



**Politecnico
di Torino**

***Corso di Laurea Magistrale
in Ingegneria Dei Materiali***

***Caratterizzazione di superleghe prodotte per additive
manufacturing e trattate termicamente***

Relatore:

Prof. Giulio Marchese

Correlatore:

Prof. Emilio Bassini

Ing. Serena Lerda

Candidato:

Marco Colucci

Anno accademico 2023 - 2024

1.Introduzione	5
2.Additive manufacturing	6
2.1 Processi powder bed fusion.....	9
2.1.1 Laser Powder Bed Fusion (L-PBF)	10
2.1.1.1 Parametri di processo e strategia di scansione	12
2.2 Electron Beam Powder Bed Fusion (EB-PBF)	15
2.3 Direct Energy Deposition (DED).....	17
3. Trattamenti termici.....	18
3.1 Hot Isostatic Pressing (HIP).....	19
4.Superleghe.....	21
4.1 Microstruttura delle superleghe.....	24
4.1.1 Proprietà meccaniche	27
4.2 IN625.....	28
4.3 Composito a matrice metallica (MMC).....	30
4.3.1 Effetti del Tic come rinforzante	31
4.4 Leghe ad alto contenuto di γ'	31
5. Materiali e metodi	32
5.1 Produzione e post-processo dei campioni.....	32
5.1.1 Produzione dei campioni (L-PBF)	32
5.1.2 Trattamenti termici.....	33
5.1.3 Hot Isostatic Pressing (HIP).....	34
5.2 Preparazione metallografica.....	35
5.3 Acquisizione ed analisi delle immagini	36
5.3.1 Microscopio ottico.....	36
5.3.2 Analisi tramite software Image J	37
5.3.3 Microscopio a scansione elettronica (SEM).....	38
5.4 Microdurezza Vickers.....	39
6 Risultati	40
6.1 Analisi di porosità	40
6.2 Microstruttura	41
6.2.1 Microstruttura dei campioni nello stato "AS-BUILT"	41
6.2.2 Microstruttura dei campioni nello stato di solubilizzazione.....	46
6.2.3 Microstruttura dei campioni nello stato di "AGING"	52
6.3 Prove di microdurezza Vickers.....	57
6.4 Hot isostatic pressing (HIP).....	58

7 Conclusioni e possibili sviluppi futuri.....	61
Riferimenti bibliografici	63
8 Ringraziamenti.....	66

1.Introduzione

La seguente tesi è stata svolta con l'obiettivo di studiare e caratterizzare superleghe di Nichel ottenute tramite processi di additive manufacturing (AM). Nello specifico si sono studiate due leghe, Inconel 625 e una superlega a base Nichel con alto tenore della fase indurente γ' (Ni_3AlTi). La lega di Inconel 625 è stata rafforzata tramite l'aggiunta di diverse concentrazioni di particelle di TiC, al fine di ottenere un composito a matrice metallica IN625/TiC.

Le tecniche additive impiegate fanno parte della famiglia a letto di polvere e sono utilizzate per la realizzazione di leghe metalliche partendo dalla polvere che viene solidificata strato dopo strato per ottenere un componente.

Riguardo Inconel 625, l'aggiunta di particelle di TiC permette di aumentare le sue proprietà meccaniche quali la durezza e di aumentare la sua stabilità microstrutturale ad alta temperatura. Il lavoro mostra che, quando il materiale è trattato termicamente ad alta temperatura (1150 °C) mantiene i grani colonnari della condizione "as-built". Diversamente la lega di IN625 è soggetta a fenomeni di ricristallizzazione con formazione di grani equiassici, mostrando una riduzione di durezza. Il lavoro di tesi ha previsto l'analisi microstrutturale, l'indagine sui precipitati e sulla durezza dei campioni in IN625 e composito IN625/TiC nello stato "as built" e dopo trattamento termico di solubilizzazione e simulazione di applicazione a 1000 °C per 50 ore.

La seconda lega oggetto di studio è caratterizzata da un elevato contenuto di γ' , il che la rende estremamente difficile da processare e fortemente suscettibile alla cricatura. Per tale ragione il materiale è stato sottoposto ad un particolare tipo di post-processing che combina gli effetti della pressatura isostatica a caldo (HIP) con quelli di un trattamento termico tradizionale in cui può essere regolata la velocità di raffreddamento, chiamato HIP-Quench. Più precisamente in questa fase preliminare, il lavoro di tesi si è principalmente concentrato sullo studio di come la velocità di raffreddamento utilizzata durante l'HIP-Quench potesse modificare la popolazione di γ' sia in termini microstrutturali che di densità volumetrica e dimensione e come questo dettaglio microstrutturale.

2. Additive manufacturing

La definizione di additive manufacturing (AM) è fornita dalla norma ASTM F2792-10 come “il processo di giunzione di materiali per la creazione di oggetti da modelli di dati CAD (Computer Aided Design) 3D, solitamente strato per strato, a differenza delle tecniche di formatura tradizionali che lavorano per sottrazione di materiale” [1].

Una peculiarità delle tecniche di fabbricazione additiva è che permettono di realizzare componenti meccanici con geometrie complesse che sarebbero altresì difficili da ottenere con tecnologie sottrattive tradizionali. Essendo appunto una tecnica additiva e non sottrattiva, con l'AM è possibile minimizzare l'attrito e ridurre il materiale scartato che può essere recuperato e utilizzato nuovamente normalmente in addizione con materiale vergine. Attualmente questa tecnica utilizzata per la realizzazione di componenti per forme complesse a livello industriale.

Per ogni lega è necessario ottimizzare i parametri di processo, oltre che definire dei nuovi trattamenti termici idonei in funzione delle caratteristiche meccaniche ricercate [2].

In passato, il termine Prototipazione Rapida (RP) “Rapid Manufacturing” è stato usato per indicare manufatti ottenuti con la fabbricazione additiva. Questa tecnologia inizia a prendere piede alla fine del 1980 e veniva usata per la produzione di prototipi concettuali e funzionali.

Con il passare degli anni sono stati fatti molti passi in avanti in termini di affidabilità di processo e di volumi di produzione. Attualmente, i processi di AM sono utilizzati maggiormente per il settore aerospaziale, automotive e medicale in cui i manufatti prodotti presentano un alto valore aggiunto e forme complesse. Nell'ambito aerospaziale soprattutto, grazie ai processi AM si possono progettare forme uniche e spesso si riesce ad ottimizzare la geometria riducendo il peso dei componenti senza comprometterne la resistenza meccanica e termica. Questo è possibile anche grazie all'utilizzo di leghe ad elevate prestazioni meccaniche come le leghe di titanio e le superleghe di nichel, usando strutture reticolari per ridurre il peso del componente come mostrato in Figura 1.

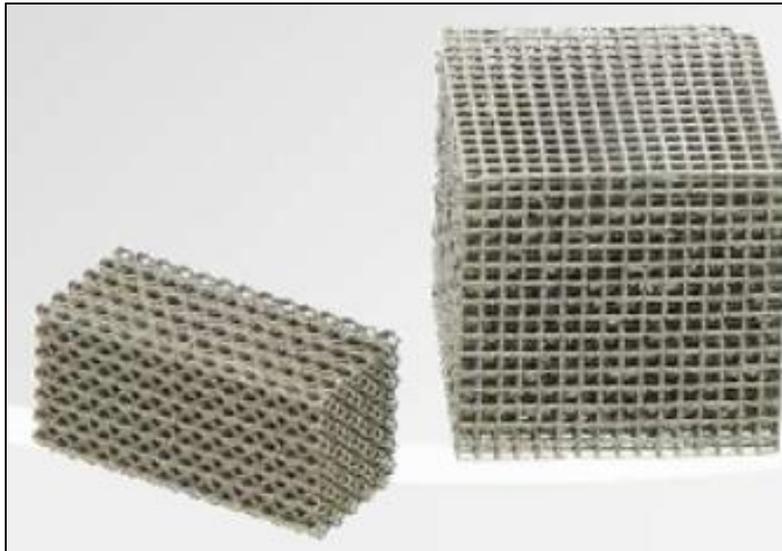


Figura 1: Esempio di struttura reticolare [44].

Per tutti i casi di formatura in cui i volumi di produzione sono alti e le geometrie non sono complesse risulta vantaggioso usare i processi classici come la colata o la formatura in base al materiale che viene processato come indicato dalla Figura 2.

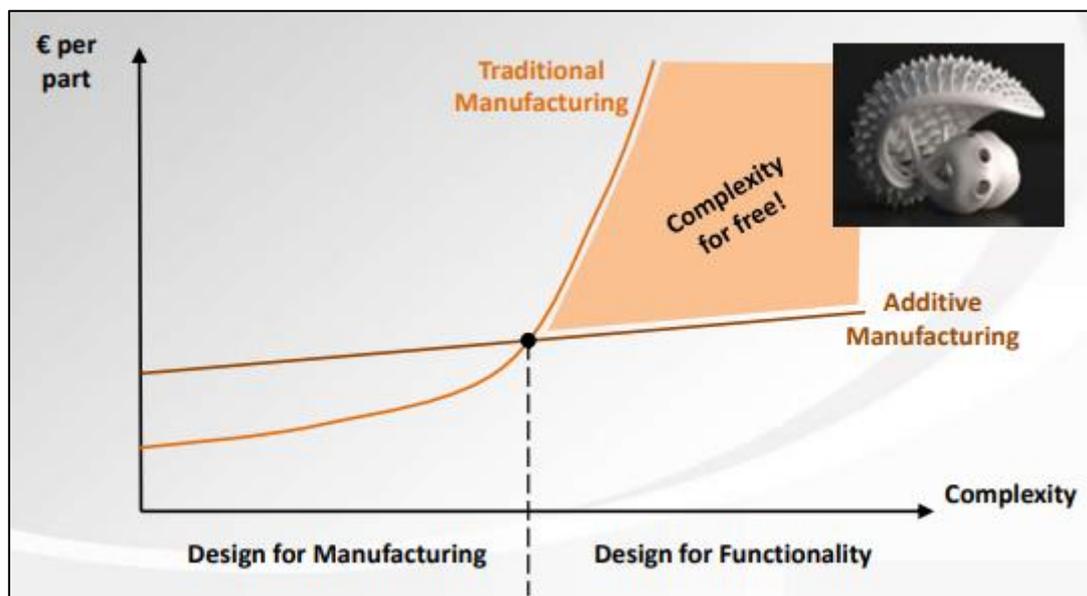


Figura 2: Costo per parte in funzione della complessità del manufatto [45].

Dal punto di vista del prodotto i vantaggi sono di avere strutture leggere, parti integrate, alta personalizzazione, utilizzo di materiali costosi e di difficile lavorazione in formatura tradizionale.

Esistono diversi processi di AM [4], a seconda del materiale di partenza (polimerico, metallico, ceramico), del suo stato di partenza (liquido, polvere, filo o bacchetta) e del principio di deposizione (a deposizione di polvere, diretta, fusione localizzata, stereolitografica).

La Figura 3 riporta una schematizzazione di diversi processi di fabbricazione additiva (AM) disponibili sul mercato.

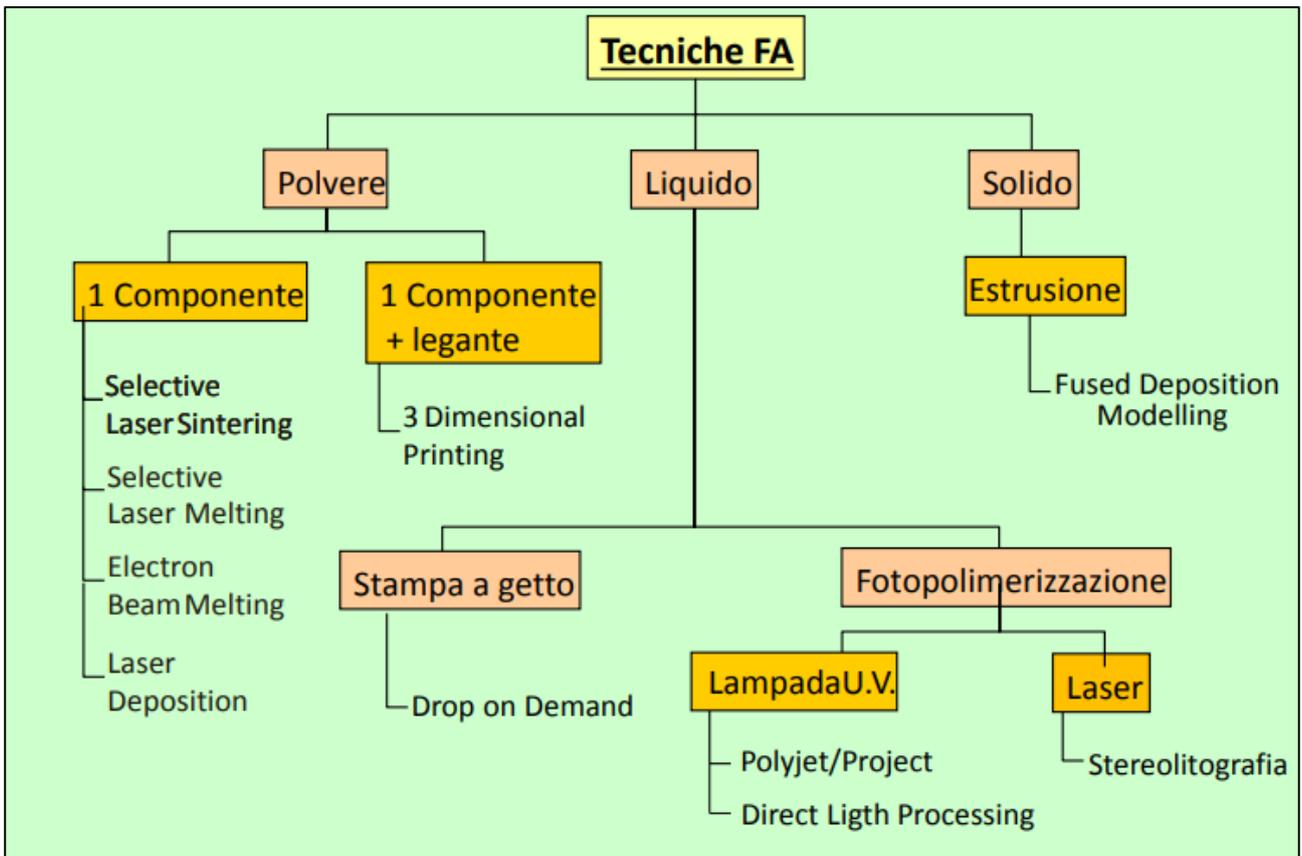


FIGURA 3: SCHEMA RIASSUNTIVO DELLE TECNICHE DI FABBRICAZIONE ADDITIVA [46].

Oltre alle tecniche a letto di polvere sono stati sviluppati altri processi di AM nei quali il materiale di partenza non è composto da un letto di polvere ma si tratta di fili direzionati che vengono successivamente fusi da un fascio laser o elettronico direttamente sul pozzetto di fusione. È stata anche sviluppata una branca della fabbricazione additiva nota con il nome di Direct Energy Deposition (DED) in cui il materiale da aggiungere può essere sia sotto forma di filo che di polvere e viene additivato al substrato tramite una fonte di calore che può essere un raggio laser o un fascio d'elettroni che provoca una fusione localizzata con un piccolo pozzetto di fusione e deposizione "layer by layer" del materiale. Rispetto ad altri processi AM può essere usato anche come tecnica di riparazione [3].

2.1 Processi powder bed fusion

Attualmente la maggior parte dei componenti metallici prodotti per AM sono prodotti tramite i processi a letto di polvere (powder bed fusion) [4]. In questa categoria sono presenti i processi L-PBF ed EB-PBF.

Questi processi sono basati sullo sfruttamento dell'energia erogata da una sorgente che viene utilizzata per fondere dei punti specifici dello strato di polvere metallica che raffreddandosi solidificherà creando la geometria desiderata. I punti dove la sorgente porterà a fusione la polvere sono in accordo con i dati presenti nel file computer-aided design (CAD) [5]. Il manufatto viene costruito strato per strato con un processo che si ripete fino ad ottenere il manufatto finale immerso nella polvere non solidificata o sinterizzata in base alla tecnologia presa in esame.

Le fasi del processo powder bed fusion sono mostrate in Figura 4.

I componenti sono orientati in modo da ottimizzare lo spazio sulla piattaforma di costruzione e possono essere aggiunti dei supporti. La fase dell'orientamento ha lo scopo di migliorare la stabilità e la velocità del processo nonché le proprietà del componente stesso (poiché possono indurre delle deformazioni come conseguenza degli stress residui).

Nella fase di ottimizzazione dei supporti si mira a consentire il fissaggio della parte sulla piattaforma, supportare gli angoli critici della superficie e prevenire la deformazione della parte dovuta alle sollecitazioni termiche.

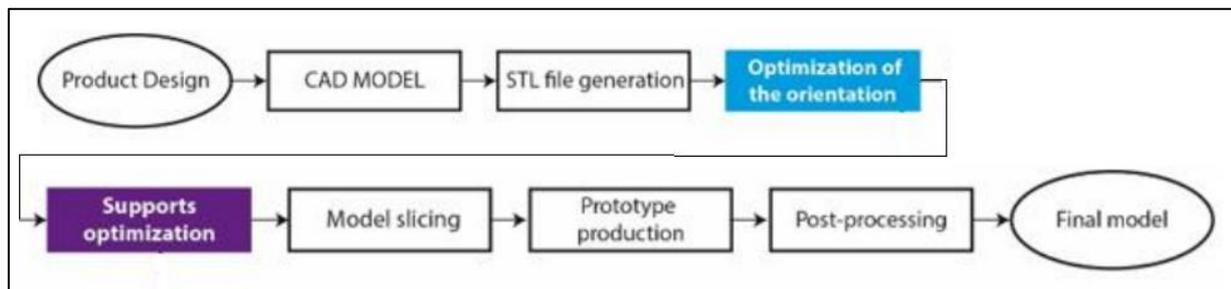


FIGURA 4: FASI DEL PROCESSO DI POWDER BED FUSION [5]

2.1.1 Laser Powder Bed Fusion (L-PBF)

Il processo Selective Laser Melting (SLM) è stato sviluppato dal Dr. M. Fockele e dal Dr. D. Schwarze di F & S Stereolithographietechnik GmbH, con il Dr. W. Meiners, il Dr.K. Wissenbach e il Dr. G. Andres del Fraunhofer ILT [6] che è noto oggi anche come L-PBF viene schematizzato in Figura 5.

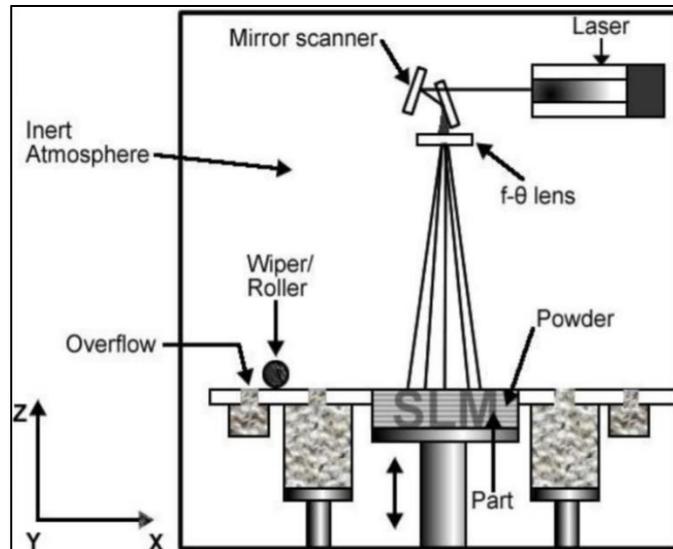


FIGURA 5:SCHEMA COSTRUTTIVO DELLA MACCHINA SLM [46]

Il processo di costruzione del manufatto inizia con l'abbassamento della piattaforma di costruzione di una quantità pari allo spessore dello strato di polvere da fondere. Lo spessore dello strato può variare da circa 20 a 60 μm a seconda del materiale da produrre, dalla dimensione delle polveri e dalla potenza della macchina additiva che si utilizza [7].

Successivamente, grazie alla salita del contenitore di stoccaggio polvere (parte sinistra in Figura 5) viene depositato uno strato di polvere metallica su quello appena prodotto tramite un recoater.

Una volta stesa la polvere sulla piattaforma il fascio laser porta a fusione le aree prestabilite della sezione (fusione selettiva). La radiazione laser coinvolge la rifusione di più strati portando al consolidamento del materiale solidificato con il sottostante garantendo l'adesione tra gli strati.

Il laser ad alta densità viene fatto confluire sulla piattaforma di costruzione tramite l'utilizzo di specchi e con una lente f-θ si porta la radiazione laser sul piano di lavoro in maniera perpendicolare. Una volta completata la scansione laser, la piattaforma di costruzione viene abbassata del valore prestabilito ed un successivo strato di polvere viene depositato sulla parte superiore. Successivamente il laser scansiona il letto di polvere e un nuovo strato viene consolidato. Il processo è quindi ripetuto fino al completamento del componente.

Per prevenire l'ossidazione della polvere che può impattare sulle proprietà meccaniche finali del manufatto, il processo L-PBF viene condotto in atmosfera inerte. I gas utilizzati sono gas inerti come Ar oppure N_2 . Alla fine, il componente si troverà immerso in un letto di polvere.

Allo stato attuale si ha la completa fusione delle polveri interessate dalla radiazione laser e le porosità, se il processo è adeguatamente controllato, risultano estremamente ridotte raggiungendo valori di densità relative prossime al 100%.

I supporti devono essere rimossi meccanicamente o tramite elettro erosione a filo. Prima di rimuoverli può essere necessario effettuare un trattamento termico di distensione per l'eliminazione delle tensioni interne indotte dal processo di costruzione.

Non è possibile ottenere tolleranze e rugosità paragonabili a quelle ottenibili con le lavorazioni ad asportazione di materiale, di conseguenza nelle zone di accoppiamento è necessario prevedere un sovrametallo compreso tra (0.5 – 1) mm al fine di effettuare successivamente le operazioni di finitura [8].

Il processo L-PBF permette di ottenere diverse leghe metalliche tra le quali si possono citare [8]:

- Inconel IN625;
- Inconel IN718;
- Lega di alluminio (AlSi10Mg);
- Lega Cobalto Cromo (CO-Cr);
- Acciaio per stampi;
- Acciaio inox;
- Lega di titanio (Ti6Al4V);
- Leghe di oro (Au).

Questa tecnica permette di realizzazione geometrie complesse come quella mostrata in Figura 6 [5].

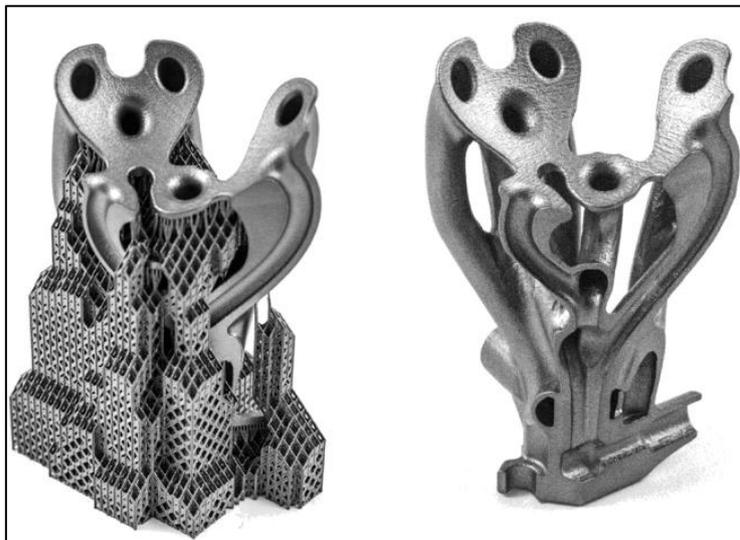


FIGURA 6: ESEMPIO DI GEOMETRIA COMPLESSA CON STRUTTURA INTERNA RETICOLARE [5]

2.1.1.1 Parametri di processo e strategia di scansione

Per poter processare la lega metallica raggiungendo un elevato grado di densità relativa è fondamentale ottimizzare i parametri di processo e la strategia di scansione al fine di ottenere qualità costruttive dei manufatti migliori.

