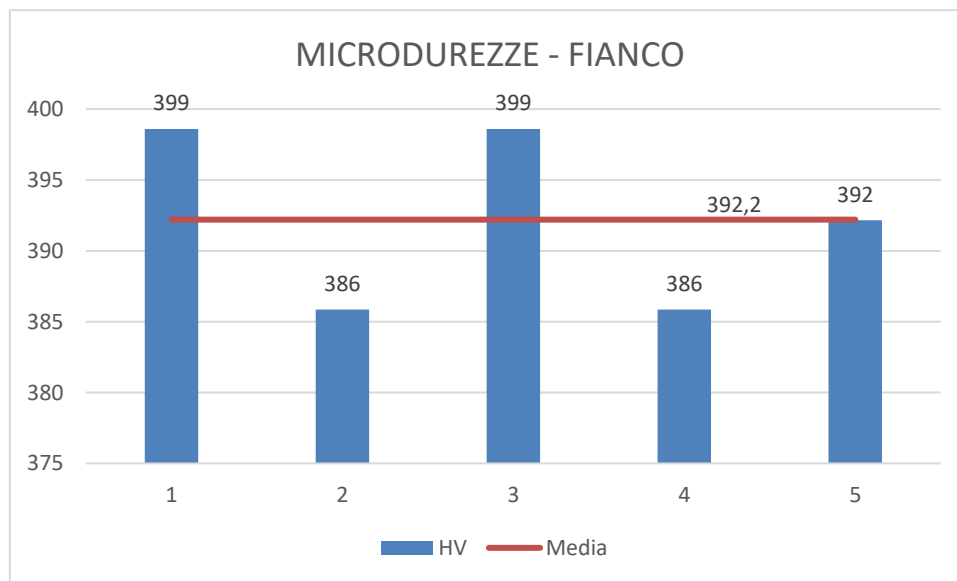


Figura 5.4 - Istogramma microdurezze fianco del provino

Infine, per quanto riguarda la sezione trasversale (z), i risultati trovati solo in linea alle altre due sezioni, infatti, le diagonali misurate hanno mediamente lo stesso valore della sezione frontale. In conclusione, la microdurezza media ha un valore di 383,3 HV.

CALCOLO MICRODUREZZA			
Carico applicato	200	gf	
Diagonale	HV	MPa	GPa
124	386	3784	3,78
124	386	3784	3,78
123	392	3846	3,85
127	368	3607	3,61
126	374	3665	3,66
124	386	3784	3,78
123	392	3846	3,85

