

# POLITECNICO DI TORINO

Collegio di Ingegneria Chimica e dei Materiali

Corso di Laurea Magistrale  
in Ingegneria dei Materiali per l'Industria 4.0



**Politecnico  
di Torino**

Tesi di Laurea Magistrale

Studio dell'effetto del wet blasting e  
della direzione di crescita sulle tensioni residue in  
Inconel 718 da PBF-L/M

Relatori:  
Prof. Daniele Ugues  
Prof. Federico Simone Gobber

Candidata:  
Giulia Cordella

Marzo 2026



## Abstract

L'Inconel 718 è una superlega a base di nichel ampiamente utilizzata nella realizzazione di componenti per applicazioni ad elevate prestazioni, grazie alle sue eccellenti caratteristiche in termini di resistenza meccanica anche ad alte temperature. La produzione di componenti mediante *Additive Manufacturing*, in particolare tramite *Powder Bed Fusion – Laser Melting* (PBF-LB/M), permette di realizzare geometrie sempre più complesse e di poter superare i limiti intrinseci derivanti dai processi di produzione tradizionali.

Nonostante le potenzialità, è tema noto che la tecnologia PBF-LB/M produca finiture superficiali piuttosto scabre; inoltre, il processo di costruzione origina elevati gradienti termici e rapidi cicli di riscaldamento e raffreddamento, i quali introducono tensioni residue che possono raggiungere valori fino a 300-600 MPa, influenzando il comportamento del materiale in esercizio. L'impiego di trattamenti superficiali meccanici può migliorare la qualità morfologica e lo stato tensionale della superficie dei componenti fabbricati.

Il presente lavoro di tesi si focalizza sull'analisi delle tensioni residue generate a seguito di un trattamento di pallinatura in umido (*wet blasting*) su campioni in Inconel 718 ottenuti mediante PBF-LB/M, con differenti strategie di costruzione. In particolare, sono stati valutati gli effetti ottenuti adoperando due tipologie di particelle (corindone, sfere di vetro) e variando i parametri di trattamento quali pressione del flusso di particelle e tempo di esposizione. Mediante analisi XRD sono stati caratterizzati i profili di tensione residua superficiali e, accoppiando l'analisi ad una dissoluzione elettrochimica controllata, è stato ricostruito il profilo di tensione residua sub-superficiale fino alla sua neutralizzazione, con profondità variabili in funzione delle condizioni di trattamento, fino ad un massimo di 160-170  $\mu\text{m}$ . Parallelamente, sono state caratterizzate le morfologie superficiali post pallinatura in umido e correlate con i parametri di processo.

I risultati ottenuti mostrano che la scelta del mezzo abrasivo influenza in modo significativo sia il profilo delle tensioni residue sia la morfologia superficiale. In particolare, il trattamento con sfere di vetro ha evidenziato la maggiore estensione in profondità dello stato compressivo tra le condizioni analizzate.

Tali risultati suggeriscono che il *wet blasting* possa rappresentare una strategia promettente di finitura superficiale per componenti in Inconel 718 prodotti mediante PBF-LB/M,

ponendo le basi per futuri studi sull'ottimizzazione del trattamento e sulla sua possibile influenza sul comportamento a fatica.

## Indice delle figure

Figura 1.1 - Confronto dei valori medi di rugosità superficiale $R_a$ ottenuti mediante diverse tecniche di finitura meccanica (as-built, vibratory surface finishing, drag finishing, finish machining) [4].....	6
Figura 1.2 - Confronto dei valori medi di rugosità ( $S_a$ ) ottenuti mediante diverse tecniche di finitura meccanica (stream finishing, centrifugal finishing, high-energy centrifugal barrel, drag finishing) [5].....	8
Figura 1.3 - Rappresentazione processo shot peening [9].....	10
Figura 1.4- Effetti dello shot peening sulla morfologia superficiale di componenti in Inconel 718 in diverse condizioni: a) as-built; b)SP1; c)SP2; d)SP3 [10].....	11
Figura 1.5 - Superficie di un componente in Inconel 718 nello stato a) as-built e b) trattamento di sandblasting.....	14
Figura 1.6 – Illustrazione rappresentativa del processo di wet blasting [15].....	15
Figura 1.7- Variazione della rugosità superficiale $R_a$ al variare dei parametri di processo PBF-LB/M [21] .....	18
Figura 1.8 - Variazione dei valori di $R_S$ superficiale al variare dei parametri di processo PBF-L [21] .....	19
Figura 1.9- Campioni in Inconel 718 ottenuti per strategie di scansione differenti [22] .....	20
Figura 1.10 - Misure di tensione residuo per i due campioni con diverse strategie di scansione e lungo due diverse direzioni [22].....	21
Figura 1.11- Variazione degli stress residui su campioni Inconel 718 in diverse condizioni:a) as-built; b) HT; c) LSP; c) HT + LSP [24] .....	23
Figura 1.12- Picco di diffrazione del piano (220) in superlega Inconel 718 nello stato: d) as-built; e) shot peened per 60s con pressione di 0.5 MPa [10] .....	25
Figura 1.13- Analisi dello stress residuo in funzione della profondità per campioni Inconel 718 in diverse condizioni [25].....	26
Figura 1.14- Profilo di stress residuo simulato a seguito dell'impatto in tre diverse tipologie di superfici [26] .....	28
Figura 1.15- Analisi stress residui in funzione della profondità su componenti in Ti-6Al-4V [27] .....	29
Figura 1.16- Figura del polo inverso del campione in Inconel 718 nello stato as-built.....	31
Figura 1.17- Mappa di orientamento EBSD con colorazione della inverse polve figure per i campioni Inconel 718 con due diverse strategie e lunghezze dei vettori di scansione [23].....	32
Figura 1.18- Mappe KAM dei campioni in Inconel 718 trattati in diverse condizioni: a)as-built b)H c)H+HIP d)H+SP e) H+HIP+SP [28] .....	33
Figura 1.19- Distribuzione della microdurezza dei campioni Inconel 718 in diverse condizioni [10] .....	34
Figura 2.1 - Schema della strategia di costruzione dei campioni F ( $0^\circ$ ) e G ( $45^\circ$ ) e le relative superfici upskin e downskin.....	35
Figura 2.2 - Immagine rappresentativa dei campioni presi in esame: in alto un campione della serie F ed in basso un campione della serie G.....	36
Figura 2.3 – Illustrazione schematica dell'interazione tra un fascio di raggi X e il reticolo cristallino[30] .....	38
Figura 2.4- Deformazione dell'anello di Debye-Scherrer e schematizzazione dell'acquisizione del raggio diffratto da parte dello strumento [26].....	40
Figura 2.5- curva di polarizzazione generale che mostra la relazione tra corrente e tensione nel processo di dissoluzione elettrochimica [33] .....	42
Figura 2.6- Immagine rappresentativa del microscopio ottico digitale Hirox [34].....	44

Figura 2.7 - Profilometro interferometrico cromatico confocale e sistema di slitte motorizzate .....	46
Figura 2.8 - Interazione tra fascio di elettroni e campione analizzato mediante SEM [37].....	48
Figura 3.1- Valori di tensione residua superficiale in funzione del tempo di esposizione al mezzo abrasivo dei campioni F trattati ad una pressione di 4 bar .....	49
Figura 3.2 – Valori di tensione residua superficiale in funzione del tempo di esposizione al mezzo abrasivo dei campioni G trattati ad una pressione di 4 bar .....	50
Figura 3.3 – Relazione tra tensioni residue superficiali e Ra nei campioni F .....	52
Figura 3.4- Relazione tra tensioni residue superficiali e Ra nei campioni G.....	53
Figura 3.5 - Relazione tra tensioni residue superficiali e Rz in campioni F .....	54
Figura 3.6 - Relazione tra tensioni residue superficiali e Rz in campioni G.....	55
Figura 3.7 - Evoluzione della profondità di materiale rimosso nel campione F10 in funzione del tempo di dissoluzione elettrochimica: (a) 5s, (b) 10s, (c) 15s, (d) 25s, (e) 40s, (f) 60s, (g) 90s .....	56
Figura 3.8 - Morfologia superficiale del campione F09 sottoposto a dissoluzione elettrochimica per 60s in cui si osserva: 1) anello esterno; 2) anello interno 3 cavità centrale .....	57
Figura 3.9 - Misura della profondità di rimozione del materiale a seguito di dissoluzione elettrochimica per 60s su campione F10 .....	58
Figura 3.10 -Evoluzione della profondità di materiale rimosso nel campione G06 in funzione del tempo di dissoluzione elettrochimica: (a) 5s, (b) 10s, (c) 15s, (d) 25s, (e) 40s, (f) 60s .....	59
Figura 3.11 - Misura della profondità di rimozione del materiale a seguito di dissoluzione elettrochimica per 10s su campione G06 .....	60
Figura 3.12 - Profondità di materiale rimosso in funzione del tempo di etching per i campioni F e G trattati a 4 bar.....	61
Figura 3.13 - Profilo di rugosità del campione F05 lungo l'area trattata per 15s mediante dissoluzione elettrochimica .....	62
Figura 3.14 - Profilo di rugosità del campione F11 lungo l'area trattata per 10s mediante dissoluzione elettrochimica .....	62
Figura 3.15 - Profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni F02 e F07 .....	64
Figura 3.16 - Profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni F04, F05 e F06.....	65
Figura 3.17 - Profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni F08, F10 e F09.....	66
Figura 3.18 - Profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni F11, F12 e F13.....	67
Figura 3.19 - Profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni F02 e F04 .....	68
Figura 3.20 - profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni F06 e F07 .....	69
Figura 3.21 -Profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni F06, F09 e F11 .....	70
Figura 3.22 - FWHM in funzione della profondità per campioni F trattati con particelle di corindone (AVB120) .....	72
Figura 3.23 - FWHM in funzione della profondità per campioni F trattati con sfere di vetro (B60).....	73
Figura 3.24 - FWHM in funzione della profondità per campioni F trattati con particelle di corindone e vetro (AVB120+B60) .....	73
Figura 3.25 - Profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni G03 e G07 .....	74