I parametri di processo sono inerenti a [9]:

- Laser: modalità di emissione del fascio, potenza e dimensione del punto focale;
- Polveri: forma, dimensione, scorrevolezza, spessore dei layer, proprietà meccaniche del materiale e omogeneità della lega;
- Temperatura: Temperatura del letto di polvere e della camera di lavoro;
- Scansione: modalità e velocità di scansione;
- Distanza di scansione (hatching distance): distanza tra una linea di scansione e l'altra.

Questi parametri influiscono sulla densità di energia volumetrica (VED) disponibile per il letto di polvere. Di conseguenza regolano le proprietà meccaniche e la rugosità superficiale.

La densità di energia volumetrica (VED) è ottenuta tramite la seguente formula (1):

$$VED = \frac{P}{v \cdot t \cdot h_d} \left[\frac{J}{mm^3} \right] \quad (1)$$

Con:

- P= potenza laser [W];
- v= velocità di scansione [mm/s];
- t= spessore dello strato di polvere [mm];
- h_d= distanza di scansione [mm].

L'energia termica necessaria alla fusione è fornita da una sorgente laser che sfrutta come mezzo laser attivo la CO₂ o un cristallo d'ittrio e alluminio drogato (Nd:YAG) e deve essere sufficiente a portare a fusione la porzione di polvere interessata.

È necessario che ci sia una sovrapposizione tra una linea di scansione e quella adiacente per favorire ulteriormente il consolidamento dei pozzetti di fusione formati per garantire l'integrità del manufatto. Distanze di scansione troppo elevate sono spesso la causa di porosità all'interno del materiale poiché le linee di fusione adiacenti non fondono insieme limitando l'adesione tra di esse.

Una VED troppo bassa dovuta ad una combinazione di bassa potenza laser, un'alta velocità di scansione ed uno spessore del layer eccessivo è insufficiente per lo svolgimento del processo L-PBF che si manifesta con il fenomeno del "balling" e del "lack of fusion" che sono del tutto indesiderati. I secondi in particolare riducono le proprietà meccaniche finali a causa della loro forma allungata e tipicamente attiva nella concentrazione degli sforzi durante una sollecitazione. Esso si verifica poiché si ha una mancanza di bagnabilità del pozzo di fusione con lo strato precedente [10].

Una VED troppo alta comporta una temperatura del pozzetto di fusione troppo elevata e di conseguenza potrebbe generare microcricche ed altri difetti come i "keyhole" che sono delle cavità all'interno del pozzetto di fusione la cui penetrazione va a coinvolgere anche strati sottostanti. La conseguenza indesiderata dei "keyhole" è quella creare un'instabilità dei pozzetti di fusione con formazione di grandi pori circolari.

Altri tipi di porosità possono essere causati oltre che dalle densità di energia volumetrica fornita al materiale anche dalla polvere di partenza. Le caratteristiche della polvere utilizzata e le sue caratteristiche intrinseche come la morfologia e la distribuzione dimensionale sono parametri fondamentali al fine di avere un corretto impaccamento ed avere come risultato un materiale con basso livello di porosità. Tipicamente, porosità di dimensione attorno a qualche micrometro possono essere dovute a dei gas residui all'interno delle particelle.

Nella Figura 7 sottostante è mostrato un esempio di porosità sferica di un campione IN625/TiC probabilmente causate dalla polvere di processo.

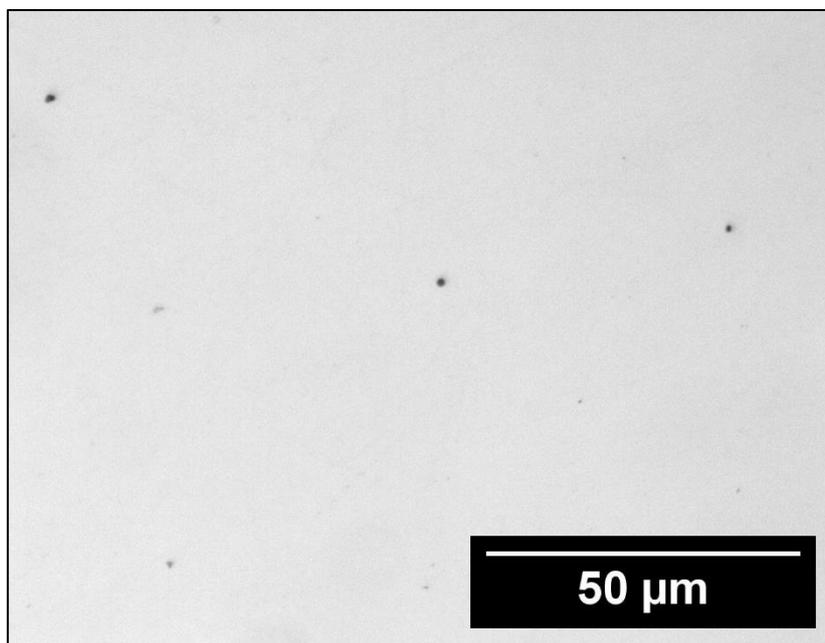


FIGURA 7:IN625/TiC 0.5%WT TiC AD INGRANDIMENTO DI X500

Le strategie di scansione utilizzate nel processo L-PBF per il fascio laser possono variare direzione nel piano e tra un layer e l'altro.

In Figura 8 sono mostrati i diversi casi di strategia di scansione usati più comunemente per il processo L-PBF.

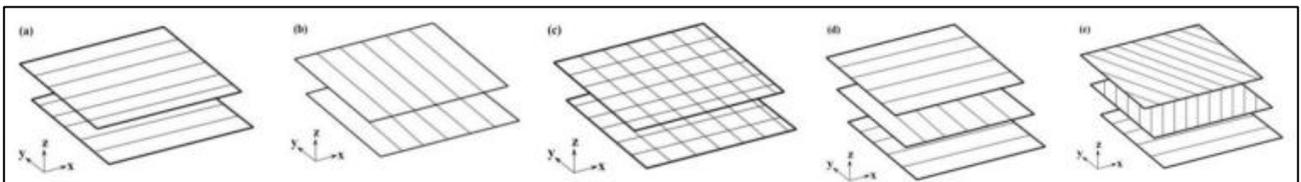


FIGURA 8:STRATEGIE DI SCANSIONE USATI PER IL PROCESSO DI FABBRICAZIONE ADDITIVA L-PBF [47].

Associando l'asse Z alla direzione di crescita, possiamo avere scansione lungo X (a), scansione lungo Y (b), lungo X e Y nello stesso layer (c), alternati per ogni layer(d).

Nella figura (8, e) è mostrata la strategia di scansione maggiormente utilizzata per le macchine L-PBF che consiste in una scansione che ruota di 67° tra un layer e l'altro [11]. Questa rotazione ha lo scopo di fornire al manufatto un'isotropia maggiore sul piano XY.

2.2 Electron Beam Powder Bed Fusion (EB-PBF)

Le prime macchine EBM sono state sviluppate in Svezia dall'azienda Arcam insieme all'università di Chalmers nel 1987. Oggi esistono diverse aziende che sviluppano questa tipologia di macchine e il termine più comune è Electron Beam Powder Bed Fusion (EB-PBF). Si tratta di una tecnica a letto di polvere con fusione selettiva tramite un fascio di elettroni che colpisce la polvere con un'alta energia cinetica che viene trasformata in calore e il calore fonde il metallo.

Si differenzia dalla tecnica L-PBF proprio per la sorgente di energia che è un fascio di elettroni anziché un laser. Inoltre, l'interazione tra fascio di elettroni e polvere è caratterizzata da una profondità di penetrazione più elevata di quella del fascio laser. Gli elettroni richiedono una grande quantità di collisioni con gli atomi del materiale affinché tutta la loro energia cinetica sia assorbita dal materiale. Il fascio di elettroni ha un'efficienza molto elevata e una densità di energia maggiore del processo L-PBF. Un'altra differenza sostanziale rispetto alla tecnologia di AM L-PBF rispetto alla tecnologia AM EB-LPBF è che in quest'ultima viene effettuato un preriscaldamento del letto di polvere.

In Figura 10 è mostrato uno schema EB-PBF:

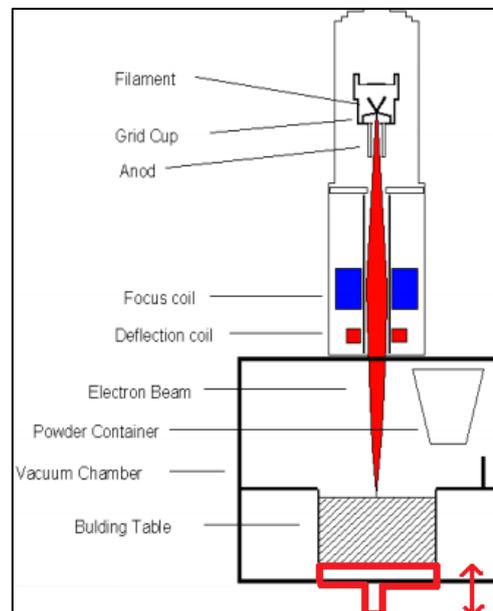


FIGURA 9: SCHEMA DI FUNZIONAMENTO DELL'APPARECCHIATURA ELECTRON BEAM MELTING [8]

Generalmente la corrente del fascio elettronico è controllata nell'intervallo 1-50 mA [8]. Il processo avviene in vuoto per evitare le collisioni degli elettroni con l'aria e anche per evitare l'ossidazione del materiale.

Il vuoto è ottenuto tramite un sistema provvisto di una pompa turbomolecolare [12].

Il letto di polvere è preriscaldato a una temperatura compresa tra 0,4 e 0,6 Tm (con Tm: temperatura di fusione) e il preriscaldamento dell'intero letto di polvere avviene con una serie di passaggi del fascio non focalizzato ad elevata velocità. [13].

In alcune macchine durante il raffreddamento viene insufflato dell'elio alla pressione di 10^{-1} Pa con lo scopo di eliminare i fumi residui e per accelerare il raffreddamento.

Le polveri non utilizzate, dopo essere state setacciate, possono essere riciclate molte volte senza che la composizione chimica o le proprietà fisiche siano alterate grazie al fatto che il processo avviene in vuoto all'interno della camera di lavoro durante il processo e quindi lo spreco di materiale è ridotto al minimo.

Le fasi operative del processo sono le seguenti:

- Abbassamento della piattaforma di costruzione;
- Deposizione della polvere tramite il movimento della racla;
- Livellamento della polvere con la racla;
- Preriscaldamento defocalizzando il fascio di elettroni;
- Fusione della sezione focalizzando il fascio di elettroni.

In confronto alla tecnologia L-PBF è possibile ottenere manufatti con stress residui minori e una microstruttura più grossolana grazie all'elevata temperatura di pre-riscaldamento della camera ed a una minore velocità di raffreddamento.

I materiali più processati per EB-PBF sono le leghe di Cobalto, leghe di Titanio e il materiale intermetallico TiAl [14]:

2.3 Direct Energy Deposition (DED)

La tecnica DED è un processo ad un componente che prevede la deposizione di polvere direttamente sul punto di interesse, il che la differenzia rispetto alle tecniche a letto di polvere (L-PBF ed EB-PBF).

Nota da più tempo rispetto alla fabbricazione additiva, è utilizzata soprattutto per operazioni di riparazione sia in caso di usura che in caso di danno. Si deposita lo strato di materiale che viene poi fuso fascio laser. Si usa anche per la creazione di componenti.

La Figura 11 mostra il processo DED.

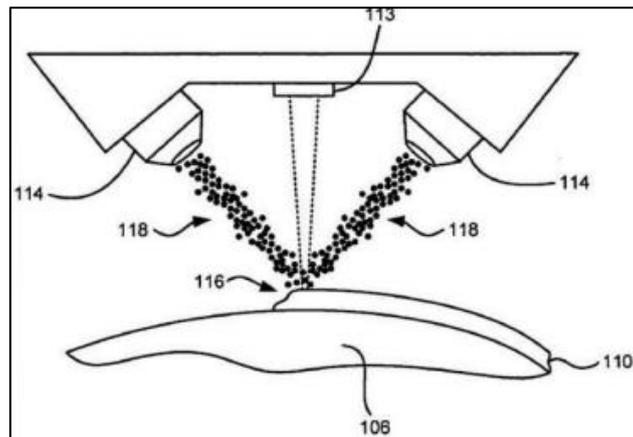


FIGURA 10:SCHEMA APPARECCHIATURA DED [8]

La macchina è composta da una testa basculante per la deposizione con al centro il laser che effettuerà la fusione delle polveri. La deposizione della polvere avviene attraverso gli ugelli posti lateralmente al laser, la polvere portata a fusione dal laser generando lo strato di materiale solo nell'area desiderata. È indispensabile usare un gas inerte di copertura (Ar o N₂) durante l'utilizzo per evitare ossidazioni.

Non presenta nessun limite sulle dimensioni in quanto la deposizione e fusione sono localizzate ma presenta limiti sulle geometrie realizzabili e necessità di finitura alle macchine utensili. Questo limite si può in parte superare montando la testa di deposizione su macchine a controllo numero associando a lavorazioni di tipo sottrattivo.

Tra i materiali che si possono processare per DED possiamo citare [15]:

- Lega di alluminio;
- Lega di Cobalto;
- Acciaio per stampi;
- Acciaio inox;
- Lega di titanio Ti6Al4V;
- Inconel IN625;
- Inconel IN718.

3. Trattamenti termici

Nei componenti prodotti tramite fabbricazione additiva i trattamenti termici giocano un ruolo dominante per ridurre gli stress residui, per promuovere la crescita dei grani o la loro ricristallizzazione e per dissolvere le fasi [16].

Nei trattamenti termici viene controllato sia il riscaldamento che il raffreddamento che possono influenzare la formazione, forma e dimensione dei precipitati.

I trattamenti termici più comuni sono [16], [17]:

- **Trattamento di distensione:** è effettuato per ridurre gli stress residui all'interno dei manufatti. È inoltre importante controllare la velocità di raffreddamento per evitare che si verifichino gradienti termici dannosi. Per l'IN625 è consigliata una temperatura di 870°C per un tempo pari ad 1 ora.
- **Trattamento di ricottura:** Il trattamento termico di ricottura comporta una parziale o completa ricristallizzazione con l'aumento di duttilità e diminuzione di durezza. Viene svolta anche per facilitare la formatura oppure alleviare le tensioni dopo una saldatura.
- **Trattamento di solubilizzazione:** è svolto ad alta temperatura ed ha il compito di dissolvere le seconde fasi e conferire al materiale una alta resistenza a corrosione, al creep e a preparare il materiale per il trattamento termico successivo d'invecchiamento. Questo trattamento, dissolvendo le fasi, genera una microstruttura più omogenea e generalmente produce ricristallizzazione. Nel caso dell'IN625 viene consigliata una temperatura di 1150°C per una permanenza pari a 2 ore.
- **Trattamento d'invecchiamento:** è impiegato per favorire la precipitazione delle fasi secondarie sottoforma di precipitati fini distribuiti in maniera omogenea nella matrice. Può essere svolto sia dopo il trattamento di solubilizzazione oppure in maniera diretta. Questo trattamento rende il materiale più resistente ma meno duttile [18].

3.1 Hot Isostatic Pressing (HIP)

L'hot Isostatic Pressing (HIP) è un trattamento di post-processo che si effettua per ridurre le porosità e le tensioni interne. Inoltre, può anche essere usata come tecnica per giuntare due componenti ma il suo utilizzo principale rimane quello di ridurre le porosità sui manufatti realizzati tramite AM o tramite colata. Inizialmente questo trattamento veniva sovente applicato sui manufatti ottenuti per colata ma si è rivelato molto efficace anche sui materiali ottenuti tramite AM a causa della alta difettosità che quest'ultimi presentano. I forni per il trattamento di HIP sono stati introdotti sul mercato nel 1980 dall'azienda svizzera ABB [19]. Successivamente furono sviluppati anche i forni Uniform Rapid Cooling System (URC) che uniscono l'HIP e la tempra con velocità di raffreddamento maggiori di 500°C/min che consentono una rilevante diminuzione del tempo ciclo rispetto ad HIP con raffreddamento in maniera naturale del gas [19].

Questo trattamento viene effettuato in forno all'interno del quale viene applicata sul manufatto da trattare un'alta pressione isostatica maggiore dello sforzo di snervamento (σ_y) tramite un flusso di gas inerte, di solito Argon, ed una temperatura fino a 0,8-0,9 T_m [20]. La pressione isostatica è generata da numerosi impatti ad alta velocità delle molecole gassose (Ar) che vengono introdotte all'interno del forno che mostrano una velocità media stimata di 900 m/s e che avvengono 1030 impatti/sm² [21].

La pressione agisce su ogni parte del manufatto all'interno del forno ed unita all'alta temperatura porta il materiale ad essere maggiormente fluido e ad eliminare o ridurre le porosità esistenti grazie al moto di diffusione di atomi e vacanze unito al creep che ad alte temperature può verificarsi con il fenomeno del power law creep o del diffusional flow. Questo trattamento termico non riesce a rimuovere alcuni difetti superficiali come le cricche, le quali rimangono presenti in superficie anche post processo e possono essere fonte di innesco di rotture. È pertanto necessario ricorrere ad operazioni di finitura superficiale qualora il materiale presentasse questi difetti per uniformare la superficie rimuovendo meccanicamente le aree con difetti.

In commercio esistono forni per il trattamento di HIP che una volta svolto il trattamento termico consentono un raffreddamento rapido tramite quench allo scopo di conservare la microstruttura anche a temperatura ambiente. Questa modalità di trattamento è denominata HIP-quench che grazie al beneficio di mantenere la microstruttura ottenuta anche a temperatura ambiente porta ad un risparmio di tempo e questo garantisce un risparmio economico. La principale differenza è proprio che in passato si ricorreva all'HIP solo allo scopo di eliminare i difetti nel materiale mentre oggi con il fatto che i sistemi moderni di HIP permettono una velocità di raffreddamento elevata prevista dai vari trattamenti termici ed è quindi possibile ottenere la microstruttura desiderata.

Alcuni studi precedenti mostrano come questa tecnica sia stata molto efficace nel caso di diverse leghe ottenute tramite AM. Nel caso di IN625 ottenuto tramite LPBF preceduto da un trattamento termico a 1040°C per 1 ora e sottoposto ad HIP a 1200 °C, con una pressione di 100 MPa per un tempo di 4 ore; ha mostrato un incremento di duttilità ed omogeneità microstrutturale [22]. Nel caso di IN718 ottenuto tramite LPBF e sottoposto ad HIP a 1150 °C, con una pressione di 100 MPa per un tempo di 4 ore sono stati ottenuti dei grani con dimensioni maggiori rispetto allo stato "as-built", l'orientamento preferenziale lungo la direzione di crescita è stato sostituito con uno con grani equiassici che ha conferito al materiale un comportamento isotropico [23].

L'HIP conferisce al materiale trattato una maggiore resistenza meccanica, resistenza al creep e resistenza a fatica questo come conseguenza della chiusura delle porosità in quanto quest'ultime possono comportarsi come punti di concentrazione degli sforzi. In Figura 13 viene mostrato graficamente il rafforzamento ottenuto tramite HIP sulla lega Ti-6Al-4V (a, b) e su un bronzo legato con Ni e Al (c).

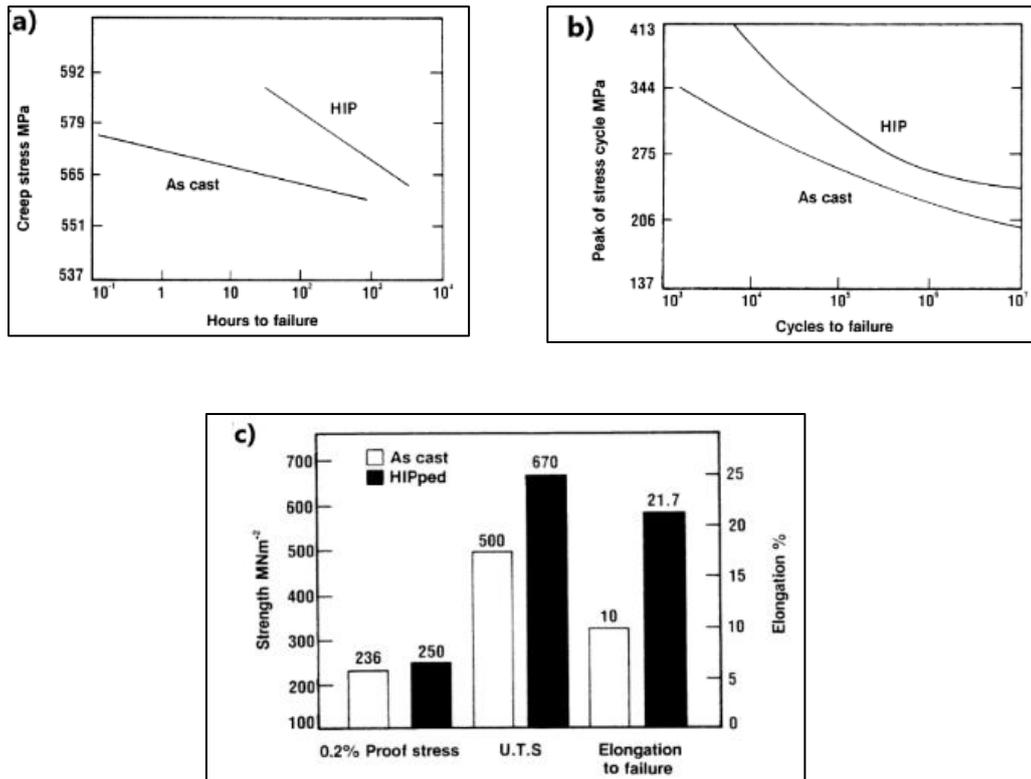


FIGURA 11: CONFRONTO TRA CAMPIONI COLATI E QUELLI "HIPATI" SU RESISTENZA AL CREEP (A), RESISTENZA A FATICA (B) E PROPRIETÀ MECCANICHE (C) [21]

I parametri che maggiormente influenzano la microstruttura finale sono la pressione, la temperatura e la velocità di raffreddamento.

M. Roncery ha effettuato diverse prove al fine di valutare gli effetti generati dalla variazione di questi parametri e dopo analisi sono stati divulgati tramite pubblicazione scientifica [24]. È emerso che utilizzando una temperatura supersolvus di γ' si ottiene una frazione in volume elevata di γ' ed inoltre si ottiene una chiusura della quasi totalità delle porosità; questi effetti si verificano per via della dissoluzione delle seconde fasi presenti nella lega. Se invece il trattamento viene effettuato al di sotto della temperatura di solvus, subsolvus, si creano delle tensioni residue attorno alle porosità e queste tensioni vengono poi accentuate dalla pressione che mi provocano una morfologia allungata di γ' a discapito della forma cuboidale.

Anche la pressione ha effetto sulla buona riuscita della chiusura delle porosità in quanto al di sotto di un valore limite quest' ultime non vengono chiuse. La velocità di raffreddamento invece influenza la morfologia e dimensione di γ' ; con una velocità di raffreddamento maggiore è possibile ottenere questa fase con dimensioni minori.

