



UNIVERSITA' POLITECNICA DELLE MARCHE
FACOLTA' DI INGEGNERIA

Corso di Laurea magistrale in INGEGNERIA MECCANICA

**STUDIO DELLA RISPOSTA A CREEP
DELL'ACCIAIO 17-4PH PRODOTTO
ATTRAVERSO DIVERSE TECNOLOGIE**

**STUDY OF THE CREEP RESPONSE OF 17-4PH
STEEL PROCESSED BY DIFFERENT
TECHNOLOGIES**

Relatore: Chiar.mo
Prof. Stefano Spigarelli

Tesi di laurea di:
Gabriele Palladini

A.A. 2020/2021

Ai miei cari.

Sommario

Introduzione.....	1
1 Caratteristiche del materiale	2
1.1 Caratteristiche generali	2
1.1.1 Proprietà fisiche.....	2
1.1.2 Composizione chimica	3
1.1.3 Indurimento per precipitazione.....	3
1.1.4 Trattamenti termici	5
1.2 Proprietà.....	8
1.2.1 Proprietà meccaniche.....	9
1.2.2 Resistenza a corrosione	10
1.3 Caratteristiche microstrutturali	11
1.3.1 Acciaio solubilizzato – Condizione A.....	12
1.3.2 Acciaio invecchiato – Condizione H900.....	13
1.3.3 Acciaio invecchiato – Condizione H1150.....	13
2 Additive Manufacturing	14
2.1 Introduzione	14
2.2 Processi di Additive Manufacturing	15
2.2.1 Tipologie di processi	16
2.3 Materiali per l’Additive Manufacturing.....	19
2.4 Additive Manufacturing su metalli	19
2.4.1 Metalli utilizzati.....	19
2.4.2 Tecnologie applicate.....	20
3 Creep.....	25
3.1 Cause ed effetti del creep	25
3.1.1 Cause del creep.....	25
3.1.2 Effetti del creep	26
3.2 Curva del creep	26

3.2.1	Caratteristiche della curva	27
3.2.2	Parametri del creep	28
3.3	Conclusioni sul creep	32
4	Prove sperimentali	33
4.1	Materiale testato	33
4.2	Prova di creep	33
4.3	Campioni analizzati	34
4.3.1	Prelievo dei campioni	34
4.3.2	Preparazione dei campioni	34
4.4	Analisi effettuate	36
4.4.1	Analisi dei vuoti	36
4.4.2	Prova di durezza	37
4.4.3	Prova di microdurezza	38
5	Risultati sperimentali	40
5.1	Risultati delle analisi su acciaio 17-4PH H900	40
5.1.1	Analisi dei vuoti	40
5.1.2	Durezza	41
5.1.3	Microdurezza	41
5.2	Risultati delle analisi su acciaio 17-4PH H1150 “Dense”	44
5.2.1	Analisi dei vuoti	44
5.2.2	Durezza	45
5.2.3	Microdurezza	46
5.3	Risultati delle analisi su acciaio 17-4PH H1150 “No Dense”	49
5.3.1	Analisi dei vuoti	49
5.3.2	Durezza	50
5.3.3	Microdurezza	51
5.4	Riepilogo risultati	55
5.5	Analisi del creep	55

5.5.1	Acciaio 17-4PH H900	55
5.5.2	Acciaio 17-4PH H1150 Dense	57
5.5.3	Acciaio 17-4PH H1150 No Dense.....	58
5.6	Riepilogo risultati creep	59
6	Frattografia	63
	Conclusioni.....	65
	Bibliografia.....	67

INTRODUZIONE

Il presente lavoro è finalizzato a determinare gli effetti dell'esposizione ad alta temperatura che si manifestano sull'acciaio inossidabile 17-4PH indurito per precipitazione, prodotto mediante il processo di Additive Manufacturing detto Bound Metal Deposition, una tecnologia innovativa che si basa sul processo di estrusione di una pasta metallica.

In molteplici settori industriali i componenti raggiungono temperature elevate ed è pertanto importante scegliere il materiale idoneo all'applicazione, per questo motivo si esegue sul materiale una prova, detta creep, che consente di determinare come il materiale si deforma sotto l'effetto di carichi esterni ad alta temperatura.

Lo studio è stato eseguito su tre lotti: un lotto sottoposto a trattamento termico H900 cioè invecchiato a 480°C per un'ora, dopo solubilizzazione e due lotti sottoposti a trattamento termico H1150 cioè invecchiati a 595°C per 4 ore, dopo solubilizzazione, che differiscono fra loro per la percentuale di riempimento e verranno definiti rispettivamente "Dense" quello con percentuale di riempimento maggiore e "No Dense" quello con percentuale di riempimento minore.

Dopo aver eseguito la prova di creep fino a rottura, è possibile ricavare i parametri che caratterizzano la risposta del materiale ai carichi applicati ad alta temperatura, per valutarne il comportamento.

Dai provini testati sono stati ricavati dei campioni sui quali sono state eseguite le analisi metallografiche per valutare gli effetti del creep sulla microstruttura del materiale e sono state eseguite le prove di durezza e microdurezza.

In questa trattazione dopo una parte generale che contiene vari capitoli relativi a: caratteristiche del materiale: chimiche fisiche e microstrutturali e le sue proprietà con i relativi trattamenti a cui può essere sottoposto; processi di produzione additiva, con particolare attenzione alla tecnologia Bound Metal Deposition; il fenomeno del creep; viene riportata la procedura sperimentale effettuata e infine i dati raccolti con la loro analisi.

1 CARATTERISTICHE DEL MATERIALE

In questo capitolo vengono trattate le caratteristiche del materiale analizzato; si tratta dell'acciaio 17-4PH, anche denominato X5CrNiCuNb 16-4.

Dopo una descrizione generale delle caratteristiche dell'acciaio vengono riportate le proprietà meccaniche, esprimendole mediante dati e tabelle disponibili in letteratura, e le caratteristiche microstrutturali.

1.1 Caratteristiche generali

L'acciaio 17-4PH è un acciaio inossidabile indurente per precipitazione che presenta una struttura martensitica. È caratterizzato da resistenza meccanica e durezza elevate che si conservano fino a circa 300°C, inoltre ha un'ottima resistenza a corrosione in diversi ambienti, acqua dolce e salata, atmosfera industriale e marina, e sostanze chimiche ossidanti. [1] Questa tipologia di acciaio è particolarmente versatile in quanto può essere forgiato, impiegato nella realizzazione di getti e processato mediante metallurgia delle polveri, inoltre è caratterizzato da una elevata saldabilità ed è adatto per essere lavorato alle macchine utensili. Le caratteristiche dell'acciaio 17-4PH possono essere modificate in base alle esigenze sottoponendolo a trattamenti termici. In base alle caratteristiche ottenute l'acciaio può essere utilizzato in vari settori industriali in particolare è adatto a lavorare in ambienti fortemente corrosivi. Trova applicazione nell'industria petrolchimica per la realizzazione di valvole e apparecchiature per i processi chimici, nella filiera della carta per la realizzazione di apparecchiature, nell'industria motoristica per la realizzazione di parti di motori a reazione, nel settore oil & gas, per realizzare alberi per pompe ed anche in campo nucleare per la realizzazione di componenti per i reattori. [1,2]

1.1.1 Proprietà fisiche

Nella tabella 1.1 vengono riportate le proprietà fisiche dell'acciaio 17-4PH.

Massa Volumica $\left[\frac{kg}{dm^3}\right]$	Calore specifico (a 20°C) $\left[\frac{J}{kg \times K}\right]$	Resistività elettrica (a 20°C) $\left[\frac{W \times mm^2}{m}\right]$	Conducibilità termica $\left[\frac{J}{m \times K}\right]$	Dilatazione termica lineare (20°C ÷ 100°C) $\left[\frac{J}{10^6 K}\right]$	Modulo elastico [GPa]	
					a 20°C	a 200°C
7,8	500	0,71	16	10,9	200	185

Tabella 1.1 Proprietà fisiche dell'acciaio 17-4PH.

1.1.2 Composizione chimica

L'acciaio 17-4PH è caratterizzato da un basso tenore di carbonio (<0,07%).

Nella tabella 1.2 si riportano i valori limite dei metalli contenuti nella lega [3], e successivamente l'effetto degli alleganti presenti in percentuale maggiore al 2%. [4]

Elemento di lega	Percentuale in peso	
	Min	Max
Cromo (Cr)	15,00	17,00
Nichel (Ni)	3,00	5,00
Rame (Cu)	3,00	5,00
Niobio (Nb) + Tantalio (Ta)	0,15	0,45
Manganese (Mn)		1,00
Silicio (Si)		1,00
Carbonio		0,07
Fosforo		0,04
Zolfo		0,03
Ferro	Resto	

Tabella 1.2 Valori limite degli elementi di lega dell'acciaio 17-4PH.

- Cromo: è l'elemento che determina l'inossidabilità dell'acciaio, quando è presente in percentuale maggiore al 10% aumenta la anche la resistenza a corrosione per vaiolatura;
- Nichel: in percentuale del 4% determina durante il riscaldamento un cambiamento di fase che consente di eseguire una tempra martensitica durante il raffreddamento;
- Rame: aumenta l'efficacia del nichel e consente di avere un indurimento per precipitazione.

1.1.3 Indurimento per precipitazione

Gli acciai inossidabili PH (precipitation hardening) sono acciai sottoposti a trattamenti termici in grado di incrementare la durezza per effetto della precipitazione di intermetallici estremamente fini. [5]

Negli acciai gli elementi di lega danno origine a composti intermetallici e in particolare nel caso del rame, alla precipitazione di particelle metalliche di piccole dimensioni, dette anche dispersoidi, che determinano un rafforzamento della matrice metallica

grazie alla loro presenza finemente dispersa nel reticolo cristallino. [6]

In base alla loro natura, coerenti o incoerenti con la matrice metallica si hanno diversi meccanismi di indurimento come dimostrato da H.J. Bargel e G. Schulze [7]:

- coerenti: il reticolo dei precipitati ha parametri reticolari simili al reticolo circostante; queste particelle possono essere attraversate dalle dislocazioni, figura 1.1 (a);
- incoerenti: i loro parametri reticolari sono diversi da quelli del reticolo della matrice e non possono essere attraversati dalle dislocazioni, figura 1.1 (b).

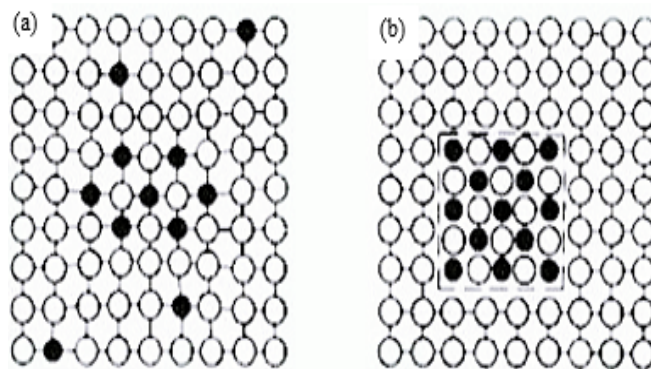


Figura 1.1 Natura dei precipitati, nel pannello (a) è riportata una precipitazione coerente, nel pannello (b) una precipitazione incoerente, in accordo con quanto detto da H.J. Bargel e G. Schulze.

I precipitati determinano due meccanismi, in base alla loro natura [8]:

- effetto Friedel–Fleischer che si ha nel caso di precipitati coerenti, che possono essere attraversati dalle dislocazioni, che subiscono un rallentamento a causa della presenza dei precipitati che ne ostacolano il movimento mentre vengono tagliati in due, figura 1.2 (a);
- meccanismo di Orowan generato dalla presenza di precipitati incoerenti che non possono essere attraversati direttamente dalle dislocazioni; oltre a ridurre la mobilità dei difetti essi determinano la formazione di anelli di dislocazione intorno agli ostacoli, i quali creano un campo di sforzi maggiore che rende ancora più difficile lo scorrimento di altre dislocazioni, figura 1.2 (b).

È evidente come dei precipitati fini e distribuiti omogeneamente nella matrice metallica hanno un effetto maggiore nell'interazione con le dislocazioni e quindi incrementano le proprietà meccaniche di durezza e resistenza.

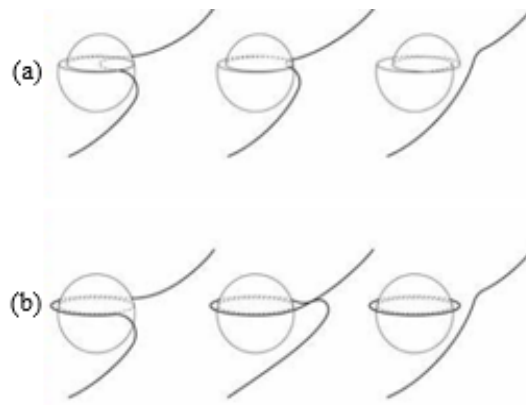


Figura 1.2 (a) effetto Friedel-Fleischer che si osserva nel caso di precipitati coerenti, (b) effetto di Orowan che si osserva nel caso di precipitati incoerenti, come dimostrato da V. Gerold [9], entrambe i fenomeni determinano una riduzione nella mobilità delle dislocazioni.

1.1.4 Trattamenti termici

La formazione dei precipitati viene ottenuta eseguendo dei trattamenti termici: in particolare si esegue un ciclo di trattamenti composti da solubilizzazione, tempra e successivamente invecchiamento. Per comprendere meglio il fenomeno della formazione dei precipitati si può analizzare il diagramma di stato di una lega binaria solubile allo stato liquido e solido con trasformazioni di saturazione allo stato solido e formazione di eutettico tra soluzioni solide, figura 1.3. [10]

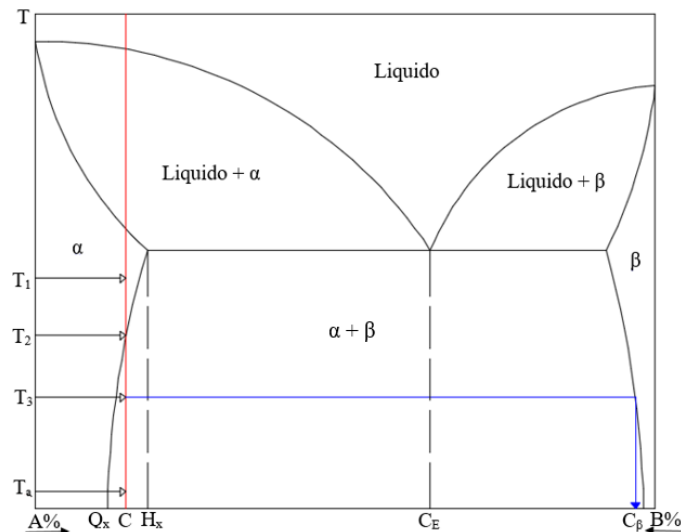


Figura 1.3 Diagramma di stato di una lega binaria composta dagli elementi A e B.

Si indica con α la soluzione solida di B in A, con H_x e Q_x indicano la massima solubilità di B in A rispettivamente a temperatura eutettica¹ e a temperatura ambiente.

¹ Temperatura alla quale si ha la formazione della miscela eutettica, cioè una miscela avente un punto di fusione più basso di quello delle singole sostanze che la compongono. È caratterizzata da una percentuale in peso dei componenti ben definita C_E .

La formazione dei precipitati si ottiene sottoponendo la lega al ciclo termico riportato in figura 1.4 costituito dai trattamenti termici di solubilizzazione e invecchiamento. [6]

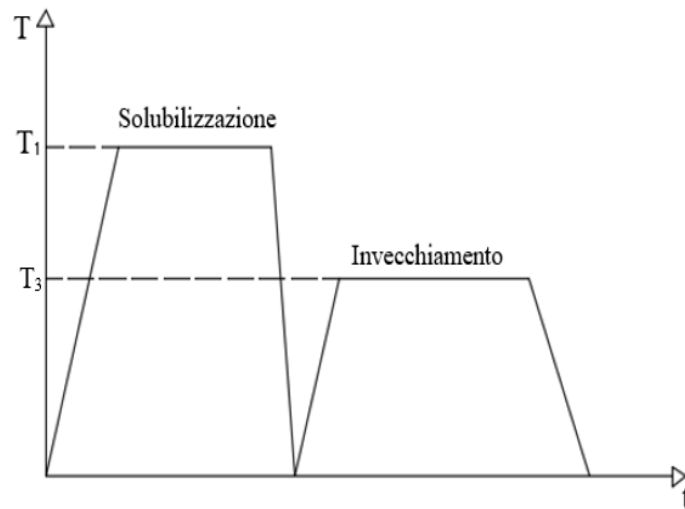


Figura 1.4 Ciclo termico di solubilizzazione e invecchiamento.

La solubilizzazione è anche definita tempra austenitica. Il materiale viene riscaldato fino ad una temperatura che consente di avere una soluzione monofase. Nel diagramma riportato in figura 1.3 ad esempio si considera una lega di composizione C, questa viene riscaldata fino ad una temperatura, T_1 , che consenta di avere tutta fase α allo stato solido e viene mantenuta a questa temperatura per un tempo, t , sufficiente ad avere la completa solubilizzazione degli elementi di lega e in modo tale che vengano eliminate eventuali eterogeneità microstrutturali, con la totale scomparsa della fase β presente in soluzione solida alla temperatura T_a . Il trattamento in genere si svolge in atmosfera controllata, azoto o azoto e idrogeno, al fine di evitare fenomeni di ossidazione e di carburazione.

Trascorso il tempo t , il materiale viene raffreddato velocemente in acqua in modo tale che nel passaggio da T_2 a T_a non ci sia la formazione della fase β : in questo modo si avrà una soluzione solida con una sola fase, α , soprasatura di atomi di B; a temperatura ambiente c'è l'inibizione dei fenomeni di diffusione rendendo stabile la struttura monofasica. [11]

Il processo di solubilizzazione viene seguito dall'invecchiamento, affinché avvenga la formazione dei precipitati e quindi l'incremento della durezza.

L'invecchiamento consiste nel riscaldare il materiale alla temperatura T_3 compresa fra T_a e T_2 , che comporta la comparsa della fase β sotto forma di precipitati molto fini di composizione C_β (caratterizzata da quasi tutto B). Il materiale viene tenuto alla

temperatura di invecchiamento per un tempo che consente la formazione dei precipitati in quantità e dimensioni tali da garantire l'aumento della durezza desiderato.

Sbagliando il tempo di invecchiamento si possono verificare il sotto-invecchiamento quando il tempo di permanenza è troppo breve e i precipitati che si formano sono troppo fini per ostacolare il moto delle dislocazioni, o il sovra-invecchiamento, in cui il tempo di invecchiamento è troppo lungo e determina la formazione di precipitati che subiscono l'accrescimento e quindi saranno di scarsa qualità e troppo distanti fra loro. [6] Per determinare il giusto tempo di invecchiamento si usano grafici qualitativi durezza-tempo [12], come quello mostrato in figura 1.5.

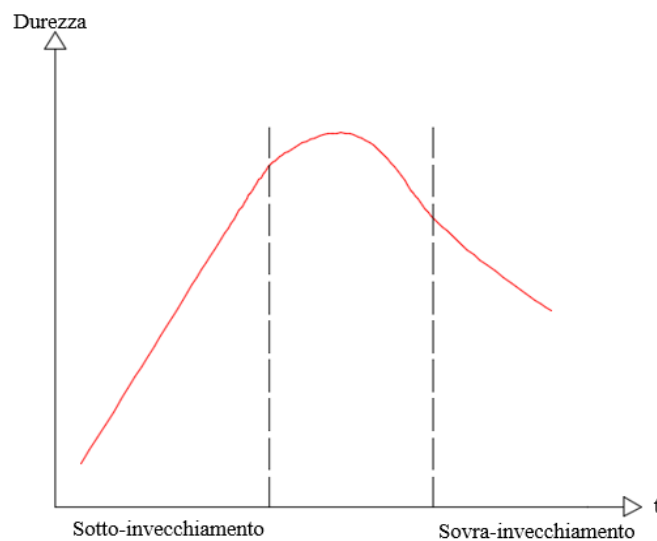


Figura 1.5 Grafico qualitativo dell'andamento della durezza in funzione del tempo di invecchiamento.

L'acciaio 17-4PH è particolarmente apprezzato in quanto consente di ottenere un ampio range di proprietà modificando i parametri del trattamento termico di invecchiamento.

L'acciaio è solubilizzato ad una temperatura fra i 1030°C e i 1060°C, 30 minuti e successivamente raffreddato fino a 30°C in aria calma per pezzi di piccolo spessore, in quanto la composizione chimica lo rende un acciaio autotemprante, mentre si può effettuare la tempra in olio o acqua per pezzi di grande dimensione.

Dalla condizione di solubilizzazione il pezzo viene poi sottoposto al trattamento di invecchiamento, in singolo o doppio passaggio, che avvenendo a bassa temperatura non comporta alcuna distorsione e pertanto non richiede un ulteriore trattamento di rinvenimento per allentare le tensioni.

Nella tabella 1.3 [1] sono riportati i parametri dei trattamenti di invecchiamento a cui l'acciaio 17-4PH può essere sottoposto partendo dalla condizione di solubilizzazione A.

Condizione	A	H900	H925	H1025	H1075	H1150	H1150M		H1150D	
T [°C]	1030÷1060	480	495	550	580	595	760	620	620	620
t [ore]	0,5	1	4	4	4	4	2	4	4	4

Tabella 1.3 Trattamenti termici eseguibili sull'acciaio 17-4PH. La condizione A indica la solubilizzazione (Annealing) mentre la lettera H seguita da un numero significa che l'acciaio è stato solubilizzato alla condizione A e invecchiato (Hardening) alla temperatura, in Fahrenheit, indicata dal numero che segue la lettera H [6]. H1150M e H1150D sono trattamenti termici di invecchiamento in doppio passaggio.

I trattamenti termici producono sull'acciaio, al termine del ciclo termico, delle variazioni dimensionali, che sono riportate in tabella 1.4. [14]

Condizione	H900	H925	H1025	H1075	H1150	H1150M
Contrazione [mm/mm]	0,00045	0,00051	0,00053	0,0009	0,0022	0,00243

Tabella 1.4 Contrazione dimensionale che il materiale subisce a seguito del trattamento termico.

La variazione del volume durante il trattamento può essere ben osservata mediante la curva dilatometrica, figura 1.6 [13], nella quale è rappresentata la variazione dimensionale che il materiale subisce durante il trattamento termico.