Figura 3.26 - Profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni G04, G05 e G06 .....	75
Figura 3.27 - Profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni G08, G09 e G10 .....	76
Figura 3.28 - Profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni G03 e G04 .....	77
Figura 3.29 - Profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni G06 e G07 .....	78
Figura 3.30 - FWHM in funzione della profondità per campioni G trattati con particelle di corindone (AVB120) .....	80
Figura 3.31 - FWHM in funzione della profondità per campioni G trattati con particelle di corindone e vetro (AVB120+B60) .....	80
<i>Figura 3.32 - Immagini SEM della morfologia dei campioni F02 (a) e G03 (b) .....</i>	<i>81</i>
Figura 3.33 - Immagini SEM della morfologia dei campioni F06 (a) e F07 (b).....	82
Figura 3.34 - Immagini SEM della morfologia dei campioni G06 (a) e G07 (b) .....	83
Figura 3.35 - Immagini SEM della morfologia del campione F10 .....	84
Figura 3.36 - Immagini SEM della morfologia dei campioni F12 (a) e G09 (b).....	85
Figura 3.37 - Confronto qualitativo tra i campioni F e G sottoposti a trattamento di wet blasting a 4 bar con differenti mezzi abrasivi in funzione dei diversi parametri analizzati.....	86

## **Indice delle tabelle**

Tabella 1.1 - Variazione della rugosità in componenti in Ti-6Al-4V in diverse condizioni di trattamento superficiale .....	13
Tabella 1.2- Confronto qualitativo delle tecniche di finitura superficiale meccaniche per componenti AM .....	16
Tabella 2.1 - Campioni Inconel 718 sottoposti a wet blasting con differenti condizioni di trattamento	36
Tabella A.1 - Misura delle tensioni sulla superficie dei campioni F trattati mediante wet blasting .....	93
Tabella A.2 - Misura delle tensioni sulla superficie dei campioni G trattati mediante wet blasting .....	94

# Indice

Introduzione .....	1
1 Stato dell'arte .....	2
1.1 Tecniche di finitura superficiale nei componenti prodotti tramite Additive Manufacturing .....	2
1.1.1 Machining e mass finishing.....	3
1.1.2 Lavorazioni ibride e avanzate .....	8
1.1.3 Tecniche meccaniche ad impatto.....	9
1.2 Studio delle tensioni residue nei componenti prodotti mediante Additive Manufacturing .....	16
1.2.1 Studio dei componenti in Inconel 718 nella condizione as-built .....	17
1.2.2 Tecniche di misura delle tensioni residue.....	22
1.2.3 Ruolo delle misure EBSD e di durezza nello studio dei trattamenti superficiali meccanici.....	30
2 Materiali e metodi .....	35
2.1 Descrizione dei campioni presi analizzati .....	35
2.2 Tecniche di caratterizzazione .....	37
2.2.1 Analisi delle tensioni residue .....	37
2.2.2 Dissoluzione elettrochimica .....	42
2.2.3 Misure di profondità.....	43
2.2.4 Preparazione metallografica dei campioni .....	47
2.2.5 Analisi morfologica della superficie .....	48
3 Risultati sperimentali e discussione .....	49
3.1 Stato iniziale dei campioni trattati mediante wet blasting.....	49
3.2 Profondità del materiale rimosso a seguito di dissoluzione elettrochimica .....	55
3.3 Profili di tensioni residua in funzione della profondità.....	63
3.3.1 Campioni F .....	63
3.3.2 Campioni G .....	74
3.4 Analisi morfologica mediante SEM .....	81
3.5 Confronto qualitativo tra le condizioni di trattamento .....	86
4 Conclusioni.....	87
Bibliografia.....	89
Appendice A – Tabelle dei dati sperimentali.....	93



# Introduzione

Il presente lavoro di tesi si propone di studiare le tensioni residue indotte dal trattamento di pallinatura in umido su componenti in Inconel 718 ottenuti mediante *Powder Bed Fusion – Laser Melting* (PBF-LB/M). La costruzione mediante manifattura additiva produce superfici caratterizzate da elevata rugosità e uno stato tensionale di trazione residua, rendendo necessario ricorrere a trattamenti di finitura superficiali post-processo, adoperati al fine di mitigare tali effetti. Nello specifico, i campioni vengono analizzati in funzione della strategia di costruzione adottata nel processo di manifattura additiva. Risulta fondamentale comprendere come i parametri di processo possano influenzare gli effetti del trattamento di finitura meccanica.

Lo studio analizza inoltre la morfologia delle superfici per correlarle con le analisi dello stato tensionale residuo e i parametri di trattamento.

La tesi è articolata in quattro capitoli. Il Capitolo 1 presenta lo stato dell'arte relativo alle tecniche di finitura superficiale meccanica applicate a componenti ottenuti mediante Additive Manufacturing, con particolare attenzione all'Inconel 718 e allo studio delle tensioni residue. Il Capitolo 2 descrive i materiali analizzati, i trattamenti eseguiti e le tecniche sperimentali adottate. Il Capitolo 3 riporta i risultati ottenuti e ne discute le relazioni rispetto alla letteratura scientifica. Infine, il Capitolo 4 raccoglie le conclusioni del lavoro ed evidenzia i principali ambiti verso cui ampliare lo studio.

# 1 Stato dell'arte

## 1.1 *Tecniche di finitura superficiale nei componenti prodotti tramite Additive Manufacturing*

Le tecnologie di produzione additiva, o più comunemente indicate come *Additive Manufacturing* (AM), consentono di realizzare componenti attraverso la deposizione di materiale *layer by layer*. Questo processo consente di ottenere geometrie complesse e strutture notevolmente alleggerite, difficilmente realizzabili con le tecnologie produttive convenzionali. Pertanto, tale tecnica, risulta particolarmente utilizzata dai settori ad alto valore aggiunto quali, ad esempio, quello aerospaziale, in cui la ricerca è in costante evoluzione.

Per una superlega a base nichel come Inconel 718, questa tipologia di lavorazione permette di superare i limiti delle tecniche di manifattura tradizionali, dovuti alla scarsa lavorabilità della superlega stessa, riducendo inoltre il materiale di scarto e i tempi di produzione [1].

Tuttavia, i componenti realizzati mediante tecnologie AM presentano, nello stato *as-built*, caratteristiche morfologiche e microstrutturali che possono limitarne l'impiego. In particolar modo, lo stato della superficie risulta spesso non adeguato a soddisfare requisiti stringenti in applicazioni meccaniche, rendendo necessario l'utilizzo di trattamenti di finitura post-processo

Le tecnologie a letto di polvere, come la *Powder Bed Fusion – Laser Melting* (PBF-LB/M) possono produrre diverse irregolarità superficiali sulle parti stampate [2]. Le principali cause sono da attribuire ad una rapida solidificazione del materiale fuso derivante da forti cicli termici, alle successive rifusioni parziali degli strati precedentemente depositati e all'ancoraggio meccanico del materiale sottostante alla base di costruzione. Oltre ad alterare la morfologia superficiale del componente, questi fenomeni inducono anche stati tensionali che influenzano in maniera significativa il comportamento meccanico del componente, in special modo per quanto concerne la resistenza a fatica.

Per tali motivi, è necessario modificare la superficie dei componenti AM tramite processi di finitura superficiale, in modo da migliorarne le caratteristiche finali.

Le tecniche di finitura superficiale possono essere suddivise in tre grandi famiglie [3]:

- **Tecniche meccaniche;**
- **Tecniche termiche;**
- **Tecniche elettrochimiche.**

Nel seguente lavoro di tesi l'attenzione è rivolta principalmente alle tecniche di finitura superficiale meccaniche, in quanto esse appartengono alla stessa classe di processi che è stata effettivamente applicata ai campioni analizzati, ovvero la pallinatura in umido (*wet blasting*).

Le tecniche di finitura superficiale meccaniche si basano sull'interazione di un utensile o di un mezzo abrasivo con la superficie che deve essere trattata, permettendo di ottenere una riduzione significativa in termini di rugosità ed una modifica della microstruttura negli strati superficiali. Tali processi causano, inoltre, una deformazione plastica localizzata con incremento della densità delle dislocazioni e conseguente incrudimento. La formazione di uno stato tensionale residuo di compressione negli strati superficiali contribuisce a migliorare la risposta del materiale all'innescamento e alla propagazione delle cricche, migliorando di fatto la vita a fatica del componente.

Di seguito sono raccolte le principali tecniche d'uso consolidato a livello industriale, con particolare attenzione ai meccanismi di interazione con la superficie trattata e agli effetti generati. La ricerca bibliografica è stata successivamente, ristretta alla lega Inconel 718 e alla tecnica applicata ai campioni oggetto di studio, ovvero il *wet blasting*.

### 1.1.1 Machining e mass finishing

Le tecniche riconducibili al *machining* e al *mass finishing* rappresentano una classe di processi di finitura superficiale meccanica, ampiamente utilizzati per il trattamento di componenti metallici. Tali tecniche modificano principalmente la topografia superficiale, la microstruttura e le proprietà meccaniche come la durezza. La valutazione sulla scelta della

tecnica più opportuna dipende sia dalle caratteristiche finali richieste al componente che dalla sua geometria.

#### 1.1.1.1 *Finish machining*

Il processo di *finish machining* si basa sull'asportazione di materiale mediante tornitura o fresatura. È una tecnica ampiamente utilizzata e relativamente economica ma che richiede geometrie piuttosto semplici, rendendola adatta maggiormente a componenti di media o grande dimensione.

Un esempio applicativo di tale tecnica è stato studiato da Kaynak et al. [4] su componenti in acciaio inossidabile 316L realizzati mediante *Selective Laser Melting (SLM)*. Il *finish machining* permette di eliminare completamente, in una singola passata, le particelle parzialmente fuse dalla superficie. Dal punto di vista della rugosità superficiale, questa tecnica risulta la più efficace tra quelle analizzate nello studio con valori medi di rugosità finale pari a circa  $1.5 \mu\text{m}$ , ovvero circa quattro volte inferiori allo stato *as-built* del componente pari a  $7 \pm 1 \mu\text{m}$ .

Il *finish machining* genera, inoltre, un incrudimento della superficie esterna con conseguente aumento della durezza superficiale, nettamente superiore rispetto ad altre tipologie di tecniche superficiali meccaniche come il *vibratory machining* e il *drag finishing*, soprattutto per quanto riguarda l'aumento della resistenza all'usura. Le analisi microstrutturali e le osservazioni al SEM in questo studio evidenziano la formazione di uno strato deformato di spessore dell'ordine di  $5 \mu\text{m}$ , caratterizzato da un'elevata densità di dislocazioni.