4. Superleghe

Il termine superleghe è usato in generale per definire leghe metalliche a base Nichel, Ferro Nichel e Cobalto che presentano una resistenza meccanica elevata anche alle alte temperature; fino a circa $0,85 T_m$ [17]. Le proprietà finali della superlega desiderata possono essere ottenute e controllate tramite la composizione, la lavorazione e il trattamento termico. Sono state sviluppate tre macrogruppi di superleghe: A base Cobalto, A base Nichel-Ferro e a base Nichel. Le superleghe a base Cobalto hanno tra il 30% e il 60% wt di Cobalto e presentano un'alta resistenza ad alta temperatura per l'ossidazione e la corrosione. Le leghe a base Nichel-Ferro hanno tra il 10% e il 60% wt di Ferro con lo scopo di abbassare il costo della lega [25].

Il nichel è l'unico in questo gruppo a mostrare la struttura CFC nell'intero range di temperatura e inoltre fornisce una buona duttilità alla superlega.

Le superleghe presentano più elementi chimici in lega addizionate ad esse e quindi presentano un range di temperatura di fusione e non una specifica temperatura di fusione.

I principali elementi di lega utilizzati nelle superleghe sono i seguenti [17]:

- **Elementi principali:** Alcuni elementi vengono aggiunti per formare precipitati rinforzanti come γ' (Ni_3 , (Al, Ti)) aggiungendo Al e Ti e γ'' (Ni_3Nb) aggiungendo Nb. Mo, W, Ta che aumentano la resistenza meccanica. Cr e Al aumentano la resistenza all'ossidazione facilitando la formazione di Cr_2O_3 e Al_2O_3 sulla superficie esterna della lega. Il Ti è aggiunto allo scopo di aumentare la resistenza alla corrosione a caldo.

Il Co aumenta le frazioni di volume di precipitati secondari.

Elementi secondari: C e B vengono aggiunti con il compito di costituire carburi e boruri che insieme al Mg hanno lo scopo di controllare gli elementi vaganti, tra cui Si e P. Zr e l'afnio (Hf) vengono aggiunti per migliorare le precipitazioni e formazione di carburi.

Il lantanio (La) viene aggiunto per migliorare la resistenza all'ossidazione.

- **Elementi delle terre rare:** una parte di superleghe moderne contiene elementi come l'ittrio (Y) e il cerio (Ce) con una concentrazione del 2,5-6 %wt per aumentare la resistenza al creep tramite precipitazione e indurimento in soluzione solida.

Come effetto indesiderato si ha che questi materiali possono causare dei difetti di fusione.

Per ridurre questo effetto indesiderato riguardante la fusione viene utilizzato il rutenio (Ru) al posto delle terre rare o in combinazione con esse per migliorare le proprietà meccaniche ad alta temperatura.

Platino (Pt), iridio, rodio (Rh) e palladio (Pd) possono essere utilizzati per questo scopo, ovvero quello di aumentare la temperatura operativa e quindi la resistenza al creep, ma sono di più costosi.

ThO_2 e Y_2O_3 possono essere utilizzati in forma di particelle sub-micrometriche di ossido ed incrementare la temperatura di creep. Questi elementi vengono aggiunti in alcune superleghe adoperate per la produzione di turbine a gas [26].

Composizioni appropriate di superleghe possono essere laminate, forgiate e prodotte con altri metodi come la fabbricazione additiva.

In Figura 14 sono riassunti gli elementi di lega utilizzati nelle superleghe a base Nickel, gli elementi secondari sono marcati con linee incrociate

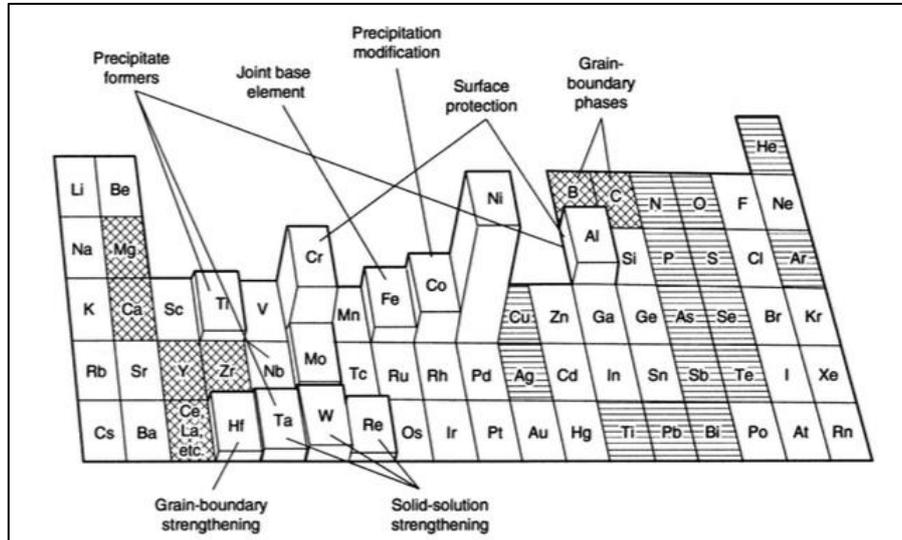


FIGURA 12: ELEMENTI DI LEGA PRESENTI NELLE SUPERLEGHE A BASE NICKEL [17]

In Figura 15 è mostrata la comparazione tra la rottura dopo 100h in funzione della temperatura tra diverse superleghe.

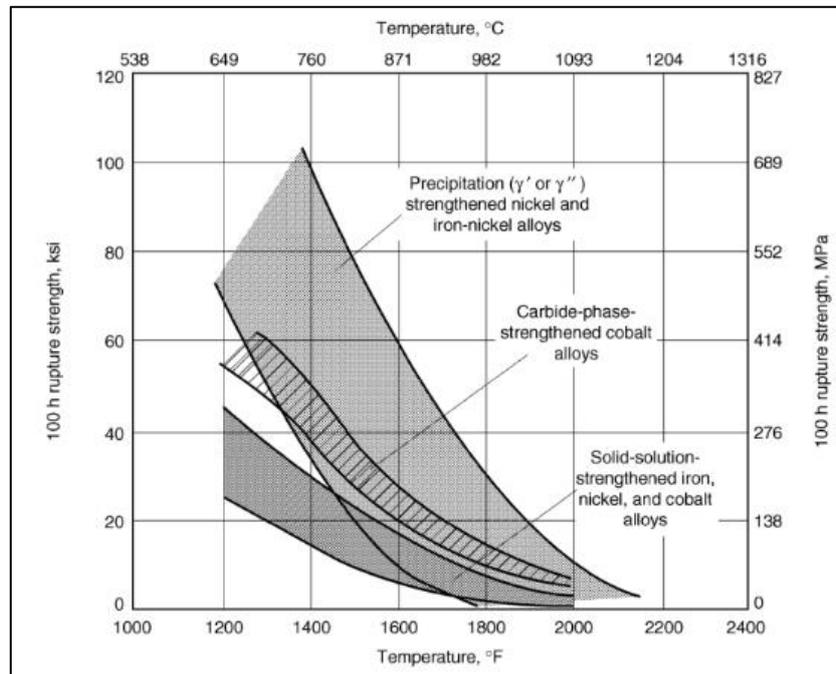


FIGURA 13:COMPARAZIONE CARICHI DI ROTTURA DOPO 100H IN FUNZIONE DELLA TEMPERATURA TRA DIVERSE SUPERLEGHE [25]

Nella Figura 15 sono mostrati i tipi di rafforzamenti di cui possono godere le varie leghe ed il carico di rottura che mostrano dopo 100 h al variare della temperatura ed aiuta a capire in base alla temperatura quali tipi di rinforzo intervengono nella lega.

Per motori di jet è preferibile avere grani cristallini grandi per limitare la rottura al creep mentre grani piccoli sono più idonei per limitare la rottura a fatica e migliorare il carico di rottura dei dischi di turbine [25]. Le superleghe sono particolarmente adatte quindi per quei campi d'applicazione in cui è richiesta alta resistenza meccanica ad alta temperatura come, per esempio, le palette di una turbina all'interno di un aereo.

4.1 Microstruttura delle superleghe

Le fasi comunemente sono presenti nelle superleghe di Nickel sono [17], [25]:

- **Fase γ :** Questa fase rappresenta la matrice (CFC) con struttura austenitica e contiene principalmente Ni. Gli altri elementi contenuti in questa soluzione solida sono Fe, Co, Cr, Mo, W, Ti e Al. Questi elementi, avendo dimensioni atomiche diverse, rafforzano in maniera diversa la matrice e di conseguenza le deformazioni del reticolo ostacolano il moto delle dislocazioni. Maggiore è la differenza nelle dimensioni atomiche rispetto al Ni e maggiore sarà l'azione di rinforzo.
- **Fase γ' , rafforzamento per precipitazione di seconde fasi intermetalliche:** Questa fase è rappresentata dal precipitato intermetallico coerente $Ni_3(Al, Ti)$, che presenta cella elementare CFC. È il precipitato più importante ma non il solo. I precipitati si formano durante il trattamento termico d'invecchiamento (aging). Ovviamente i parametri di trattamento termico dipendono dal tipo di lega e dalla microstruttura che si vuole ottenere.

La sostituzione di Atomi di fase γ con atomi di fase γ' mi porta ad avere una distorsione del reticolo cristallino del reticolo CFC ed al crescere del contenuto di elementi sostituenti esso può divenire diverso facendo aumentare ulteriormente la distorsione all'interfaccia che infine può sfociare in una perdita di coerenza.

La coerenza tra le due fasi comporta l'esistenza di stati di tensione elastica benefici all'interfaccia che ostacolano il movimento delle dislocazioni e quindi un incremento di resistenza.

L'efficacia di questi precipitati indurenti dipende quindi dall'entità della distorsione, dalle dimensioni, dalla forma e dalla loro distribuzione.

Con un una bassa distorsione si producono precipitati di forma sferica mentre con un'alta distorsione si producono precipitati di forma cubica come quelli mostrati in Figura 17.

La Figura 16 mostra una schematizzazione delle distorsioni negative (s_x) e positive (d_x). Nei casi reali la differenza è molto inferiore [27].

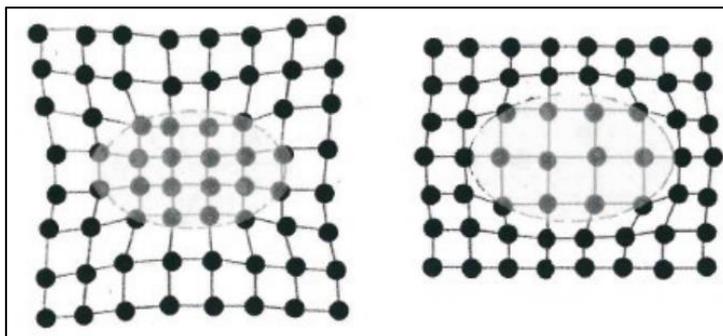


FIGURA 14: SCHEMATIZZAZIONE DEL CASO DI MISFIT NEGATIVO (s_x) E POSITIVO (d_x)[27]

In Figura 17 sono mostrati la matrice γ e la precipitazione delle seconde fasi γ' .

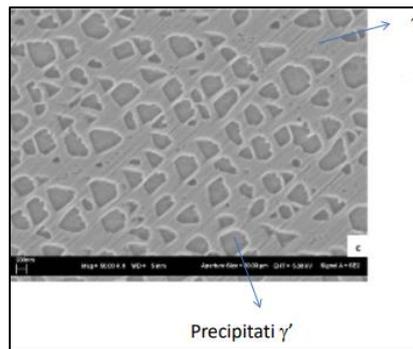


FIGURA 15:MATRICE GAMMA PRECIPITAZIONE DELLE SECONDE FASI GAMMA' [27]

- **Fase γ'' :** Il Ni con il Nb forma un precipitato coerente metastabile Ni_3Nb con struttura cristallina tetragonale a corpo centrato. Per temperature superiori a $650^\circ C$ tende a trasformarsi in fase δ che mostra la stessa composizione di γ'' ma è maggiormente fragile.
- **Fase δ :** Si presenta come Ni_3Nb e reticolo ortorombico incoerente con la matrice γ . È una fase intermetallica che precipita dopo esposizione tra gli $815^\circ C$ e i $900^\circ C$ nelle superleghe a base Ni. Ha morfologia aciculare e di conseguenza è un fattore di concentrazione degli sforzi infragilendo il comportamento della lega.
- **Carburi:** Nelle superleghe a base Nickel in cui il C è presente in quantità tra lo 0,02% e lo 0,2% wt ed esso si combina con elementi come il Ti, Ta, Hf o il Nb e forma carburi.
I carburi hanno la tendenza a precipitare lungo il bordo di grano ma possono apparire anche all'interno della fase γ .
I carburi svolgono 3 importanti funzioni: La loro presenza lungo i bordi di grano rende difficile lo slittamento dei grani, una loro distribuzione sottoforma di taglia fine aumenta la resistenza ad elevata temperatura ed infine vanno a vincolare alcuni elementi che potrebbero causare instabilità nella fase. Allo stesso tempo una presenza troppo elevata e con determinate morfologie scaturisce effetti negativi sulla duttilità. Tramite i carburi è possibile anche controllare la crescita del bordo di grano.
Non tutti i carburi generano effetti benefici sulla lega in quanto a volte vanno a coinvolgere elementi leganti che vengono rimossi dalla matrice e possono ridurre la duttilità, la saldabilità e la resistenza a fatica.
I carburi più importanti sono MC, $M_{23}C_6$ e M_6C in cui M è un metallo e la loro formazione dipende dalla temperatura. Il metallo nei carburi MC può essere Ti, Ta, Nb e W.
- **Boruri:** Il boro, introdotto in piccole quantità per migliorare la resistenza a creep, tende a segregare sul bordo di grano come boruro. Esso si presenta nella fase M_3B_2 con struttura tetragonale ed elevata durezza.
- **Fase σ :** È un composto intermetallico con struttura tetragonale e si forma a seguito di un'esposizione tra i $650^\circ C$ e i $925^\circ C$. Si presenta nella forma A_xB_y con x e y che variano come valore da 1 a 7 e solitamente è presente nelle leghe ad alto contenuto di Cr e Mo. Presenta una morfologia irregolare ed allungata.
- **Fase μ :** È un composto intermetallico di tipo A_7B_6 e solitamente è presente nelle leghe ad alto contenuto di Mo e W.
- **Fase di Laves:** Si presenta con struttura esagonale e dal punto di vista morfologico si presentano con forma globulare, allungata o di placchette. Si presenta nella forma generale A_2B ed alcuni esempi sono: Fe_2Ti , Fe_2Mo , Co_2Ta e Ni_2Nb .

Nella Tabella 1 sottostante sono riassunti i principali elementi di lega utilizzati nelle superleghe a base nichel e il loro effetto sulla lega [27].

Elemento alligante	Effetto sulla lega
Co, Cr, Fe, Mo, W, Ta	Rafforzamento per soluzione solida
Co	Stabilizzazione della matrice FCC
W, Ta, Ti, Mo, Nb	Formazione di carburi del tipo MC
Cr	Formazione di carburi del tipo M_7C_3
Cr, Mo, W	Formazione di carburi del tipo $M_{23}C_6$
Mo, W	Formazione di carburi del tipo M_6C
C, N	Formazione di carbo-nitruri
Al, Ti	Formazione della fase γ'
Al, Ti, Nb	Rafforzamento per precipitazione
Al, Cr, Ta	Aumento della resistenza all'ossidazione
B, Zr	Aumento della resistenza al creep

TABELLA 1:EFFETTO DEI PRINCIPALI ELEMENTI SULLA LEGA [27]

4.1.1 Proprietà meccaniche

Per lavorare al meglio le superleghe che operano a temperature non elevate devono avere una struttura policristallina a grani piccoli, la massiccia presenza di bordi di grano ostacolano il movimento delle dislocazioni conferendo una resistenza meccanica migliore a freddo. Il comportamento a creep è regolato, oltre che dalla massimizzazione della taglia del grano, anche tramite la precipitazione di carburi e boruri e all'aggiunta di altri elementi con funzione stabilizzante del bordo di grano come Zr. Le superleghe destinate ad operare alle temperature elevate devono essere ingegnerizzate al comportamento al creep. I metodi utilizzati al fine di ottenere una performance del materiale adeguata sono [28]:

- Realizzazione di materiali con grani cristallini di maggiori dimensioni tramite la tecnica di solidificazione direzionale per fare in modo che i grani siano orientati lungo la direzione dello sforzo;
- Realizzazione di materiali monocristallini con tecniche di solidificazione idonee ad eliminare i bordi di grano.

Le caratteristiche meccaniche conferite al manufatto sono in funzione del trattamento termico eseguito sul materiale e dallo stato microstrutturale come l'“as-built” o rafforzamento per precipitazione e dalla tecnica AM con cui è stato ottenuto (L-PBF, EB-PBF o DED).

Inoltre, si otterranno delle proprietà meccaniche anche in funzione dei parametri di processo adoperati per la fabbricazione. I parametri più influenti sono la potenza del fascio e la strategia di scansione.

Il manufatto ottenuto nello stato “as-built” presenta un'anisotropia. Per conferire ad esso una resistenza uniforme lungo tutte le direzioni viene sottoposto a trattamento termico.

Le proprietà meccaniche della lega IN625 prodotta per L-PBF e trattata termicamente sono riportate in tabella 2 [18].

Analizzando i risultati ottenuti emerge che l'IN625 nello stato as-built ha una resistenza sia di snervamento che di rottura maggiore di quella dell'IN625 nello stato forgiato grazie alla formazione di strutture dendritiche fini. Per quanto riguarda l'allungamento a rottura i valori ottenuti sono sufficienti in confronto a quelli richiesti dalla norma ASTM B443.

Condizione del materiale	σ_y (MPa)	σ_R (MPa)	Allungamento a rottura (%)
As-built (xy)	783 ± 23	1041 ± 36	33 ± 1
Invecchiamento diretto a 700 °C 24h	1012 ± 54	1222 ± 56	23 ± 1
Solubilizzato 1150°C 2 h	396 ± 9	883 ± 15	55 ± 1
Solubilizzato 1150°C 2 h + invecchiamento 700°C 24 h	722 ± 7	1116 ± 6	35 ± 5

TABELLA 2: RISULTATI DI PROVE DI TRAZIONE EFFETTAUTE SUL MATERIALE IN625 IN DIVERSE CONDIZIONI DI TRATTAMENTO [18].

4.2 IN625

La superlega IN625 fu sviluppata per realizzare una lega con elevata resistenza alla corrosione e ossidazione mantenendo buone proprietà meccaniche negli anni 1960 [29].

Gli intervalli di composizione chimica (in percentuale in peso) tipica della lega IN625 sono mostrati nella Tabella 3:

Elemento	Ni	Cr	Fe	Mo	Nb	C	Mn	Si	P	S	Al	Ti	Co
% wt	58 Min	20 - 23	5 Max	8 - 10	3,15 - 4,15	0,10 Max	0,5 Max	0,5 Max	0,0015 Max	0,0015 Max	0,4 Max	0,4 Max	1 max

TABELLA 3: COMPOSIZIONE TIPICA DEL IN625

È una lega nichel-cromo rinforzata per soluzione solida principalmente tramite l'aggiunta di molibdeno e niobio.

Questa lega può essere rinforzata per precipitazione della fase intermetallica γ'' (Ni_3Nb) che è però soggetta a trasformazione verso fase δ (infragilente) tra i 650°C e 750°C in base ai tempi di esposizione; Figura 18.

Il rafforzamento può essere indotto anche per precipitazione di carburi che avviene con un'esposizione più o meno prolungata tra i 700°C e i 900°C [30] (Figura 18). In particolare, nella lega possono precipitare principalmente i carburi MC, $M_{23}C_6$ ed M_6C .

Questa lega possiede una resistenza al creep fino ad una temperatura di 700°C e una resistenza all'ossidazione fino a 1000°C ed in ultimo ma non per importanza, presenta un'eccellente saldabilità.

Grazie all'ottimo comportamento al creep e alla sua resistenza alla corrosione le sue applicazioni più comuni sono nell'ambito dell'industria aerospaziale, marina, chimica e petrolchimica; viene utilizzata per i componenti del nocciolo del reattore e per le barre di controllo nei reattori che contengono acqua pressurizzata ed infine un ultimo utilizzo comune è come tubi degli scambiatori di calore negli impianti di cracking dell'ammoniaca per la produzione di acqua pesante [9].

Durante la solidificazione la lega di IN625 può dare origini a segregazioni nella fase interdendritica con formazione di fasi di Laves ricche in Nb [31].

In Figura 18 in cui il diagramma TTT (time-temperature-transformation) mostra la trasformazione delle diverse fasi che possono precipitare quando la lega è sottoposta a trattamento termico.

L'esposizione per la durata di 24 ore ad una temperatura compresa tra gli 800°C e i 900°C porta alla precipitazione della fase δ e delle fasi di Laves, indesiderate poiché infragilenti.

La Figura 18 mostra il diagramma TTT per Inconel 625 a diverse temperature.

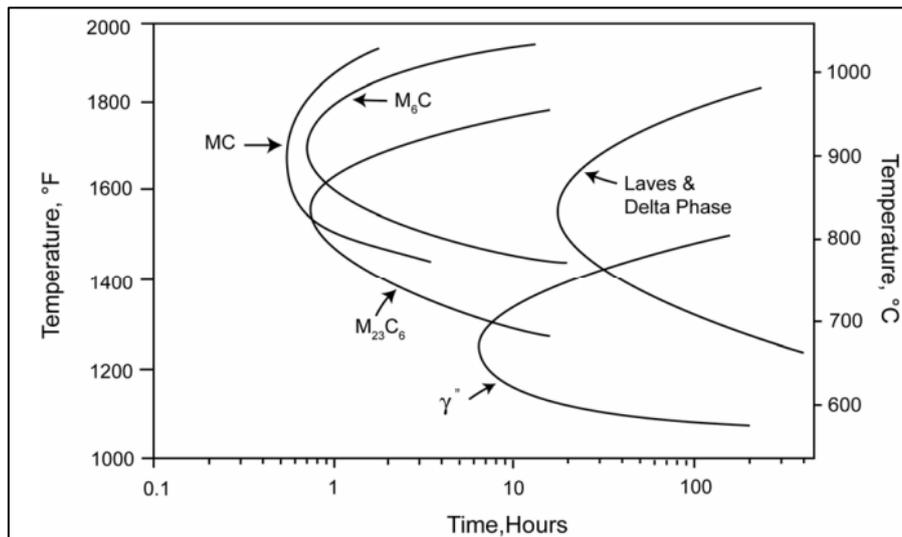


FIGURA 16:DIAGRAMMA TTT PER INCONEL 625 A DIVERSE TEMPERATURE [17]

Nella Figura 19 è mostrata una mappa di saldabilità in funzione della composizione chimica di alcune superleghe di Ni e sono riportate le caratteristiche di saldabilità in funzione della composizione chimica.

La lega IN625 presentando uno scarso tenore di Al e Ti presenta una buona saldabilità.