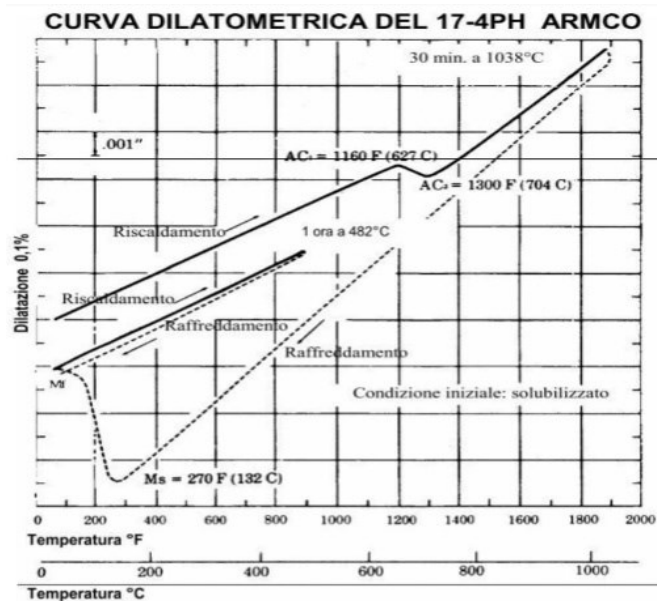


Figura 1.6 Curva dilatometrica dell'acciaio 17-4PH durante l'invecchiamento.

1.2 Proprietà

Fissata la composizione chimica che caratterizza l'acciaio 17-4PH sono i trattamenti termici a cui è sottoposto, in particolare l'invecchiamento, a determinare le sue proprietà.

1.2.1 Proprietà meccaniche

Le proprietà meccaniche sono classificate in statiche dinamiche e periodiche, in base al modo in cui vengono applicate le sollecitazioni.

I valori relativi alle proprietà me statiche sono riportati nella tabella 1.5. [13]

Condizione	Carico di rottura (MPa)	Carico di snervamento (MPa)	Allungamento % (Sezione 50 mm)	Strizione %	Durezza	
					Rockwell (HRC)	Brinell (HB)
A	1105	1000	15	40	38	363
H900	1310	1170	10	40	40	388
H925	1170	1070	10	44	38	375
H1025	1070	1000	12	45	35	331
H1075	1000	860	13	45	32	311
H1100	965	795	14	45	31	302
H1150	930	725	16	50	28	277
H1150M	795	520	18	50	24	255
H1150D	860	725	16	50	24	255

Tabella 1.5 Proprietà meccaniche statiche dell'acciaio 17-4PH al variare dei trattamenti termici di invecchiamento, relativi a provini prelevati a metà raggio (sezione di 38,1 mm ed oltre), per diametri fino a 75 mm incluso. [13]

Analizzando le proprietà meccaniche si nota come il massimo della durezza e della resistenza meccanica si hanno per un acciaio 17-4PH in condizioni H900. Aumentando la temperatura di invecchiamento queste proprietà si riducono e aumenta la duttilità.

La proprietà dinamica più interessante è la resilienza, in particolare viene riportata la resilienza minima che si misura in termini di energia di frattura da impatto, determinata con una prova, denominata pendolo di Charpy, che si esegue su provini normati i valori minimi di resistenza sono riportati nella tabella 1.6 [13], dall'analisi di tali valori si può

notare che la resilienza aumenta all'aumentare della temperatura di invecchiamento.

Stato	A	H900	H925	H1025	H1075	H1100	H1150	H1150M	H1150D
Resilienza [J]	--	---	8	20	27	34	40	40	74

Tabella 1.6 Resilienza dell'acciaio 17-4PH espressa in termini di energia di frattura da impatto, per le condizioni in cui non è presente alcun dato non esistono valori minimi di resistenza.

La proprietà periodica riportata in tabella 1.7 [13] è la resistenza a fatica, cioè la capacità del materiale a resistere a sollecitazioni cicliche nel tempo che si ripetono ad alta frequenza e a varie temperature, con valori in linea con le proprietà meccaniche.

Temperatura [°C]	Tempo di rottura [ore]	Stato	Limite di rottura [MPa]	Allungamento % alla rottura su 50 mm	Strizione %
329	1000	H900	---	---	---
		H925	1103	2,5	12,0
		H1075	924	3,0	14,0
		H1150	841	4,5	16,5
427	1000	H900	883	4,0	6,0
		H925	834	3,0	13,0
		H1075	710	5,5	15,0
		H1150	648	6,0	20,0
482	1000	H900	414	12,0	25,0
		H925	---	---	---
		H1075	---	---	---
		H1150	490	9,0	36,0

Tabella 1.7 Resistenza a rottura per fatica a caldo.

1.2.2 Resistenza a corrosione

L'acciaio 17-4PH ha una buona resistenza alla corrosione, e migliore di qualsiasi altro acciaio inossidabile indurente.

In condizioni atmosferiche normali questo materiale è caratterizzato da un'eccellente

resistenza alla corrosione, in qualsiasi condizione di invecchiamento, mentre in atmosfera marina sviluppa leggeri fenomeni di arrugginimento e vaiolatura. Se immerso in acqua marina stagnante si creano fenomeni di corrosione interstiziale, pertanto sarebbe raccomandabile in caso di utilizzo in questo ambiente che venisse applicata a titolo preventivo una protezione catodica.

Nella tabella 1.8 sono riportati alcuni dati relativi alla resistenza a corrosione del materiale in varie sostanze chimiche e in condizioni di concentrazione e temperatura diverse, in particolare si riporta l'indice di corrosione in millimetri annui. [13]

Sostanza	Temperatura [°C]	Concentrazione %	H925	H1025	H1075	H1150
H ₂ SO ₄	35	2	Nil	Nil	Nil	Nil
		98	Nil	Nil	Nil	Nil
	80	2	0,20	0,23	0,33	0,43
		98	0,13	0,13	0,18	0,15
HNO ₃	Ebollizione	25	0,36	0,15	0,18	0,2
		50	1,78	0,89	1,19	0,79
		65	3,17	2,16	2,72	2,01
H ₃ PO ₄	Ebollizione	20	0,02	0,02	0,02	0,05
		50	0,10	0,10	0,08	0,13
		70	2,18	1,45	1,52	3,02
Ammoniaca	Ebollizione	10	Nil	Nil	Nil	Nil

Tabella 1.8 Indice di corrosione dell'acciaio 17-4PH, sottoposto a diversi tipi di invecchiamento, in varie sostanze chimiche in concentrazioni e a temperature diverse. Dove viene riportato Nil significa che l'indice di corrosione è inferiore a $0,02 \frac{\text{mm}}{\text{anno}}$.

1.3 Caratteristiche microstrutturali

L'acciaio inossidabile 17-4PH indurente per precipitazione è caratterizzato da una struttura martensitica.

1.3.1 Acciaio solubilizzato – Condizione A

La situazione di partenza dell'acciaio prima dell'invecchiamento è la condizione A, cioè il materiale è solubilizzato.

In questa condizione il materiale presenta una struttura martensitica con presenza di ferrite δ come dimostrato da D. Nakhaie e M.H. Moayed [15]; figura 1.7.

L'analisi di un campione di materiale solubilizzato al microscopio elettronico a trasmissione TEM, figura 1.8, mostra come nella struttura prevalente la martensite si presenta nella classica morfologia a placchette, disposte in modo quasi parallelo ed in assenza di precipitati, mentre nella ferrite sono presenti delle particelle sferiche di NbC. [17]

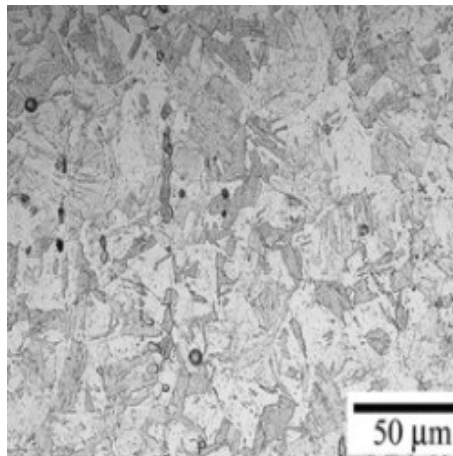


Figura 1.7 Microstruttura dell'acciaio 17-4PH sottoposto a solubilizzazione alla temperatura di 1050°C per 1 ora. [16]

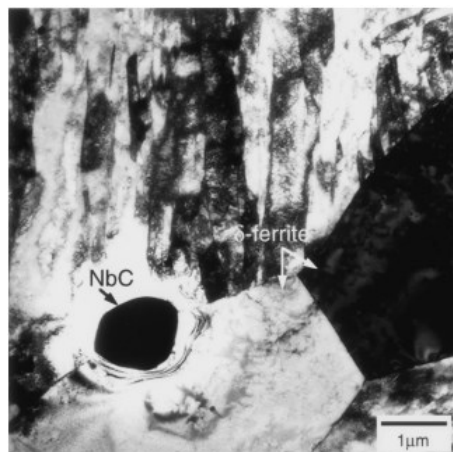


Figura 1.8 Immagine TEM della microstruttura dell'acciaio 17-4PH sottoposto a solubilizzazione alla temperatura di 1050°C per 1 ora. [17]

1.3.2 Acciaio invecchiato – Condizione H900

La microstruttura analizzata e riportata in figura 1.9 è relativa all'acciaio 17-4PH solubilizzato e in seguito sottoposto al trattamento termico di invecchiamento a 480°C per un'ora.

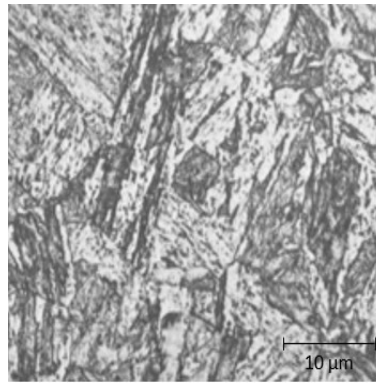


Figura 1.9 Microstruttura dell'acciaio 17-4PH H900.

L'invecchiamento provoca il rinvenimento della martensite con un'omogeneizzazione dei grani. [18]

1.3.3 Acciaio invecchiato – Condizione H1150

La microstruttura analizzata e riportata in figura 1.10 è relativa all'acciaio 17-4PH solubilizzato e in seguito sottoposto al trattamento termico di invecchiamento a 595°C per quattro ore.

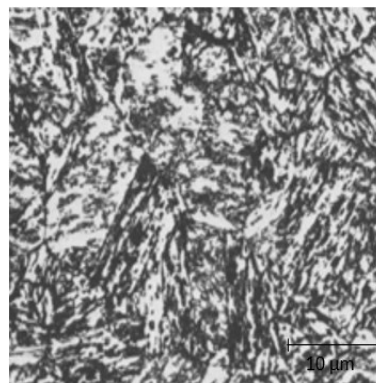


Figura 1.10 Microstruttura dell'acciaio 17-4PH H1150.

L'aumento della temperatura di invecchiamento provoca una maggiore quantità di precipitati, con maggior definizione delle zone che presentano struttura martensitica, in quanto i precipitati si posizionano ai bordi di grano. [16]

2 ADDITIVE MANUFACTURING

In questo capitolo vengono riportate le caratteristiche del processo produttivo di additive manufacturing, dopo un'introduzione relativa a questo processo, con l'esposizione delle tecnologie e dei fenomeni che lo caratterizzano si analizza più nel dettaglio il processo applicato ai materiali metallici.

2.1 Introduzione

Il processo produttivo di Additive Manufacturing (AM) viene definito dall'ASTM² come: *“processo additivo di materiale per realizzare oggetti da un modello 3D, tipicamente strato su strato, in opposizione ai processi produttivi di sottrazione che caratterizzano le metodologie tradizionali”*. [19]

Questa tecnologia, anche definita Stampa 3D, è caratterizzata dalla realizzazione del pezzo mediante l'aggiunta di materiale su strati sovrapposti, a partire da un modello 3D realizzato mediante un software. La produzione di un pezzo richiede pertanto un software per la modellazione solida con cui realizzare il modello virtuale da elaborare e la scelta del materiale con il quale vogliamo che il pezzo sia realizzato. In questo modo si possono ottenere dei pezzi finiti e pronti all'uso, senza la necessità di ulteriori lavorazioni; tuttavia l'AM si dimostra vantaggioso dal punto di vista economico anche per la realizzazione di semilavorati di partenza dai quali poi andare ad ottenere oggetti finiti mediante l'esecuzione di ulteriori lavorazioni. Gli oggetti realizzati con la Stampa 3D possono richiedere, al termine del processo additivo, dei trattamenti termici specifici per poter ottenere le caratteristiche meccaniche richieste dall'oggetto stesso per il suo utilizzo. [20]

L'AM è una tecnologia in continuo sviluppo in termini di materiali e processi, in modo tale che vengano soddisfatte le esigenze del mercato.

Il materiale di partenza deve essere in uno stato da garantire la corretta stratificazione a strati sovrapposti, le tecnologie più diffuse prevedono una materia prima in forma di polvere o come filo, che successivamente verranno fusi in modo selettivo da una fonte di calore localizzata e successivamente raffreddati in maniera tale che il pezzo prenda forma; si possono trovare anche materie prime sotto forma di pasta o inchiostro in

² American Society for Testing and Materials International, organismo di normazione statunitense.

sospensione o solido.

È interessante notare come lo sviluppo dei sistemi di Additive Manufacturing, iniziato verso la fine degli anni '80 con l'applicazione pratica della tecnica della stereolitografia³ brevettata da C. Hull e sviluppata dallo stesso con R. Fried con la fondazione della 3D Systems, abbia portato dall'utilizzo di questo processo produttivo per la realizzazione di prototipi ad un utilizzo attuale sempre più rivolto verso la produzione di oggetti finiti e pronti all'uso.

Ad oggi questa tecnologia produttiva trova applicazione nei campi più disparati anche grazie alla versatilità dei materiali a cui può essere applicata e alle caratteristiche che possono essere ottenute: troviamo infatti oggetti prodotti mediante stampa 3D in campo biomedico ed odontoiatrico che necessitano di un elevato grado di personalizzazione relativo ai bisogni del paziente, nei settori aerospaziale e motoristico e anche in campo edile. La produzione di oggetti con questo processo è apprezzata anche perché consente di avere un'elevata flessibilità in quanto le modifiche avvengono sui modelli virtuali senza dover ricorrere a cambi di linea produttiva. È vantaggiosa dal punto di vista economico in quanto si riducono i costi di trasporto del prodotto finito e i costi di produzione riducendo al minimo gli scarti in quanto si lavora in modo additivo e non sottrattivo, con vantaggi anche dal punto di vista ambientale. I limiti di questa tecnologia sono la bassa produttività e la difficoltà nel controllo del processo, caratterizzato da fenomeni fisici di fusione e solidificazione complessi che generano incertezza sulle proprietà meccaniche del materiale e sulla qualità delle superfici realizzate. [21, 22]

2.2 Processi di Additive Manufacturing

Il processo produttivo di Additive Manufacturing si basa sul collegamento di diverse tecnologie.



Figura 2.1 Passaggi per produrre un oggetto con un generico processo di Additive Manufacturing. [23]

³ Tecnica che permette di stampa 3D che sfrutta resine fotosensibili solidificate mediante una sorgente UV.

Lo schema in figura 2.1 mostra i passaggi per la realizzazione di un componente mediante una generica tecnologia di AM.

Il primo passo è quello di generare un modello 3D con un software di modellazione solida CAD, successivamente mediante un programma di slicing⁴ si ricava un G-code che predispose il modello CAD alla stampa 3D. Contestualmente alla realizzazione del modello digitale si sceglie il materiale con cui realizzare l'oggetto in base alle caratteristiche da ottenere, da questa scelta dipende anche la tecnologia di AM usata. Vanno poi definiti i parametri di stampa, al termine del processo si ottiene il pezzo. [23]

2.2.1 Tipologie di processi

I processi di Additive Manufacturing si differenziano per diversi elementi che li caratterizzano:

- materiali impiegati;
- meccanismo di alimentazione della macchina;
- meccanismo di stratificazione;
- meccanismo di consolidamento del pezzo.

La tecnologia da utilizzare va valutata in base a parametri fondamentali nell'analisi generale dei processi produttivi: velocità di produzione, costo finale, costo dell'investimento iniziale per l'acquisto della stampante, resistenza meccanica e qualità della finitura superficiale del prodotto finito. [24]

I processi produttivi possono essere classificati in:

- diretti nel caso in cui il materiale venga depositato ottenendo direttamente la geometria del pezzo
- indiretti nel caso in cui la geometria del pezzo sia ottenuta consolidando le sezioni desiderate e successivamente rimuovendo il materiale in eccesso. [19, 20]

L'ASTM consente di dividere le macchine impiegate per il processo di Additive Manufacturing in base al processo che le caratterizza. [23, 25]

1. Estrusione

Processo produttivo usato nella tecnologia Fused Deposition Modeling (FDM) e nel Direct Ink Writing (DIW).

⁴ Slicing è una delle fasi principali del processo che consente di passare dal modello tridimensionale alla sua versione "affettata".

Il processo può essere di due tipi: termico (FDM) nel caso in cui l'ugello di estrusione scaldi il materiale in genere polimerico, fornito sotto forma di filo, fino a renderlo pastoso o fuso, depositandolo sul piano di estrusione in maniera tale che al termine della solidificazione venga ottenuta la geometria desiderata; oppure non termico (DIW) nel caso in cui l'ugello non scaldi il materiale, questa tecnologia è applicata a materiali ceramici che sono forniti sotto forma di inchiostro ceramico che fuoriesce da un ugello sotto forma di filamento continuo e viene depositato per piani stratificati ottenendo così la geometria 3D. Figura 2.2 (a)

2. Polimerizzazione

Processo produttivo usato nella stereolitografia (SLA).

Consiste nel trattare una resina fotosensibile con delle radiazioni UV emesse da un laser a bassa potenza in modo tale che si inneschi un processo di reticolazione⁵ solo nei punti desiderati. Figura 2.2 (b)

3. Getto di materiale

Processo produttivo usato nella tecnologia Drop On Demand (DOD).

Tipicamente applicato a polimeri o materie plastiche consiste nel depositare attraverso degli ugelli il materiale fuso in modo controllato formando la geometria desiderata; la solidificazione avviene per effetto della reticolazione mediante esposizione a radiazioni UV. Figura 2.2 (c)

4. Getto di legante

Processo produttivo usato nella Three Dimensional Printing (P-3DP).

Si può applicare questo processo a materiali polimerici, metallici o ceramici. Il materiale si trova allo stato di polvere, che viene stratificata in modo tale che si ottenga la geometria desiderata; il legame fra gli strati avviene con un legante in forma liquida. È necessario sottoporre i pezzi a processi per ottenere le caratteristiche desiderate. Figura 2.2 (d)

5. Fusione a letto di polvere

Processo produttivo usato in varie tecnologie: la Selective Laser Sintering (SLS), la Laser Beam Melting (LBM) e l'Electron Beam Melting (EBM).

Il materiale, polimeri o metalli, si trovano sotto forma di polveri. Queste polveri vengono depositate sugli strati precedenti, già solidificati, ed investite da un fascio laser

⁵ Reticolazione o curing, è un processo con il quale le molecole si uniscono formando un legame covalente quindi un collegamento tridimensionale in modo tale che il prodotto finale sia duro e resistente.

(SLS e LBM) o elettronico (EBM) che le fonde in modo tale la successiva solidificazione le unisce. Figura 2.2 (e)

6. Deposizione di energia diretta

Processo produttivo usato nella Direct Metal Deposition (DMD) e nella Laser Engineered Net Shape (LENS).

Tale processo si applica a metalli, ceramica e polimeri. Il materiale allo stato di polvere o sotto forma di filo viene fuso con un raggio laser o elettronico e mediante un ugello, movimentato da un braccio multi-asse, viene depositato sulla superficie desiderata sulla quale solidifica ottenendo la geometria finale. Figura 2.2 (f)

7. Laminazione

Processo produttivo usato nella tecnologia Laminated Object Manufactured (LOM).

Può essere applicato a materiali polimerici e metallici e consiste nel tagliare con un laser un sottile film di materiale seguendo la forma desiderata.

Si deposita il film sullo strato precedente e mediante un compattatore riscaldato viene pressato su di esso e contemporaneamente si attiva un adesivo termoindurente applicato sulla faccia inferiore del film che unisce i gli strati. Figura 2.2 (g)

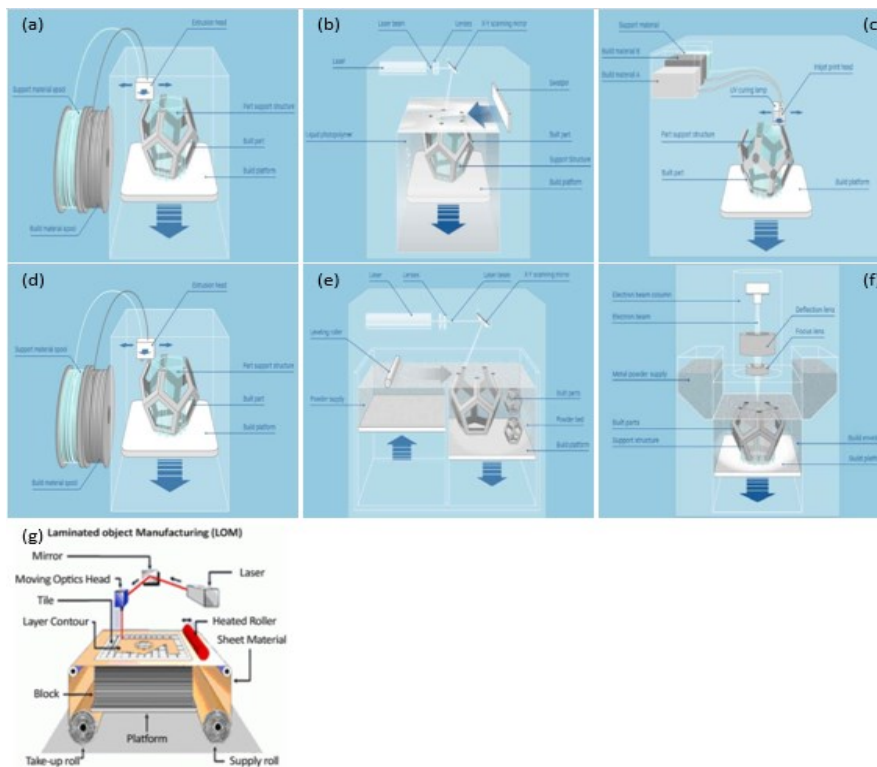


Figura 2.2 Processi produttivi di AM: Pannello (a) Estrusione; pannello (b) polimerizzazione; pannello (c) getto di materiale; pannello (d) getto di legante; pannello (e) letto di polveri; pannello (f) deposizione diretta di energia; (g) laminazione.

