



UNIVERSITÀ POLITECNICA DELLE MARCHE  
FACOLTÀ DI INGEGNERIA

---

Corso di Laurea Triennale in Ingegneria Meccanica

**Analisi microstrutturale di strutture TPMS in Inconel  
718 fabbricate tramite additive manufacturing**

Microstructural analysis of lattice structures in Inconel 718 made  
by additive manufacturing

Relatore: Prof.  
**Eleonora Santeccchia**

Tesi di Laurea di:  
**Luca Di Vincenzo**

Correlatore: Dott.  
**Alberto Santoni**

A.A. 2023/2024



# Indice

<b>Introduzione .....</b>	<b>4</b>
<b>Capitolo 1: la manifattura additiva .....</b>	<b>6</b>
1.1 Generalità.....	6
1.2 Cenni storici .....	9
1.3 Workflow .....	11
1.4 I materiali .....	13
1.4.1 Materiali polimerici .....	13
1.4.2 Metalli .....	13
1.4.3 Materiali compositi .....	14
1.5 Metal Additive Manufacturing (MAM).....	14
1.5.1 Metal extrusion .....	15
1.5.2 Binder jetting.....	16
1.5.3 Direct energy deposition .....	17
1.5.4 Powder bed fusion .....	18
1.6 Laser Powder Bed Fusion (LPBF).....	19
1.6.1 Il melt pool .....	20
1.6.2 Parametri di processo LPBF .....	21
1.6.3 Fenomeni indesiderati.....	23
1.7 Le strutture reticolari.....	24
1.7.1 Proprietà meccaniche .....	25
1.7.2 Strut based structures.....	26
1.7.2 Triply Periodic Minimal Surfaces (TPMS).....	28
1.7.3.1 Giroide di Schoen.....	30
<b>Capitolo 2: L'inconel 718.....</b>	<b>31</b>
2.1 Le superleghe .....	31
2.2 Inconel 718 .....	33
2.2.1 Composizione chimica e fasi .....	33
2.2.2 Microstruttura "as-build" (LPBF) .....	35
2.2.3 Trattamenti termici.....	36
2.2.3.1 Solubilizzazione .....	37
2.2.3.2 Invecchiamento (aging) .....	37
2.2.3.3 Hot isostatic pressure (HIP) .....	38
2.2.3.4 Tempra .....	38
2.2.4 Proprietà meccaniche .....	39

2.2.4.1 Durezza e microdurezza .....	40
<b>Capitolo 3: Procedure sperimentali .....</b>	<b>42</b>
3.1 I Campioni .....	42
3.2 Preparazione metallografica .....	43
3.3 Osservazioni al microscopio .....	45
3.3.1 Il microscopio ottico (MO) .....	45
3.3.2 Microscopia ottica.....	45
3.3.3 Misure con stereomicroscopio .....	46
3.4 Caratterizzazione dei vuoti.....	47
3.5 Prove di microdurezza.....	48
<b>Capitolo 4: Risultati sperimentali .....</b>	<b>52</b>
4.1 Risultati caratterizzazione vuoti .....	52
4.2 Analisi microstrutturale .....	53
4.2.1 Campione as-build .....	53
4.2.2 Campione trattato termicamente .....	56
4.3 Differenze fra modello CAD e campione as-build .....	57
4.4 Risultati prove di microdurezza .....	58
<b>Conclusioni .....</b>	<b>61</b>
<b>Bibliografia.....</b>	<b>62</b>

# Introduzione

L'additive manufacturing (AM), comunemente nota come stampa 3D, è un insieme di tecnologie avveniristiche che permettono di realizzare oggetti sovrapponendo strati di materiale. Tra le tecnologie additive attualmente più diffuse sul mercato, la più impiegata è la laser powder bed fusion (LPBF), la quale rende possibile la realizzazione di geometrie complesse e strutture intricate quali le strutture reticolari, oggetto di questa tesi.

L'elaborato si pone come obiettivo quello di valutare la fabbricabilità tramite LPBF di provini in superlega di Nichel Inconel 718 in struttura reticolare, caratterizzati da celle unitarie di tipo Triply Periodic Minimal Surface (TPMS), con focus sulla topologia Shoen Gyroid. Sono state inoltre indagate le modifiche indotte dai trattamenti termici sul materiale in termini di proprietà meccaniche e microstrutturali.

Il primo capitolo punta a fornire al lettore una panoramica generale sulla manifattura additiva: vengono trattate le principali tecnologie additive per metalli, approfondendo la LPBF. In questo capitolo si parlerà anche delle strutture reticolari e del perché sono interessanti dal punto di vista ingegneristico.

Il secondo capitolo introduce il materiale impiegato per realizzare i campioni studiati, discutendone le applicazioni, la composizione chimica, le fasi, i trattamenti termici e le proprietà meccaniche.

Nel terzo capitolo vengono descritte le procedure sperimentali: la preparazione metallografica, le osservazioni al microscopio ottico, la caratterizzazione dei vuoti, le misure e le prove di microdurezza.

Nel quarto e ultimo capitolo, sono riportati tutti i risultati derivanti dalle attività svolte in laboratorio. I dati raccolti verranno analizzati per capire le differenze tra i due campioni e su come la laser powder bed fusion ne abbia influenzato le proprietà.

L'ultimo capitolo dell'elaborato è dedicato alle conclusioni.

# Capitolo 1: la manifattura additiva

## 1.1 Generalità

Con il termine “additive manufacturing”, come definito nella norma ASTM F2792 – 12a, si indicano tutte quelle tecnologie che prevedono la sovrapposizione di strati di materiale per realizzare il prodotto finito partendo da un modello 3D, realizzato tramite un software CAD. Questo nuovo modo di approcciarsi alla produzione è in contrasto con le più classiche tecniche di manifattura sottrattiva, che realizzano pezzi asportando materiale in eccesso da un grezzo di partenza. La progettazione di un prodotto è influenzata non solo da aspetti funzionali, economici ed estetici, ma anche dalle tecniche scelte per la produzione. L’AM rappresenta una rivoluzione da questo punto di vista, garantendo maggiore libertà al progettista, rendendo possibili geometrie più complesse, fori ciechi e sottosquadri molto costosi o impossibili da realizzare con le tecniche tradizionali. Si pensi a cavità che sono fondamentali per migliorare il raffreddamento di pezzi che lavorano ad alte temperature, come le pale di una turbina, o a strutture reticolari che, tramite l’ottimizzazione topologica, permettono di realizzare il componente ponendo il materiale solo dove necessario riducendone il peso, tempi di produzione e spreco di materiale (figura 1.1 e 1.2).



*Figura 1.1 Supporto migliorato tramite l’ottimizzazione topologica [1]*



*Figura 1.2 Carrello di uno skateboard riprogettato con l'ottimizzazione topologica [2]*

La manifattura additiva, rispetto a quella sottrattiva, presenta molti vantaggi. Oltre ai già citati si hanno:

- **Prototipazione rapida:** un componente può essere progettato, stampato e testato in modo molto più rapido e preciso, eliminando svariate fasi del processo di sviluppo del prodotto, permettendo quindi di testare un maggior numero di design e customizzazioni con una riduzione drastica degli errori [3]
- **Riduzione risorse umane:** dato l'elevato grado di automazione delle macchine, durante il processo di stampa non è richiesto l'ausilio di un operatore che potrà quindi essere impegnato in altre mansioni, abbattendo i costi di produzione;
- **Elevata personalizzazione:** è facile modificare i modelli 3D per adattare un progetto alle esigenze del cliente;
- **Produzione di volumi ridotti:** la produzione convenzionale è incentrata sulla produzione in massa, solo con grandi volumi è possibile abbassare il costo del singolo componente, mentre la manifattura additiva riesce a rendere più economica, e quindi redditizia, la produzione in volumi ridotti, anche nel caso di poche unità;
- **Maggior sostenibilità ambientale:** l'utilizzo del solo materiale necessario alla realizzazione del componente comporta ovvi benefici ambientali; in più l'adozione di parti più leggeri nei veicoli riduce le emissioni di CO<sub>2</sub>;
- **Costi di produzione costanti:** i costi di produzione, come mostrato in figura 1.3, restano costanti al variare della complessità geometrica, contrariamente alla manifattura tradizionale [4].



Figura 1.3 Andamento dei costi in funzione della complessità [4]

La versatilità di questa tecnologia le consente di trovare applicazione nei più svariati settori, da quello aerospaziale al militare, all'automotive, quello medico ma anche in quello artistico. Seguono una serie di immagini di oggetti realizzati tramite additive manufacturing:



Figura 1.4 Impianto dell'anca in titanio [5]



Figura 1.4 Oggetti di uso quotidiano stampati in resina [6]



Figura 1.6 Replica stampata 3D del David di Michelangelo installata nel padiglione italiano dell'Expo di Dubai [7]



Figura 1.7 Tavola da surf realizzata in polimeri organici, grazie all'additive manufacturing [8]



Ci si chiederà a questo punto perché, a fronte di tutti questi vantaggi, l'AM non sia ancora la tecnologia di riferimento a livello industriale. L'elevato costo iniziale delle macchine, i lunghi tempi di stampa, le dimensioni ridotte degli oggetti stampabili e la necessità di supporti di stampa sono solo alcuni dei fattori che ne limitano la diffusione.

Per quanto riguarda la manifattura additiva dei metalli, c'è ancora una scarsa comprensione del processo, una mancanza di modelli fisici validi e una ristretta disponibilità di materiali utilizzabili o normati. Per ogni nuova lega adoperata, è necessario trovare i parametri ottimali di processo, oltre che definire nuovi trattamenti termici idonei, in funzione delle caratteristiche meccaniche richieste [9].

## **1.2 Cenni storici**

È difficile stabilire con precisione l'esatta origine della manifattura additiva che ricade a cavallo tra gli anni '50 e '60. Solamente con lo sviluppo dei primi computer, dei primi laser e dei primi controllori all'inizio degli anni '80 questa tecnologia ha veramente cominciato a prendere piede [4]. I primi risultati significativi si hanno negli anni '60 da parte del Battelle Memorial Institute in Ohio. Le attività di ricerca portarono ad un setup sperimentale in cui due fasci laser, di lunghezza d'onda diversa, si incrociavano in un punto all'interno di un recipiente, riempito di resine fotopolimeriche, con lo scopo di solidificare una certa quantità di volume [10].

Nei primi anni '80, Carl Deckard, sviluppa e brevetta la SLS (Selective Laser Sintering), una tecnologia in grado di stampare oggetti in diversi materiali come plastica ceramica e vetro. In questi anni si sviluppa anche la tecnologia FDM (Fused Deposition Modelling), che utilizza l'estrusione di un filamento di materiale termoplastico per realizzare l'oggetto finale strato dopo strato. Oggi questa è la tecnica più diffusa nelle stampanti 3D domestiche [11].

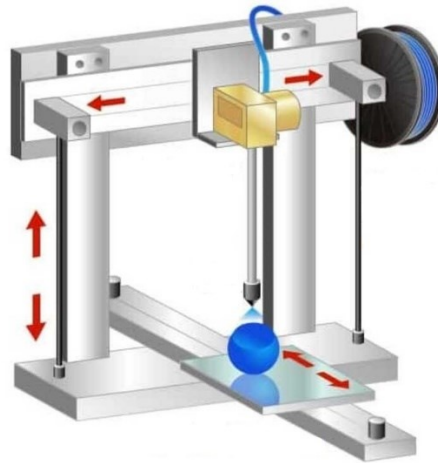


Figura 1.8 Stampante FDM [12]

Le prime applicazioni dell'AM ai metalli risalgono agli anni '90, grazie alla collaborazione di Electrical Optical Systems e di Electrolux RD. A quest'ultime aziende si deve lo sviluppo della tecnologia DMLS (Direct Metal Laser Sintering) e dell'EOSINT M 160, il primo prototipo di stampante 3D per metalli. Nel 2008 MTT Technologies Group riesce ad estendere la tecnologia SLS alle polveri metalliche, dando via alla SLM (Selective Laser Melting). A loro si deve la prima macchina commerciale che sfrutta questa tecnologia, la SLM 250 (figura 1.1). In questo periodo fu introdotta anche la prima macchina che sfrutta l'EBM (Electron Beam Melting). Nel 2016 fu introdotto anche il BJ (Binder Jetting) [11]. Tutte le tecnologie nominate verranno trattate approfondite nei paragrafi successivi.



Figura 1. 9 SLM 250 [13]

Dagli anni duemila si osserva un aumento del numero di tecnologie additive sviluppate, perché in questo periodo iniziarono a scadere i primi brevetti e ci fu un miglioramento dei software CAD

e della produzione assistita dal computer (CAM) [14]. L'additive manufacturing è in continua evoluzione, questa sta riscontrando sempre più interesse da parte dell'industria e si prevede che, insieme all'intelligenza artificiale, aprirà nuovi orizzonti per la produzione.

## 1.3 Workflow

Il processo di stampa è solo una fase del workflow dell'additive manufacturing, è interessante approfondire il percorso di realizzazione di un oggetto, dall'idea al prodotto finito. Possiamo individuare tre macrofasi: preproduzione, produzione e post-produzione.

**Preproduzione:** tutti i componenti realizzati con stampa 3D, indipendentemente dalla tecnica usata, passano dalla creazione di un modello 3D tramite un software CAD (Computer Aided Design and Drawing). Tra i più usati ci sono sicuramente Solid Edge, Rhinoceros, Solidworks e Blender. Questi software hanno sostituito il disegno a mano semplificando il lavoro di ingegneri e designer.

I file CAD contengono troppi dati, ed è necessario convertirli in altri formati, in modo da interfacciarsi con le stampanti. A livello commerciale i file STL (Standard Tessellation Language) sono quelli che riscontrano più successo. Questi contengono solo le informazioni relative alla superficie del pezzo ottenute dalla tassellazione. La tassellazione è un processo che consente di approssimare una superficie complessa mediante forme geometriche semplici, principalmente triangoli e quadrati, senza aperture e sovrapposizioni. Queste approssimazioni possono tradursi in piccole differenze dimensionali tra il modello CAD e STL, portando a errori di faceting, ciò non rappresenta un problema se l'accuratezza e la risoluzione del processo di stampa sono inferiori allo scarto dimensionale [15].



*Figura 1.10 Modello CAD (sinistra) convertito in STL (destra) [16]*

**Produzione:** i modelli STL vengono caricati sulle macchine, ognuna ha il suo software proprietario che, tramite lo slicing, converte il modello in comandi comprensibili dalla macchina. Lo slicing suddivide il pezzo in piani paralleli che corrispondono agli strati di materiale depositato. Tuttavia, questo porta all'effetto "staircase", ovvero la formazione di gradini sulla superficie dell'oggetto che ne influenzano negativamente la rifinitura superficiale e la rugosità. In questa fase, per una stampa ideale, è necessario impostare correttamente i parametri di stampa che dipendono dalla tecnologia considerata. Alcuni esempi sono: spessore degli strati, percentuale di riempimento, temperatura di estrusione, potenza del laser, piano di stampa, orientamento del pezzo, strategia di scansione ecc. Ovviamente questi parametri andranno a incidere direttamente sulla velocità di stampa, sulle tolleranze, sulla rifinitura superficiale e sulle proprietà meccaniche ottenute. Inoltre, sempre in base alla tecnologia considerata, potrebbe risultare necessario implementare un supporto di stampa. Per esempio, quest'ultimo, garantisce un supporto meccanico per i particolari più inclinati di oggetti in materiali polimerici, mentre nel caso dei metalli favorisce la dissipazione del calore [15]. A questo punto la macchina ha tutte le informazioni necessarie per svolgere il suo lavoro in autonomia.

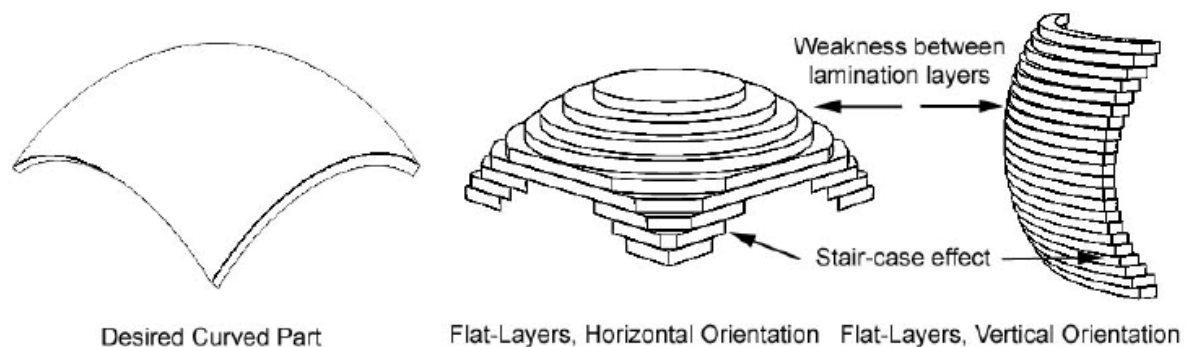


Figura 1.11 Effetto staircase [17]

**Post-produzione:** terminato il processo di stampa, ed estratto il pezzo dalla macchina, potrebbero essere richieste ulteriori lavorazioni per ultimare la produzione. Si va dalla rimozione dell'eventuale supporto di stampa alla sabbiatura e verniciatura, fino a lavorazioni alle macchine utensili. Nel caso dei metalli, spesso, sono necessari trattamenti termici per

alleviare le tensioni residue, carburizzazione e nitrurazione per migliorare la durezza superficiale e la pressatura isostatica a caldo (HIP) per ridurre le porosità [15].

## **1.4 I materiali**

Non tutti i materiali sono utilizzabili nei processi di additive manufacturing, di seguito si riportano quelli di maggior interesse ingegneristico.

### **1.4.1 Materiali polimerici**

I polimeri sono materiali flessibili e deformabili, facilmente modellabili con operazioni di stampaggio o di estrusione. È proprio quest'ultima caratteristica che li rende candidati perfetti per la MEX-AM, la manifattura additiva per estrusione. Vengono usati polimeri termoplastici perché non perdono le proprietà se sottoposti a molti cicli di fusione-solidificazione. Sono materiali molto economici e per questo molto utilizzati nelle stampanti amatoriali, ma trovano applicazione anche nei principali settori industriali. Li si trova sottoforma di filamenti avvolti in bobine. Esempi di polimeri stampabili sono: PVA, ABS, TPU, PET, PP ecc.

### **1.4.2 Metalli**

L'uso dei metalli nella manifattura additiva è in aumento, perché con le odierne tecnologie è possibile ottenere pezzi con proprietà meccaniche paragonabili a quelli derivanti da processi di fonderia o lavorati alle macchine utensili. I metalli AM sono diventati adatti a realizzare oggetti impiegati in condizioni gravose e non solo prototipi, come in passato. La materia prima usata nel processo di stampa è in forma di polveri metalliche. Per ottenere il prodotto finito si realizza una sorta di saldatura fra le particelle delle polveri, sfruttando una sorgente di calore, come un laser o un fascio di elettroni. Questo processo potrebbe generare microstrutture con grossi grani colonnari e cricche periodiche, con conseguenti pessime proprietà meccaniche. Di conseguenza, a fronte delle migliaia di leghe esistenti, poche possono essere usate nella metal additive manufacturing. Come regola empirica si può affermare che i metalli facilmente saldabili sono idonei alla stampa 3D. Importante considerare il caso delle leghe di titanio e delle superleghe (tra cui l'inconel 718), queste sono note per essere molto difficili da lavorare con torni e frese, richiedendo utensili molto costosi, l'AM semplifica e rende più economico l'uso di questi materiali. Altri metalli adatti sono gli acciai, il rame, leghe di magnesio, metalli refrattari come tungsteno e molibdeno, ma anche metalli preziosi quali oro e argento. Per

quanto riguarda l'alluminio, e le sue leghe, questo risulta ancora più economico da lavorare con tecniche sottrattive, passando in secondo piano rispetto agli altri metalli.