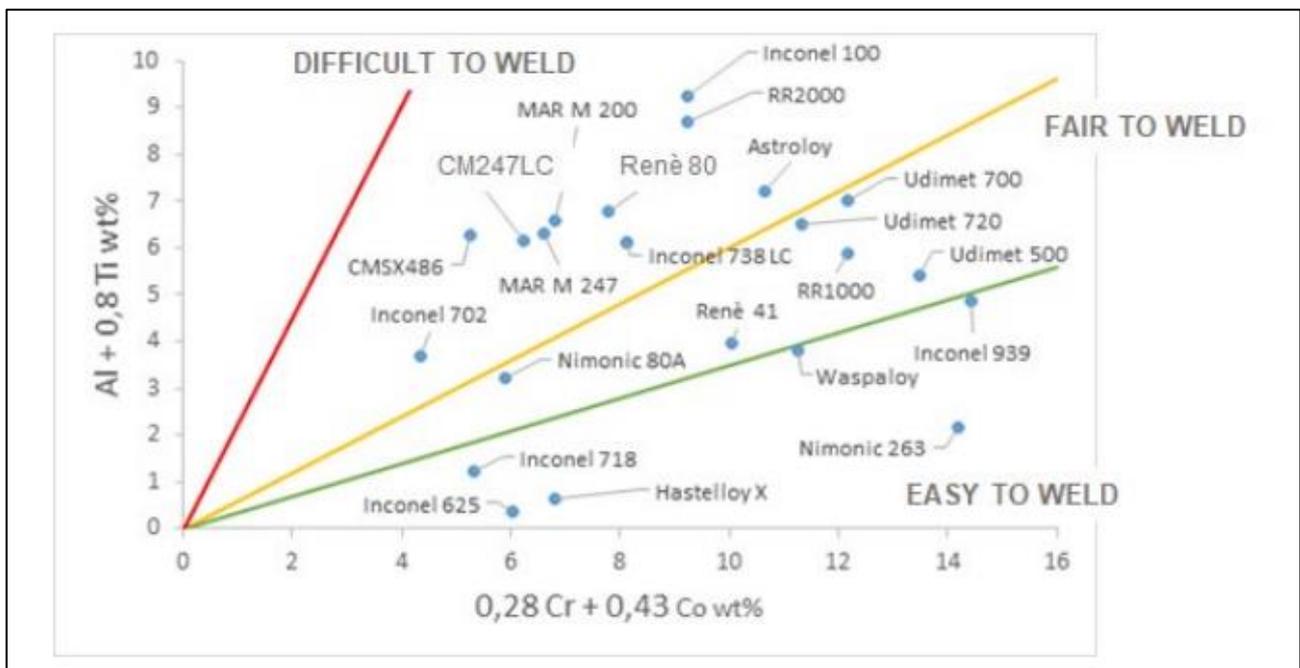


FIGURA 17:MAPPA DI SALDABILITÀ IN FUNZIONE DELLA COMPOSIZIONE CHIMICA PER DIVERSE SUPERLEGHE DI NICHEL [27]

4.3 Composito a matrice metallica (MMC)

Le matrici solitamente utilizzate sono le superleghe a base Ni e le leghe di Al, Mg, o Ti.

In compositi a matrice metallica, i rinforzanti solitamente utilizzati sono TiC, SiC, Al₂O₃ o C nella forma di particelle, whiskers e fibre lunghe [32]. Nel caso delle fibre, si usano dei rivestimenti superficiali destinati a prevenire reazioni all'interfaccia tra matrice e il rinforzante poiché con l'utilizzo di metalli insieme ai ceramici si rischia di formazione di fasi infragilenti all'interfaccia.

I rinforzanti discontinui sono normalmente presenti in un composito a matrice metallica in % compresa tra il 15 e il 30% in volume. Le fibre continue invece, sono presenti in % compresa tra il 40 e il 50% in volume [33].

L'accoppiamento matrice-rinforzante deve tenere conto di alcuni aspetti dal punto di vista chimico-fisico:

- La matrice deve bagnare correttamente il rinforzante e lo si ottiene tramite un processo di produzione opportuno;
- Il processo di produzione scelto potrebbe portare ad una reattività eccessiva tra matrice e rinforzante e di conseguenza il rischio di una crescita di strati d'interfase che generalmente infragiliscono il composito. In questo caso si modifica il processo o si ricorre al coating delle fibre;
- Matrice e rinforzante presentano un coefficiente di dilatazione termica diverso (anche di 1 ordine di grandezza) e durante il raffreddamento si generano degli stati di tensione residua che, se di entità contenuta giocano un ruolo positivo sulla resistenza mentre se sono eccessive possono causare una perdita di adesione all'interfaccia o formazione di micro-cricche.

I metodi di fabbricazione di compositi a matrice metallica con rinforzanti discontinui sono mostrati in Figura 20.

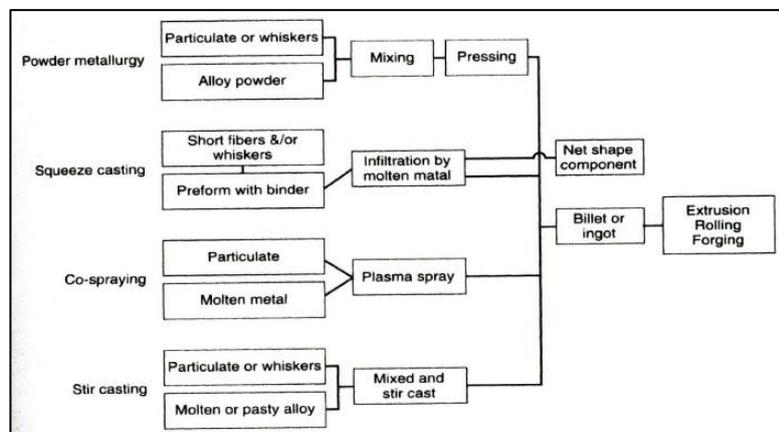


FIGURA 18:METODI DI FABBRICAZIONE DEI COMPOSITI MMC CON RINFORZANTI DISCONTINUI [33]

L'accoppiamento tra matrice e rinforzante non presenta sempre un buon legame interfacciale e questo influenza le proprietà finali del MMC. Infatti, le tecniche mostrate in figura come la metallurgia delle polveri e le varie tecniche di colata come per esempio quella per infiltrazione, non permettono di ottenere manufatti privi di difetti.

Nel caso di compositi rinforzati con particelle ceramiche è possibile impiegare le tecniche di fabbricazione additiva per produrre il composito andando a limitare i problemi precedentemente discussi sulle tecniche produttive più tradizionali. Inoltre, con l'utilizzo di un processo AM è possibile avere una rapida solidificazione che permette di ottenere una distribuzione relativamente uniforme delle particelle, limitando l'aggregazione del rinforzante a causa delle elevate forze attrattive di Van der Waals in gioco [34].

4.3.1 Effetti del TiC come rinforzante

Grazie all'aggiunta di TiC nella matrice metallica si vanno ad incrementare le prestazioni compressive di durezza e resistenza all'usura [32]. Il TiC è tra i ceramici più adatti per essere usato come rinforzante in quanto presenta una buona stabilità nella lega di Nichel ed una buona bagnabilità con il liquido fuso che garantiscono una bassa probabilità di formazione di fasi infragilenti all'interfaccia tra le due [32].

Il carburo di titanio presenta caratteristiche molto interessanti tra cui una temperatura di fusione di 3067°C, una densità di 4,93 g/cm³, una durezza Vickers compresa tra 2800 e 3200 HV ed in generale una buona resistenza meccanica ed una buona conducibilità termica ed elettrica [35].

4.4 Leghe ad alto contenuto di γ'

Le superleghe con alto tenore di γ' (gamma prime) presentano elevate proprietà meccaniche in temperatura.

La fase γ' è un composto intermetallico Ni₃Al con Ti ed altri elementi diffusi in esso. La scelta di composizioni che riescono a fornire resistenza alle alte temperature alle leghe Fe-Ni e Ni-based è ristretta; precipita inizialmente come particelle sferoidali e successivamente precipitano con morfologia cuboidale con un alto contenuto di Al e Ti. Il cambio di morfologia è dovuto ad una distorsione ampia compresa tra il +0,5% fino al 1% [17]. L'aumentare della percentuale di γ' aumenta la resistenza al creep. Per questo motivo si cerca di progettare superleghe di Ni con un alta % volume di γ' . Allo stato dell'arte attuale si riescono ad ottenere % in volume di γ' di circa il 60% mentre inizialmente ci si fermava a circa il 25% in volume.

In figura 21 è mostrato come l'alta frazione in volume della fase γ' porta ad un range di temperatura maggiore il campo elastico rafforzando il materiale.

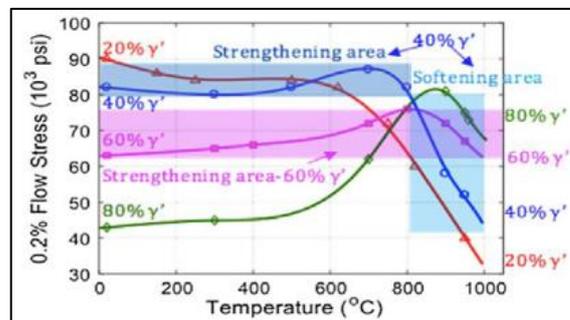


FIGURA 19: VARIAZIONE DEL STRESS DI FLUSSO DELLA LEGA A BASE Ni IN FUNZIONE DELLA TEMPERATURA

5. Materiali e metodi

In questo capitolo saranno descritti in dettaglio i metodi usati per la caratterizzazione dei materiali in esame ottenuti tramite tecnica di fabbricazione additiva LPBF e gli strumenti utilizzati.

Dopo la descrizione della produzione e post-processo dei campioni, verranno mostrate la preparazione metallografica, l'acquisizione di immagini microstrutturali al microscopio ottico, il metodo di analisi d'immagine per determinare i valori di porosità, l'acquisizione di immagini al microscopio elettronico a scansione (SEM) con le indagini composizionali semi quantitative EDS e le prove di microdurezza.

5.1 Produzione e post-processo dei campioni

5.1.1 Produzione dei campioni (L-PBF)

La composizione chimica della polvere IN625 usata è riportata in Tabella 4. La polvere presenta una distribuzione granulometrica con un d50 di 35 micron [36].

Elemento	Min	Max
Cr	20,00	23,00
Mo	8,00	10,00
Nb	3,15	4,15
Fe	-	5,00
Ti	-	0,40
Al	-	0,40
Co	-	1,00
Si	-	0,50
Mn	-	0,50
C	-	0,10
Ta	-	0,05
P	-	0,015
S	-	0,015
Ni	58,00	Ball

TABELLA 4: COMPOSIZIONE POLVERE DI NI UTILIZZATA PER LA PRODUZIONE DEI CAMPIONI [39]

All'interno della lega IN625 è stato aggiunto del TiC in percentuali del 0,5% wt e del 2% wt con una dimensione media di 200 nm [37].

La macchina L-PBF utilizzata per la produzione dei campioni è la Concept Laser MLab Cusing R. Essa presenta una camera di costruzione con volume pari a 90x90x80 mm sugli assi x,y e z, un sistema di laser a fibra con potenza massima di 100 W con diametro di focus del fascio laser di circa 50 μm [38].

Sono stati prodotti campioni di forma cubica con dimensione 10x10x10 mm come quelli mostrati in Figura 23.

I parametri di processo utilizzati sono mostrati nella Tabella 5.



FIGURA 20: CAMPIONI PRODOTTI IN IN/TiC 0,5% WT

Sample	VED [J/mm ³]
1	74.2
2	98.9
3	119.0

TABELLA 5: PARAMETRI DI PROCESSO UTILIZZATI PER LA PRODUZIONE DEI CAMPIONI

5.1.2 Trattamenti termici

Sono stati eseguiti due tipi di trattamento termico al fine di studiare e valutare l'evoluzione microstrutturale e la variazione delle proprietà meccaniche conferite dai trattamenti termici comparate al IN625 e il composito a 0.5 % wt e 2% wt nella condizione "as built".

Il trattamento termico è stato svolto in un forno tubolare seguito da una tempra in acqua con lo scopo di evitare la precipitazione di fasi secondarie che sarebbero potute accadere durante un raffreddamento più lento.

I trattamenti termici effettuati sono stati i seguenti:

- Trattamento termico di solubilizzazione:
 - Temperatura: 1150°C;
 - Tempo: 2 ore.
- Trattamento termico d'invecchiamento "aging":
 - Temperatura: 1000°C;
 - Tempo: 50 ore.

5.1.3 Hot Isostatic Pressing (HIP)

Dei campioni ottenuti tramite fabbricazione AM sono stati sottoposti a trattamento termico di HIP per ridurre le porosità e conferire migliori proprietà meccaniche.

Una parte di campioni sono stati trattati in forno HIP che presenta al suo interno una fornace in Molibdeno denominata uniform rapid cooling (URC[®]) sviluppato da Quintus Technologies che si differenzia rispetto ai forni HIP tradizionali presenti sul mercato per via del fatto che essa è in grado di effettuare un raffreddamento a termine del ciclo HIP con una velocità di 290°C/min.

Una parte di campioni, invece, è stata trattata in forno HIP che presenta al suo interno un modulo in Molibdeno diverso denominato sistema uniform rapid quenching (URQ[®]) sviluppato da Quintus Technologies che permette di poter temprare i materiali e di svolgere al suo interno i trattamenti termici convenzionali. Questo sistema presenta una velocità di raffreddamento fino a 4440°C/min ma che nel nostro caso è stata eseguita una velocità di raffreddamento di circa 2000°C/min.

Sono state applicate ai campioni 2 velocità di raffreddamento differenti al fine di vedere se esse hanno effetto sulla morfologia di γ' .

Il trattamento HIP eseguito su una parte dei campioni ha previsto una temperatura di partenza 1160°C per 2 ore che aumenta fino ad arrivare a 1290°C, viene mantenuta per 4 ore ad una pressione di 170 MPa e terminata la fase di stazionamento subisce la fase di raffreddamento con una velocità di 290°C/min in un caso e di 2000°C/min nell'altro.

Un'altra parte dei campioni è sottoposta a trattamento di HIP partendo da 1160°C per 2 ore che aumentano fino ad arrivare a 1310°C, a questo punto avviene lo stazionamento per 2 ore ad una pressione di 170 MPa e terminata la fase di stazionamento subisce la fase di raffreddamento con una velocità di 290°C/min in un caso e di 2000°C/min nell'altro.

I campioni ottenuti sono stati sottoposti a tutte le fasi di preparazione metallografica mostrati nel capitolo 5.2. con la differenza che per osservare la morfologia di γ' è stato necessario effettuare sui campioni un attacco elettrolitico utilizzando come acido il 30% di acido ortofosforico (H_3PO_4).

La misurazione della dimensione di questa fase è stata svolta tramite il software Imagej con il quale sono state analizzate le immagini acquisite con il microscopio SEM ad ingrandimenti di 20000x e 30000x sia sul piano XY che sul piano XZ. Sono state acquisite 5 immagini per ogni condizione trattata e su ognuna di esse sono state svolte 10 misurazioni lungo la direzione orizzontale e lungo la direzione verticale della fase γ' con il metodo del lato del quadrato.

5.2 Preparazione metallografica

Per la preparazione metallografica sono state eseguite le seguenti operazioni elencate:

- Troncatura dei campioni: I campioni ottenuti tramite fabbricazione additiva sono stati tagliati tramite una troncatrice da banco lungo la direzione di crescita.
Per il taglio è stata usata una lama in materiale cermet adoperando come velocità di rotazione 3200 giri/min e una velocità di avanzamento di 0,020 mm/s.
In Figura 24 è mostrata la troncatrice utilizzata.



FIGURA 21: TRONCATRICE QATM BRILLANT 220 [48]

- Inglobatura dei campioni: L'inglobatura dei campioni è stata svolta tramite inglobatrice a caldo e resina conduttiva al fine di proferire al campione una maggiore maneggevolezza per la fase successiva.
- Lucidatura dei campioni: La lucidatura è stata effettuata con la macchina lucidatrice manuale modello Presi Mecatech 234 mostrata in Figura 25.
La lucidatura manuale è stata effettuata tramite le carte abrasive in SiC di grana crescente utilizzate ad umido nel seguente ordine: 180, 400, 800, 1200, 2400. Infine, per ottenere una superficie a specchio e priva di difetti superficiali si è anche effettuato l'ultimo step di lucidatura con un panno delicato bagnato con sospensione diamantata di dimensione 1 μm per l'analisi di immagini di porosità e di silice per l'attacco elettrolitico.



FIGURA 22: LUCIDATRICE PRESI MECATECH 234 [49]

5.3 Acquisizione ed analisi delle immagini

5.3.1 Microscopio ottico

Le acquisizioni delle immagini per le analisi microscopiche sono state ottenute tramite il microscopio ottico Leica DMI500 M mostrato in Figura 27. Tramite quest'ultimo è stato possibile ottenere micrografie ad ingrandimenti di 50x, 100x, 200x e 500x.

Il calcolo delle porosità è stato effettuato utilizzando 60 immagini ad ingrandimento 500x per ogni condizione di VED analizzata nella condizione "as-built" (AB) nei campioni con l'aggiunta di 0,5% wt TiC e 2% wt TiC.

Le immagini utilizzate per l'analisi microstrutturale sono state acquisite con ingrandimenti compresi tra 100x e 500x per osservare in maniera più efficace la microstruttura presente e le fasi presente sui bordi di grano.



FIGURA 23: MICROSCOPIO OTTICO LEICA DMI5000 M [38]

5.3.2 Analisi tramite software Image J

Le immagini acquisite a diversi ingrandimenti tramite il microscopio ottico dei diversi campioni sia nello stato “as built” che nello stato post trattamento termico sono state analizzate attraverso il software Image J.

Image J è un software open source realizzato da National Institute of Health (NIH).

Tramite Image J sono state ricavate diverse informazioni riguardo ai difetti presenti sui campioni come le porosità con l'utilizzo del comando “analyze particles”, la presenza del TiC e la dimensione dei grani.

In Figura 28 è mostrata un'immagine ottenuta con un ingrandimento 500x di un campione IN625/TiC 0,5%wt con il microscopio ottico mentre in Figura 29 è mostrata la funzione atta a misurare la dimensione delle porosità attraverso la variazione di colore tra fasi scure e fasi chiare.

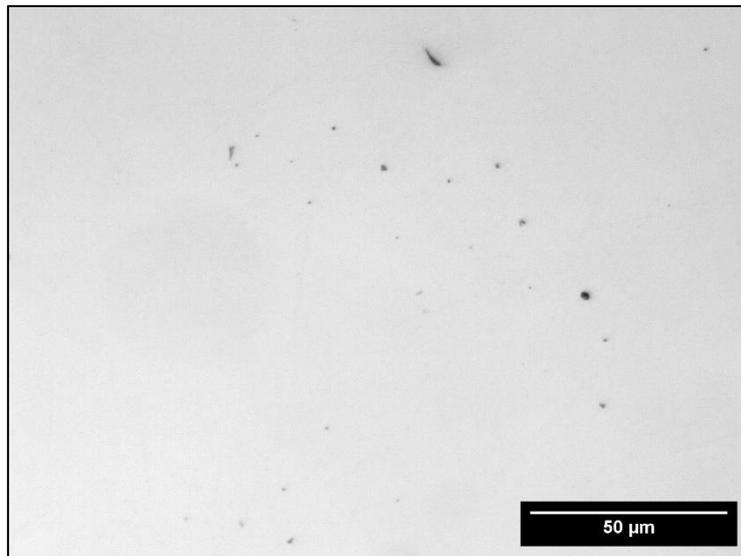


FIGURA 24: MICROGRAFIA OTTICA A 500X DI IN625/TiC

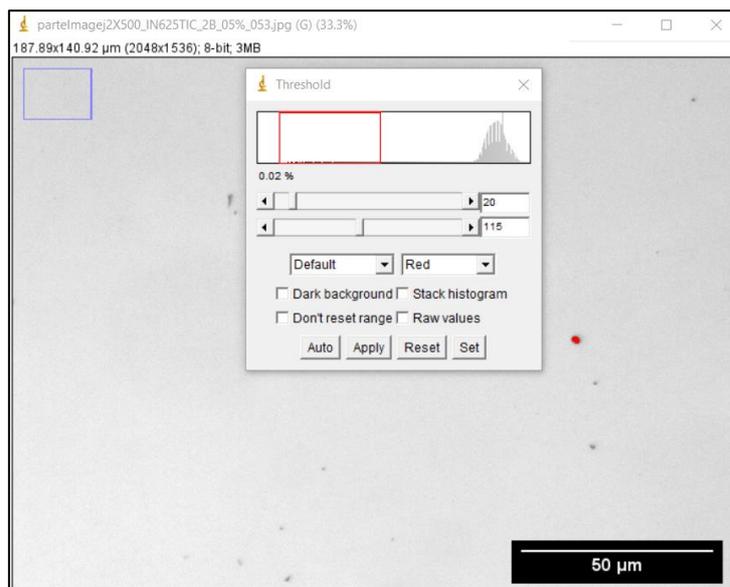


FIGURA 25: CALCOLO DELLA DIMENSIONE DEI PORI TRAMITE SOFTWARE IMAGE J

5.3.3 Microscopio a scansione elettronica (SEM)

Il microscopio a scansione elettronica SEM è stato utilizzato anch'esso per l'acquisizione delle immagini per l'analisi metallografica. Il SEM è stato utilizzato con lo scopo di osservare la microstruttura ad un ingrandimento superiore rispetto al microscopio ottico e per osservare la morfologia e la composizione delle fasi e dei carburi presenti nei campioni (EDS).

Esso sfrutta un fascio elettronico ottenuto per effetto termoionico attraverso un filamento di tungsteno W o da un catodo di esaboruro di lantanio LaB_6 .

Il fascio di elettroni con energia fino a 15 keV viene focalizzato sulla superficie del campione all'interno del microscopio e viene indotto a esercitare una scansione in forma di una successione di linee parallele. Alcuni fenomeni si verificano sulla superficie sottoposta all'impatto degli elettroni. Il vuoto è fondamentale per evitare la dispersione del fascio che per permettere la sopravvivenza del sistema di generazione degli elettroni. I microscopi elettronici a scansione elettronica necessitano in genere di un vuoto di almeno 10^{-3} Pa. Dopo l'interazione del fascio di elettroni con la superficie del campione si genera un segnale che viene rilevato e si ottengono informazioni morfologiche (elettroni secondari) e composizionali (retrodifusi EDS).

Rispetto al microscopio ottico, il microscopio SEM presenta una risoluzione di circa mille volte superiore con anche maggiore profondità di campo. I campioni devono essere conduttivi e collegati alla messa a terra per scongiurare un accumulo di carica che inficerebbe negativamente il segnale elettronico e quindi l'acquisizione delle immagini.

Il microscopio SEM è collegato ad uno spettroscopo a dispersione di energia a raggi X EDS che permette di ottenere una caratterizzazione dal punto di vista chimico degli elementi che formano la lega. In Figura 30 è mostrato il microscopio a scansione elettronica PhenomXL utilizzato in laboratorio [39].



FIGURA 26: MICROSCOPIO A SCANSIONE ELETTRONICA PHENOMXL [39]

5.4 Microdurezza Vickers

Sono state effettuate prove di microdurezza Vickers per confrontare la durezza dei campioni Inconel 625 con quelli che presentano l'aggiunta di TiC del 0,5% wt e 2% wt e con quelli che hanno subito il trattamento termico al fine di verificare eventuali differenze di durezza.

L'apparecchiatura utilizzata mostrata in Figura 31 è un durometro dotato d'indentatore con la punta in diamante a forma di piramide a base quadrata di cui un esempio è mostrato in Figura 32.



FIGURA 27: MICRODUROMETRO VICKERS

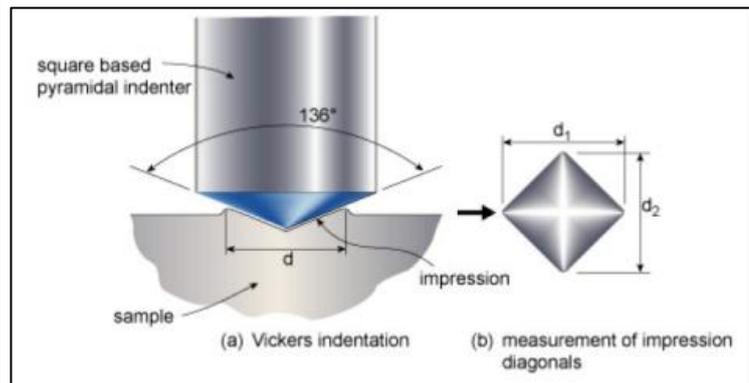


FIGURA 28: SCHEMATIZZAZIONE INDENTATORE VICKERS

La punta in diamante è utilizzata per la misurazione di durezza Vickers nei materiali che presentano durezza elevata.