2.3 Materiali per l'Additive Manufacturing

Uno dei punti di forza dell'AM è quello di essere compatibile con un gran numero di materiali e quindi trovare vasti campi di applicazione.

Questa tecnologia infatti può essere usata per realizzare pezzi in metallo o in materiali polimerici in particolare termoplastiche. Inoltre è possibile realizzare anche oggetti in materiali ceramici e in vetro oltre che componenti in materiali biologici.

Come descritto in precedenza la differenza di materiale prevede l'utilizzo di tecnologie diverse ma tutte basate sullo stesso principio di produzione additiva.

2.4 Additive Manufacturing su metalli

2.4.1 Metalli utilizzati

La tecnologia di AM è molto apprezzata per la realizzazione di componenti metallici, trovando applicazione in tanti settori industriali; in particolare viene utilizzata per lavorare: acciai inossidabili, leghe di titanio, leghe di alluminio, superleghe a base nichel, leghe cobalto-cromo e i metalli preziosi.

In tabella 2.1 sono riportati i settori industriali nei quali vengono applicati i diversi materiali metallici. [26]

Materiale	Leghe di alluminio	Acciaio inossidabile	Titanio	Leghe Cromo-Cobalto	Superleghe di Nichel	Metalli preziosi
Aerospaziale	X	X	X	X	X	
Medico		X	X	X		X
Energetico		X				
Automobilistico	X	X	X			
Nautico		X	X		X	
Lavorabilità e saldabilità	X	X	X		X	
Resistenza a corrosione		X	X	X	X	
Resistenza ad alte temperature		X	X		X	
Strumenti e stampi		X				
Prodotti di consumo	X	X				X

Tabella 2.1 Settori industriali nei quali trovano applicazione i metalli lavorabili con Additive Manufacturing.

La materia prima può essere allo stato di polvere o più raramente filiforme ed è caratterizzata da: forma, composizione chimica e distribuzione dimensionale.

La qualità dei prodotti realizzati con tecnologia additiva è fortemente condizionato dalla qualità del materiale di partenza che influenza la microstruttura, la rugosità superficiale e la porosità dei pezzi realizzati.

La microstruttura dei pezzi realizzati con AM è caratterizzata da grani fini e quindi presenta una maggior resistenza, anche se caratterizzata da una struttura cristallina direzionata in direzione di stampa. Il difetto interno più pericoloso che si può avere con questa tecnologia è quello della formazione di porosità interne al pezzo, che determinano la formazione cricche che portano a rottura, quindi, la porosità causa una riduzione della vita a fatica. La rugosità superficiale oltre che in termini ergonomici estetici e di tipo di finitura superficiale è fondamentale in quanto un'elevata rugosità è indice di concentrazione di tensione che determinano rotture precoci. [26]

Processi post stampa possono contribuire a migliorare le proprietà microstrutturali del pezzo incrementando le proprietà di resistenza e durezza e ad eliminare le porosità residue. Il processo che consente di ottenere questi risultati è la HIP, la pressatura isostatica a caldo, che consistente in una combinazione di trattamento termico e carico applicato in modo tale che si inneschino fenomeni di deformazione plastica, scorrimento viscoso e saldatura a diffusione che consentono di eliminare le porosità.

Per ottenere una rugosità più bassa si vanno ad eseguire dei processi di pallinatura e lucidatura. La pallinatura è un processo che consiste in un martellamento superficiale eseguito a freddo mediante un violento getto di pallini sferici. La lucidatura avviene come abrasione controllata con prodotti a grana finissima che riducono la scabrezza superficiale. [22, 26]

2.4.2 Tecnologie applicate

Il materiale può essere polverizzato o filiforme, nel primo caso l'alimentazione avviene principalmente in due modi, o il letto di polveri o polveri soffiate, mentre nel secondo avviene per avanzamento di filo. Il materiale viene fuso mediante un raggio laser o con un fascio di elettroni. [27, 28]

I processi che vengono sfruttati nella produzione additiva di metalli sono: l'estrusione, la fusione a letto di polveri (PBF) e la deposizione di energia diretta (DED). [29, 30]

- Bound Metal Deposition (BMD)

È una tecnologia di produzione additiva basata sul processo di estrusione, che sfrutta il principio FDM. Questo processo è alimentato per avanzamento di filo, infatti l'estrusione è a base di filamenti di pasta di polvere metallica legata da leganti polimerici. Il processo è composto da una serie di passaggi riportati in figura 2.3. [31]

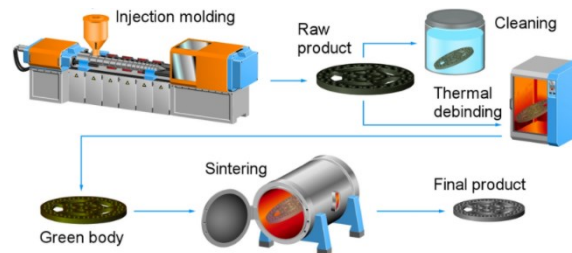


Figura 2.3 Processo produttivo per la realizzazione di un pezzo con tecnologia BMD, costituito dal processo di stampa 3D seguito da trattamenti di post processo per ottenere le caratteristiche del pezzo.

Il processo avviene spingendo il materiale filiforme attraverso il rullo di alimentazione che serve appunto ad alimentare il riscaldatore il quale fonde il materiale che arriva poi all'ugello, il quale deposita il materiale fuso secondo la geometria da ottenere, strato su strato, è interessante notare che il processo non richiede l'uso di fonti di energia quali raggi laser o fasci di elettroni e non impiega polveri metalliche, essendo applicabile pertanto in tutti i contesti lavorativi senza necessità di ricorrere a tecnologie particolarmente costose e senza la necessità di sistemi di sicurezza particolarmente sofisticati, tuttavia è applicabile a pezzi di modeste dimensioni. [32, 33] Figura 2.4 [34]

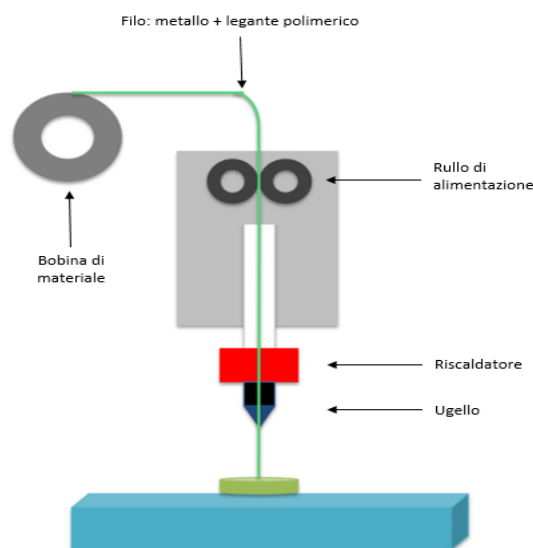


Figura 2.4 Processo di stampa 3D Bound Metal Deposition.

Il processo BMD a causa della composizione del materiale di partenza, che prevede la presenza di leganti polimerici genera un pezzo definito “green” che non è metallico a tutti gli effetti ma si presenta come aggregazione di polveri unite da una cera legante; è necessario pertanto sottoporre il pezzo a dei processi ulteriori che lo rendano effettivamente metallico. Il pezzo per prima cosa viene sottoposto ad un trattamento di debinding che consente di eliminare i leganti polimerici e può essere effettuato in due modi, o usando un solvente che li disciolga o con un trattamento termico che però necessita di raggiungere una temperatura di circa 400°C, per la loro eliminazione. Sarebbe bene che la temperatura sia mantenuta più bassa possibile in modo tale che non ci sia contaminazione della lega con ossigeno e carbonio. Dopo il debinding si esegue un trattamento termico di sinterizzazione che determina anche la formazione della microstruttura del materiale e quindi le proprietà meccaniche. La sinterizzazione deve avvenire in ambiente controllato evitando la contaminazione, in genere o in gas inerte o sottovuoto. È importante scegliere in modo accurato anche i parametri di sinterizzazione in quanto la velocità e la temperatura di trattamento oltre che i tempi di permanenza influenzano il risultato finale, nel dettaglio è necessario ottenere il giusto compromesso fra l’eliminazione della porosità, che consegue il compattamento per sinterizzazione e rappresenta il problema più grande, e la dimensione dei grani che aumenta all’aumentare dei tempi di permanenza. [32, 33, 35]

- **Powered Bed Fusion (PBF)**

È una tecnologia di produzione additiva basata sul processo di fusione a letto di polvere. In base al metodo di fusione troviamo due diverse tecnologie: la Laser Powered Bed Fusion (LPBF) in cui la fusione avviene con un raggio laser e l’Electron Beam Melting (EBM) in cui la fusione avviene per mezzo di un fascio di elettroni. [24]

La fabbricazione additiva mediante laser sfrutta l’energia del raggio laser per fondere il materiale, sotto forma di polveri, strato su strato in modo tale che venga ottenuto lo sviluppo tridimensionale del pezzo progettato con il CAD. In figura 2.5 (a) [36] è riportato lo schema del processo produttivo LPBF, che deve avvenire in ambiente controllato con gas inerte. Una barra spinge la polvere metallica dalla piattaforma dispensatrice alla piattaforma di fabbricazione, livellandola in modo tale che si formi il letto di polveri.

La piattaforma di fabbricazione viene riscaldata in modo tale che la polvere metallica

raggiunga una temperatura prossima a quella di fusione, quando la polvere ha raggiunto la temperatura giusta viene scansionata da un raggio laser che si muove seguendo la geometria indicata dallo slicing creando i vari strati il cui spessore è funzione della potenza del laser: se la potenza è maggiore il laser penetra di più e crea spessori maggiori riducendo i tempi di processo, e fornendo pezzi con densità elevata e quindi buone proprietà meccaniche ma dando una finitura superficiale più scadente rispetto ad un oggetto ottenuto con fusione mediante laser ad energia più bassa. [24, 38]

La tecnologia EBM sfrutta invece un fascio di elettroni per fondere il materiale. Il processo è riportato in figura 2.5 (b) [37], ed è applicabile a polveri metalliche pure in quanto è necessario che il materiale sia un conduttore elettrico che consenta il passaggio degli elettroni. Il processo avviene nel vuoto per favorire il movimento degli elettroni ed anche in questo caso è necessario preriscaldare le polveri per rendere il processo più efficiente. La polvere viene fusa in modo selettivo ma contrariamente alla tecnologia LPBF non è possibile scansionare la polvere ma è necessario direzionare il fascio di elettroni che però può essere diviso in più punti in modo tale che la fusione delle polveri metalliche avvenga in più zone contemporaneamente. Una volta che uno strato è completato viene distribuito un nuovo strato di polvere metallica e il ciclo si ripete fino ad ottenere la forma finale. [30, 37, 38]

Al termine dei processi di fabbricazione additiva a letto di polveri è necessario rimuovere l'eccesso di polvere. Sono richiesti inoltre supporti che consentano di evitare il collasso del materiale fuso, dissipino energia termica ed evitino le distorsioni, i supporti devono essere previsti fin dalla fase di progetto e vanno rimossi al termine del processo produttivo. Questa tecnologia consente di avere dei pezzi caratterizzati da un'elevata densità che conferisce loro ottime proprietà meccaniche. [24, 38]

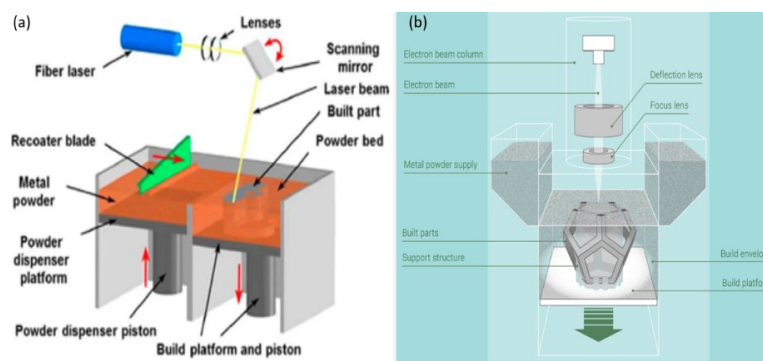


Figura 2.5 Tecnologie a letto di polveri, nel pannello (a) è riportato il principio di funzionamento della LPBF, mentre nel pannello (b) è riportato il funzionamento dell'EBM.

- Direct Energy Deposition (DED)

È una tecnologia di stampa 3D che può essere applicata al materiale in polvere o filiforme, il quale viene depositato e fuso localmente mediante una fonte di energia ad alta densità energetica: raggio laser, fascio di elettroni o arco elettrico.

Questo processo può essere applicato sia per realizzare pezzi che per eseguire riparazioni.

Le macchine che lavorano con questa tecnologia possono essere alimentate sia a polvere che a filo, ma non richiedono la formazione del letto di polveri. [39]

Il sistema di stampa additiva mediante tecnologia mostrato in figura 2.6 [40] viene alimentato mediante un ugello montato su un braccio multi assiale che deposita il materiale sulla base di fabbricazione o sul pezzo da riparare secondo la geometria indicata dal sistema di slicing, la base si sposta in modo tale che la zona dove è stato depositato il materiale venga investita dalla fonte di energia che fonde il materiale e una parte del substrato sul quale è depositato, in modo tale che ci sia l'unione del materiale depositato con quello solido dello strato sottostante. Questa procedura è eseguita ripetutamente fino a quando tutti gli strati non sono solidificati e il pezzo è completamente solido. [40, 41]

Il processo di fabbricazione additiva per deposizione di energia diretta avviene in atmosfera controllata per evitare la presenza di impurità nella fase di deposizione del materiale. La DED consente di ottenere pezzi dalla elevata finitura superficiale oltre che caratterizzati da una struttura ad altissima densità che determina qualità meccaniche ottime.

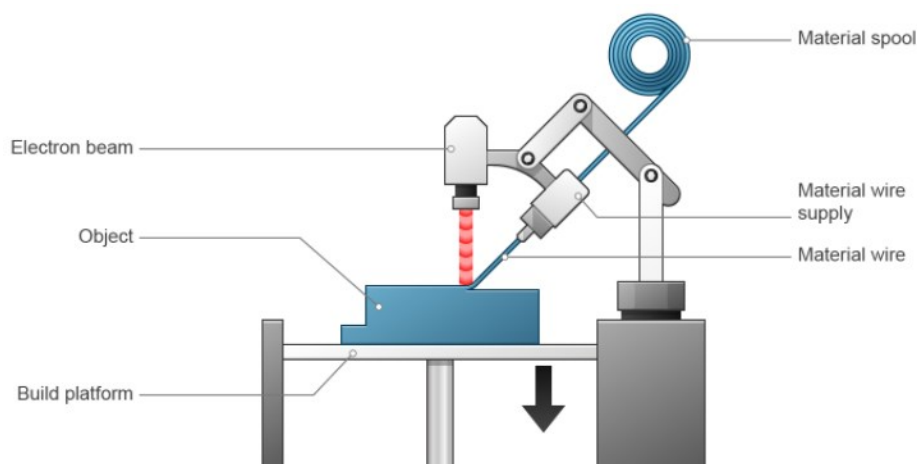


Figura 2.6 Processo di produzione additiva mediante sistema DED.

3 CREEP

Il creep è un fenomeno di deformazione plastica del materiale anche definito scorrimento viscoso, che si manifesta quando il materiale è sottoposto a una sollecitazione esterna costante ad elevata temperatura, l'analisi della risposta a creep di un materiale è pertanto importante ogni qual volta si sceglie il materiale per componenti destinati ad applicazioni ad alta temperatura e a sforzo costante, ad esempio nelle centrali termiche e negli impianti industriali, nei motori ad uso aeronautico ed automobilistico e tutti settori nei quali per aumentare l'efficienza è necessario aumentare la temperatura di esercizio. [42]

3.1 Cause ed effetti del creep

3.1.1 Cause del creep

Il creep si manifesta per carichi applicati in modo costante che possono avere un valore inferiore al carico di snervamento, ma portano comunque ad una deformazione plastica, quindi permanente, quando la temperatura di esercizio del materiale sollecitato da quel carico supera un valore minimo che, in base al tipo di materiale, è compreso fra il 30% e il 50% della temperatura assoluta di fusione.

Nella tabella 3.1 sono riportati i valori minimi di temperatura di esercizio al di sotto dei quali il creep non ha effetti rilevanti. [42]

Materiale	Alluminio	Titanio	Acciai bassolegati	Acciai inossidabili austenitici	Superleghe
Temperatura	0,54 T_f	0,30 T_f	0,36 T_f	0,49 T_f	0.56 T_f

Tabella 3.1 Temperature minime al di sotto delle quali il creep non ha effetti rilevanti, per vari tipi di metalli.

Il fenomeno si manifesta a causa della diffusione delle vacanze⁶ presenti nel reticolo cristallino del materiale che consente il movimento delle dislocazioni il quale ad alta temperatura diventa una sequenza di scorrimenti e salti. [42]

⁶ Una vacanza è un difetto, nella microstruttura del materiale, di tipo puntiforme che consiste nell'assenza nel reticolo cristallino di uno o più atomi.

3.1.2 Effetti del creep

Il creep può portare a rottura per una serie di concause dovute a vari fenomeni.

L'applicazione del carico unitamente alla temperatura innesca l'inizio della deformazione che può determinare la strizione di una sezione con conseguente frattura che porta alla rottura. Il creep può anche innescare la cavitazione, un fenomeno che riduce la sezione interna del campione e concorre a velocizzare la frattura.

Una tipica frattura che caratterizza il creep è quella che si manifesta all'estremità, non si evidenziano strizioni di sezione e la rottura è di tipo intergranulare a causa dello slittamento del bordo di grano. [42]

3.2 Curva del creep

L'analisi della risposta a creep di un materiale avviene sottoponendo un provino di quel materiale ad una sollecitazione di trazione costante all'interno di un ambiente a temperatura controllata con un sistema simile a quello riportato in figura 3.1. [43]

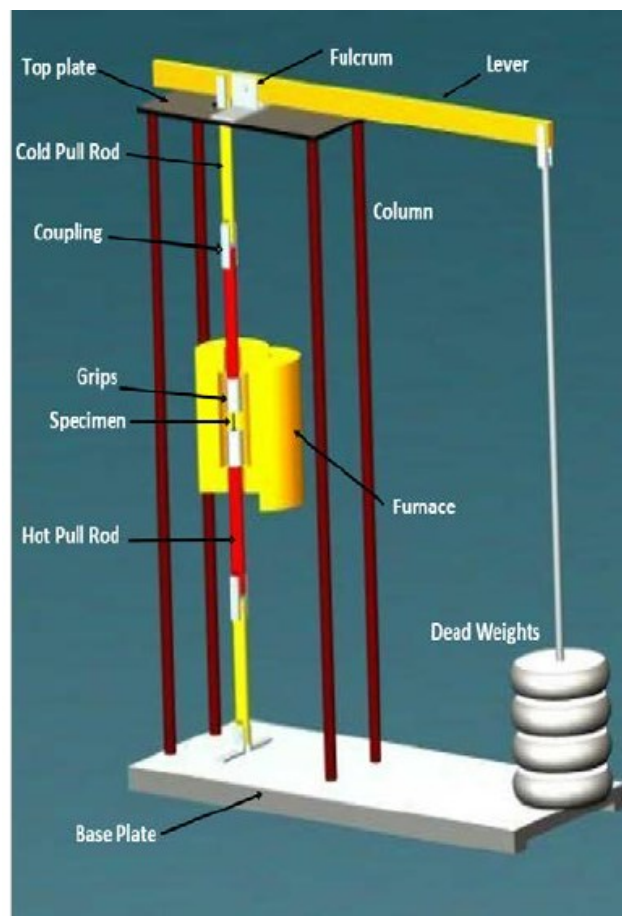


Figura 3.1 Macchina completa per la prova di creep.

La sollecitazione può essere di due tipi: a sforzo costante o a carico costante; la prova a sforzo costante da risultati più precisi ma richiede una variazione di carico in modo tale che lo sforzo si mantenga costante al variare della strizione della sezione trasversale data dalla deformazione; la prova a carico costante è più semplice da eseguire in quanto è sufficiente impostare la forza di trazione ma fornisce risultati non proprio accurati in quanto c'è un aumento della tensione effettiva durante la prova, tuttavia dal punto di vista dell'analisi dei risultati è anche più interessante della prova a sforzo costante in quanto nella maggior parte delle applicazioni reali il materiale si troverà ad operare in condizioni di carico costante e non di sforzo costante. [42]

3.2.1 Caratteristiche della curva

Dalla prova di creep su un materiale, eseguita su un provino normato simile a quello per la prova di trazione, dopo aver fissato i parametri di temperatura e carico, si ottiene una curva deformazione-tempo (ϵ - t), il cui andamento qualitativo è riportato nella figura 3.2 [44], e nel quale si definisce velocità di deformazione che è rappresentata dalla pendenza della curva e viene indicata con $\dot{\epsilon} = \frac{d\epsilon}{dt}$ e indica come procede lo scorrimento del materiale. [42, 44]

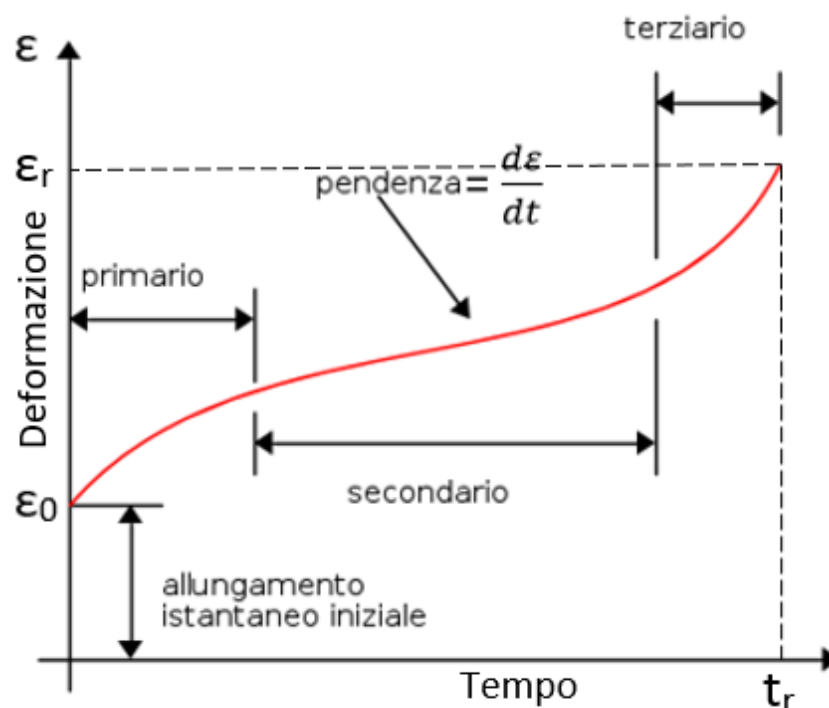


Figura 3.2 Curva qualitativa del creep che si riscontra nei metalli puri e nella maggior parte delle leghe.

