# POLITECNICO DI TORINO

Corso di laurea in Ingegneria Aerospaziale



# STUDIO DI TRATTAMENTI TERMICI PER IL DETENSIONAMENTO DI PARTI PRODOTTE IN INCONEL 625 VIA LASER POWDER BED MELTING

Relatori: Candidato:

Prof. Sara Biamino Luca Pascarella

Prof. Giulio Marchese

Prof. Alessandro Salmi

Anno Accademico 2020-2021

# Indice

1	$\mathbf{Stat}$	o dell'arte	1
	1.1	Additive Manufacturing	1
	1.2	Additive Manufacturing per componenti metallici	3
		1.2.1 Electron Beam Melting (EBM)	3
		1.2.2 Wire and Arc Additive Manufacturing (WAAM)	4
		1.2.3 Laser Metal Deposition (LMD)	5
		1.2.4 Selective Laser Melting (SLM)	6
		1.2.5 Parametri di processo SLM	8
	1.3	Additive manufacturing in campo aerospaziale	12
	1.4	Le superleghe	13
		1.4.1 Meccanismi di rafforzamento delle superleghe	14
	1.5	Inconel 625	15
		1.5.1 Microstruttura Inconel 625 prodotto con SLM	16
		1.5.2 Inconel 625 in campo aerospaziale	16
	1.6	Tensioni residue	17
		1.6.1 Metodi di misurazione degli stress residui	18
		1.6.2 Tensioni residue nell'additive manufacturing	19
		1.6.3 Tensioni residue in campo aerospaziale	20
<b>2</b>	$\operatorname{Mat}$	<del></del>	23
	2.1	SLM-EOSINT M270	23
	2.2	Realizzazione dei campioni	24
	2.3	Trattamenti termici	24
	2.4	Troncatrice	25
	2.5	Inglobatrice	26
	2.6	Lucidatrice	26
	2.7	Attacchi con gli acidi	27
	2.8	Microscopio ottico	27
	2.9	Microscopio elettronico a scansione	27
	2.10	Analisi delle durezze	28

ii INDICE

	2.11	Calco	lo degli stress residui	29
3	Rist	ıltati	sperimentali e	3'
	3.1	Analis	si della microstruttura	3'
		3.1.1	Campione AS BUILT	3
		3.1.2	Campione $600^{\circ} C$	38
		3.1.3	Campione $800^{\circ} C$	39
		3.1.4	Campione $870^{\circ} C$	4
		3.1.5	Campione $900^{\circ} C$	4
		3.1.6	Campione $980^{\circ}$ C	4
		3.1.7	Campione 1080° C	4
		3.1.8	Campione 1150°	4
	3.2	Prove	di durezza	5
	3.3	Tensio	one residue campione As Built	5
	3.4		oni residue nei campioni trattati termicamente	5.
		3.4.1	Campione trattato a $600^{\circ} C$	5.
		3.4.2	Campione trattato a $800^{\circ} C$	5
		3.4.3	Campione trattato a $870^{\circ} C$	5
		3.4.4	Campione trattato a $900^{\circ} C$	6
		3.4.5	Campione trattato a $980^{\circ} C$	6
		3.4.6	Campione trattato a $1080^{\circ} C$	6
		3.4.7	Campione trattato a $1150^{\circ} C$	6
		3.4.8	Confronto migliori trattamenti di detensionamento la-	
		0.1.0	to Top	7
		3.4.9	Confronto migliori trattamenti di detensionamento la-	
Г		5.1.0	to Lateral	7
				•
4	Con	clusio	ni	7

# Elenco delle figure

1.1 Step del processo produttivo tramite AM [2]	1
1.2 Tipologie di processi di Additive Manufacturing 2	2
1.3 Schema di funzionamento EBM e Arcam Q10Plus 15 16	4
1.4 Processo WAAM 14	5
1.5 Processo di LMD <b>5</b>	6
1.6 Processo di SLM   11	7
1.7 Effetto del balling 6	9
1.8 Hatch distance 7	10
1.9 Hatch angle <b>8</b>	11
1.10 Hatch distance 9	12
1.11 GE Leap Engine fuel nozzle creato con additive manufacturing	
10	13
1.12 Husk kit di un velivolo	17
1.13 Esempio di modalità di azione degli stress residui 20	17
1.14 Processi che generano tensioni residue 21	19
1.15 Tensioni residue generate da processi di additive manufactu-	
1.15 Tensioni residue generate da processi di additive manufacturing 26	20
ring [26]	
ring	23
ring   26	23 25
ring	23
ring   26	23 25
ring   26	23 25 25
ring 26	23 25 25 26
ring 26	23 25 25 26 26
ring 26	23 25 25 26 26 27
ring 26  2.1 EOSINT M270 2.2 Trattamenti termici 2.3 Troncatrice 2.4 Inglobatrice 2.5 Lucidatrici Mintech 233 e Mecotech 264 2.6 LEICA DMI 5000M 2.7 Durometro EMCO-TEST M4U-025 2.8 Residual Stress Analyzer MTS3000-RESTAN	23 25 25 26 26 27 29
ring 26  2.1 EOSINT M270  2.2 Trattamenti termici  2.3 Troncatrice  2.4 Inglobatrice  2.5 Lucidatrici Mintech 233 e Mecotech 264  2.6 LEICA DMI 5000M  2.7 Durometro EMCO-TEST M4U-025  2.8 Residual Stress Analyzer MTS3000-RESTAN	23 25 25 26 26 27 29 31
ring 26  2.1 EOSINT M270  2.2 Trattamenti termici  2.3 Troncatrice  2.4 Inglobatrice  2.5 Lucidatrici Mintech 233 e Mecotech 264  2.6 LEICA DMI 5000M  2.7 Durometro EMCO-TEST M4U-025  2.8 Residual Stress Analyzer MTS3000-RESTAN  2.9 Barra degli strumenti del software Eval	23 25 25 26 26 27 29 31 31

	2.13 Menù Uncertainty Settings	34
	2.14 Menù Uncertainty Settings - Strain	35
	2.15 Menù Uncertainty Settings - Depth	35
	2.16 Menù Report	36
	3.1 Campione AS BUILT ad ingrandimenti 100X (marker 100 $\mu m$ )	
	e 500X (marker $20 \ \mu m$ )	37
	3.2 Campione trattato termicamente a 600° C ad ingrandimenti	
	$100 \mathrm{X} \; (\mathrm{marker} \; 100 \; \mu m) \; \mathrm{e} \; 500 \mathrm{X} \; (\mathrm{marker} \; 20 \; \mu m)$	38
	3.3 Analisi al microscopio elettronico del campione trattato a 600° C	38
	3.4 Campione trattato termicamente a 800° C ad ingrandimenti	
	$100X \text{ (marker } 100 \ \mu\text{m}) \text{ e } 500X \text{ (marker } 20 \ \mu\text{m})$	39
	3.5 Analisi al microscopio elettronico del campione trattato a 800° C	39
	3.6 Campione trattato termicamente a 870° C ad ingrandimenti	
Г	$100X \text{ (marker } 50 \ \mu\text{m}) \text{ e } 500X \text{ (marker } 10 \ \mu\text{m})$	40
	3.7 Diagramma TTT Inconel 625 relativo a 870° C	40
	3.8 Analisi al microscopio elettronico del campione trattato a 870° C	
	o.e Thans a microscopio develonico dei campione diactaco a o to	41
	3.9 Analisi spettro per Cromo e Ferro	41
		42
	3.10 Analisi spettro per Nichel e Niobo	42
_	3.11 Campione trattato termicamente a 900° C ad ingrandimenti	40
	100X (marker 50 $\mu m$ ) e 500X (marker 10 $\mu m$ )	42
	3.12 Diagramma TTT Inconel 625 relativo a 900° C	43
	3.13 Analisi al microscopio elettronico del campione trattato ter-	
_	micamente a $900^{\circ} C$	43
	3.14 Analisi al microscopio elettronico del campione trattato ter-	
	micamente a $900^{\circ}$ C	44
	3.15 Dettaglio analisi al microscopio elettronico del campione trat-	
	tato termicamente a 900° $C$	44
	3.16 Analisi spettro per Cromo e Ferro del campione trattato a 900°	45
	3.17 Analisi spettro per Nichel e Niobo del campione trattato a 900°	45
	3.18 Analisi spettro per Carbonio e Alluminio del campione trat-	
	tato a 900°	45
	3.19 Campione trattato termicamente a 980° C ad ingrandimenti	
	$100X$ (marker $50 \mu m$ ) e $500X$ (marker $10 \mu m$ )	46
	3.20 Diagramma TTT Inconel 625 relativo a 980° C	46
	3.21 Ingrandimento a 1000x (marker 5 $\mu m$ ) del campione di IN625	
	<u>trattato a 980° C</u>	47
	3.22 Analisi al microscopio elettronico del campione trattato ter-	
	$\frac{\text{micamente a } 980^{\circ} C}{\text{micamente a } 980^{\circ} C} \dots \dots$	47
	3.23 Campione trattato termicamente a 1080° C ad ingrandimenti	
	$100 \text{X} \text{ (marker } 50 \ \mu m) \text{ e } 500 \text{X} \text{ (marker } 10 \ \mu m) \dots \dots \dots$	48
	3.24 Diagramma TTT Inconel 625 relativo a $1080^{\circ} C$	48
	0.24 Diagramma III inconci 020 fetativo a 1000 C	40

	3.25 Ingrendimento a 1000x (marker 5 $\mu m$ ) dell'IN625 trattato a	
	1080° C	49
	3.26 Analisi al microscopio elettronico del campione trattato ter-	
	${\text{micamente a } 1080^{\circ}  C} \dots $	49
	$3.27$ Campione trattato termicamente a $1150^{\circ} C$ ad ingrandimenti	
Г	$100X$ (marker $50 \mu m$ ) e $500X$ (marker $10 \mu m$ )	50
	3.28 Ingrendimento a 1000x dell'IN625 trattato a 1150° $C$	50
	3.29 Durezze Brinell	51
	3.30 Grafico durezze	51
	3.31 Diagramma TTT Inconel 625	52
	3.32 Tensioni residue Top, Lateral e Lateral 90 campione As Built	53
	3.33 Tensioni residue Top, Lateral e Lateral 90 campione As Built	
	con criterio di Tresca	54
	3.34 Andamento Beta Top, Lateral e Lateral 90 campione As Built	54
	3.35 Confronto tensioni residue sul lato Top tra campione As Built	
Г	e campione trattato termicamente a $600^{\circ} C$	55
	3.36 Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra campione $As$	
г	Built e campione trattato termicamente a $600^{\circ} C$	56
	3.37 Confronto microstruttura campione As Built e campione trat-	
г	tato termicamente a $600^{\circ} C$	56
	3.38 Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni	
Г	$800^{\circ} C$ e campione As Built	57
	3.39 Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 800° C	
Г	e campione $As Built$	57
	3.40 Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni	-
г	800° C e 600° C	58
	$3.41$ Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni $800^{\circ} C$	
Г	$e~600^{\circ}~C$	58
	3.42 Confronto microstruttura campione As Built e campione trat-	
г	tato termicamente a $800^{\circ}$ $C$	59
	3.43 Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni	
Г	$870^{\circ} C$ e campione As Built	60
	3.44 Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 870° C	00
г	e campione $As Built$	60
_	3.45 Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni	00
г	870° C e 800° C	61
	3.46 Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni $870^{\circ} C$	01
г	$e 800^{\circ} C$	61
	3.47 Confronto microstruttura campione trattato termicamente a	- 01
г	800° $C$ e campione trattato termicamente a 870° $C$	62
_	3.48 Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni	52
	900° C e campione As Built	62
_	3.49 Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 900° C	02
	e campione As Built	63
•		- 00

	3.50 Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni	
	$900^{\circ}C \mathrm{e}870^{\circ}C$	63
	3.51 Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 900° C	
	e 870° C	64
	3.52 Confronto microstruttura campione trattato termicamente a	
Г	$870^{\circ} C$ e campione trattato termicamente a $900^{\circ} C$	64
	3.53 Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni	
Г	$980^{\circ} C$ e campione As Built	65
_	3.54 Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 980° C	00
Г	e campione As Built	66
L	3.55 Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni	00
	980° C e 900° C	66
_	3.56 Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 980° C	00
_	e 900° C	67
Ь		07
_	3.57 Confronto microstruttura campione trattato termicamente a	0.7
L	$900^{\circ} C$ e campione trattato termicamente a $980^{\circ} C$	67
_	3.58 Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni	
L	$1080^{\circ} C \text{ e campione } As Built \dots \dots \dots \dots \dots$	68
	3.59 Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 1080° $C$	
	e campione $As Built$	68
	3.60 Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni	
	$1080^{\circ}C \mathrm{e}980^{\circ}C$	69
	$3.61$ Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni $1080^{\circ}$ C	
	e 980° C	69
	3.62 Confronto microstruttura campione trattato termicamente a	
Г	$980^{\circ} C$ e campione trattato termicamente a $1080^{\circ} C$	70
	3.63 Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni	
Г	$1150^{\circ} C$ e campione As Built	70
	3.64 Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 1150° $C$	
Г	e campione As Built	71
	3.65 Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni	
Г	1150° C e 1080° C	71
_	3.66 Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 1150° C	
г	e 1080° C	72
Т	3.67 Confronto microstruttura campione trattato termicamente a	
_	$1080^{\circ} C$ e campione trattato termicamente a $1150^{\circ} C$	72
L	3.68 Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 900° C	12
		72
	$\frac{\text{e }1080^{\circ} C}{2.60}$	73
_	3.69 Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 900° C	70
L	e 1080° C	73
_	3.70 Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni	
L	trattati termicamente a 1080° C e 1150° C	74
	3.71 Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni	
Г	trattati termicamente a 1080° C. 1150° C e 870° C	74

#### Sommario

In questo lavoro di tesi, è stato studiato l'effetto di diversi trattamenti termici sulla microstruttura, la durezza e le tensioni residue di parti prodotte in Inconel 625 e fabbricate attraverso Laser Powder Bed Fusion (LPBF). Sono stati analizzati i seguenti trattamenti termici: 600°, 800°, 870°, 900°, 980°, 1080° e 1150°. In particolare si è studiato quali trattamenti termici massimizzano o minimizzano la durezze e gli stress residui. L'Inconel 625 è stato ampiamente utilizzato nel campo aerospaziale grazie alle sue proprietà. Questo materiale è una superlega di Nichel che ha eccellenti proprietà ad alte temperature ed un'elevata resistenza alla corrosione in ambienti aggressivi. Ad esempio, questo materiale può essere usato all'interno dei motori aeronautici dove le alte temperature, le forti tensioni e l'ambiente corrosivo dovuto alla presenza di combustibile, risultano delle grandi sfide per molti materiali. Il processo LPBF è un processo di additive manufacturing che consente la realizzazione di componenti di forma molto complessa, diventando molto utile ed utilizzato nel settore dell'aerospazio. La produzione di parti in Inconel 625 tramite LPBF porta però, alla formazione di elevate tensioni residue all'interno dei componenti dovute ai forti gradienti termici che si generano durante il processo. La presenza di forti tensioni residue può portare alla deformazione del componente influendo inoltre sul ciclo di vita di quest'ultimo. Risulta dunque evidente, l'importanza di ridurre al minimo le tensioni residue, oltre che massimizzare le proprietà meccaniche in modo tale da evitare rotture nei componenti realizzati attraverso questa tecnologia e questo materiale.

#### Abstract

In this thesis, it was studied the effect of different heat treatments on the microstructure, hardness, and residual stresses of the Inconel 625 alloy fabricated by laser powder bed fusion (LPBF). Several heat treatments were analyzed: 600°, 800°, 870°, 900°, 980°, 1080° and 1150°. The investigation showed the heat treatments that maximize or minimize the hardness as well as the residual stresses. Inconel 625 has been widely used in the aerospace field thanks to its properties. This material is a Ni-based superalloy which has excellent mechanical properties at high temperatures and high corrosion resistance in harsh environments. For example, this material could be employed for parts inside an aircraft engine, where the high temperature, the high stresses, and the corrosive environment due to the presence of fuel which are great challenges for many materials. The LPBF process is an additive manufacturing process that allows the fabrication of components with very complex shapes, becoming attractive for several industries such as aerospace one. However, the production of Inconel 625 by LPBF leads to formation of high residual stresses within the part due to high cooling rates of the process. The presence of high residual stresses can also result in the deformation of the components. Additionally, residual stresses can also reduce the lifetime of the components. It is, therefore, evident that it is important to provide high mechanical performance and minimize the residual stresses in order to avoid breakdowns.



# Stato dell'arte

# 1.1 Additive Manufacturing

L'Additive Manufacturing (AM) è una tecnologia produttiva nata negli USA alla fine degli anni '80. L'innovazione portata da questo processo produttivo sta nel fatto che sia possibile, grazie ad esso, realizzare complessi design, riducendo inoltre lo spreco di materiale, i costi ed i tempi di produzione. Grazie all'additive manufacturing è stato possibile introdurre nella fase di progetto, la possibilità di realizzare un prototipo (anche se quest'ultimo è ideato con un design complesso) dai modelli fisico- matematici e dai modelli computer-aided design (CAD) realizzati, fornendo la possibilità di eseguire prove sperimentali su un prototipo funzionante.