### **1.4.3 Materiali compositi**

I compositi derivano dall'unione di due o più materiali diversi. Il vantaggio sta nella superiorità delle caratteristiche ottenute, non riscontrabili nei singoli materiali di partenza. Sono formati da una fase continua detta matrice e da una fase di rinforzo, spesso composta di fibre. Attualmente questi materiali rappresentano una sfida per l'additive manufacturing, perché non sono ancora disponibili materie prime (fili o polveri) in grado di integrare sia la matrice che il rinforzo. Sicuramente in futuro si riusciranno a individuare tecniche ottimali per produrre anche questi materiali [18].

## **1.5 Metal Additive Manufacturing (MAM)**

Le decine di tecnologie MAM (Metal Additive Manufacturing) esistenti, secondo la norma ASTM/ISO 52900, possono essere raggruppate in quattro grandi famiglie in base al principio di funzionamento:

- ME (Material Extrusion): il materiale è selettivamente estruso attraverso un ugello; ci rientrano la BMD (Bound Deposition Metal), ADAM (Atomic Diffusion Additive Manufacturing), AMD (Automated Multi-material Deposition);
- BJ (Binder Jetting): un fluido legante è selettivamente depositato per incollare del materiale in polvere;
- DED (Direct Energy Deposition): processo in cui l'energia termica viene focalizzata per fondere del materiale opportunamente depositato;
- PBF (Powder Bed Fusion): processo in cui una regione di un letto di polvere, viene fusa selettivamente da una sorgente di energia.

## 1.5.1 Metal extrusion

Questa tecnologia sfrutta la sovrapposizione, strato dopo strato, di materiale estruso, allo stato semi liquido o fuso, per realizzare un volume solido. La materia prima, il cosiddetto “feedstock”, è costituita da polveri metalliche legate in una matrice polimerica, detta Binder. Insieme alle polveri metalliche, è possibile estrarre materiale ceramico per favorire la separazione del pezzo dal piatto di stampa o da eventuali strutture di supporto. Durante il processo di stampa, il feedstock viene scaldato oltre la temperatura di fusione del Binder nella testa di stampa (figura 1.12 b), ed estruso attraverso di essa. La testa di stampa è in grado di muoversi nel piano orizzontale (x-y), mentre il piatto di stampa trasla verticalmente (z) [19].

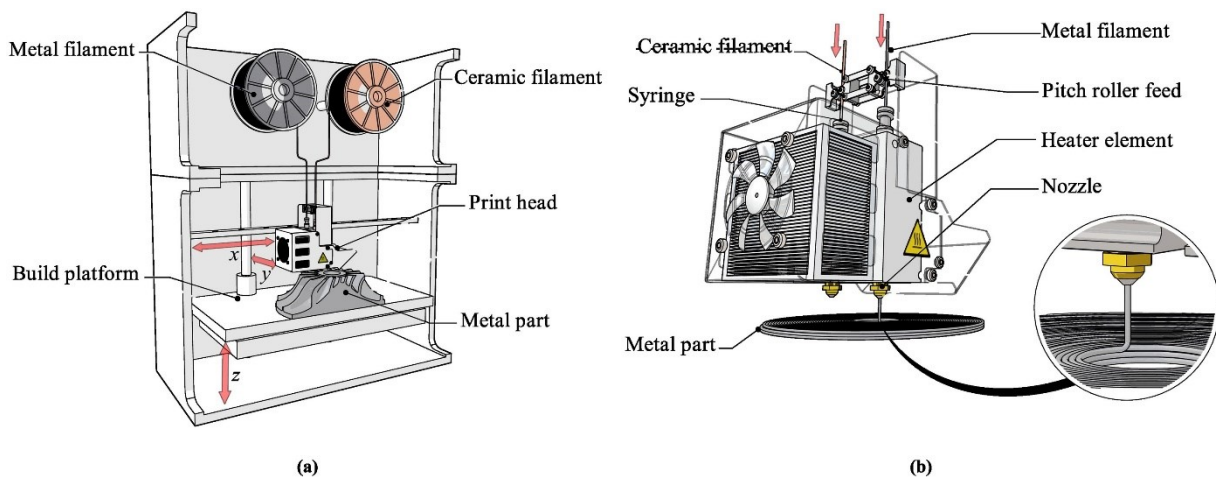


Figura 1.12 Schema di una macchina ME (a), testa di stampa (b) [19]

Terminato il processo di stampa, il pezzo si trova nello stato (a) (figura 1.13), sono necessari due ulteriori lavorazioni: il debinding (b) e la sinterizzazione. Il debinding consiste nella dissoluzione del “core”, uno dei costituenti del binder. Il pezzo si trova così nella condizione di “brown state” come in figura 1.13 (c). In questo stato, come si osserva in figura, il pezzo è caratterizzato da un elevata porosità, è quindi necessaria la sinterizzazione. Nella sinterizzazione il pezzo è scaldato gradualmente in una fornace, fino al 70-90% della temperatura di fusione del metallo. A questa temperatura si formano i primi legami tra le particelle di metallo, mentre il debinder restante (backbone) si degrada completamente (d). Raggiunta la temperatura di fusione, si formano legami solidi tra le particelle metalliche e la

sinterizzazione giunge al termine. La parte ottenuta (e) raggiunge una densità compresa tra il 96 e il 99% [19].

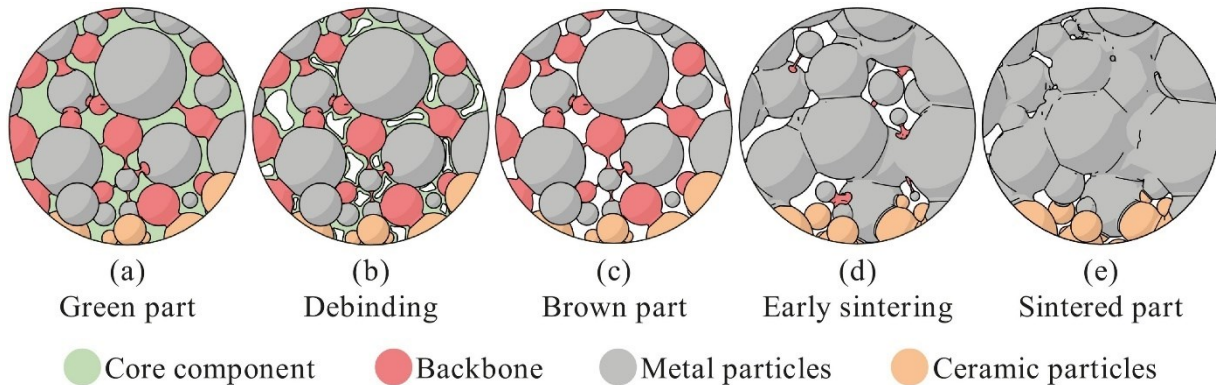


Figura 1.13 Fasi attraversate dal pezzo durante debinding e sinterizzazione

Gli oggetti prodotti con questa tecnologia soffrono dell'effetto staircase, dovuto agli strati sovrapposti, e di anisotropia, di conseguenza i legami lungo la direzione di stampa risultano più deboli [19].

## 1.5.2 Binder jetting

La tecnologia binder jetting opera attraverso un legante liquido, il binder, che viene depositato opportunamente su un letto di polveri metalliche. Il binder viene depositato dalla testa di stampa, che muovendosi sul piano orizzontale (x-y), va a realizzare una sezione del pezzo in stampa. La gravità e la pressione capillare distribuiscono il binder negli spazi esistenti tra le particelle metalliche. Il legante viene solidificato da una lampada a ultravioletti. Terminata una sezione il piano di stampa trasla verso il basso (z), contemporaneamente, una serie di rulli stende un nuovo strato di polveri spesso circa 50–200 $\mu$ m. Il processo si ripete fino a quando, sezione dopo sezione, si ha l'oggetto finito. Terminato il processo di stampa l'oggetto è molto fragile, quindi il piatto di stampa viene estratto senza rimuovere le polveri e sottoposto a cicli termici in fornace, di durata e temperatura variabile. Terminata questa fase, l'oggetto viene



ripulito dalle polveri che vengono riciclate. Anche i pezzi realizzati tramite BJ sono sottoposti a sinterizzazione e debinding, con modalità simili a quelle della ME. Con questa tecnologia si ottengono microstrutture prive di distorsioni dovute a fonti di calore esterne. In più le polveri in eccesso circondano l'oggetto durante la stampa, rendendo inutili strutture di supporto aggiuntive. Il principale vantaggio del BJ sta nell'ottima rugosità superficiale degli oggetti realizzati con questa tecnologia, di circa Ra 6  $\mu\text{m}$ , ulteriormente migliorabile con lavorazioni post-processo [19].

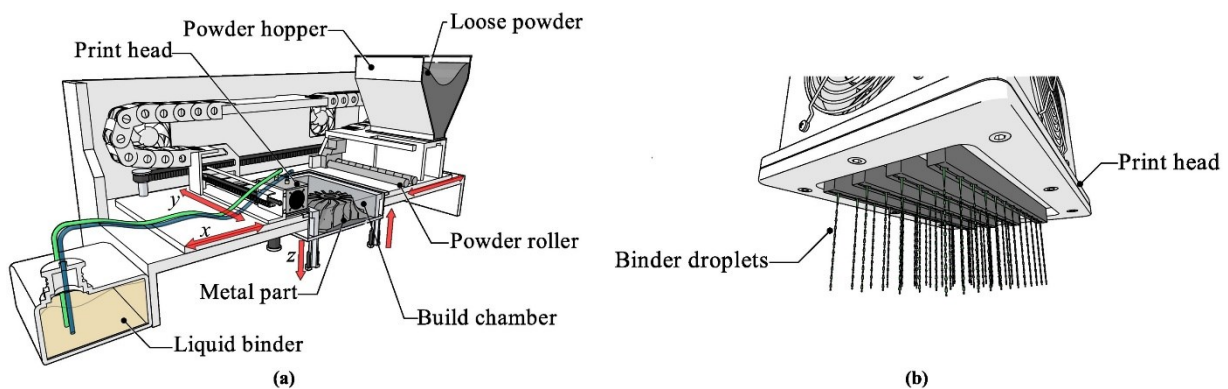


Figura 1.14 Schema di una macchina BJ (a), testa di stampa (b) [19]

### 1.5.3 Direct energy deposition

Una fonte di energia termica focalizzata fonde il feedstock, in polvere o fili, mentre questo viene depositato con un processo simile alla saldatura. In base alla sorgente di calore si hanno le seguenti tecnologie:

- Laser al plasma, LMD (Laser Metal Deposition) e LENS (Laser Engineered Net Shaping);
- Arco elettrico, WAAM (Wire Arc Additive Manufacturing);
- Fascio di elettroni, EBAM (Electron Beam Additive Manufacturing).

Indipendentemente dalla sorgente di calore usata, queste tecnologie funzionano in modo simile. Il processo di stampa avviene in una camera isolata ermeticamente. Il piatto di stampa è montato su un meccanismo in grado di ruotare su due assi, mentre un braccio robotico CNC controlla la testa di deposizione. La testa di deposizione ha il compito di erogare il metallo, fornire energia termica e rilasciare gas inerte, per evitare la formazione di ossidi. La mutua rotazione tra piatto di stampa e testa di deposizione andrà a creare, strato dopo strato, l'oggetto

finito. Durante la stampa il pezzo è soggetto a elevati gradienti termici che, insieme alle elevate velocità di raffreddamento, portano a elevate tensioni residue e alla formazione di cricche e delaminazioni. Si consigliano trattamenti termici per alleviare le tensioni residue [19].

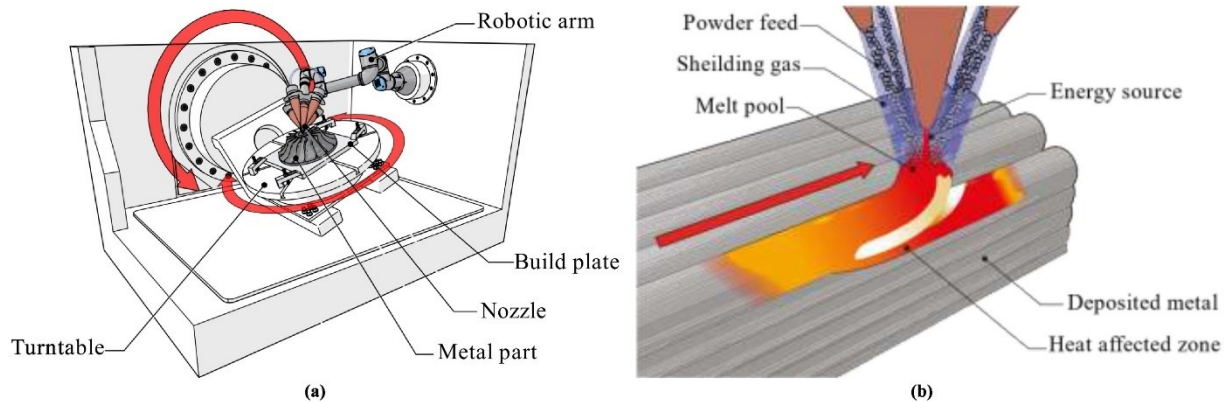


Figura 1.15 Schema di una macchina DED (a), particolare della testa di deposizione durante la stampa (b) [19]

## 1.5.4 Powder bed fusion

Le tecnologie PBF, fusione a letto di polvere, sfruttano la sinterizzazione o la fusione di polveri metalliche, tramite un laser o un fascio di elettroni. Questa tecnologia è attualmente la più utilizzata e promettente tra quelle di MAM. In base alla tecnica usata si ha:

- LPBF (Laser Powder Bed Fusion): fusione e laser;
- DMLS (Direct Metal Laser Sintering): sinterizzazione e laser;
- EBM (Electron Beam Melting): fusione e fascio di elettroni.

Che le polveri vengano fuse o sinterizzate il processo di stampa non cambia. Questo avviene in atmosfera controllata con gas inerti (azoto o argon), impedendo la formazione di ossidi sul metallo fuso e annullando il rischio di esplosioni. Il laser, o la sorgente di elettroni, muovendosi sul piano orizzontale (x-y) va a fondere, o sinterizzare, determinate regioni del letto di polveri, realizzando una sezione dell'oggetto in stampa. Terminata una sezione questo trasla verso il basso (z) e il "powder recoater" distribuisce un nuovo strato di polveri, spesso circa 10–200  $\mu\text{m}$ . Il processo è iterato fino a ottenere, sezione dopo sezione, l'oggetto finito. Terminata la stampa è necessario attendere che il pezzo raggiunga gradualmente la temperatura ambiente, per evitare shock termici e consentirne l'estrazione dalla macchina [19].

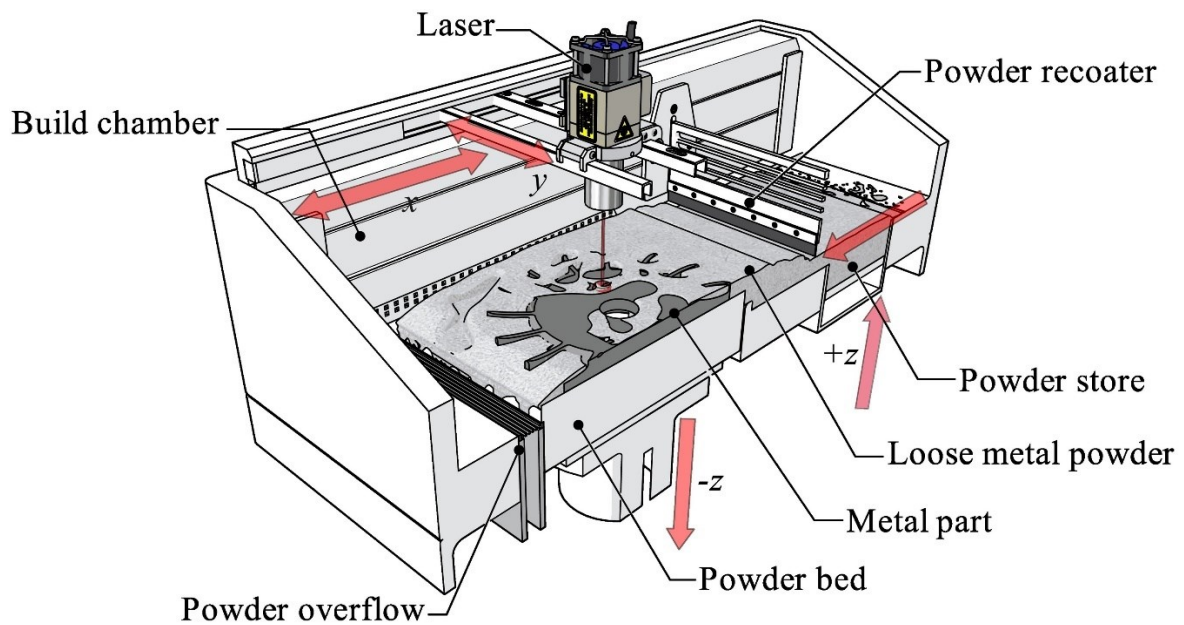


Figura 1.16 Schema di una generica macchina PBF [19].

## 1.6 Laser Powder Bed Fusion (LPBF)

La laser powder bed fusion, nota anche come SLM (Selective Laser Melting), rientra nei processi a letto di polvere. In questa tecnologia le polveri vengono fuse completamente, solidificate velocemente e ripetitivamente, realizzando parti completamente solide. È usato un laser a stato solido, con mezzo costituito da granato di ittrio e alluminio drogato con neodimio (Nb:YAG). Un complesso sistema di lenti e specchi crea e orienta lo spot laser sul letto di polveri. Questa tecnologia richiede polveri specifiche, caratterizzate da particelle di forma sferica regolare e aventi un PSD (Particle Size Distribution) di circa 20-50 $\mu$ m, quindi molto fini. Queste possono essere prodotte solo tramite atomizzazione a gas o al plasma, un processo molto costoso, facendo lievitare i costi della materia prima. Particelle più fini assicurano maggiore densità del letto di polveri, di conseguenza maggiore densità nel prodotto finito, e minori gradienti termici grazie alla maggior conducibilità. Le polveri devono essere maneggiate e conservate con cura, in quanto rappresentano un serio rischio per la salute umana e tendono a reagire con l'atmosfera. Nella tabella che segue sono elencate le polveri metalli commercialmente disponibili per LPBF. Data la natura del processo, tensioni residue nel componente finito sono inevitabili, un opportuno dimensionamento dei supporti di stampa e il

preriscaldando del letto di polveri ne riducono la formazione. Trattamenti termici di distensione sono comunque necessari per ridurre al minimo le tensioni residue.