Analizzando il grafico si può notare una deformazione iniziale istantanea pari ad ϵ_0 . Successivamente si possono notare tre cambi di pendenza che corrispondono a variazioni di velocità di creep e denotano la presenza di tre stadi di deformazione.

- I. Creep primario, la pendenza indica che la velocità di deformazione, $\frac{d\epsilon}{dt}$, decresce con il passare del tempo. In questa fase nella struttura del materiale si moltiplicano le dislocazioni che interagiscono sempre di più fra loro opponendosi alla deformazione e rendendola più difficile al passare del tempo. In questa fase c'è la prevalenza dell'effetto dell'incrudimento sull'effetto della temperatura. Questa fase è caratterizzata da una deformazione inizialmente elastica per poi entrare nel campo delle deformazioni plastiche.
- II. Il creep secondario si presenta come uno stadio stazionario la cui durata può variare. La pendenza è costante quindi anche la velocità di deformazione è costante e si definisce $\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_{SS}$. In questa fase c'è l'equilibrio fra i fenomeni rafforzativi dovuti alle dislocazioni che si moltiplicano e interagiscono fra di loro e fenomeni di addolcimento dati dal processo di ripristino che avvengono grazie ai fenomeni di tipo diffusivo.
- III. Il creep terziario è quello che porta alla rottura ed è caratterizzato dall'aumento della velocità di deformazione nel tempo. In questa fase si manifestano i danni microstrutturali: cavitazione e relativa crescita di queste cavità, la formazione di cricche e la strizione della sezione resistente che determinano un aumento dello sforzo effettivo che porta a rottura per scorrimento dei bordi di grano raggiungendo una deformazione ϵ_r , con un tempo di rottura t_r .

L'andamento è tipico di metalli puri e soluzioni solide sottoposte a creep, tuttavia si possono trovare dei casi particolari in cui il primario può essere inverso cioè in cui la velocità aumenta invece che diminuire col passare del tempo oppure si possono trovare materiali nei quali non sono presenti il creep primario e quello secondario. [42, 44]

3.2.2 Parametri del creep

Un parametro interessante dal punto di vista ingegneristico è la velocità di deformazione, $\dot{\epsilon}$, che caratterizza il creep secondario. La velocità di deformazione è importante perché è bene che il pezzo non arrivi a rottura a carichi non particolarmente

elevati, e ci indica l'andamento dello scorrimento del materiale. [44, 45]

È possibile correlare la velocità di deformazione alla tensione di prova applicando una relazione detta power law [42]:

$$\dot{\epsilon}_{SS} = A \left(\frac{b}{d} \right)^p \sigma^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$$

nella quale A è funzione del materiale, b è il vettore di Burgers⁷, d è la dimensione media dei grani, p è un coefficiente che per il creep da dislocazioni viene assunto pari a 0, σ è la tensione di deformazione ed n è un coefficiente che per i metalli puri vale 4-5.

Il parametro $\frac{Q}{RT}$ ha al suo interno Q che rappresenta l'energia di attivazione del creep⁸, la temperatura di esercizio T ed R che la costante universale dei gas.

Per analizzare la velocità di deformazione nel creep secondario si può costruire un grafico bilogarithmico della velocità di deformazione in funzione della tensione. Questo grafico sarà costituito da rette la cui pendenza è data dal valore n, ed aumenta all'aumentare della tensione.

Nel grafico in figura 3.3 è riportato l'andamento qualitativo del grafico, $\log(\dot{\epsilon})$ - $\log(\sigma)$, di una generica lega, che è caratterizzato dalla presenza di diverse zone. [42, 46, 47]

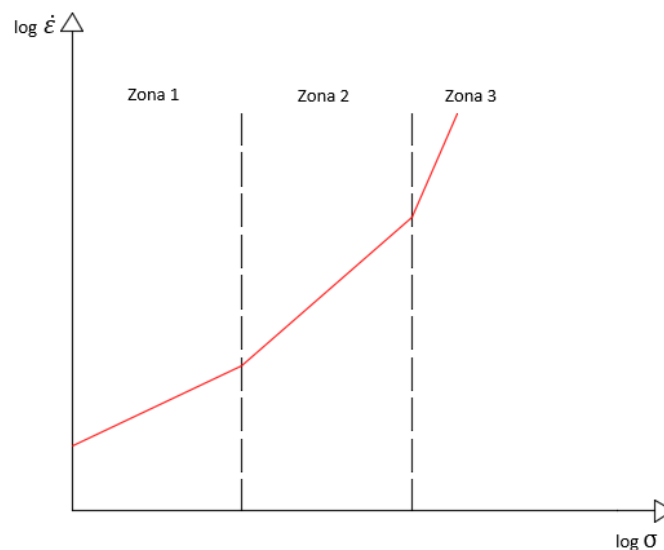


Figura 3.3 Grafico bi-logarithmico che rappresenta l'andamento qualitativo della curva $\log(\dot{\epsilon})$ - $\log(\sigma)$ di un metallo puro.

⁷ Il vettore di Burgers è un mezzo per caratterizzare l'orientazione e l'intensità di una dislocazione.

⁸ L'energia di attivazione del creep vale per i metalli puri quanto l'energia di attivazione del flusso di vacanze. In sostanza la diffusione delle vacanze consente il moto delle dislocazioni e provoca la deformazione da creep.

- Zona 1: a basse tensioni la pendenza è data da $n=1$ e la deformazione è dovuta a fenomeni diffusivi cioè le vacanze interne alla microstruttura si possono spostare all'interno dei grani (creep di Nabarro-Herring) o lungo i bordi di grano (creep di Coble).
- Zona 2: all'aumentare delle tensioni $n=4-5$ è un creep dato dal movimento e dall'interazione delle dislocazioni.
- Zona 3: è la zona del creep ad alte tensioni e velocità di deformazione tipica di un regime governato dalla power-law breakdown che determina l'incremento della pendenza cioè l'aumento dell'esponente $n>5$.

L'altro parametro importante per un progettista è il tempo di rottura a creep t_r , che consente di stimare la durata del materiale se sottoposto a creep.

Questo parametro può essere ricavato in modo diretto usando dei grafici bilogarithmici che caratterizzano un materiale a diverse temperature di creep e che riportano la tensione di rottura in funzione del tempo di rottura, figura 3.4. [42]

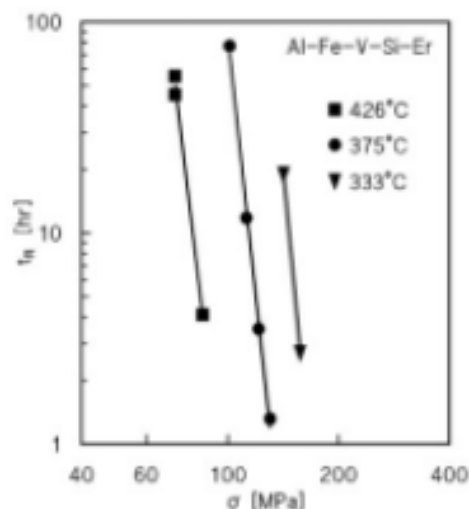


Figura 3.4 Dipendenza del tempo a rottura dalla sollecitazione applicata ad una lega Al-Fe-V-Si-Er per diverse temperature. [42]

Analizzando questo grafico il tempo di rottura si può ricavare in via analitica usando una relazione che lega la velocità di deformazione al tempo di rottura:

$$\dot{\epsilon} t_r = C_r$$

in cui C_r è una costante, questa relazione combinata con la power law consente di ottenere una relazione dalla quale ricavare il tempo di rottura:

$$t_r \propto \sigma^{-n} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right)$$

Nella maggior parte dei casi però i grafici sono disponibili solo per alcune temperature si ricorre pertanto ad approcci parametrici.

Le variabili in gioco sono tre: tempo, temperatura e tensione; è necessario quindi ridurre il problema a due sole variabili in modo tale che ci sia una sola dipendenza e pertanto si ricorre all'approccio parametrico di Larson-Miller. Questo approccio prevede che la relazione che lega il tempo di rottura alla tensione e alla temperatura possa essere scritta come:

$$t_r = B_0 \exp\left(\frac{Q(\sigma)}{RT}\right)$$

B_0 è una costante e la tensione viene inserita nell'energia di attivazione che pertanto non è più costante. Applicando il logaritmo ad entrambe i lati si può ottenere la seguente relazione che fornisce il parametro di Larson Miller:

$$LMP = T [C_{LM} + \log(t_r)] = \left(\frac{Q(\sigma)}{2,3 T}\right)$$

C_{LM} è una costante che per molti materiali assume un valore pari a 20.

A questo punto è possibile determinare una curva definita master curve che viene usata per determinare la tensione ammissibile per un dato materiale che garantisca la durata desiderata alla temperatura considerata, figura 3.5 [42].

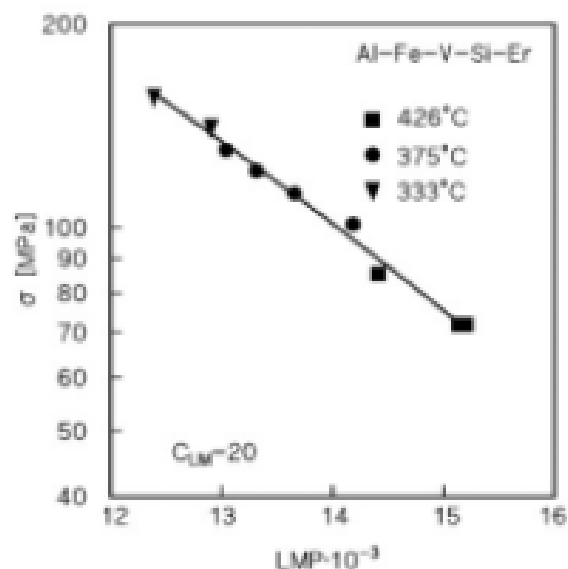


Figura 3.5 Parametro LMP per una lega Al-Fe-V-Si-Er. [42]

3.3 Conclusioni sul creep

La trattazione del creep fin qui effettuata riguarda metalli puri o soluzioni solide, per le leghe metalliche è molto più complicato ricavare la risposta a creep della lega. [42]

In generale per particolari applicazioni meccaniche è necessario innalzare la resistenza a creep di un materiale metallico e per questo si devono fare valutazioni di tipo fisico e microstrutturale: dal punto di vista della temperatura di fusione è utile usare un materiale della temperatura di fusione alta, che innalzi la temperatura di attivazione del creep, mentre dal punto di vista microstrutturale è bene avere grani grossolani che rallentano i fenomeni diffusivi lungo i bordi di grano ed è positiva la formazione di precipitati fini che si oppongono al movimento delle dislocazioni i precipitati non dovrebbero però disporsi lungo i bordi di grano dove potrebbero rappresentare un percorso preferenziale per le cricche. [42]

4 PROVE SPERIMENTALI

4.1 Materiale testato

Il materiale analizzato è l'acciaio inossidabile indurente per precipitazione 17-4 PH, ottenuto mediante tecnologia Bound Metal Deposition, cioè un processo di additive manufacturing di tipo estrusivo.

Nel dettaglio sono stati studiati: l'acciaio 17-4PH H900, cioè sottoposto ad un ciclo termico di solubilizzazione e successivo processo di invecchiamento a 480°C per un'ora e l'acciaio 17-4PH H1150 invecchiato a 595°C per 4 ore dopo il trattamento di solubilizzazione. Dell'acciaio 17-4PH H1150 sono stati analizzati due diversi lotti, che differenziano per la percentuale di riempimento, e indicati come "Dense", quello con percentuale di riempimento maggiore e "No Dense" quello con percentuale di riempimento minore. Dell'acciaio 17-4PH H900 è stato analizzato un solo lotto.

4.2 Prova di creep

La prova di resistenza a creep è stata eseguita mediante la macchina in figura 4.1.



Figura 4.1 Macchina per la prova di creep.

I provini per la prova di creep sono normati dalla norma UNI 5111 e possono avere sezione circolare che deve essere maggiore di 4 mm², o rettangolare con il rapporto fra i lati non deve superare 1:4 con il lato minore che deve essere lungo almeno 2 mm.

La prova è stata di tipo creep a rottura con carico costante, tutte le prove sono state eseguite a 480°C testando i campioni con diversi livelli di sollecitazione: 350MPa, 450 MPa, 500 MPa e 600MPa il 17-4PH H900, mentre a 350 MPa, 400 MPa e 480 MPa il 17-4PH H1150.

4.3 Campioni analizzati

4.3.1 Prelievo dei campioni

Il distacco dei campioni deve avvenire in modo tale che sia mantenuta inalterata la struttura del materiale. Esso avviene mediante l'utilizzo di troncatrici di precisione, che sono macchine universali per sezionare i campioni metallografici, figura 4.2. Queste macchine sono utilizzate per ottenere superfici di taglio piane e minimizzare l'asporto di materiale.



Figura 4.2 Troncatrici TR60 e TR60-70 utilizzate per il taglio di precisione dei campioni metallografici.

4.3.2 Preparazione dei campioni

I campioni prelevati vanno preparati in base al tipo di analisi che si deve eseguire, i campioni per la prova di durezza sono pronti per l'uso, mentre per la prova di microdurezza e per l'analisi dei vuoti vanno preparati in modo tale che possano essere maneggiati facilmente, si esegue pertanto l'inglobatura che avviene mediante resina fenolica nera per inglobature a caldo fatta plastificare in una pressa idraulica automatica, figura 4.3, che fornisce una forza di 25 kN ad una temperatura di 150°C; per l'intero periodo di polimerizzazione durante il quale la resina si indurisce intorno al campione.



Figura 4.3 Pressa, LaboPress-1, utilizzata per l'inglobatura dei campioni metallografici, con resina fenolica.

Nel processo di compattazione, figura 4.4, la resina e il provino sono scaldati fino alla temperatura di 150° in tal modo si abbia la polimerizzazione della resina che è di tipo

termoindurente. Il riscaldamento ($0-t_1$) dura circa 2 minuti durante i quali si ha una diminuzione della forza, quindi sarà necessario agire sul pistone della pressa affinché la forza resti costante a 25 kN. Raggiunta la temperatura richiesta, la forza resterà pressoché costante e saranno necessari altri 5 minuti per la compattazione (t_1-t_2). In seguito si raffredda il composto resina-campione facendo scorrere per circa 5 minuti l'acqua corrente in bobine avvolte sulla camera di alloggiamento del composto.

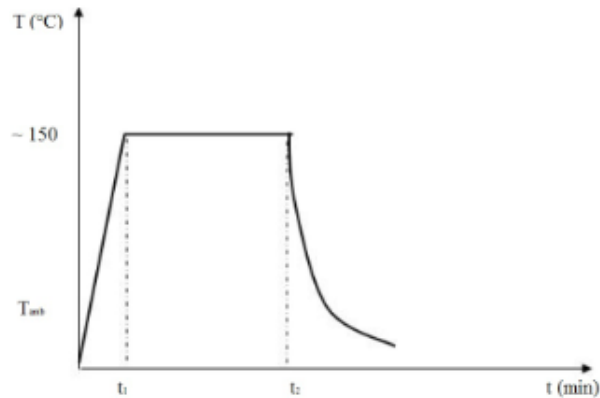


Figura 4.4 Processo di compattazione.

L'osservazione microstrutturale della superficie del campione avviene con un determinato ingrandimento il quale deve fornire un campo luminoso uniforme; per questo motivo è necessario che la superficie del campione sia piana e lucida. Per renderla tale si eseguono tre operazioni: spianatura, smerigliatura e lucidatura.

Con l'apparecchiatura in figura 4.5 si eseguono la spianatura e la smerigliatura.



Figura 4.5 Smerigliatrice a dischi orizzontali con flusso continuo di acqua, modello Struers LaboPol-21.

Sui dischi rotanti sono montate carte abrasive a grana progressivamente decrescente (che troviamo in commercio come N. 600, 1200, 2500, 4000). Durante la lavorazione si utilizza l'acqua corrente come lubrificante, tranne che per l'ultima passata, quella con la carta N. 4000, per la quale si utilizza il sapone per rendere lucida la superficie.

Passando da una carta all'altra si ruota il provino di 90° in modo tale che siano progressivamente eliminati i segni lasciati sul campione dalla carta precedente.

Mediante la lucidatrice in Figura 4.6 si effettua una lucidatura meccanica, impiegando come abrasivo la pasta diamantata (da $2,5\ \mu\text{m}$) che garantisce una lavorazione rapida, l'ottenimento di spigoli netti e non risente della disuniformità della durezza dei componenti; mentre come lubrificante viene utilizzato l'etanolo ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$).



Figura 4.6 Lucidatrice Struers Planopol-V.

L'ultima fase è quella di eseguire un attacco chimico della superficie lucidata in modo tale che i costituenti strutturali della lega vengano evidenziati in modo differente.

Il reattivo d'attacco chimico agisce sulla superficie lucidata in base alla differente reazione dei costituenti, per diversità di composizione, di orientamento e di stato, andando ad evidenziare la globale microstruttura della lega.

L'attacco è stato eseguito con una soluzione composta da 10 ml di acido acetico, 10 ml di acido nitrico e 15 ml di acido cloridrico; questa soluzione è stata distribuita su tutta la superficie del campione, precedentemente inglobato e lucidato, e lasciata agire per un tempo che va dai 10 ai 15 secondi. Successivamente il campione è stato lavato con alcool e asciugato con un getto d'aria.

4.4 Analisi effettuate

Sui campioni di materiale analizzato, sottoposto a creep sono state effettuate diverse analisi.

4.4.1 Analisi dei vuoti

Quando si verifica il fenomeno del creep solitamente la frattura si ha per la formazione di cricche a bordo dei grani che prendono il nome di vuoti da creep o alle giunzioni dei bordi di grano e prendono il nome di vuoti nei punti tripli.

È stato pertanto analizzata la sezione di frattura dei campioni mediante un microscopio ottico (MO) Leica, rovesciato, modello Reichert-Jung MeF3 a luce polarizzata con utilizzo del filtro γ , figura 4.7.



Figura 4.7 Microscopio ottico rovesciato Reichert-Jung MeF3.

Ricavate le immagini della sezione di rottura, dieci per ogni sezione di rottura sono state scelte le più rappresentative e con un software apposito è stata creata una tabella in cui riportare i vuoti, identificati con un numero progressivo, e la loro superficie in μm^2 .

L'analisi dei vuoti consiste nel determinare la percentuale dei vuoti sulla sezione di frattura, pertanto, per ogni immagine ricavata si calcola la percentuale dei vuoti e successivamente si calcola il valore medio della percentuale dei vuoti sull'intera sezione.

4.4.2 Prova di durezza

La prova di durezza del materiale è una prova non distruttiva che può essere effettuata seguendo diversi procedimenti. È stata eseguita una prova di durezza Rockwell C realizzata con un durometro da banco, figura 4.8, su cui è stato installato un penetratore di diamante, conico, con apertura 120° e raggio di raccordo 1 mm (penetratore di tipo C).



Figura 4.8 Durometro da banco per prova di durezza Rockwell/Brinell.

La prova consiste nell'applicare una forza sulla superficie di cui misurare la durezza in modo tale che il penetratore lasci un'impronta nel materiale, in particolare la forza si applica in due tempi, un carico iniziale e successivamente una forza addizionale, dopo di che si lascia questo carico applicato per un intervallo di tempo definito e infine si toglie il carico addizionale e si può leggere sul display il valore della durezza, che è stato valutato dalla macchina in base alla profondità dell'impronta lasciata dal penetratore.

Su ogni campione sono state eseguite diverse misurazioni e successivamente è stato calcolato il valor medio della durezza di ogni singolo campione con il calcolo del relativo errore di misura.

4.4.3 Prova di microdurezza

La prova di microdurezza consente di misurare la durezza dei singoli cristalli che compongono una lega, esistono vari metodi per la rilevazione della microdurezza.

Il metodo di misurazione scelto è il Vickers, effettuato mediante un microdurometro, figura 4.9, ed è caratterizzato dall'utilizzo di un penetratore in diamante con forma piramidale retta, a base quadrata, con angolo fra le facce opposte al vertice di $136^\circ \pm 0,5^\circ$.



Figura 4.9 Microdurometro per prova Vickers con carichi di prova applicati con sistema motorizzato.

Il valore della microdurezza Vickers, HV, si determina con l'equazione:

$$HV = 1,854 \times 10^6 \times \frac{0,102F}{d^2}$$

F è il carico di prova applicato ed è il parametro che viene impostato, insieme al tempo di applicazione del carico, mentre d rappresenta la media aritmetica delle diagonali

dell'impronta lasciata dal penetratore sul campione espressa in micrometri (μm), la misura delle singole diagonali avviene con un microscopio che consente di avere ingrandimenti pari o maggiori a 400x. Nel caso in esame è stata eseguita una prova con indice di confronto il valore della microdurezza, a parità di carico di prova con carico pari a 300 gf; applicato per 10 secondi.

Si può verificare un aumento della microdurezza al diminuire del carico di prova F ; questo fenomeno si ha quando il carico è molto piccolo ed è causato dal fatto che viene trascurata la deformazione elastica, nella realizzazione delle prove si tiene conto solo del comportamento plastico del materiale.

La prova Vickers per norma impone che la distanza minima fra le impronte debba essere 2,5 volte la diagonale delle impronte stesse; in tal modo la deformazione plastica causata dall'impronta non influisca sulle impronte vicine.

5 RISULTATI SPERIMENTALI

5.1 Risultati delle analisi su acciaio 17-4PH H900

5.1.1 Analisi dei vuoti

L'analisi dei vuoti è stata eseguita su due campioni sottoposti a creep a rottura con carico di 450MPa e di 600MPa, alla temperatura di 480°C.

La tabella 5.1 raccoglie i dati riassuntivi dell'analisi dei vuoti dell'acciaio 17-4PH H900 sottoposto a creep a rottura con carico di 450MPa.