Figura 5.5 - Microdurezze piano trasversale del provino

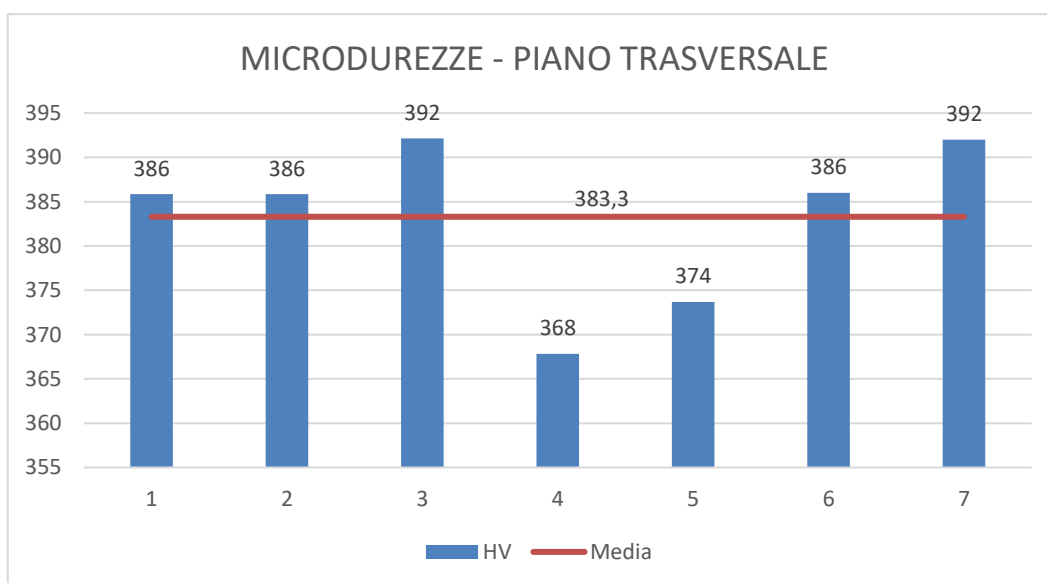


Figura 5.6 – Istogramma microdurezze piano trasversale del provino

I valori di microdurezza secondo la scala Vickers calcolati possono essere convertiti in scala Rockwell e Brinell, mediante l'utilizzo di apposite tabelle di conversione. Tramite gli istogrammi è possibile osservare l'andamento delle microdurezze medie per ciascuno dei tre piani osservati. Quindi in conclusione si può affermare che lungo il fianco del provino abbiamo microdurezze medie maggiori, pari a 392,2 HV.

5.2 RISULTATI ANALISI AL MICROSCOPIO OTTICO

I provini oggetto di studio sono stati ottenuti tramite processo Laser Powder Bed Fusion. Come precedentemente descritto, questo tipo di tecnologia porta a fusione le polveri della lega di Ti-6Al-4V tramite il raggio laser. Il materiale è quindi soggetto a un surriscaldamento rapido fino alla temperatura di fusione che nel caso del titanio è di circa 1660°C, per poi solidificare in un tempo molto breve, dunque con elevatissimi gradienti termici.

I forti gradienti di velocità di raffreddamento generano una struttura composta da grani β , grani α e una struttura molto fine $\alpha+\beta$, lamellare. Le immagini al microscopio ottico permettono di individuare la tipica struttura martensitica.

Le caratteristiche della struttura martensitica metastabile sono ormai consolidate, è caratterizzata da aghi paralleli inclinati di 90°.

Tramite il microscopio ottico sono state acquisite diverse immagini per ogni sezione del provino:

- Sezione frontale **x**:

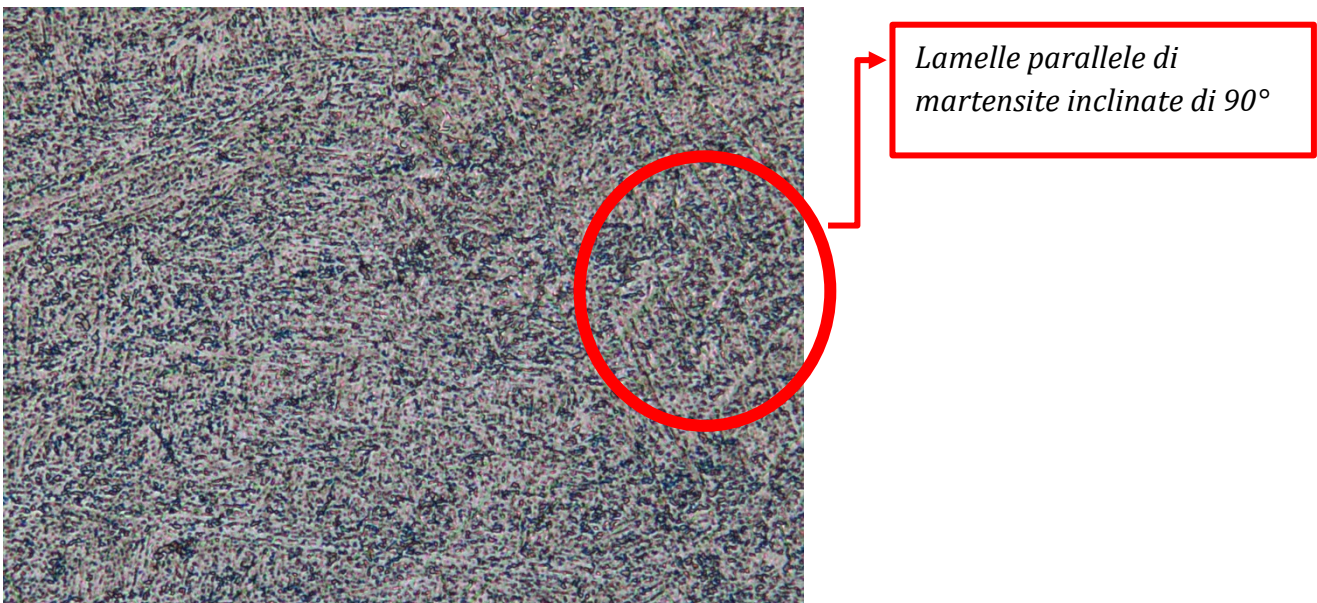


Figura 5.7 - Struttura martensitica sezione frontale (microscopio ottico)

- Fianco del provino y:

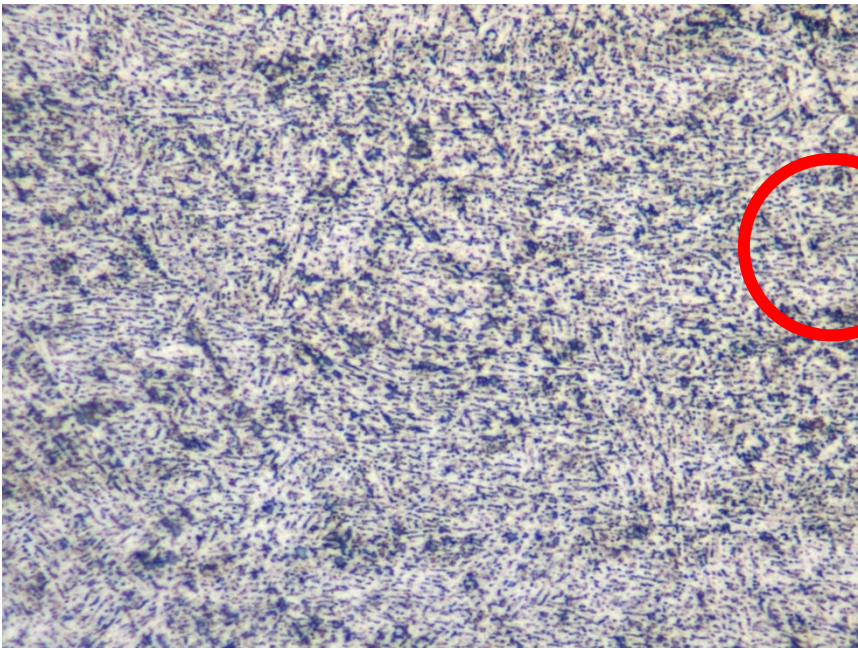


Lamelle parallele di martensite inclinate di 90°

Graffi dati da una non perfetta lucidatura

Figura 5.8 - Struttura martensitica fianco del provino (microscopio ottico)

- Sezione Trasversale z:



Lamelle parallele di martensite inclinate di 90°

Figura 5.9 - Struttura martensitica sezione trasversale (microscopio ottico)

5.3 RISULTATI AL SEM

La terza fase dell'analisi prevede l'utilizzo del microscopio elettronico a scansione, comunemente chiamato SEM. Rispetto ad un microscopio ottico tradizionale il SEM ha una risoluzione decisamente maggiore dell'ordine di qualche nm, mentre i sistemi ottici spesso non scendono sotto i 200 nm. Dunque, se si ha bisogno di informazioni morfologiche più dettagliate su particelle sub-microniche il SEM offre maggiore qualità. In merito al contrasto e la morfologia: il microscopio SEM analizza forma dimensione e morfologia del campione meglio del microscopio ottico. Tuttavia, l'acquisizione di immagini di campioni leggeri richiede una fase aggiuntiva nella preparazione del campione.