Le analisi sullo stato tensionale, condotte tramite l'utilizzo dell'XRD mostrano una modifica delle intensità dei picchi di diffrazione, la quale indica l'azione di un effetto meccanico e termico importante, relativo all'introduzione di un'intensa deformazione plastica.

Un limite significativo di questa tecnica riguarda la sua applicazione a geometrie semplici, che ne limitano l'impiego su componenti con geometria complessa quali quelli generalmente prodotti mediante manifattura additiva.

### 1.1.1.2 *Vibratory machining*

Nel processo del *vibratory finishing* i componenti sono posti all'interno di una vasca vibrante contenente un mezzo abrasivo, le cui particelle entrano in contatto ciclicamente ed in maniera omogenea con la superficie del pezzo. Questa tecnica è più efficace rispetto al *finish machining* nel ridurre la rugosità, anche su componenti caratterizzati da geometrie complesse [4].

Le analisi XRD evidenziano una variazione dell'intensità dei picchi di diffrazione che indicano una minore deformazione plastica rispetto al *finish machining*.

### 1.1.1.3 *Drag finishing*

Nel *drag finishing* il campione viene fissato a un supporto rotante e trascinato all'interno di un mezzo abrasivo, di norma ceramico [4]. A differenza del *finish machining*, la rimozione del materiale avviene in modo graduale e uniforme, attraverso contatti ripetuti tra la superficie del componente e il mezzo abrasivo.

Rispetto al *vibratory machining*, il *drag finishing* permette di ottenere valori di rugosità inferiori ed è applicabile anche a componenti caratterizzati da geometrie complesse. Inoltre, l'interazione è meno severa rispetto al *finish machining*, limitando anche gli effetti sulla microstruttura e sullo stato tensionale residuo degli strati superficiali.

La Figura 1.1 mostra il confronto tra i valori di rugosità superficiale ottenuti mediante le diverse tecniche di finitura discusse finora. In linea con quanto esposto finora, si evidenzia la significativa differenza nei profili di rugosità, tra un processo e l'altro. Si osserva, inoltre, una riduzione della rugosità all'aumentare del tempo di trattamento con *drag finishing*.

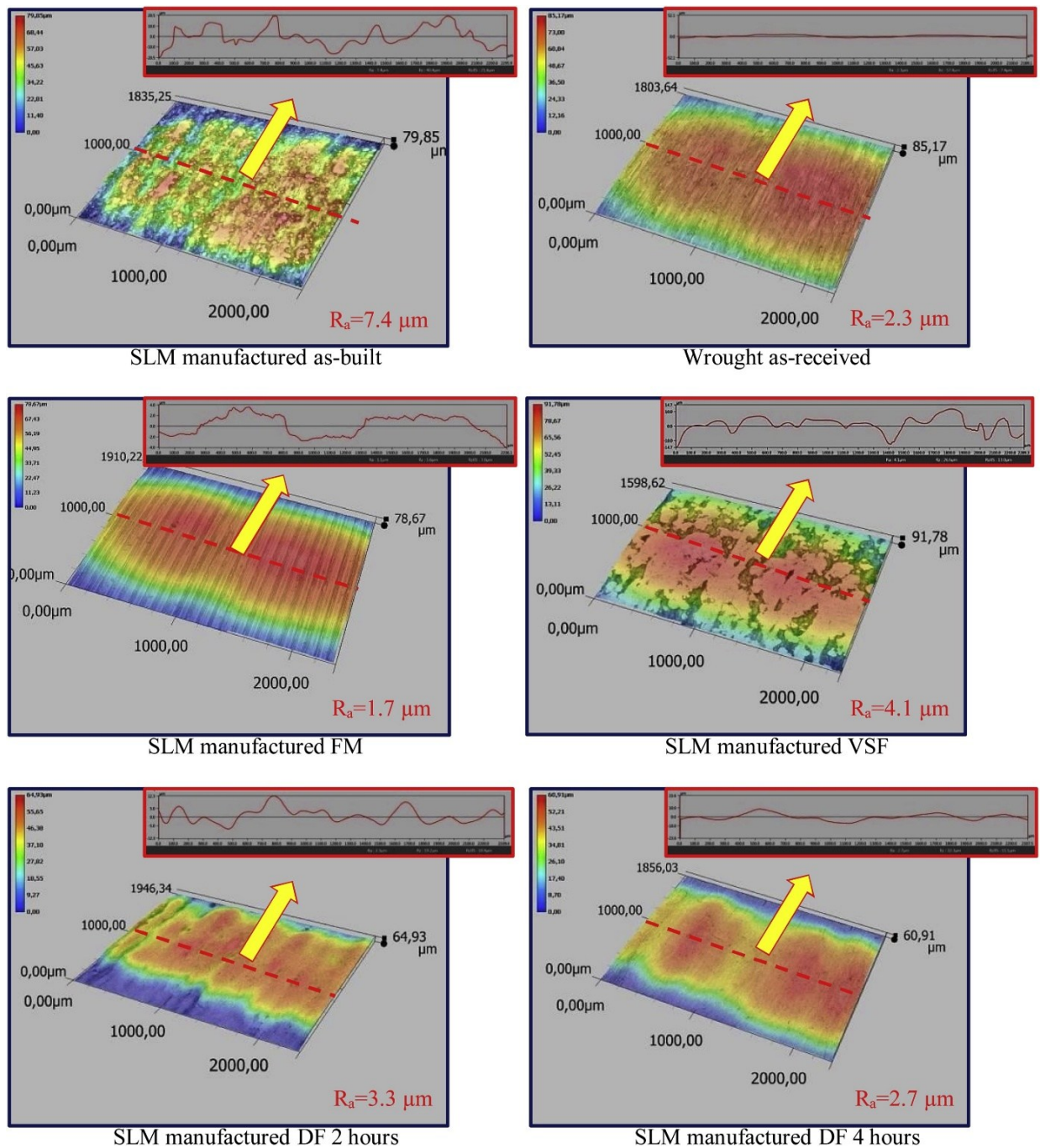


Figura 1.1 - Confronto dei valori medi di rugosità superficiale  $R_a$  ottenuti mediante diverse tecniche di finitura meccanica (as-built, vibratory surface finishing, drag finishing, finish machining) [4]

#### 1.1.1.4 Stream finishing/centrifugal disc e high-energy centrifugal barrel

Una breve panoramica di tecniche *stream finishing/centrifugal disc e high energy centrifugal barrel* viene riportata in quanto si tratta di processi particolarmente adatti nel trattamento di componenti che mostrino elevata complessità geometrica.

Lo *stream finishing* è un metodo di finitura basato sul flusso di un fluido, contenente il mezzo abrasivo, in cui viene posto il pezzo ancorato ad un supporto rotante. Il processo avviene in tempi relativamente brevi, è semplice nella sua realizzazione ed ha un'ottima affidabilità. L'elevata energia impartita dalle particelle abrasive può portare ad una riduzione della rugosità superficiale, con valori di  $R_a$  compresi tra 0.29 e 0.36  $\mu\text{m}$  dopo 180 minuti di trattamento riportati nello studio di Jamal et al [5].

La *high energy centrifugal barrel* invece si basa sull'utilizzo di un barile soggetto a forza centrifuga, in cui sono presenti altri quattro fusti in direzione orizzontale che ruotano in verso opposto al barile principale. Tale tecnica non è automatica ma richiede il carico e lo scarico manuale dei componenti da trattare. Una forte componente da tenere in considerazione è la quantità di calore che viene generato durante tale processo, in quanto l'energia sviluppata durante l'intera procedura può portare ad una condizione di sovra finitura e alla possibile formazione di microtagli. I valori di rugosità superficiale raggiunti al termine del processo risultano ridotti, con valori di  $R_a$  compresi tra 0.39 e 0.42  $\mu\text{m}$  dopo 180 minuti di trattamento [5].

Il *centrifugal disc* si basa su un contenitore vibrante ed un tempo di processo ridotto rispetto all'*high energy centrifugal barrel*. Per questo motivo, la rugosità superficiale risulta ridotta ma non raggiunge i valori di altre tipologie di tecniche di finitura.

In Figura 1.2 è presentato un confronto dei valori medi di rugosità areale  $S_a$  ottenuti mediante le diverse tecniche di finitura superficiale meccanica appena analizzate. I valori ottenuti confermano le osservazioni che sono state effettuate.

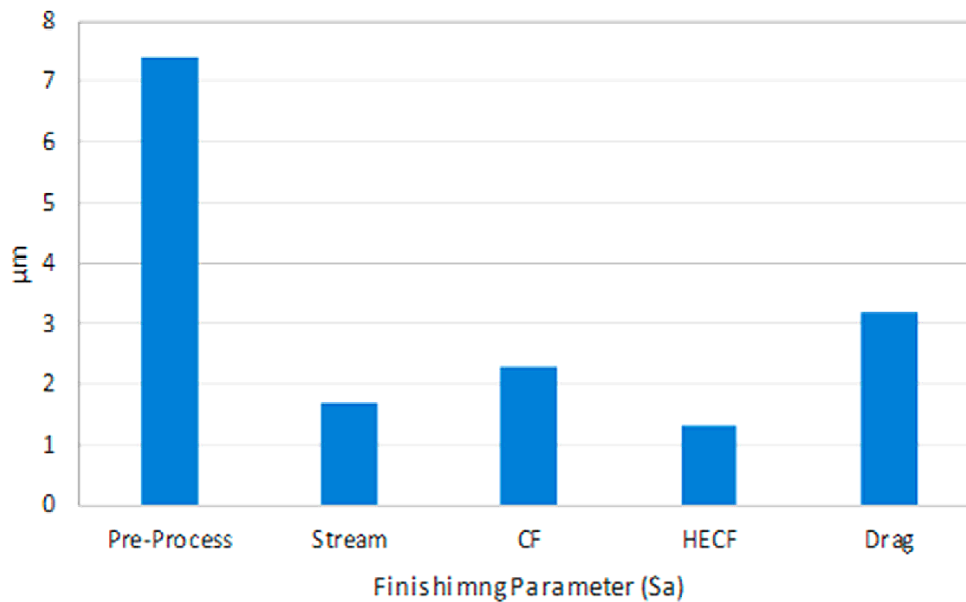


Figura 1.2 - Confronto dei valori medi di rugosità ( $S_a$ ) ottenuti mediante diverse tecniche di finitura meccanica (stream finishing, centrifugal finishing, high-energy centrifugal barrel, drag finishing) [5]

### 1.1.2 Lavorazioni ibride e avanzate

La ricerca di tecniche di finitura superficiale che possano combinare differenti meccanismi fisici per migliorarne l'efficacia è un tema di ricerca molto attuale. In seguito, vengono descritte due tecniche particolarmente utilizzate nell'industria odierna su componenti realizzati mediante *Additive Manufacturing*.