L'Additive Manufacturing è stata dunque, la prima tecnologia in grado di creare un corpo 3D strato per strato partendo da un modello CAD. Nella figura sono riportate le fasi che si susseguono durante il processo produttivo tramite AM.

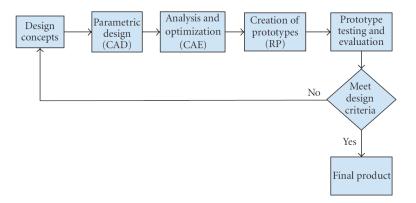


Figura 1.1: Step del processo produttivo tramite AM 2

Dal momento che esistono diversi processi di additive manufacturing, essi sono stati classificati in relazione alla base utilizzata nel processo (liquida, solida o polvere) e successivamente in base al procedimento di produzione utilizzato. Nella figura [1.2] sono riportati i principali processi di Additive Manufacturing.

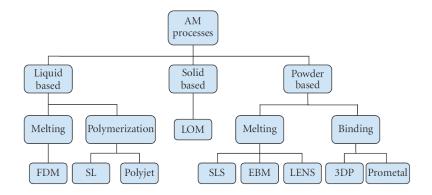


Figura 1.2: Tipologie di processi di Additive Manufacturing [2]

Nell'ambito dell'additive manufacturing, possono essere utilizzati diversi materiali quali:

- Ceramiche;
- Resine;
- Metalli;
- Plastiche;

I principali vantaggi che hanno permesso la rapida diffusione dell'additive manufacturing sono stati:

- La possibilità di progettare componenti di forma complessa, andando a migliorare le caratteristiche del prodotto finale;
- Abbattimento dei consumi energetici per la realizzazione dei componenti e conseguente riduzione dell'impatto ambientale;
- La possibilità di utilizzare un solo macchinario per produrre componenti differenti, riuscendo a realizzarli tramite un unico processo produttivo con conseguente riduzione dei tempi e dei costi di produzione;
- Si è introdotta la possibilità di realizzare contemporaneamente parti che vanno integrate con ulteriore riduzione dei costi.

#### 1.2. ADDITIVE MANUFACTURING PER COMPONENTI METALLICI3

La possibilità di realizzare componenti di forma complessa, con conseguente riduzione del peso delle strutture, ha fatto si che l'additive manufacturing prendesse piede principalmente in campo aerospaziale e meccanico e nell'ambito biomedico.

I principali svantaggi dell'additive manufacturing sono invece:

- Alto costo delle materie prime, specialmente delle polveri metalliche;
- Difficoltà nella produzione massiva a causa della bassa velocità di produzione dei componenti e dello scarso volume di lavoro;
- Livello di finitura superficiale inferiore alle tecniche di produzione classiche.

# 1.2 Additive Manufacturing per componenti metallici

Uno degli ambiti di maggiore interesse in relazione all'additive manufacturing è quello relativo alla realizzazione di componenti metallici. Tra le varie tecniche di additive manufacturing, quelle utilizzate per la produzione di parti metalliche sono l' Electron Beam Melting (EBM), il Wire and Arc Additive Manufacturing (WAAM), il Laser Metal Deposition (LMD) ed il Selective Laser Melting (SLM). Questi processi appena citati, differiscono per la fonte termica che consente di fondere la polvere metallica. SLS, SLM e LMD utilizzano come fonte di calore un fascio laser ad alta potenza, l' EBM utilizza un fascio di elettroni, mentre il WAAM utilizza un arco al plasma.

### 1.2.1 Electron Beam Melting (EBM)

L' EBM lavora necessariamente in condizioni di vuoto, ma può sfruttare un'alta potenza del fascio di elettroni ed un'alta velocità. Questo processo di produzione additiva rientra nelle tecnologie a letto di polvere ed è stato commercializzato per la prima volta nel 1997 dalla compagnia svedese Arcam AB Corporation, che ancora oggi, resta l'unica azienda produttrice di questi macchinari. Le macchine EBM lavorano in condizioni di vuoto,  $(10^{-4} - 10^{-5} \ mbar)$  a causa dell'alta reattività dei metalli con i gas come l'ossigeno. I macchinari EBM come l'Arcam S12, A2 e A2x emettono gli elettroni tramite un filamento di tungsteno mentre macchine come l'Arcam Q10 e Q20 usano un catodo in  $LaB_6$ . I fasci di elettroni vengono poi deflessi e concentrati grazie a lenti elettromagnetiche.

Il funzionamento di una macchina EBM può essere descritto come segue:

- 1. Viene depositato uno strato di polvere;
- 2. Lo strato di polvere viene scaldato e portato alla fusione tramite il fascio di elettroni

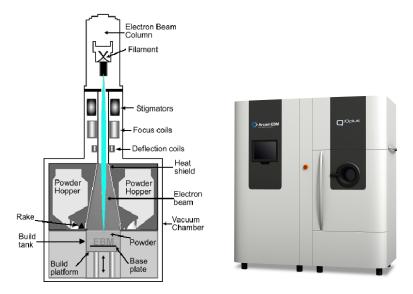


Figura 1.3: Schema di funzionamento EBM e Arcam Q10Plus 15 16

3. Viene abbassata la piattaforma di lavoro ed inserita nuova polvere da fondere contenuta in recipienti situati sopra al piano di lavoro.

Lo spessore della povere è tipicamente compreso tra i 50  $\mu m$  e i 150  $\mu m$  e dinizialmente il primo strato di polvere è depositato su un piano preriscaldato e spesso realizzato con lo stesso materiale di cui è costituita la polvere, al fine di evitare contaminazioni.  $\Box$  La macchina è mantenuta ad alta temperatura per tutto il processo e questo aiuta a minimizzare gli stress residui.

I materiali processati tramite Electron Beam Melting sono:

- leghe a base di Nickel;
- Titanio e leghe a base di Titanio;
- leghe Cobalto-Cromo;

### 1.2.2 Wire and Arc Additive Manufacturing (WAAM)

I macchinari WAAM sfruttano un arco elettrico come fonte di calore ed un filamento metallico come materia prima per produrre componenti tramite additive manufacturing. Il WAAM è stato sviluppato presso il Welding Engineering and Laser Processing Centre all' università di Cranfield (UK). Le principali caratteristiche di questo processo sono:

- Tempi ridotti per la produzione;
- Contenuti costi di hardware;

#### 1.2. ADDITIVE MANUFACTURING PER COMPONENTI METALLICI5

- Possibilità di produzione di grandi componenti con alto tasso di deposizione;
- Riduzione dei costi di produzione.
- Componenti di alta qualità, grazie ad un'elevata densità e ottime proprietà meccaniche;
- Si adatta ad operazioni di riparazione dei componenti.

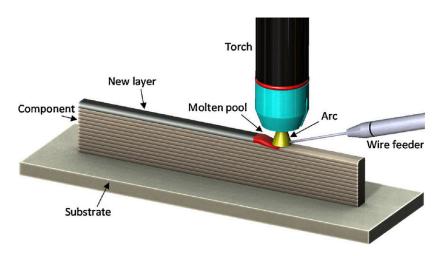


Figura 1.4: Processo WAAM 14

Questa tecnologia presenta però anche degli svantaggi che sono:

- Presenza di stress residui;
- Alcuni materiali richiedono lo shielding ovvero la creazione di un'atmosfera inerte per la loro produzione;
- Bassa qualità delle finiture superficiali.

#### 1.2.3 Laser Metal Deposition (LMD)

Il Laser Metal Deposition, noto anche come Directed Energy Deposition (DED), è una tecnologia che utilizza un processo attraverso cui, della polvere metallica contenuta in un serbatoio, viene fusa da un raggio laser ad alta energia. Vi è un sistema di movimento che consente di depositare la polvere metallica fusa, strato dopo strato, fino alla realizzazione del pezzo desiderato. La differenza principale con SLM è che la polvere è contenuta nel serbatoio e viene depositata tramite l'ugello, mentre per SLM abbiamo il tipico "letto di polvere". Rispetto all' SLM, con LMD è possibile costruire

strati di materiale direttamente da superfici 3D e lavorare pezzi molto grandi. Questa caratteristica lo rende il processo adatto per le riparazioni e per la protezione da usura e corrosione.

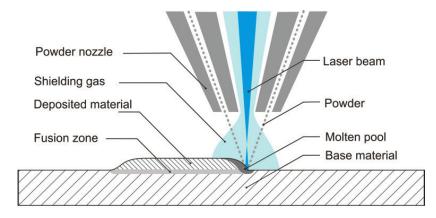


Figura 1.5: Processo di LMD 5

# 1.2.4 Selective Laser Melting (SLM)

Il processo di produzione attraverso SLM avviene attraverso un distributore che contiene la polvere da fondere in un serbatoio e la deposita sul piano di lavoro della macchina. A questo punto un laser con un'opportuna tecnica di scanning passa sopra la polvere che prima fonde formando un pezzo unico e poi solidifica. Una volta solidificato lo strato, il piano di lavoro viene abbassato e viene depositato un'ulteriore strato di polvere. Questo processo si ripete finchè il componente non viene definitivamente realizzato. Il fascio laser ad alta densità di potenza fonde la polvere in modalità selettiva, ovvero in punti strategici che permettono una maggior rapidità del processo e una maggiore personalizzazione del prodotto finale. La sorgente laser è in fibra attiva ad Itterbio. Il fascio laser è caratterizzato da una lunghezza d'onda pari a circa 1050-1070 nm, con potenze che variano tra i 200 W e i 400 W, ma può raggiungere in alcuni casi anche potenze maggiori. In figura 1.6 è riportata la schematizzazione del processo.

Il processo di fusione avviene in una camera di lavoro dove è presente un'atmosfera controllata.

I materiali con cui viene utilizzata la macchina SLM sono:

- Acciai al carbonio e Acciai Inox: in particolare vengono prodotti acciai Maraging tramite SLM, molto utili in campo aerospaziale grazie alla loro saldabilità
- Leghe di Alluminio: AlSi12, AlSi10Mg, Scalmalloy, AlSi7;

#### 1.2. ADDITIVE MANUFACTURING PER COMPONENTI METALLICI7

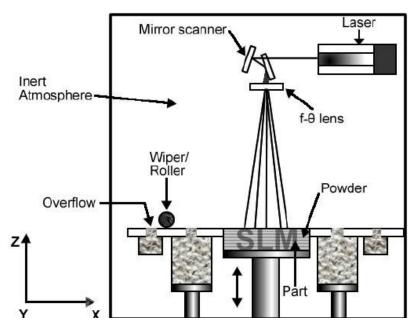


Figura 1.6: Processo di SLM 111

- Titanio e leghe di Titanio: la lega di Titanio che viene maggiormente processata tramite SLM è Ti-6Al-4V;
- Leghe a base di Nichel: l'Inconel 625, Inconel 718, Hastelloy X, Nimonic 263, Chromel e IN738LC;
- Leghe Cobalto-Cromo.

I principali vantaggi di questa tecnologia sono:

- è una tecnologia ecosostenibile con basse emissioni di anidride carbonica;
- grazie alla fusione selettiva si ottengono piccole zone fuse che si raffreddano rapidamente così da avere una microstruttura molto fine, la quale garantisce di ottenere proprietà meccanica superiori ad altri processi di produzione;
- la progettazione tramite disegno CAD consente di effettuare rapide modifiche ai componenti da realizzare in fase di progettazione e la possibilità di realizzarli velocemente senza dover cambiare il processo di produzione;
- è possibile decidere la porosità del componente in modo tale da poter anche diminuire il peso del componente finale;

• la possibilità di realizzare forme complesse, riducendo al minimo gli sprechi dei materiali, con conseguente diminuzione dei costi di produzione.

Come ogni tecnologia le macchine SLM presentano anche alcuni svantaggi come:

- la scarsa reperibilità di materiali metallici in forma di polvere con granulometria adatta a questo processo;
- le velocità di produzione dei componenti è limitata per cui è impossibile avviare una catena di produzione su larga scala;
- è difficile ottenere la finitura superficiale desiderata per cui il componente realizzato dovrà essere poi sottoposto ad ulteriori lavorazioni;
- con questo processo produttivo nascono stress residui all'interno del materiale che dovranno essere eliminati attraverso dei trattamenti termici per il detensionamento;
- il volume della camera di lavoro è di limitate dimensioni per cui vi è un limite nella grandezza del componente da realizzare (solitamente 30 cm x 30 cm x 30 cm);

#### 1.2.5 Parametri di processo SLM

Nella produzione dei componenti tramite SLM vi sono alcuni parametri che possono modificare il prodotto finale. In particolare vi sono alcuni parametri fissi che non possono essere modificati come:

- il punto di fusione del materiale processato;
- la conducibilità termica del materiale;
- il peso specifico.

I parametri che invece possono influenzare il processo produttivo sono:

- Parametri di scansione: Hatch distance, Hatch angle, velocità di scansione, strategia di scansione e spessore del layer;
- Parametri del laser: dimensione dello spot e potenza;
- Parametri legati al processo: l'utilizzo dei supporti ed il preriscaldamento;

### 1.2. ADDITIVE MANUFACTURING PER COMPONENTI METALLICI9

#### Potenza del laser

Questo parametro influenza principalmente la densità finale del componente. Maggiore è la potenza del laser e maggiore sarà la finitura superficiale e la accuratezza del componente. Nel caso di potenza del laser troppo bassa, i layer inferiori non giungono a rifusione per cui ci sarà meno compattezza e adesione tra gli strati. Oltre a questa problematica si può instaurare il fenomeno del balling causata dalla bassa viscosità del metallo fuso che da origine a "bolle" di metallo fuso, circondate da materiale che non è giunto a fusione, creando così una finitura superficiale di livello più basso. Una potenza del laser troppo elevata, invece, può generare l'evaporazione della polvere e non la sua fusione, con emissione di fumi nella camera di lavoro. I tipici range di potenza sono tra i 200 W e i 1000 W.

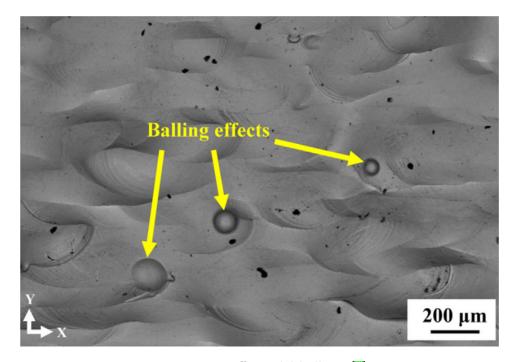


Figura 1.7: Effetto del balling 6

#### Dimensioni dello spot

Il fascio laser può essere considerato come un cerchio ed è possibile modificarne le dimensioni variando la dimensione del raggio di quest'ultimo. L'energia del laser è maggiormente concentrata nel punto centrale del cerchio e diminuisce allontanandosi da quest'ultimo. Una maggiore dimensione dello spot consente una maggiore rapidità di produzione, anche se varieranno le caratteristiche ed il risultato finale del componente prodotto.

#### Hatch distance

Con questo parametro si intende la distanza tra due passate di fascio laser adiacenti. Maggiore è la distanza tra due passate adiacenti e maggiore sarà la velocità di avanzamento del processo. Se si aumenta troppo la distanza tra due passate adiacenti si incorre nel rischio che le zone più esterne dello spot non vengano fuse in modo appropriato.

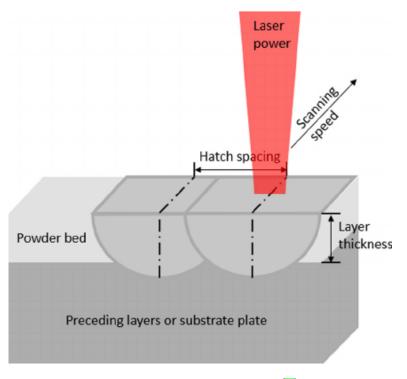


Figura 1.8: Hatch distance 7

#### Velocità di scansione

Anche in questo caso maggiore è la velocità del passaggio del laser e minore sarà il tempo necessario a concludere il processo produttivo a discapito però dalla finitura della qualità finale del materiale che se prodotto velocemente, presenterà un maggior numero di porosità e delle proprietà meccaniche minori

#### Spessore del layer

Un'elevato spessore del layer può causare difetti nella fusione che possono causare un abbassamento delle proprietà meccaniche. Di contro, maggiore è lo spessore del layer e più velocemente verrà prodotto il pezzo.

#### 1.2. ADDITIVE MANUFACTURING PER COMPONENTI METALLICI11

#### Hatch angle

L'hatch angle è l'inclinazione di un layer rispetto al precedente. In letteratura si è potuto osservare che l'inclinazione di un layer di 67° nel caso dell'IN625, rispetto al layer precedente, consente di ridurre le anisotropie del materiale, il numero dei difetti e delle rugosità superficiali e le tensioni residue.