Dopo aver effettuato l'attacco chimico con il reagente Keller, il provino è pronto per l'osservazione. Prima di poter essere utilizzato il microscopio necessita operare in vuoto spinto (con pressioni inferiori a 10^{-3} Pa).

Sono state acquisite diverse foto per ogni piano del provino, i risultati sono in linea con ciò che era stato osservato al microscopio ottico, ovvero la presenza di una struttura composta da grani β , grani α e struttura $\alpha+\beta$, lamellare. Anche al SEM è visibile la tipica struttura martensitica.

Nelle figure seguenti è possibile osservare il risultato dell'analisi al SEM per il piano frontale (fig. 5.10) e per il piano trasversale (fig. 5.11).

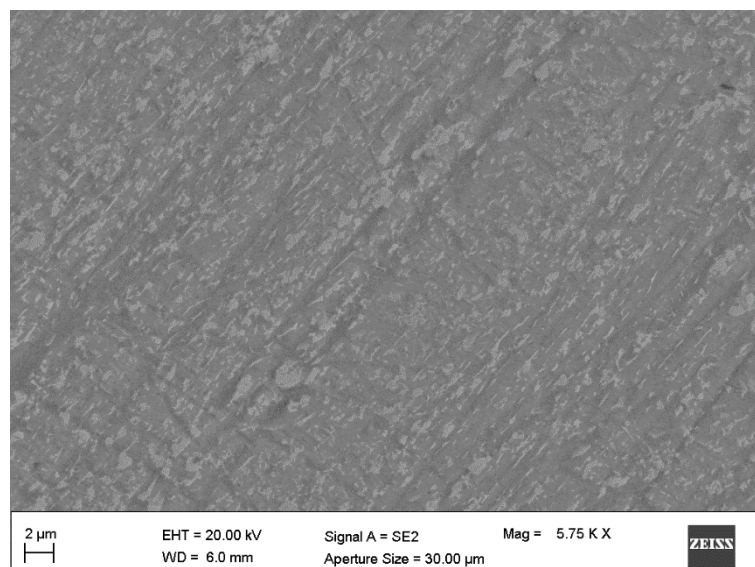


Figura 5.10 - Microstruttura martensitica piano frontale SEM

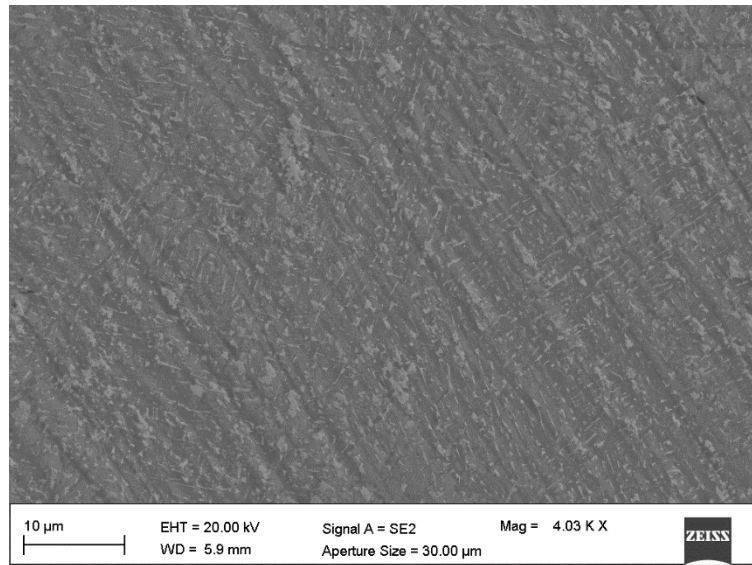


Figura 5.11 - Microstruttura martensitica piano trasversale SEM

5.4 ANALISI DELLA POROSITÀ

L'ultima analisi effettuata è stata la valutazione delle porosità presenti sul tratto utile di un provino lucidato.