Tabella 1.1 Polveri metalliche disponibili per LPBF

Metalli	Leghe
Acciai inossidabili	17-4 PH SS
	316 L SS
Acciai maraging	M300
Acciaio per utensili	H13
Alluminio	A205
	AlSi10Mg
	AlSi7Mg
Superleghe nichel	IN625
	HX
	IN718
Titanio	Ti6242
	Ti6Al4V
Cromo-cobalto	MP1 (CoCrMo)
	MP2 (CoCrW)

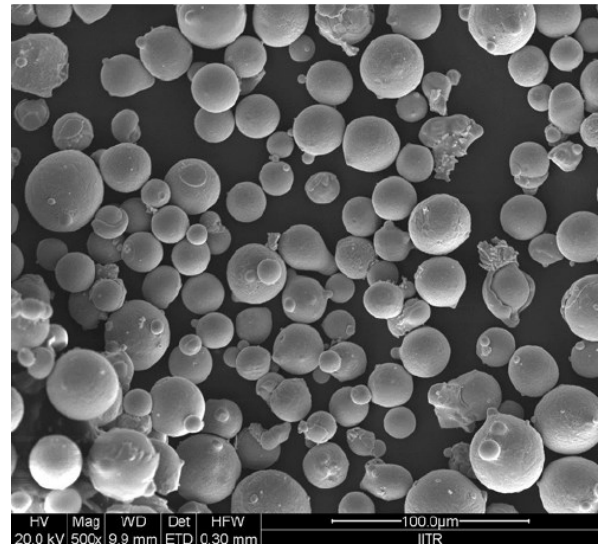


Figura 1.17 Polveri di inconel 718 viste tramite il SEM

### 1.6.1 Il melt pool

Durante la fusione delle polveri il laser va a creare una pozza di fusione, detta melt pool, simile a quella dei processi di saldatura. Il melt pool è un'area molto instabile, governata da meccanismi non compresi a pieno. È caratterizzato da diverse zone, come visibile in figura si ha:

- Vapor zone (zona di vapore)
- Powder zone (zona polveri non fuse)
- Mushy zone
- Melted zone (zona fusa)
- Remelted zone (zona di rifusione)
- Heat affected zone HAZ (zona termicamente alterata)
- Solidified zone (zona solidificata)

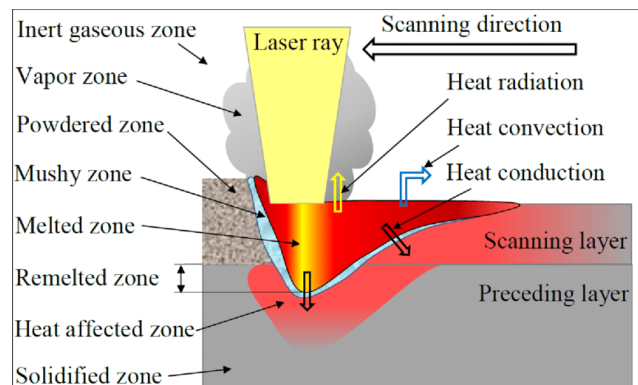


Figura 1.18 Modello schematico del melt pool in un processo LPBF [22].

Il melt pool ha il compito di assicurare l'unione di sé stesso con le solidified zone adiacenti. Ciò è reso possibile dalla fusione di nuove polveri e dalla rifusione di parte degli strati precedentemente solidificati, formando la remelted zone. Parte del calore del laser è ceduto alle zone adiacenti dal melt pool, rendendo "soffice" il materiale presente e formando la mushy zone [22]. Il laser scalda molto velocemente le polveri, che possono raggiungere temperature di 3000 °C, producendo gradienti termici nel melt pool e nel HAZ, dell'ordine di 10<sup>4</sup>-10<sup>6</sup> °C/m. Terminata l'azione del laser, il melt pool si raffredda rapidamente scambiando calore per conduzione con il materiale più freddo circostante, con velocità compresa tra 10<sup>5</sup>-10<sup>6</sup> °C/s. La dinamica dei gradienti termici e dei raffreddamenti, dipendente dai parametri di processo, determina la microstruttura del componente [19].

## 1.6.2 Parametri di processo LPBF

Esiste una stretta correlazione tra le proprietà riscontrabili nel componente finito e i parametri di processo scelti. I più importanti parametri sono:

- **Potenza del laser:** di solito compresa fra 80 W e 2 kW, ma si preferisce non superare i 500 W per evitare un alto grado di rugosità;
- **Energy Beam:** è il fascio di energia che investe il letto di polveri. Ha un'intensità con profilo a campana (distribuzione gaussiana), è massima al centro e decresce rapidamente allontanandosi da esso. L'intensità è quantificabile con la seguente formula:

$$I(x) = \frac{P}{\sigma\sqrt{2\sigma}} \exp\left(-\frac{(x-x_0)^2}{2\sigma^2}\right) \quad (1.1)$$

Dove  $I(x)$  è l'intensità,  $P$  la potenza del laser,  $x - x_0$  la distanza dal centro del raggio e  $\sigma$  la deviazione standard della gaussiana [20];

- **Spot size:** lo spot size è la misura del diametro effettivo del fascio di energia, si esprime come FWHM (full width at half maximum), cioè si considera come raggio solo la zona che va dal centro al punto in cui l'intensità del fascio si dimezza:

$$FWHM = 2\sigma\sqrt{2\ln 2} \sim 2.355\sigma \quad (1.2)$$

Tipicamente il diametro varia tra i 75-100 μm [20];

- **Layer thickness:** spessore dello strato di polveri steso dal recoater, tra i 10-50 μm;

- **Scanning strategy:** la strategia di scansione è la traccia che il laser segue sul letto di polveri. Non tutte le tracce sono in grado di produrre oggetti completamente solidi, per questo nel processo si seguono tracce ben definite. Le strategie più usate, figura 1.18, sono lineari unidirezionali (a), bi-direzionali (b), a isola (c), oppure come in (f) un contorno con rette di riempimento. A ogni strato realizzato le tracce vengono ruotate di un certo angolo per ridurre le tensioni residue [20];
- **Scanning speed:** la velocità di scansione è la velocità a cui si sposta lo spot laser misurata in mm/s, insieme all'intensità del fascio determina il calore ceduto alle polveri; una velocità troppo elevata porta a difetti di LoM [21];
- **Hatch spacing (H):** distanza tra le tracce segnate dal laser, tende ad avere dimensioni pari allo spot size; un H molto minore dello spot size porta a fenomeni di rifusione e allunga i tempi di processo, mentre un H molto maggiore porta a una fusione incompleta delle polveri [20].

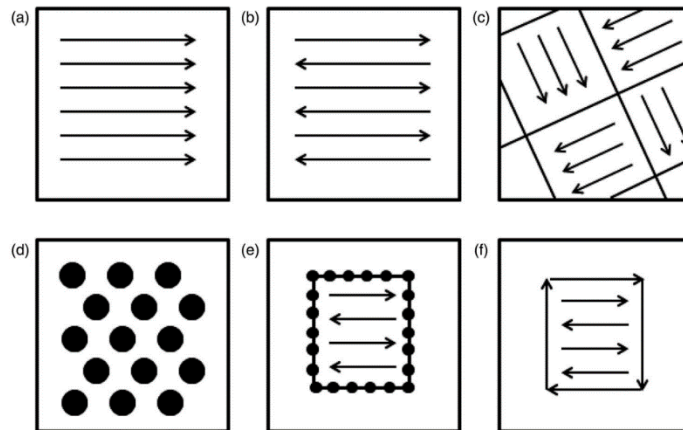


Figura 1.19 Strategie di scansione [20].

La variazione di questi parametri è descrivibile da un nuovo parametro detto densità di energia, questa viene utilizzata per stilare grafici utili a definire le “finestre di processo”, intervalli di valori ottimali relativi a ogni materiale, per facilitare la scelta dei parametri di processo. La densità di energia è esprimibile come densità di energia lineare (eq. 1.3), superficiale (eq. 1.4) o volumetrica (eq. 1.5):

$$E_l = \frac{P}{vD} \quad (1.3)$$

$$E_s = \frac{P}{VH} \quad (1.4)$$

$$E_v = \frac{P}{VHL} \quad (1.5)$$

dove P è la potenza del laser, V la scanning speed, D lo spot size, H l'hatch spacing e L il layer thickness [20].

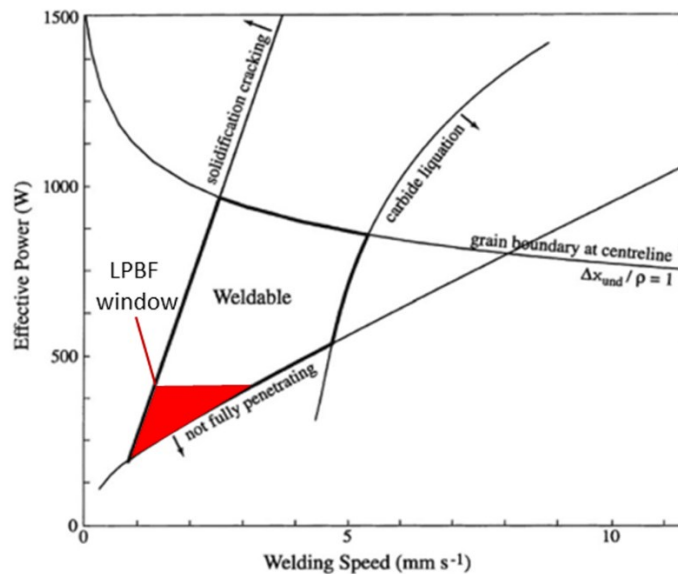


Figura 1.19 Grafico che evidenzia la LPBF window per l'inconel 718 [20].

### 1.6.3 Fenomeni indesiderati

Le instabilità nel melt pool, se i parametri di processo non sono ottimali, portano a una serie di fenomeni indesiderati, quali:

- **Spattering:** la formazione di vapori nel melt pool e il ritorno elastico causano lo spargimento caotico di un mix di polveri, parzialmente o completamente fuse; lo spattering favorisce la formazione di porosità e l'accumulo di piccole particelle sferiche sulla superficie del pezzo (effetto balling) [22];
- **Keyhole effect:** i raggi laser che penetrano lo strato di polvere, a causa dello scattering, vengono concentrati nella zona inferiore dello strato, aumentandone eccessivamente la temperatura; le alte temperature formano vapori che, se intrappolati durante la

solidificazione, generano una cavità di forma simile a un buco di serratura (keyhole in inglese); un'alta densità di energia riduce questo effetto [22];

- **Lack of fusion (LoF):** se il melt pool è troppo piccolo si forma una zona non fusa tra due tracce adiacenti; i difetti di LoF sono favoriti da alte scanning speed e da bassa densità energetica, che non consentono una completa fusione delle polveri;
- **Assorbimento di gas nel fuso:** l'elevata velocità di scansione porta all'assorbimento di gas da parte del melt pool, portando alla formazione di cavità sferiche.

Le porosità indotte da questi fenomeni sono caratterizzate da forme irregolari, con spigoli e increspature, che concentrano le tensioni favorendo l'innescò di cricche riducendo significativamente la resistenza a fatica dei componenti realizzati con LPBF [22].

## 1.7 Le strutture reticolari

Le strutture reticolari, note anche come metamateriali, sono strutture che derivano dalla ripetizione periodica di una cella primitiva. Le caratteristiche della singola cella determinano le proprietà di tutta la struttura. Sono ispirate da strutture e materiali naturali come il legno, il sughero, le ossa o le conchiglie. In passato la produzione di strutture reticolari era limitata dalle tecniche sottrattive per questo, grazie all'avvento della manifattura additiva, godono di un crescente interesse ingegneristico. L'AM ha permesso di realizzare strutture con geometrie molto complesse, con proprietà non riscontrabili nei materiali solidi come elevata rigidità specifica, capacità di dissipare energia, attenuazione di vibrazioni, coefficienti di Poisson e dilatazione termica negativi. Ad oggi non esiste una classificazione univoca per queste strutture, in base a quella più diffusa in letteratura possiamo individuare tre classi di strutture reticolari:

- **Schiume:** forma, orientazione e dimensioni delle celle unitarie sono completamente casuali;
- **Strutture reticolari bidimensionali:** derivate dall'estrusione poligoni come gli "honeycomb", i nidi d'ape;
- **Strutture reticolari tridimensionali (lattice structures):** derivate dalla ripetizione di una cella tridimensionale.



Di solito, quando si parla di “lattice structures” si fa riferimento alle strutture reticolari tridimensionali. A questa categoria appartengono i TPMS (Triply Periodic Minimal Surfaces), e le strut based structures. Nel caso di strutture metalliche la tecnologia di riferimento è la LPBF, tutte le considerazioni fatte su questa tecnologia sono valide anche per la produzione di strutture reticolari. In particolare, la dimensione delle polveri, il diametro dello spot laser, la potenza del laser e la scanning speed pongono dei vincoli sulle dimensioni minime degli strut o delle superfici della cella unitaria. Il principale limite della LPBF è l'impossibilità di realizzare cavità chiuse perché vi rimarrebbero intrappolate le polveri. Le strutture reticolari realizzate con questa tecnologia presentano i difetti tipici degli oggetti realizzati con questa tecnologia quali la rugosità superficiale, le porosità e le tensioni residue. Trattamenti termici adeguati migliorano le proprietà meccaniche rispetto alle strutture lattice as-build.

### **1.7.1 Proprietà meccaniche**

Le proprietà meccaniche delle strutture reticolari sono determinate dal materiale e dalla topologia che influenza la distribuzione del materiale stesso e la porosità. Il materiale incide direttamente sulle proprietà meccaniche di base come il modulo di Young, tensione di snervamento, fragilità, duttilità, limite di fatica ecc [24].

Le proprietà meccaniche delle strutture reticolari possono essere espresse come una frazione delle proprietà meccaniche del materiale solido di partenza, tramite la densità relativa della struttura reticolare definita come  $(\rho^*/\rho_s)$ . Questa è il rapporto tra la densità apparente della struttura cellulare ( $\rho^*$ ) e la densità del materiale della struttura cellulare ( $\rho_s$ ). Indipendentemente dalla topologia, le proprietà meccaniche delle strutture reticolari diminuiscono al ridursi della densità relativa. Nel caso di strutture anisotrope la direzione del carico influenza pesantemente le proprietà meccaniche. Le prove meccaniche di provini prodotti tramite LPBF vengono eseguite a compressione, schiacciando un reticolo tra due piastre, per facilità di esecuzione e perché, nelle prove di trazione, i provini tendono a cedere nell'interfaccia tra reticolo e supporti. I tre meccanismi che portano al cedimento del provino sono la deformazione plastica, l'instabilità elastica e la propagazione di cricche dovute a difetti preesistenti. I grafici di tensione-deformazione ottenuti con queste prove differiscono da quelli dei materiali solidi principalmente per la densificazione. Questo fenomeno si ha quando i componenti della cella si deformano fino ad entrare in contatto l'uno con l'altro, provocando

un rapido aumento del carico. Il carico aumenta fino alla rottura del provino dovuto al collasso delle celle. Il comportamento a fatica delle strutture lattice è influenzato, oltre che dalla resistenza del materiale solido, dalla densità relativa del reticolo, dalla topologia e dalla geometria della cella. Diversi ricercatori hanno dimostrato che ad una densità relativa maggiore corrisponde maggiore resistenza a fatica, ma la topologia della cella è il parametro che ha più peso sulla fatica. I difetti di produzione come lo staircase effect e le porosità influenzano negativamente la resistenza a fatica, per questo ottimizzare i parametri di processo è molto importante. Possiamo dividere il comportamento a fatica delle strutture lattice sottoposte a carichi ciclici in 3 fasi: nella prima il cumulo del danno cresce velocemente, nella seconda il cumulo del danno resta costante per circa  $10^4 - 10^6$  cicli, nella terza il danno aumenta esponenzialmente terminando con la rottura per schianto [25].

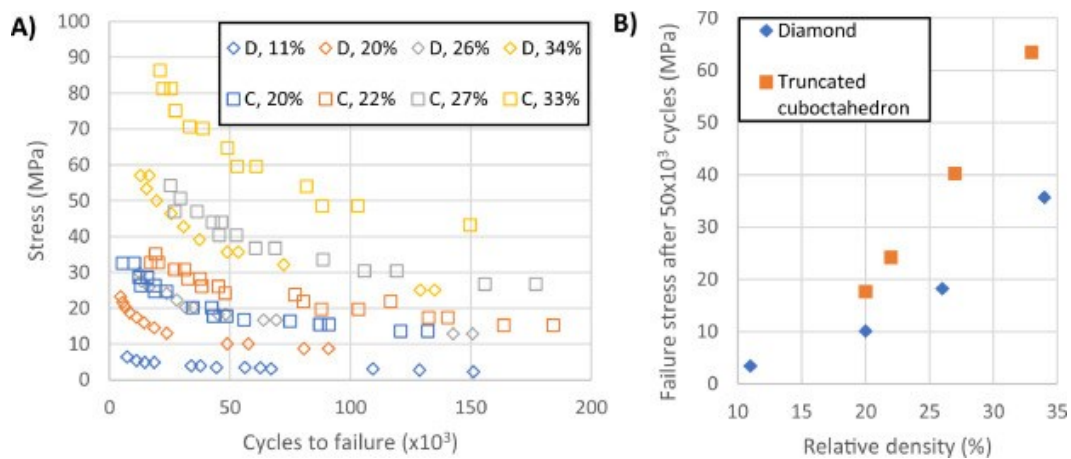


Figura 1.20 Confronto comportamento a fatica fra lattice LPBF, diamante e ottaedro, per diversi valori di densità relativa [25].

## 1.7.2 Strut based structures

Strut è una parola inglese che, tradotta in italiano, significa trave o puntone. Gli strut si collegano tra di loro in vari modi realizzando la cella unitaria (fig 1.20). Queste strutture, secondo il criterio di stabilità di Maxwell, sono caratterizzate da deformazioni dominate dalla flessione (bending-dominated) o dall'allungamento (stretch-dominated). Il criterio considera le celle unitarie come strutture articolate con vincoli privi di attrito:

$$M = b - 3j + 6 = 0 \quad (1.6)$$

dove  $b$  è il numero di strut e  $j$  il numero di vincoli o nodi.

Se  $M < 0$  la struttura è instabile, ci sono pochi strut per equilibrare i momenti indotti ai nodi, causando tensioni di flessione che portano a un comportamento dominato dalla flessione. Mentre se  $M \geq 0$ , i carichi esterni sono equilibrati dalla tensione assiale e dalla compressione nelle strut, il che significa che non si verifica alcuna flessione nei nodi, rendendo queste strutture dominate dall'allungamento [23].

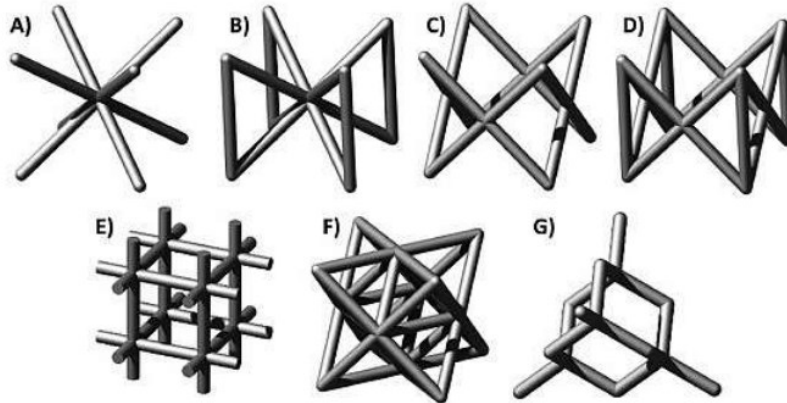


Figura 1.21 Tipi di cella unitaria: a) BCC; b) BCCZ; c) FCC; d) FCCZ; e) simple cubic; f) ottetto; g) diamante [23]

Le strut based structures soffrono di concentrazione delle tensioni, ciò potrebbe portare a peggiori caratteristiche meccaniche. Confrontando i grafici di tensione deformazione, a parità di materiale e densità relativa, di strutture dominate da allungamento e flessione, si osservano comportamenti molto diversi. Nel primo caso (fig 1.21) si hanno tensioni di snervamento superiori ma superato questo valore gli strut iniziano a cedere causando un rapido diminuzione del carico, una fase di plateau dovuta al continuo cedimento e poi un nuovo picco dovuto alla “densification” della struttura. Questa caratteristica li rende adatti per applicazioni che richiedono rigidità e leggerezza. Nel secondo caso (fig 1.22) la tensione di snervamento è

minore, questo permette alla struttura di subire elevate deformazioni a fronte di basse tensioni. Questo comportamento è fondamentale per strutture che devono dissipare energia [24].