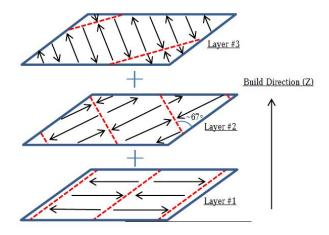


Figura 1.9: Hatch angle 8

## Strategia di scansione

La strategia di scansione indica il modo in cui il laser si muove sul piano di lavoro per fondere la polvere. In figura 1.10 sono riportate alcune tipiche strategie di scanning utilizzate.

Una volta scelta la strategia di scansione, si impostano ulteriori parametri nel software di utilizzo della macchina SLM come:

- il punto in cui ripartirà la strategia di scansione del livello successivo;
- l'hatch distance;
- l'hatch angle;
- lo spessore dal layer.

#### Supporti

I supporti servono per distaccare il componente in produzione dalla base del piano di lavoro, in modo di facilitare anche la rimozione del componente dalla macchina. La scelta dei supporti è fondamentale al fine di avere una corretta dissipazione di calore in modo da evitare riscaldamenti che possono causare la formazione di tensioni residue.

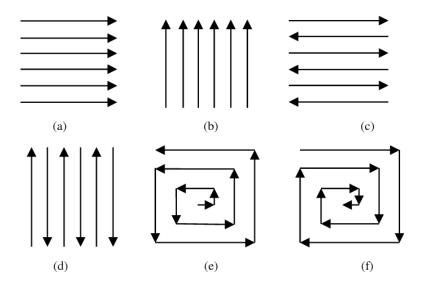


Figura 1.10: Hatch distance 9

#### Preriscaldamento

A causa degli elevati gradienti termici nascono delle deformazioni che possono generare tensioni residue. Il componente è in contatto con la piattaforma che se non viene riscaldata, genera un forte gradiente termico con la polvere fusa generando forti stress residui. Si cerca dunque di preriscaldare la piattaforma ad una temperatura ottimale a minimizzare i gradienti termici.

# 1.3 Additive manufacturing in campo aerospaziale

L'industria aerospaziale è stata uno dei primi settori ad adottare le tecniche di additive manufacturing. La stampa tridimensionale consente di realizzare forme complesse con una migliore resistenza ed una riduzione del materiale utilizzato per la realizzazione. In questo modo si riesce ad ottenere una riduzione di peso che è uno dei fattori chiave nella progettazione aerospaziale. Questa tecnologia è anche usata per effettuare riparazioni sui componenti. La produzione tramite Additive manufacturing è utilizzata oggi principalmente per la produzione di componenti strutturali, componenti propulsivi e ugelli. Ge Aviation usa le macchine powder bed fusion per produrre componenti dei motori di nuova generazione. In questo modo si sono ridotte le parti da 18 a 1 e si è ridotto il peso del 25%.



Figura 1.11: GE Leap Engine fuel nozzle creato con additive manufacturing [10]

# 1.4 Le superleghe

Il termine superleghe è stato introdotto per identificare un gruppo di materiali che possiede elevate proprietà meccaniche ad alte temperature. Questi materiali hanno temperature di utilizzo pari al 70%-80% della loro temperatura di fusione. Alcune delle principali caratteristiche meccaniche in possesso delle superleghe sono:

- Alta resistenza;
- Buona resistenza a fatica;
- Buona resistenza al creep;
- Buona tenacità a frattura;
- Buona resistenza a corrosione ed ossidazione. [17]

Esistono diverse tipologie di superleghe, ma le più utilizzate sono:

- Superleghe di Nickel: contengono 50% 75% in peso di Ni, 10% 25% in peso di Cr, 0% 10% in peso di Al,Ti e Nb, 0% 20% in peso di Co e piccole quantità di Mo,W, Ta, B, Zr, C ed altri elementi.
- Superleghe di Nickel-Ferro: contengono 10% 50% Ni, 15% 60% Fe, 15% 28% Cr, 0% 10% in peso di Al,Ti e Nb, 0% 20% in peso di Co e piccole quantità di B, Zr, C ed altri elementi.
- Superleghe di Cobalto: contengono 10%-35% Ni, 30%-60% Co, 20%-30% Cr , 0%-5% Al,Ti e piccole quantità di Mo,W, Ta, B, Zr, C ed altri elementi.

#### 1.4.1 Meccanismi di rafforzamento delle superleghe

L' elevato numero di elementi alliganti presenti all'interno delle superleghe sono necessari per innescare quei fenomeni di rafforzamento tipici di queste leghe ad alte proprietà meccaniche.

Il primo meccanismo di rafforzamento delle superleghe è il rafforzamento per soluzione solida. Questo meccanismo si basa sull'addizionamento di atomi di un elemento alligante alla matrice metallica austenitica FCC. La presenza di questi atomi degli elementi alliganti, che possiedono diversa dimensione atomica rispetto all'elemento base della superlega, formano una soluzione solida interstiziale. Le deformazioni causate dagli atomi interstiziali nel reticolo FCC ostacolano il moto delle dislocazioni. La matrice metallica rafforzata con gli atomi interstiziali prende il nome di  $fase \ \gamma$ . Gli elementi alliganti tipici utilizzati per rinforzamento per soluzione solida sono:

- Alluminio (garantisce elevato rafforzamento per soluzione solida);
- Tungsteno, Molibdeno e Cromo (garantiscono rilevante rafforzamento per soluzione solida);
- Ferro, Titano, Vanadio e Cobalto (garantiscono lieve rafforzamento per soluzione solida); 17

Il secondo meccanismo di rafforzamento delle superleghe è il rafforzamento per precipitazione di seconde fasi intermetalliche. Gli elementi alliganti formano dei composti intermetallici del tipo  $Ni_3X$ , dove X può essere Titanio, Alluminio, Niobio o Tantalio. Tra i vari composti intermetallici che si possono formare, essi si presentano seguendo un principio di stabilità termodinamica, dal più stabile al meno stabile. Tra i composti intermetallici che si possono formare il più stabile è  $Ni_3Al$  che presenta cella elementare cubica a facce centrate. Il Titanio può sostituire l'Alluminio nei composti intermetallici dando origine all'intermetallico  $Ni_3(Al, Ti)$ . Il Titanio forma composti intermetallici con reticolo esagonale compatto, il Niobio con reticolo ortorombico o tetragonale a corpo centrato, mentre il Tantalio forma reticolo

tetragonale a corpo centrato. La presenza di questi elementi in sostituzione dell'Alluminio, fa variare il parametro di cella. Quando avviene il fenomeno di rafforzamento dovuto alla presenza di composti intermetallici, i precipitati prendono il nome di fase  $\gamma'$ . Il rafforzamento della superlega avviene per il fatto che i precipitati che si vanno a formare, presentano parametro di cella diverso da quello della matrice metallica. La differenza tra i parametri di cella, che prende il nome di misfit, crea una distorsione dei reticoli per fare in modo che si possa passare da una fase all'altra senza interruzione nel reticolo cristallino. Il misfit e la coerenza tra le fasi danno origine a stati di tensione elastica che si oppongono al moto delle dislocazioni. Il rafforzamento per precipitazione può avvenire anche tramite la formazione di carburi all'interno della superlega. La formazione di carburi sul bordo di grano permette di stabilizzare il bordo di grano ostacolando gli scorrimenti ed inoltre permette il controllo della crescita del grano migliorando la resistenza al creep. La formazione di carburi all'interno dei bordi di grano ostacola le dislocazioni, pur essendo un meccanismo meno forte della formazione dei precipitati. Questo meccanismo di rafforzamento deve essere ben controllato perchè un eccessivo aumento della quantità dei carburi può portare ad una drastica riduzione della duttilità del materiale. Un ulteriore aspetto da considerare è che la formazione di carburi predispone il materiale alla corrosione intergranulare che fa diminuire la resistenza alla corrosione del materiale. Infine, l'ultimo meccanismo di rafforzamento per precipitazione è la formazione dei boruri che consente la stabilizzazione dei bordi di grano. I boruri vanno ad occupare le vacanze reticolari in prossimità dei bordi di grano, bloccando i fenomeni diffusivi di altri elementi e e la precipitazione di fasi infragilenti al bordo di grano. In questo modo si aumenta la durezza e la capacità del materiale di bloccare la nucleazione di cricche.

#### 1.5 Inconel 625

L'Inconel 625 è una superlega di Nickel che viene utilizzata in campo aerospaziale e nell'industria energetica grazie alla sua elevata resistenza alla temperatura ed alla corrosione. In particolare, questa superlega è utilizzata per produrre valvole di pressione, componentistica dei motori (pale di turbina) e scambiatori di calore. [18] Nella successiva tabella è riportata la composizione chimica della superlega.

Elemento	Percentuale in massa
Al	0.4%~max
$\mathbf{C}$	0.1%~max
Co	0.1%
$\operatorname{Cr}$	20% - 23%
$\mathrm{Nb}+\mathrm{Ta}$	3.15% - 4.15%
Fe	$5\%\ max$
Mn	$0.5\%\ max$
Mo	8% - 10%
Ni	58%
Si	$0.5\%\ max$
Ti	0.4%

#### 1.5.1 Microstruttura Inconel 625 prodotto con SLM

La microstruttura dell'Inconel 625 prodotto tramite SLM presenta una microstruttura colonnare ed una forte texture e grani allungati nella direzione di costruzione.

#### 1.5.2 Inconel 625 in campo aerospaziale

La particolare microstruttura dell'Inconel 625, conferisce a questo materiale caratteristiche uniche che lo rendo indispensabile nell'industria aerospaziale. Le caratteristiche che lo rendono un materiale appetibile per l'industria aerospaziale sono:

- l'eccezionale resistenza alla corrosione che lo rende utilizzabile in ambienti estremi;
- l'abilità di resistere ad altissime temperatura;
- alta resistenza meccanica.

Grazie a queste caratteristiche, è possibile impiegare questo materiale in ambienti estremi come all'intero di un motore dove vi sono condizioni di alta corrodibilità, alte pressione e alte temperature. Il molibdeno presente nell'Inconel 625 conferisce la resistenza all'ossidazione e alla corrosione. Il niobio invece, aiuta adì combattere la sensitizzazione che avviene durante la saldatura.

Queste caratteristiche lo rendono il materiale ideale per le turbine a gas, i razzi e gli impianti per processi chimici. Nell'industria aerospaziale uno dei primi utilizzi è stato quello relativo al sistema di scarico di un aereo. Viene inoltre utilizzato nei razzi vettori, nei terminali di scarico e negli husk kit.



Figura 1.12: Husk kit di un velivolo

# 1.6 Tensioni residue

Gli stress residui sono tensioni che si generano all'interno di un materiale. Gli stress residui sono autoequilibrati ovvero ci sono trazioni e compressioni locali che danno forza e momento risultante nulli sulla struttura globale. Ogni processo di produzione causa stress residui nel materiale ed inoltre,

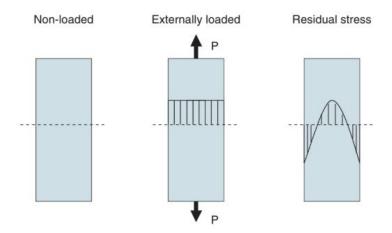


Figura 1.13: Esempio di modalità di azione degli stress residui 20

questi ultimi, possono svilupparsi nel corso della vita operativa del materiale. Le tensioni residue si sviluppano come risposte elastiche a sollecitazioni locali interne; il materiale si deforma elasticamente in modo tale da fornire continuità dimensionale, ed è proprio questa deformazione elastica a dar vita alle tensioni residue. 22 Tra le cause principali della formazione di stress residui all'interno dei materiali ci sono:

- Cambi di densità o di fase del materiale;
- Presenza di gradienti termici;
- Deformazioni plastiche non uniformi come processi che cambiano la forma del materiale;
- Processi che modificano la superficie del materiale [22]

Gli stress residui sono stati classificati in relazione alla scala di lunghezza su cui agiscono:

- Type 1: si estendono su distanze maggiori del mm. Sono stress che agiscono sui componenti che sono stati fabbricati e vengono chiamati anche "Macro Residual Stress";
- Type 2: sono gli stress che agiscono su una scala dell'ordine del micron e sono chiamati anche "Micro Residual Stress";
- Type 3: sono stress che agiscono su scala nanometrica intorno alle dislocazioni. Questa tipologia di stress residui è generata dalle disomogeneità presenti all'interno dei grani.

Nella figura 1.14 sono riportati alcuni dei processi ingegneristici che causano stress residui all'interno del materiale. Essendo che gli stress residui sono autoequlibrati, la presenza di essi non viene tenuta in conto durante il processo ingegneristico. Relativamente alla resistenza del materiale, le tensioni residue si aggiungono alle tensioni dovute ai carichi generando un effetto che a seconda della posizione e del tipo di tensione residua può avere effetto benevolo o dannoso. Inoltre gli stress residui, nonostante abbiano risultante nulla, sono difficili da individuare a causa del fatto che sono non uniformi e con forti gradienti. Risulta dunque molto importante prevedere e ridurre la presenza degli stress residui durante il processo di produzione o con dei successivi trattamenti termici dal momento che, quando un componente contenente tensioni residue viene tagliato, le tensioni all'interno del materiale di ridistribuiscono per mantenere l'equilibrio e questo può causare la deformazione del componente.

#### 1.6.1 Metodi di misurazione degli stress residui

Le tensioni residue sono molto difficili da misurare, indipendentemente dal metodo di misurazione utilizzato. Esistono tre tipologie di metodi non distruttivi:

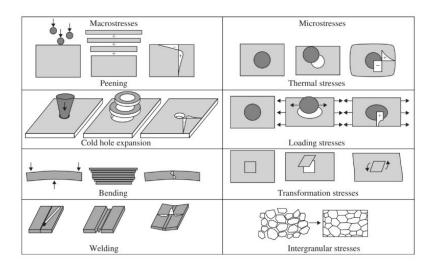


Figura 1.14: Processi che generano tensioni residue 21

- Metodi distruttivi: sono metodi in cui viene asportata una parte del materiale mediante taglio. Le tensioni dopo questa asportazione di materiale si ridistribuiscono causando una deformazione che può essere misurata successivamente.
- Metodi semidistruttivi: sono metodi in cui si provoca un danneggiamento molto piccolo del componente che può continuare ad essere utilizzato;
- Metodi non distruttivi: con questi metodi che sfruttano solitamente onde elettromagnetiche o ultrasuoni, il componente non viene nemmeno danneggiato anche se la profondità di misurazione delle tensioni è molto inferiore ai metodi visti in precedenza.

La scelta del metodo dipende da diversi fattori come l'accuratezza della misura necessaria o dalla possibilità di riutilizzo del componente indagato. Tra i metodi distruttivi ci sono i metodi di misurazione a riposo. Questi ultimi si basano sul fatto che le deformazioni dovute agli stress residui, hanno tipicamente comportamento elastico, per cui esiste una relazione lineare tra la dimensione della deformazione e le tensioni residue.

#### 1.6.2 Tensioni residue nell'additive manufacturing

I processi di additive manufacturing che utilizzano il laser come fonte di energia, hanno la problematica di dare origine a forti gradienti termici che causano un'elevata presenza di tensioni residue, le quali possono causare rotture nei componenti. 25 Tra i meccanismi che causano l'insorgenza

delle tensioni residue nei materiali si ha che la sorgente di calore riscalda il materiale sottostante che si dilata, mentre il materiale intorno è ad una temperatura più bassa e ne ostacola l'espansione generando degli sforzi di compressione. Quando la sorgente termica viene tolta vi è un raffreddamento non omogeneo che causa la nascita di sforzi di trazione.

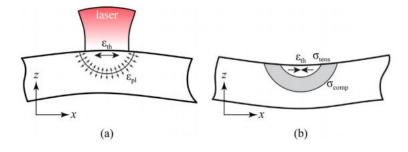


Figura 1.15: Tensioni residue generate da processi di additive manufacturing 26

Alcuni studi hanno mostrato che si ha una differente distribuzione degli stress residui a seconda della direzione. E' stato dimostrato che gli stress residui sono maggiori lungo la direzione longitudinale del componente e si riducono quando ci si avvicina alla base del componente.

E' stato proposto un modello termoelastico secondo il quale le tensioni residue longitudinali risultano essere due volte maggiori di quelle trasversa-li. [28] Utilizzando la tecnica di scanning denominata 'island scanning' è possibile ridurre il tracciato fatto dalla macchina riducendo le zone in cui sono presenti gradienti di temperatura e facendo così diminuire le tensioni residue. La magnitudine e la direzione degli stress infatti, è influenzata dalla lunghezza del vettore di scanning che più è piccolo e maggiormente vengono ridotti gli stress residui. [29]

Un'altra soluzione adottata per ridurre le tensioni residue è la rotazione del percorso tra i vari layers al fine di ottenere una distribuzione di stress più uniforme. E' stato inoltre dimostrato che se il campione viene prodotto senza supporti con contatto diretto sul piatto di lavoro della macchina, questo influenza fortemente gli stress residui. Gli stress residui hanno sempre un carattere oscillatorio e questa caratteristica rimane anche dopo lo shot-peening e i trattamenti termici.