#### 1.1.2.1 Rotary Ultrasonic Machining

Il *Rotary Ultrasonic Machining (RUM)* combina l'asportazione meccanica classica e le vibrazioni ultrasoniche ad alta frequenza applicate all'utensile. È una tecnologia di tipo sottrattivo utile a rifinire materiali con un certo grado di durezza o difficili da lavorare mediante tecniche tradizionali. Durante il processo, il contatto tra l'utensile e il pezzo non è continuo, permettendo quindi di ottenere una riduzione in termini di attrito ed usura.

Nello studio dei componenti in Ti-6Al-4V prodotti mediante *Electron Beam Melting (EBM)* di Ahmed et al. [6], il *RUM* è stato proposto come un ottimo processo per ridurre l'elevata rugosità superficiale tipica delle superfici as-built. Tale tecnica risulta ottimale nel rimuovere lo strato della superficie esterna irregolare in modo da ottenere una topografia

più uniforme, minimizzando la presenza di asperità associate ai fenomeni di *balling* derivanti, ad esempio, dal processo EBM. La configurazione multi-asse, inoltre consente di trattare elementi con diverse geometrie, anche molto complesse. Una delle criticità maggiori, tuttavia, è data dal lungo tempo di lavorazione, dovuto principalmente al basso rapporto di quantità di materiale asportata per unità di tempo.

#### 1.1.2.2 *Ultrasonic Nano-crystal Surface Modification*

La *Ultrasonic Nano-crystal Surface Modification (UNSM)* è una tecnica di lavorazione che utilizza l'applicazione di un carico statico combinato all'applicazione di un carico dinamico. Una punta in carburo di tungsteno impatta sulla superficie del campione ad alta frequenza, introducendo una deformazione plastica superficiale severa a causa della combinazione dell'impatto ultrasonico e della brunitura. Inoltre, vengono eliminate le particelle superficiali parzialmente fuse e ridotti i picchi di rugosità, forzando uno spostamento di tali picchi verso le valli. L'applicazione della tecnica *UNSM* porta, oltre che alla riduzione dei valori di rugosità, anche ad un marcato incremento della durezza superficiale [7].

#### 1.1.3 Tecniche meccaniche ad impatto

Le tecniche meccaniche ad impatto, quali il *peening* e il *blasting* sono i processi maggiormente impiegati per i componenti realizzati mediante Additive Manufacturing. In particolare, per superleghe a base di nichel e, nello specifico per componenti in Inconel 718, la tecnica *shot peening* è ampiamente documentata anche in letteratura.

Nonostante ciò, per quanto riguarda il processo oggetto del presente lavoro di tesi, ovvero il *wet blasting*, la letteratura disponibile risulta ancora molto limitata. Per tale motivo, in questa sezione verrà fornita una breve panoramica generale della pallinatura in umido e dei suoi effetti principali, rimandando l'analisi dettagliata e la discussione dei risultati ottenuti sui campioni oggetto di studio ai capitoli successivi.

##### 1.1.3.1 *Shot peening*

Durante il processo di *shot peening*, la superficie del materiale viene sottoposta a una serie di impatti ripetuti ad alta velocità, da parte di particelle sferiche di diversa natura (acciaio, ceramica o vetro) accelerate tramite aria compressa, rappresentata in Figura 1.3. Ogni

singolo impatto, produce una deformazione plastica locale che modifica la superficie e introduce uno stato di tensione residua di compressione. Tale stato, come già ribadito, provoca un aumento notevole in termini di proprietà meccaniche, di indurimento dello strato superficiale con la conseguenziale modifica microstrutturale negli strati più esterni del componente.

I parametri di processo, quali la pressione del flusso di particelle, il tempo di esposizione e la tipologia del mezzo abrasivo, influenzano notevolmente gli effetti del processo. Un'ulteriore classificazione della tecnica di *peening* può essere fatta in base all'energia cinetica del flusso di particelle, distinguendolo in:

- *Conventional shot peening*;
- *Severe shot peening*: quest'ultimo caratterizzato da valori più elevati di Almen intensity (intensità di getto), tale da indurre deformazioni plastiche più energetiche nello strato superficiale [8].

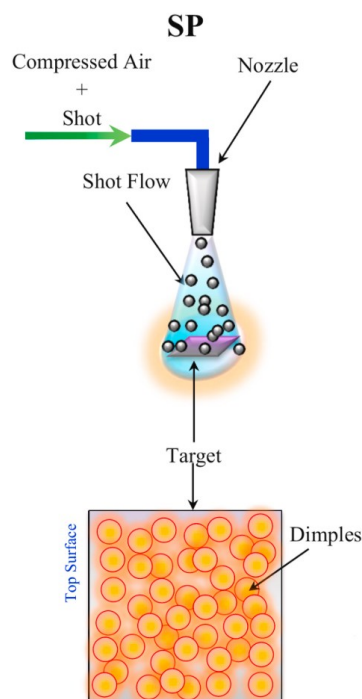


Figura 1.3 - Rappresentazione processo shot peening [9]

Uno studio di Lesyk et al. [10] che affronta direttamente l'applicazione della tecnica di *shot peening* sui componenti in Inconel 718, realizzati mediante PBF-LB/M, utilizza sfere d'acciaio con un tempo di trattamento di 60s e con tre differenti pressioni di pallinatura:

- SP1=0.4MPa
- SP2=0.5MPa
- SP3=0.6MPa

Uno degli effetti principali, come mostrato in Figura 1.4, è la riduzione della rugosità superficiale, in particolar modo, tra lo stato *as-built* (A-A) e il trattamento SP2 (B-B), oltre ad una riduzione della porosità in superficie. Il trattamento SP3 non apporta una miglioria sostanziale alla morfologia superficiale.

Il cambiamento dello stato tensionale e le relative conseguenze verranno approfondite più avanti nella sezione riguardante le analisi di tensione residua.

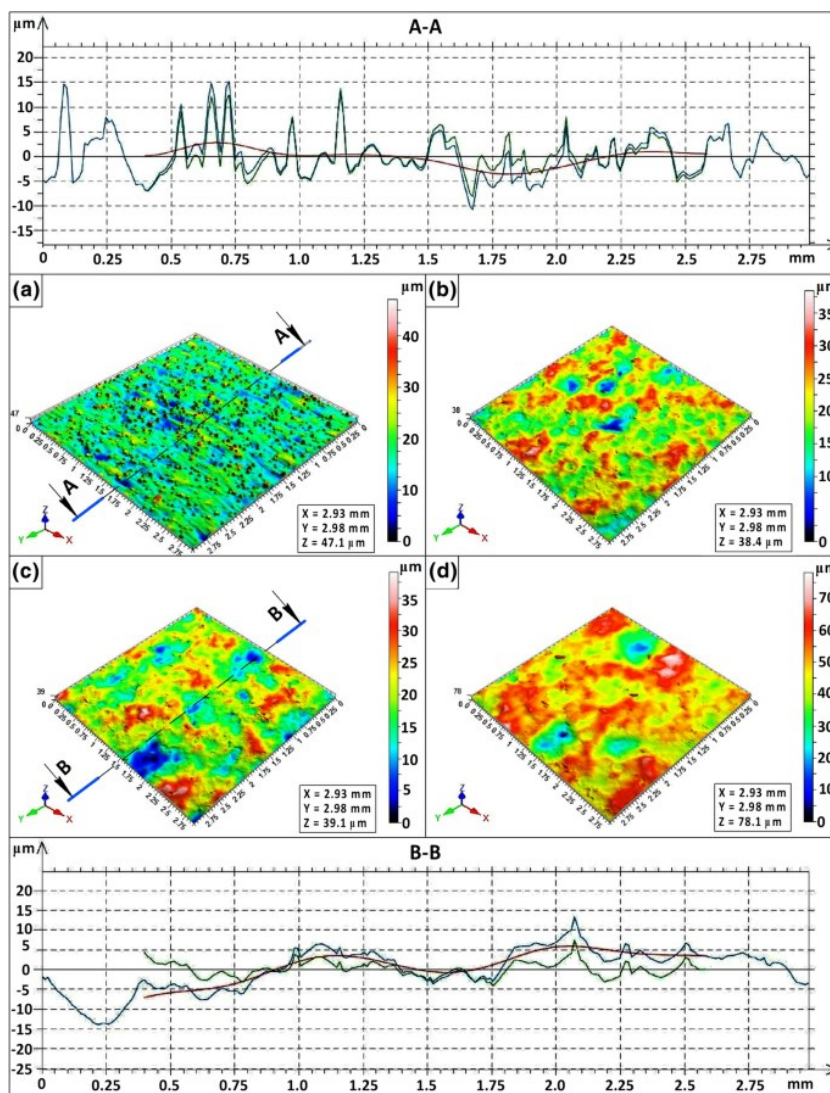


Figura 1.4- Effetti dello shot peening sulla morfologia superficiale di componenti in Inconel 718 in diverse condizioni: a) *as-built*; b) SP1; c) SP2; d) SP3 [10]

Processi come il *severe shot peening* (SSP), invece, producono tensioni residue di compressione con maggiore intensità e profondità rispetto al *peening* convenzionale, estendendosi fino a circa 200–300  $\mu\text{m}$  dalla superficie, come evidenziato da uno studio su acciaio inossidabile 316L di Gundgire et al. [11]. Inoltre, si può notare come questa tecnica apporti una maggiore affinazione della grana superficiale.

### 1.1.3.2 *Blasting*

Il processo di *blasting* si basa nella proiezione di un flusso di particelle abrasive in direzione della superficie del componente, al fine di: rimuovere particelle parzialmente fuse, residui di polvere sinterizzata e irregolarità superficiali tipiche dello stato *as-built*. Si possono ottenere delle varianti del processo a seconda del mezzo di abrasione impiegato, quali *shot blasting* o *sandblasting*. Analogamente a quanto avviene per lo *shot peening*, la variazione dei parametri di processo consente di ottenere effetti differenti sulla superficie trattata.