Immagine	Σ aree vuoti (μm)	Area immagine (μm)	% vuoti
10x0,8	6294,26	202078,4156	3,1
20x0,8	4600,068	157934,1291	2,9
20x0,8 (3)	4230,086	105910,23	4,0
50x0,8	971,225	27269,833	3,6
50x0,8 (2)	668,581	26213,173	2,6
50x0,8 (3)	783,484	26123,517	3,0
PERCENTUALE MEDIA DEI VUOTI			3,2

Tabella 5.1 Valori riassuntivi dell'analisi dei vuoti 17-4PH H900 sottoposto a creep a 480°C con carico di 450MPa.

La tabella 5.2 raccoglie i dati riassuntivi dell'analisi dei vuoti dell'acciaio 17-4PH H900 sottoposto a creep a rottura con carico di 600MPa.

Immagine	Σ aree vuoti (μm)	Area immagine (μm)	% vuoti
10x0,8	9631,072	194454,2365	5,0
20x0,8	5724,473	132967,6995	4,3
20x0,8 (2)	5844,531	147573,0355	4,0
50x0,8	853,114	25692,933	3,3
50x0,8 (2)	817,335	21973,7564	3,7
50x0,8 (3)	1016,399	25938,396	3,9
PERCENTUALE MEDIA DEI VUOTI			4,0

Tabella 5.2 Valori riassuntivi dell'analisi dei vuoti 17-4PH H900 sottoposto a creep a 480°C con carico di 600 MPa.

5.1.2 Durezza

Le prove di durezza sono state eseguite su due campioni sottoposti a creep a rottura con carico di 450MPa e di 600MPa, alla temperatura di 480°C.

La tabella 5.3 riporta i valori ottenuti dalla prova di durezza Rockwell eseguita, con un carico di 150 kgf, sul campione sottoposto a creep a rottura con carico di 450 MPa.

Prova	1	2	3	4	5	6	Media	Dev.St.	HRC
Durezza Rockwell (HRC)	44	45	45	40	41	44	43,2	2,1	43,2±0,9

Tabella 5.3 Durezza Rockwell del campione di 17-4PH H900 sottoposto a creep a rottura con carico di 450 MPa.

La tabella 5.4 riporta i valori ottenuti dalla prova di durezza Rockwell eseguita, con un carico di 150 kgf, sul campione sottoposto a creep a rottura con carico di 600 MPa.

Prova	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	Media	Dev. St.	HRC
Durezza Rockwell (HRC)	40	41	40	41	41	40	38	39	42	41	41	40	40,3	1,2	40,3±0,3

Tabella 5.4 Durezza Rockwell del campione di 17-4PH H900 sottoposto a creep a rottura con carico di 600 MPa.

5.1.3 Microdurezza

Le prove di microdurezza sono state eseguite su due campioni sottoposti a creep a rottura con carico di 450MPa e di 600MPa, alla temperatura di 480°C.

La mappatura delle prove segue lo schema in figura 5.1.

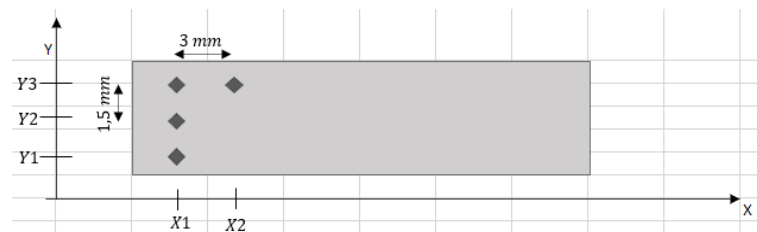


Figura 5.1 Schema per il posizionamento dei punti di misurazione della microdurezza.

I valori misurati sul campione sottoposto a creep con carico di 450 MPa sono riportati nella tabella 5.5.

Posizione	Y1	Y2	Y3	Media	Dev.Standard
X1	364	430	357	383,7	40,3
X2	403	394	370	389,0	17,1
X3	405	374	378	385,7	16,9
X4	395	389	395	393,0	3,5
X5	433	420	394	417,7	19,9

Tabella 5.5 Microdurezze misurate sul campione di 17-4PH H900 sottoposto a creep a rottura con carico 450 MPa.

La durezza media è $HV=393\pm 6$ e l'andamento della durezza lungo il campione è riportato ne grafico in figura 5.2.

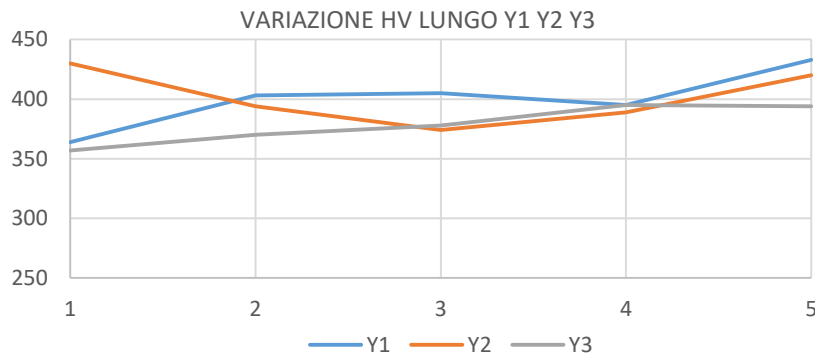


Figura 5.2 Andamento della microdurezza lungo le tre linee di analisi Y del campione 17-4PH H900 sottoposto a creep a rottura con carico 450 MPa.

L'andamento della microdurezza sulla superficie analizzata è riportato in figura 5.3.

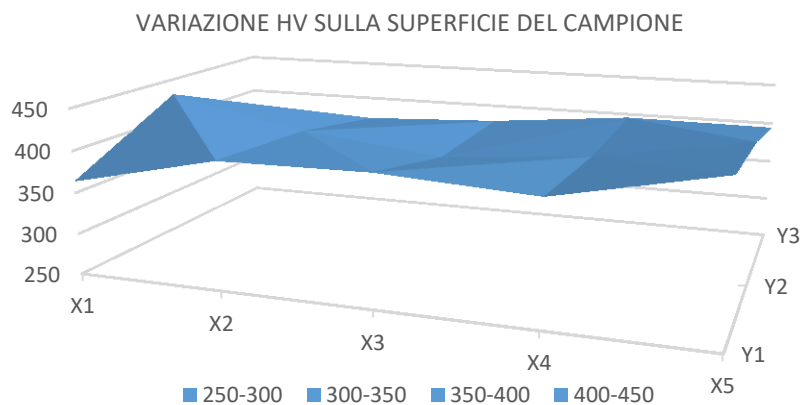


Figura 5.3 Andamento della microdurezza lungo superficie del campione di 17-4PH H900 sottoposto a creep a rottura con carico 450 MPa.

I valori misurati sul campione sottoposto a creep con carico di 600 MPa sono riportati nella tabella 5.6.

Posizione	Y1	Y2	Y3	Media	Dev.Standard
X1	389	374	389	384	8,7
X2	320	344	374	346	27,1
X3	388	409	380	392	15,0
X4	356	397	420	391	32,4
X5	427	388	403	406	19,7
X6	394	389	384	389	5,0

Tabella 5.6 Microdurezze misurate sul campione di 17-4PH H900 sottoposto a creep a rottura con carico 600 MPa.

La durezza media è $HV=385\pm 6$ e l'andamento della durezza lungo il campione è riportato nel grafico in figura 5.4.

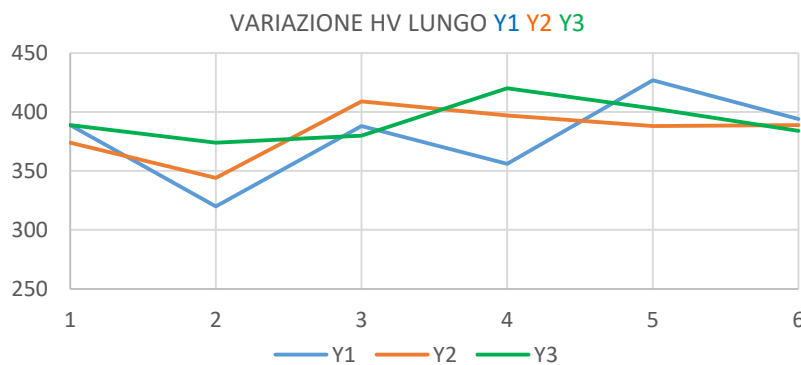


Figura 5.4 Andamento della microdurezza lungo le tre linee di analisi Y del campione di 17-4PH H900 sottoposto a creep a rottura con carico 600 MPa.

L'andamento della microdurezza sulla superficie analizzata è riportato in figura 5.5.

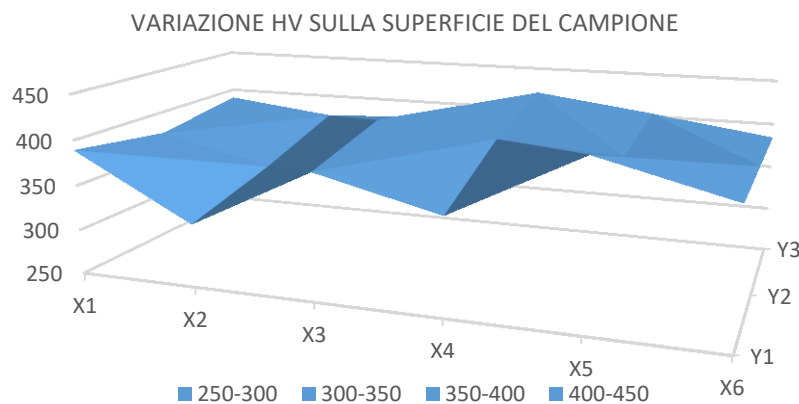


Figura 5.5 Andamento della microdurezza lungo la superficie del campione di 17-4PH H900 sottoposto a creep a rottura con carico 600 MPa.

5.2 Risultati delle analisi su acciaio 17-4PH H1150 “Dense”

5.2.1 Analisi dei vuoti

L'analisi dei vuoti è stata eseguita su tre campioni sottoposti a creep a rottura con carico di 350 MPa, 400 MPa e di 480 MPa, alla temperatura di 480°C.

La tabella 5.7 raccoglie i dati riassuntivi dell'analisi dei vuoti dell'acciaio 17-4PH H1150“Dense” sottoposto a creep a rottura con carico di 350MPa.

Immagine	Σ aree vuoti (μm)	Area immagine (μm)	% vuoti
20x1,25	1185,823	77850,3284	1,5
20x1,25 (2)	1072,02	81783,7887	1,3
20x1,25 (3)	1190,359	80379,144	1,5
20x1,25 (4)	1212,425	81254,7384	1,5
50x1,25	239,758	12817,6721	1,9
50x1,25 (2)	299,375	13846,5392	2,2
50x1,25 (3)	259,129	13294,1088	1,9
PERCENTUALE MEDIA DEI VUOTI			1,7

Tabella 5.7 Valori riassuntivi dell'analisi dei vuoti del 17-4PH H1150 “Dense” sottoposto a creep a 480°C con carico di 350 MPa.

La tabella 5.8 raccoglie i dati riassuntivi dell'analisi dei vuoti dell'acciaio 17-4PH H1150 “Dense” sottoposto a creep a rottura con carico di 400 MPa.

Immagine	Σ aree vuoti (μm)	Area immagine (μm)	% vuoti
20x1,25	1238,355	80379,144	1,5
20x1,25 (2)	905,915	61107,195	1,5
20x1,25 (3)	1023,255	66839,4754	1,5
20x1,25 (4)	8371,214	79974,1095	10,5
50x1,25	186,296	13118,7504	1,4
50x1,25 (2)	219,941	13059,6064	1,7
50x1,25 (3)	232,362	12968,3073	1,8
PERCENTUALE MEDIA DEI VUOTI			2,8

Tabella 5.8 Valori riassuntivi dell'analisi dei vuoti del 17-4PH H1150 “Dense” sottoposto a creep a 480°C con carico di 400 MPa.

La tabella 5.9 raccoglie i dati riassuntivi dell'analisi dei vuoti dell'acciaio 17-4PH H1150 “Dense” sottoposto a creep a rottura con carico di 480 MPa.

Immagine	Σ aree vuoti (μm)	Area immagine (μm)	% vuoti
10x1,25	64315,726	319975,4567	20,0
20x1,25	988,734	76597,3327	1,3
20x1,25 (2)	588,614	73335,4362	0,8
20x1,25 (3)	2588,101	81330,4448	3,2
50x1,25	121,762	12831,7317	0,9
50x1,25 (2)	232,952	13100,4808	1,8
50x1,25 (3)	284,263	13170,1248	2,2
PERCENTUALE MEDIA DEI VUOTI			4,3

Tabella 5.9 Valori riassuntivi dell'analisi dei vuoti del 17-4PH H1150 "Dense" sottoposto a creep a 480°C con carico di 480 MPa.

5.2.2 Durezza

Le prove di durezza sono state eseguite su tre campioni sottoposti a creep a rottura con carico di 350 MPa, 400 MPa e di 480 MPa, alla temperatura di 480°C.

La tabella 5.10 riporta i valori ottenuti dalla prova di durezza Rockwell eseguita, con un carico di 150 kgf, sul campione di materiale sottoposto a creep a rottura con carico di 350 MPa.

Prova	1	2	3	4	5	6	Media	Dev.St.	HRC
Durezza Rockwell (HRC)	33	34	36	34	31	31	33,17	1,9	33,2±0,8

Tabella 5.10 Durezza Rockwell del campione di 17-4PH H1150 "Dense" sottoposto a creep a rottura con carico di 350 MPa.

La tabella 5.11 riporta i valori ottenuti dalla prova di durezza Rockwell eseguita, con un carico di 150 kgf, sul campione di materiale sottoposto a creep a rottura con carico di 400 MPa.

Prova	1	2	3	4	Media	Dev.St.	HRC
Durezza Rockwell (HRC)	33	34	33	35	33,7	1,0	33,7±0,5

Tabella 5.11 Durezza Rockwell del campione di 17-4PH H1150 "Dense" sottoposto a creep a rottura con carico di 400 MPa.

La tabella 5.12 riporta i valori ottenuti dalla prova di durezza Rockwell eseguita, con un carico di 150 kgf, sul campione sottoposto a creep a rottura con carico di 480 MPa.

Prova	1	2	3	4	5	Media	Dev.St.	HRC
Durezza Rockwell (HRC)	29	29	27	30	27	28,4	1,3	28,4±0,6

Tabella 5.12 Durezza Rockwell del campione di 17-4PH H1150 "Dense" sottoposto a creep a rottura con carico di 480 MPa.

5.2.3 Microdurezza

Le prove di microdurezza sono state eseguite su tre campioni sottoposti a creep a rottura con carico di 350 MPa, 400 MPa e 480 MPa alla temperatura di 480°C.

La mappatura delle prove segue lo schema in figura 5.6.

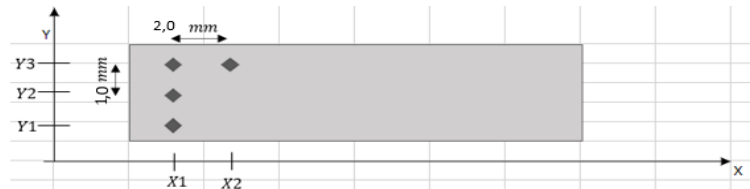


Figura 5.6 Schema per il posizionamento dei punti di misurazione della microdurezza.

I valori misurati sul campione sottoposto a creep con carico di 350 MPa sono riportati nella tabella 5.13.

Posizione	Y1	Y2	Y3	Media	Dev.Standard
X1	331	335	339	335	4,0
X2	348	339	335	340,7	6,7
X3	339	335	339	337,7	2,3
X4	335	335	339	336,3	2,3
X5	339	339	339	339	0
X6	339	343	343	341,7	2,3
X7	343	343	343	340,3	4,6
X8	335	339	339	337,7	2,3
X9	335	335	335	336,3	2,3

Tabella 5.13 Microdurezze misurate sul campione di 17-4PH H1150 “Dense” sottoposto a creep a rottura con carico 350 MPa.

La durezza media è $HV=338\pm 1$ e l’andamento della durezza lungo il campione è riportato nel grafico in figura 5.7.

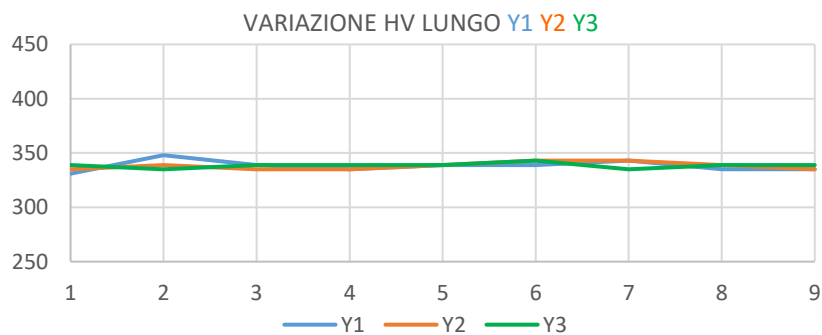


Figura 5.7 Andamento della microdurezza lungo le tre linee di analisi Y del campione di 17-4PH H1150 “Dense” sottoposto a creep a rottura con carico 350 MPa.

L'andamento della microdurezza sulla superficie analizzata è riportato in figura 5.8.

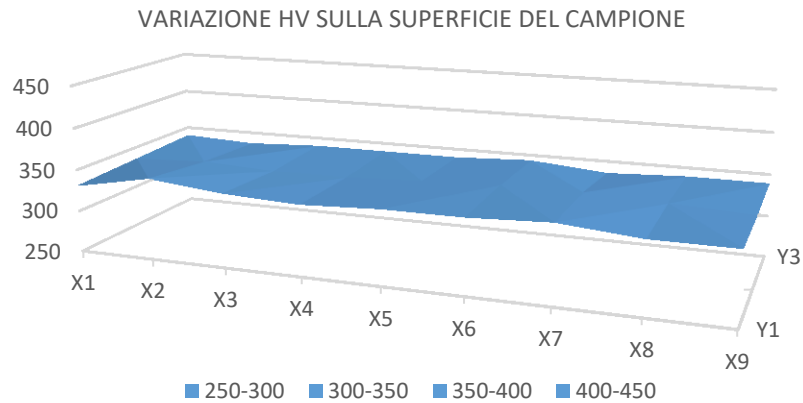


Figura 5.8 Andamento della microdurezza lungo la superficie del campione di 17-4PH H1150 “Dense” sottoposto a creep a rottura con carico 350 MPa.

I valori misurati sul campione sottoposto a creep con carico di 400 MPa sono riportati nella tabella 5.14.

Posizione	Y1	Y2	Y3	Media	Dev.Standard
X1	335	323	335	331	6,9
X2	323	323	323	323	0,0
X3	323	319	331	324,3	6,1
X4	323	327	327	325,7	2,3
X5	315	323	327	321,7	6,1
X6	323	331	312	322	9,5
X7	331	327	327	328,3	2,3
X8	331	319	312	320,7	9,6

Tabella 5.14 Microdurezze misurate sul campione di 17-4PH H1150 “Dense” sottoposto a creep a rottura con carico 400 MPa.

La durezza media è $HV=325\pm 1$ e l'andamento della durezza lungo il campione è riportato nel grafico in figura 5.9.

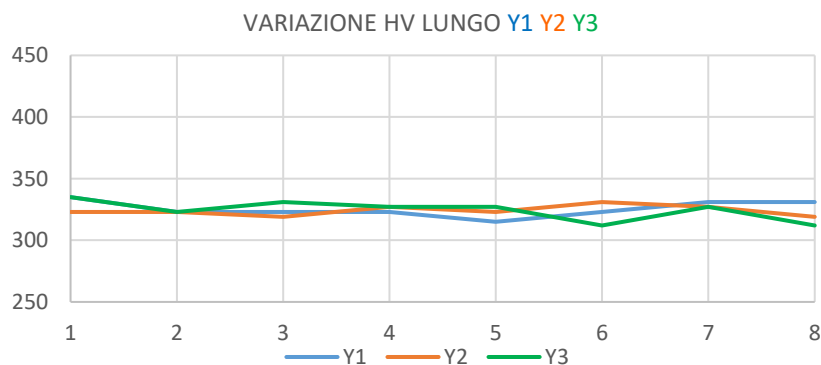


Figura 5.9 Andamento della microdurezza lungo le tre linee di analisi Y del campione di 17-4PH H1150 “Dense” sottoposto a creep a rottura con carico 400 MPa.

L'andamento della microdurezza sulla superficie analizzata è riportato in figura 5.10.

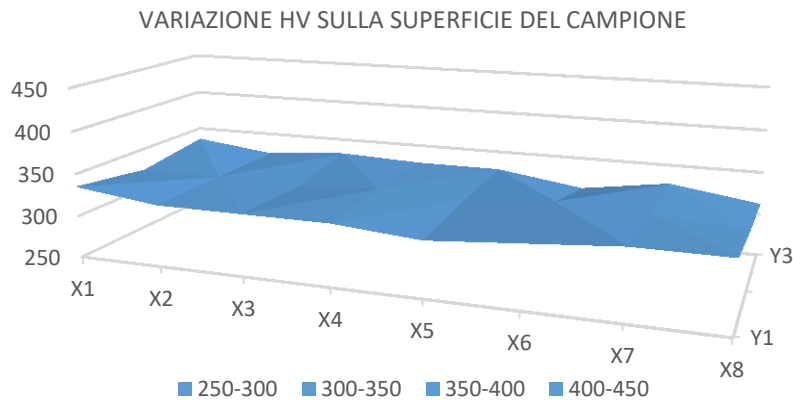


Figura 5.10 Andamento della microdurezza lungo la superficie del campione di 17-4PH H1150 “Dense” sottoposto a creep a rottura con carico 400 MPa.

I valori misurati sul campione sottoposto a creep con carico di 480 MPa sono riportati nella tabella 5.15.

Posizione	Y1	Y2	Y3	Media	Dev.Standard
X1	315	312	323	316,7	5,7
X2	319	308	315	314	5,6
X3	312	315	315	314	1,7
X4	319	315	312	315,3	3,5
X5	315	312	312	313	1,7
X6	312	319	312	314	4,0

Tabella 5.15 Microdurezze misurate sul campione di 17-4PH H1150 “Dense” sottoposto a creep a rottura con carico 480 MPa.

La durezza media è $HV=315\pm 1$ e l'andamento della durezza lungo il campione è riportato nel grafico in figura 5.11.