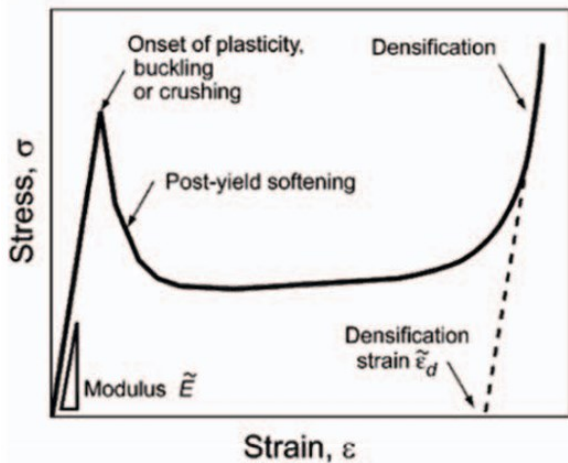


Figura 1.22 Curva tensioni deformazioni strutture stretch-dominated [24]

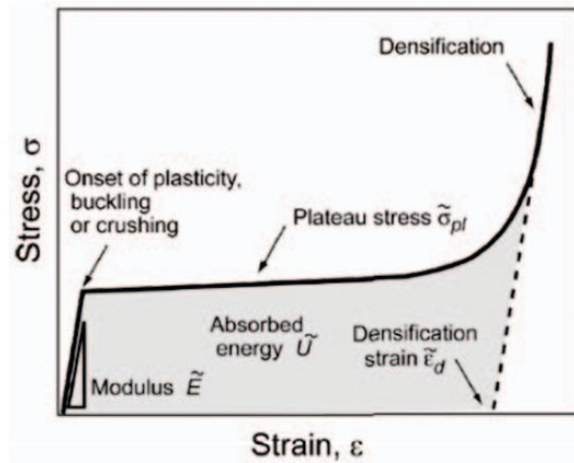


Figura 1.23 Curva tensioni deformazioni strutture bending-dominated [24]

## 1.7.2 Triply Periodic Minimal Surfaces (TPMS)

Le minimal surfaces areas sono superfici con la più piccola area delimitata da un dato contorno, mentre le Triply Periodic Minimal Surfaces sono superfici minime in tutte le tre direzioni dello spazio:  $x$ ,  $y$  e  $z$ . Sono definite da funzioni implicite del tipo  $f(x, y, z) = t$ , che descrivono l'insieme dei punti che assumono il valore  $t$ . Per generare un solido si usa la disequazione associata  $f(x, y, z) < t$ . Questa funzione è usata per definire la cella unitaria che verrà ripetuta per generare la struttura. Il parametro  $t$  può essere cambiato localmente per generare strutture non uniformi.

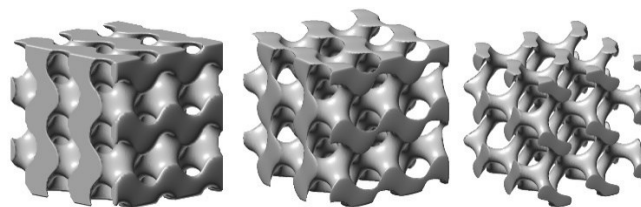


Figura 1.24 Effetto della variazione di  $t$  per un giroide,  $t = 0$  (sinistra),  $t = 0.5$  (centro) e  $t = 1$  (destra) [26]

Dato che i TPMS sono generati da funzioni continue, senza spigoli e nodi, queste strutture non soffrono di tensioni localizzate [26]. Le superfici generate dividono lo spazio in domini non intersecanti, infiniti e periodici in tre direzioni perpendicolari.

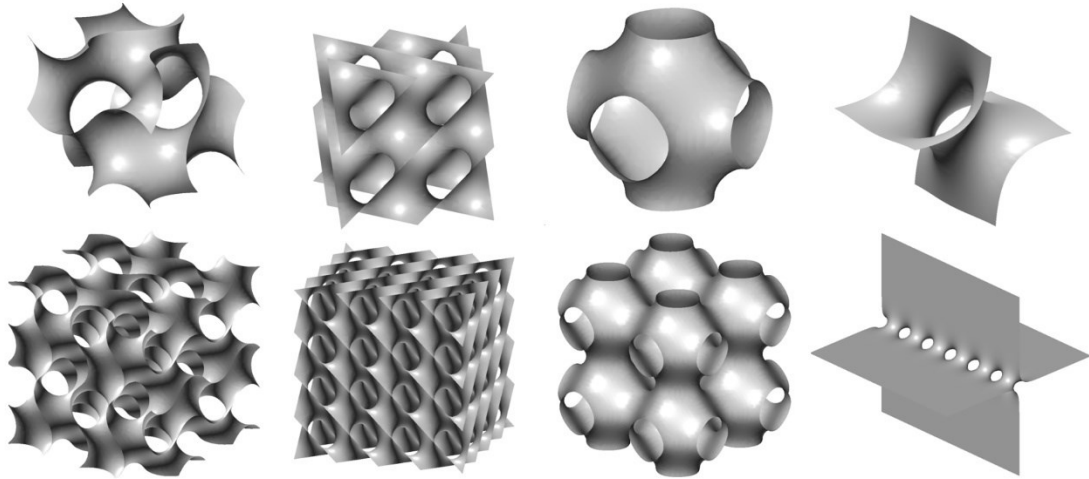


Figura 1. 25 Esempi di TPMS: le celle in alto da sinistra a destra giroide di Schoen, primitiva di Schwarz, diamante di Schwarz e superficie di Sierpinski; in basso le relative strutture generate [26]

I diversi tipi di celle mostrano comportamenti meccanici differenti quando sottoposti a prove con carichi assiali. Le primitive di Schwarz tendono ad avere un comportamento stretch-dominated, mentre i giroidi e i diamanti tendono al bending-dominated. Le considerazioni in merito a questi due comportamenti sono già state fatte nel paragrafo delle strut based structures. Anche i TPMS sono adatti alla produzione tramite LPBF, tuttavia con questa tecnologia si osservano alte deviazioni geometriche e dimensionali rispetto al modello CAD. Le deviazioni sono dovute principalmente alle tensioni residue e alla rugosità. Importanti esempi di applicazione di queste strutture si hanno negli scambiatori di calore, nei sistemi di accumulo di energia termica (TES), sistemi di dissipazione di energia e nei processi di distillazione a membrana.

### 1.7.3.1 Giroide di Schoen

Il giroide (fig 1.25) è una particolare tipo di TPMS, scoperto dallo scienziato della NASA Alan Schoen nel 1970. Questo TPMS è caratterizzato da superfici morbide che permettono un'ottimale distribuzione delle tensioni, a tutto vantaggio delle proprietà meccaniche che sono tra le migliori riscontrate nelle lattice structures. Le superfici del giroide sono generate da equazioni complesse che richiedono la risoluzione di integrali ellittici, ma una buona approssimazione è data dall'equazione:

$$\sin(x)\cos(y) + \sin(y)\cos(z) + \sin(z)\cos(x) = t \quad (1.7)$$

dove  $x = 2\pi X/L_x$ ,  $y = 2\pi Y/L_y$ ,  $z = 2\pi Z/L_z$  e  $L_x, L_z, L_y$  sono le dimensioni della cella unitaria nelle tre dimensioni.

Come già accennato, i giroidi hanno un comportamento bending-dominated. Diversi autori, come quelli in [24] e [25], hanno confermato le eccellenti proprietà meccaniche e l'ottima producibilità delle strutture basate sul giroide prodotte tramite LPBF. Tuttavia la propagazione delle cricche, difetto di questa tecnologia, è il principale meccanismo di rottura di queste strutture.

# Capitolo 2: L'inconel 718

## 2.1 Le superleghe

Agli inizi del 900, con lo sviluppo delle prime turbine a gas, e con l'avvento dei primi motori jet, fu subito chiaro agli ingegneri i limiti dell'allora attuale metallurgia. Questi nuovi motori basavano il loro funzionamento sul ciclo Bryton, che richiede temperature non sostenibili dalle leghe disponibili in quel periodo. Poter raggiungere temperature sempre più elevate è fondamentale per migliorare il rendimento termodinamico e di conseguenza ridurre i consumi di carburante. Aggiungendo alluminio e titanio negli acciai austenitici nacquero le prime superleghe. L'origine del nome "superleghe" non è del tutto chiara, si specula che derivi dalla popolarità acquisita da Superman sul finire degli anni '40. Diverse definizioni sono state date in merito a queste leghe ma, possiamo definirle in modo semplice come leghe:

- 1) ad alto contenuto di uno dei seguenti elementi: nichel, cobalto o ferro;
- 2) in grado di lavorare in ambienti gravosi con elevate temperature, presenza di agenti corrosivi, e sottoposti a grandi stress per lunghi periodi di tempo, senza compromettere l'integrità strutturale e le proprietà meccaniche.

La maggior parte delle leghe non è in grado di conservare le proprietà meccaniche oltre il 50% della temperatura di fusione, mentre le superleghe sono impiegate fino all' 80% di questa temperatura, talvolta anche oltre [27]. Ad alte temperature si ha il fenomeno del "creep", scorrimento viscoso, cioè il materiale è sottoposto a deformazioni plastiche con carichi molto inferiori rispetto a quelli delle prove eseguite a temperatura ambiente. Tale fenomeno, nel caso di lamiere di inconel 718, è osservabile nel grafico in figura 1.26, tratto dal Materials Data Handbook della NASA.

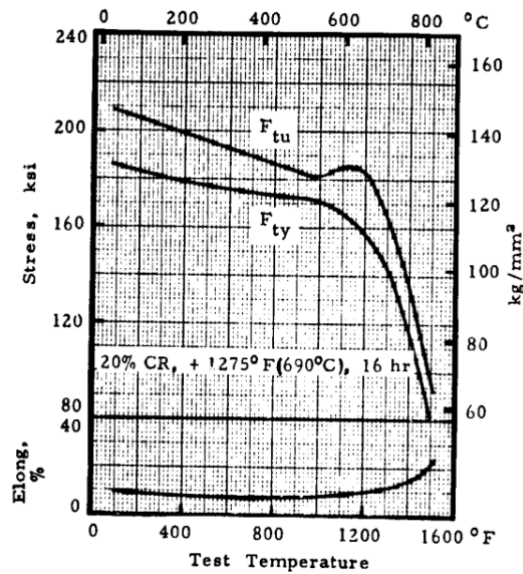


Figura 2.1 Effetto della temperatura sul carico di trazione per lamiere di inconel 718, laminate a freddo e sottoposte a invecchiamento [20]

Le curve  $F_{tu}$  e  $F_{ty}$  rappresentano rispettivamente l'andamento del carico ultimo di rottura e del carico di snervamento, entrambi decrescono rapidamente superati i 600-650°C. In basso si può osservare l'andamento dell'allungamento percentuale, il suo aumento coincide con la riduzione delle tensioni. Le superleghe sono impiegate principalmente nell'industria aerospaziale, marina, nella costruzione di reattori nucleari e di impianti chimici. Sono classificabili in base all'elemento prevalente nella lega:

- **Superleghe a base di ferro:** sono l'evoluzione degli acciai austenitici, formati da una matrice cubica a facce centrate (FCC), composta principalmente da ferro e nichel, con l'aggiunta di materiali che formano precipitati e un rafforzamento per soluzione solida. Sono meno costose rispetto alle controparti basate su cobalto o nichel.
- **Superleghe a base di nichel:** sono le più interessanti tra le superleghe perché usate nei componenti che raggiungono le temperature più elevate. Sono molto impiegate nei motori aeronautici, costituendone circa il 50% del peso. La composizione chimica di queste leghe può superare anche i quattordici elementi, i principali sono il nichel, il ferro e il cromo. L'ultima generazione di superleghe integra metalli rari quali il renio e il rutenio raggiungendo prestazioni elevatissime. Tuttavia, questi metalli fanno lievitare molto i costi di produzione. La matrice FCC a base di nichel è caratterizzata da un'alta stabilità della fase e dalla capacità di essere rinforzata in diversi modi.



- **Superleghe a base di cobalto:** le superleghe a base di cobalto non sono resistenti come quelle a base di nichel, ma mantengono le proprietà meccaniche fino a temperature più alte. La loro resistenza deriva dall'uso di metalli refrattari, principalmente molibdeno e tungsteno, che formano carburi concentrati nei bordi di grano stabilizzando la lega fino a quasi il punto di fusione [27].

## 2.2 Inconel 718

L'inconel 718 (IN 718) è la più usata delle superleghe a base di nichel, soprattutto nell'industria aeronautica. Riscuote molto successo perché offre un ottimo compromesso fra alta resistenza a trazione, a fatica, a creep, alla corrosione e soprattutto costi. Non a caso, tra le superleghe, questa è quella composta da meno nichel e alliganti costosi. Le proprietà meccaniche possono essere modificate in base alla specifica applicazione, modificando la struttura cristallina, controllando la dimensioni dei grani, la morfologia e distribuzione dei precipitati. Queste caratteristiche rendono l'inconel 718 molto versatile e adatto non solo a turbine, per cui era stato inizialmente sviluppato, ma anche a motori di razzi, serbatoi criogenici, stampi di fonderia e componenti per la perforazione petrolifera.

### 2.2.1 Composizione chimica e fasi

I componenti principali dell'inconel 718 sono il nichel (55%) e il cromo (20%), la composizione dettagliata è riportata nella tabella 2.1. Il nichel forma la matrice con struttura cubica a facce centrate FCC, che è duttile e resistente allo stesso tempo. In questa forma il nichel è molto stabile, non attraversa cambiamenti di fase nel passaggio dalla temperatura ambiente a quella di fusione. Il cromo è aggiunto per migliorare la resistenza alla corrosione e all'ossidazione. Il ferro prende parte come elemento secondario alla matrice FCC. Il molibdeno provvede al rafforzamento per soluzione solida. Il niobio è aggiunto per ridurre la formazione di cricche durante la saldatura [20].

Tabella 2.1 Composizione chimica inconel 718 [20].

Elemento	%min	%max
Cromo	17,00	21,00
Nichel	50,00	55,00
Molibdeno	2,80	3,30
Niobio	4,75	5,50
Titanio	0,65	1,15
Alluminio	0,20	0,80
Ferro	11,14	24,40
Carbonio, manganese, cobalto, piombo, rame, bismuto, selenio	-	< 1,00

In metallurgia una fase è una regione di materiale omogeneo, ben definita da superfici di separazione. In una lega metallica le fasi sono definite dalla variazione di composizione chimica e di struttura cristallina. Possiamo distinguere fasi primarie, formate durante la solidificazione, e fasi secondarie che si formano quando il materiale è lasciato ad alta temperatura, dette anche precipitati. Per l'inconel 718 le fasi primarie sono  $\gamma$ , formata dalla matrice FCC di nichel, i carburi e i Laves. Le fasi secondarie sono  $\gamma'$   $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ ,  $\gamma''$  e  $\delta$  entrambe con composizione  $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ; tuttavia,  $\gamma''$  ha una struttura tetragonale a corpo centrato (BCT), mentre  $\delta$  è ortorombica [20].

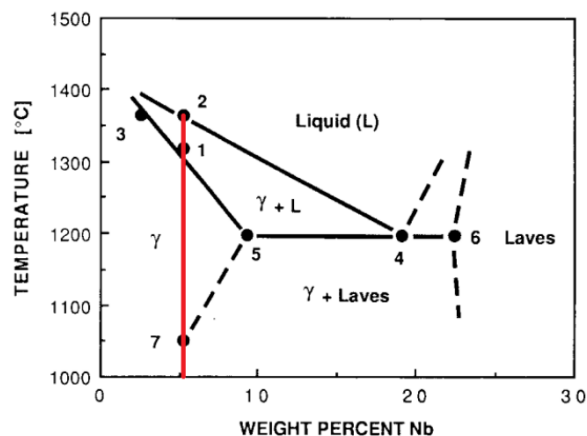


Figura 1.2 Diagramma di solidificazione dell'inconel 718; la linea rossa rappresenta la composizione standard secondo la norma AMS 5662 [20].

L' IN718 deve le sue eccellenti proprietà meccaniche principalmente alle fasi  $\gamma''$  e  $\gamma'$ . Queste sono coerenti con la fase primaria  $\gamma$ , cioè hanno un orientamento del reticolo analogo a quello del reticolo circostante garantendo la continuità della struttura cristallina. Tale proprietà rallenta il movimento delle dislocazioni. La fase  $\delta$  tende a svilupparsi nei bordi di grano, riducendo la crescita dei grani durante i trattamenti termici. Tuttavia la formazione di fasi  $\delta$  riduce il niobio disponibile nella lega, riducendo la precipitazione della fase rinforzante  $\gamma''$ . Le fasi laves sono un sito per l'innescò e la propagazione di cricche, vanno quindi ridotte al minimo. Per quanto riguarda i carburi metallici, principalmente carburi di niobio, sembra che questi non abbiano diretta influenza sulle proprietà meccaniche [20].

### **2.2.2 Microstruttura “as-build” (LPBF)**

I componenti in superleghe sono buoni candidati ad essere prodotti con selective laser melting. L'inconel 718 raggiunge la sua microstruttura ottimale dopo una serie di trattamenti termici, per comprendere gli effetti di questi trattamenti è necessario approfondire la struttura dei componenti as-build, ossia come prodotti. Come già detto nel capitolo 1, i processi a letto di polvere sono accompagnati da rapidi riscaldamenti e raffreddamenti, di conseguenza la microstruttura dei componenti differisce molto dalle controparti realizzate in fonderia. Mediamente, la dimensione dei grani dei componenti ottenuti per fonderia è di due ordini di grandezza superiore rispetto a quelli prodotti tramite LPBF. Secondo la relazione di Hall-Petch grani più fini risultano in migliori proprietà meccaniche. In figura 2.3 è possibile osservare la microstruttura, rispetto a tre piani perpendicolari, di un componente realizzato in inconel 718 tramite LPBF. Si distinguono chiaramente la struttura stratificata, le dendriti colonnari  $\gamma$  per i piani X e Y, la struttura equiassica del piano Z (piano del letto di polveri) e i grani allungati in direzione Z. Le strutture colonnari si estendono lungo diversi strati a causa della parziale rifusione degli strati precedenti, ciò provoca la nucleazione eterogenea delle dendriti  $\gamma$ . Queste strutture derivano dai diversi gradienti termici nelle tre direzioni dello spazio [28].

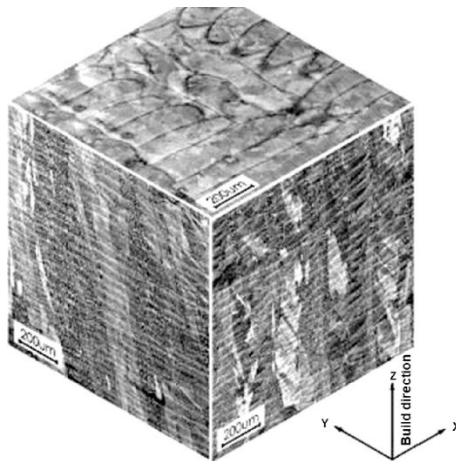


Figura 2.3 Microstruttura componente as-build in inconel 718 rispetto a tre piani perpendicolari [28]

Difetti dell'inconel 718 as-build sono le porosità, la bassa densità e la presenza di fratture dovute a fenomeni precedentemente trattati. Il complesso processo di solidificazione durante la fusione a letto di polvere riduce la precipitazione delle fasi rinforzanti  $\gamma''$  e  $\gamma'$ , porta alla formazione di fasi instabili e ad elevate tensioni residue. La microstruttura as-build contiene un'elevata percentuale di fasi fragili  $\delta$  e laves, a causa della micro-segregazione del titanio e del niobio [28].

### 2.2.3 Trattamenti termici

I trattamenti termici sono processi atti a modificare la microstruttura di una lega metallica, con una serie di riscaldamenti e raffreddamenti. Le temperature in questi processi non superano quelle di fusione ma, sono abbastanza alte da consentire la diffusione termica. La diffusione termica è un processo in cui gli atomi si riorganizzano nella struttura cristallina in modo da ridurre al minimo l'energia accumulata dal sistema. Nel caso dell'inconel 718 l'obiettivo dei trattamenti termici è quello di ridurre le tensioni residue, dissolvere le fasi fragili  $\delta$  e laves e massimizzare la precipitazione delle fasi rinforzanti  $\gamma''$  e  $\gamma'$ . È importante, in base all'applicazione, scegliere opportunamente i trattamenti termici, in modo da controllare la dimensione dei grani, trovando un compromesso fra grani fini, migliorano la resistenza a trazione, e grani più grandi che migliorano la resistenza al creep. Un tipico trattamento termico per l'inconel 718 prodotto tramite LPBF consiste nella solubilizzazione e un trattamento di "aging" in due step. Altri trattamenti importanti sono la tempra, la ricottura e l'HIP. I trattamenti

termici per questa lega sono normati secondo l'AMS 5662 e l'ASTM B637 [20]. In figura si può osservare come varia la microstruttura di questa lega durante i principali trattamenti termici.