Nei componenti prodotti mediante PBF-LB/M, il *blasting* rappresenta una fase quasi obbligatoria di post-processing, finalizzata principalmente alla pulizia della superficie prima di ulteriori trattamenti o dell'impiego del componente. A differenza dello *shot peening*, esso non è concepito come trattamento di deformazione plastica controllata, bensì come processo di finitura superficiale a bassa energia, il cui effetto principale è la modifica della topografia della superficie esterna.

Nei processi *Electron Beam Powder Bed Fusion* (EB-PBF-EB/M), invece, il *blasting* è utilizzato per la rimozione del cosiddetto *powder cake*, ovvero lo strato di polvere parzialmente sinterizzata che circonda il componente al termine del processo di produzione, come riportato nello studio di Calignano et al. [12]. In tale studio sono stati trattati campioni sia AlSi10Mg che Ti6Al4V con diversi mezzi abrasivi e differenti parametri di processo.

La scelta del mezzo abrasivo risulta infatti un parametro di primaria importanza, in quanto a seconda del materiale scelto si possono ottenere effetti differenti. Le casistiche studiate sono:

- le microsferiche di **vetro**, caratterizzate da minore durezza e densità, producono un effetto più delicato, influenzando maggiormente la lega di alluminio rispetto alla lega di titanio.

- le microsfere di **zirconia**, più dure e dense, le quali producono una maggiore deformazione locale e una variazione topografica maggiore. Ad una pressione come 6 bar e per tempi più lunghi di 20 s, ad esempio, la zirconia può danneggiare la superficie del componente.
- L'utilizzo di miscele di abrasivi (**vetro + zirconia**) combina gli effetti ottenuti dai singoli mezzi abrasivi, permettendo di ottenere dei risultati controllati e moderati rispetto a quelli ottenuti in precedenza.

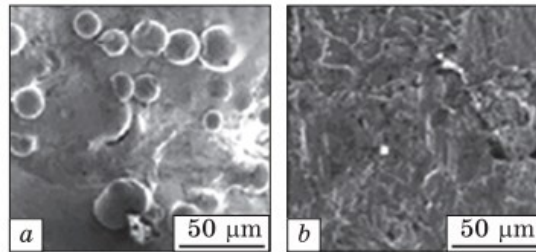
Uno studio di Bagehorn et al. [13] su componenti in Ti-6Al-4V mostrano, però, che rispetto ad altri processi quali fresatura, vibrofinitura o microlavorazioni, il *blasting* riduce in maniera molto meno marcata la rugosità superficiale, come mostrato in Tabella 1.1. In questo caso viene utilizzato corindone ( $Al_2O_3$ ) ad una pressione di 5 bar per 120s. Questo tipo di mezzo è soggetto alla presenza di spigoli vivi, i quali possono irruvidire la superficie, giustificando la riduzione meno marcata della rugosità rispetto ad altri trattamenti.

Tabella 1.1 - Variazione della rugosità in componenti in Ti-6Al-4V in diverse condizioni di trattamento superficiale

Surface condition	$R_a$ , $\mu m$	$R_z$ , $\mu m$	$R_t$ , $\mu m$
As-built	$17.9 \pm 2.0$	$121.9 \pm 12.6$	$141.7 \pm 11.7$
Milled	$0.3 \pm 0.1$	$1.9 \pm 0.8$	$2.9 \pm 1.5$
Blasted	$10.1 \pm 0.2$	$73.4 \pm 5.7$	$90.5 \pm 6.2$
Vibratory ground	$0.9 \pm 0.7$	$8.1 \pm 5.4$	$17.4 \pm 10.5$
Micro machined	$0.4 \pm 0.3$	$4.1 \pm 3.5$	$9.5 \pm 8.0$

Per quanto riguarda i componenti prodotti in Inconel 718 con PBF-L, trattati con allumina ad una pressione di 0,8 MPa, è stata osservata una riduzione della rugosità superficiale rispetto allo stato *as-built* moderata e non comparabile con gli effetti ottenuti mediante *shot peening* nello studio di Vasylyev et al. [14]. Allo stesso modo, lo stato tensionale di compressione indotto non raggiunge né i valori né la profondità di impatto che invece si otterrebbe dal *peening*. In Figura 1.5 è possibile notare la superficie nello stato *as-built* e la superficie trattata.

Sebbene sia limitata in questo senso, il *sandblasting* può comunque comportare un beneficio nella resistenza alla fatica meccanica, introducendo tensioni residue di compressione nella zona superficiale.



*Figura 1.5 - Superficie di un componente in Inconel 718 nello stato a) as-built e b) trattamento di sandblasting*

#### *1.1.3.3 Wet blasting*

Si pone attenzione adesso al processo di finitura superficiale meccanico scelto per trattare i componenti Inconel 718 trattati nel seguente lavoro di tesi.

Il processo di *wet blasting* si basa sull'azione di un getto costituito da una combinazione di particelle abrasive ed un liquido, generalmente acqua. Rispetto al processo a secco, la presenza di un liquido riduce notevolmente l'energia di impatto delle particelle, evitando possibili effetti negativi come la rimozione indesiderata di materiale della superficie del campione.

In Figura 1.6 viene riportato uno schema rappresentativo del processo in modo da poter visionare tutte le componenti coinvolte e la differenza dal processo *dry*.

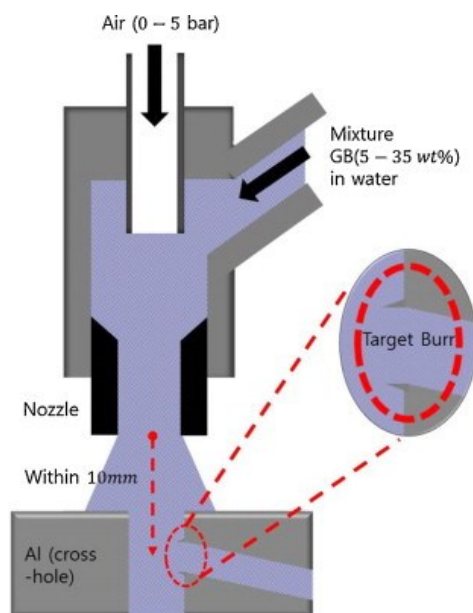


Figura 1.6 – Illustrazione rappresentativa del processo di wet blasting [15]

Tale tecnica è stata principalmente studiata per essere applicata su rivestimenti ceramici e utensili rivestiti, mentre per quanto riguarda l'applicazione su leghe a base di nichel non sono presenti studi in letteratura che ne possano descrivere il comportamento.

Studi come quelli condotti da Chen et al. [16] sull'applicazione del *wet blasting* su utensili da taglio rivestiti da strati ceramici evidenziano come siano fondamentali i parametri di processo per ottenere l'effetto maggiormente desiderato. Tali parametri possono essere: la pressione di blasting, il tipo e la dimensione dell'abrasivo, il tempo di esposizione al mezzo e l'angolo di incidenza del getto.

Da un punto di vista meccanico, l'azione del *wet blasting* produce una deformazione plastica a bassa energia, portando a possibili chiusure di micro-cricche preesistenti o alla rimozione di asperità superficiali. La modifica della topografia superficiale è sicuramente di entità inferiore rispetto alla variante a secco del processo, come anche la modifica degli stati di tensione residua superficiale.

Al termine della panoramica effettuata, la Tabella 1.2 riporta un confronto qualitativo tra le principali tecniche di finitura meccaniche analizzate nel capitolo.

Tabella 1.2- Confronto qualitativo delle tecniche di finitura superficiale meccaniche per componenti AM

Tecnica	Riduzione rugosità	Stato tensionale compressivo indotto	Applicabilità a geometrie complesse
Finish machining	++++	–	---
Vibratory machining	+	-	+++
Drag finishing	+	+	+++
Stream finishing	+++	++	+++
Centrifugal finishing	++	+	++
HE Centrifugal barrel	++++	+++	+
Rotary Ultrasonic Machining	++++	-	---
Ultrasonic Nano-crystal Surface Modification	+++	++++	---
Peening	--	++++	+
Blasting	-	++	-

++++ molto elevato +++ elevato ++ alto + medio – basso – molto basso --- molto limitato

## 1.2 Studio delle tensioni residue nei componenti prodotti mediante Additive Manufacturing

Le tensioni residue sono tensioni auto bilanciate, non omogenee, presenti all'interno di un componente in assenza di carichi meccanici applicati o gradienti termici. Derivano dal processo di produzione del materiale, da eventuali lavorazioni meccaniche, trasformazioni microstrutturali o trattamenti termici che esso ha subito [17].

Esse vengono classificate in base alla scala spaziale entro cui lo stato tensionale si sviluppa e si equilibra.

- Le tensioni residue del primo tipo si sviluppano su scala macroscopica, si distribuiscono su dimensioni comparabili a quelle dell'intero componente e risultano auto-equilibrate all'interno del corpo.
- Le tensioni residue del secondo tipo si sviluppano su scala microscopica, ovvero su scala del singolo grano e si auto-equilibrano nell'intorno dei grani adiacenti.
- Le tensioni residue del terzo tipo si sviluppano su scala sub-micrometrica, ovvero scala atomica (diversi atomi all'interno del grano) e sono equilibrate all'interno del grano stesso. Sono tensioni dovute principalmente alla natura imperfetta del reticolo cristallino.

I componenti prodotti in Inconel 718 sono spesso utilizzati in applicazioni dove la resistenza a fatica è un aspetto di notevole importanza. Avere valori elevati di tale resistenza permette di ottenere un materiale in grado di sopportare carichi ciclici ripetuti nel tempo. Introdurre uno stato di tensione residua di compressione permette di controllare la posizione dell'innesco di una cricca e di rallentare la sua propagazione [18], [19].

Lo studio delle tensioni residue nello stato *as-built* è, perciò, di fondamentale importanza per comprendere come le tecniche di finitura superficiale meccanica descritte nei paragrafi precedenti vadano a modificare il comportamento dei componenti trattati.

Particolare attenzione è rivolta all'analisi dei risultati ottenuti con le principali tecniche utilizzate per la misura delle tensioni, quali:

- Hole-drilling;
- Diffrazione di raggi X (XRD).

Tecniche quali l'analisi *Electron Backscatter Diffraction* (EBSD) e l'indentazione strumentata permettono invece di indagare rispettivamente su:

- l'orientazione preferenziale (texturing) della microstruttura alla superficie e possibili alterazioni microstrutturali,
- l'entità della deformazione plastica locale,
- la densità delle dislocazioni,
- la variazione delle proprietà meccaniche locali;

offrendo quindi una visione più completa di ciò che accade nei componenti AM.