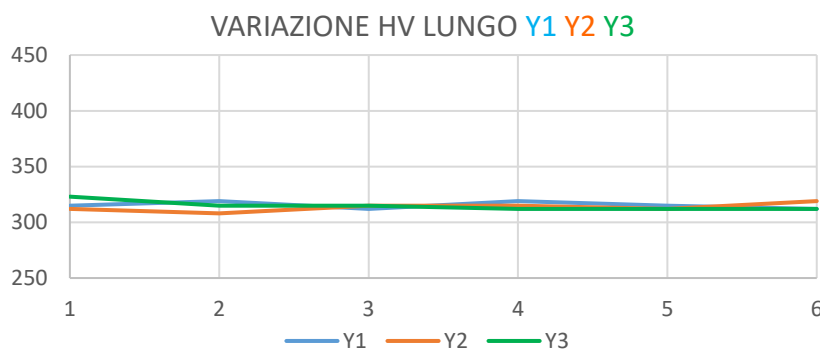


Figura 5.11 Andamento della microdurezza lungo le tre linee di analisi Y del campione di 17-4PH H1150 “Dense” sottoposto a creep a rottura con carico 480 MPa.

L'andamento della microdurezza sulla superficie analizzata è riportato in figura 5.12.

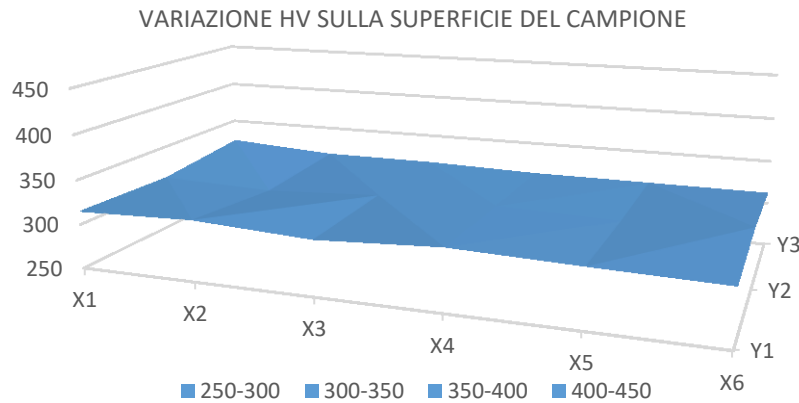


Figura 5.12 Andamento della microdurezza lungo la superficie del campione di 17-4PH H1150 “Dense” sottoposto a creep a rottura con carico 480 MPa.

5.3 Risultati delle analisi su acciaio 17-4PH H1150 “No Dense”

5.3.1 Analisi dei vuoti

L'analisi dei vuoti è stata eseguita su tre campioni sottoposti a creep a rottura con carico di 350 MPa, 400 MPa e di 480 MPa, alla temperatura di 480°C.

La tabella 5.16 raccoglie i dati riassuntivi dell'analisi dei vuoti dell'acciaio 17-4PH H1150 “No Dense” sottoposto a creep a rottura con carico di 350 MPa.

Immagine	\sum aree vuoti (μm)	Area immagine (μm)	% vuoti
10x0,8	38529,127	389750,0112	9,9
10x0,8 (2)	34220,721	411994,1228	8,3
10x0,8 (3)	18164,214	296666,304	6,1
20x1,25	6456,161	80856,3962	8,0
20x1,25 (2)	4443,135	84159,9882	5,3
20x1,25 (3)	4726,013	79575,048	5,9
20x1,25 (4)	2796,044	59392,575	4,7
PERCENTUALE MEDIA DEI VUOTI			6,9

Tabella 5.16 Valori riassuntivi dell'analisi dei vuoti del 17-4PH H1150 “No Dense” sottoposto a creep a 480°C con carico di 350 MPa.

La tabella 5.17 raccoglie i dati riassuntivi dell'analisi dei vuoti dell'acciaio 17-4PH H1150 "No Dense" sottoposto a creep a rottura con carico 400 MPa.

Immagine	Σ aree vuoti (μm)	Area immagine (μm)	% vuoti
10x0,8	26181,064	440978,4727	5,9
10x0,8 (2)	18463,859	357887,1771	5,2
10x0,8 (3)	18757,625	316580,0814	5,9
20x1,25	3353,126	81114,2097	4,1
20x1,25 (2)	3355,496	81678,7132	4,1
20x1,25 (3)	3147,678	75007,0296	4,2
20x1,25 (4)	3860,575	73839,3436	5,2
PERCENTUALE MEDIA DEI VUOTI			5.0

Tabella 5.17 Valori riassuntivi dell'analisi dei vuoti del 17-4PH H1150 "No Dense" sottoposto a creep a 480°C con carico di 400 MPa.

La tabella 5.18 raccoglie i dati riassuntivi dell'analisi dei vuoti dell'acciaio 17-4PH H1150 "No Dense" sottoposto a creep a rottura con carico 480 MPa.

Immagine	Σ aree vuoti (μm)	Area immagine (μm)	% vuoti
10x0,8	12908,335	424169,924	3,0
10x0,8 (2)	23996,373	502439,7987	4,8
10x0,8 (3)	15393,944	406581,0912	3,8
20x1,25	5134,839	81879,1138	6,3
20x1,25 (2)	3411,778	71153,8152	4,8
20x1,25 (3)	3640,063	75803,5593	4,
20x1,25 (4)	3080,115	77980,1648	4.0
PERCENTUALE MEDIA DEI VUOTI			4,5

Tabella 5.18 Valori riassuntivi dell'analisi dei vuoti del 17-4PH H1150 "No Dense" sottoposto a creep a 480°C con carico di 480 MPa.

5.3.2 Durezza

Le prove di durezza sono state eseguite su tre campioni sottoposti a creep a rottura con carico di 350 MPa, 400 MPa e di 480 MPa, alla temperatura di 480°C.

La tabella 5.19 riporta i valori ottenuti dalla prova di durezza Rockwell eseguita, con un carico di 150 kgf, sul campione sottoposto a creep a rottura con carico di 350 MPa.

Prova	1	2	3	4	5	Media	Dev.St	HRC
Durezza Rockwell (HRC)	33	33	32	31	31	32,0	1	32,0±0,4

Tabella 5.19 Durezza Rockwell del campione di 17-4PH H1150 “No Dense” sottoposto a creep a rottura a 480°C con carico di 350 MPa.

La tabella 5.20 riporta i valori ottenuti dalla prova di durezza Rockwell eseguita, con un carico di 150 kgf, sul campione sottoposto a creep a rottura con carico di 400 MPa.

Prova	1	2	3	4	5	Media	Dev.St	HRC
Durezza Rockwell (HRC)	25	30	28	26	27	27,2	1,92	27,2±0,9

Tabella 5.20 Durezza Rockwell del campione 17-4PH H1150 “No Dense” sottoposto a creep a rottura a 480°C con carico di 400 MPa.

La tabella 5.21 riporta i valori ottenuti dalla prova di durezza Rockwell eseguita, con un carico di 150 kgf, sul campione sottoposto a creep a rottura con carico di 480 MPa.

Prova	1	2	3	4	5	Media	Dev.St	HRC
Durezza Rockwell (HRC)	32	32	31	31	30	31,2	0,84	31,2±0,4

Tabella 5.21 Durezza Rockwell del campione 17-4PH H1150 “No Dense” sottoposto a creep a rottura a 480°C con carico di 480 MPa.

5.3.3 Microdurezza

Le prove di microdurezza sono state eseguite su tre campioni sottoposti a creep a rottura con carico di 350 MPa, 400 MPa e 480 MPa alla temperatura di 480°C.

La mappatura delle prove segue lo schema in figura 5.13.

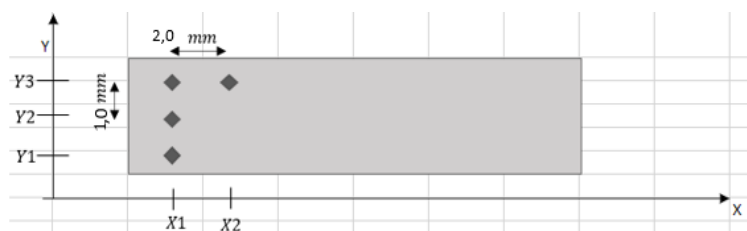


Figura 5.13 Schema per il posizionamento dei punti di misurazione della microdurezza.

In tabella 5.22 i valori misurati sul campione sottoposto a creep con carico di 350 MPa.

Posizione	Y1	Y2	Y3	Media	Dev.Standard
X1	291	291	291	291	0
X2	308	294	308	303,3	8,1
X3	294	284	301	293,0	8,5
X4	308	301	304	304,3	3,5
X5	291	297	304	297,3	6,5
X6	275	294	301	290,0	13,4
X7	281	297	278	285,3	10,2
X8	281	291	294	288,7	6,8
X9	294	278	297	289,7	10,2

Tabella 5.22 Microdurezze misurate sul campione 17-4PH H1150 “No Dense” sottoposto a creep a rottura a 480°C con carico 350 MPa.

La durezza media è $HV=294\pm 2$ e l’andamento della durezza lungo il campione è riportato nel grafico in figura 5.14.

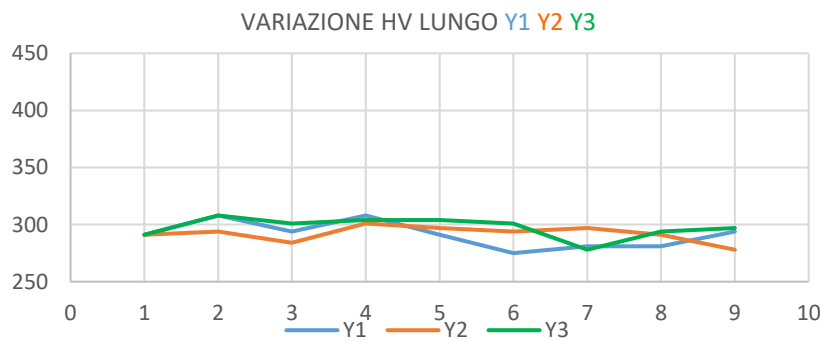


Figura 5.14 Andamento della microdurezza lungo le tre linee di analisi Y del campione di 17-4PH H1150 “No Dense” sottoposto a creep a rottura a 480°C con carico 350 MPa.

L’andamento della microdurezza sulla superficie analizzata è riportato in figura 5.15.

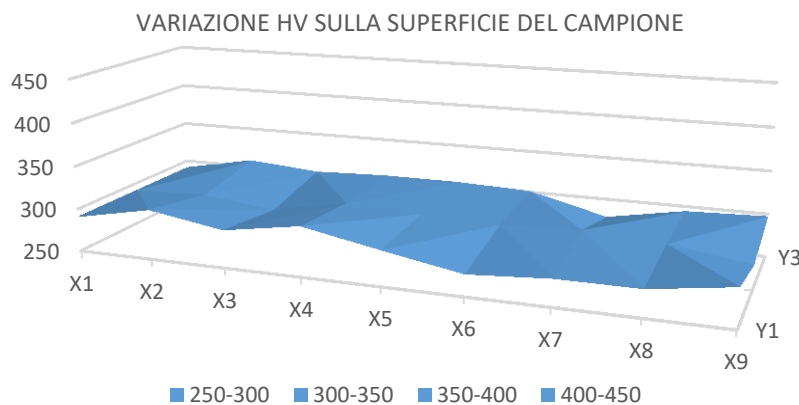


Figura 5.15 Andamento della microdurezza lungo la superficie del campione di 17-4PH H1150 “No Dense” sottoposto a creep a rottura a 480°C con carico 350 MPa.

I valori misurati sul campione sottoposto a creep con carico di 400 MPa sono riportati nella tabella 5.23.

Posizione	Y1	Y2	Y3	Media	Dev.Standard
X1	297	308	281	295,3	13,6
X2	294	287	287	289,3	4,0
X3	287	281	291	286,3	5,0
X4	294	272	291	285,7	11,9
X5	297	297	281	291,7	9,2
X6	284	291	281	285,3	5,1
X7	294	291	275	286,7	10,2
X8	301	281	308	296,7	14,0
X9	301	291	287	293,0	7,2
X10	301	297	291	296,3	5,0
X11	294	297	297	296,0	1,7

Tabella 5.23 Microdurezze misurate sul campione di 17-4PH H1150 “No Dense” sottoposto a creep a rottura a 480°C con carico 400 MPa.

La durezza media è $HV=291\pm 1$ e l’andamento della durezza lungo il campione è riportato nel grafico in figura 5.16.

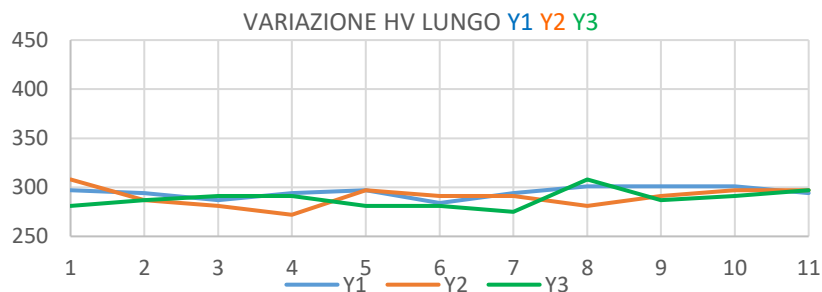


Figura 5.16 Andamento della microdurezza lungo le tre linee di analisi Y del campione di 17-4PH H1150 “No Dense” sottoposto a creep a rottura a 480°C con carico 400 MPa.

L’andamento della microdurezza sulla superficie analizzata è riportato in figura 5.17.

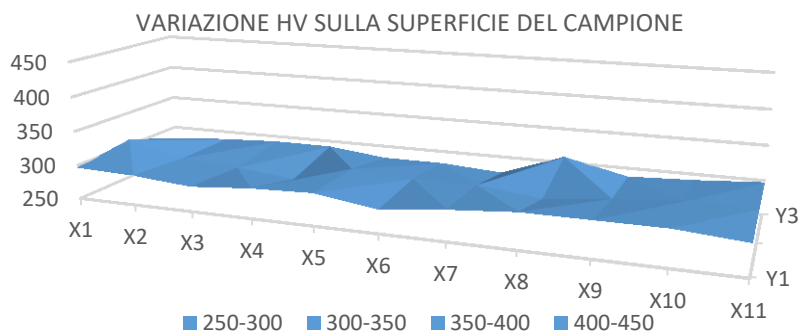


Figura 5.17 Andamento della microdurezza lungo la superficie del campione di 17-4PH H1150 “No Dense” sottoposto a creep a rottura a 480°C con carico 400 MPa.

I valori misurati sul campione sottoposto a creep con carico di 480 MPa sono riportati nella tabella 5.24.

Posizione	Y1	Y2	Y3	Media	Dev.Standard
X1	308	278	294	293,3	15,0
X2	291	297	301	296,3	5,0
X3	304	297	287	296,0	8,5
X4	284	301	301	295,3	9,8
X5	308	308	287	301,0	12,1
X6	297	297	301	298,3	2,3
X7	294	291	308	297,7	9,1
X8	281	281	301	287,7	11,5

Tabella 5.24 Microdurezze misurate sul campione di 17-4PH H1150 “No Dense” sottoposto a creep a rottura a 480°C con carico 480 MPa.

La durezza media è $HV=296\pm 2$ e l’andamento della durezza lungo il campione è riportato nel grafico in figura 5.18.

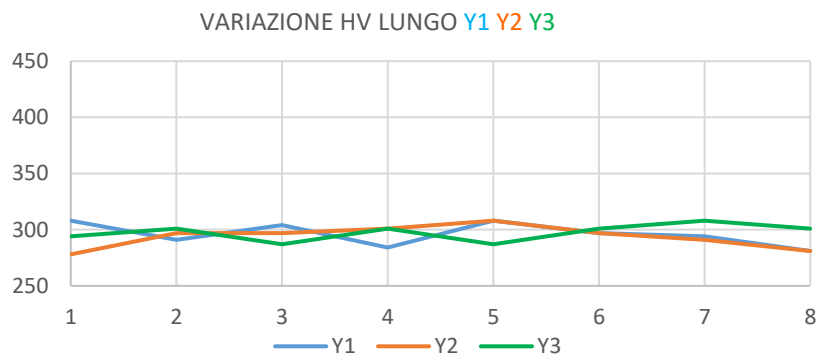


Figura 5.18 Andamento della microdurezza lungo le tre linee di analisi Y del campione di 17-4PH H1150 “No Dense” sottoposto a creep a rottura a 480°C con carico 480 MPa.

L’andamento della microdurezza sulla superficie analizzata è riportato in figura 5.19.

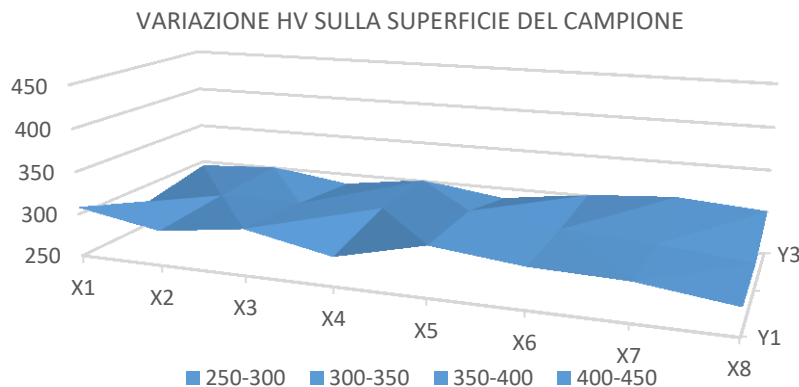


Figura 5.19 Andamento della microdurezza lungo la superficie del campione di 17-4PH H1150 “No Dense” sottoposto a creep a rottura a 480°C con carico 480 MPa.

5.4 Riepilogo risultati

In questo paragrafo sono riportati in modo sintetico i risultati ottenuti dalle analisi effettuate sui campioni di materiale analizzati.

17-4PH H900

Carico (a 480°)	Vuoti (%)	Durezza (HRC)	Microdurezza (HV)
450 MPa	3,2	43,2±0,9	393±6
600 MPa	4,0	40,3±0,3	385±6

Tabella 5.25 Riepilogo dei risultati delle analisi sull'acciaio 17-4PH H900 sottoposto a creep a rottura a 480°C con carichi diversi.

17-4PH H1150 “Dense”

Carico (a 480°)	Vuoti (%)	Durezza (HRC)	Microdurezza (HV)
350 MPa	1,7	33,2±0,8	338±1
400 MPa	2,8	33,7±0,5	325±1
480 MPa	4,3	28,4±0,6	315±1

Tabella 5.26 Riepilogo dei risultati delle analisi sull'acciaio 17-4PH H1150 “Dense” sottoposto a creep a rottura a 480°C con carichi diversi.

17-4PH H1150 “No Dense”

Carico (a 480°)	Vuoti (%)	Durezza (HRC)	Microdurezza (HV)
350 MPa	6,9	32,0±0,4	294±2
400 MPa	5,0	27,2±0,9	291±1
480 MPa	4,5	31,2±0,4	296±2

Tabella 5.27 Riepilogo dei risultati delle analisi sull'acciaio 17-4PH 1150 “No Dense” sottoposto a creep a rottura a 480°C con carichi diversi.

5.5 Analisi del creep

In questo paragrafo vengono riportati i parametri più significativi ricavati dalla prova a creep, nel dettaglio per i tre materiali analizzati si hanno: le curve del creep, la minima velocità di deformazione, $\dot{\epsilon}_{SS}$, il tempo di rottura t_r , e i grafici su scala bi-logaritmica carico-tempo a rottura ($\sigma-t_r$) e carico-minima velocità di deformazione ($\sigma-\dot{\epsilon}_{SS}$), dal quale è possibile ricavare l'esponente della deformazione n .

5.5.1 Acciaio 17-4PH H900

Le curve del creep, deformazione vera-tempo, riportate in figura 5.20 sono state ottenute sottoponendo il campione di materiale alla prova di creep a 480°C per con

carichi di: 350 MPa figura 5.20 (a), 450 MPa figura 5.20 (b), 500 MPa figura 5.20 (c), 600 MPa figura 5.20 (d).

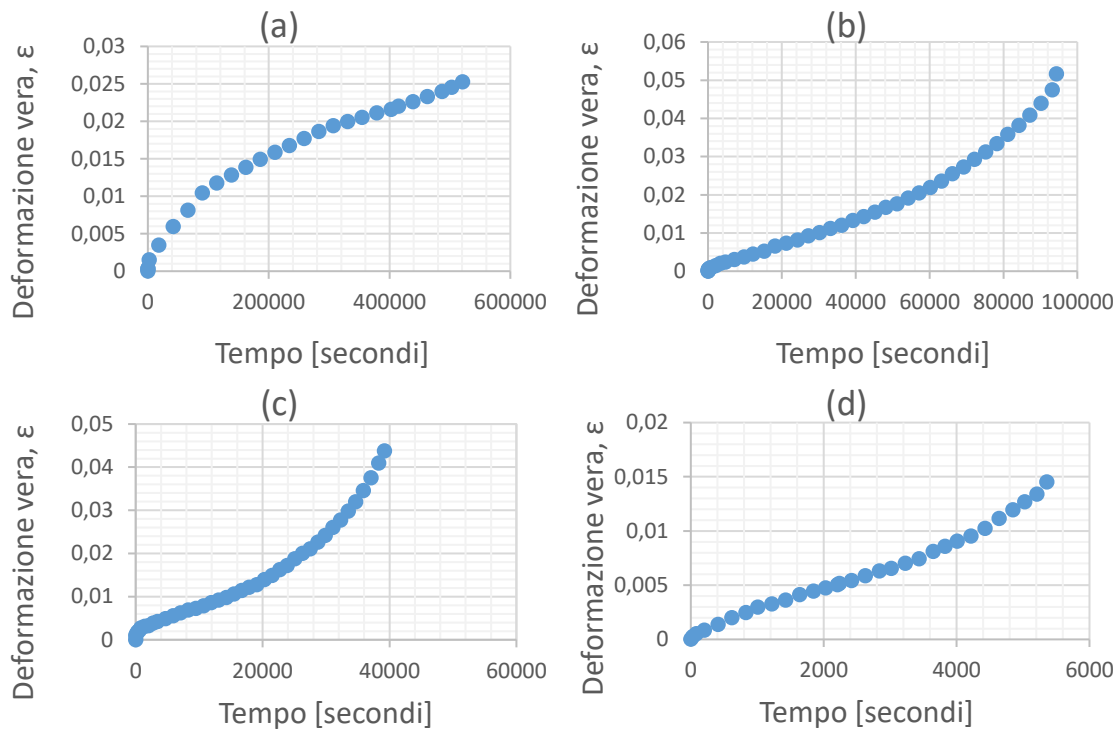


Figura 5.20 Curve di deformazione a creep dell'acciaio 17-4PH H900, a 480°C per diversi carichi: (a) 350MPa, (b) 450MPa, (c) 500MPa, (d) 600MPa.