#### 1.6.3 Tensioni residue in campo aerospaziale

Al fine di ridurre i consumi nel campo aerospaziale si è cercato di ridurre il peso delle strutture attraverso l'utilizzo di nuovi materiali e nuovi concept. Per avere velivoli più leggeri mantenendo adeguate caratteristiche di resisten-

21

za si sono iniziate ad usare nuove leghe che però hanno la problematica di presentare una maggiore quantità di stress residui. Per fare fronte a questa problematica è stato introdotto il programma COMPACT per giungere ad un'elevata conoscenza degli stress residui per il campo aerospaziale.



# Materiali e metodi

# 2.1 SLM-EOSINT M270

Utilizzando il processo di additive manufacturing del Selective Laser Melting, sono stati prodotti i campioni di Inconel 625 da analizzare. Il processo SLM è stato eseguito con la macchina EOSINT M270, prodotta dalla EOS, azienda leader del settore dell'additive manufacturing. Nella figura 2.1 è possibile osservare il modello utilizzato.



Figura 2.1: EOSINT M270

La macchina presenta un building volume di  $250 \times 250 \times 325$  mm. Il laser a fibra di Itterbio possiede una potenza che arriva fino ai 200 W. Attraverso il laser che fonde la polvere, la macchina riesce a trasformare la polvere in materiale solido. La macchina è del tipo monolaser.

# 2.2 Realizzazione dei campioni

Per la produzione dei campioni in Inconel 625 sono stati usati i seguenti parametri di processo:

- Potenza del laser di 195 W;
- Hatching Distance (Distanza di scansione) di 0.09 mm;
- Velocità di scansione di 1200 mm/s.

La strategia di scansione utilizzata è stata quella di ruotare il fascio laser dopo ogni strato di 67°, azione che consente la riduzione delle tensioni residue e di avere omogeneità microstrutturale e delle proprietà meccaniche. I campioni prodotti sono stati:

- 8 campioni da 10 mm x 10 mm x 10 mm;
- $\bullet$  24 campioni da 20  $mm \ x \ 20 \ mm \ x \ 15 \ mm$ .

I primi otto campioni sono stati prodotti al fine di osservarne la microstruttura dopo aver effettutato differenti trattamenti termici su ognuno di essi. Su questi campioni si sono inoltre realizzate delle prove di durezza per valutare questa proprietà meccanica. I 24 campioni di maggiori dimensioni, dopo essere stati trattati termicamente, sono stati preparati per effetturare prove sperimentali in modo tale da andare a valutare le tensioni residue sui diversi campioni.

#### 2.3 Trattamenti termici

I campioni prodotti sono stati suddivisi in 8 sottogruppi composti da 1 campione  $10\ mm\ x\ 10\ mm\ x\ 10\ mm$  e da 3 campioni  $20\ mm\ x\ 20\ mm$  x  $20\ mm$ . I campioni sono stati a questo punto inseriti in un forno a muffola dove sono stati trattati termicamente.

I trattamenti termici eseguiti sugli 8 gruppi di campioni sono stati:

- Campioni AS-BUILT, ovvero su questi campioni non è stato eseguito alcun trattamento termico;
- Trattamento termico a 600° C per 1 h;
- Trattamento termico a 800° C per 1 h;
- Trattamento termico a 870° C per 1 h;
- Trattamento termico a 900° C per 1 h;
- Trattamento termico a 980° C per 1 h;

- Trattamento termico a  $1050^{\circ} C$  per 1 h;
- Trattamento termico a  $1180^{\circ} C$  per 1 h;

Nella figura 2.2 è possibile osservare graficamente i trattamenti termici utilizzati.

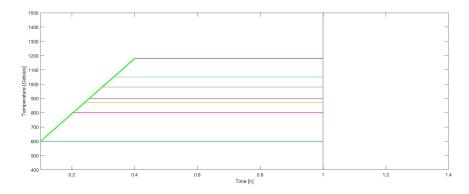


Figura 2.2: Trattamenti termici

## 2.4 Troncatrice

Una volta prodotti, i campioni di dimensioni 10 mm x 10 mm x 10 mm; sono stati tagliati a metà utilizzando la troncatrice in figura 2.3 I campioni sono stati sezionati lungo il piano ZY in modo da poter osservare poi al microscopio la microstruttura lungo l'asse di crescita Z.



Figura 2.3: Troncatrice

# 2.5 Inglobatrice

Gli 8 campioni di dimensioni  $10 \ mm \ x \ 10 \ mm \ x \ 10 \ mm$ , dopo essere stati tagliati con la troncatrice sono stati inglobati in resina acrilica con l'inglobatrice in figura 2.4 per facilitarne la lucidatura e le attività successive.



Figura 2.4: Inglobatrice

#### 2.6 Lucidatrice

Dopo aver svolto le operazioni precedenti, i campioni sono stati lucidati in modo tale da rendere la superficie del campione da osservare al microscopio, priva di righe. Per la preparazione metallografica sono state utilizzate inizialmente delle carte abrasive fino ad un grit di 2400 e poi successivamente si è utilizzata pasta diamantata da 3  $\mu m$  e da 1  $\mu m$  per avere una finitura superficiale a specchio.





Figura 2.5: Lucidatrici Mintech 233 e Mecotech 264

### 2.7 Attacchi con gli acidi

Per risaltare la microstruttura è stato effettuato un attacco chimico. Per l'attacco chimico è stata utilizzata una soluzione ad acidi misti costituita da 10 ml di acido acetico 10 ml di acido nitrico e 15 ml di acido cloridrico.

# 2.8 Microscopio ottico

Il microscopio ottico, attraverso un sistema di lenti permette di ottenere l'immagine di un campione (anche nell'ordine del migliaio di volte) sfruttando lo spettro di luce visibile. Esistono microscopi semplici con un solo sistema di lenti e microscopi composti con sistemi costituiti da oculare ed obiettivo. Per le osservazioni della microstruttura è stato utilizzato il microscopio ottico rovesciato LEICA DMI 5000M. Questo microscopio consente di ottenere ingrandimenti fino a 2000X.



Figura 2.6: LEICA DMI 5000M

# 2.9 Microscopio elettronico a scansione

Il microscopio elettronico a scansione (SEM), a differenza del microscopio ottico, non sfrutta la luce ma dei filamenti, che emettono un fascio di elettroni primari che viene concentrato da una serie di lenti e deflesso da una lente obiettivo. Gli elettroni sono catturati da rilevatori che la trasformano in

impulsi elettrici e li inviano ad un monitor. Il SEM funziona in vuoto ed il campione deve essere conduttivo e messo a terra per evitare il fenomeno dell'accumulo di carica. Gli elementi che costituiscono il SEM sono:

- la sorgente elettronica che può essere termoionica in tungsteno o esaboruro di lantanio oppure puntuale;
- le lenti elettromagnetiche per la focalizzazione del fascio costituite da un traferro toroidale avvolto da spire che generano un campo magnetico che serve a focalizzare il fascio;
- dei rivelatori utilizzati per percepire le relazioni tra elettroni e campioni.
  32 33

#### 2.10 Analisi delle durezze

La durezza è una caratteristica legata alla deformabilità plastica di un materiale. Viene infatti definita come resistenza alla deformazione permanente. Le prove utilizzate per il calcolo della durezza calcolano la resistenza di un materiale alla penetrazione da parte di un altro materiale penetratore. Per il calcolo della durezza possono essere usate diverse scale come ad esempio:

- Brinell;
- Vickers;
- Rockwell;
- Mohs.

Per il calcolo della durezza è stata utilizzata la prova di Brinell che calcola la durezza tramite la misura del diametro dell'impronta lasciata dal penetratore. I vantaggi di questa prova sono la rapidità, il basso costo, la possibilità di usare carichi particolarmente alti ed inoltre il campione non viene distrutto.

Per il calcolo della durezza dei campioni, è stata rispettata la normativa UNI EN ISO 6506, si è utilizzata la scala di Brinell HBW 10 con diametro del penetratore di 2.5 mm e con un carico applicato di 62.5 kg. Il carico è stato applicato nei quattro vertici del campione ed al centro di esso. Per la prova di durezza è stato utilizzato il durometro EMCO-TEST M4U-025

Il durometro applica il carico al campione ed una volta avvenuta la deformazione è possibile misurare l'impronta lasciata dal penetratore sferico tramite la formula:

$$HB = \frac{2P \times 0.102}{\pi D \left(D - \sqrt{D^2 - d^2}\right)}$$

dove:



Figura 2.7: Durometro EMCO-TEST M4U-025

- D è il diametro del penetratore [mm];
- d è il diametro dell'impronta lasciata dal penetratore [mm];
- P è il carico di prova [N].

Applicando questa relazione è possibile ricavare il valore di durezza HB del campione.

# 2.11 Calcolo degli stress residui

Sono state valutate le tensioni Top e Lateral sui campioni di dimensioni  $20mm \times 20mm \times 15mm$  per ognuno dei trattamenti termici. Per il calcolo delle tensioni residue è stato utilizzato il metodo della rosetta forata che genera sollecitazioni che possono portare alla formazione di deformazioni plastiche localizzate. Le equazioni utilizzate per l'analisi delle tensioni residue sono valide in campo lineare, ma a causa delle deformazioni plastiche che si

formano, avviene una deviazione dal comportamento lineare. Per profondità del foro ridotte come in questo caso si può assumere comportamento lineare fino al 70% della tensione di snervamento, per cui possono essere considerati significativi tutti i valori di tensioni residue minori di questo valore di soglia. Il metodo della rosetta forata è il metodo più utilizzato per il calcolo degli stress residui.

35 Le caratteristiche che ne hanno consentito un ampio utilizzo sono:

- affidabilità;
- procedure standardizzate;
- buona accuratezza.

Con questo metodo si effettuano dei danni sul campione che però sono ridotti e possono essere riparati, per cui viene catalogato come metodo semidistruttivo. Con il metodo della rosetta forata si effettua un foro nel campione, in cui avviene avviene la ridistribuzione degli stress residui la quale causa un ritorno elastico che lo fa deformare. Attaccando degli estensimetri è possibile valutare la deformazione superficiale da cui si ricava il valore degli stress residui presenti prima di effettuare il foro.

Per il calcolo degli stress residui è stato utilizzato il Residual Stress Analyzer MTS3000-RESTAN di Sint Tecnology riportato in figura 2.8

La misura degli stress residui è avvenuta con il procedimento qui descritto:

- Fase 1: lucidatura dei campioni per applicazione degli estensimetri con carte abrasive in SiC con grana 180, 220 e 400.
- Fase 2: pulizia delle superfici dei campioni
- Fase 3: incollaggio degli estensimetri.
- Fase 4: il campione viene bloccato, si collegano gli estensimetri al sistema per la misura degli stress residui e viene eseguito il foro.
- Fase 5: vengono rilevate le deformazioni prodotte dal foro ad ogni step di foratura. Alla fine della prova viene misurato il diametro del foro e la sua eccentricità. Tutti i dati trovati vengono inseriti all'interno di un software che li elabora restituendo i valori delle tensioni residue presenti all'interno del campione. Il software utilizzato è SINT EVAL software (SINT Technology s.r.l., Calenzano, Italy) che prende i dati relativi alle deformazioni e li processa per ottenere i valori di stress residui.

Utilizzando il software RSM si ottiene in output un file contenente tutte le deformazioni misurate.

Nella figura 2.9 è possibile osservare la barra degli strumenti del Software Eval. Tramite il pulsante LOAD è possibile caricare il file con i dati relativi



Figura 2.8: Residual Stress Analyzer MTS3000-RESTAN



Figura 2.9: Barra degli strumenti del software Eval

alla misurazione ottenuta con il metodo della rosetta forata. A questo punto si utilizza il pulsante **TEST SETUP** per aggiustare i settaggi relativi al campione. Una volta aperta la schermata **TEST SETUP** è possibile modificare manualmente alcuni dati come il diametro nominale, l'eccentricità del foro ottenuto con l'hole drilling o lo spessore del campione. Può essere inoltre modificata la punta del perforatore con cui si è eseguito il foro sul campione. Per modificare questi valori è necessario entrare in **EDIT MODE**. Infine è possibile modificare i dati relativi al materiale ovvero:

- Modulo di Young;
- Coefficiente di Poisson;
- Tensione di snervamento;
- Modulo elastico tangente  $E_t$ .

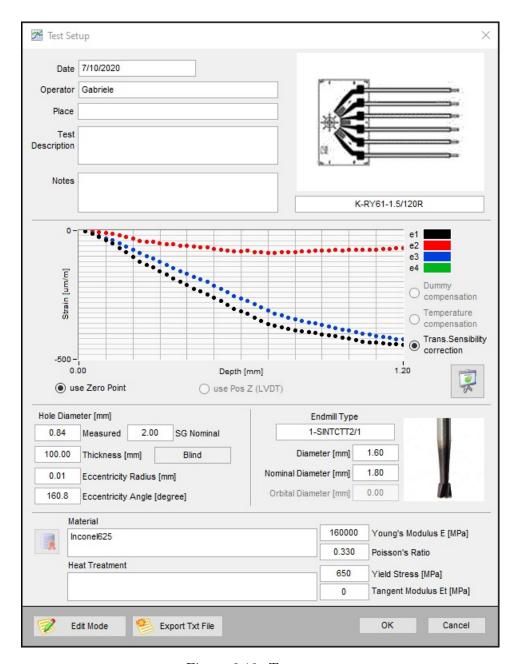


Figura 2.10: Test setup

A questo punto tramite il comando INTERPOLATION SETTINGS è possibile settare le opzioni di interpolazione dei valori di deformazione, prima del calcolo degli stress residui. I punti nel grafico rappresentano i dati acquisiti mentre le linee rappresentano le curve di interpolazione relativa alla deformazione per ogni estensimetro.

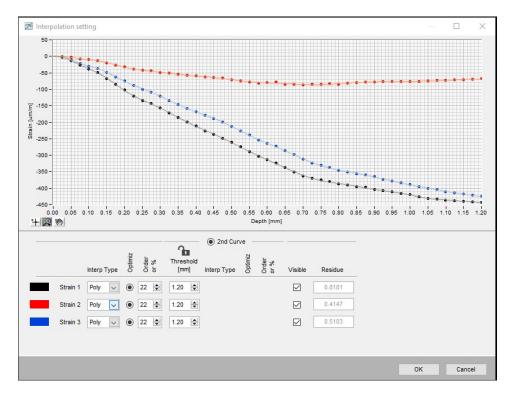


Figura 2.11: Menù Interpolation Settings

In questa fase si è cercato di trovare la curva che approssimi al meglio i dati soprattutto nella parte iniziale e finale della curva. Per fare ciò si usa l'opzione  $2^{nd}$  Curve per attivare l'interpolazione basata su due curve, si può agire sul tipo di curva interpolante tramite il comando Interpolation Type ed ottimizzare la strategia interpolante tramite il comando optimization. Nel caso sia stata utilizzata la strategia interpolante  $2^{nd}$  Curve tramite il comando Threshold [mm] è possibile selezionare la profondità in mm dove le due curve vengono a contatto. Dopo questa fase preliminare si passa al calcolo degli stress residui tramite il comando CALCULATION SETTINGS.

In particolare in questa schermata viene selezionato il metodo di calcolo da utilizzare. Per il calcolo degli stress residui è stato utilizzato il metodo **E837-13 EXT Not Uniform**. Questo metodo di calcolo delle tensioni residue non uniformi può essere applicato solo se lo spessore del campione è molto più grande del diametro del foro. [36] In particolare può essere usato se:

- 1.0 \* D per rosette di tipo A o B(dove D è il diamatro del foro prodotto con Hole Drilling);
- 1.2 \* D per rosette di tico C o D;

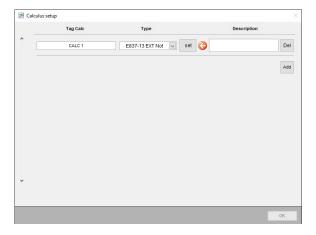


Figura 2.12: Menù Calculation Settings

Questo metodo sfrutta la matrice di Tikhonov per livellare le curve nei punti critici. A questo punto tramite il comando **UNCERTAINTY SETUP** è possibile valutare le fonti di incertezza.

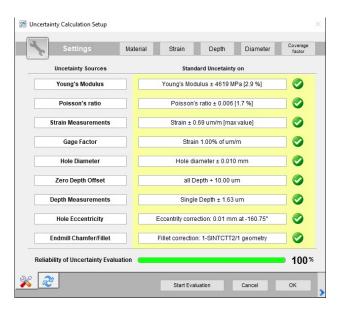


Figura 2.13: Menù Uncertainty Settings

In particolare si è modificato nella finestra Strain l'amplificatore, selezionando il modello HBM - EspressoDAQ.

Successivamente nella finestra Depth si è impostato l' MTS-3000.