### 1.2.1 Studio dei componenti in Inconel 718 nella condizione *as-built*

La condizione *as-built* dei componenti in Inconel 718 prodotti mediante PBF-LB/M è caratterizzata dalla presenza di una rugosità superficiale elevata e da significativi stati di tensione residua, generati durante il processo di fabbricazione. L'origine di tali effetti è strettamente legata alla natura termica e stratificata del processo PBF-LB/M, che comporta cicli di fusione e solidificazione, accompagnati da elevati gradienti di temperatura e da vincoli meccanici imposti sia dal materiale sottostante una volta depositato e sia dalla piastra di costruzione [20]. Inoltre, anche un cambiamento di fase, per alcune tipologie di materiali, può portare al cambiamento e allo sviluppo di stati di tensione differenti [11]. Come poi approfondito in questa sezione, si ottengono principalmente tensioni residue di

trazione in superficie e di compressione negli strati immediatamente sottostanti nei componenti prodotti mediante PBF-LB/M.

I parametri di processo come potenza laser e velocità di scansione permettono di ottenere componenti con effetti finali diversi. La combinazione e la scelta delle condizioni migliori può ottimizzare la combinazione di rugosità superficiale, tensione residua superficiale e microstruttura, come riportato nello studio di Balbaa et al. [21]. In Figura 1.7 si può notare come la rugosità superficiale tenda a diminuire con l'aumentare della potenza laser, fino a risultare costante mentre aumenta con l'aumentare della velocità di scansione. Interessante è vedere come anche l'*hatch spacing*, riportato sempre in Figura 1.7 (nei valori di 0.08-0.1-0.12 mm), influisca anch'esso nei valori di rugosità superficiale.

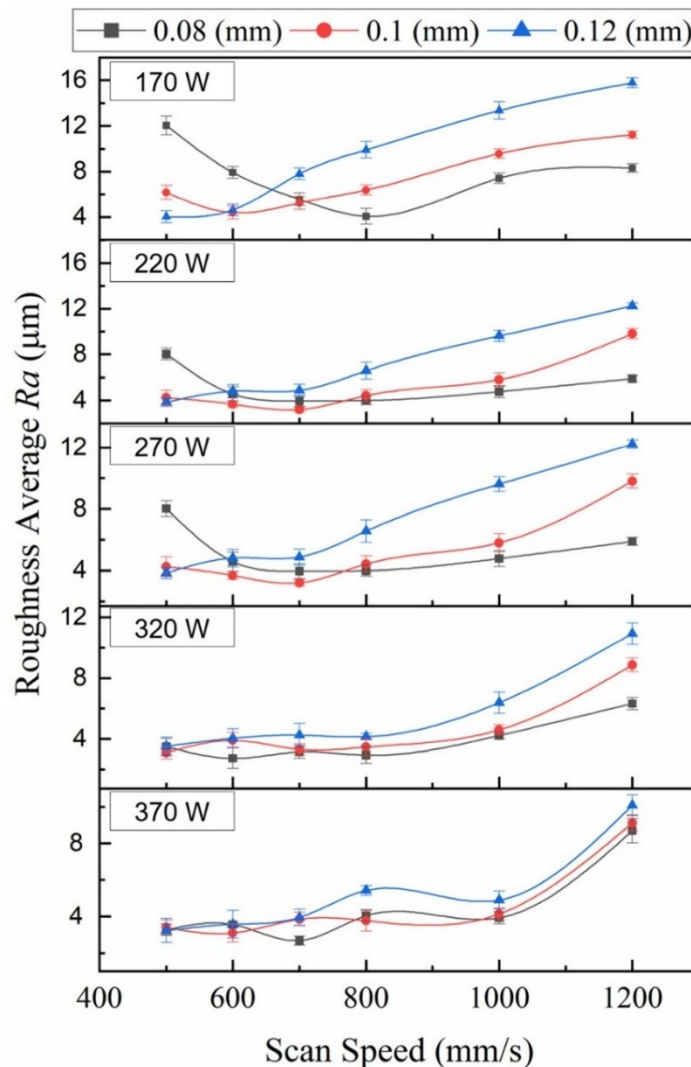


Figura 1.7- Variazione della rugosità superficiale Ra al variare dei parametri di processo PBF-LB/M [21]

Differente è invece la tendenza evidenziata dalle analisi delle tensioni residue superficiali, misurate tramite tecnica *X-ray Diffraction* (XRD) con una profondità di penetrazione di 5  $\mu\text{m}$  ed una sorgente di radiazioni Co-K $\alpha$  con collimatore da 1mm. Tutte le tensioni misurate sono di trazione e non sembra esserci alcuna correlazione al variare dei parametri presi in considerazione precedentemente, come mostrato in Figura 1.8. La principale causa e natura di tali tensioni è unicamente di natura termica, in quanto per materiali come Inconel 718 non si ha alcun cambiamento di fase.

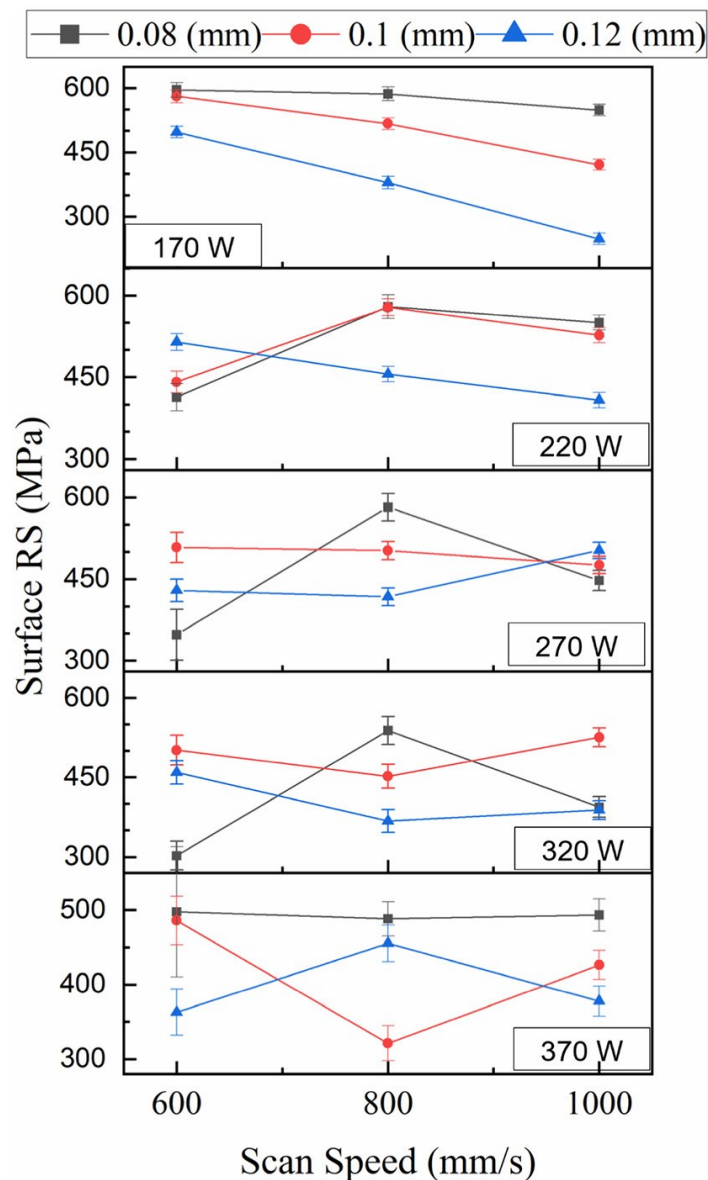


Figura 1.8 - Variazione dei valori di RS superficiale al variare dei parametri di processo PBF-L

[21]

Per quanto riguarda la microstruttura:

- si ottiene una struttura dendritica colonnare, la quale può essere più fine o a grani misti in base alla velocità di scansione applicata al processo;
- l'*hatch spacing* influisce sulla direzione del fronte di solidificazione, generando un cambiamento nella direzionalità delle dendriti.

Nello studio di Schroder et al. [22] esamina, oltre ai parametri di processo prima esposti, come la strategia di scansione e la geometria del campione influisce sui risultati. Tramite una combinazione di analisi XRD superficiale in laboratorio (calcolando le tensioni residue tramite metodo  $\sin^2\psi$ ), con sincrotrone e con neutroni si ottiene una panoramica completa degli stati tensionali dalla superficie al bulk del materiale, raggiungendo una profondità dell'ordine di circa 6 mm. In particolare, lo studio confronta un campione realizzato con linee di scansione parallele ai bordi con un campione prodotto adottando una strategia di scansione ruotata di  $45^\circ$ , visibile in Figura 1.9.

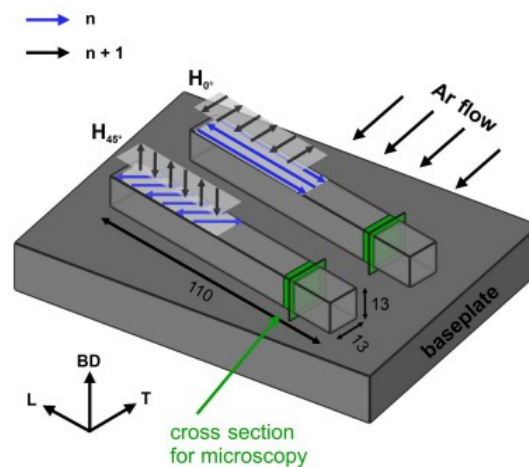


Figura 1.9- Campioni in Inconel 718 ottenuti per strategie di scansione differenti [22]

I risultati, in Figura 1.10, mostrano come le tensioni residue misurate in prossimità della superficie presentino valori inferiori rispetto allo strato subsuperficiale, nel quale poi si raggiunge successivamente un plateau. Questo fenomeno è attribuito ad un rilassamento locale dello stato tensionale tipico dei processi PBF-LB/M e ai possibili vincoli meccanici dovuti dal distacco del componente dalla piastra di costruzione, maggiormente visibili sulla

*down skin*. Sebbene si abbia una diversa strategia di scansione, lo stress medio che viene raggiunto nella zona di plateau è simile in entrambi i campioni.

Dalle ulteriori prove, soprattutto di diffrazione tramite i neutroni, si può avere un quadro completo dello stato tensionale di tutto il componente. Dallo studio risulta che lo stato di tensione di trazione superficiale viene equilibrato o da uno strato compressivo presente nel bulk o comunque di natura più complessa. Le misure XRD in laboratorio mostrano, infatti, solo informazioni degli strati più esterni del componente.