I parametri che caratterizzano il materiale a creep: il tempo a rottura del materiale a seguito della prova di creep, t_r , che viene determinato direttamente dal grafico e trasformato in ore; e la minima velocità di deformazione, $\dot{\epsilon}_{SS}$, di ogni prova valutando il tratto della curva, deformazione vera-tempo, caratterizzato dalla minima pendenza e determinando il coefficiente angolare della retta passante per quel tratto, un esempio del metodo per determinarla viene riportato nel grafico in figura 5.21 ed è relativo alla prova di rottura a creep con carico di 350MPa nella quale la minima pendenza è stata individuata per il tratto fra 300000 e 400000 secondi e la minima velocità di deformazione è rappresentata dal coefficiente angolare della retta e vale 2×10^{-8} .

I valori ottenuti sono riportati nella tabella 5.28.

Carico di prova (a 480°C)	350 MPa	450 MPa	500 MPa	600 MPa
t_r (Ore)	Non disponibile	26,2	10,9	1,5
$\dot{\epsilon}_{SS}$ (1/s)	2×10^{-8}	3×10^{-7}	4×10^{-7}	2×10^{-6}

Tabella 5.28 Tempi di rottura e velocità minime di deformazione ricavate dalle prove di rottura a creep a 480°C sull'acciaio 17-4PH H900 per diversi carichi.

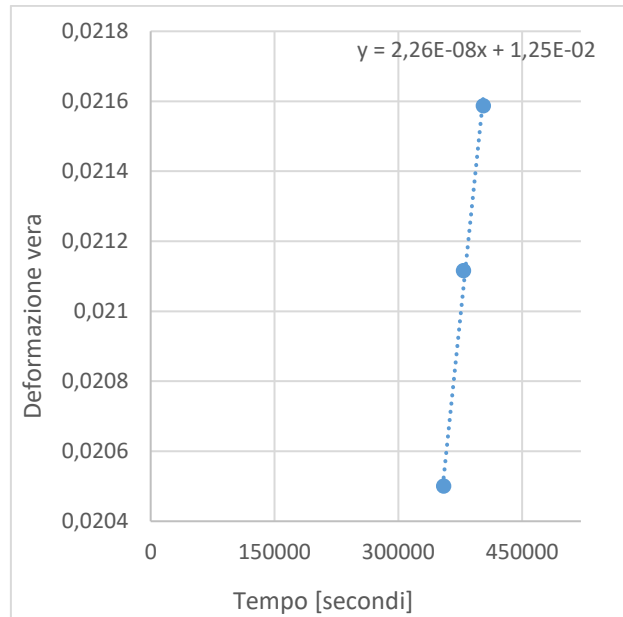


Figura 5.21 Grafico per determinare la minima velocità di deformazione per la prova di creep su 17-4PH H900 con carico di 350MPa

5.5.2 Acciaio 17-4PH H1150 Dense

Le curve del creep, deformazione vera-tempo, riportate in figura 5.22 sono state ottenute sottoponendo il campione di materiale alla prova di creep a 480°C per con carichi di: 350 MPa figura 5.22 (a), 400 MPa figura 5.22 (b), 480 MPa figura 5.22 (c).

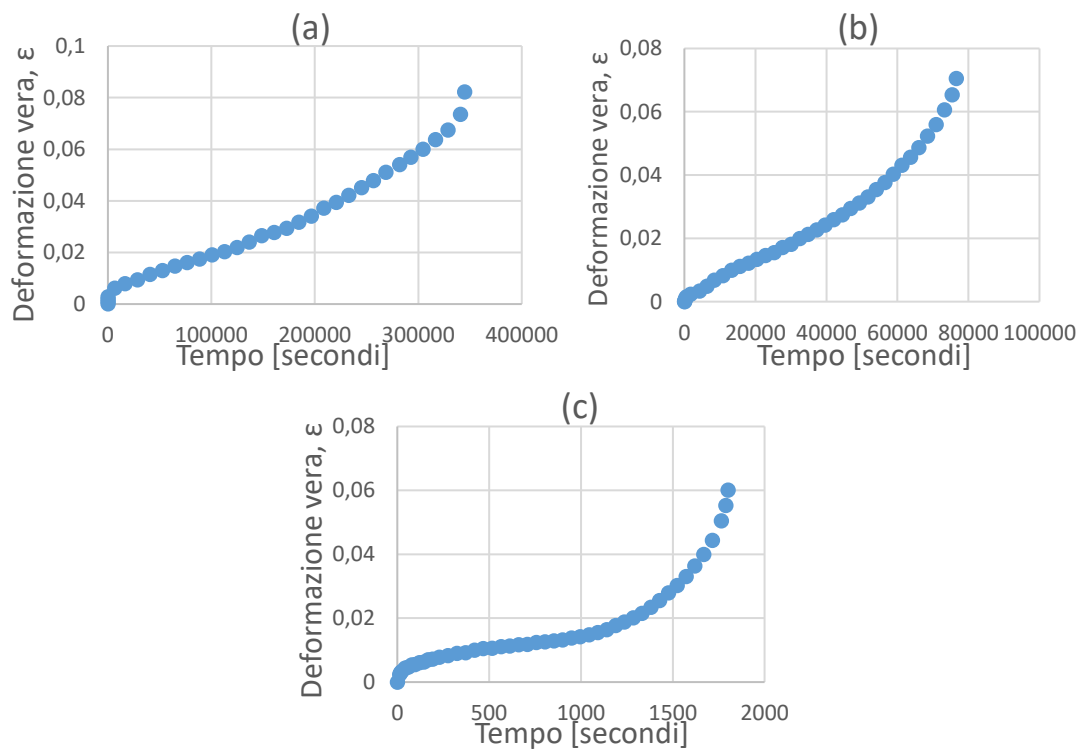


Figura 5.22 Curve di deformazione a creep dell'acciaio 17-4PH H1150 "Dense", a 480°C per diversi carichi: (a) 350MPa, (b) 400MPa, (c) 480MPa.

Il tempo a rottura del materiale a seguito della prova di creep, t_r , viene determinato direttamente dal grafico e trasformato in ore; mentre la minima velocità di deformazione, $\dot{\epsilon}_{SS}$, di ogni prova valutando il tratto della curva, deformazione vera-tempo, caratterizzato dalla minima pendenza e determinando il coefficiente angolare della retta passante per quel tratto i valori ottenuti sono riportati nella tabella 5.29.

Carico di prova (a 480°C)	350 MPa	400 MPa	480 MPa
t_r (Ore)	95,8	21,3	0,5
$\dot{\epsilon}_{SS}$ (1/s)	1×10^{-7}	4×10^{-7}	5×10^{-6}

Tabella 5.29 Tempi di rottura e velocità minime di deformazione ricavate dalla prove di rottura a creep a 480°C sull'acciaio 17-4PH H1150 "Dense" per diversi carichi.

5.5.3 Acciaio 17-4PH H1150 No Dense

Le curve del creep, deformazione vera-tempo, riportate in figura 5.23 sono state ottenute sottoponendo il campione di materiale alla prova di creep a 480°C per con carichi di: 350 MPa figura 5.23 (a), 400 MPa figura 5.23 (b), 480 MPa figura 5.23 (c).

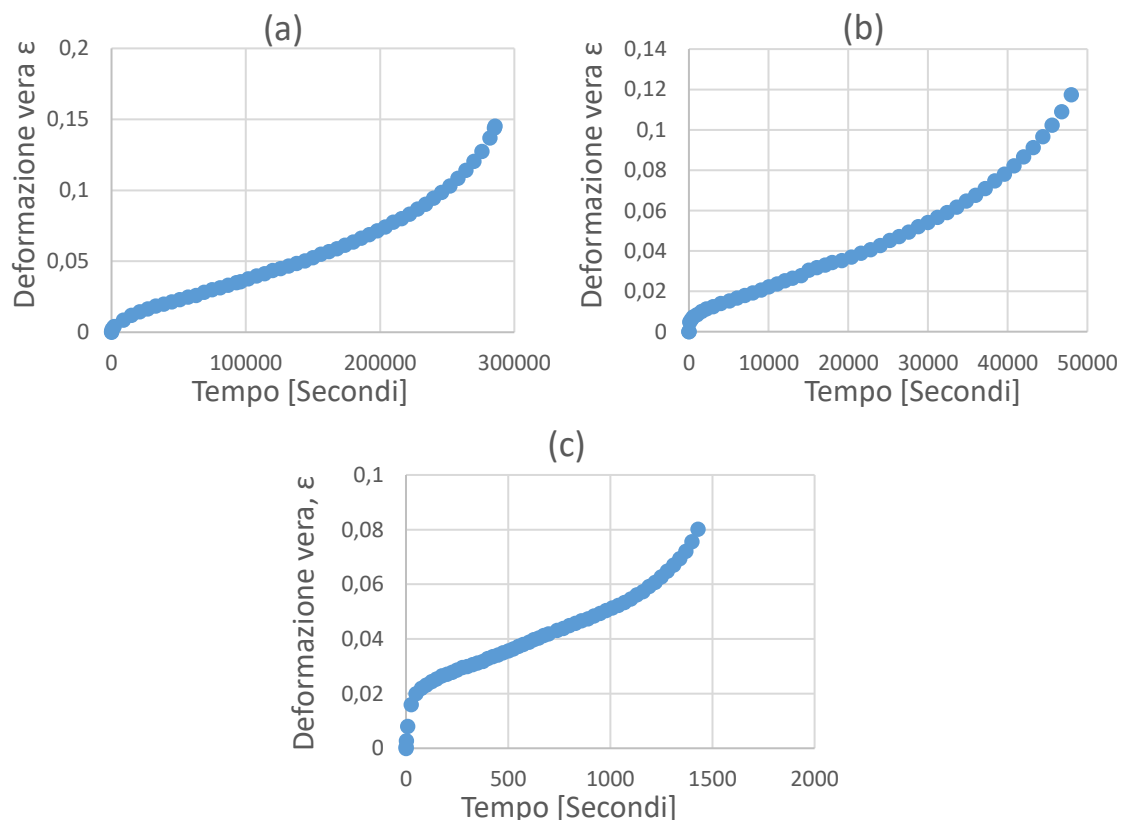


Figura 5.23 Curve di deformazione a creep dell'acciaio 17-4PH H1150 "No Dense" sottoposti a creep a 480° a diversi livelli di carico: (a) 350MPa, (b) 400MPa, (c) 480MPa.

Il tempo a rottura del materiale a seguito della prova di creep, t_r , viene determinato direttamente dal grafico e trasformato in ore, mentre la minima velocità di deformazione, $\dot{\epsilon}_{SS}$, di ogni prova valutando il tratto della curva, deformazione vera-tempo, caratterizzato dalla minima pendenza e determinando il coefficiente angolare della retta passante per quel tratto i valori ottenuti sono riportati nella tabella 5.30.

Carico di prova (a 480°C)	350 MPa	400 MPa	480 MPa
t_r (Ore)	79,3	13,3	0,4
$\dot{\epsilon}_{SS}$ (1/s)	2×10^{-7}	1×10^{-6}	2×10^{-5}

Tabella 5.30 Tempi di rottura e velocità minime di deformazione ricavate dalla prove di rottura a creep a 480°C sull'acciaio 17-4PH H1150 "No Dense" per diversi carichi.

5.6 Riepilogo risultati creep

In questo paragrafo si riportano i risultati delle prove di creep sui tre materiali testati, in modo tale che possano essere confrontati.

Le curve di creep relative ai materiali testati, al variare dei carichi vengono riportate in figura 5.24 l'acciaio 17-4PH H900, figura 5.25 l'acciaio 17-4PH H1150 "Dense", figura 5.26 l'acciaio 17-4PH H1150 "No Dense".

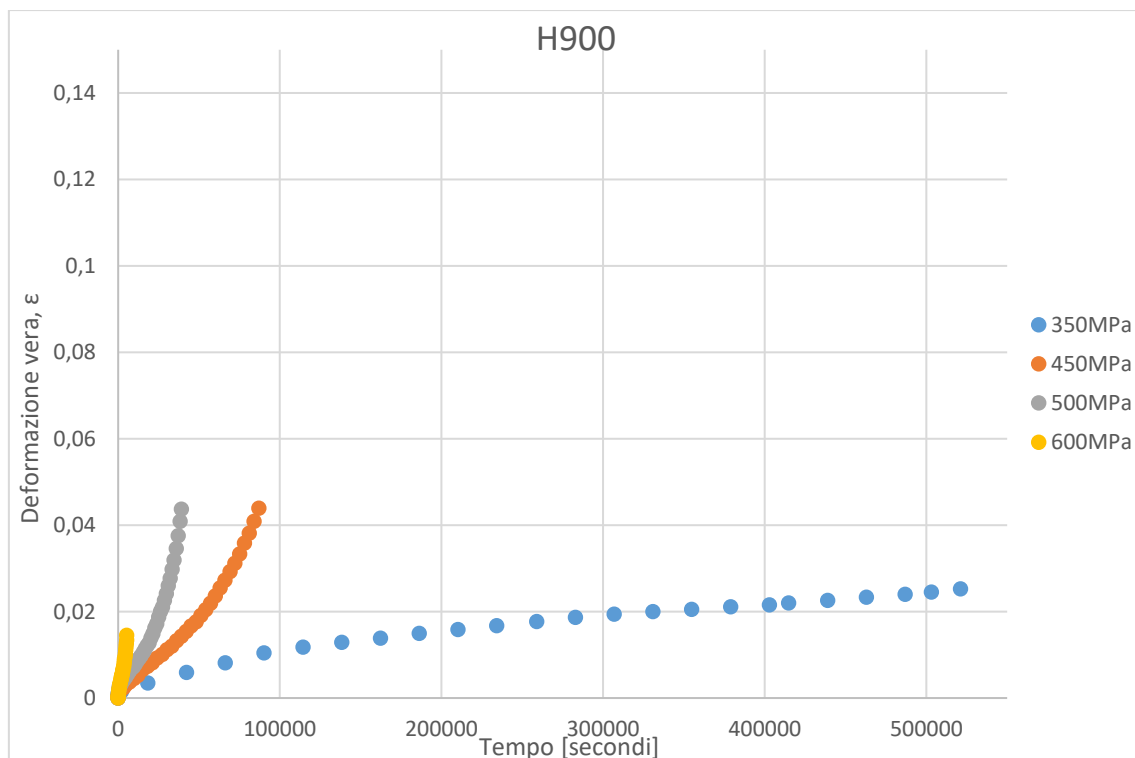


Figura 5.24 Andamento della deformazione dei campioni di acciaio 17-4PH H900 sottoposti a creep a 480° a diversi livelli di carico.

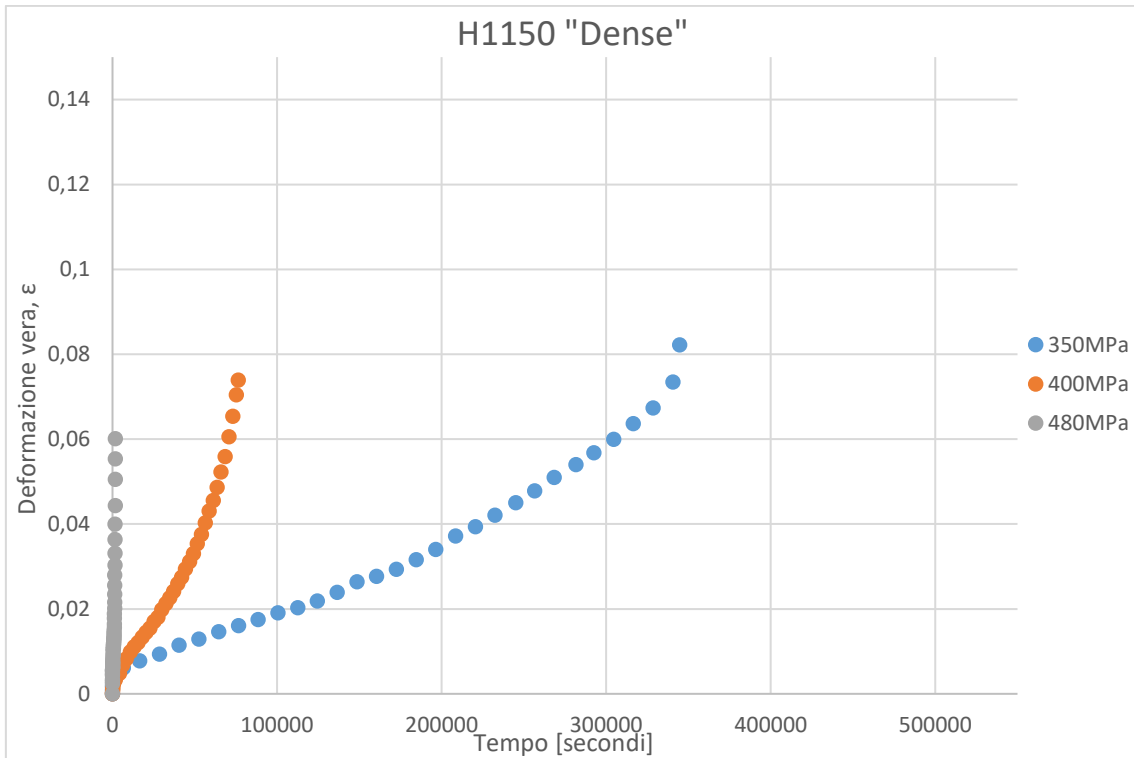


Figura 5.25 Andamento della deformazione dei campioni di acciaio 17-4PH H900 sottoposti a creep a 480° a diversi livelli di carico.

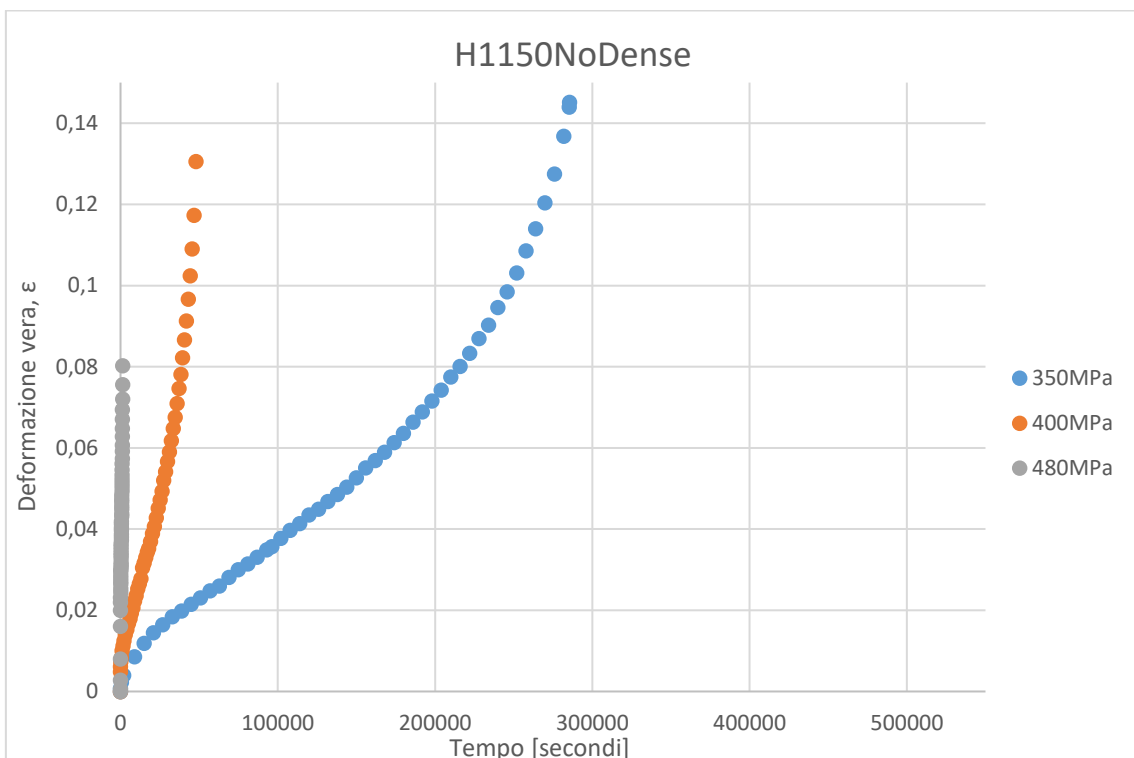


Figura 5.25 Andamento della deformazione dei campioni di acciaio 17-4PH H900 sottoposti a creep a 480° a diversi livelli di carico.

Un grafico importante per la prova di creep a rottura è quello che mette in relazione il carico applicato con il tempo a rottura, per poter comprendere meglio questo grafico si riportano in tabella 5.31 i tempi di rottura che caratterizzano il materiale 17-4PH, ottenuto con tecnologia convenzionale, sottoposto a trattamento termico H900 e H1150 e testate a creep a diversi carichi a 480°C.

H900									
Carico (a 480°C) MPa	289	410	500	600	670	780	850	960	1020
Tempo di rottura (ore)	2000	1000	500	200	100	30	10	1	0,1
H1150									
Carico (a 480°C) MPa	474	493	511	534	552	585	615	680	740
Tempo di rottura (ore)	2000	1000	500	200	100	30	10	1	0,1

Tabella 5.31 Valori del tempo a rottura a creep a 480°C per diversi carichi di prova dell'acciaio 17-4PH, ottenuto con tecnologia convenzionale e sottoposto a trattamento termico H900 e H1150.

Nel grafico bilogarithmico in figura 5.26 si riportano l'andamento del tempo a rottura in funzione del carico per le prove effettuate e per il materiale convenzionale utilizzando i dati nelle tabelle 5.28, 5.29, 5.30 e 5.31.