Figura 2.14: Menù Uncertainty Settings - Strain

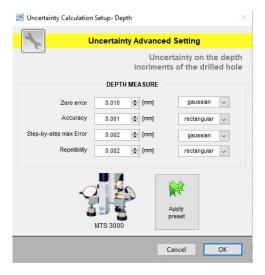


Figura 2.15: Menù Uncertainty Settings - Depth

Infine tramite il comando **REPORT MENU**' è possibile realizzare dei resoconti dell'analisi delle tensioni residue. Tramite i report è possibile ricavare i grafici relativi alle deformazioni e alle tensioni residue del campione. [36]

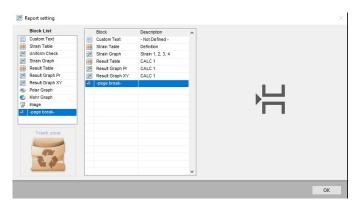


Figura 2.16: Menù Report



# Risultati sperimentali

# 3.1 Analisi della microstruttura

#### 3.1.1 Campione AS BUILT

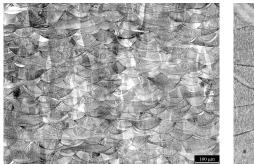




Figura 3.1: Campione AS BUILT ad ingrandimenti 100X (marker 100  $\mu m)$ e 500X (marker 20  $\mu m)$ 

Nella figura [3.1] è possibile osservare la microstruttura del campione as built. I campioni sono stati osservati sul piano XZ. Si osservano chiaramente i melt pool dovuti al processo di solidificazione avvenuto dopo la fusione della polvere dovuta al passaggio del laser della macchina SLM. I melt pool si intersecano a causa della dello scansionamento laser che è ruotato di 67° ad ogni stato. Possono essere osservati i grani che sono colonnari lungo la direzione z. Si può osservare una microstruttura dendritica con segregazioni.

#### 3.1.2 Campione $600^{\circ} C$

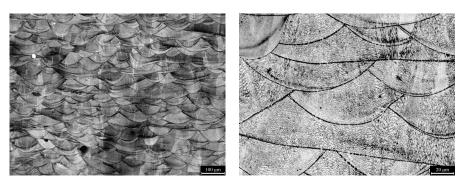


Figura 3.2: Campione trattato termicamente a 600° C ad ingrandimenti 100X (marker 100  $\mu m$ ) e 500X (marker 20  $\mu m$ )

Il campione in figura 3.2 è stato trattato termicamente per un'ora a  $600^{\circ}$  C. La temperatura non è stata sufficiente a far avvenire la ricristallizzazione. Il campione presenta infatti una microstruttura simile al campione as built. I melt pool sono ancora presenti e i grani sono ancora colonnari lungo la direzione z.

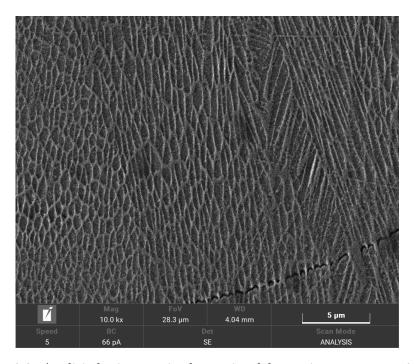


Figura 3.3: Analisi al microscopio elettronico del campione trattato a 600°  ${\cal C}$ 

Anche a questo ingrandimento è possibile notare che non ci sono state

sostanziali modifiche rispetto al campione as built.

#### 3.1.3 Campione $800^{\circ} C$



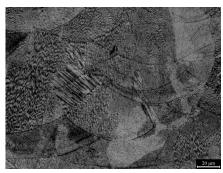


Figura 3.4: Campione trattato termicamente a 800° C ad ingrandimenti 100X (marker 100  $\mu m$ ) e 500X (marker 20  $\mu m$ )

Il campione in figura 3.4 è stato trattato termicamente per un'ora a  $800^{\circ}$  C. Nel campione si possono ancora osservare i *melt pool* e le strutture dendritiche sono ancora colonnari e cellulari.

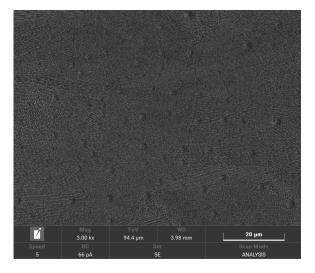


Figura 3.5: Analisi al microscopio elettronico del campione trattato a  $800^{\circ}$  C

Dall'immagine al microscopio elettronico si può osservare la presenza di precipitati. Le zone di forma circolare in rilievo sono precipitati risaltati dalla lucidatura e dal successivo attacco con gli acidi che fa formare una cavità attorno al precipitato formando questo bozzo caratteristico.

#### 3.1.4 Campione $870^{\circ} C$

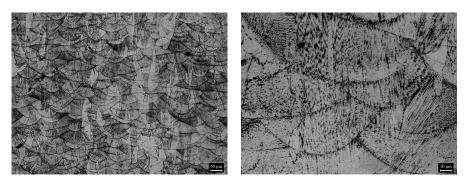


Figura 3.6: Campione trattato termicamente a 870° C ad ingrandimenti 100X (marker 50  $\mu m$ ) e 500X (marker 10  $\mu m$ )

Il campione in figura 3.6 è stato trattato termicamente per un'ora a 870° C. Nel campione si possono ancora osservare i melt pool mentre le strutture dendritiche presentano una leggera riduzione della struttura cellulare, causata in parte dai fenomeni di precipitazione che si verificano a questa temperatura. Si può notare la presenza dei precipitati lungo i bordi di grano, sui bordi dei melt pool e nelle zone interdendritiche. I precipitati si formano prevalentemente in queste zone poiché sono ricche di Niobio ed elementi che segregano. I grani colonnari sono più evidenti a causa delle precipitazioni di fasi lungo il bordo di grano.

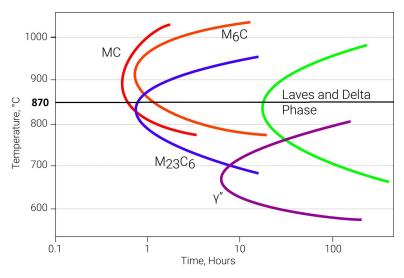


Figura 3.7: Diagramma TTT Inconel 625 relativo a 870°  ${\cal C}$ 

Nell'immagine 3.7 è riportato il diagramma TTT dell'Inconel 625. Si può osservare che l'evoluzione microstrutturale è più rapida per l'Inconel 625

processato per SLM, portando alla formazione di fasi Delta in tempi più corti.

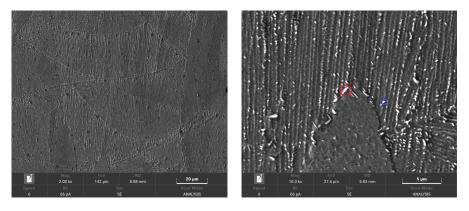


Figura 3.8: Analisi al microscopio elettronico del campione trattato a 870°  ${\cal C}$ 

Dall'ingrandimento al microscopio elettronico riportato in figura 3.8 si può osservare in modo chiaro la formazione dei precipitati proprio lungo i bordi di grano e nelle zone interdendritiche.

Nell'immagine 3.8 si possono osservare le dimensioni dei precipitati. Nell'ovale di colore rosso si può osservare uno dei precipitati di maggiori dimensioni che arriva a 0.919  $\mu m$ , mentre nell'ovale blu è possibile osservare un precipitato di dimensioni medie,ovvero 0.481  $\mu m$ .

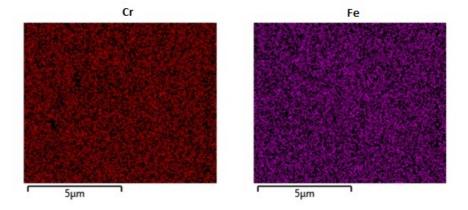


Figura 3.9: Analisi spettro per Cromo e Ferro

Nelle immagini 3.9 e 3.10 è possibile analizzare la presenza dei vari elementi in riferimento all'immagine 3.8. Si può osservare che nella zona del bordo di grano, l'immagine nello spettro del Niobio assume un colore più intenso, confermando che i precipitati che si formano sono ricchi di Niobio.

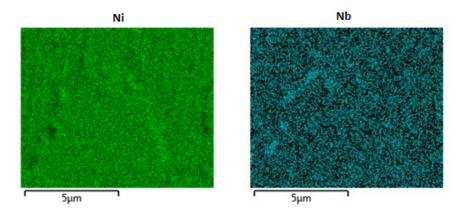


Figura 3.10: Analisi spettro per Nichel e Niobo

#### 3.1.5 Campione $900^{\circ} C$

Il campione in figura 3.11 è stato trattato termicamente per un'ora a 900° C. Si può osservare che i *melt pool* sono ancora presenti mentre la struttura dendritica si inizia a dissolvere. I precipitati sono sempre fasi Delta da come si può osservare dal diagramma TTT, considerando l'accelerazione di formazione di queste fasi per Inconel 625 processato per SLM.

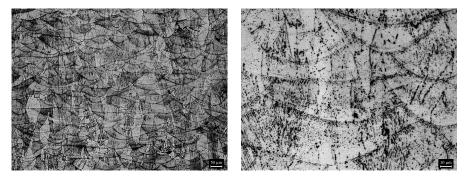


Figura 3.11: Campione trattato termicamente a 900° C ad ingrandimenti 100X (marker 50  $\mu m$ ) e 500X (marker 10  $\mu m$ )

Nella figura 3.13 si può osservare un'immagine del campione al microscopio elettronico. Si può notare che la fase Delta è ancora presente ma se ne forma in minore quantità ma con dimensioni maggiori.

Nell'immagine 3.14, è possibile apprezzare ad un ingrandimento maggiore le dimensioni delle fasi delta.

Successivamente si è preso un dettaglio dell'immagine per analizzare il campione tramite EDS e determinare quali sono gli elementi chimici presenti in concentrazione maggiore nelle fasi presenti.

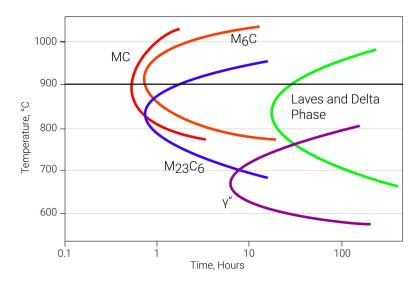


Figura 3.12: Diagramma TTT Inconel 625 relativo a 900°  ${\cal C}$ 

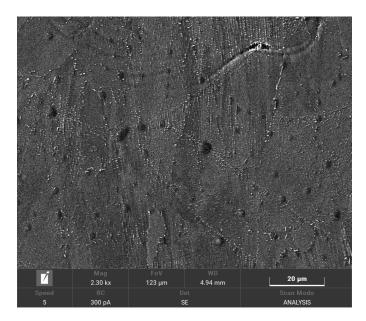


Figura 3.13: Analisi al microscopio elettronico del campione trattato termicamente a 900°  ${\cal C}$ 

Osservando le immagini si può notare che nello spettro del Cromo vi è una zona più scura che significa bassa presenza di questo elemento. La maggiore intensità del Niobio in alcune zone indica l'arricchimento di questo elemento, per cui si può dedurre che i precipitati sono ricchi di Niobio.

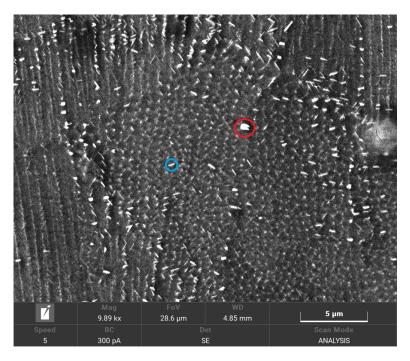


Figura 3.14: Analisi al microscopio elettronico del campione trattato termicamente a 900°  ${\cal C}$ 

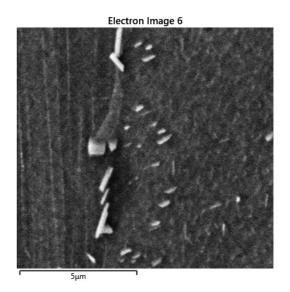


Figura 3.15: Dettaglio analisi al microscopio elettronico del campione trattato termicamente a 900°  ${\cal C}$ 

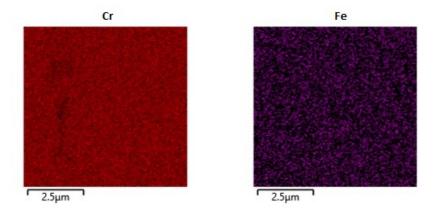


Figura 3.16: Analisi spettro per Cromo e Ferro del campione trattato a  $900^\circ$ 

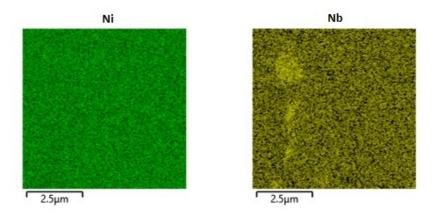


Figura 3.17: Analisi spettro per Nichel e Niobo del campione trattato a  $900^\circ$ 

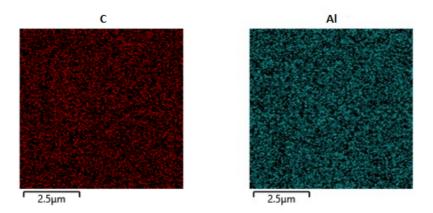


Figura 3.18: Analisi spettro per Carbonio e Alluminio del campione trattato a  $900^\circ$ 

#### 3.1.6 Campione $980^{\circ} C$

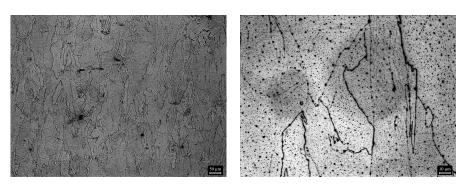


Figura 3.19: Campione trattato termicamente a 980° C ad ingrandimenti 100X (marker 50  $\mu m$ ) e 500X (marker 10  $\mu m$ )

Il campione in figura 3.19 è stato trattato termicamente per un'ora a  $980^{\circ}$  C. Si può osservare che i *melt pool* sono scomparsi. I grani sono ancora colonnari in direzione z. Si vede chiaramente un buon numero di precipitati. In questo caso si è pero raggiunta la temperatura limite per le fasi Delta, ed iniziano a formarsi i carburi anche da come si evince dal diagramma TTT in figure 3.20

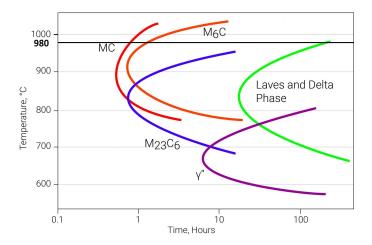


Figura 3.20: Diagramma TTT Inconel 625 relativo a 980°  ${\cal C}$ 

Tuttavia nonostante si possa osservare la formazione di carburi, non si può escludere la presenza di fasi Delta dovuta al raffreddamento a temperatura ambiente. La struttura dendritica si è completamente dissolta.

Nell'immagine 3.21 è possibile osservare in dettaglio i carburi.

Misurando i carburi in figura si può vedere che quello di dimensioni medie ha una misura di 0.827  $\mu m$  mentre quello di dimensioni maggiori ha dimensioni

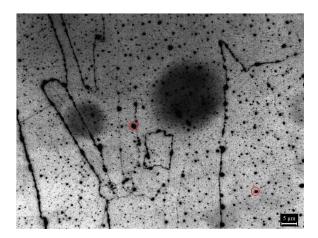


Figura 3.21: Ingrandimento a 1000x (marker 5  $\mu m)$  del campione di IN625 trattato a 980° C

sioni 1.97  $\mu m$  In figura 3.22 è riportata l'immagine del campione visto al microscopio elettronico.

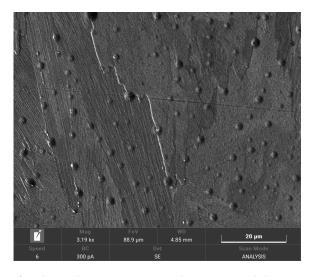


Figura 3.22: Analisi al microscopio elettronico del campione trattato termicamente a 980°  ${\cal C}$ 

#### **3.1.7** Campione $1080^{\circ} C$

Il campione in figura 3.23 è stato trattato termicamente per un'ora a  $1080^{\circ}$  C. La ricristallizzazione è avvenuta e tramite il processo di dissoluzione ed omogenizzazione non sono più presenti strutture dendritiche. Le fasi presenti

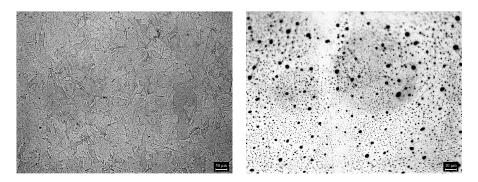


Figura 3.23: Campione trattato termicamente a 1080° C ad ingrandimenti 100X (marker 50  $\mu m$ ) e 500X (marker 10  $\mu m$ )

sono carburi che tendono a formarsi a queste temperature da come si evince dal diagramma TTT.