Per via del fatto che l'impronta lasciata è di dimensioni molto piccole può essere utilizzata come prova di durezza anche su componenti finiti.

Il range di carichi applicabili è compreso tra 1 e 2000 gf.

Una volta effettuata l'indentazione è necessario ricavare i valori della distanza 1 e della distanza 2 rispettivamente chiamate d_1 e d_2 direttamente sul testimone lasciato dall'indentatore. Successivamente è possibile ottenere tramite il calcolo matematico mostrato di seguito ottenere il valore della durezza Vickers HV [40]:

$$HV = 0,102 \cdot \frac{2 \cdot F \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{d^2} = 0,1891 \cdot \frac{F}{d^2}$$

Con d:

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2}$$

Nel caso studio svolto è stato scelto un valore 0,1 kgf ed un tempo di applicazione di 15 secondi [41].

6 Risultati

6.1 Analisi di porosità

Nella Figura 33 e nella Figura 34 sono mostrati i risultati inerenti alla porosità presenti all'interno dei campioni IN625/TiC 0,5% wt e 2% wt nello stato "AS-BUILT" prodotti utilizzando diversi valori di VED. Il calcolo delle porosità è stato effettuato tramite l'ottenimento delle immagini al microscopio ottico e la loro analisi tramite il software ImageJ.

Dai dati ottenuti si evince che all'aumentare del VED è possibile ridurre la porosità. Questo perché la maggiore presenza di particelle di TiC modifica la viscosità del pozzetto di fusione e rende necessario l'utilizzo di una maggiore energia al fine di ottenere una stesura del fuso migliore. In entrambi i casi si osserva che l'aumento di densificazione è minima dopo aver raggiunto un valore di VED intorno ai 99 J/mm³.

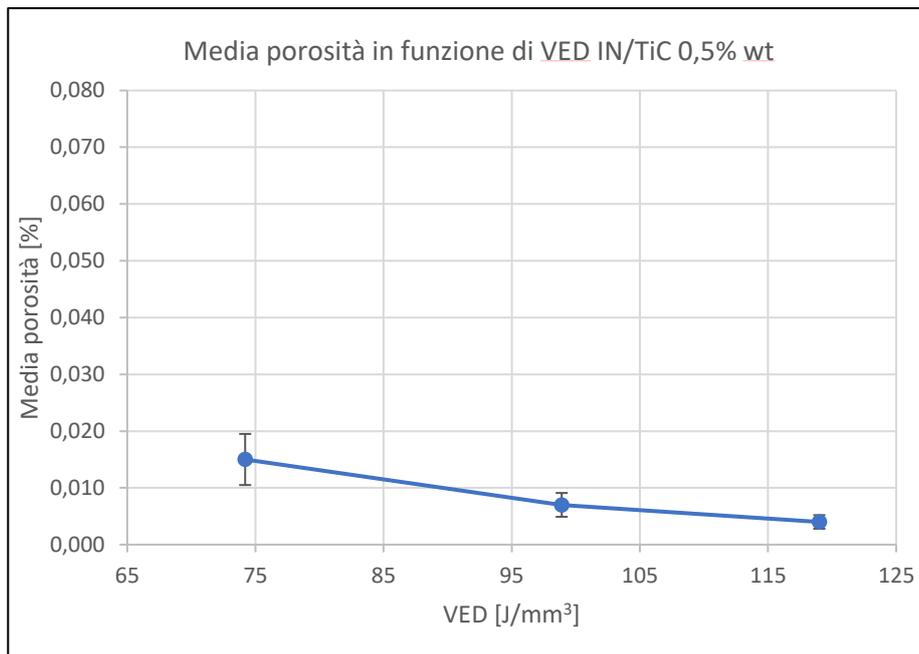


FIGURA 29: POROSITÀ MEDIA IN FUNZIONE DELLA VED PER I CAMPIONI IN625/TiC 0,5% WT AB

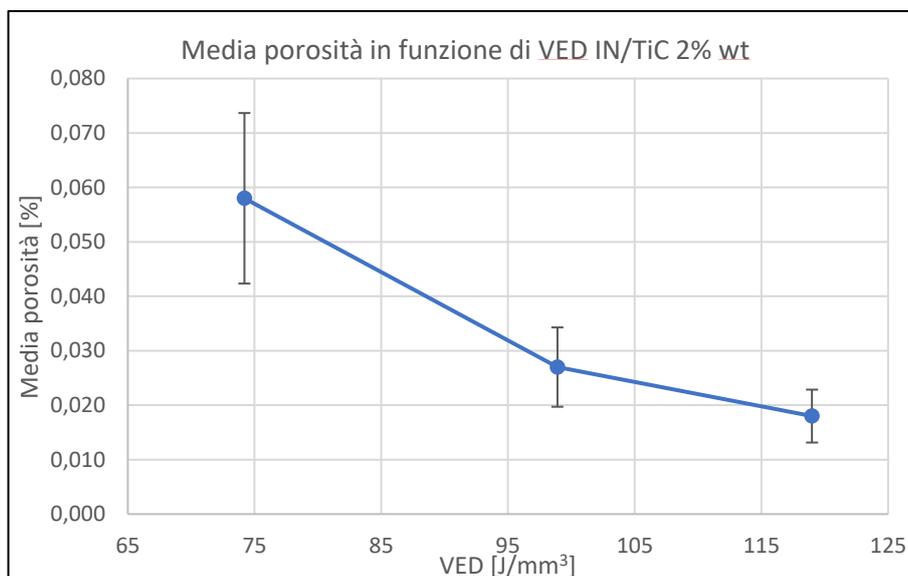


FIGURA 30: POROSITÀ MEDIA IN FUNZIONE DELLA VED PER I CAMPIONI IN625/TiC 2% WT AB

6.2 Microstruttura

In questo paragrafo verranno illustrate le varie microstrutture ottenute nello stato “as-built”, di solubilizzazione e di trattamento termico d’invecchiamento “aging”. La microstruttura è stata portata in risalto attraverso le fasi di lucidatura e di attacco elettrolitico.

6.2.1 Microstruttura dei campioni nello stato “AS-BUILT”

Le immagini ottenute con il microscopio ottico in Figura 35 mostrano la microstruttura dei campioni nello stato “as-built” ottenute a VED diverse lungo la direzione di costruzione, ovvero quella z.

Le micrografie mostrano i campioni costruiti di IN625 e dei compositi con 0.5 % e 2% wt di TiC utilizzando un valore di VED pari a 99 J/mm³.

In tutte le micrografie sono visibili i pozzetti di fusione che in molti casi presentano una sovrapposizione. Questa sovrapposizione è dovuta al parametro della distanza di scansione che impone una sovrapposizione tra le linee contigue di scansione. Per quanto riguarda la taglia dei pozzetti di fusione questa è variabile per via del fatto che il metodo di scansione prevede una strategia con una rotazione tra ogni layer pari a 67° [42]. Nei casi in cui è stato aggiunto del TiC in percentuali di 0,5% wt e 2% wt è possibile trovare quest’ultimo che in alcuni punti non è entrato in soluzione solida all’interno della fase γ della matrice ed è indicato in figura con le frecce gialle.

In Figura 36 è mostrato un ingrandimento a 500x del campione con VED 74, IN625/TiC, 0,5% wt, AB rappresentativo della condizione AB dei due sistemi compositi in cui è visibile una microstruttura fine e dendritica che prosegue lungo più pozzetti di fusione.

Nella condizione “as-built” si può osservare la formazione di grani colonnari con direzione parallela a quella di fabbricazione e alcuni esempi sono stati evidenziati in blu. Questa microstruttura è tipica del processo L-PBF ed è dovuta al flusso di calore che si sviluppa nella direzione z durante il processo [43].

Nella Tabella 6 sono riportate le misure dei grani maggiori calcolate tramite il software ImageJ. Le prime analisi sembrano mostrare che il composito con 2% di TiC presenta una riduzione della taglia massima dei grani rispetto alla condizione 0.5 % di TiC.

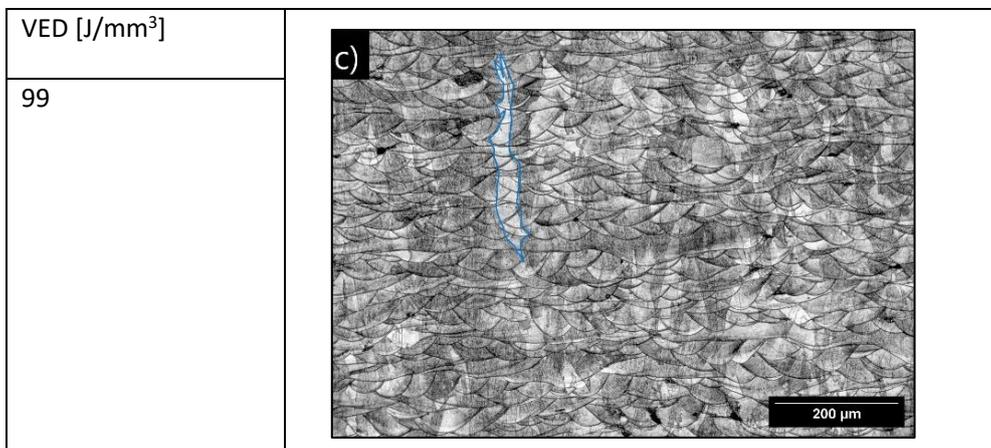
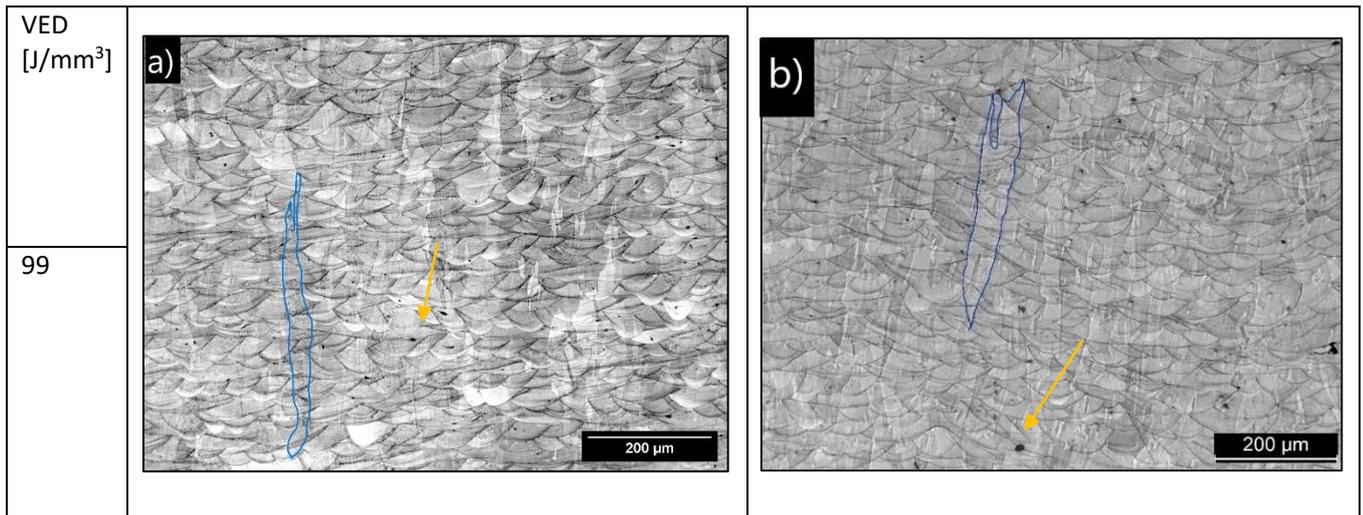


FIGURA 31: MICROGRAFIE DEI CAMPIONI "AS-BUILT" A DIVERSE VED DI IN625/TiC, 0,5% WT, AB (A), IN625/TiC 2% WT, AB (B) E IN625, AB (C) AD INGRANDIMENTO 100X CON EVIDENZIATO IL GRANO DI DIMENSIONE MASSIMA. LA FRECCIA GIALLA INDICA UNA ZONA RICCA DI TiC.

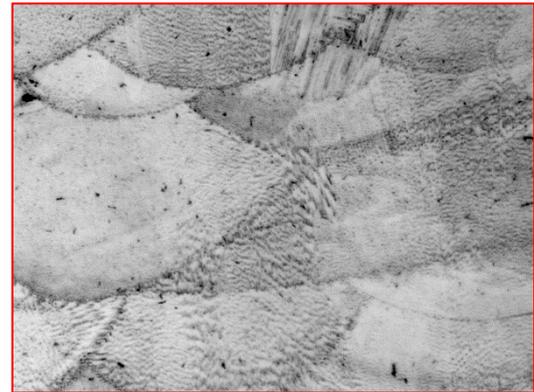
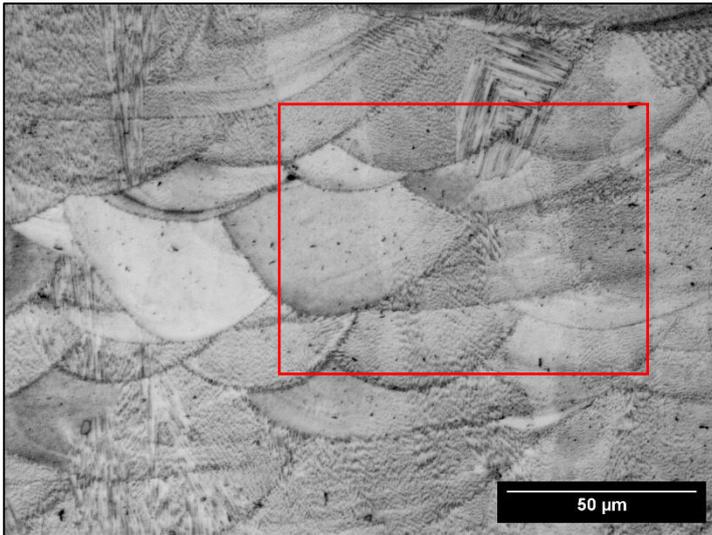


FIGURA 32: MICROGRAFIA AD INGRANDIMENTO 500X DEL CAMPIONE 74, IN625/TiC 0,5% WT, AB

Campione	VED [J/mm ³]	L verticale massima [μm]	L orizzontale massima [μm]	AR
<u>IN625/TiC 0,5% wt, AB</u>				
1	74	521	35	14,768
2	99	444	41	11,115
3	119	601	41	14,696

Campione	VED [J/mm ³]	L verticale massima [μm]	L orizzontale massima [μm]	AR
<u>IN625/TiC 2% wt, AB</u>				
1	74	504	31	16,155
2	99	410	56	7,333
3	119	473	46	10,303

TABELLA 6: MISURE DEI GRANI MASSIMI SUI CAMPIONI "AS-BUILT"

Nella Figura 37 e nella Figura 38 sono mostrati gli andamenti della concentrazione di TiC in funzione della VED per i campioni con TiC 0,5% wt e 2% wt. Si evince che aumentando la percentuale in peso di TiC nel composito cresce il numero di aggregati. Come atteso e visibile nel confronto tra figura 37 e 38, la percentuale di aggregati calcolata tramite analisi di immagine è superiore per il composito al 2% wt in tutte le condizioni analizzate. Inoltre, in entrambi i sistemi a 0,5% wt e 2% wt è stata rilevata una proporzionalità inversa tra VED e % di TiC. In particolare, un aumento di VED provoca una riduzione degli aggregati favorendo l'omogenizzazione del composito.

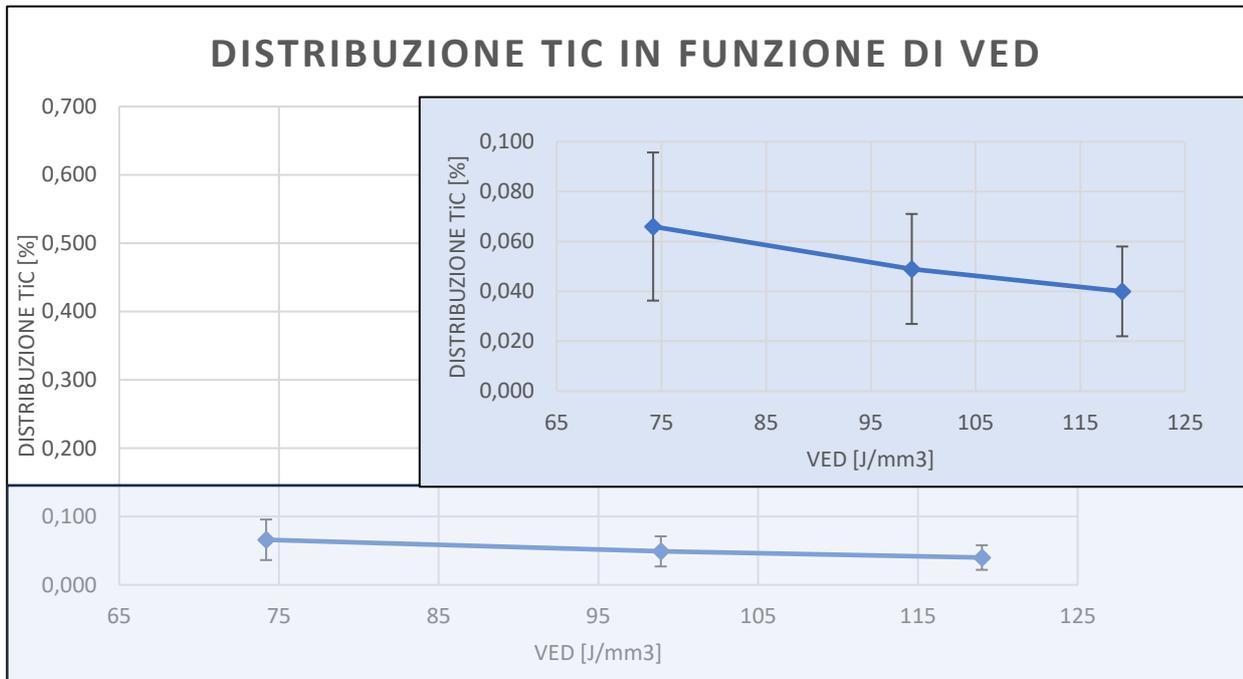


FIGURA 37: DISTRIBUZIONE DEL TiC IN FUNZIONE DELLA VED PER I CAMPIONI IN625/TiC 0,5% WT, AB

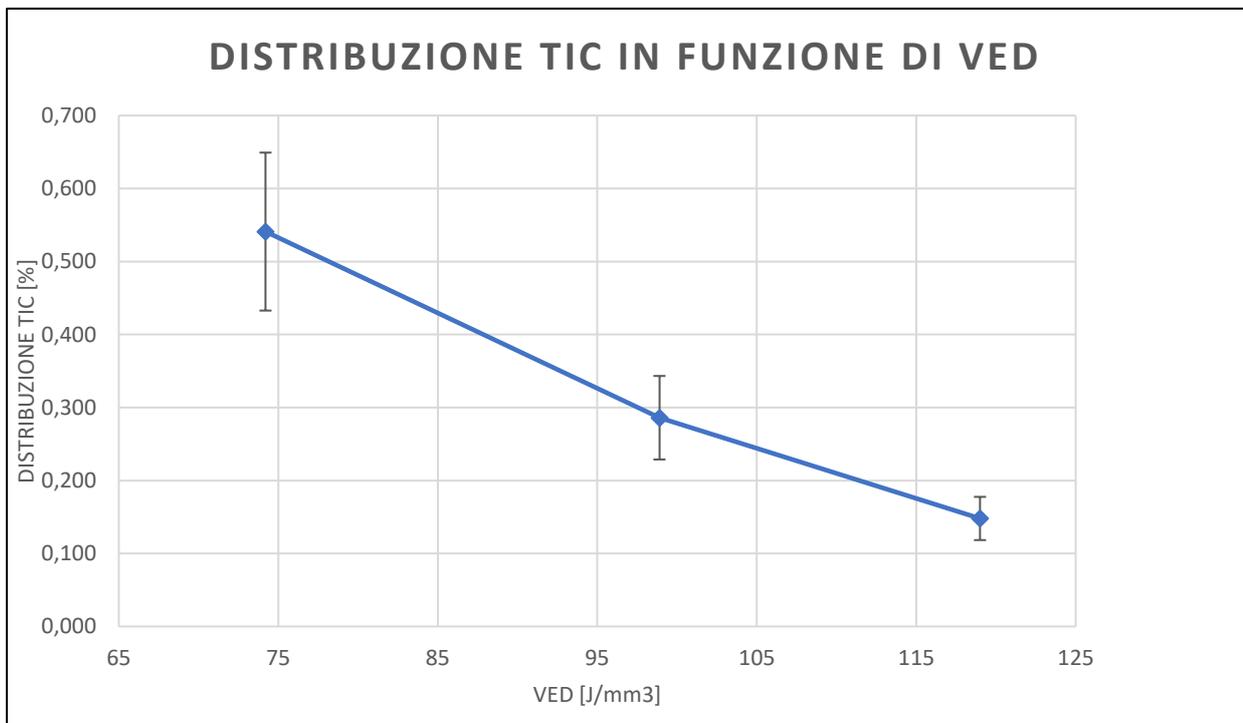


FIGURA 38: DISTRIBUZIONE DEL TiC IN FUNZIONE DELLA VED PER I CAMPIONI IN625/TiC 2% WT, AB

La Figura 39 mostra un'immagine ottenuta al microscopio SEM in cui è possibile notare maggiormente l'orientamento delle dendriti che si presentano di due tipi: una parte colonnare ed una parte cellulare. La struttura dendritica è una struttura che si realizza con la produzione di superleghe a base nichel prodotte con tecnica L-PBF ed è dovuta al fatto che il materiale subisce un raffreddamento estremamente veloce attorno ai 10^6 C/s [18].

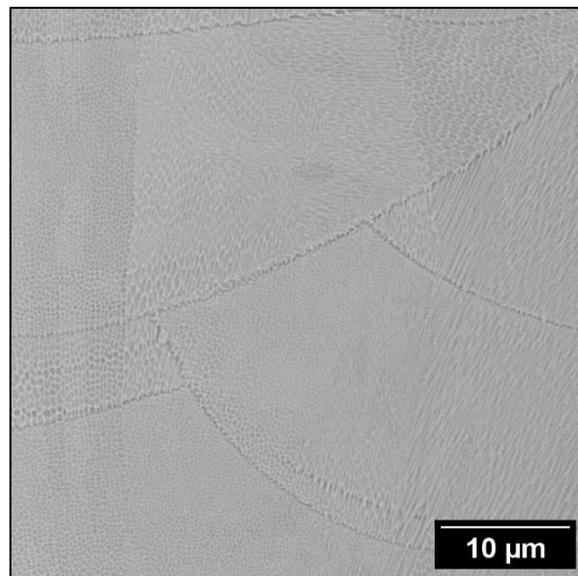


FIGURA 39: MICROGRAFIA SEM DEL CAMPIONE 74 J/MM^3 , IN625/TiC 0,5% WT, AB

Per bassi valori di VED il TiC rimane in misura maggiore sottoforma di aggregati all'interno del materiale. L'osservazione della micrografia di questi campioni (Figura 40), mostra che gli aggregati di TiC tendono a posizionarsi prevalentemente lungo i bordi del pozzetto di fusione.

L'analisi EDS mostra arricchimento di Ti e C confermando la presenza degli aggregati di TiC.