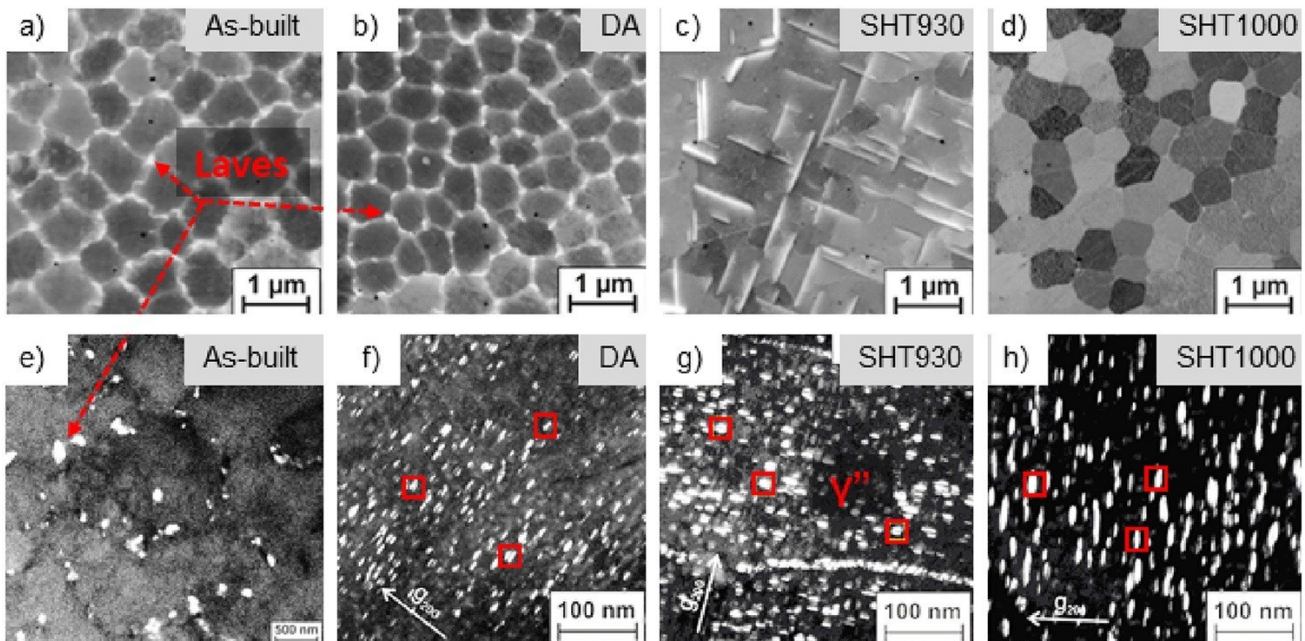


Figura 2.4 (a-d) immagini SEM e (e-f) immagini TEM della microstruttura dell'inconel 718 dopo diversi trattamenti termici: DA direct aged, SHT930 solubilizzazione (930 °C) e invecchiamento, SHT1000 solubilizzazione (1000 °C) e invecchiamento [28]

### 2.2.3.1 Solubilizzazione

È un trattamento di ricottura preparativo all'invecchiamento, il componente è riscaldato e mantenuto a temperature sufficienti a trasformare uno o più costituenti in una soluzione solida. Il componente è poi raffreddato velocemente ottenendo una microstruttura uniforme. Secondo la norma AMS 5662, per l'inconel 718, deve essere eseguita a 954 °C per un'ora per ogni 25 mm di spessore del pezzo, con raffreddamento in aria. Così facendo si dissolvono le fasi laves formatesi durante la produzione, rendendo liberi gli agenti invecchianti (alluminio, titanio, niobio) che nel processo di invecchiamento formeranno le fasi rinforzanti [20].

### 2.2.3.2 Invecchiamento (aging)

L'invecchiamento è un processo che avviene naturalmente o artificialmente. L'invecchiamento naturale avviene durante la vita del metallo con gli elementi sovrassaturi che formano dei precipitati, aumentando la resistenza e la durezza a scapito della duttilità. L'invecchiamento artificiale viene eseguito in fornace in modo da velocizzare tale processo, a temperature inferiori a quelle di ricristallizzazione. Nel caso dell'inconel 718, secondo la norma AMS 5662, il trattamento si divide in due step:

- **Step 1:** mantenimento a 718 °C per 8 ore, seguite da raffreddamento lento in fornace fino a 621 °C
- **Step 2:** mantenimento a 621 °C per 18 ore e poi raffreddamento in aria o azoto.

Questa procedura permette la corretta precipitazione delle fasi rinforzanti  $\gamma''$  e  $\gamma'$ . Un materiale che è stato sottoposto alle procedure di solubilizzazione e di invecchiamento è nella condizione di STA (solution treated and aged). Nel grafico che segue sono riportate i passaggi che attraversa l'inconel 718 per arrivare alla condizione STA [20].

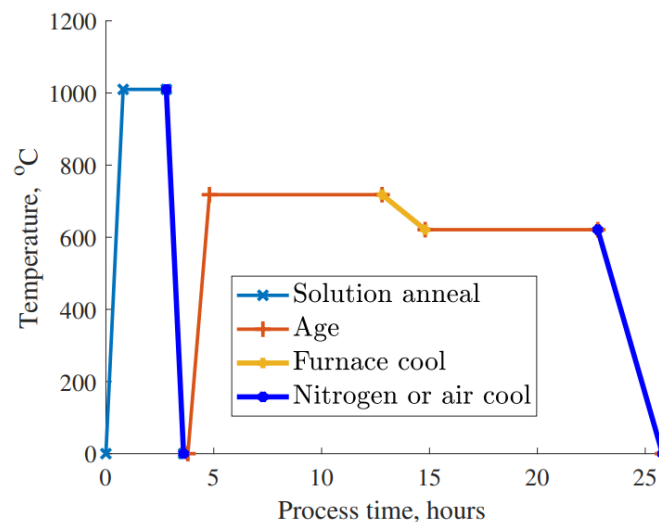


Figura 2.5 Trattamento termico STA inconel 718 [20]

### 2.2.3.3 Hot isostatic pressure (HIP)

La pressatura isostatica a caldo è un trattamento termico che combina l'azione di calore e pressione (isostatica) per ridurre al minimo le porosità di componente. Il calore e la pressione provocano deformazioni plastiche tali da costringere i pori interni a collassare. È molto usata sia nei componenti realizzati in fonderia che prodotti per manifattura additiva. Questo trattamento migliora significativamente le proprietà meccaniche. Per le leghe di nichel, tipicamente, le temperature vanno dai 1150 ai 1280 °C e le pressioni tra i 100-200 Mpa con tempi variabili in base allo spessore del componente. Per l'inconel 718 questo trattamento potrebbe causare la ricristallizzazione e la dissoluzione delle fasi  $\delta$  e laves [28].

### 2.2.3.4 Tempra

La tempra è un trattamento termico che consiste nel rapido raffreddamento del metallo, di solito in acqua o olio. Per quanto riguarda l'inconel 718, dopo il trattamento di solubilizzazione

è necessario un rapido raffreddamento per evitare la riformazione delle fasi  $\delta$  e laves; dunque, la tempra è altamente consigliata [20].

## 2.2.4 Proprietà meccaniche

Diversi ricercatori hanno confrontato il comportamento a trazione di componenti in inconel 718 nel caso as-build e trattato termicamente (STA), prodotti sia con tecniche additive che sottrattive. È importante notare che le applicazioni nelle condizioni as-build sono rare, quindi la condizione “heat treated” è più interessante. In figura 2.6 si osserva il confronto del carico di snervamento (a), rottura (b) e allungamento percentuale (c) per componenti as-build con tecniche additive (DLD, DEBD, SLM e EBM) e sottrattive (cast e wrought, da fonderia e forgiato). In figura 2.7 si osservano le stesse proprietà per componenti trattati termicamente. I risultati derivano dall’analisi di diverse pubblicazioni, i grafici riportano i valori esatti, la deviazione e l’errore standard [28].

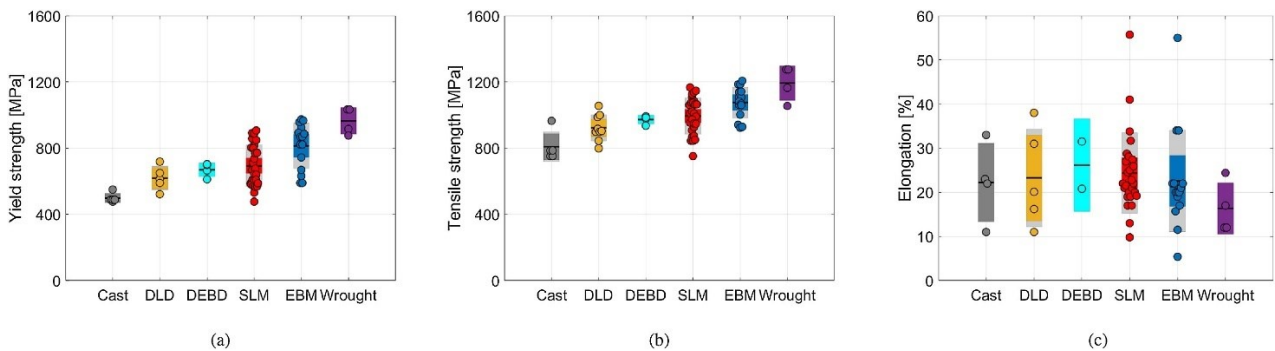


Figura 2.6 Risultati prove di trazione di componenti in inconel 718 as-build [28]

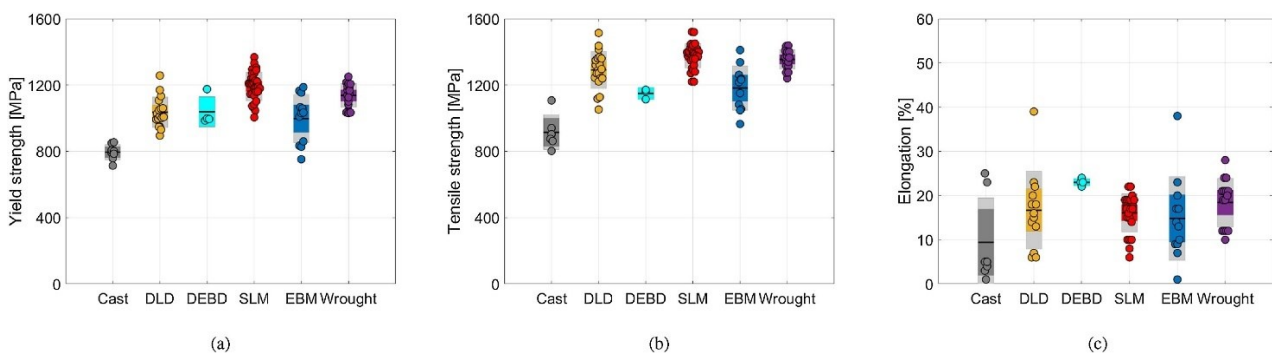


Figura 2.7 Risultati prove di trazione di componenti in inconel 718 trattati termicamente (STA) [28]

Dai grafici si osserva che la resistenza a trazione è inferiore nei componenti as-build, tuttavia questi presentano una maggiore duttilità rispetto alla controparte trattata termicamente. Questo è dovuta all'assenza dei precipitati  $\gamma''$  e  $\gamma'$ . Si osserva anche che la resistenza a trazione dei componenti realizzati con AM, sia as-build che heat treated, ha valore intermedio fra quelli realizzati in fonderia e quelli forgiati. Gli studi indicano le porosità come la causa delle peggiori proprietà meccaniche delle leghe realizzate tramite AM rispetto a quelle forgiate. Diversi autori hanno indagato in merito all'anisotropia dei campioni realizzati tramite LPBF, attestando che essa risulta in una maggiore duttilità e minore resistenza a trazione lungo la direzione di stampa. L'anisotropia è dovuta ai grani colonnari tipici delle tecniche additive. Molti studi hanno confermato la migliore resistenza a creep dell'AM inconel 718, ma anche una minore resistenza a fatica rispetto ai componenti forgiati, raramente anche di quelli fusi [28].

### 2.2.4.1 Durezza e microdurezza

Anche per la durezza andiamo a confrontare i risultati di studi che mostrano le differenze tra le diverse tecniche di produzione e trattamenti termici. Le elevate velocità di raffreddamento tipiche delle tecniche additive risultano in un elevata durezza dell'AM inconel 718, tuttavia i trattamenti termici sono comunque necessari per migliorarla. La durezza dell'AM inconel 718, come si nota nel grafico, è maggiore delle controparti realizzate con tecniche tradizionali. Per i componenti realizzati con additive manufacturing, la durezza tende a decrescere lungo la direzione di stampa, a causa dell'indurimento per precipitazione dovuto ai maggiori cicli termici sopportati dagli strati inferiori. Lungo i piani orizzontali non sono presenti variazioni di durezza significative [28].

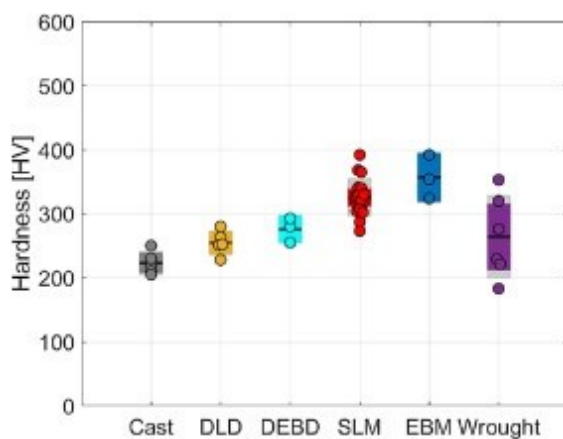


Figura 2.8 Durezza Vickers as-build [28]

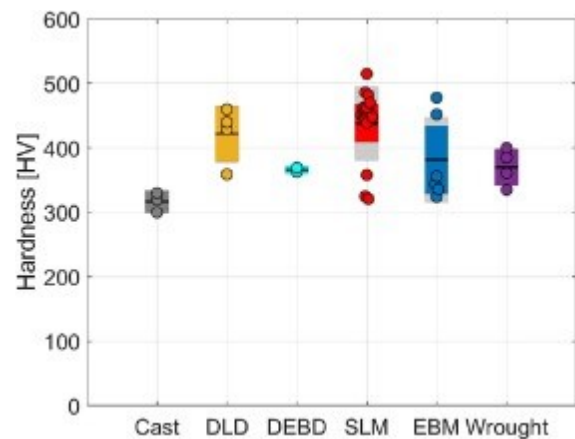


Figura 2.9 Durezza Vickers dopo in condizione STA [28]



La durezza varia anche in base al tipo e alla durata del trattamento termico. M. Tucho e V. Hansen et al. [29] hanno studiato l'andamento della durezza in base al tempo di mantenimento, dimostrando che essa aumenta fino a circa 6h per poi rimanere costante. Si osserva una minore durezza dei componenti sottoposti a solubilizzazione (ST) rispetto a quelli as-build (AP), a causa delle elevate tensioni residue (AP) e della rimozione dei difetti cristallini, principalmente dislocazioni. I campioni "direct aged" (DA), sottoposti a invecchiamento senza solubilizzazioni, hanno una durezza inferiore a quelli STA, per via della minore precipitazione delle fasi rinforzanti [29].

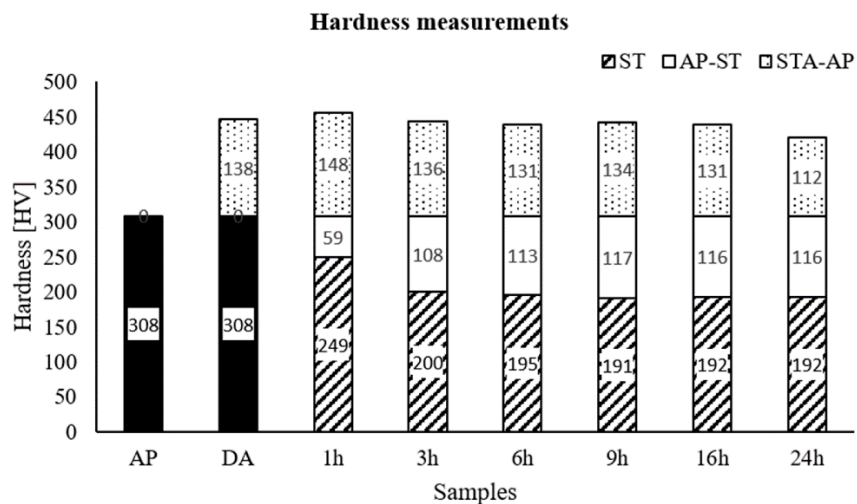


Figura 2.10 Durezza Vickers media: in nero nella condizione AP, tratteggiato rappresenta la durezza dopo ST, in bianco la perdita di durezza dopo ST, i puntini l'incremento di durezza nella condizione STA [29]

Le considerazioni sugli effetti dei trattamenti termici sulla durezza sono confermate anche dalle prove di microdurezza, come è possibile osservare nel grafico che segue.

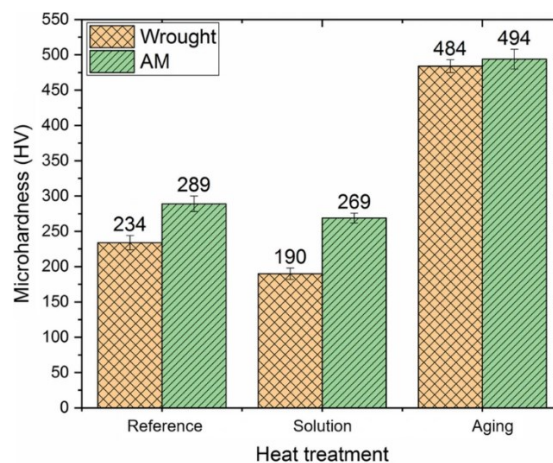


Figura 2.11 Microdurezza Vickers media di campioni in inconel 718 [30]

## Capitolo 3: Procedure sperimentali

In questo capitolo sono descritte tutte le procedure sperimentali eseguite in laboratorio. I campioni in esame sono strutture reticolari con cella di tipo “Schoen Gyroid” in inconel 718 prodotti con LPBF, questi verranno osservati al microscopio ottico, sottoposti a prove di microdurezza, caratterizzati dal punto di vista dei vuoti e confrontati.

### 3.1 I Campioni

In questo studio, come già detto, si lavorerà su due campioni in Inconel 718, derivanti da un unico provino tagliato a metà tramite EDM; un campione è lasciato allo stato as-built (come prodotto) e l'altro sottoposto a trattamento termico di solubilizzazione seguito da doppio invecchiamento secondo la normativa dei materiali aerospaziali AMS 2774 e AMS 5662. Il modello CAD per la produzione è stato realizzato con il software nTopology, particolarmente adatto per la generazione di geometrie complesse ed intricate quali i reticoli. La struttura dei campioni è di tipo “Schoen Gyroid”, con dimensione cella di 2 mm e wall thickness di 0,5 mm. Nella generazione del modello è stato aggiunto un piatto inferiore di materiale solido di 0.8 mm, al fine di dissipare meglio il calore generato durante la stampa, e un piatto superiore di 3 mm. La macchina usata per realizzare i provini è la EOS M 290, basata sulla tecnologia LPBF. Le polveri di inconel 718 sono fornite da EOS, con composizione chimica conforme alla norma AMS 5662 e riportata in tabella 2.1, con dimensione delle particelle di polvere compresa fra i 20 e i 55  $\mu\text{m}$ .