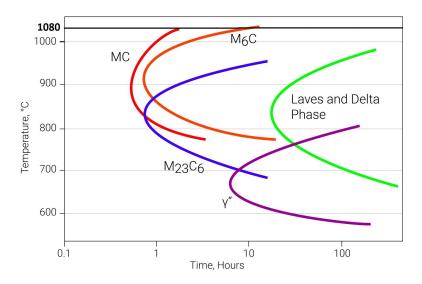


Figura 3.24: Diagramma TTT Inconel 625 relativo a 1080°  ${\cal C}$ 

Rispetto al caso a temperatura 980° C si può osservare che i carburi sono cresciuti di dimensioni e sono aumentati anche in quantità.

Nell'immagine 3.25 è possibile osservare in dettaglio i carburi.

Misurando i carburi in figura 3.25 si può vedere che quello di dimensioni medie ha una misura di  $0.827~\mu m$  mentre quello di dimensioni maggiori ha dimensioni  $2.51~\mu m$ .

In figura 3.26 è riportato un ingrandimento a 2000x dove si vede che i precipitati sono molto piccoli ed i carburi molto fini.

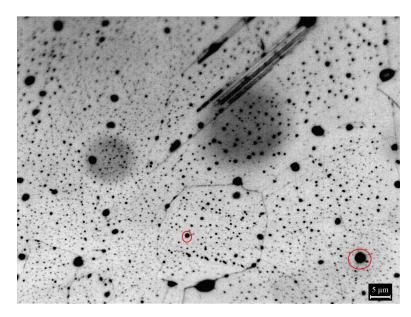


Figura 3.25: Ingrendimento a 1000x (marker 5  $\mu m)$  dell'IN625 trattato a 1080° C

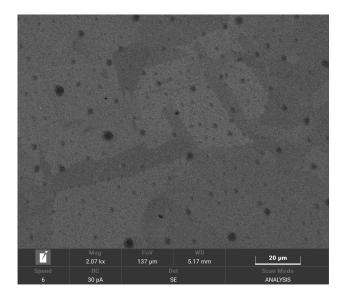


Figura 3.26: Analisi al microscopio elettronico del campione trattato termicamente a  $1080^{\circ}\,C$ 

#### **3.1.8** Campione 1150°

Il campione in figura 3.27 è stato trattato termicamente per un'ora a  $1150^{\circ}$  C. Anche in questo caso si osserva la struttura del precedente campione con i

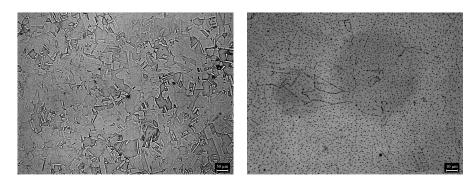


Figura 3.27: Campione trattato termicamente a 1150° C ad ingrandimenti 100X (marker 50  $\mu m$ ) e 500X (marker 10  $\mu m$ )

grani equiassici. A questa temperatura i precipitati sono ancora carburi anche da come si osserva dal classico diagramma TTT. La principale differenza con il caso  $1150^{\circ}$  C sta in un maggiore numero di precipitati che si possono osservare anche se le dimensioni dei carburi sono diminuite.

Nell'immagine 3.28 è possibile osservare in dettaglio i carburi.

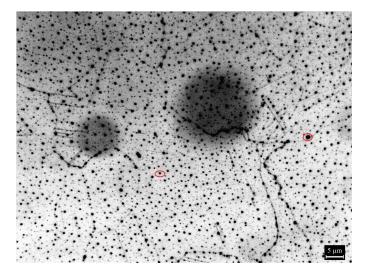


Figura 3.28: Ingrendimento a 1000x dell'IN625 trattato a 1150°  ${\cal C}$ 

Misurando i carburi in figura si può vedere che quello di dimensioni medie ha una misura di 0.57  $\mu m$  mentre quello di dimensioni maggiori ha dimensioni 0.83  $\mu m$ .

#### 3.2 Prove di durezza

Le misure sono state eseguite utilizzando la scala Brinell HBW 10.

	CENTRO	ALTO SX	ALTO DX	BASSO SX	BASSO DX	MEDIA
CAMPIONE						
AS BUILT	279	276	276	276	270	275,4
600°	285	267	285	289	289	283
800°	309	309	303	305	303	305,8
870°	273	276	276	276	276	275,4
900°	272	274	272	270	267	271
980°	252	254	255	255	256	254,4
1080°	213	212	212	209	208	210,8
1150°	191	189	188	186	190	188,8

Figura 3.29: Durezze Brinell

In figura 3.29 sono riportati i dati ottenuti. I dati sono stati poi graficati in figura 3.30

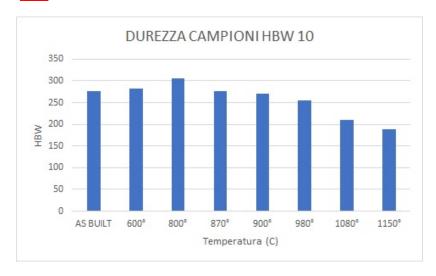


Figura 3.30: Grafico durezze

Osservando i dati si può notare come la durezza aumenti fino al campione ad 800° C per poi tornare a diminuire fino al minimo di durezza che si registra per il campione 1150° C. I trattamenti fino a 800° C non modificano in modo marcato i grani colonnari ed i contorni dei melt pool sono ancora ben visibili. La precipitazione di  $\gamma''$  è responsabile dell'aumento di durezza

fino a temperature inferiori di 800° C, poi i precipitati diventano più grossi e si formano fasi  $\delta$ . Con l'ulteriore aumento della temperatura la durezza diminuisce ulteriormente a causa della ricristallizazione e della formazione di grani equiassici. [36] La determinazione delle fasi presenti all'interno della microstruttura del materiale è stata fatta tramite il diagramma TTT in figura [3.31] unita allo studio della morfologia delle fasi tramite analisi al microscopio ottico, al SEM e all'analisi semi-quantitativa SEM-EDS.

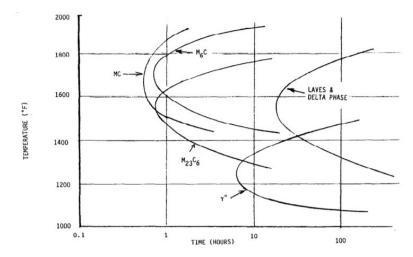


Figura 3.31: Diagramma TTT Inconel 625

# 3.3 Tensione residue campione As Built

Le tensioni residue ricavate per il campione As Built sono riportate in figura 3.32. Nel grafico sono riportate tensioni massime e minime per il lato Top e per il lato Lateral del campione. Si è verificato anche l'andamento del lato Lateral 90, ovvero il lato perpendicolare al Lateral per osservare un andamento simile delle tensioni tra le due facce laterali del campione.

Si può osservare in 3.32 che le tensioni Lateral hanno andamento oscillatorio

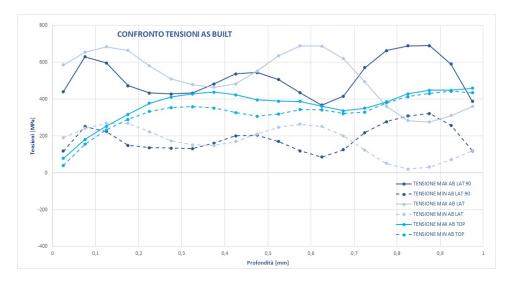


Figura 3.32: Tensioni residue Top, Lateral e Lateral 90 campione As Built

con massimi alle profondità di 0.1 mm e 0.6 mm e con minimia 0.35 mm e 0.85 mmmm di profondità. La tensione massima oscilla tra un valore minimo di 275.7 MPa e 688 MPa mentre la tensione minima oscilla tra 19.8 MPa e 268.9 MPa. Sull'altro lato Lateral la tensione massima varia tra i 415 MPa di minimo e i 689 MPa di massimo mentre la tensione minima varia tra 86 MPa e 321 MPa. I massimi delle tensioni residue si hanno ad una profondità di 0.1 mm ed ad una profondità compresa tra 0.7 mm e 0.9 mm. Le curve rappresentanti le tensioni presentano un andamento oscillatorio Per quanto riguarda il lato Top la tensione massima oscilla tra 78 MPa e 447.7 MPa mentre la tensione minima oscilla tra 39.8 MPa e 443.1 MPa. Nei primi 0.3 mm di profondità si può osservare come l'andamento della tensione sia crescente dagli 0 MPa ai 400 MPa per poi mantenere un andamento pressochè costante, ad eccezione di una decrescita di circa 100 MPa ad una profondità di 0.7 mm. Utilizzando il criterio di Tresca è possibile valutare in quale direzione vi è un maggior livello di tensionamento. In figura 3.33 sono riportate le tensioni residue utilizzando il criterio di Tresca.

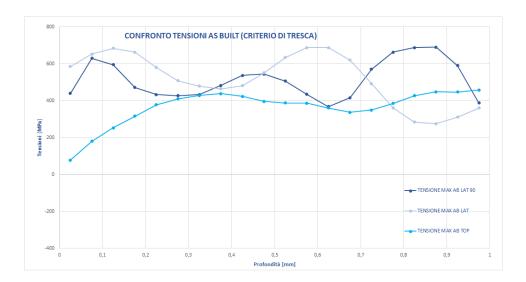


Figura 3.33: Tensioni residue Top, Lateral e Lateral 90 campione As Built con criterio di Tresca

Come si può osservare dal grafico il campione è maggiormente tensionato sul Lateral rispetto che sul Top.

La tensione massima raggiunta sul Top è di 447,7 MPa.

La tensione massima raggiunta sul Lateral è di 688 MPa.

La tensione massima raggiunta sul Lateral 90 è di 689,7 MPa.

In figura 3.34 sono riportati gli andamenti dei Beta delle tensioni residue.

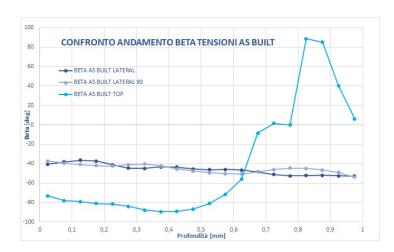


Figura 3.34: Andamento Beta Top, Lateral e Lateral 90 campione As Built

#### 3.4. TENSIONI RESIDUE NEI CAMPIONI TRATTATI TERMICAMENTE55

Anche in questo caso è possibile notare la similitudine tra l'andamento Lateral e Lateral 90. Il campione sui due lati Lateral presenta un andamento decrescente dell'inclinazione delle tensioni residue tra i  $-40^{\circ}$  e i  $-60^{\circ}$ . Sul lato Top invece, vi è una leggera diminzuione da  $-80^{\circ}$  e  $-90^{\circ}$  di inclinazione fino agli 0.5 mm di profondità, per poi aumentare fino ai  $90^{\circ}$  intorno a 0.9 mm e poi diminuire nuovamente a  $0^{\circ}$  intorno a 1 mm.

# 3.4 Tensioni residue nei campioni trattati termicamente

#### 3.4.1 Campione trattato a $600^{\circ}$ C

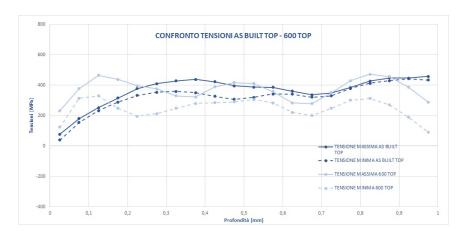


Figura 3.35: Confronto tensioni residue sul lato Top tra campione  $As\ Built$  e campione trattato termicamente a  $600^{\circ}\ C$ 

Nelle figure 3.35 e 3.36 è possibile osservare un confronto tra le tensioni residue del caso As Built con il campione trattato termicamente a 600° C. Osservando le misurazioni sul lato Top a 600° C nei primi 0.3 mm si ha un andamento oscillatorio, diverso dall'andamento crescente visto in precedenza. Per il campione trattato termicamente a 600° C, sul lato Top si ha un'oscillazione più ampia rispetto al caso As Built, anche se le tensioni residue rimangono globalmente nello stesso range di valori del campione non trattato. La tensione massima sul lato Top ha un valore massimo di 472.4 MPa e un valore minimo di 232.9 MPa, mentre la tensione minima presenta valore massimo di 330.4 MPa e valore minimo di 91.8 MPa. Sul lato Lateral le curve del campione trattato a 600° C mantengono lo stesso andamento oscillatorio del campione As Built, con la curva della tensione massima, traslata di circa 250 MPa verso il basso. La tensione massima presenta un massimo a 601.6 MPa, raggiunto con un andamento crescente negli ultimi 0.2 mm, ad 1 mm di profondità, mentre ha valore minimo di 214.3 MPa. La

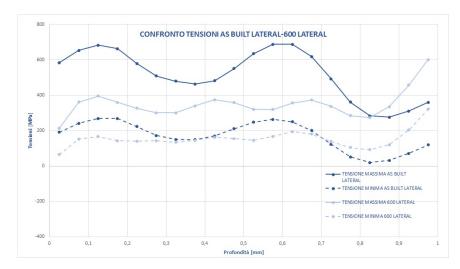


Figura 3.36: Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra campione As Builte campione trattato termicamente a 600°  ${\cal C}$ 

tensione minima ha valore minimo di 65.4 MPa e valore massimo di 321.9 MPa.

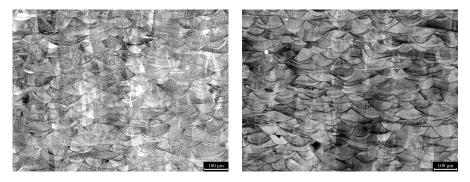


Figura 3.37: Confronto microstruttura campione  $As\ Built$ e campione trattato termicamente a 600° C

Come si può osservare dal confronto tra microstruttura tra il campione As Built ed il campione trattato a 600° C, questa temperatura non è stata sufficiente a far avvenire un cambio microstrutturale. La ricristalizzazione non è avvenuta, i melt pool sono ancora presenti e i grani sono ancora colonnari nella direzione di z. Si può concludere che il trattamento a 600° C non provoca particolari modifiche nella microstruttura del materiale, mentre a livello di tensioni residue, sul lato Top il detensionamento è praticamente inesistente, mentre si ha una riduzione della sola tensione massima relativa al lato Lateral.

#### 3.4. TENSIONI RESIDUE NEI CAMPIONI TRATTATI TERMICAMENTE57

#### 3.4.2 Campione trattato a 800° C

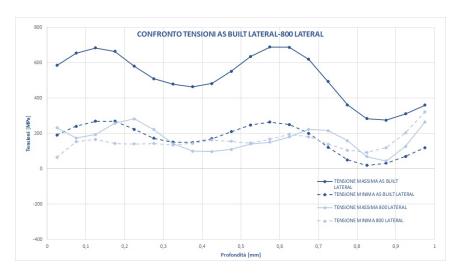


Figura 3.38: Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni 800° C e campione  $As\ Built$ 

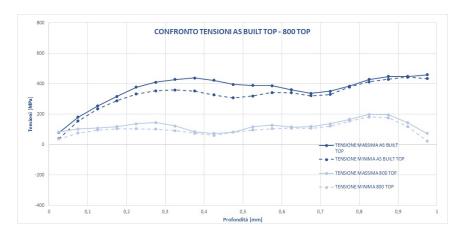


Figura 3.39: Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 800° C e campione  $As\ Built$ 

Il campione trattato termicamente a  $800^{\circ}$  C sul lato Lateral in figura 3.38 presenta un andamento relativamente alla tensione minima molto simile al campione As Built. Un'analogia tra le curve vi è anche nel caso della tensione massima, con quella relativa al campione trattato termicamente a  $800^{\circ}$  C traslata verso il basso di circa 400 MPa. La tensione massima raggiunge un valore massimo di 282.5 MPa e minimo di 49.6 MPa. La tensione minima ha valore massimo di 165.7 MPa e 36.5 MPa. Il campione trattato termica-

mente a 800° C sul lato Top in figura 3.39 presenta tensioni residue con un andamento simile al caso As Built, con un andamento crescente nei primi 0.3 mm ed un comportamento oscillatorio nel tratto successivo, con piccole oscillazioni di 50-100 MPa e con un massimo a 0.85 mm di profondità. La riduzione dal caso As Built delle tensioni inizia ad essere significativa con una riduzione di circa 200 MPa. La tensione massima arriva ad un valore massimo di 197.8 MPa e ad un valore minimo di 72.6 MPa. La tensione minima ha invece un valore massimo di 181.7 MPa e valore minimo di 24.1 MPa.