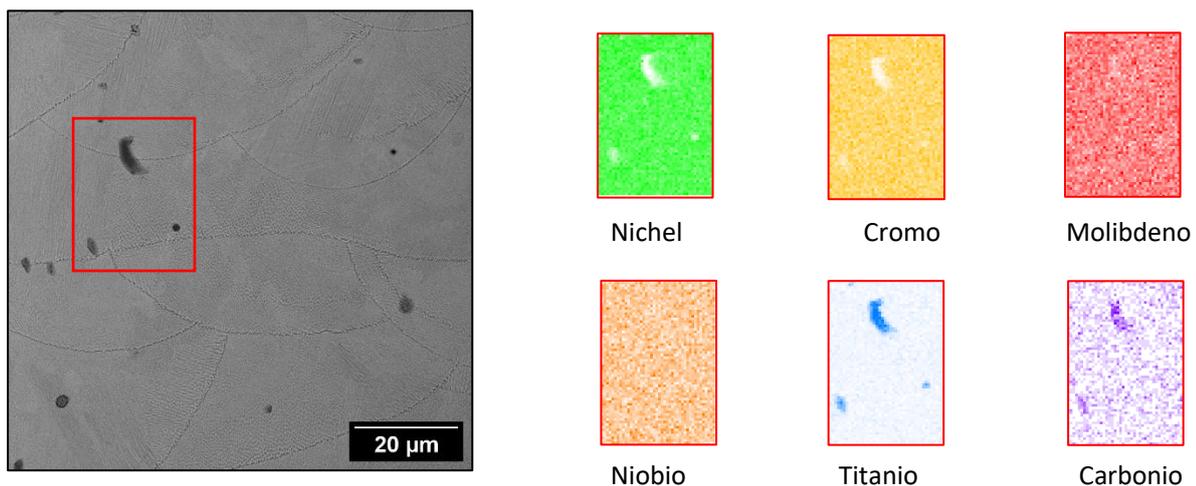


FIGURA 40: MAPPA EDS DEL CAMPIONE 74, IN625/TiC 2% WT, AB IN CUI È VISIBILE UNA ZONA RICCA DI TITANIO AD INGRANDIMENTO 3000X

6.2.2 Microstruttura dei campioni nello stato di solubilizzazione

Le immagini ottenute con il microscopio ottico in Figura 41 mostrano la microstruttura dei campioni dopo trattamento di solubilizzazione lungo l'asse z. Il trattamento termico di solubilizzazione si è svolto alla temperatura di 1150°C per un tempo pari a 2 ore con successiva tempra in acqua.

Il composito trattato termicamente mostra ancora i grani colonnari e i pozzetti di fusione, caratteristiche strutturali tipiche dello stato AB. Nei casi dei campioni IN625/TiC 0,5% wt, SOL (Figura 41 a) e IN625/TiC 2% wt, SOL (Figura 41 b) la microstruttura colonnare è rimasta anche se si sono formati dei precipitati. Pertanto, per il composito, la temperatura di 1150°C per un tempo di due ore non è sufficiente a ricristallizzare in maniera completa il composito.

L' IN625 nello stato SOL (Figura 41 c) mostra invece una ricristallizzazione completa sviluppando una microstruttura con grani equiassici. Nella Figure 42 è riportata la micrografia SEM di un campione IN625 nella condizione SOL. La micrografia mostra la presenza di bordi di geminato sottolineati in figura da un cerchio rosso.

In figura 43, sono riportate le acquisizioni SEM svolte per osservare la microstruttura ad ingrandimenti maggiori. Tramite le immagini acquisite, sono state analizzate le dimensioni dei carburi presenti nei campioni IN625/TiC 0,5% wt, SOL e IN625/TiC 2% wt, SOL.

Per i compositi prodotti con 0.5 e 2 % di particelle di TiC Le dimensioni dei carburi formati a seguito del trattamento termico presentano una dimensione intorno a 1,0-1,5 μm .

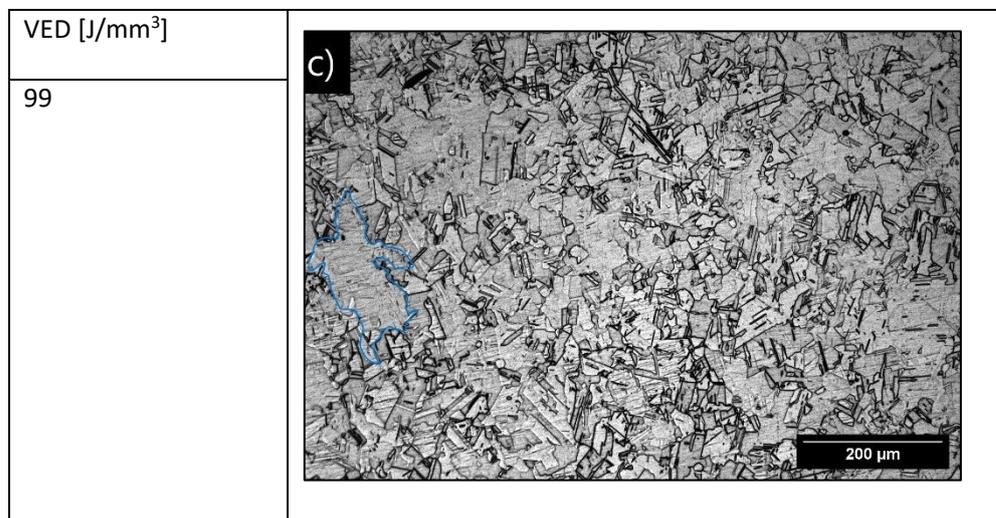
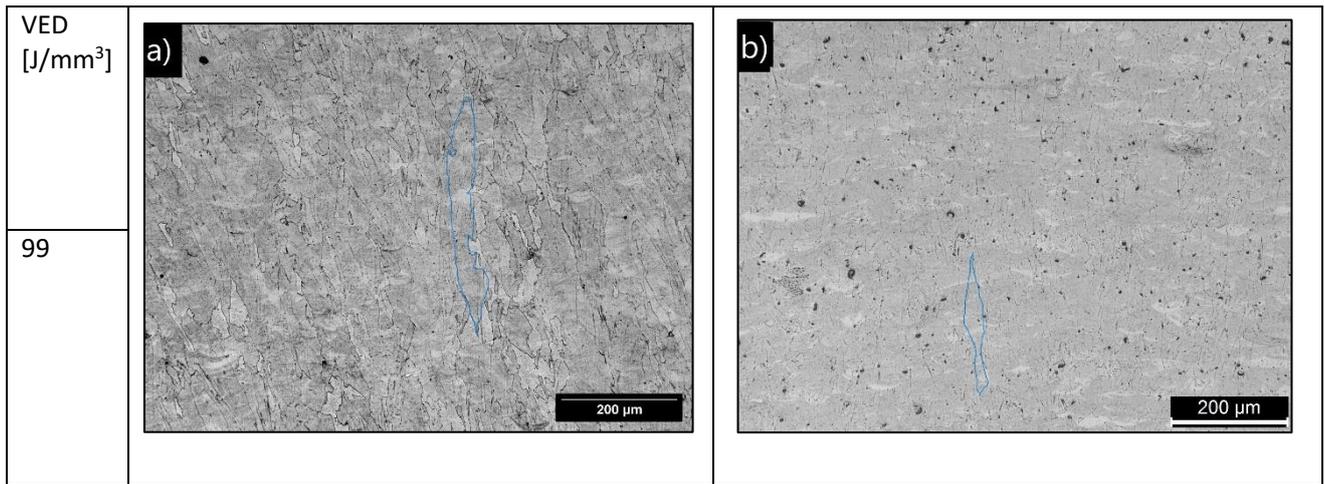


FIGURA 41: MICROGRAFIE DEI CAMPIONI SOLUBILIZZATI A DIVERSE VED DI IN625/TiC, 0,5% WT, SOL (A), IN625/TiC 2% WT, SOL (B) E IN625, SOL (C) AD INGRANDIMENTO 100X CON EVIDENZIATO IL GRANO DI DIMENSIONE MASSIMA.



FIGURA 42: MICROGRAFIA SEM DEL CAMPIONE 99, IN625, SOL AD INGRANDIMENTO 5000X CON MESSA IN RISALTO DEI BORDI DI GEMINATO

Nella Figura 43 sono visibili le immagini ottenute al SEM ad un ingrandimento di 6000x per osservare i carburi segnalati con le frecce gialle. Nella condizione SOL i carburi formati sono estremamente piccoli [34].

Per quanto concerne i compositi, i carburi più grandi sono stati rilevati lungo il bordo di grano, mentre internamente i carburi presentano dimensioni minori (Figura 43 f). Tramite l'analisi composizionale EDS sono state valutate in maniera semi quantitativa i carburi. Le analisi hanno mostrato che i precipitati analizzati sono principalmente ricchi di Nb (MC). La Figura 44 espone le immagini sulle quali sono state effettuate delle analisi composizionali puntuali. I punti analizzati sono indicati sulle immagini.

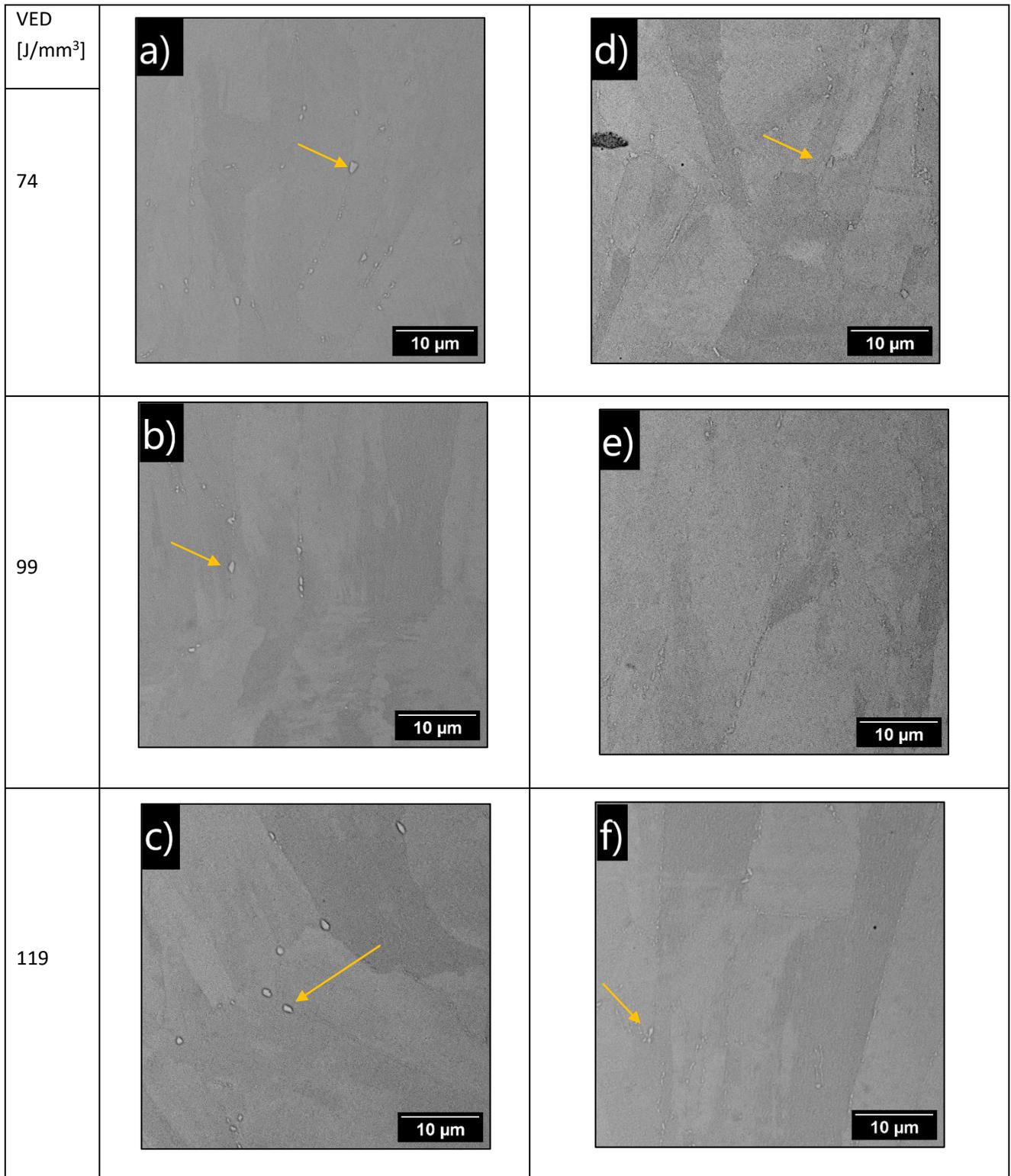
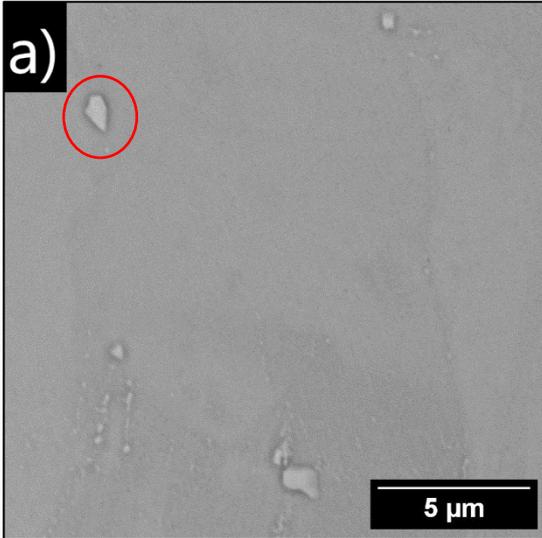
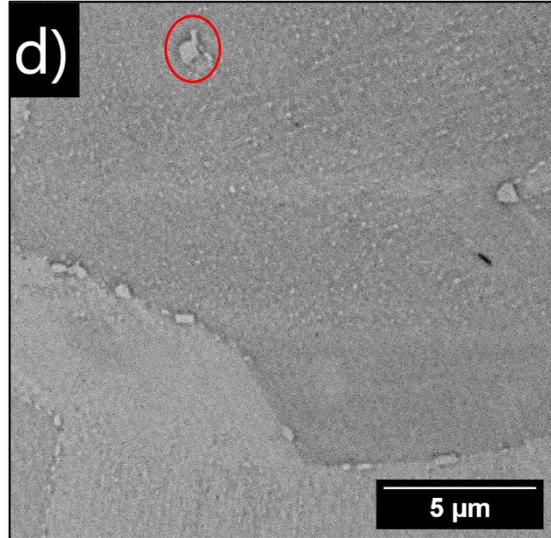
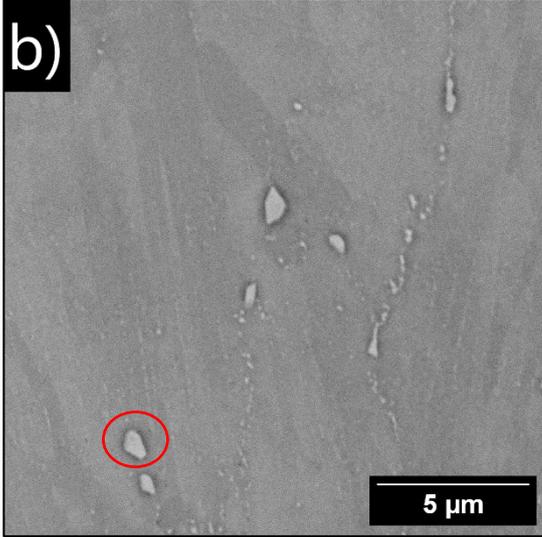
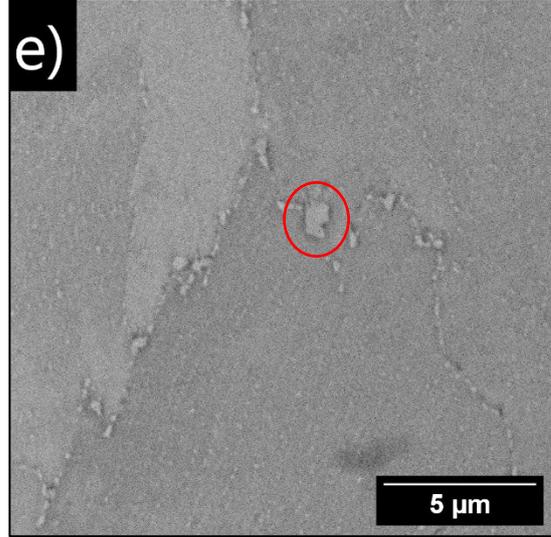


FIGURA 43: MICROGRAFIE DEI CAMPIONI SOLUBILIZZATI A DIVERSE VED DI IN625/TiC, 0,5% WT, SOL (A-C), IN625/TiC 2% WT, SOL (D-F) E IN625, SOL (G) AD INGRANDIMENTO 6000X CON UN ESEMPIO DI CARBURI INDICATI DALLE FRECCHE GIALLE E DELLE PARTICELLE DI TiC INDICATE DALLE FRECCHE VERDI.

VED [J/mm ³]		
74	 <p data-bbox="446 873 670 918">Carburi ricchi di Nb</p>	 <p data-bbox="1021 873 1244 918">Carburi ricchi di Nb</p>
99	 <p data-bbox="446 1523 670 1568">Carburi ricchi di Nb</p>	 <p data-bbox="1021 1523 1244 1568">Carburi ricchi di Nb</p>

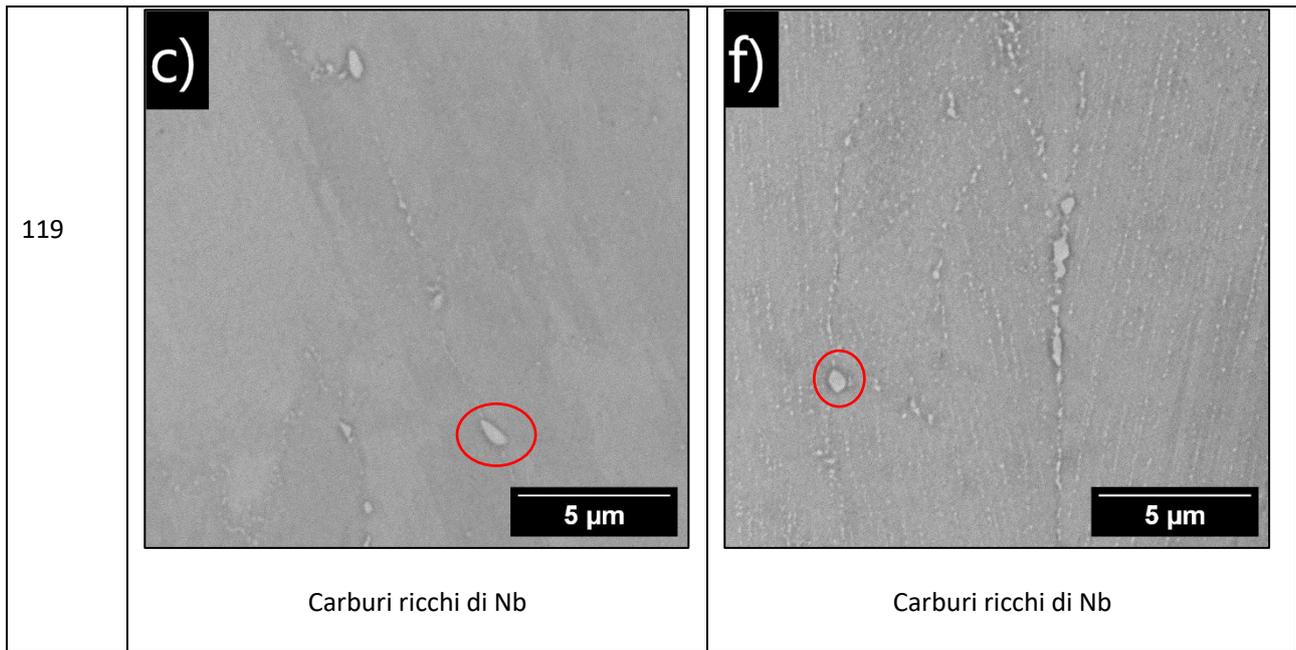


FIGURA 44: MICROGRAFIE DEI CAMPIONI SOLUBILIZZATI A DIVERSE VEDI DI IN625/TiC, 0,5% WT, SOL (A-C), IN625/TiC 2% WT, SOL (D-F) AD INGRANDIMENTO 15000X NELLE QUALI SONO EVIDENZIATI IN ROSSO I CARBURI IN CUI È STATA FATTA L'ANALISI COMPOSIZIONALE

6.2.3 Microstruttura dei campioni nello stato di "AGING"

Le immagini della Figura 45 mostrano la microstruttura lungo la direzione di costruzione, asse z, dei campioni IN625/TiC, 0,5% wt, AG (a), IN625/TiC, 2% wt, AG (b) e IN625, AG (c) che hanno subito il trattamento termico d'invecchiamento a 1000°C per 50 ore post trattamento di solubilizzazione.

Anche in questo caso, per i sistemi compositi, i grani risultano colonnari e sono leggermente visibili ancora i pozzetti di fusione. Come nel caso del trattamento di solubilizzazione, la temperatura di trattamento non è in grado di avviare il processo di ricristallizzazione e non si notano sostanziali differenze microstrutturali rispetto al trattamento termico di solubilizzazione.

L'IN625, AG, mostra una morfologia con grani equiassici che garantiscono proprietà meccaniche isotrope.

Sono state effettuate anche in questo caso delle acquisizioni di immagini tramite il microscopio SEM visibili nella Figura 46 per osservare la microstruttura ad ingrandimenti maggiori e con le quali è stato possibile valutare la morfologia dei vari precipitati presenti; nello specifico sono state analizzate le dimensioni dei carburi presenti nei campioni IN625/TiC 0,5% wt, AG; IN625/TiC 2% wt, AG e IN625 AG.

dimensioni dei carburi misurate tramite il software Imagej sono micrometriche con carburi che possono raggiungere anche 5-7 micron. Anche in questo caso, i carburi più grandi sono presenti lungo i bordi di grano mentre all'interno dei grani presentano dimensioni inferiori.