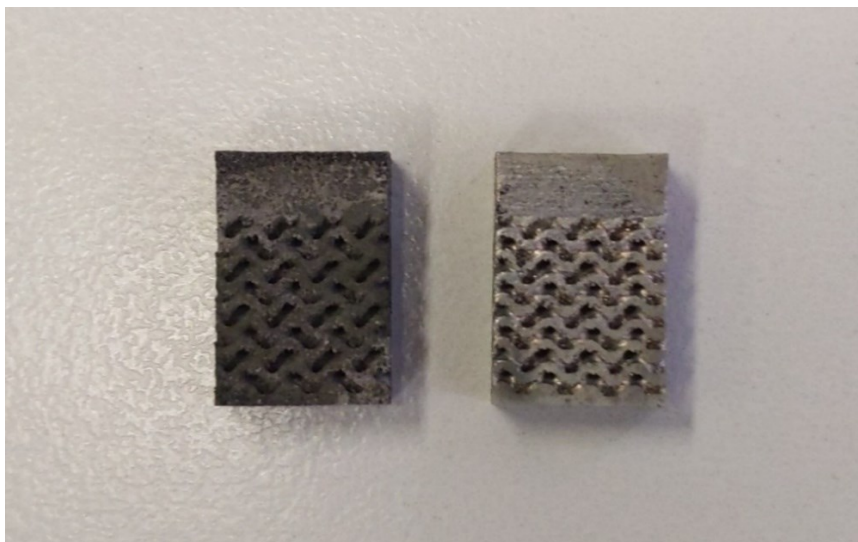


Figura 3.1 Foto dei due campioni, trattato termicamente a sinistra e as-built a destra

## 3.2 Preparazione metallografica

I campioni necessitano di un'opportuna preparazione per consentire di osservare la microstruttura. I campioni metallici, a differenza di quelli biologici, sono opachi. Questo vuol dire che la luce non è in grado di attraversarli, i metalli richiedono quindi la microscopia a luce riflessa. La preparazione di un campione metallico ha come obiettivo di ottenere una superficie il più possibile piana e lucida, e di far risaltare le diverse caratteristiche della microstruttura. Il processo ha le seguenti fasi:

- **Assottigliamento meccanico:** la superficie scelta per le osservazioni e per le prove è assottigliata e spianata con l'ausilio di una lappatrice. La lappatrice ha dischi rotanti su cui si alternano carte abrasive ai carburi di silicio di diverse granulometrie, dalle più grossolane a quelle più fini. Nel passare da una carta all'altra è necessario ruotare il campione di 90° in modo da cancellare i solchi lasciati dalla carta precedente. Per i campioni in esame sono state usate le seguenti carte: 600, 1200, 2000 e 4000 grit. Questa operazione richiede una buona manualità in quanto è necessario distribuire uniformemente la pressione sul campione e mantenerne la medesima orientazione durante l'utilizzo di una carta. Da questo punto di vista, i campioni in inconel 718, sono risultati molto complessi da assottigliare, richiedendo molto tempo per raggiungere un risultato ottimale.

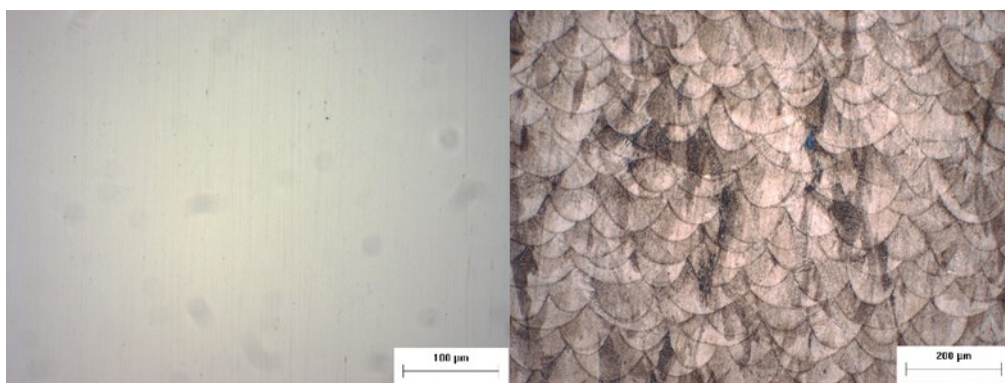


Figure 3.2 Lappatrice

- **Lucidatura:** l'assottigliamento meccanico lascia dei graffi sulla superficie del campione rendendo difficile la caratterizzazione della microstruttura è quindi necessario un ulteriore step, la lucidatura. L'obiettivo di questa lavorazione è di ottenere una superficie lucida a specchio con l'uso di panni, paste abrasive e

lubrificanti. Il macchinario usato è analogo alla lappatrice. La pasta abrasiva contiene particelle di diamanti sintetici con dimensioni tali da produrre solchi dell'ordine di 3-0,25  $\mu\text{m}$ . Questi solchi, a causa di limiti fisici, non sono visibili al microscopio ottico.

- **Attacco chimico:** terminata la lucidatura la superficie del campione appare al MO come un contrasto uniforme. L'attacco chimico ha il compito di corrodere selettivamente diverse zone della superficie, in particolare i bordi di grano, in modo da far risaltare la microstruttura. Si usa una soluzione composta da acidi e solventi che dipende dal materiale del campione. La soluzione è spruzzata sulla superficie del campione, ed è lasciata agire per tempi che variano in base alle condizioni ambientali (temperatura e umidità). Per interrompere la reazione è sufficiente sciacquare il campione con acqua. Per una corretta riuscita della procedura è fondamentale regolare i tempi di azione della soluzione. Se gli acidi agissero per tempi troppo lunghi, andrebbero a provocare delle bruciature sulla superficie impedendo l'osservazione della microstruttura; in caso contrario la superficie risulterebbe "sotto attaccata", con poco risalto della microstruttura. Per l'inconel 718 si usa una soluzione composta da 28 ml di acido cloridrico (HCl), 28 ml di acido nitrico ( $\text{HNO}_3$ ) e 44 ml di acido acetico ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ). I tempi per l'attacco sono diversi tra i due campioni, risultando inferiori per quello trattato perché, dopo il trattamento termico, si ha la precipitazione di nuove fasi che reagiscono diversamente all'attacco chimico.



*Figura 3.3 Superficie campione as-build vista al MO, prima (sinistra) e dopo (destra) attacco chimico*

Di solito per i campioni metallici si esegue anche l'inglobatura, ma questa si evita per le strutture reticolari in quanto la resina tende a occupare i vuoti tra gli struts.

## 3.3 Osservazioni al microscopio

### 3.3.1 Il microscopio ottico (MO)

Terminata la preparazione dei campioni è possibile osservarli al microscopio ottico. I microscopi ottici sono strumenti che permettono di ingrandire l'immagine del campione. Il componente più importante di un microscopio è l'obiettivo, questo è composto da una serie di lenti posizionate in modo tale da raggiungere l'ingrandimento desiderato. Intercambiando diversi obiettivi è possibile raggiungere vari ingrandimenti. Un altro componente fondamentale è l'oculare, questo consente di regolare la messa a fuoco dell'immagine. Gli ingrandimenti raggiungibili con il microscopio ottico sono limitati principalmente da:

- **Limite strumentale:** ridurre la dimensioni e la complessità del microscopio permette di ridurre i costi, ma ciò ne limita gli ingrandimenti raggiungibili;
- **Limite fisico:** per illuminare la superficie del campione si usa una lampada, questa fornisce luce di lunghezza d'onda  $\lambda$  visibile all'occhio umano. Tipicamente le lunghezze d'onda sono comprese tra 380 nm e 680 nm. A causa della diffrazione non è possibile risolvere dettagli distanti meno di 200 nm. Questo risultato è ricavabile secondo la relazione:

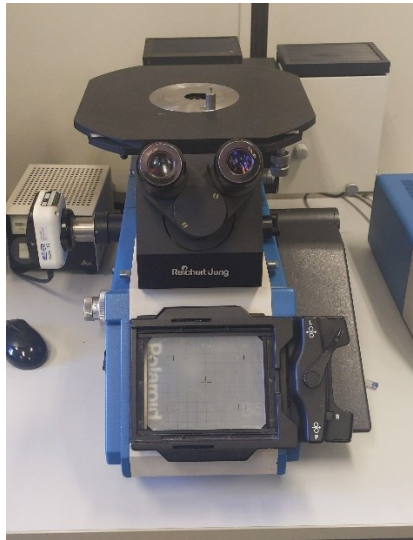
$$r_{min} = 0,61 \frac{\lambda}{n \sin \alpha} \quad (3.1)$$

dove  $\lambda$  è la lunghezza d'onda,  $\alpha$  è il semi-angolo di convergenza della lente,  $n$  è l'indice di rifrazione del mezzo tra oggetto e lente.

### 3.3.2 Microscopia ottica

Il microscopio usato in laboratorio è il Reichert-Jung MeF3, dotato sia di oculari che di fotocamera digitale interfacciata con un computer. Il computer consente di velocizzare le fasi di osservazione, facilitando la regolazione del focus, del contrasto e dell'illuminazione. Posizionato il campione sul microscopio si è proceduto con un'osservazione generale della superficie con l'ingrandimento minore, cercando di individuare le zone più interessanti dal punto di vista metallografico e, dove possibile, senza graffi e sporcizia. Individuate tali zone si è proceduto con l'acquisizione delle relative immagini con ingrandimenti di 10x1, 20x, 50x1 e all'inserimento dei marker. Per entrambi i campioni sono state acquisite immagini prima e dopo

l'attacco chimico per consentire la caratterizzazione dei vuoti. I risultati delle acquisizioni verranno discussi nel capitolo successivo.



*Figura 3.4 Reichert-Jung MeF3*

### **3.3.3 Misure con stereomicroscopio**

Uno stereomicroscopio si distingue da un normale microscopio ottico principalmente per la presenza di due sistemi ottici separati, uno per occhio. In questo modo è possibile ottenere una visione stereoscopica di un oggetto, permettendo di valutare la profondità delle diverse zone di un campione. In laboratorio si è usato il Leica DVM6, uno stereomicroscopio completamente digitale, interfacciato ad un computer e privo di oculari. Il microscopio in questione si è usato per acquisire immagini ad alta definizione dei campioni e per eseguire misurazioni di struts e nodi. L'obiettivo è di calcolare lo scostamento tra i valori nominali del modello CAD e quelli reali misurati sul campione.



*Figura 3.5 Leica DVM6*

### 3.4 Caratterizzazione dei vuoti

La caratterizzazione dei vuoti è un metodo che consente di stimare la percentuale di vuoti presenti in un campione. Questi sono importanti da controllare perché riducono la sezione resistente, influenzando negativamente le proprietà meccaniche. In questo studio, per svolgere tale operazione, si è usato Imagej, un software di elaborazione digitale delle immagini. Questo software, se correttamente impostato, è in grado di individuare i vuoti e di misurarne l'area. Le immagini per la caratterizzazione sono state acquisite con il MO, si usano le immagini dei campioni prima dell'attacco chimico perché il software non riuscirebbe a distinguere i vuoti dalla microstruttura.

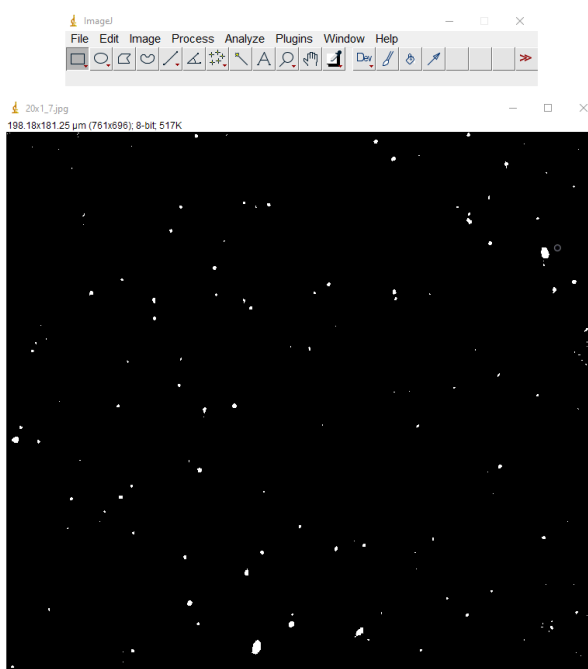


Figura 3.6 Interfaccia di Imagej

Per procedere con la caratterizzazione si carica l'immagine da analizzare su Imagej, si imposta la scala in accordo con il marker e si imposta l'unità di misura in  $\mu\text{m}$ . Si sceglie una zona dell'immagine priva di graffi, che verrebbero considerati come vuoti, con il comando "Analyze Particles" si avvia il conteggio delle aree. I dati ottenuti si esportano su Excel per calcolare l'area totale, la deviazione standard e la percentuale dei vuoti. La procedura è iterata per ogni immagine per poter calcolare la percentuale media dei vuoti di ogni campione. La formula usata è la seguente:

$$\%Vuoti = \frac{\Sigma Area vuoti}{Area immagine} * 100 \quad (3.2)$$

Immagine N°5 20x1	Colonna 1
N° Vuoto	Area (um)
1	0,399
2	0,266
3	25
4	2
5	0,332
6	0,664
7	4
8	1
9	0,066
10	0,664
11	0,266
12	41,848
13	0,066
14	0
15	0,664
16	0,066
17	0,066
18	0,199
19	1
20	0,598
21	0
22	3,321
23	0,731
<b>Σ Area vuoti</b>	<b>83</b>
<b>Area immagine</b>	<b>149625,47</b>
<b>Dev. Standard</b>	<b>9,795370047</b>
<b>% Vuoti</b>	<b>0,055471839</b>

Figura 3.7 Tabella per il calcolo dei vuoti su Excel

### 3.5 Prove di microdurezza

Date le dimensioni ridotte dei campioni, in particolare quelle degli struts, si è preferito eseguire prove di microdurezza e non di macrodurezza. Le prove di durezza sono prove non distruttive che, con buona approssimazione, consentono di stimare la resistenza a trazione. Si eseguono tutte allo stesso modo: un penetratore è forzato sulla superficie del campione in analisi, viene poi misurata l'impronta lasciata dal penetratore per risalire alla durezza. Le prove di durezza sono normate e per la microdurezza esistono tre tipi di prove: Vickers (HV), Knoop (HK) e Brinell (HB). Per i campioni in esame sono state eseguite prove di tipo Vickers. Nelle prove di prove di microdurezza si usano carichi piccolissimi e sono eseguite su superfici lucidate. Il principale vantaggio di queste prove è che esse permettono di valutare la durezza di un singolo costituente cristallino e variazioni di durezza entro regioni molto piccole. Secondo la norma UNI EN ISO 6507, i parametri per le prove di microdurezza Vickers sono:



- **Penetratore:** materiale diamante, forma a piramide retta a base quadrata con angolo al vertice di 136°;
- **Carico:** da 1 a 1000 grammi;
- **Tempo di permanenza:** da 10 a 15 secondi;
- **Misura impronta:** diagonali  $d_1$  e  $d_2$ ;
- **Temperatura:** da 10 a 35 °C.

La formula per ricavare la microdurezza Vickers dalla misura delle diagonali è:

$$HV = 1.854 \frac{F}{d^2} \quad [kg/mm^2] \quad (3.3)$$

dove  $F$  è il carico di prova in kg, e  $d = \frac{d_1 + d_2}{2}$ .

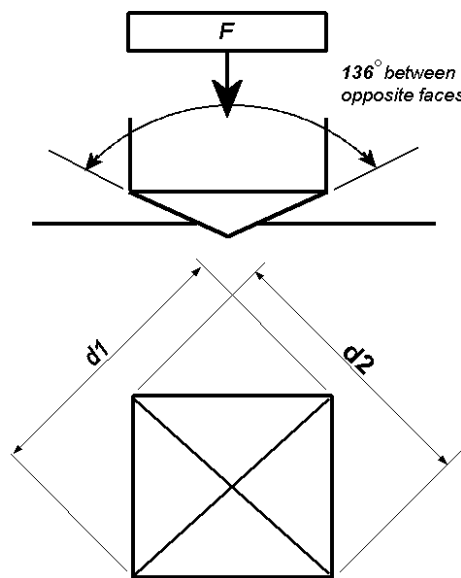
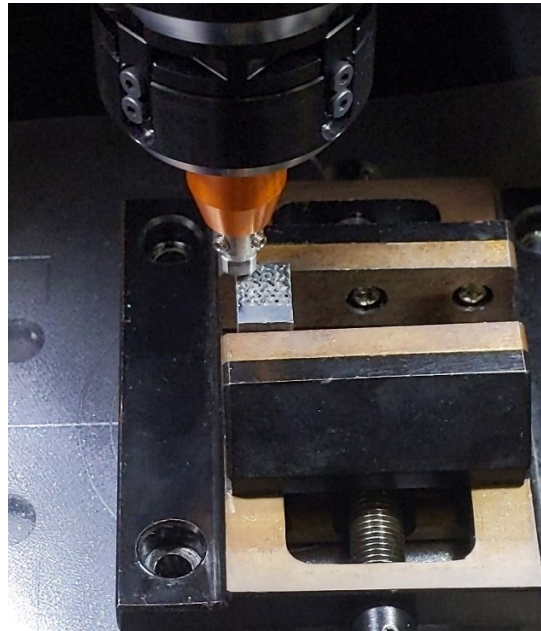


Figura 3.8 Rappresentazione schematica durezza Vickers

Il microdurometro usato in laboratorio è il QNESS 60 A, questa macchina oltre al penetratore è dotata di un microscopio ottico con diversi obiettivi, per ottenere diversi ingrandimenti. Il campione da testare è montato su un supporto a morsa e con il calibro si misura l'altezza di prova, in questa fase è necessario accertarsi che il campione sia in bolla in modo che sia perfettamente ortogonale al penetratore. Si usa il software della macchina per impostare i parametri di prova quali la durezza attesa (300 HV per il campione AB e 500 HV per quello HT), il carico (0,3 kg), tempo di prova (10 s) e altezza di prova (concorde alle misurazioni del calibro).

La macchina è in grado di eseguire più prove autonomamente, si usa il microscopio integrato per scegliere dove eseguirle, evitando pori e graffi che altererebbero i risultati delle prove.



*Figura 3.9 Foto del campione durante l'esecuzione della prova di microdurezza*

Per i due campioni sono state eseguite, con l'obiettivo di misurare la variazione di durezza sulla superficie, diverse prove sul piano YZ:

- tre serie di 15 a diverse altezze nel piatto superiore;
- tre serie di 20 lungo la struttura reticolare, due lungo i bordi e una al centro.

Mediamente le impronte hanno distanza di 0,5 mm. È possibile osservare la posizione delle impronte sui due campioni nelle immagini 3.10 e 3.11. terminate le prove la macchina misura autonomamente le impronte e, applicando la formula 3.3, restituisce i risultati delle prove e calcola media e deviazione standard. Tuttavia, a causa del basso contrasto delle micrografie, il software non è riuscito a individuare e misurare correttamente tutte le impronte, richiedendo interventi manuali. I risultati di queste prove verranno esposti e discussi nel prossimo capitolo.