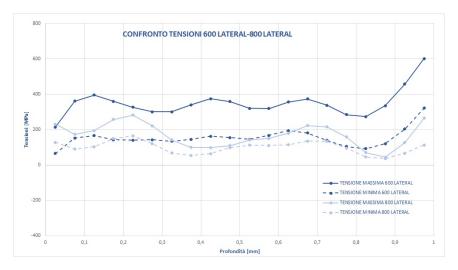


Figura 3.40: Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni 800°  ${\cal C}$ e 600°  ${\cal C}$ 

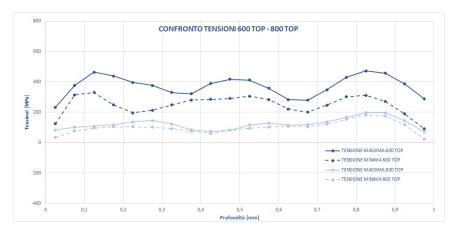
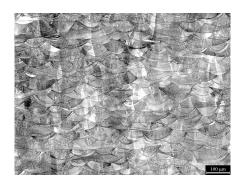


Figura 3.41: Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 800° Ce 600° C

#### 3.4. TENSIONI RESIDUE NEI CAMPIONI TRATTATI TERMICAMENTE59

Nel confronto tra i campioni  $800^{\circ}$  C e  $600^{\circ}$  C sul lato Lateral in figura  $\boxed{3.41}$ , si può notare come le curve delle tensioni minime siano simili e nello stesso range di valori mentre la curva relativa alla tensione massima del campione  $800^{\circ}$  C è traslata verso il basso di circa 200 MPa. Nel confronto tra i campioni  $800^{\circ}$  C e  $600^{\circ}$  C sul lato Top vi è un comportamento delle curve simile, anche se le curve delle tensioni del campione  $800^{\circ}$  C sono più costanti e vi è una riduzione di circa 300 MPa delle tensioni.



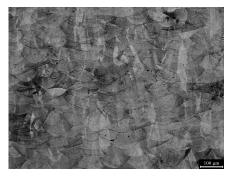


Figura 3.42: Confronto microstruttura campione As Built e campione trattato termicamente a  $800^{\circ}\,C$ 

Dalla figura 3.42 si può osservare come la microstruttura, anche in questo caso, non presenta modifiche sostanziali. Come visto nell'immagine 3.5 vi è presenza di fasi Delta lungo i bordi di grano. Il diagramma TTT dell'IN625 mostra che i precipitati si formano dopo molte ore di trattamento termico, ma la formazione di fasi Delta è molto più veloce nei campioni prodotti per SLM.

#### **3.4.3** Campione trattato a 870° C

Nell'immagine 3.43 è riportato il confronto sul lato Lateral e il campione 870° C e il campione As Built. Si può osservare come la tensione massima si sia abbassata di circa 500 MPa mentre la minima si abbassa di 100-150 MPa. Il valore massimo della tensione massima si ha in corrispondenza di 0.125 mm di profondità ed è di 220.6 MPa, mentre il valore minimo si ha a 0.775 mm ed è di 18.8 MPa. La tensione minima invece ha un massimo a 0.125 di 189 MPa e un minimo a 0.825 di -39.9 MPa, per cui nel tratto da 07.75 a 0.875 la tensione minima va in compressione. Nell'immagine 3.43 è riportato il confronto sul lato Top e il campione 870° e il campione As Built. Le curve del campione 870° oscillano tra 0 e 200 MPa circa con un tratto tra 0.3 mm e 0.7 mm di profondità con tensioni al di sotto dei 100 MPa. Per la tensione massima si ha un picco a 0.125 mm di 209.3 MPa e un minimo a 0.625 mm di 29.2 MPa. Per la tensione minima il massimo si ha a 0.825 di 161.4 MPa. e un minimo a 0.625 mm di -19.9 MPa.

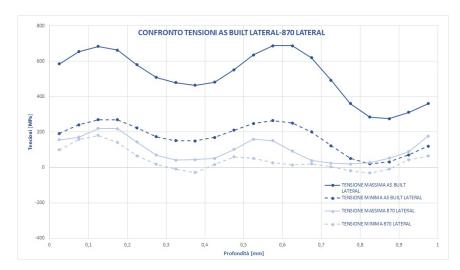


Figura 3.43: Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni 870° C e campione  $As\ Built$ 

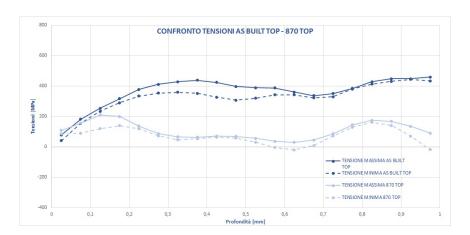


Figura 3.44: Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 870°  ${\cal C}$ e campione As~Built

Nel confronto tra le curve dei campioni 870° C e 800° C sul lato Lateral riportato in figura 3.45 si può notare che hanno lo stesso tipo di oscillazioni, con però le curve del campione 870° C che in alcuni tratti come tra 0.2 mm e 0.3 mm e tra 0.6 mm e 0.8 mm ha tensioni più basse di circa 100-150 MPa. Nel confronto tra le curve dei campioni 870° C e 800° C sul lato Top riportato in figura 3.46 le curve sono quasi sovrapponibili con tensione superiore di circa 100 MPa per la curva del campione 870° nel tratto fino a 0.2 mm mentre con tensione superiore di circa 100 MPa per il campione 800° C nel tratto tra 0.5 mm e 0.7 mm

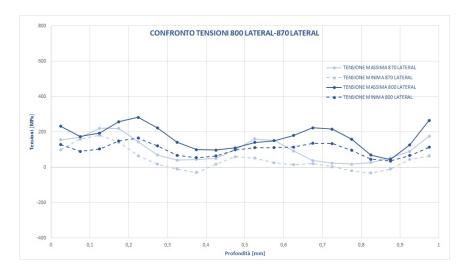


Figura 3.45: Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni 870°  ${\cal C}$ e 800°  ${\cal C}$ 

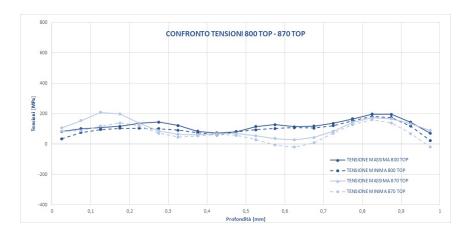


Figura 3.46: Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 870° Ce 800° C

Rispetto al campione trattato a 800° C, quello trattato a 870° C continua a presentare i melt pool ma le strutture dendritiche iniziano a diminuire. Inoltre a 870° C iniziano a formarsi i precipitati di maggiori dimensioni nelle zone ricche di Niobio ed elementi che segregano. Il confronto tra le due microstrutture è riportato in figura 3.47 Questo trattamento termico è molto interessante perchè permette di ridurre in buona parte le tensioni residue, senza però andare a modificare in modo sostanziale la microstruttura.

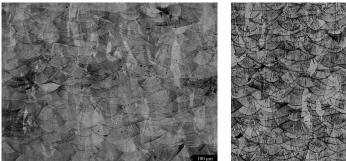


Figura 3.47: Confronto microstruttura campione trattato termicamente a 800° C e campione trattato termicamente a 870° C

## 3.4.4 Campione trattato a $900^{\circ} C$

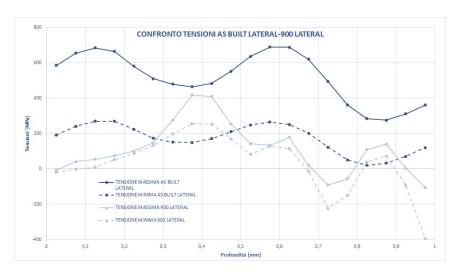


Figura 3.48: Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni 900° C e campione  $As\ Built$ 

Nell'immagine 3.48 è riportato il confronto delle curve relative alle tensioni residue tra il campione  $900^{\circ}$  C e il campione As Built sul lato Lateral. Si può osservare che fino a 0.3 mm di profondità vi è un tratto crescente tra gli 0 MPa e i 150 MPa. Successivamente vi è un picco intorno a 0.375 mm a 400 MPa circa. Successivamente vi è una diminuzione delle tensioni residue, le quali decrescono con andamento oscillatorio fino ad arrivare a compressione. Nell'immagine 3.49 è riportato il confronto delle curve relative alle tensioni residue tra il campione  $900^{\circ}$  C e il campione As Built sul lato Top. In questo caso si può notare un andamento delle tensioni praticamente costante (la variazione tra il punto a tensione massima e quello a tensione minima è di

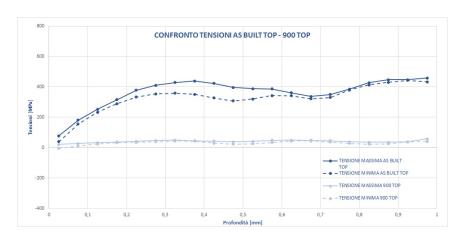


Figura 3.49: Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 900° Ce campione  $As\ Built$ 

circa 50 MPa) Il punto in cui si raggiunge la tensione massima è a 0.625 mm di profondità ed è di 44.5 MPa.

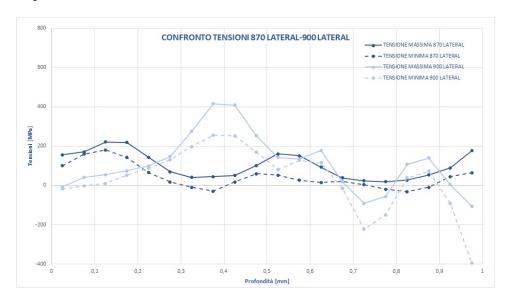


Figura 3.50: Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni 900° Ce 870° C

Nell'immagine 3.50 è riportato il confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni 900° C e 870° C. Rispetto al campione 870° C è il primo caso in cui un aumento di temperatura nel trattamento termico produce un aumento delle tensioni residue. Si trova infatti un picco di tensione in trazione a 0.4 mm di profondità e due picchi in compressione a 0.725 mm

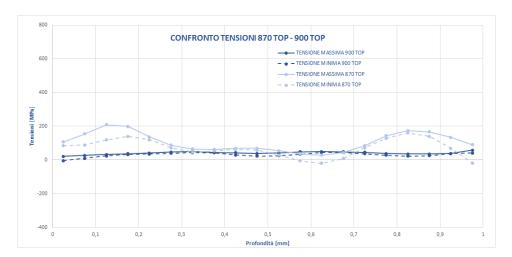


Figura 3.51: Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 900° Ce 870° C

e 1 mm. Nell'immagine 3.51 è riportato il confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 900° C e 870° C. Nel caso del campione 900° C i massimi di tensione presenti tra 0.1 mm e 0.2 mm e tra 0.7 mm e 0.9 mm nel campione 870° C. sono scomparsi e si trovano livelli di tensioni costanti in tutto l'intervallo analizzato.

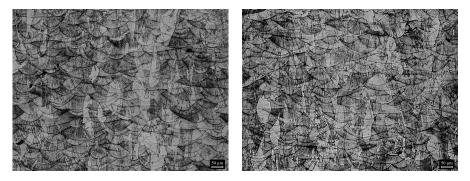


Figura 3.52: Confronto microstruttura campione trattato termicamente a 870° C e campione trattato termicamente a 900° C

Dal confronto tra le due microstrutture riportato in figura 3.52 si può osservare come un aumento di temperatura di  $30^{\circ}$  C, non produca notevoli differenze nella microstruttura, se non un principio di dissoluzione della struttura dendritica.

## 3.4.5 Campione trattato a $980^{\circ} C$

Nell'immagine 3.53 è riportato il confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni 980° C e campione As Built. Fino a 0.8 mm di profondità le tensioni sono sotto i 50 MPa a parte un piccolo aumento a 92.5 MPa intorno a 0.425 mm. A 0.8 mm di profondità si ha infine un aumento esponenziale fino a 549.8 MPa.

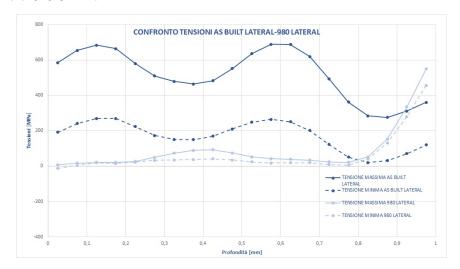


Figura 3.53: Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni 980° C e campione  $As\ Built$ 

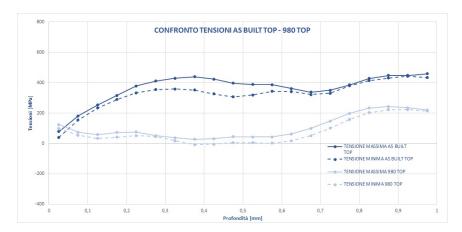


Figura 3.54: Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 980° C e campione  $As\ Built$ 

Nell'immagine 3.53 è riportato il confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni  $980^{\circ}$  C e campione As Built. Si ha un andamento simile al lato

Lateral con un incremento che porta a tensioni intorno ai 200 MPa a partire da una profondità di 0.7 mm.

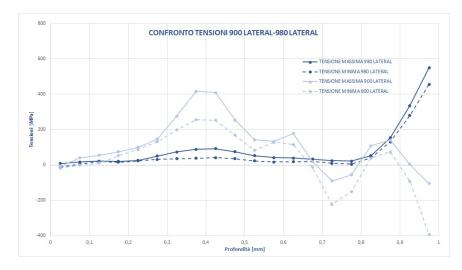


Figura 3.55: Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni 980°  ${\cal C}$ e 900°  ${\cal C}$ 

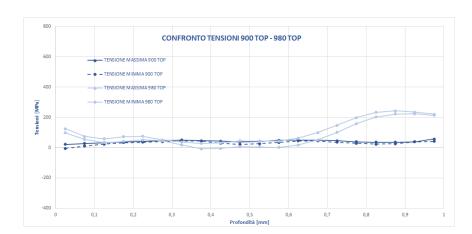


Figura 3.56: Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 980°  ${\cal C}$ e 900°  ${\cal C}$ 

Nell'immagine 3.55 vi è il confronto tra le tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni 980° C e 900° C. Si osserva bene come fino a 0.8 mm di profondità l'andamento sia molto costante e vengano eliminati i picchi di tensioni riscontrati nel campione a 900° C, ma vi è comunque un effetto negativo di aumento delle tensioni dopo tale profondità. Nell'immagine 3.55 vi è il confronto tra le tensioni residue sul lato Top tra i campioni 980° C e

 $900^\circ$  C. Fino a 0.7 mm di profondità le curve sono costanti e si trovano nello stesso range di valori ma come nel caso Lateral vi è un picco a 0.7 mm che porta l'aumento della tensione fino a 200 MPa.

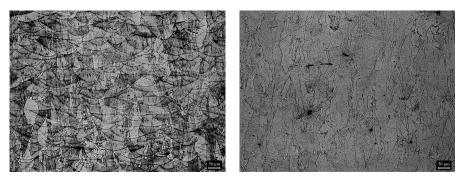


Figura 3.57: Confronto microstruttura campione trattato termicamente a 900° C e campione trattato termicamente a 980° C

In figura 3.57 si osserva invece il confronto delle microstrutture dei campioni trattati a 900° C e 980° C. In questo caso i melt pool sono scomparsi. Inoltre a questa temperatura iniziano a formarsi i carburi. La formazione di carburi è una potenziale causa dell'aumento delle tensioni alle profondità di 0.7-0.8 mm.

### 3.4.6 Campione trattato a $1080^{\circ} C$



Figura 3.58: Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni  $1080^{\circ}\,C$  e campione As~Built

Nell'immagine 3.58 vi è un confronto tra le tensioni residue sul lato Lateral tra il campione  $1080^{\circ}$  C e il campione As Built. Fino a 0.1 mm di profondità

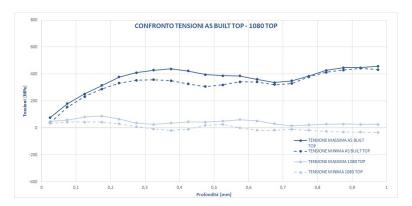


Figura 3.59: Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 1080° C e campione  $As\ Built$ 

le tensioni si riducono da circa 200 MPa a circa 50 MPa per poi rimanere costanti fino a 0.6 mm dove inizia un tratto con forti oscillazioni con un picco in trazione a circa 200 MPa a 0.7 mm e un picco in compressione a circa -200 MPa a 0.85 mm. Nell'immagine 3.58 vi è un confronto tra le tensioni residue sul lato Top tra il campione  $1080^{\circ}$  C e il campione As Built. In questo caso le tensioni sono costanti per tutta la profondità e con un detensionamento quasi totale.

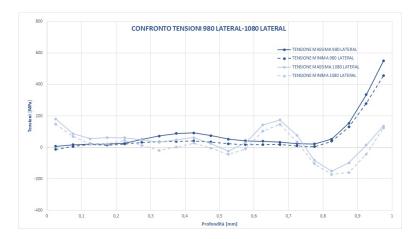


Figura 3.60: Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni 1080° Ce 980° C

Nell'immagine 3.60 vi è il confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni  $1080^{\circ}$  C e  $980^{\circ}$  C. Nel campione  $1080^{\circ}$  C non si raggiungono picchi in trazione come nel caso  $980^{\circ}$  C ma vi è comunque un comportamento oscillatorio da 0.6 mm in poi con picchi in trazione e compressione, il che



Figura 3.61: Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 1080° Ce 980° C

rendono il campione non perfettamente detensionato. Nell'immagine 3.61 vi è il confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni  $1080^{\circ}$  C e  $980^{\circ}$  C. In questo caso si può osservare che nel campione  $1080^{\circ}$  C rispetto a quello a  $980^{\circ}$  C l'andamento delle tensioni è costante per tutta la profondità e con valori di tensione molto bassi.