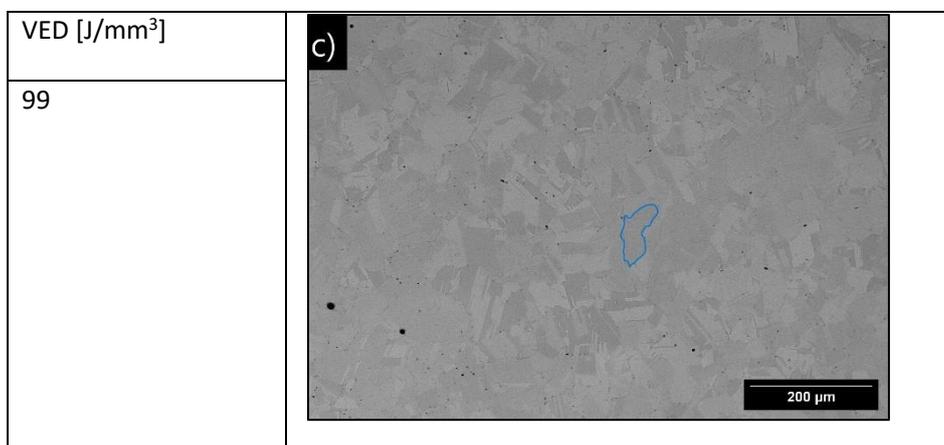
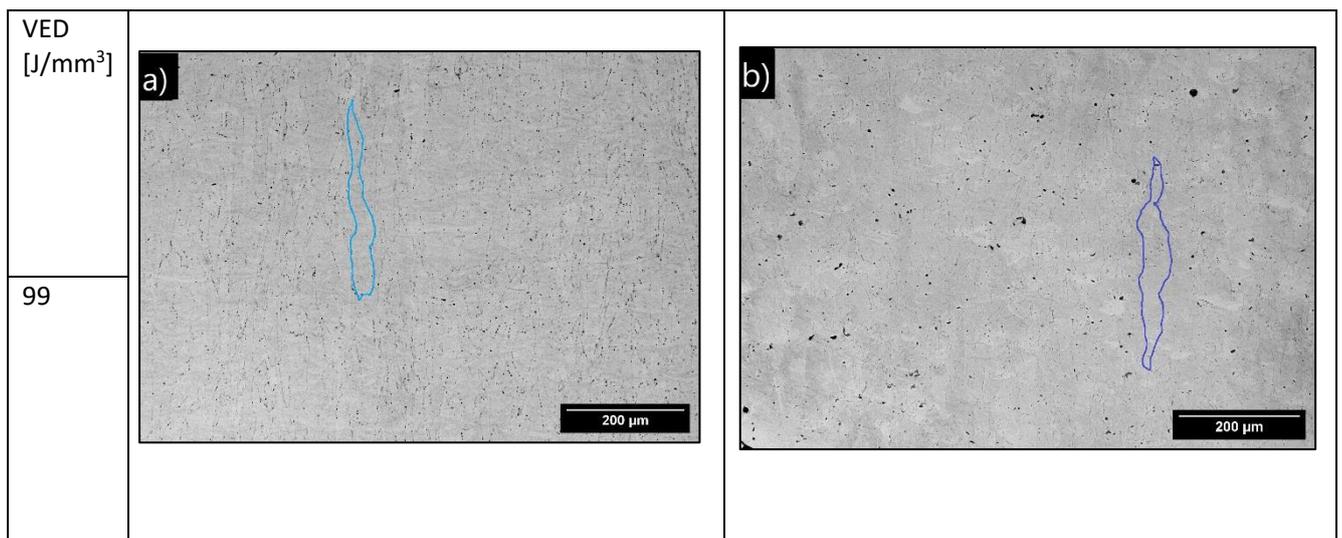
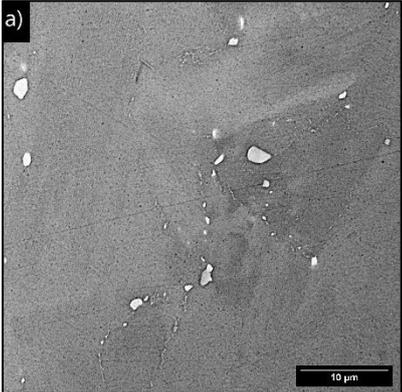
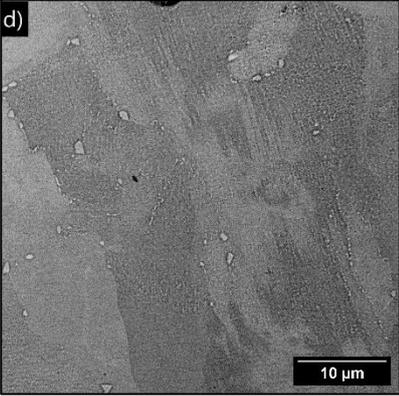
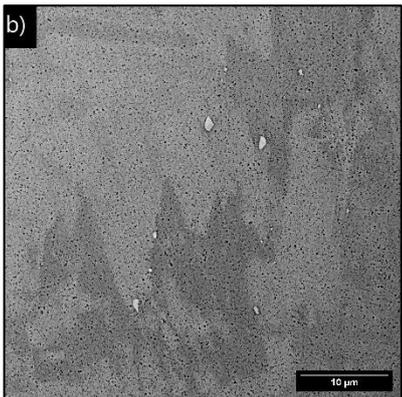
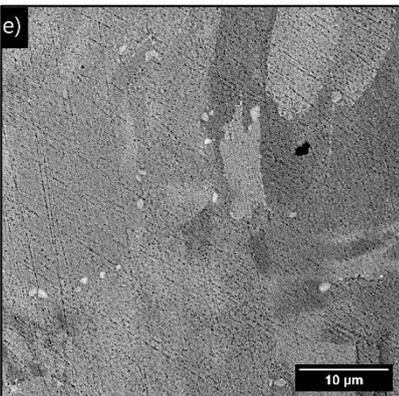
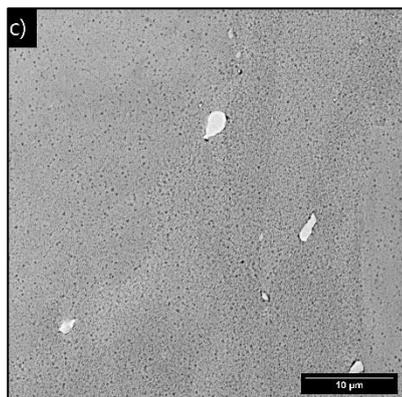
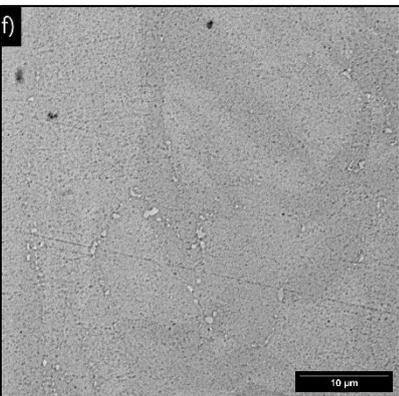


FIGURA 45: MICROGRAFIE DEI CAMPIONI INVECCHIATI A DIVERSE VED DI IN625/TiC, 0,5% WT, AG (A), IN625/TiC 2% WT, AG (B) E IN625, AG (C) AD INGRANDIMENTO 100X CON EVIDENZIATO IL GRANO DI DIMENSIONE MASSIMA.

VED [J/mm ³]		
74		
		
99		
		
119		

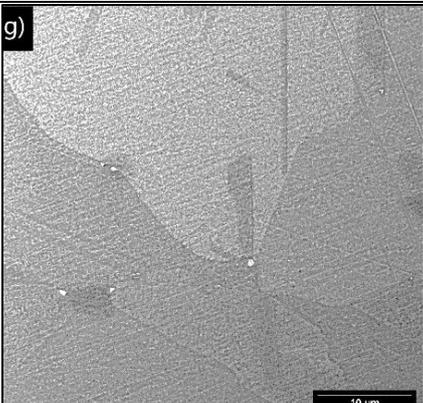
VED [J/mm ³]	
99	

FIGURA 46: MICROGRAFIE DEI CAMPIONI INVECCHIATI A DIVERSE VED DI IN625/TiC, 0,5% WT, AG (A-C), IN625/TiC 2% WT, AG (D-F) E IN625, AG (G) AD INGRANDIMENTO 6000X.

Nella Figura 47 è presente una acquisizione SEM ad ingrandimento 36000x del campione IN625/TiC 2% wt, AG e sulla quale è stata effettuata una mappa EDS dove si evince che la presenza elevata di TiC ha favorito la precipitazione attorno ad esso di carburi ricchi di Niobio e Molibdeno per via della maggiore disponibilità di C a disposizione per quest'ultimi agendo quindi da centro di nucleazione.

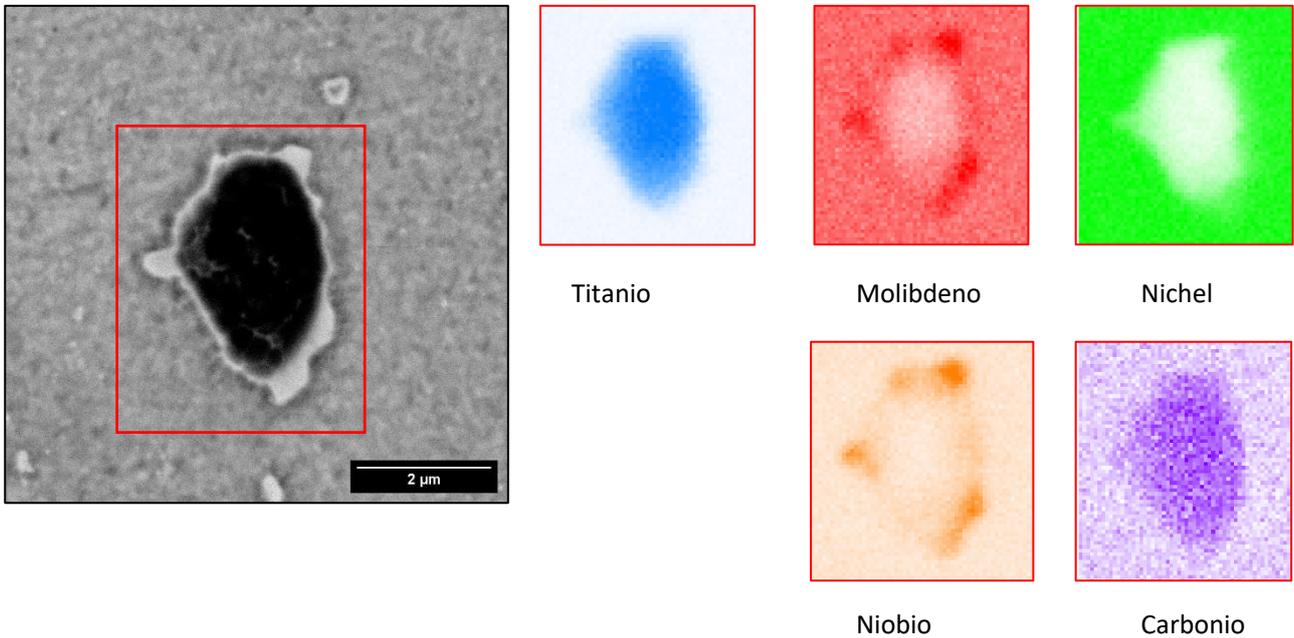
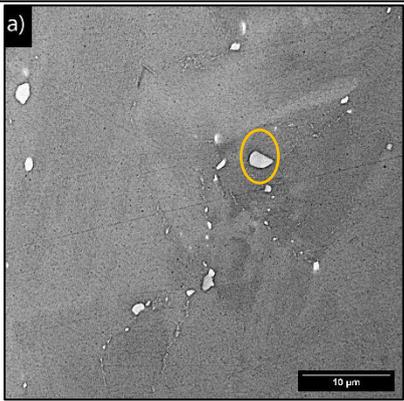
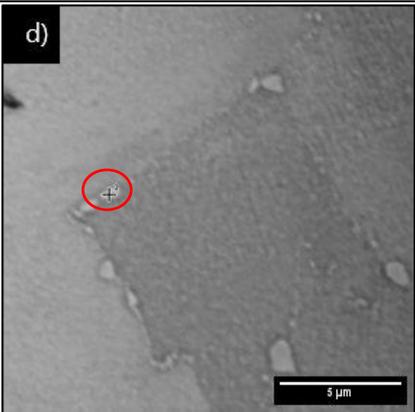
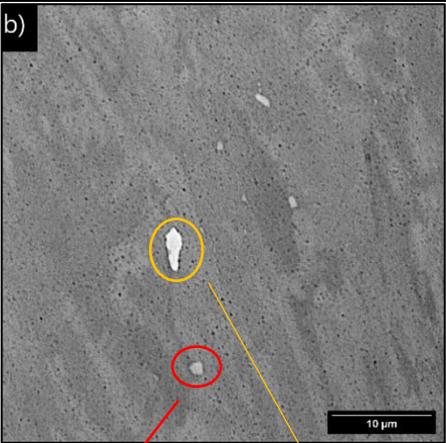
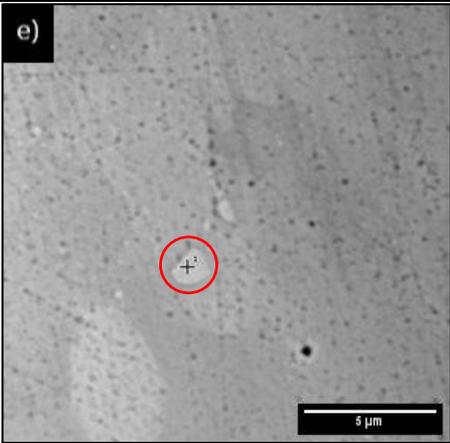
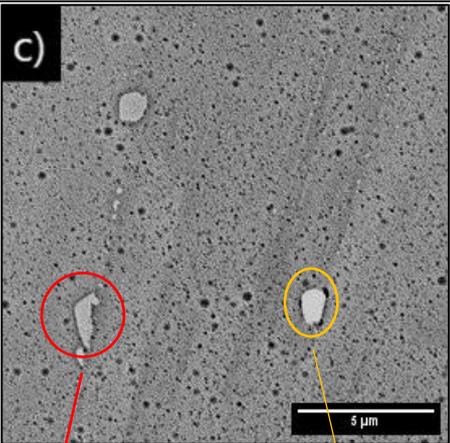
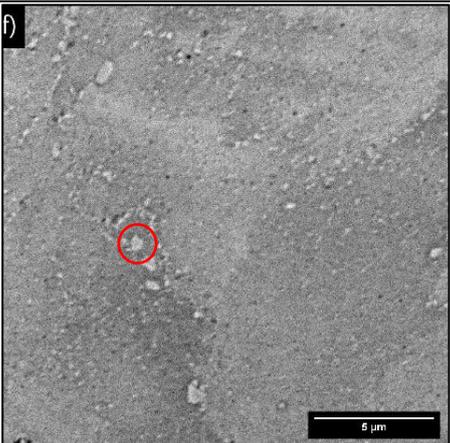


FIGURA 47: MAPPA EDS DEL CAMPIONE 74, IN625/TiC 2% WT, AG IN CUI È VISIBILE UNA ZONA RICCA DI TITANIO ATTORNO ALLA QUALE SONO PRECIPITATI ALTRI CARBURI AD INGRANDIMENTO 36000X

La Figura 48 mostra le immagini sulle quali sono state effettuate delle analisi composizionali puntuali. I punti analizzati sono indicati sulle immagini. Sono indicati in rosso i carburi ricchi di niobio ed in arancione quelli ricchi di molibdeno. Le analisi composizionali sembrano confermare la presenza di carburi MC ricchi di Nb e di carburi M_6C ricchi di Mo come ci si sarebbe aspettati dal diagramma TTT.

Anche nell'IN625 AG si è verificata una crescita dei carburi a seguito del trattamento termico d'invecchiamento che diventano visibili tramite analisi SEM.

VED [J/mm ³]				
74	 <p data-bbox="443 703 671 734">Carburo ricco di Mo</p>	 <p data-bbox="1038 707 1267 739">Carburo ricco di Nb</p>		
99	 <p data-bbox="288 1290 517 1321">Carburo ricco di Nb</p> <p data-bbox="571 1290 799 1321">Carburo ricco di Mo</p>	 <p data-bbox="852 1290 1080 1321">Carburo ricco di Nb</p>		
119	 <p data-bbox="288 1870 517 1901">Carburo ricco di Nb</p> <p data-bbox="571 1870 799 1901">Carburo ricco di Mo</p>	 <p data-bbox="852 1843 1080 1874">Carburo ricco di Nb</p>		

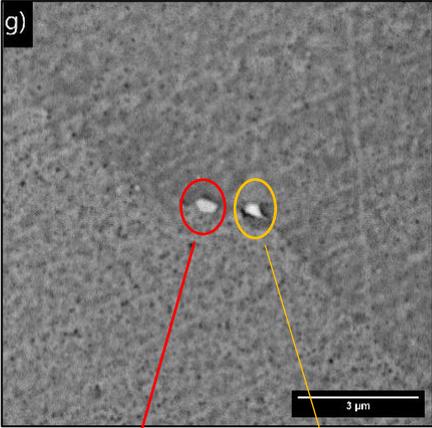
VED [J/mm ³]	g)
99	 <p data-bbox="592 667 815 696">Carburo ricco di Nb</p> <p data-bbox="874 667 1102 696">Carburo ricco di Mo</p>

FIGURA 48: MICROGRAFIE SEM DEI CAMPIONI INVECCHIATI A DIVERSE VED DI IN625/TiC, 0,5% WT, AG (A-C), IN625/TiC 2% WT, AG (D-F) E IN625 AG (G) NELLE QUALI SONO EVIDENZIATI I CARBURI IN CUI È STATA FATTA L'ANALISI COMPOSIZIONALE. IN ROSSO SONO EVIDENZIATI I CARBURI RICCHI DI NIOBIO ED IN ARANCIONE QUELLI RICCHI DI MOLIBDENO.

6.3 Prove di microdurezza Vickers

La Figura 49 e la Tabella 7 riportano i risultati di microdurezza Vickers ottenuti sui campioni di IN625 e del IN625 con l'aggiunta di 0.5 e 2 wt% di particelle di TiC nello stato as-built (AB), SOL (solubilizzato) e invecchiato termicamente (AG).

L' IN625 negli stati AB; SOL e AG presenta sempre una durezza minore rispetto ai materiali compositi con l'aggiunta di TiC perché quest'ultimo funge da rinforzante. Sia per la lega che per i compositi lo stato AB presenta una durezza maggiore rispetto alla condizione SOL e AG. La riduzione di durezza dei compositi con il trattamento SOL può derivare da una parziale dissoluzione delle strutture dendritiche. Tuttavia, l'abbassamento di durezza è molto più marcato per la lega a causa della completa dissoluzione delle strutture dendritiche e della ricristallizzazione.

L'aggiunta del 2% wt di TiC nella lega ha portato un maggiore aumento di durezza rispetto al IN625 e IN625/TiC 0,5% wt a causa di una maggiore quantità di fase rinforzante. Il trattamento di AG produce un aumento di durezza per i materiali compositi a causa della precipitazione di carburi all'interno del materiale. La lega invece, ha mostrato andamenti simili nella condizione SOL.

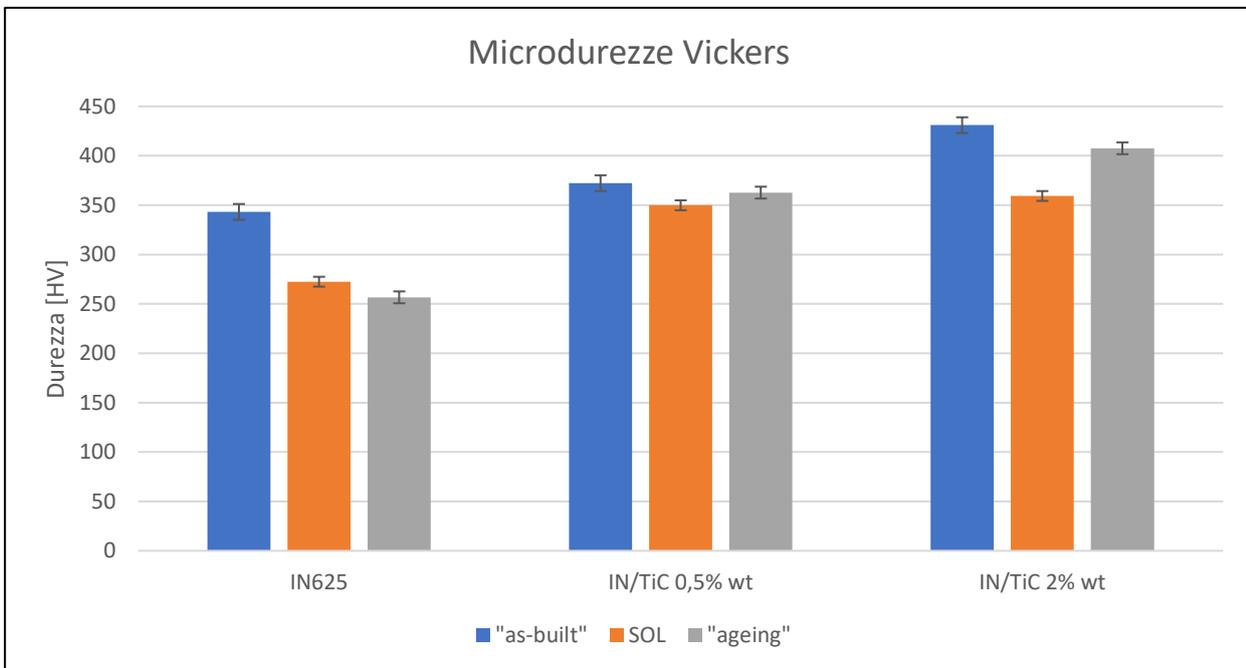


FIGURA 49: GRAFICO DELLE MICRODUREZZE VICKERS PER TUTTE LE CONDIZIONI ANALIZZATE

VED [J/mm ³]	CAMPIONI	DUREZZA VICKERS [HV]	DEV.ST
99	IN625 AB	343	11
	IN625 SOL	272	6
	IN625 AG	257	7
	IN/TiC 0,5% wt; AB	372	4
	IN/TiC 0,5% wt; SOL	350	4
	IN/TiC 0,5% wt; AG	363	8
	IN/TiC 2% wt; AB	431	5
	IN/TiC 2% wt; SOL	359	6
	IN/TiC 2% wt; AG	408	6

TABELLA 7: VALORI DELLE MICRODUREZZE VICKERS PER I CAMPIONI ANALIZZATI

6.4 Hot isostatic pressing (HIP)

Una serie di campioni ad alto contenuto di γ' ottenuti tramite fabbricazione additiva e sottoposti successivamente al trattamento di HIP sono stati esaminati tramite microscopio SEM allo scopo di analizzare la morfologia di γ' . I campioni sono stati osservati sia sul piano XY che su quello XZ.

Una parte di campioni sono stati trattati in forno HIP che presenta al suo interno una fornace in Molibdeno denominata uniform rapid cooling (URC[®]), URC HIP, mentre un'altra parte di campioni è stata trattata in forno HIP che presenta al suo interno un modulo in Molibdeno diverso denominato sistema uniform rapid quenching (URQ[®]), URQ HIP. Questi moduli di Molibdeno inseriti all'interno del forno HIP hanno il ruolo di regolare la velocità di raffreddamento.

Al fine di avere un campione trattato in forno HIP per tutte le condizioni elencate è stato necessario pertanto trattare 4 campioni. Da ognuno di questi campioni è stato osservato il piano XY e quello XZ e sono stati pertanto ottenuti 8 campioni. Nella Tabella 8 sono riportate le condizioni di trattamento HIP alle quali sono stati sottoposti i campioni.