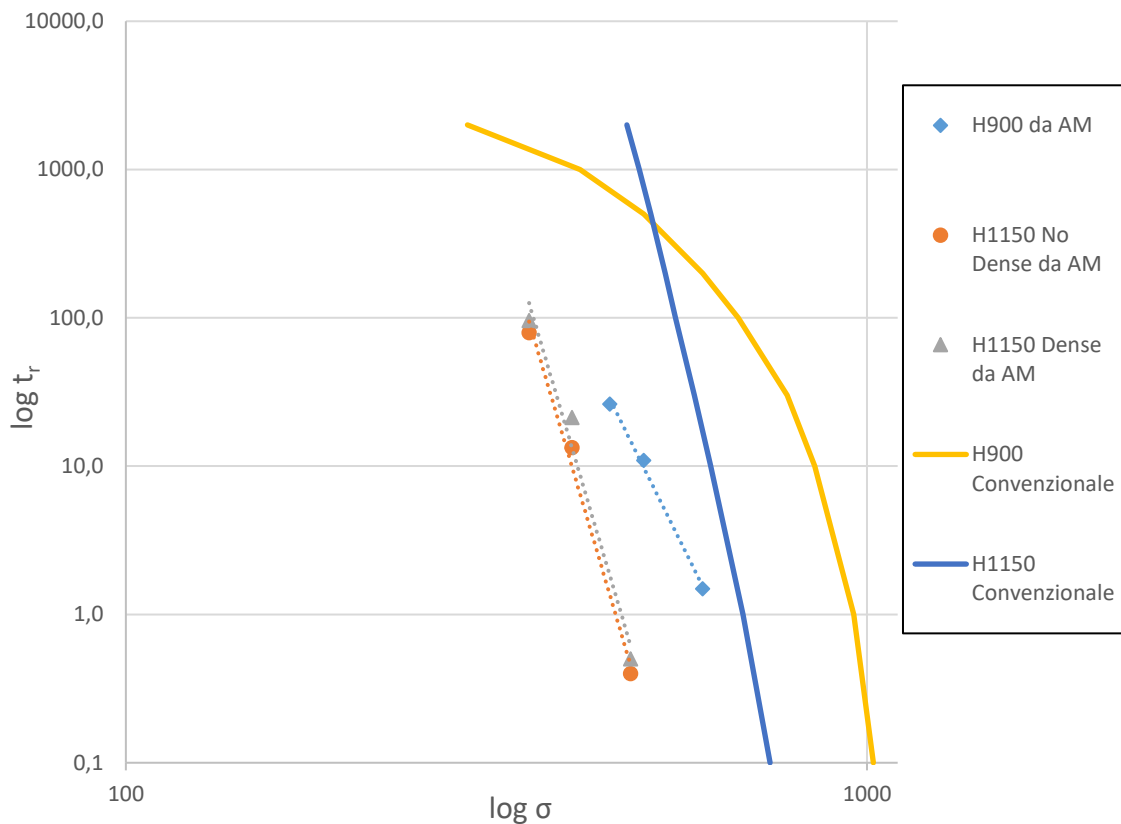


Figura 5.26 Grafico bilogarithmico $\log \sigma$ - $\log t_r$ relativo ai materiali analizzati ottenuti per additive manufacturing e al materiale prodotto in modo convenzionale, testati a creep a 480°C a diversi livelli di carico.

L'ultimo grafico realizzato è quello che mette in relazione la minima velocità di deformazione con il carico applicato, anch'esso su scala bilogarithmica, per ciascun materiale testato. Questo grafico è importante in quanto dall'equazione che caratterizza la curva passante per i punti ottenuti consente di determinare il coefficiente di creep n , infatti la relazione fra carico e minima velocità di deformazione è: $\dot{\epsilon}_{ss} = A \sigma^n$.

Il grafico è riportato in figura 5.27, mentre in tabella 5.32 sono riportati i valori del coefficiente di creep n .

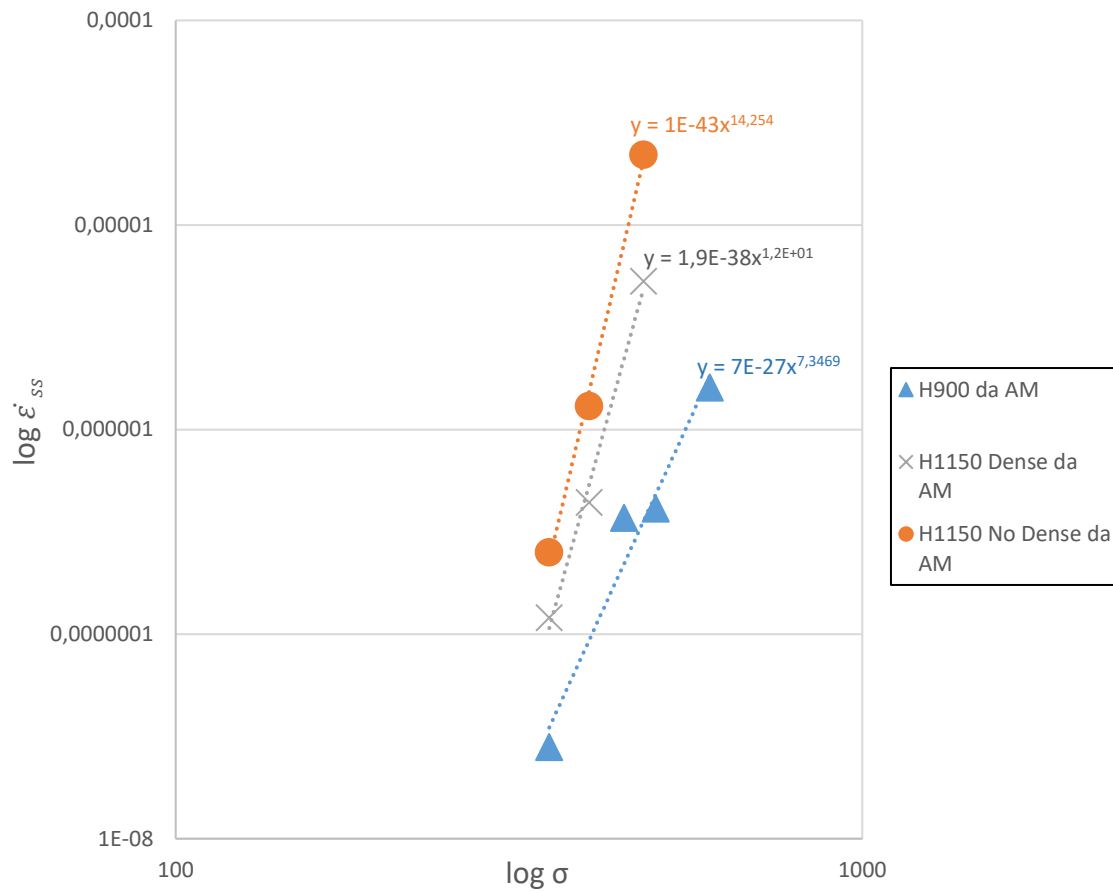


Figura 5.27 Grafico bilogarithmico $\log \sigma - \log \dot{\epsilon}_{ss}$ per i tre materiali testati a creep a rottura a 480°C su diversi livelli di carico.

Materiale	Coefficiente di creep n
17-4PH H900	7
17-4PH H1150 "Dense"	12
17-4PH H 1150 "No Dense"	14

Tabella 5.32 Coefficiente di creep, n , dei tre materiali analizzati.

6 FRATTOGRAFIA

L'analisi al microscopio a scansione elettronica (SEM) della sezione di rottura dell'acciaio 17-4PH H1150 "No Dense" fornisce l'immagine riportata in figura 6.1 ed il relativo EDS in figura 6.2 consente di determinare la composizione in peso che viene riportata in tabella 6.1.

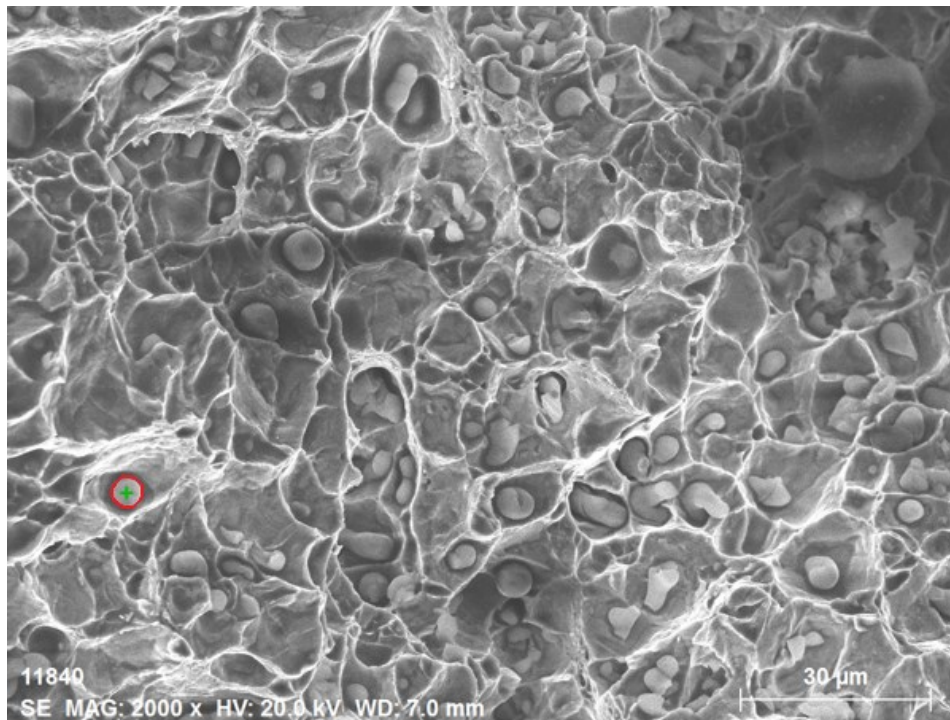


Figura 6.1 Immagine ricavata al SEM della sezione di frattura dell'acciaio 17-4PH H1150 "No Dense".

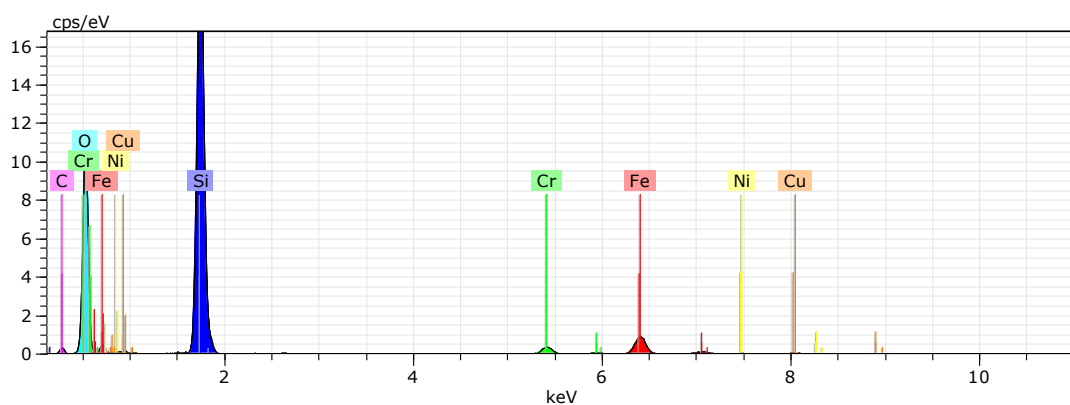


Figura 6.2 EDS della sezione analizzata.

Elemento	Ferro	Silicio	Ossigeno	Altro
% in peso	8,53	29,86	52,13	9,48

Tabella 6.1 Composizione della sezione di rottura ricavata dall'EDS.

La sezione di frattura è caratterizzata da un'elevata presenza di silicio e ossigeno sotto forma di silicati (SiO_4), i quali sono presenti all'interno dei numerosi vuoti che caratterizzano la zona di rottura del materiale, come indicato in figura 6.1.

CONCLUSIONI

L'acciaio 17-4PH realizzato mediante la tecnologia BMD è meno performante a creep rispetto a quello realizzato mediante tecnologia convenzionale.

Dai risultati ottenuti si può constatare come l'acciaio ottenuto per BMD abbia dei tempi a rottura, a parità di trattamenti termici di invecchiamento, temperatura di esercizio e carico applicato, sensibilmente minori rispetto al medesimo acciaio ottenuto per tecnologia convenzionale.

I trattamenti termici di invecchiamento, peraltro, producono sull'acciaio 17-4PH convenzionale e su quello prodotto per AM risultati analoghi, da quanto si deduce dai valori delle durezza.

Analizzando il materiale ottenuto per bound metal deposition si può vedere come a parità di carico il materiale sottoposto a trattamento termico H900 consente di ottenere tempi di rottura più lunghi rispetto a quelli ottenuti sottoponendo il materiale a trattamento termico H1150, caratterizzato da tempi di permanenza più lunghi e temperature di invecchiamento più elevate rispetto al trattamento H900, che ovviamente causano un certo sovrainvecchiamento.

Le due condizioni dell'acciaio 17-4PH H1150 cioè il "Dense" e il "No Dense", si differenziano, anche se non di molto, per la durata a creep, con il materiale con maggior percentuale di riempimento caratterizzato da tempi di rottura leggermente più lunghi a parità di carico. Quanto detto è in linea con i risultati ottenuti relativamente alla minima velocità di deformazione che è maggiore nel 17-4PH H1150 "No Dense" rispetto al "Dense". Le curve relative alla velocità minima di deformazione in funzione del carico di prova per H900 e H1150, tendono a convergere a tempi lunghi, coerentemente con il fatto che quando l'esposizione a 480°C è prolungata, le differenze microstrutturali fra le due condizioni tendono progressivamente a ridursi.

Oltre che dal punto di vista della risposta a creep, il materiale sottoposto a invecchiamento H900 è quello che presenta i migliori risultati in termini di durezza e microdurezza.

Uno dei problemi maggiori legati alla tecnologia produttiva utilizzata cioè l'additive manufacturing per estrusione è quello legato alla densità che si riesce ad ottenere, infatti la presenza dei vuoti è un fattore determinante nella resistenza del materiale e influisce

negativamente nei test a creep, comportando sostanziali riduzioni della tensione ammissibile per ottenere un dato tempo a rottura.

La tecnologia di produzione additiva per estrusione applicata al materiale consente di evitare scarti di materiale ed è sicura ed applicabile in diversi contesti industriali, tuttavia dall'analisi svolta si evince che nel caso di sollecitazioni ad elevata temperatura le performance dell'acciaio non sono ottimali, il trattamento termico H900 con cui si ottiene l'indurimento per precipitazione consente di ottenere un materiale che ha migliori caratteristiche a creep rispetto al trattamento H1150.

Per poter applicare questa tecnologia per realizzare componenti adatti a lavorare ad alta temperatura è necessario trovare trattamenti termici che migliorino ulteriormente le proprietà dell'acciaio e soprattutto sviluppare processi produttivi che garantiscano percentuali di riempimento elevate, magari applicando tecniche come la Hot Isostatic Pressing (HIP) a valle della produzione. La HIP consentirebbe infatti di ridurre sostanzialmente la porosità, comportando però in parallelo un sostanziale aumento dei costi.

BIBLIOGRAFIA

- [1] https://www.sidex.it/schede_tecniche/acciaio-17-4ph/
- [2] <https://www.mirameccanica.it/it/materiali/lavorazione-acciaio-17-4-ph/>
- [3] Norma UNI EN 10088
- [4] Domenico Surpi, Acciai inossidabili, gruppo Lucefin, 2011
- [5] R. Giovanardi, G. Poli, P. Veronesi, G. Parigi, N. Raffaelli, Trattamenti termochimici di nitrurazione e post-ossidazione su acciai 17-4PH: ottimizzazione dei parametri di processo per massimizzare la resistenza a corrosione, La Metallurgia Italiana – n.4/2015
- [6] Marco Boniardi, Andrea Casaroli, Gli acciai inossidabili, gruppo Lucefin, 2014
- [7] Bargel, H.J.; Schulze, G. (ed.): Werkstoffkunde; 10. edition, Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, 2008
- [8] Marco Boniardi, Andrea Casaroli, Metallurgia degli acciai – Parte prima, gruppo Lucefin, 2017
- [9] V. Gerold: Precipitation Hardening; Dislocations in Solids; Vol. 4, North-Holland Publishing Company, Amsterdam, New York, Oxford, 1979.
- [10] L. Caligaris, S. Fava, C. Tomasello, Manuale di Meccanica – Seconda edizione, Hoepli 2018
- [11] A. Secciani, G. Villani: Complementi di Tecnologia Meccanica; Cappelli editore, 1997
- [12] Z. W.Zhang et al., Influence of Aging and Thermomechanical Treatments on the Mechanical Properties of a Nanocluster-Strengthened Ferritic Steel, Metallurgical and Materials Transaction A, 2011/01/01
- [13] Nota informativa n° S-22 – 17-4PH, AK Steel s.r.l., Armco 17-4PH Acciaio inossidabile indurente per precipitazione, Novembre 2002
- [14] ARMOCO 17-4PH STAINLESS STEEL – AK Steel International
- [15] D. Nakhaie e M.H. Moayed, Pitting corrosion of cold rolled solution treated 17-4PH stainless steel, Corrosion Science Volume 80, March 2014
- [16] S. Cheruvathur, E.A. Lass, C.E. Campbell, Additive Manufacturing of 17-4 PH Stainless Steel: Post-processing Heat Treatment to Achieve Uniform Reproducible Microstructure, JOM 68, 830-942 (2016)
- [17] M. Murayama, K. Hono, Y. Katayama, Microstructural evolution in a 17-4PH stainless steel after aging at 400°C, Metallurgical and Materials Transactions A 30, 345-353 (1999)
- [18] Sean Dobson , Swathi Vunnam, Dana Frankel, Chantal Sudbrack, Thomas Starr, Powder variation and mechanical properties for slm 17-4 ph stainless steel, Solid Freeform Fabrication

2019: Proceedings of the 30th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium – An Additive Manufacturing Conference.

[19] Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies, ASTM International Designation: F2792 – 12a, 2013

[20] A. Zocca, P. Colombo, C. M. Gomes, J. Günster, “Additive Manufacturing of Ceramics: Issues, Potentialities and Opportunities”, *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 98, n.7, 2015, pp. 1983-2001

[21] S.C. Ligon, R. Liska, J. Stampf, M. Gurr, R. Mulhaupt; “Polymers for 3D Printing and Customized Additive Manufacturing”, *Chemical Reviews*, 2017; 117(15) 10212-10290

[22] T.D. Ngo, A. Kashani, G. Imbalzano, K.T.Q. Nguyen, D. Hui, “Additive manufacturing (3D printing): A review of materials, methods, applications and challenges”, *Composites part B*, Vol.143, 2018, pp. 172-196

[23] <http://drrajivdesaimd.com/2017/06/26/3d-printing/>

[24] M. Soppelsa; “Fabbricare con la stampa 3D – Tecnologie, materiali e metodologie per la manifattura additiva”, *Tecniche nuove*.

[25] <https://www.3dnatives.com/it/binder-jetting-stampa-3d-060920219/>

[26] I. Gibson, D.W. Rosen, B. Stucker, “Additive manufacturing technologies. Rapid prototyping to direct digital manufacturing”, Springer, 2010

[27] D. Herzog, V. Seyda, E. Wycisk, and C. Emmelmann, “Additive manufacturing of metals,” *Acta Mater.*, vol. 117, pp. 371–392, 2016

[28] D. Ding, Z. Pan, D. Cuiuri, and H. Li, “Wire-feed additive manufacturing of metal components: technologies, developments and future interests,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 81, no. 1–4, pp. 465–481, 2015.

[29] B. Dutta, F.H. Froes, “Additive Manufacturing of Titanium Alloys. State of the Art, Challenges and Opportunities”, Butterworth-Heinemann, 2016.

[30] Dongdong Gu, *Laser Additive Manufacturing of High-Performance Materials*, Springer

[31] https://en.wikipedia.org/wiki/Metal_injection_molding

[32] <http://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1526612521002553?via%3Dihub>

[33] <https://www.desktopmetal.com/resurces/deep-dive-bmd>

[34] http://www.researchgate.net/figure/Fused-deposition-modelling-FDM-pPrintingsystem_fig3_319987351

[35] D.F. Heaney, “Handbook of Metal Injection Molding”, Woodhead Publishing Limited, UK, 2012, pp 415-445

[36] E. Santecchia, S. Spigarelli, M. Cabibbo; “Material Reuse in Laser Powder Bed Fusion: Side Effects of the Laser—Metal Powder Interaction” *MDPI, Metals* 2020, 10(3), 341

[37] <https://replicatore.wordpress.com/technologies/sinterizzazionefusione-laser-metalli /ebm>

- [38] B. Gadagi “A review on advances in 3D metal printing, *Materials Today: Proceedings*, Volume 45, Part 1, 2021; pp. 277-283
- [39] B.Dutta, J. Choi et al., “Additive Manufacturing by Direct Metal Deposition” *Advances Material & Processes*, May 2011
- [40] <https://www.3dnatives.com/it/direct-energy-deposition-stampa-3d-100920219/#!>
- [41] Rayappa Shrinivas Mahale, V. Shamanth, K. Hemanth, S.K. Nithin, P.C. Sharath, R. Shashanka, Adarsh Patil, Darshan Shetty, “Processes and applications of metal additive manufacturing”, *Materials Today: Proceedings*, 2021
- [42] S. Spigarelli, “Il comportamento dei metalli ad alta temperatura”, *La metallurgia italiana*, 9/2004
- [43] M.Z. Khan, H. Saleem; “Design and Fabrication of High Temperature Creep Testing Machine”, *American Journal of Materials Engineering and Technology*, 2015, Vol.3, No.3, 51-57
- [44] <https://www.electroyou.it/asdf/wiki/i-materiali-compositi#:~:text=Durante%20la%20fase%20di%20creep,dimunisce%20col%20passare%20del%20tempo.&text=Durante%20la%20fase%20di%20creep%20terziario%2C%20la%20velocit%C3%A0%20di%20deformazione,%C3%A8%20detta%20velocit%C3%A0%20di%20creep.>
- [45] <https://www.bureauveritas.it/magazine/scorrimento-viscoso-e-tempo-di-vita-dei-componenti>
- [46] Q. Wang, M. Yang, X.L. Song et al., “Rationalization of Creep Data of Creep-Resistant Steels on the Basis of the New Power Law Creep Equation” *Metall Mater Trans A* 47, 3479-3487 (2016)
- [47] M.E. Kassner, R. Ermagan “Power Law Breakdown in the Creep in Single-Phase Metals”, *Metals – Open Access Metallurgy Journal* 2019
- [48] M. Boniardi, A. Casaroli, C. Tagliabue, “Fenomeni di danneggiamento dei materiali metallici dovuti all’esercizio” (Failure Analysis), *Failure Analysis and Forensic Engineering*