Per quanto riguarda l'additive manufacturing la porosità come già detto è uno dei difetti principali, le cause sono l'incompleta o insufficiente fusione delle particelle di polvere, gas intrappolati, ma soprattutto la forma delle particelle. La forma subisce modifiche quando la polvere viene riutilizzata, ad esempio a causa di schizzi durante la fusione, nati da laser troppo potenti. Un'altra causa della variazione di forma che porta a porosità, nel caso di polveri riciclate, è la temperatura all'interno della camera che può alterare le dimensioni delle sfere di polvere.

Tramite il microscopio ottico si è ben visto come i pori siano molto presenti soprattutto lungo i bordi della spalla (fig. 5.12), la causa principale di questa diversa concentrazione possono essere attribuiti alla modalità di scansione con cui è stato realizzato il pezzo; infatti, generalmente ad ogni layer viene prima stampato il bordo della superficie ed in seguito il riempimento, con velocità e direzioni di scansione differenti.

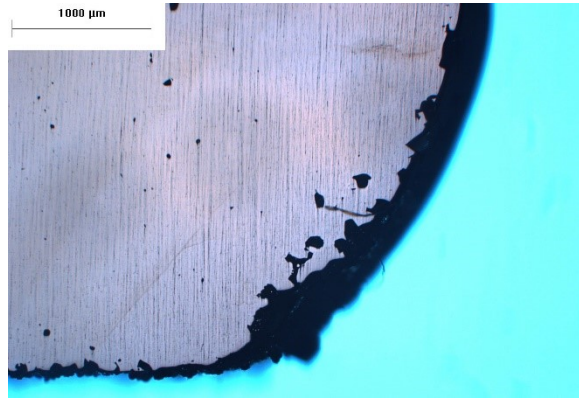


Figura 5.12 - Porosità spalla del provino

Sono state acquisite immagini della spalla destra, spalla sinistra e tratto utile. Proprio per il tratto utile è stata fatta l'analisi delle porosità grazie ad un software che permette di calcolare le aree di ogni singolo poro dell'immagine acquisita che stiamo considerando.

Mettendo in relazione la somma delle aree di ogni poro e l'area totale della porzione di tratto utile presa in considerazione, è possibile calcolare la frazione percentuale di porosità:

$$POROSITÀ = \frac{\sum_{i=1}^n A_{pi}}{A_{TOT}} \times 100$$

Dove con A_{pi} indichiamo l'area di ogni poro i -esimo, mentre con A_{TOT} indichiamo l'area totale della porzione di tratto utile considerata.

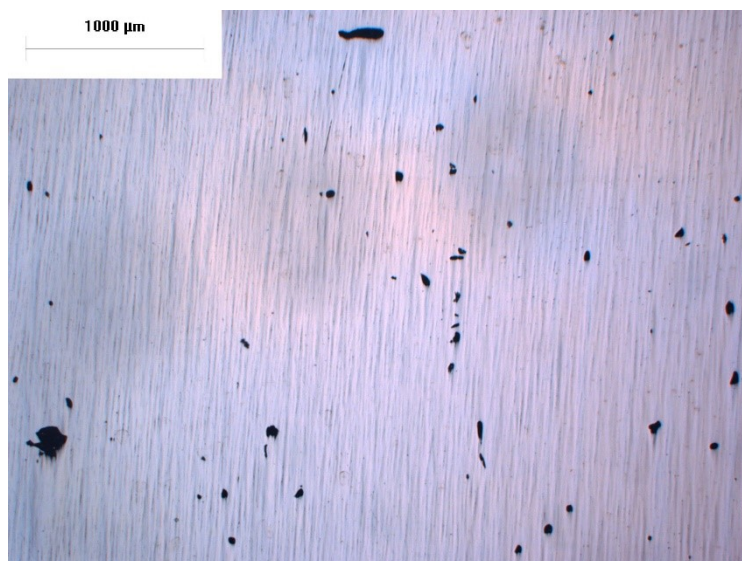


Figura 5.13 – Porosità della porzione del tratto utile considerato

Dato che:

- $\sum_{i=1}^n A_{pi} = 124989,4 \mu\text{m}$
- $A_{TOT} = 1.29 \times 10^7 \mu\text{m}$

Allora:

$$POROSITÀ = \frac{\sum_{i=1}^n A_{pi}}{A_{TOT}} \times 100 = \frac{124989,4}{1.29 \times 10^7} \times 100 = 0,97\% \approx 1\%$$

Nella tabella seguente sono elencati tutti i pori considerati nella porzione di tratto utile: le posizioni le aree e le lunghezze.

	Features	Center X Position	Center Y Position	Area	Length
1	PG1	115,736	982,7406	1999,534	194,358
2	PG2	215,2283	1029,441	276,2243	78,83941
3	PG3	519,7967	706,5986	354,5566	80,02882
4	PG4	1750,253	1027,411	387,5386	78,83941
5	PG5	1801,014	1027,411	2007,78	185,4084
6	PG6	2004,06	1250,761	321,5746	82,90032
7	PG7	1539,086	724,8727	160,7873	50,41302
8	PG8	1662,943	700,5073	1422,349	215,8519
9	PG9	1817,258	454,8221	494,7301	88,13177
10	PG10	2184,77	931,9792	2110,848	194,227
11	PG11	2483,247	885,2787	1665,591	247,5115
12	PG12	2416,242	657,8677	1356,385	169,3689
13	PG13	2377,664	1234,517	185,5238	52,79185
14	PG14	239,5938	1640,608	931,7417	121,1306
15	PG15	1325,888	1863,958	2531,369	222,9821
16	PG16	44,67003	2071,065	812,1819	111,8194
17	PG17	339,0861	2196,953	2960,135	220,6941
18	PG18	217,2588	2420,303	23586,26	881,326
19	PG19	1206,091	2704,567	1315,157	296,9323
20	PG20	1070,05	2722,841	634,9036	107,3967
21	PG21	1242,639	2966,496	1752,169	167,7446
22	PG22	1630,456	2702,537	2028,393	186,0321
23	PG23	1441,624	2469,034	878,1459	181,3475
24	PG24	1478,172	2365,481	3830,035	307,0317
25	PG25	1092,385	2511,674	535,9576	89,83273
26	PG26	574,619	2399,999	169,0328	51,24072
27	PG27	548,2231	2304,567	144,2963	42,2912
28	PG28	609,1367	2251,775	86,57777	31,29788
29	PG29	101,5228	2517,765	140,1735	46,35211
30	PG30	158,3756	2525,887	408,1523	75,27116