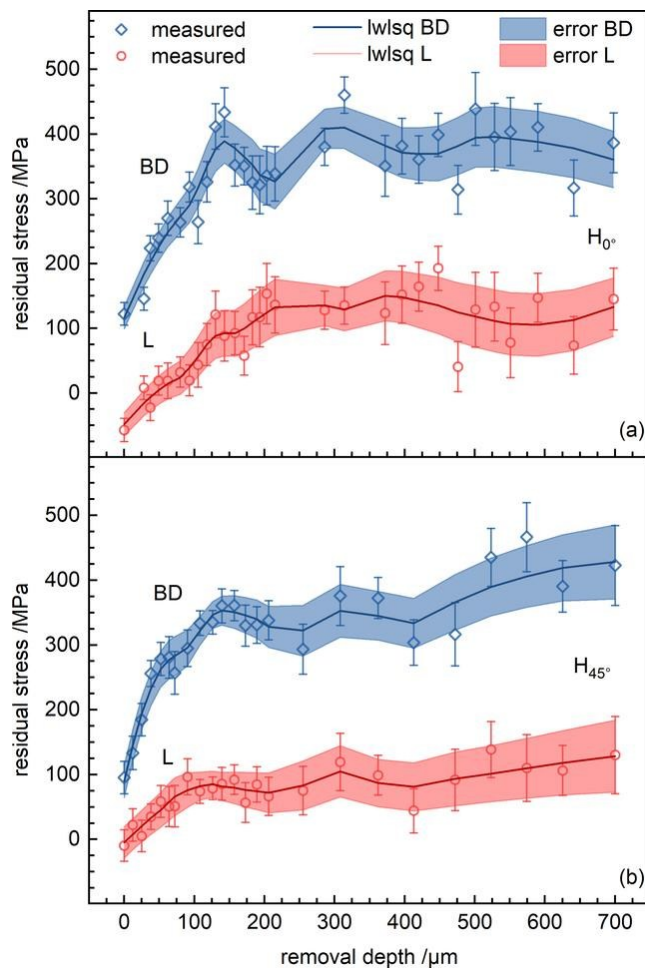


Figura 1.10 - Misure di tensione residuo per i due campioni con diverse strategie di scansione e lungo due diverse direzioni [22]

Nello studio realizzato da Serrano-Munoz et al. [23] su Inconel 718 sono stati studiati l'effetto dell'angolo di rotazione del pattern di scansione ( $90^\circ$  vs  $67^\circ$ ) e della lunghezza dei vettori di scansione sulle tensioni residue. Viene riportato come i campioni con vettori di

scansione lunghi portano a stati di tensione residua con valori più elevati. Le misure sono state condotte tramite XRD impiegando il metodo del  $\sin^2 \psi$  con sorgente  $MnK\alpha$  e una profondità di penetrazione di 5  $\mu m$ . La rotazione della scansione di  $90^\circ$  induce valori di tensione più elevati rispetto a quelli risultanti dall'angolo di scansione a  $67^\circ$ , in quanto quest'ultima indurrebbe una migliore redistribuzione del flusso di calore e degli stress interni rispetto all'alternanza di  $90^\circ$ , che si ripete più velocemente.

## 1.2.2 Tecniche di misura delle tensioni residue

### 1.2.2.1 *Hole drilling*

Il metodo *Hole-Drilling* si basa sul principio del rilassamento elastico. La realizzazione di un foro di piccole dimensioni sulla superficie del componente da studiare produce una redistribuzione locale delle tensioni residue, generando deformazioni elastiche che possono poi essere misurate. Tali deformazioni vengono rilevate mediante una rosetta estensimetrica applicata in prossimità della zona di foratura. La rosetta consente la misura delle deformazioni lungo direzioni differenti e permette di ricostruire lo stato di deformazione nel punto di interesse. La configurazione più comune prevede una rosetta a tre griglie, orientate a  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  e  $90^\circ$  rispetto a una direzione di riferimento, che forniscono tre valori di deformazione indipendenti.

Assumendo un comportamento elastico lineare del materiale, le deformazioni misurate possono essere correlate allo stato di tensione piano mediante le relazioni di elasticità.

Nello studio di Banderas-Hernandez et al. [24] sono riportati i risultati delle misurazioni effettuate mediante questo metodo su campioni Inconel 718 con un diametro del foro di 1,6 mm e una profondità di 1 mm, visibili in Figura 1.11. È possibile vedere (Figura a) come le tensioni residue siano prevalentemente di trazione nel componente nello stato *as-built*, il che è conforme ai risultati descritti nel paragrafo precedente. Differente è il comportamento a seguito di un trattamento termico (HT) o dopo trattamento superficiale di *Laser Shock Peening* (LSP).

I campioni che vengono sottoposti al trattamento termico di distensione mostrano un profilo delle tensioni residue di trazione superficiale notevolmente ridotto rispetto al campione non trattato.

Con l'applicazione del *Laser Shock Peening* la situazione cambia completamente. Il profilo di tensione residua non rivela stati di trazione, ma tensioni residue di compressione con intensità massima a circa 0.7 mm di profondità dalla superficie. Come dimostrato nello studio stesso, tale profilo di tensione residua, concorre all'incremento delle proprietà meccaniche e della vita a fatica.

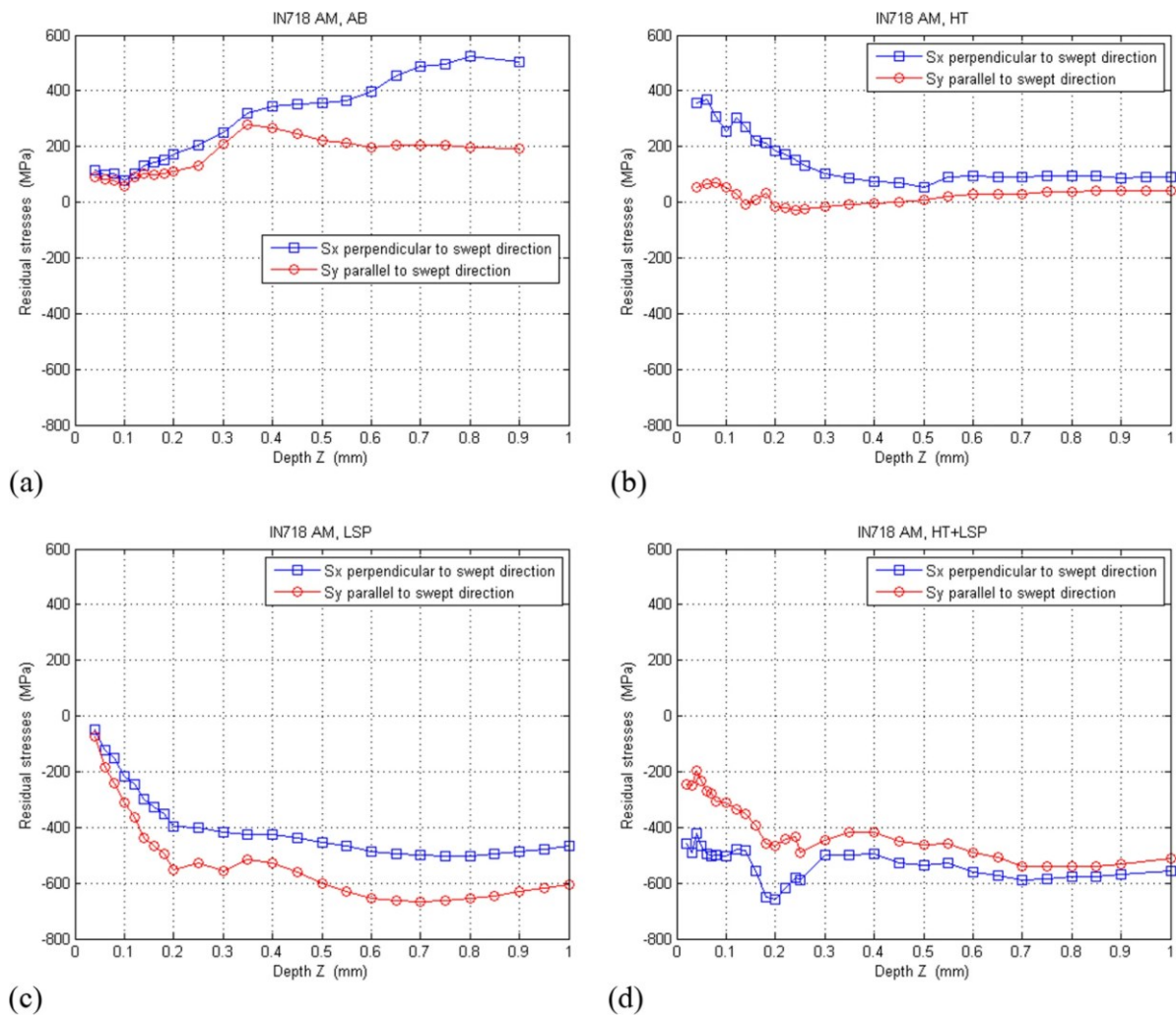


Figura 1.11- Variazione degli stress residui su campioni Inconel 718 in diverse condizioni: a) as-built; b) HT; c) LSP; d) HT + LSP [24]

Sebbene la tecnica *Hole-drilling* permetta di ottenere i profili di tensione residua in funzione della profondità, essa è distruttiva. Questo costituisce uno dei motivi principali per cui vengono utilizzate tecniche non-distruttive che sfruttano meccanismi di diffrazione, come la diffrazione di raggi X.

### 1.2.2.2 Diffrazione di raggi X (XRD)

#### 1.2.2.2.1 Inconel 718

La diffrazione di raggi X (XRD) si basa sull'interazione tra un fascio di raggi X monocromatico e il reticolo cristallino del materiale, dando origine a fenomeni di diffrazione su piani atomici paralleli. Se le distanze tra questi piani soddisfano la legge di Bragg, allora si generano dei picchi ben distinti che possono essere rilevati.

Si ottiene un diffrattogramma, dove viene espressa l'intensità al variare dell'angolo di diffrazione  $2\theta$ . Tra i fattori che possono far deviare dall'idealità il pattern di diffrazione di un reticolo cristallino vi sono le tensioni residue. L'effetto delle tensioni residue causa in un diffrattogramma lo spostamento del picco relativo ad un piano di diffrazione, alterando l'angolo  $2\theta$ . Infatti, in caso di sollecitazione, la distanza tra i piani cristallografici aumenta o diminuisce in base al tipo di sollecitazione a cui è soggetto: trazione o compressione.