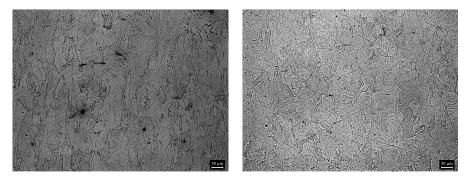


Figura 3.62: Confronto microstruttura campione trattato termicamente a 980° C e campione trattato termicamente a 1080° C

Come si può osservare nel confronto tra le microstrutture in  $\overline{3.62}$  a  $1080^{\circ}$  C i grani sono diventati equassici e si è raggiunta una maggiore dimensone dei carburi. Nonostante l'aumento di temperatura e la ricristallizzazione abbiano un effetto positivo sul detensionamento si può osservare come anche in questo caso, la presenza dei carburi, crei delle trazioni e delle compressioni come sul lato Lateral che non consentono di avere il totale detensionamento del campione.

## 3.4.7 Campione trattato a $1150^{\circ} C$

Nell'immagine 3.63 è riportato il confronto tra tensioni residue sul lato Lateral tra il campione  $1150^{\circ}$  C e campione As Built. Vi è andamento oscillatorio delle tensioni tra 200 MPa e 0 MPa nei primi 0.6 mm seguito da un andamneto oscillatorio dello stesso tipo dopo 0.6 mm però in compressione tra -200 MPa e 0 MPa.



Figura 3.63: Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni 1150° C e campione  $As\ Built$ 

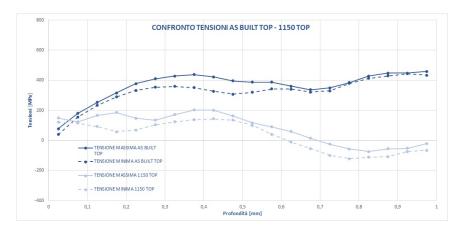


Figura 3.64: Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 1150° C e campione  $As\ Built$ 

Nell'immagine 3.63 è riportato il confronto tra tensioni residue sul lato Top tra il campione  $1150^{\circ}$  C e campione As Built. Fino a 0.5 mm si ha trazio-

ne tra 100 MPa e 200 MPa con comportamento oscillatorio, per poi avere compressione intorno ai -100 MPa dopo  $0.6~\mathrm{mm}$ .

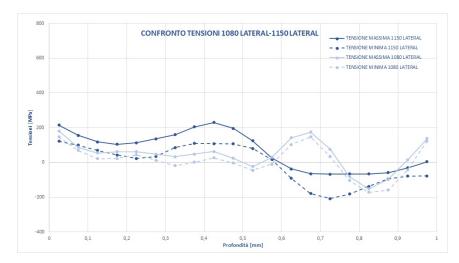


Figura 3.65: Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni 1150° Ce 1080° C

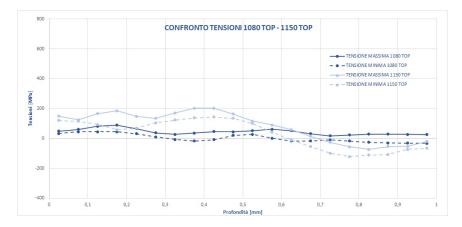


Figura 3.66: Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 1150° Ce 1080° C

Nell'immagine 3.65 vi è il confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni  $1150^{\circ}$  C e  $1080^{\circ}$  C. Rispetto al campione a  $1080^{\circ}$  C vi è un andamento oscillatorio con tensioni abbastanza ridotte in trazione fino a 0.6 mm per poi presentare oscillazioni tra comportamenti in trazione e compressione tra 200 MPa e -200 MPa dopo quella profondità. Nell'immagine ?? vi è il confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni  $1150^{\circ}$  C e  $1080^{\circ}$  C. Rispetto al campione a  $1080^{\circ}$  C si notano ancora oscillazioni tra le tensioni

che portano ad avere sia trazione che compressione, con un range di tensione che varia tra i  $200~\rm MPa$  e i  $-200~\rm MPa$ , per cui il detensionamento non è molto efficace.

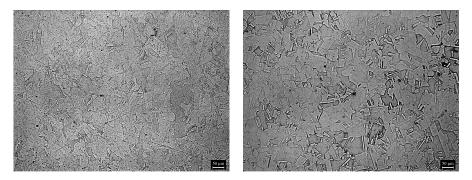


Figura 3.67: Confronto microstruttura campione trattato termicamente a 1080° C e campione trattato termicamente a 1150° C

Confrontando le due microstrutture nell'immagine 3.67 si può notare che l'unico cambiamento sta nella diminuzione della dimensione dei carburi ma con un aumento del numero dei precipitati.

# 3.4.8 Confronto migliori trattamenti di detensionamento lato Top

In figura 3.68 è possibile osservare un confronto tra i due migliori detensionamenti per il Top ovvero  $900^{\circ}$  C e  $1080^{\circ}$  C.



Figura 3.68: Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 900° Ce 1080° C

In figura 3.69 è possibile osservare lo stesso confronto su una scala più piccola, che consente di apprezzare maggiormente le differenze tra i due detensionamenti.

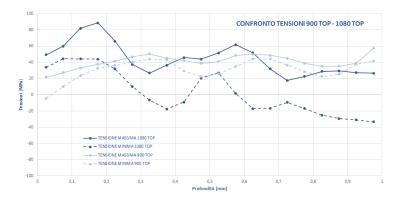


Figura 3.69: Confronto tensioni residue sul lato Top tra i campioni 900° Ce 1080° C

Si può osservare come il campione  $900^{\circ}$  C presenti un andamento più costante con tensioni molto basse intorno ai 40 MPa.

# 3.4.9 Confronto migliori trattamenti di detensionamento lato Lateral

Nella figura 3.70 è riportato il confronto tra due dei migliori trattamenti per il detensionamento ovvero il  $1080^{\circ}$  C e il  $1150^{\circ}$  C.

Si può notare come nel caso Lateral, nonostante si sia giunto ad un ottimo detensionamento, nei campioni l'andamento presenta molte oscillazioni dovute alla presenza dei carburi che si formano a queste temperature.

Dal momento che i due campioni a  $1080^{\circ}$  C e  $1150^{\circ}$  C presentano alcune oscillazioni e aumenti di tensione in alcuni punti, le curve sono state confrontate anche con il campione  $870^{\circ}$  C nell'immagine 3.71 in cui si osserva che a parte nei primi 0.2 mm di profondità presenta un risultato globalmente migliore.

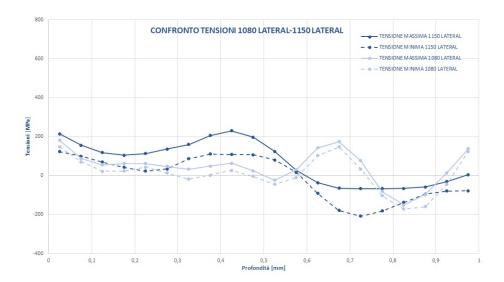


Figura 3.70: Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni trattati termicamente a 1080° Ce 1150° C

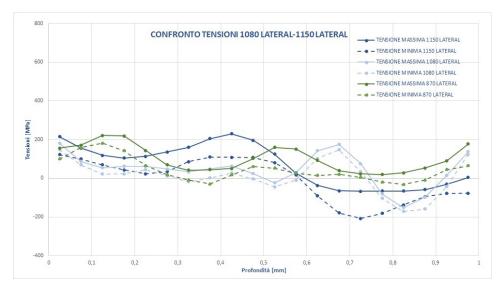


Figura 3.71: Confronto tensioni residue sul lato Lateral tra i campioni trattati termicamente a 1080° C, 1150° C e 870° C



## Conclusioni

In questo lavoro di tesi si è studiata l'evoluzione microstrutturale e le variazioni di durezza e delle tensioni residue della lega Inconel 625 processata per SLM. Questo studio permette di correlare le varie microstrutture con le tensioni residue.

- Il campione trattato termicamente a 600° C presenta un lieve aumento della durezza che passa da 275.4 a 283 della scala Brinell. Nonostante questo aumento di durezza, la temperatura non è stata sufficiente a modificare la microstruttura del campione e le tensioni residue sono rimaste invariate a parte un piccolo decremento sul lato Lateral
- Il campione trattato termicamente a 800° C è risultato essere quello con maggiore durezza arrivando a 305.8 della scala Brinell. Ad 800° C si sono inoltre ottenuti degli ottimi detensionamenti che hanno portato a una riduzione delle tensioni di 400 MPa sul lato Lateral e di 200 MPa sul lato Top rispetto al caso  $As\ Built$ . A livello microstrutturale, questa temperatura comporta la formazione di fasi Delta.
- Il campione trattato termicamente a 870° C presenta una diminuzione della durezza a 275.4 della scala Brinell, ovvero presenta lo stesso valore del campione As Built. A livello dei detensionamenti ottenuti, il campione trattato a 870° C mantiene un andamento praticamente invariato delle tensioni residue rispetto al campione trattato a a 870° C sul lato Top mentre si registra una riduzione di circa 100 MPa sul lato Lateral. A livello microstrutturale si evidenzia una formazione più marcata della fase Delta rispetto al campione trattato a 800° C.
- Il campione trattato termicamente a 900° C, subisce ancora un lieve decremento in termini di durezza che raggiunge il valore di 271 della scala Brinell. Dal punto di vista dei detensionamenti si è sono ottenuti valori inferiori ai 100 MPa sul lato Top mentre sul lato Lateral si è

ottenuto un andamento con picchi di tensione più elevati rispetto al campione trattato a  $870^{\circ}$  C sia in trazione che in compressione, raggiungendo i 400 MPa e i -400 MPa. La microstruttura resta molto simile al campione trattato a  $870^{\circ}$  C, vi è unicamente un principio di dissoluzione della struttura dendritica più marcato.

- Il campione trattato termicamente a 980° C presenta una durezza inferiore a tutti i campioni precedenti con un valore di 254.4 della scala Brinell. Le tensioni presentano sia sul Lateral che sul Top valori inferiori ai 50 MPa fino a 0.6-0.7 mm di profondità per poi presentare dei picchi in trazione. Questo può essere giustificato dalla formazione di carburi. Inoltre a questa vi è la totale scomparsa dei melt pool.
- Il campione trattato termicamente a 1080° C la durezza precipita a 210.8 della scala Brinell. Sul lato Top le tensioni sono al di sotto dei 100 MPa mentre sul lato Lateral vi è un nuovo aumento delle tensioni con picchi in trazione e compressione di circa 200 MPa e -200 MPa. A livello microstrutturale si può osservare che il campione mostra grani equiassici e che la formazione di carburi è avvenuta sia lungo i bordi di grano che dentro al grano.
- Il campione trattato termicamente a 1150° C è quello che presenta il valore più basso di durezza con un valore di 188.8 della scala Brinell. Dal punto di vista del detensionamento si nota come le tensioni residue siano di nuovo in aumento a causa della formazione di fasi come carburi che creano tensioni nel materiale in aree localizzate.

Il campione trattato termicamente a  $800^{\circ}$  C presenta i migliori valori di durezza ed un consistente detensionamento che porta ad una notevole riduzione delle tensioni rispetto al campione As Built, pur non presentando i valori più bassi. Queste caratteristiche sono state ottenute con alterazioni minime della microstruttura e con la comparsa delle fasi Delta.

## Bibliografia

- [1] K. Rajaguru, T. Karthikeyan, V. Vijayan, Additive manufacturing State of art (2019)
- [2] Kaufui V. Wong and Aldo Hernandez, A Review of Additive Manufacturing (2007)
- [3] C. Körner, Additive manufacturing of metallic component by selective electron beam melting A review (2016)
- [4] A. Gasser, G. Backes, I. Kelbassa, Laser Metal Deposition (LMD) and Selective Laser Melting (SLM) in Turbo-Engine Applications
- [5] Benjamin Graf, Stefan Ammer, Andrey Gumenyuk, Michael Rethmeier, Design of Experiments for Laser Metal Deposition in Maintenance, Repair and Overhaul Applications
- [6] LaiChang Zhang, Hooyar Attar, M. Calin, J. Eckert, Review on manufacture by selective laser melting and properties of titanium based materials for biomedical applications
- [7] Chor Yen Yap, C. K. Chua, Z. L. Dong, Swee Leong Sing, Review of selective laser melting: Materials and applications
- [8] Md Ashabul Anam, J.j.s Dilip, Deepankar Pal, Brent Stucker, Effect of Scan Pattern on the Microstructural Evolution of Inconel 625 during Selective Laser Melting
- [9] Ali Ahrari, Kalyanmoy Deb, Sankhya Mohanty, Jesper Henri Hattel Multi-objective optimization of cellular scanning strategy in selective laser melting
- [10] R.Liu, Z.Wang, T.Sparks, F.Liou, J.Newkirk, Aerospace applications of laser additive manufacturing

78 BIBLIOGRAFIA

[11] Alfred Sidambe, Biocompatibility of Advanced Manufactured Titanium Implant - A Review

- [12] T. Kurzynowski, E. Chlebus, B. Kuznicka e J. Reiner, Parameters in selective laser melting for processing metallic powders, Proc. SPIE, vol. 8, n. 239, pp. 823-914, 2012.
- [13] Lishi Jiao, Zhong Yang Chua, Seung Ki Moon, H. Y. Zheng, Femtosecond Laser Produced Hydrophobic Hierarchical Structures on Additive Manufacturing Parts
- [14] Tomas Gurcik, Karel Kovanda, WAAM TECHNOLOGY OPTIMIZED BY OFF-LINE 3D ROBOT SIMULATION
- [15] Alfred Sidambe, Biocompatibility of advanced manufactured Titanium implants A review (2014)
- [16] www.GE.com
- [17] Sara Biamino, Slide corso "Materiali per l'aerospazio"
- [18] C.Li, R.White, X.Y.Fang, M.Weaver, Y.B.Guo, Microstructure evolution characteristics of Inconel 625 alloy from selective laser melting to heat treatment (2017)
- [19] Amato, K., Hernandez, J., Murr, L.E., Martinez, E., Gaytan, S.M., Shindo, P.W., Collins, S. Comparison of microstructures and properties for a ni-base superalloy (alloy 625) fabricated by electron and laser beam melting
- [20] www.corrotherm.co.uk
- [21] Gary S. Schajer and Clayton O. Ruud, Overview of Residual Stresses and Their Measurement
- [22] Totten, G., Howes, M., Inoue, T., Handbook of Residual Stress and Deformation of Steel
- [23] Withers, P. J., Residual stress and its Role in Failure. Reports on Progress in Physics
- [24] Masubuchi, K., Blodgett, O. W., Matsui, S., Ruud, C. O., Tsai, C. C., Residual Stresses and Distortion.
- [25] Yilbas, B.S. and Akhtar, S.S., 2014. Laser bending of metal sheet and thermal stress analysis. Optics and Laser Technology, 61, 34-44.
- [26] Mercelis, P. and Kruth, J.P., 2006. Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting. Rapid Prototyping Journal, 12 (5), 254-265.

BIBLIOGRAFIA 79

[27] Rangaswamy, P., et al., 2003. Residual stresses in components formed by the laser engineered net shaping LENS (R) process. The Journal of Strain Analysis for Engineering Design, 38 (6), 519-527.

- [28] Gusarov, A.V., Pavlov, M., and Smurov, I., 2011. Residual stresses at laser surface remelting and additive manufacturing. Physics Procedia, 12, 248-254.
- [29] Vrancken, B., Study of Residual Stresses in Selective Laser Melting, dissertation, Arenberg Doctoral School, Faculty of Engineering Science, 2016.
- [30] Alessandro Salmi e Eleonora Atzeni (2017) History of residual stresses during the production phases of AlSi10Mg parts processed by powder bed additive manufacturing technology, Virtual and Physical Prototyping, 12:2, 153-160,
- [31] Wei-Ming Sim, Residual Stress Engineering in Manufacture of Aerospace Structural Parts
- [32] https://it.wikipedia.org/wiki/Microscopioelettronicoascansione
- [33] https://www.alfatest.it/prodotti/phenom-xl
- $[34] \ \ https://it.wikipedia.org/wiki/Durezza$
- [35] Gary S. Schajer and Philip S. Whitehead, Hole Drilling and Ring Coring
- [36] MTS3000-RESTAN EVAL SOFTWARE operating & maintenance manual
- [37] Giulio Marchese, Massimo Lorusso, Simone Parizia, Emilio Bassini, Ji-Won Lee, Flaviana Calignano, Diego Manfredi, Mathieu Terner, Hyun-Uk Hong, Daniele Ugues, Mariangela Lombardi, Sara Biamino, Influence of heat treatments on microstructure evolution and mechanical properties of Inconel 625 processed by laser powder bed fusion