31	PG31	1640,608	2665,988	148,419	51,60244
32	PG32	1967,512	129,9492	12405,36	663,2726
33	PG33	2613,197	493,4008	1146,125	142,5515
34	PG34	2808,12	1193,908	1063,67	146,6124
35	PG35	2534,009	1344,162	1579,014	191,7988
36	PG36	2495,43	1384,771	1756,292	210,6016
37	PG37	3226,394	1372,588	1661,469	178,0412
38	PG38	3380,709	152,2842	742,0951	113,9674
39	PG39	3254,821	460,9135	515,3438	90,5106
40	PG40	2710,659	903,5528	214,383	58,53485
41	PG41	2156,344	1498,476	729,7269	115,3687
42	PG42	2330,963	1506,598	2531,369	229,2223
43	PG43	2507,613	1606,091	2102,603	224,1449
44	PG44	2509,643	1699,492	474,1163	105,3796
45	PG45	2499,491	1766,497	1579,014	174,5272
46	PG46	2497,461	1829,441	2387,073	262,6967
47	PG47	2477,156	2002,029	1727,433	183,8573
48	PG48	2639,593	2353,298	3685,739	324,831
49	PG49	2653,806	2517,765	1649,1	241,0554
50	PG50	2572,588	2605,075	498,8528	99,27492
51	PG51	3011,166	2903,552	2185,058	207,2496
52	PG52	3137,054	2787,816	1426,472	149,557
53	PG54	2846,699	3017,257	2049,007	188,1801
54	PG55	3815,226	3061,927	428,7661	85,77182
55	PG56	3587,815	2956,344	486,4846	84,08973
56	PG57	3693,399	3011,166	53,59576	23,17606
57	PG58	3610,15	2330,963	4040,296	312,9057
58	PG59	3951,267	2438,577	3261,096	237,508
59	PG60	4073,094	2623,349	371,0476	84,71336
60	PG61	4058,881	2054,821	3360,042	272,1467
61	PG62	4020,302	1656,852	4885,46	309,7584
62	PG63	3593,907	1794,923	544,2031	104,5252
63	PG64	3587,815	1573,603	234,9968	59,72426
64	PG65	3756,343	1240,608	2131,462	214,0967
65	PG66	3794,922	1307,614	729,7269	106,2073
66	PG67	4006,089	1275,126	1735,678	205,5417
67	PG68	4079,186	1055,837	721,4814	111,3103
68	PG69	3723,856	964,4665	206,1375	51,60244
69	PG70	3636,546	962,4361	152,5418	47,54153
70	PG71	3528,932	929,9488	383,4158	74,08175
71	PG72	3076,141	783,7559	160,7873	52,92281
72	PG73	1618,273	359,3907	206,1375	53,28452
73	PG74	1545,177	387,8171	152,5418	50,41302
74	PG75	1250,761	140,1015	288,5926	61,40635
75	PG77	940,101	2852,79	709,1131	111,8194

5.5 RISULTATI CREEP

Dopo aver scaldato il forno fino ad una temperatura pressoché di 500°C, un provino di Ti-6Al-4V è stato sottoposto alla prova di creep, applicando assialmente un carico pari a 500 Mpa fino alla rottura. Il carico è stato applicato dopo più di un giorno che il provino era ad alta temperatura

Come appurato nelle precedenti analisi, a causa del processo di stampa del componente, e a causa di alcuni parametri di processo, il provino riporta molti difetti di cui molti pori di dimensioni considerevoli. Da queste valutazioni ci si aspetterebbe quindi che il provino durante il creep si rompa presto se non addirittura appena viene applicato il carico, invece così non è stato. Il provino si è comportato egregiamente resistendo in condizioni di alta temperatura e carico per più di sessantasei ore.

La curva di creep risultante è quella mostrata in figura 5.14:

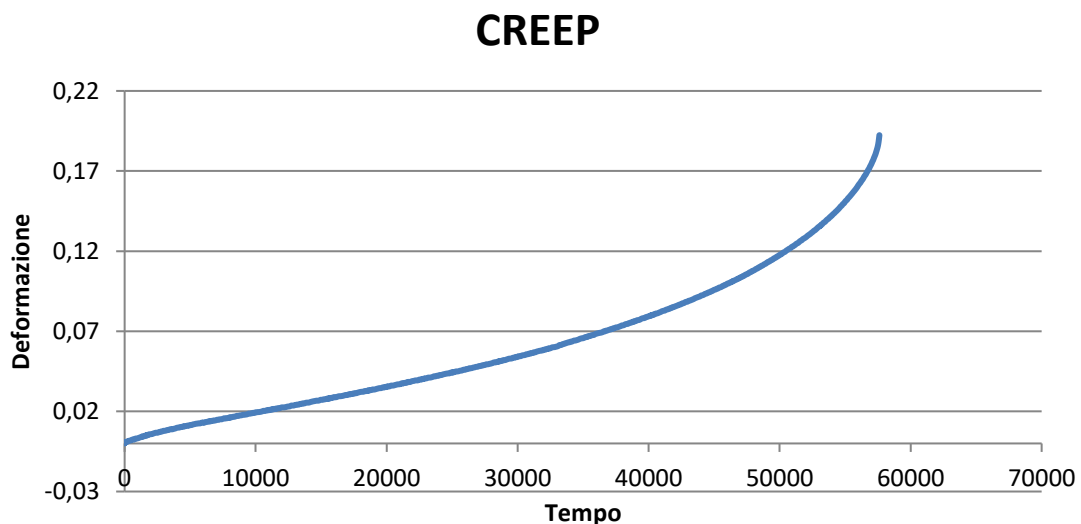


Figura 5.14 - Curva di creep

Analizzando la curva si riconoscono i tipici tre stadi della curvapo. È ben visibile lo stadio terziario della curva, dove avviene il repentino aumento della velocità di deformazione rispetto al tempo, portando quindi il provino alla rottura. Proprio in quest'ultimo stadio avvengono fenomeni di nucleazione e formazione di cricche. Nonostante il livello di porosità il comportamento è completamente in linea con quello di materiali simili, esenti da difettosità.

5.6 CONCLUSIONI

In questo lavoro di tesi è stata analizzata la lega Ti-6Al-4V i cui provini sono stati realizzati mediante il processo additivi di LPBF.

L'additive manufacturing ha numerosi vantaggi rispetto ai processi tradizionali, tra cui la possibilità di ottenere componenti dalle geometrie complesse, in tempi accettabili. Essendo una tecnologia molto giovane, il suo punto di forza è sicuramente l'evoluzione che avrà nei prossimi decenni, mentre un suo punto di debolezza oggi lo si riscontra nella precisione del processo. Va trovato il giusto compromesso tra i parametri di processo ad esempio nella potenza del laser o nella dimensione della polvere, per non perdere proprietà meccaniche o finitura superficiale.

Per quanto riguarda la microstruttura, i microscopi (ottico ed elettronico a scansione) hanno rivelato gli stessi risultati, una struttura martensitica, comune a tutti e tre i piani analizzati, con la tipica struttura lamellare. Anche le microdurezze Vickers mostrano un andamento in linea di massima simile in tutte e tre direzioni. Per quanto riguarda la porosità, si aggira intorno ad un valore circa dell'1%, che potrebbe incidere sulla prova creep, invece, il provino ha reagito egregiamente al carico applicato, resistendo a 500°C per quasi tre giorni.

BIBLIOGRAFIA

1. F. Gabrielli, R. Ippolito, F. Micari. *Analisi e tecnologia delle lavorazioni meccaniche*. McGraw-Hill. 2008.
2. Olaf Rehme and Claus Emmelmann. *Reproducibility for properties of selective laser melting products*. In Proceedings of the Third International WLT-Conference on Lasers in Manufacturing, Munich, pages 1–6, 2005.
3. I. Gibson, D. Rosen, and B. Stucker. *Additive Manufacturing Technologies: 3D Printing, Rapid Prototyping, and Direct Digital Manufacturing*. SpringerLink: Bücher. Springer New York, 2014.
4. S. Spigarelli. *Metallurgia Meccanica*. Società Editrice Esculapio. 2012.
5. C. Leyens and M. Peters. *Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications*. Wiley, 2006.
6. A. Morri. Trattamenti termici delle leghe di titanio, correlazioni fra microstruttura e comportamento meccanico. *La metallurgia italiana*, 2008.
7. Defense, E. A. & Company. Capitolo 4 *Microstructure and Mechanical Properties*. 2–11 (2016).
8. Defense, E. A. & Company. Capitolo 6 *Microstructure and Mechanical Properties*. Markets, Applications, and Costs. (2016).
9. F. Zamuner. *Prove di durezza: il manuale della qualità di un laboratorio di prova*. 1996.