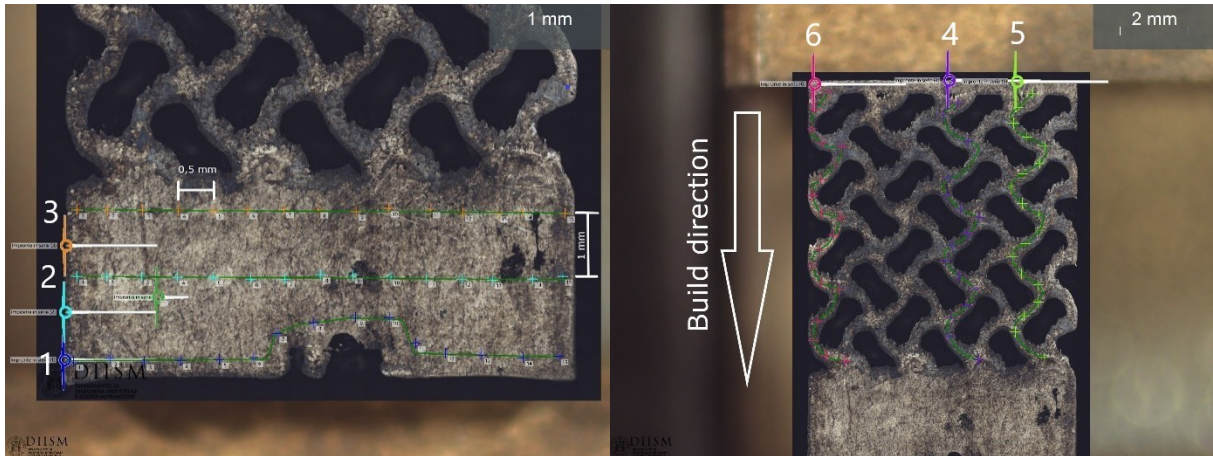


Figura 3.10 Serie di impronte sul campione as-build, piatto inferiore a sinistra e reticolo a destra

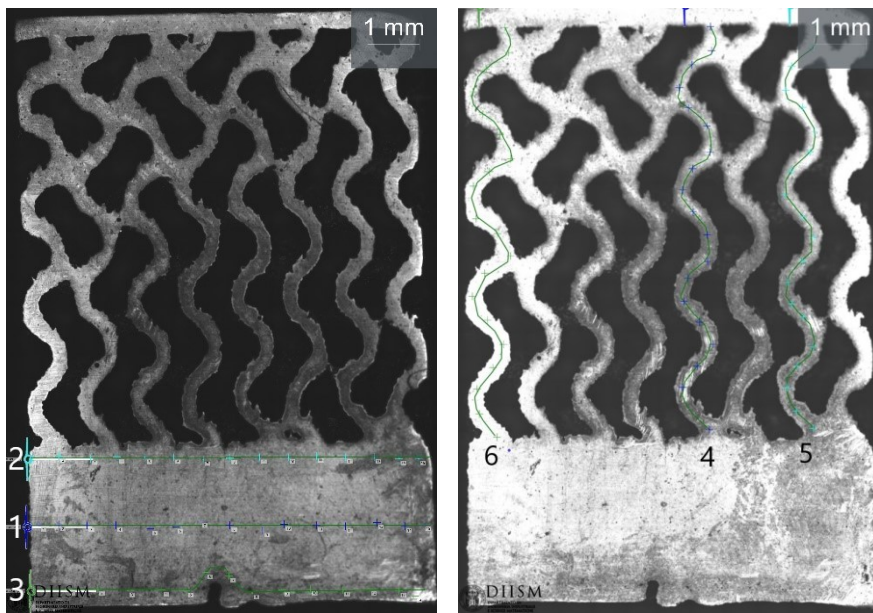


Figura 3.11 Serie di impronte sul campione trattato termicamente, piatto inferiore a sinistra e reticolo a destra

## Capitolo 4: Risultati sperimentali

In questo capitolo sono riportati e analizzati i risultati delle prove eseguite in laboratorio, presentando un confronto tra i due campioni oggetto di studio.

### 4.1 Risultati caratterizzazione vuoti

Per la caratterizzazione dei vuoti si è lavorato su un totale di 32 immagini con ingrandimenti di 20x1 e 50x1 sul piano YZ, 16 per campione, 8 per le strut e 8 per il piatto. Nella tabella che segue sono riportati i risultati di tale analisi:

Tabella 4.1 Risultati caratterizzazione dei vuoti

	<b>Campione AB</b>	<b>Campione HT</b>
<b>% Media vuoti piatto</b>	0,23 %	0,33 %
<b>% Media vuoti reticolo</b>	0,45 %	0,35 %
<b>% Media vuoti totale</b>	0,33 %	0,33 %

L'obiettivo di questa analisi è di verificare eventuali differenze di vuoti tra il piatto superiore di materiale solido e gli struts del reticolo. Di solito le strutture reticolari presentano una porosità maggiore rispetto al materiale solido perché le dimensioni ridotte degli strut complicano la processabilità del materiale, generando un melt pool più instabile, assorbimento di gas e difetti legati a polveri non fuse. Per completezza in termini di confronto tra la condizione as-built e quella trattata termicamente, si è eseguita la caratterizzazione anche su quest'ultimo campione. E' bene sottolineare che il trattamento di solubilizzazione e doppio invecchiamento non incide tipicamente sulle porosità. Come si può vedere dai dati in tabella 4.1, per entrambi i campioni la differenza di porosità tra gli strut e il piatto è trascurabile. Questo risultato è molto importante perché indica che i parametri di processo utilizzati sono adeguati per la produzione di strutture reticolari giroidi in inconel 718. La porosità media totale è risultata uguale per entrambi i campioni, questo conferma la correttezza delle misurazioni eseguite e che, come previsto, i trattamenti termici non hanno avuto effetto sulle porosità. In generale una porosità del 0,33% è accettabile e fornisce un'ulteriore conferma dell'adeguatezza dei parametri di stampa e permette di prevedere ottime proprietà meccaniche.

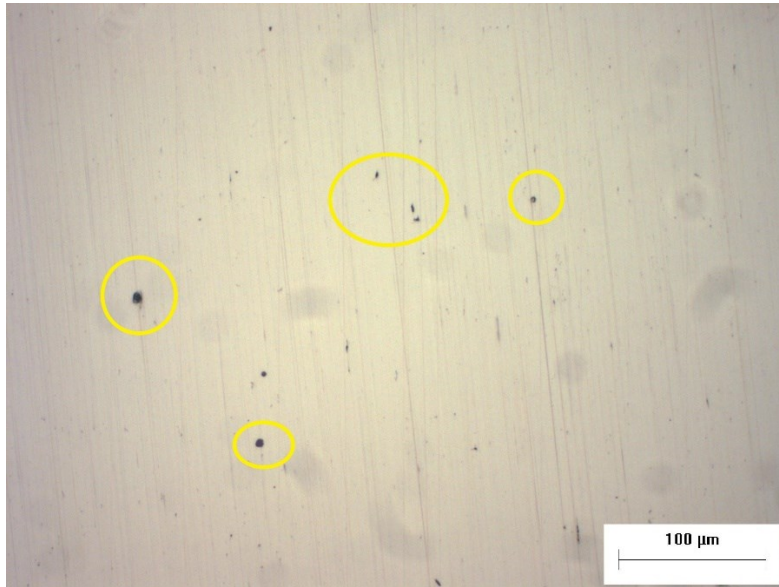


Figura 4.1 Alcuni vuoti evidenziati sulla superficie del campione as-build

## 4.2 Analisi microstrutturale

Di seguito sono riportate le immagini più interessanti acquisite al microscopio ottico a diversi ingrandimenti. Purtroppo, queste non sono prive di graffi perché le forme complesse delle strutture reticolari rendono difficile applicare una pressione costante sul campione durante la lucidatura.

### 4.2.1 Campione as-build

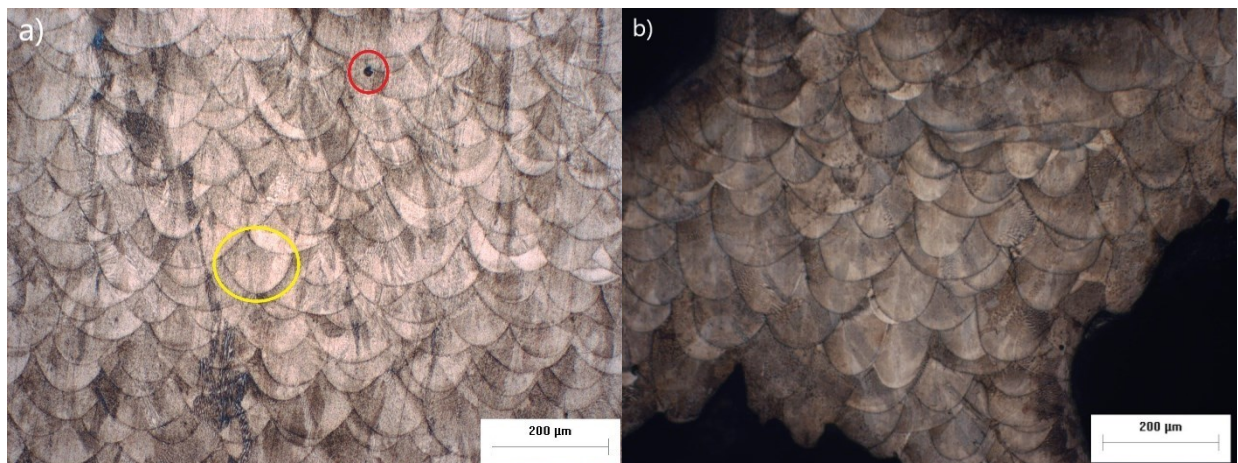


Figura 4.2 Campione as-build visto al MO (ingrandimento 10x1), piatto superiore a) e un nodo del reticolo b); evidenziato in giallo un melt pool, in rosso un difetto di keyhole.

Osservando la superficie del campione non trattato sul piano YZ (Z è la direzione di stampa) sono chiaramente visibili i pozzetti di fusione a forma di arco (evidenziato in giallo in figura 4.2), questi si sovrappongono strato dopo strato secondo con la strategia di scansione. I pozzetti hanno dimensioni irregolari a causa della parziale rifusione e dei grandi gradienti termici intrinseci dei processi LPBF. Non si osservano evidenti differenze di forma e dimensione fra i pozzetti di fusione nel piatto solido e quelli degli strut. L'hatch spacing, usata come parametro di stampa, è adeguata in quanto non sono evidenti difetti dovuti alla mancanza di fusione tra i bordi dei pozzetti (LoF).

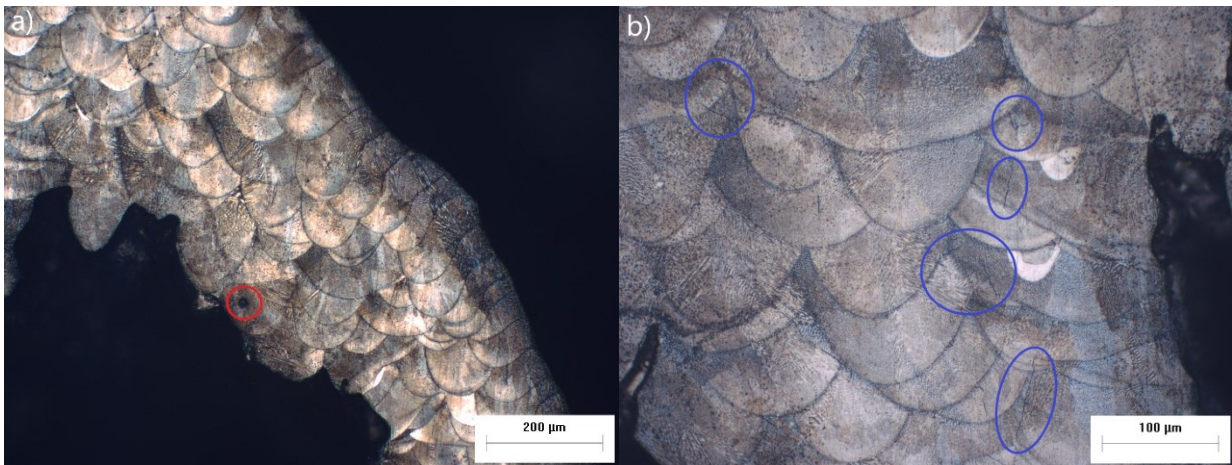
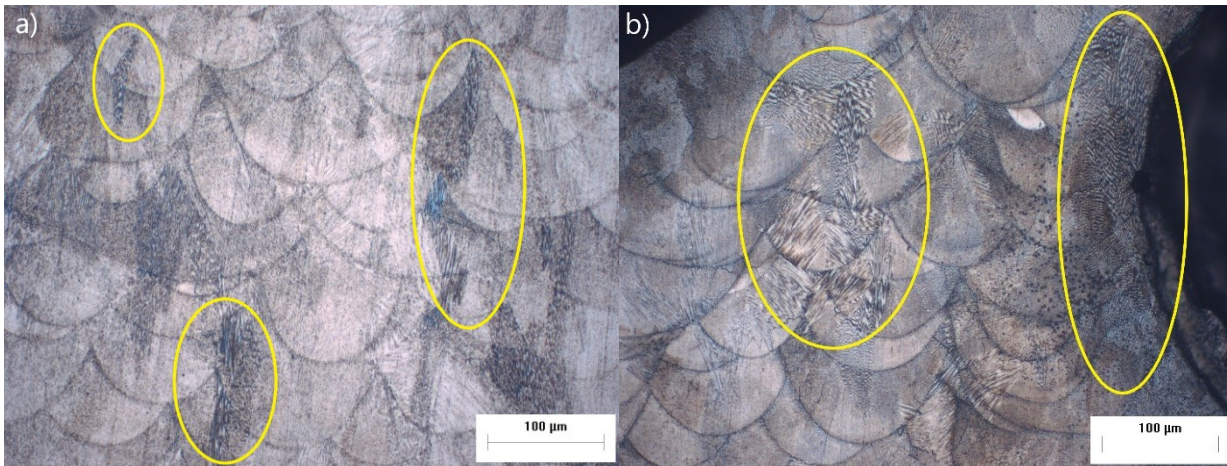


Figura 4.3 Campione as-build al MO: a) dettaglio di uno strut ingrandito 10x1, b) ingrandimento 20x1 di un nodo

Nonostante i parametri di stampa non fossero ottimizzati per il tipo reticolo in esame, la porosità è molto bassa e si osservano pochi difetti comuni al processo LPBF, come effetto balling o cavità di keyhole (evidenziati in rosso in figura 4.2 e 4.3). Su tutto il campione si notano cricche dovute alle tensioni residue, queste sono maggiormente presenti nei nodi del reticolo. Ciò accade perché al termine del raffreddamento, si ha un ritiro degli struts che porta a sforzi di trazione. La figura 4.3 b) mostra un ingrandimento di un nodo dove il fenomeno è particolarmente accentuato. Come visibile in figura 4.3 a), le superfici rivolte verso il basso, rispetto alla direzione di accrescimento, presentano una maggiore irregolarità di quelle rivolte verso l'alto. Questo difetto ha origine durante la solidificazione del melt pool, a causa dell'azione della forza di gravità che crea una sorta di colata. Le forme irregolari e spigolose potrebbero rappresentare un sito di innesco per fratture.



*Figura 4.4 Zone dendritiche evidenziate in giallo, campione as-build a), campione trattato b)*

La microstruttura del campione as-build è caratterizzata dalla presenza di grani colonnari che si estendono per diversi strati, crescendo lungo la “build direction”, la direzione caratterizzata dai maggiori gradienti termici. Sono visibili strutture dendritiche e anche queste si orientano lungo la direzione dei gradienti termici. Le dendriti nel piatto superiore tendono a svilupparsi parallelamente alla direzione di stampa (Fig 4.4 a)), mentre negli strut hanno un orientamento più caotico a causa della maggior superficie disponibile per dissipare calore (Fig 4.4 b)).

## 4.2.2 Campione trattato termicamente

Osservando la superficie del campione trattato termicamente notiamo subito la differenza con quello as-build: non sono più visibili i pozzetti di fusione. Durante il trattamento termico, le alte temperature hanno consentito una parziale ricristallizzazione, la microstruttura si è riorganizzata favorendo la formazione di grani a discapito, come detto, delle strutture dendritiche e dei pozzetti di fusione dello stato as-build. Come mostrato da Fa-yun Lu et al. [31] le tensioni residue, presenti nello stato as-build, fungono da forza motrice per la transizione da grani colonnari a equiassici, e alla conseguente formazione di geminati, come quelli visibili in figura 4.5 evidenziati in giallo. Come detto in precedenza, i trattamenti termici eseguiti non hanno effetto sulla porosità, che rimane invariata rispetto al campione as-build. Sono quindi ancora visibili i difetti di keyhole, evidenziati in rosso (fig 4.5). I trattamenti termici hanno avuto effetto sulle zone dendritiche (evidenziate in blu), queste sono presenti in quantità minore. Non si notano particolari differenze di microstruttura fra il piatto solido e le struts del reticolo.

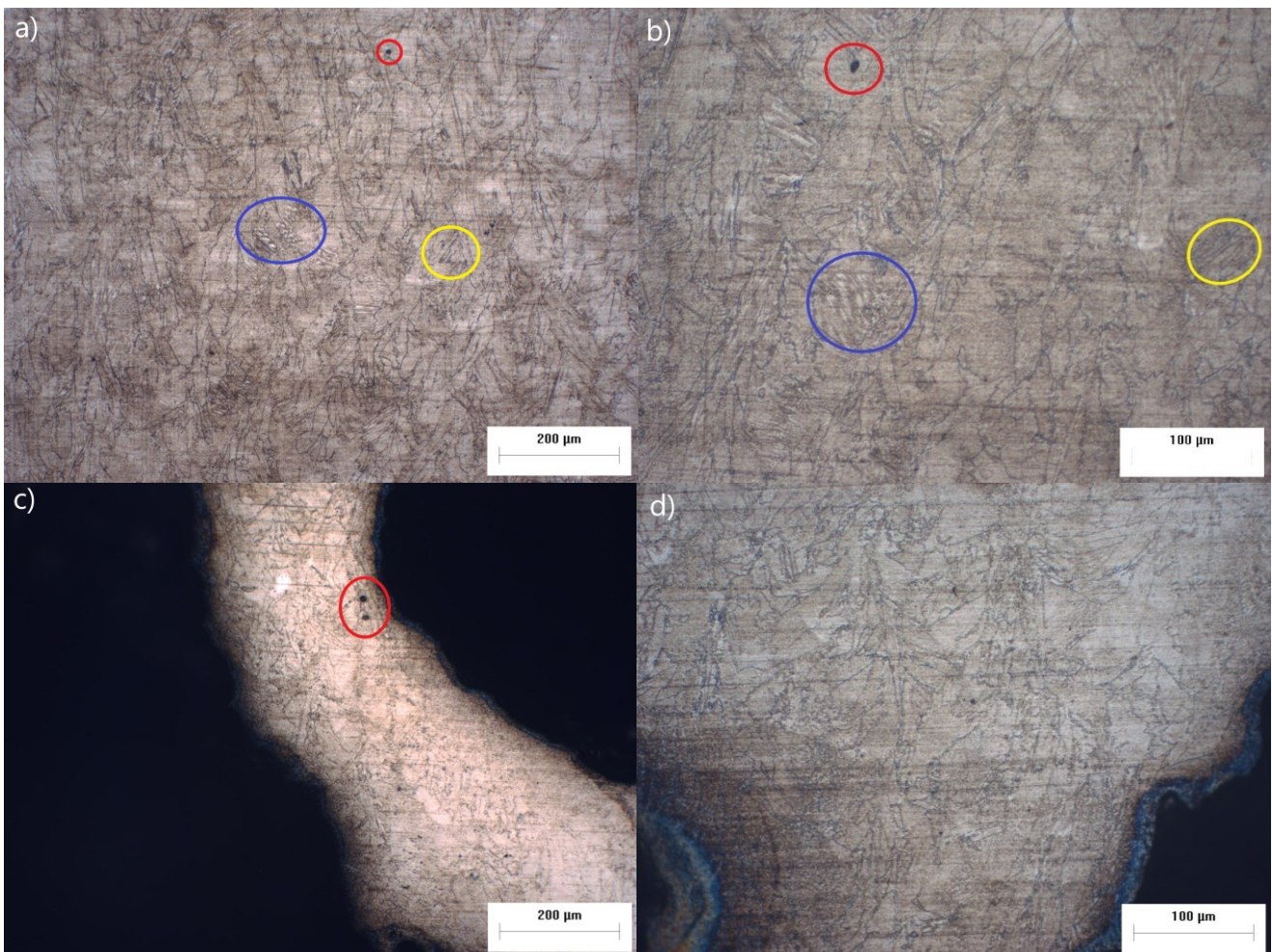


Figura 4.5 Campione trattato termicamente visto al MO: a) e b) piatto, c) e d) struts



### 4.3 Differenze fra modello CAD e campione as-build

Si è fatto un totale di 50 misurazioni sugli struts e sui nodi usando il software del microscopio, nelle posizioni indicate in figura 4.6. Per la creazione del modello CAD si è usato come parametri di cella un wall thickness di 0,5 mm, ma per i giroidi questa è una dimensione media, in quanto la dimensione e la forma degli struts varia con la sezione considerata. La dimensione nominale degli struts per la sezione considerata in questo studio è di 0,3 mm, la quotatura del modello CAD è visibile in figura 4.7. Come mostrato in tabella 4.2, la dimensione reale degli struts risulta maggiore di circa 100  $\mu\text{m}$  rispetto a quella nominale. L'aumento di dimensioni è causato dall'alta instabilità del melt pool, questa porta alla formazione di colature sulle superfici rivolte verso il basso e all'inglobatura di gas e polveri non fuse. Tale fenomeno è osservabile, anche se in misura ridotta, nei nodi del reticolo con aumento di circa 30  $\mu\text{m}$ . Per avere maggiore controllo sulla dimensione reale degli struts è necessario rivedere i parametri di processo.