Nome	Temperatura [°C]	Tempo [h]	Velocità di raffreddamento [°C/min]
1290°C URC XY	1290	4	290
1290°C URC Z	1290	4	290
1290°C URQ XY	1290	4	2000
1290°C URQ Z	1290	4	2000
1310°C URC XY	1310	2	290
1310°C URC Z	1310	2	290
1310°C URQ Z	1310	2	2000

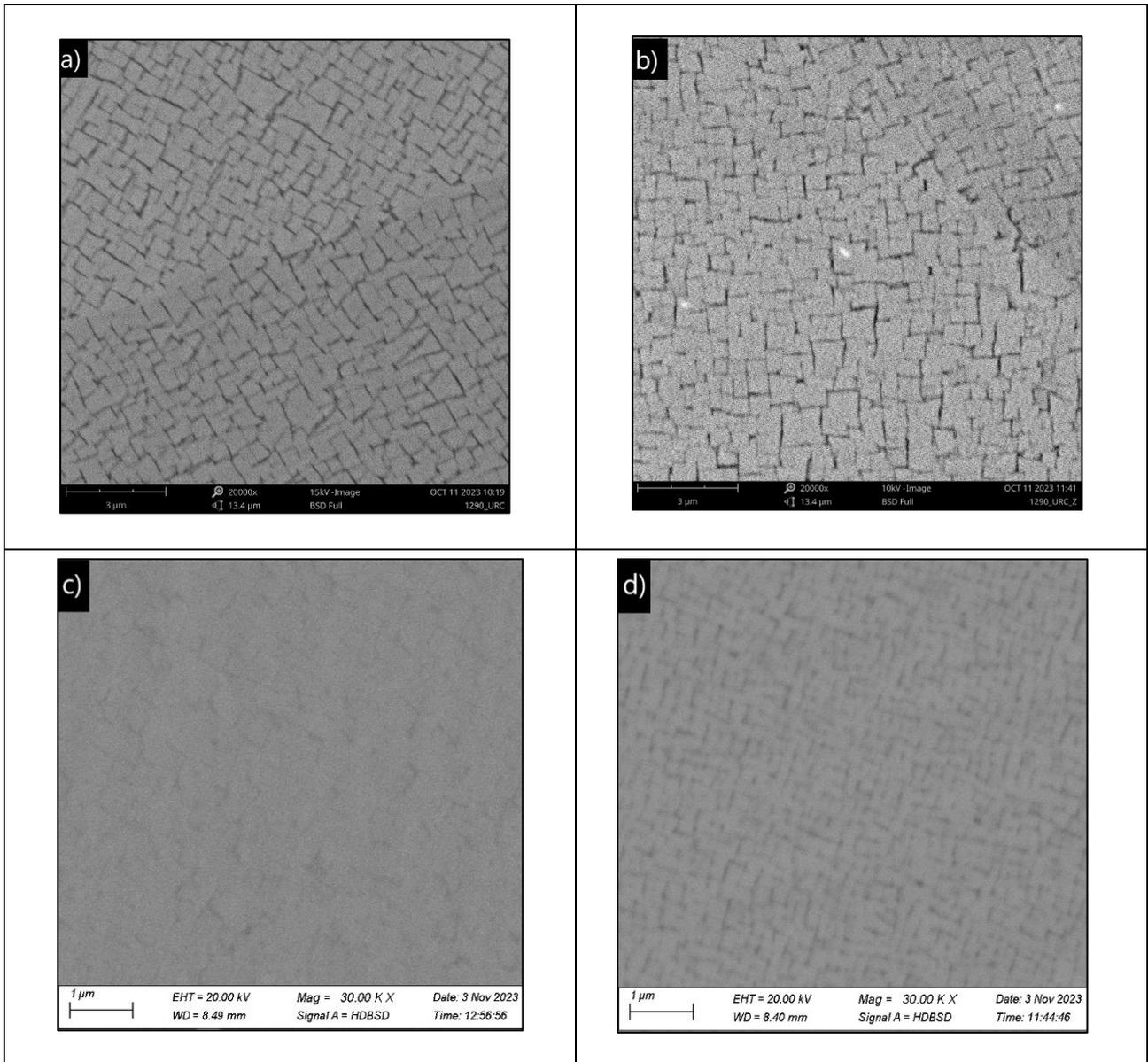
TABELLA 8: RIASSUNTO DELLE CONDIZIONI DEI CAMPIONI TRATTATI TRAMITE HIP

Lo scopo di applicare velocità di raffreddamento differenti è stato quello di osservare le modifiche che esso avrebbe scaturito dal punto di vista morfologico su γ' . Le immagini acquisite al microscopio SEM sono mostrate in Figura 50. In Tutte le condizioni analizzate è presente una microstruttura omogenea con una forma di γ' cuboidale e non irregolare.

Le dimensioni della fase γ' misurate tramite ImageJ con le modalità descritte nel capitolo 5.1.3 sono mostrate nella Tabella 9. Le dimensioni di γ' per i campioni che hanno subito il trattamento HIP con il modulo in Molibdeno URQ a 1290°C sono minori del 29% nel caso dei campioni trattati con forno HIP e modulo in Molibdeno URC. Per quanto riguarda invece la dimensioni di γ' per i campioni che hanno subito il trattamento HIP con il modulo in Molibdeno URQ a 1310°C sono minori del 41% nel caso dei campioni trattati con forno HIP e modulo in Molibdeno URC.

A differenza quindi del tipo di fornace utilizzata, la sola variazione di temperatura tra 1290°C e 1310°C per lo svolgimento del HIP ha invece apportato variazioni minime sotto il punto di vista dimensionale e morfologico di γ' ma si può notare che nel caso dei campioni trattati con il modulo in molibdeno URQ la microstruttura γ/γ' è visivamente più omogenea e regolare. Questa regolarità è confermata da una deviazione standard minore. Entrambe le temperature scelte per il trattamento HIP unite alla pressione scelta hanno garantito l'eliminazione delle porosità. La dimensione cuboidale di questa fase conferma che ci troviamo in entrambi i casi ad una temperatura maggiore di γ' solvus, confermata anche da una dimensione coerente di γ' misurata sul piano XY ed XZ.

Non è stata eseguita con successo l'acquisizione delle immagini tramite il microscopio SEM per il campione che ha subito HIP-quench a 1310°C visto sul piano XY per via della presenza di questa fase in quantità tale da rendere l'acquisizione delle immagini non efficace.



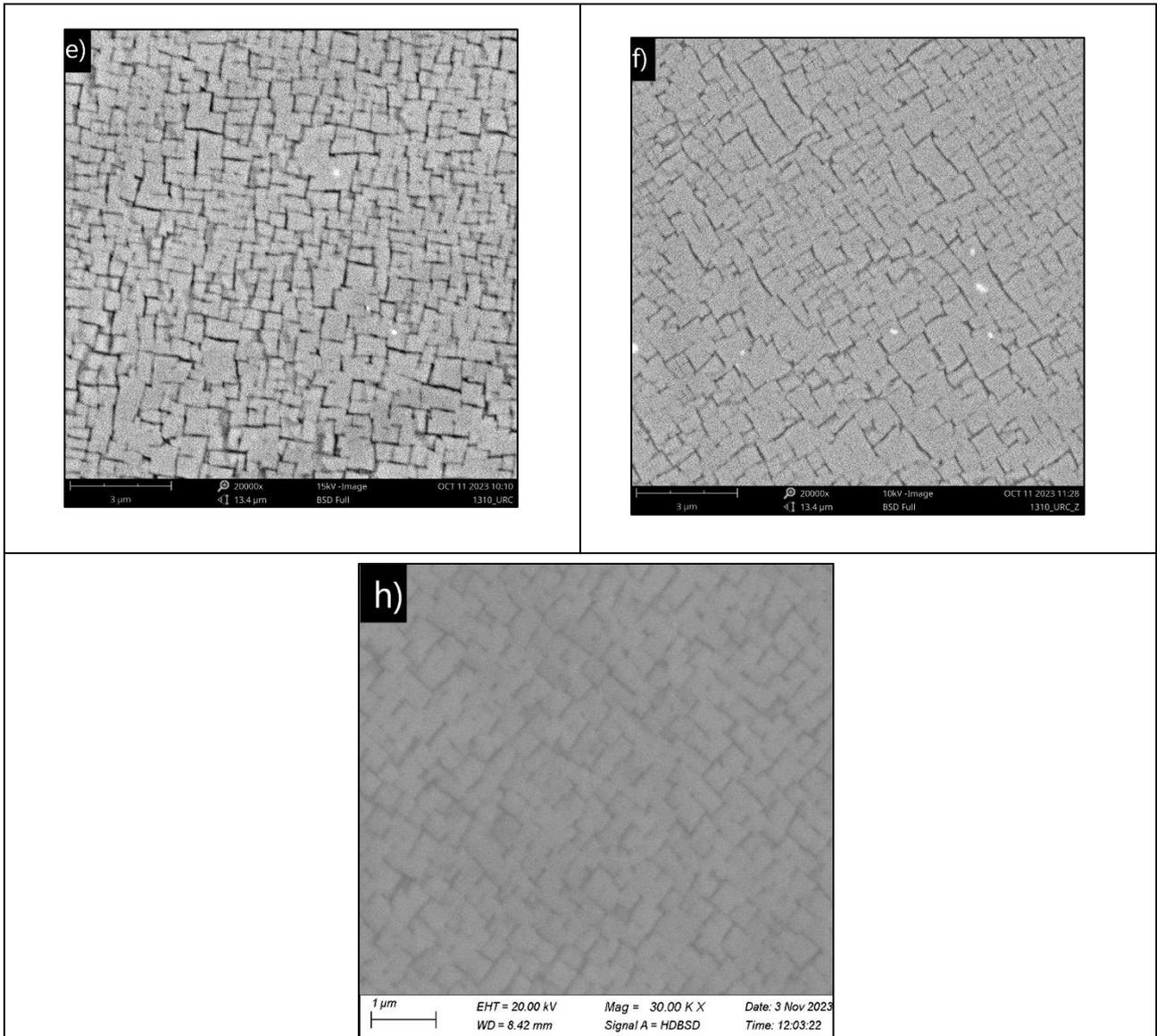


FIGURA 50: MICROGRAFIE SEM DEI CAMPIONI SOTTOPOSTI AD HIP: 1290°C URC XY (A), 1290°C URC Z, (B), 1290°C URQ XY, (C), 1290°C URQ Z, (D), 1310°C URC, XY (E), 1310°C URC, Z (F), 1310°C URQ, XY (H)

Denominazione campioni	Lunghezza verticale media [μm]	Lunghezza orizzontale media [μm]
1290°C URC XY	0,486 \pm 0,115	0,497 \pm 0,111
1290°C URC Z	0,548 \pm 0,132	0,541 \pm 0,121
1290°C URQ XY	0,344 \pm 0,061	0,361 \pm 0,068
1290°C URQ Z	0,276 \pm 0,043	0,282 \pm 0,043
1310°C URC XY	0,638 \pm 0,152	0,624 \pm 0,149
1310°C URC Z	0,563 \pm 0,221	0,550 \pm 0,205
1310°C URQ Z	0,329 \pm 0,041	0,326 \pm 0,045

TABELLA 9: TABELLA RIASSUNTIVA DEI VALORI MEDI DI GAMMA¹ PER LE VARIE CONDIZIONI ANALIZZATE

7 Conclusioni e possibili sviluppi futuri

La seguente tesi è stata svolta con l'obiettivo di studiare e caratterizzare superleghe di Nichel ottenute tramite processi di additive manufacturing (AM). Nello specifico si sono studiate due leghe, Inconel 625 e una lega con alto tenore della fase indurente γ' (Ni_3AlTi). La lega di Inconel 625 è stata rafforzata tramite l'aggiunta di diverse concentrazioni di particelle di TiC, al fine di ottenere un composito a matrice metallica IN625/TiC.

Le tecniche additive impiegate fanno parte della famiglia a letto di polvere e sono utilizzate per la realizzazione di leghe metalliche partendo dalla polvere che viene solidificata strato dopo strato per ottenere un componente.

Riguardo Inconel 625, l'aggiunta di particelle di TiC permette di aumentare le sue proprietà meccaniche quali la durezza e di aumentare la sua stabilità microstrutturale ad alta temperatura. Il lavoro mostra che, quando il materiale è trattato termicamente ad alta temperatura (1150 °C) mantiene i grani colonnari della condizione as-built. Diversamente la lega di IN625 è soggetta a fenomeni di ricristallizzazione con formazione di grani equiassici, mostrando una riduzione di durezza. Il lavoro di tesi ha previsto l'analisi microstrutturale, l'indagine sui precipitati e sulla durezza dei campioni in IN625 e composito IN625/TiC nello stato "as built" e dopo trattamento termico di solubilizzazione e simulazione di applicazione a 1000 °C per 50 ore.

Il composito è soggetto alla formazione di diversi tipi di carburi durante il trattamento termico. Rimangono comunque presenti tracce di TiC in quanto il trattamento di solubilizzazione di 1150°C per 2 ore non è riuscito ad eliminare gli aggregati. I carburi rilevati sono di dimensioni micrometriche con forma globulare e sono presenti come posizione sia lungo il bordo di grano, sia come posizione intergranulare.

I campioni sottoposti al trattamento di invecchiamento a 1000°C per 50 ore a seguito di quello di solubilizzazione a 1150°C mostrano nel caso dei compositi una microstruttura ancora di tipo colonnare mentre nella lega base di tipo equiassica. Il trattamento di invecchiamento termico ha portato alla formazione di carburi di dimensioni maggiori rispetto alla condizione solubilizzata. Questa maggiore precipitazione dei campioni invecchiati provoca anche un aumento di durezza rispetto alla condizione solubilizzata.

La seconda lega oggetto di studio è caratterizzata da un elevato contenuto di γ' , il che la rende estremamente difficile da processare e fortemente suscettibile alla cricatura. Per tale ragione il materiale è stato sottoposto ad un particolare tipo di post-processing che combina gli effetti della pressatura isostatica a caldo (HIP) con quelli di un trattamento termico tradizionale in cui può essere regolata la velocità di raffreddamento tramite moduli in Molibdeno denominati URC® e URQ® inseriti all'interno del forno HIP.

Più precisamente in questa fase preliminare, il lavoro di tesi si è principalmente concentrato sullo studio di come la velocità di raffreddamento utilizzata durante l'HIP-Quench potesse modificare la popolazione di γ' in termini microstrutturali e dimensione.

Le dimensioni di γ' per i campioni che hanno subito il trattamento HIP con modulo in Molibdeno URQ sono minori per entrambe le temperature di stazionamento utilizzate. Più nello specifico del 29% nel caso dei campioni trattati a 1290°C e del 41% nel caso dei campioni trattati a 1310°C.

A differenza quindi del tipo di fornace utilizzata, la sola variazione di temperatura tra 1290°C e 1310°C per lo svolgimento del HIP ha invece apportato variazioni minime sotto il punto di vista dimensionale e morfologico di γ' ma si può notare che nel caso dei campioni trattati con il modulo in molibdeno URQ la microstruttura γ/γ' è visivamente più omogenea e regolare. Questa regolarità è confermata da una deviazione standard minore.

Entrambe le temperature scelte per il trattamento HIP unite alla pressione scelta hanno garantito l'eliminazione delle porosità. La dimensione cuboidale di questa fase conferma che ci troviamo in entrambi i casi ad una temperatura maggiore di γ' solvus, confermata anche da una dimensione coerente di γ' misurata sul piano XY ed XZ.

L'alta stabilità termica del composito IN625/TiC potrebbe essere utile nel campo aerospaziale. Questa osservazione è dovuta al fatto che il composito IN625/TiC mostra caratteristiche meccaniche migliori della lega base e la sua microstruttura colonnare, che rimane anche in seguito ai trattamenti termici ad alte temperature, indica che può essere usato per temperature più alte rispetto la lega IN625.

Riferimenti bibliografici

- [1] “«ASTM International, F2792-12a - Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies, Rapid Manuf. Assoc. (2013) 10–12. doi:10.1520/F2792-12A.2.»”, doi: 10.1520/F2792-12A.
- [2] R. P. Sara, B. D. Giulio, M. Candidato, and S. Tremamunno, “Studio dei trattamenti termici sulla lega di Inconel 625 prodotta per Selective Laser Melting Luglio 2018.”
- [3] D. Svetlizky *et al.*, “Directed energy deposition (DED) additive manufacturing: Physical characteristics, defects, challenges and applications,” *Materials Today*, vol. 49. Elsevier B.V., pp. 271–295, Oct. 01, 2021. doi: 10.1016/j.mattod.2021.03.020.
- [4] Iuliano Luca, “Dati relativi al mercato dell’ Additive Manufacturing Prof. Luca Iuliano.”
- [5] I. F. Calignano, “Design for L-PBF.”
- [6] F. Calignano *et al.*, “Overview on additive manufacturing technologies,” *Proceedings of the IEEE*, vol. 105, no. 4, pp. 593–612, 2017, doi: 10.1109/JPROC.2016.2625098.
- [7] A. Dabwan, S. Anwar, A. M. Al-Samhan, A. Alfaify, and M. M. Nasr, “Investigations on the effect of layers’ thickness and orientations in the machining of additively manufactured stainless steel 316L,” *Materials*, vol. 14, no. 7, Apr. 2021, doi: 10.3390/ma14071797.
- [8] Iuliano Luca, “Tecniche di Additive Manufacturing per metalli Prof. Luca Iuliano.”
- [9] T. Di and L. Magistrale, “Politecnico di Torino Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Aerospaziale Characterization of Inconel 625/TiC composite fabricated by Laser Powder Bed Fusion.”
- [10] R. Li, J. Liu, Y. Shi, L. Wang, and W. Jiang, “Balling behavior of stainless steel and nickel powder during selective laser melting process,” *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 59, no. 9–12, pp. 1025–1035, Apr. 2012, doi: 10.1007/s00170-011-3566-1.
- [11] D. Manfredi *et al.*, “Additive Manufacturing of Al Alloys and Aluminium Matrix Composites (AMCs),” in *Light Metal Alloys Applications*, InTech, 2014. doi: 10.5772/58534.
- [12] “Tecniche di Additive Manufacturing per metalli_EBM Prof. Luca Iuliano.”
- [13] L. E. Murr *et al.*, “Fabrication of Metal and Alloy Components by Additive Manufacturing: Examples of 3D Materials Science 43 Fabrication of Metal and Alloy Components by Additive Manufacturing: Examples of 3D Materials Science,” 2012.
- [14] Iuliano Luca, “Tecniche di Additive Manufacturing per metalli Prof. Luca Iuliano.”
- [15] Iuliano Luca, “Tecniche di Additive Manufacturing per metalli Prof. Luca Iuliano.”
- [16] M. Laleh *et al.*, “Heat treatment for metal additive manufacturing,” *Progress in Materials Science*, vol. 133. Elsevier Ltd, Mar. 01, 2023. doi: 10.1016/j.pmatsci.2022.101051.
- [17] S. J. D. Matthew J. Donachie, *Superalloys: A Technical Guide, 2nd Edition*. 2022.

- [18] G. Marchese *et al.*, "Influence of heat treatments on microstructure evolution and mechanical properties of Inconel 625 processed by laser powder bed fusion," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 729, pp. 64–75, Jun. 2018, doi: 10.1016/j.msea.2018.05.044.
- [19] L. 'Delaey, *Hot Isostatic Pressing '93: Proceedings of the International Conference on Hot Isostatic Pressing--HIP '93, Antwerp, Belgium, 21-23 April, 1993*, Elsevier. 1994.
- [20] Actis Marco, "P12_AM".
- [21] H. V Atkinson and S. Davies, "Fundamental Aspects of Hot Isostatic Pressing: An Overview."
- [22] A. 'Kreitchberg, V. 'Brailovski, and S. 'Turenne, "Effect of heat treatment and hot isostatic pressing on the microstructure and mechanical properties of Inconel 625 alloy processed by laser powder bed fusion," *Materials science & engineering*.
- [23] W. 'Tillmann, C. 'Schaak, and J. 'Nellesen, " Hot isostatic pressing of IN718 components manufactured by selective laser melting," *Additive manufacturing*, vol. Vol.13, pp. 93–102, 2017.
- [24] M. 'Roncery, "«Influence of Temperature, Pressure, and Cooling Rate during Hot Isostatic Pressing on the Microstructure of an SX Ni-base Superalloy," *Materials & Design* 97, 2016.
- [25] F.C. Campbell Campbell, "Superalloys."
- [26] Mourtiz Adrian P., "Introduction to aerospace materials."
- [27] "Resistenza all'alta temperatura per la propulsione aeronautica-Superleghe di Ni-Parte I Strategie di Sviluppo dei Materiali."
- [28] L. Chen, Y. Sun, L. Li, and X. Ren, "Effect of heat treatment on the microstructure and high temperature oxidation behavior of TiC/Inconel 625 nanocomposites fabricated by selective laser melting," *Corros Sci*, vol. 169, Jun. 2020, doi: 10.1016/j.corsci.2020.108606.
- [29] H. L. Eiselstein and D. J. Tillack, "THE INVENTION AND DEFINITION OF ALLOY 625."
- [30] L. E. Shoemaker, "ALLOYS 625 AND 725: TRENDS IN PROPERTIES AND APPLICATIONS."
- [31] S. Floreen, G. E. Fuchs, and W. J. Yang, "The Metallurgy of Alloy 625."
- [32] L. Chen, Y. Sun, L. Li, Y. Ren, and X. Ren, "In situ TiC/Inconel 625 nanocomposites fabricated by selective laser melting: Densification behavior, microstructure evolution, and wear properties," *Appl Surf Sci*, vol. 518, Jul. 2020, doi: 10.1016/j.apsusc.2020.145981.
- [33] Claudio Badini, *Materiali compositi per l'ingegneria*. CELID, 2013.
- [34] L. Chen, Y. Sun, L. Li, and X. Ren, "Effect of heat treatment on the microstructure and high temperature oxidation behavior of TiC/Inconel 625 nanocomposites fabricated by selective laser melting," *Corros Sci*, vol. 169, Jun. 2020, doi: 10.1016/j.corsci.2020.108606.
- [35] A. Bakkar, M. M. Z. Ahmed, N. A. Alsaleh, M. M. E. S. Seleman, and S. Ataya, "Microstructure, wear, and corrosion characterization of high TiC content Inconel 625 matrix composites," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 8, no. 1, pp. 1102–1110, Jan. 2019, doi: 10.1016/j.jmrt.2018.09.001.

- [36] "EOS NickelAlloy IN625." [Online]. Available: www.eos.info
- [37] "scheda TiC".
- [38] "Mlab family."
- [39] "Scanning Electron Microscopy: che cosa è?"
- [40] "formula durezza Vickers." Accessed: Aug. 20, 2023. [Online]. Available: <https://www.emcotest.com/it/il-mondo-della-prova-di-durezza/nozioni-sulla-durezza/teoria-della-prova-di-durezza/vickers/svolgimento-della-prova-di-durezza-vickers/>
- [41] L. Chen, P. Gu, T. Ge, Y. Sun, L. Li, and X. Ren, "Effect of laser shock peening on microstructure and mechanical properties of TiC strengthened inconel 625 alloy processed by selective laser melting," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 835, Feb. 2022, doi: 10.1016/j.msea.2022.142610.
- [42] G. Marchese *et al.*, "Microstructural investigation of as-fabricated and heat-treated Inconel 625 and Inconel 718 fabricated by direct metal laser sintering: contribution of Politecnico di Torino and Istituto Italiano di Tecnologia (IIT) di Torino," *Metal Powder Report*, vol. 71, no. 4, pp. 273–278, 2016, doi: 10.1016/j.mprp.2016.06.002.
- [43] A. Gamon *et al.*, "Microstructure and hardness comparison of as-built inconel 625 alloy following various additive manufacturing processes," *Results in Materials*, vol. 12, Dec. 2021, doi: 10.1016/j.rinma.2021.100239.
- [44] Iuliano Luca, "Fabbricazione Additiva / Additive Manufacturing."
- [45] Iuliano Luca, "Introduzione all'AM."
- [46] Iuliano Luca, "Tecniche di Additive Manufacturing per metalli Prof. Luca Iuliano."
- [47] R. P. Sara, B. D. Giulio, M. Candidato, and S. Tremamunno, "Studio dei trattamenti termici sulla lega di Inconel 625 prodotta per Selective Laser Melting Luglio 2018."
- [48] "Precision wet abrasive cut-off machine B R I L L A N T 2 2 0." [Online]. Available: www.atm-m.com
- [49] "PRESI-MECATECH 234."

8 Ringraziamenti

In questa sezione della tesi vorrei ringraziare tutto il personale del politecnico che mi ha seguito: Il Prof. Giulio Marchese per aver accettato la richiesta di svolgimento di questa tesi sperimentale, aiutato nella stesura della tesi e per la professionalità dimostrata durante tutti i mesi di lavoro; Ringrazio l' Ing. Serena Lerda per avermi seguito durante le attività di laboratorio, per i suoi consigli e per la pazienza dimostrata nei miei confronti e per avermi trasmesso maggiore spirito critico sull'analisi dei risultati; Ringrazio il Prof. Emilio Bassini per avermi dato la possibilità di approfondire il ruolo del trattamento HIP nel mondo dei trattamenti dei materiali.

Ringrazio infine i miei genitori, per il loro duplice sostegno morale ed economico avuti nei miei confronti durante tutta la mia lunga carriera universitaria. Ringrazio anche Annamaria, Emilio e Chiara che mi sono stati sempre vicini e di sostegno durante la mia crescita personale e universitaria credendo sempre in me.

Per ultimo, ci tengo a ringraziare me stesso che non ha mai smesso di lottare consentendomi di raggiungere il traguardo finale dopo quattro anni molto intensi.