Tabella 4.2 Risultati misurazioni reticolo

	<b>Struts</b>	<b>Nodi</b>
<b>Valore nominale</b>	0,3 mm	0,8 mm
<b>Media valore reale</b>	0,41 mm	0,83 mm
<b>Deviazione Std.</b>	29,4 $\mu\text{m}$	19,7 $\mu\text{m}$

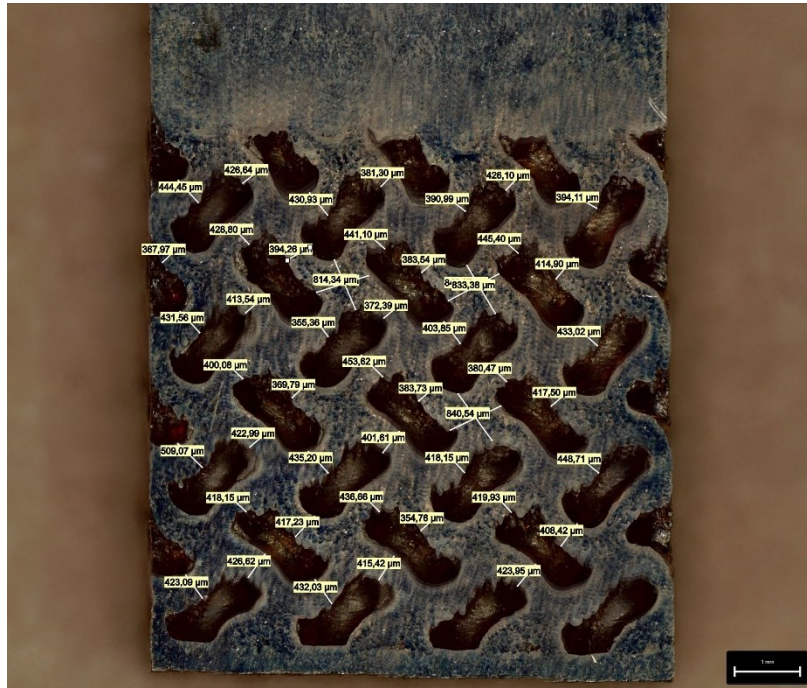


Figura 4.6 Misurazioni eseguite sul campione as-build

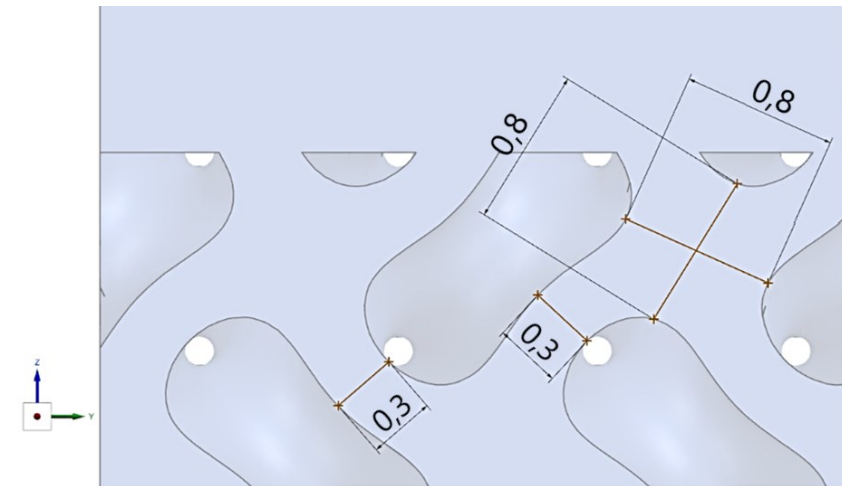


Figura 4.7 Quotatura del modello CAD

## 4.4 Risultati prove di microdurezza

Si è sfruttata tutta la superficie utile disponibile per eseguire un totale di 105 impronte per ogni campione, 45 sul piatto e 60 sugli struts. L'obiettivo delle prove è misurare se e come varia la durezza lungo la direzione di accrescimento, prima e dopo i trattamenti termici. Lungo questa direzione la microstruttura dei componenti realizzati tramite LPBF non è uniforme, a causa

delle diverse velocità di raffreddamento che si hanno tra i primi strati fabbricati e gli ultimi e che influenzano anche le proprietà meccaniche. I grafici che seguono riportano i risultati delle prove di microdurezza; si riportano la media e la deviazione standard (in nero) per ogni serie di impronte. Le serie di impronte sono un susseguirsi di prove a determinate altezze del campione, la cui posizione è visibile nelle immagini 3.7 e 3.8.

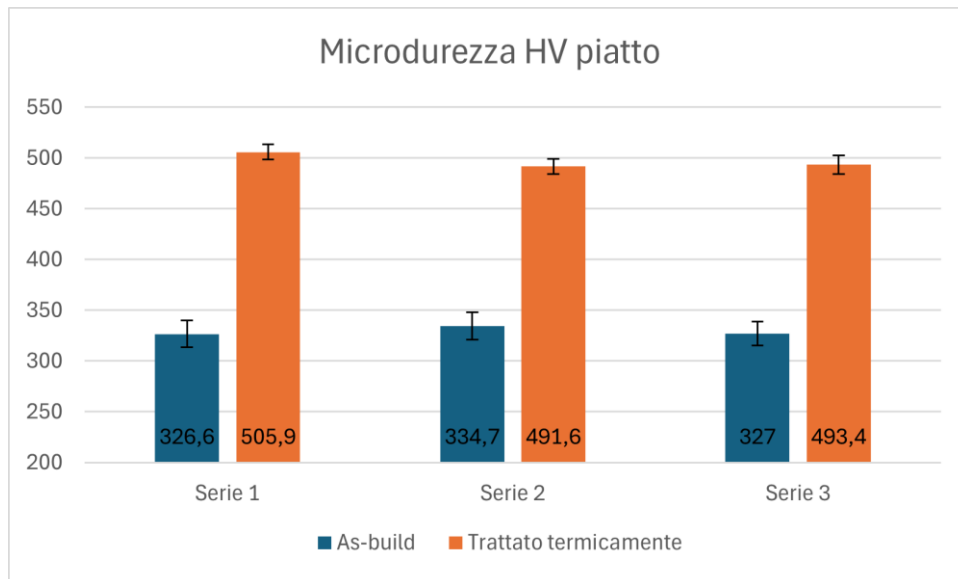


Figura 4.8 Grafico microdurezza piatto solido

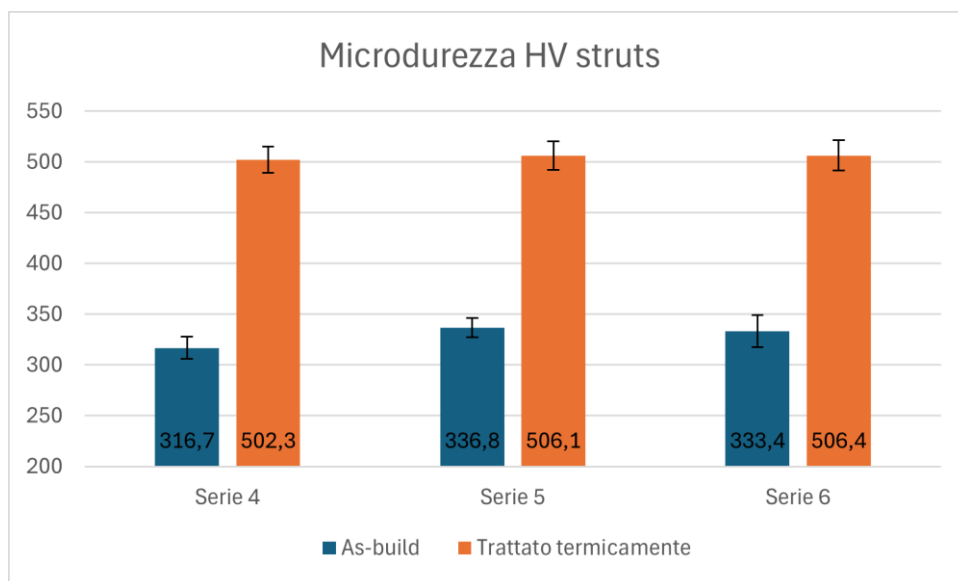
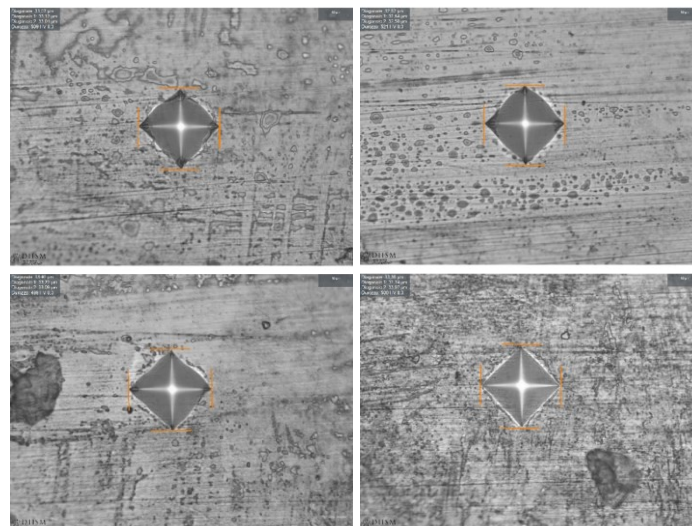


Figura 4.9 Grafico microdurezza struts

Come previsto, la durezza del campione trattato termicamente è superiore rispetto a quello as-build, grazie alla precipitazione delle fasi rinforzanti  $\gamma''$  e  $\gamma'$ . La microdurezza media totale dei campioni AB e HT è rispettivamente di 328 HV e 501 HV; entrambi i valori sono conformi a quelli dichiarati nelle norme AMS 2774 e AMS 5662, risultando lievemente maggiori per il campione HT. Per quanto riguarda la durezza del piatto solido, per entrambi i campioni non c'è alcun tipo di relazione fra la durezza e la direzione di accrescimento; la differenza di durezza tra le serie di impronte è trascurabile e risulta maggiore di circa 10 HV per quelle centrali (la 2 per il campione AB e la 1 per quello HT). La deviazione standard è bassa per tutte le misurazioni, quindi c'è una bassa variazione dei valori di durezza relativi alle impronte di ogni serie. In merito alla microdurezza degli struts, questa risulta leggermente maggiore sugli struts più esterni (serie 5 e 6) rispetto a quelli interni (serie 4), la differenza è più marcata nel campione as-build ma in entrambi i casi è trascurabile. Anche per gli struts la deviazione standard è molto bassa, quindi la variazione di microdurezza è trascurabile lungo le serie. Dato che nel reticolo le serie di impronte si estendono lungo la direzione di accrescimento, non c'è variazione di microdurezza lungo questa direzione. Per concludere, si può affermare che la microdurezza è sostanzialmente uniforme su tutta la superficie di entrambi i campioni, dimostrando uniformi proprietà meccaniche conformi anche con le normative di riferimento.



*Figura 4.10 Ingrandimento di alcune impronte sul campione HT*

## Conclusioni

L'obiettivo della presente tesi era la caratterizzazione e lo studio di strutture TPMS in lega di nichel Inconel 718 prodotte tramite LPBF. In laboratorio, si è lavorato su due campioni, uno nello stato as-build e uno trattato termicamente con solubilizzazione e doppio invecchiamento secondo la norma AMS 5662. La preparazione metallografica ha richiesto operazioni di assottigliamento meccanico, lucidatura e attacchi chimici. Con l'ausilio del microscopio ottico, si è riusciti ad acquisire le immagini necessarie a caratterizzare la microstruttura e i vuoti. Per completare lo studio i campioni sono stati sottoposti a prove di microdurezza, per studiare come questa vari lungo la superficie di entrambi.

La caratterizzazione dei vuoti ha dimostrato la bassa porosità di entrambi i campioni, con un valore di 0,33 %, confermando l'adeguatezza dei parametri di processo utilizzati in fase di fabbricazione.

La microscopia ottica ha evidenziato le caratteristiche microstrutturali: il campione as-build è caratterizzato da lunghi grani colonnari estesi lungo la direzione di accrescimento, strutture dendritiche e cricche; il campione trattato termicamente ha mostrato una parziale ricristallizzazione, con nucleazione di grani a scapito dei pozzetti di fusione dello stato as-build e una riduzione delle strutture dendritiche. La presenza di difetti associati alla LPBF è risultata molto bassa per tutti i campioni.

Le misurazioni eseguite sul modello CAD e su quello as-build, hanno riportato differenze non trascurabili. La differenza dimensionale è dovuta all'alta instabilità del melt pool.

Le prove di microdurezza hanno confermato le eccellenti proprietà meccaniche di questa lega. I valori di microdurezza sono risultati uniformi sulla superficie di entrambi i campioni, senza variazioni tra struts e piatto superiore solido. Dall'analisi dei dati non è emersa alcuna relazione tra durezza e direzione di accrescimento. La microdurezza media misurata sul campione as-build è di 328 HV, per quello trattato termicamente 501 HV, valori conformi alle norme di riferimento.

Tutti i campioni hanno mostrato qualità elevata nelle prove eseguite, provando la validità della manifattura additiva e dei parametri di processo scelti.

## Bibliografia

- [1] <https://www.autodesk.com/it/design-make/articles/carrelli-per-skateboard-ottimizzazione-topologica>
- [2] <https://www.materialise.com/it/industriale/tecnologie-stampa-3d/stampa-3d-metallo>
- [3] <https://www.primaadditive.com/it/additive-manufacturing/vantaggi>
- [4] Alessandro Busachi, John Erkoyuncu, Paul Colegrove, Filomeno Martina, Chris Watts, Richard Drake, «A review of Additive Manufacturing technology and Cost Estimation techniques for the defence sector,» CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology, 2017.
- [5] <https://stamparein3d.it>
- [6] <https://solidmanufacturing3d.it>
- [7] <https://hestetika.art/>
- [8] <https://www.3dnatives.com/>
- [9] Tesi politecnico di Torino: “Studio dei trattamenti termici sulla lega di Inconel 625 prodotta per Selective Laser Melting” Saverio Tremamunno
- [10] [Additive manufacturing: una storia di brevetti - Il Progettista Industriale](#)
- [11] S. Pratheesh Kumar, S. Elangovan, R. Mohanraj, J.R. Ramakrishna, Review on the evolution and technology of State-of-the-Art metal additive manufacturing processes, Materials Today: Proceedings 2021,
- [12] Antonelli, Leonardo & Bombacini, Marcos. (2019). Impressora 3D de Baixo Custo. 10.13140/RG.2.2.33255.80802.
- [13] <https://www.ilprogettistaindustriale.it/problemi-e-prospettive-future-del-selective-laser-melting/>
- [14] <https://bia.unibz.it/esploro/outputs/991005772186901241>
- [15] Libro: “A guide to additive manufacturing” Godec, Damir & Gonzalez-Gutierrez, Joamin & Nordin, Axel & Pei, Eujin & Ureña, Julia. (2022)
- [16] Negi, Sushant Sharma, Rajesh -Basics, applications and future of additive manufacturing technologies: A review

- [17] Singamneni, Sarat Diegel, Olaf Huang, “Curved Layer Fused Deposition Modeling”
- [18] Mostafa Yakout and M. A. Elbestawi “Additive Manufacturing of Composite Materials: An Overview” 6th International Conference on Virtual Machining Process Technology, Montréal, 2017
- [19] Mark Armstrong, Hamid Mehrabi, Nida Naveed “An overview of modern metal additive manufacturing technology”, Journal of Manufacturing Processes, 2022
- [20] “SOLUTION ANNEAL HEAT TREATMENT TO ENHANCE MECHANICAL PERFORMANCE OF ADDITIVELY MANUFACTURED IN718” David J. Newell, Major, USAF
- [21] Tesi politecnico di Torino: “Selective laser melting Ottimizzazione tecnologica dei parametri di processo su materiali innovativi” Daniele Zizzari
- [22] Pal, Snehashis & Igor, Drstvensek & Brajlj, Tomaz. (2018). Physical Behaviors of Materials in Selective Laser Melting Process. 10.2507/daaam.scibook.2018.21.
- [23] Tesi politecnico di Bari “Strutture Reticolari realizzate via Additive Manufacturing per il Lightweighting” Dott. Giorgio Giustizieri
- [24] Wenjin Tao, Ming C. Leu “DESIGN OF LATTICE STRUCTURE FOR ADDITIVE MANUFACTURING” 2016 International Symposium on Flexible Automation
- [25] Tobias Maconachie, Martin Leary, Bill Lozanovski, Xuezhe Zhang, Ma Qian, Omar Faruque, Milan Brandt, SLM lattice structures: Properties, performance, applications and challenges, Materials & Design, Volume 183, 2019
- [26] KenM.Nsiempba, Marc Wang and Mihaela Vlasea “Geometrical Degrees of Freedom for Cellular Structures Generation: A New Classification Paradigm”, applied sciences 2021
- [27] Enes Akca, Ali Gursel, “A Review on Superalloys and IN718 Nickel-Based INCONEL Superalloy”, PERIODICALS OF ENGINEERING AND NATURAL SCIENCES, 2015
- [28] E. Hosseini, V.A. Popovich, “A review of mechanical properties of additively manufactured Inconel 718”, Additive Manufacturing, Volume 30, 2019
- [29] Wakshum M. Tucho, Vidar Hansen “Studies of Post-Fabrication Heat Treatment of L-PBF-Inconel 718: Effects of Hold Time on Microstructure, Annealing Twins, and Hardness” 2021

[30] J.C. Franco-Correa, E. Marti ´ nez-Franco, J.M. Alvarado-Orozco, L.A. Ca ´ ceres-Di ´ az, D.G. Espinosa-Arbelaez, and J.A. Villad, “Effect of Conventional Heat Treatments on the Microstructure and Microhardness of IN718 Obtained by Wrought and Additive Manufacturing” 2021

[31] Fa-yun Lu, Hong-yuan Wan, Xin Ren, Li-ming Huang, Hai-lin Liu, Xin Yi, “Mechanical and microstructural characterization of additive manufactured Inconel 718 alloy by selective laser melting and laser metal deposition” 2022



# Ringraziamenti

Dedico un ringraziamento alla professoressa Santecchia e al Dottor Santoni per la disponibilità e per avermi aiutato nelle attività di tirocinio e nella stesura di questa tesi.

Ringrazio gli amici dell'università con cui ho condiviso tanti bei momenti, ma anche le preoccupazioni per gli esami e le lunghe giornate di studio in biblioteca.

Un grande grazie a mia sorella e ai miei genitori che mi hanno aiutato a superare le difficoltà incontrate durante il percorso di studi. Il vostro sostegno è stato fondamentale per il raggiungimento di questo traguardo, sono sicuro che continuerete a supportarmi anche nelle sfide future.