Nello studio di Lesyk et al. [10], sono stati analizzati i picchi prima e dopo il trattamento di *shot peening* con sfere di acciaio di superfici in Inconel 718, trattate variando la pressione di trattamento:

- SP1= 0.4 MPa
- SP2= 0.5 MPa
- SP3=0.6 MPa

Per 60s.

Lo studio delle sollecitazioni residue è stato effettuato in base ad uno spostamento del picco massimo di diffrazione (311) del campione trattato superficialmente rispetto al campione non trattato.

In Figura 1.12 vengono riportati i diffrattogrammi ottenuti nello stato *as-built* e a seguito del trattamento di *shot peening* in condizione SP2. Lo spostamento dei picchi è alla base per poter calcolare le sollecitazioni introdotte dal trattamento, infatti, uno scostamento dei picchi verso angoli di diffrazione inferiori, soprattutto formate dalla matrice  $\gamma$ , determina una sollecitazione di compressione.

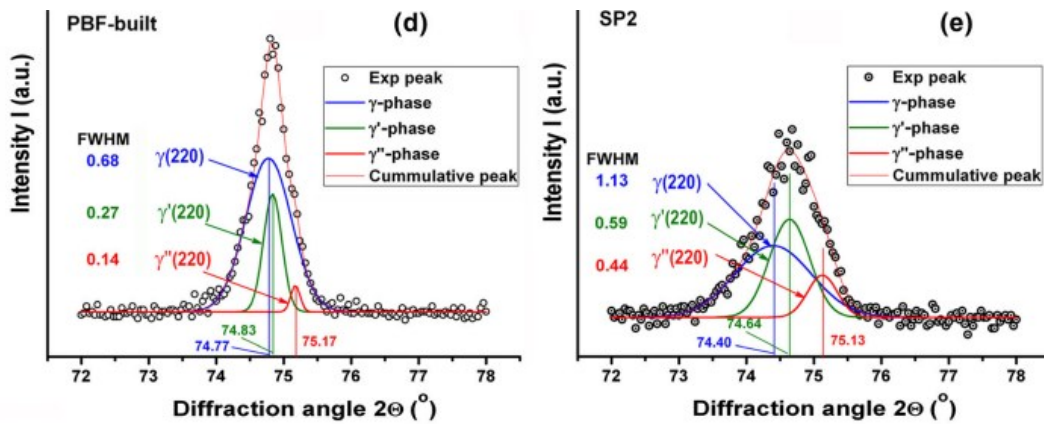


Figura 1.12- Picco di diffrazione del piano (220) in superlega Inconel 718 nello stato: d) as-built; e) shot peened per 60s con pressione di 0.5 MPa [10]

L'allargamento dei picchi di diffrazione (broadening) tra lo stato iniziale e quello trattato, è misurabile mediante il parametro *Full Width at Half Maximum* (FWHM). Tale parametro costituisce un forte indicatore sull'incremento della deformazione plastica che avviene sulla superficie.

L'incremento della FWHM viene utilizzato in questo studio per analizzare la variazione delle dimensioni dei cristalliti e delle microdeformazioni reticolari mediante l'equazione di Scherrer (1.1):

$$\beta = \left( \frac{K\lambda}{D \cos \theta} \right) + \eta \tan \theta \quad (1.1)$$

dove D è la dimensione del grano, K è una costante pari a 0.9,  $\lambda$  è la lunghezza d'onda della radiazione a raggi X espressa in nm,  $\theta$  è l'angolo di diffrazione,  $\eta$  è correlato alle microdeformazioni reticolari e  $\beta$  è l'allargamento fisico del picco espresso in radianti.

Tramite tali analisi è scaturito che la dimensione media dei cristalliti della fase  $\gamma$  risulta pari a circa 0.5  $\mu\text{m}$  nella condizione *as-built*, mentre dopo *shot peening* i valori si sono ridotti fino ad arrivare ad una dimensione di 100 e 230 nm, in base alla pressione di trattamento applicata.

Un metodo quantitativo ampiamente utilizzato per la misura delle tensioni residue mediante XRD è il metodo  $\sin^2\psi$ . Esso si basa sulla misura della variazione della distanza interplanare al variare dell'angolo di inclinazione  $\psi$  del campione rispetto alla direzione del

fascio incidente. Tale metodo è stato utilizzato nello studio di Lesyk et al. [25] per valutare lo stato tensionale di campioni in Inconel 718 nella condizione *as-built* e dopo differenti trattamenti meccanici superficiali quali: *Barrel Finishing (BF)*, *Shot Peening (SP)*, *Ultrasonic Shot Peening (USP)* e *Ultrasonic Impact Treatment (UIT)*. La procedura di preparazione delle superfici è fondamentale per misurare correttamente le tensioni residue del materiale e non introdurne di ulteriori. In particolar modo, le modalità con cui si effettua lo scavo per analizzare strati via via più profondi non possono essere di tipo meccanico. Processi di lucidatura elettrolitica permettono di analizzare il campione in profondità, senza apportare alcuna modifica tensionale al campione stesso.

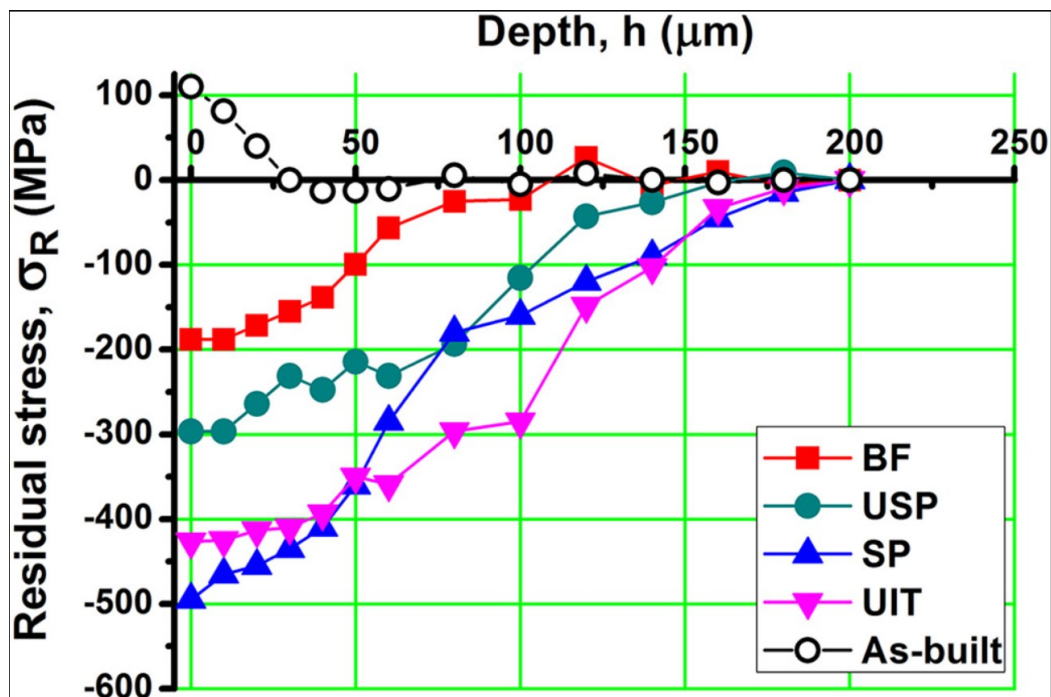


Figura 1.13- Analisi dello stress residuo in funzione della profondità per campioni Inconel 718 in diverse condizioni [25]

Interessante è notare come ogni tecnica di finitura superficiale abbia apportato tensioni residue di compressione con profili e valori differenti. Il BF si basa su collisioni multiple a bassa energia e quindi ne conseguono valori di compressione bassi. Si ha invece un incremento maggiore sui valori di stress residuo per quanto riguarda USP e UIT. La tecnica di *shot peening* provoca un picco di compressione superficiale maggiore rispetto alle altre tecniche ed uno spessore dello strato compresso di circa 180  $\mu\text{m}$ . Insieme alla tecnica UIT,

costituisce la tecnica con una deformazione e un impatto maggiore in profondità del campione.

Questo studio evidenzia l'efficacia dell'azione combinata di lucidatura elettrolitica e XRD nella costruzione del profilo di tensione residua con un passo molto fine ( $\sim 10\text{-}20\ \mu\text{m}$ ). La letteratura in merito allo studio delle tensioni residue su componenti in Inconel 718 prodotti mediante PBF-LB/M si limita a trattare le tecniche superficiali sopra proposte. Nella sezione successiva verranno illustrati brevemente i risultati di profili di tensione residua su campioni differenti trattati con *wet blasting* o *wet peening*. Questa panoramica permette di avere una base di confronto con i risultati ottenuti durante il lavoro di tesi.

#### 1.2.2.2.2 Wet blasting/wet shot peening

In primo luogo, è utile sottolineare come i processi di *dry shot peening* e *dry shot blasting* influenzino lo stato di tensione residua nei materiali trattati in maniera differente da quelli wet. L'assenza di liquido, infatti, produce un'energia di impatto delle sfere sulla superficie superiore che viene trasferita negli strati sottostanti.

Uno studio inerente all'applicazione del *bead blasting* svolto da Rifat et al. [26], utilizzando un mezzo metallico, in componenti in Ti-6Al-4V ottenuti tramite EBM evidenzia come l'impatto delle particelle produca un effetto differente in base alle caratteristiche superficiali della zona in cui avviene tale impatto. Lo studio in questione ne simula il meccanismo.

La Figura 1.14 mostra la simulazione della distribuzione degli stress residui a seguito dell'impatto di una singola particella. Nei casi (a) e (b), l'impatto avviene in condizioni non ideali, ad esempio su superfici irregolari o con un angolo di incidenza non perfettamente normale. In queste condizioni, la deformazione plastica risulta fortemente asimmetrica e parte dell'energia di impatto viene dissipata lateralmente, limitando la profondità dello strato influenzato. Nel caso (c), invece, l'impatto è pressoché perpendicolare alla superficie e il contatto tra la particella e il materiale risulta più simmetrico. La deformazione plastica si distribuisce in modo più uniforme attorno al punto di impatto e si estende più profondamente nello strato sub-superficiale. Questo comportamento favorisce la formazione di uno strato compressivo più profondo e uniforme.

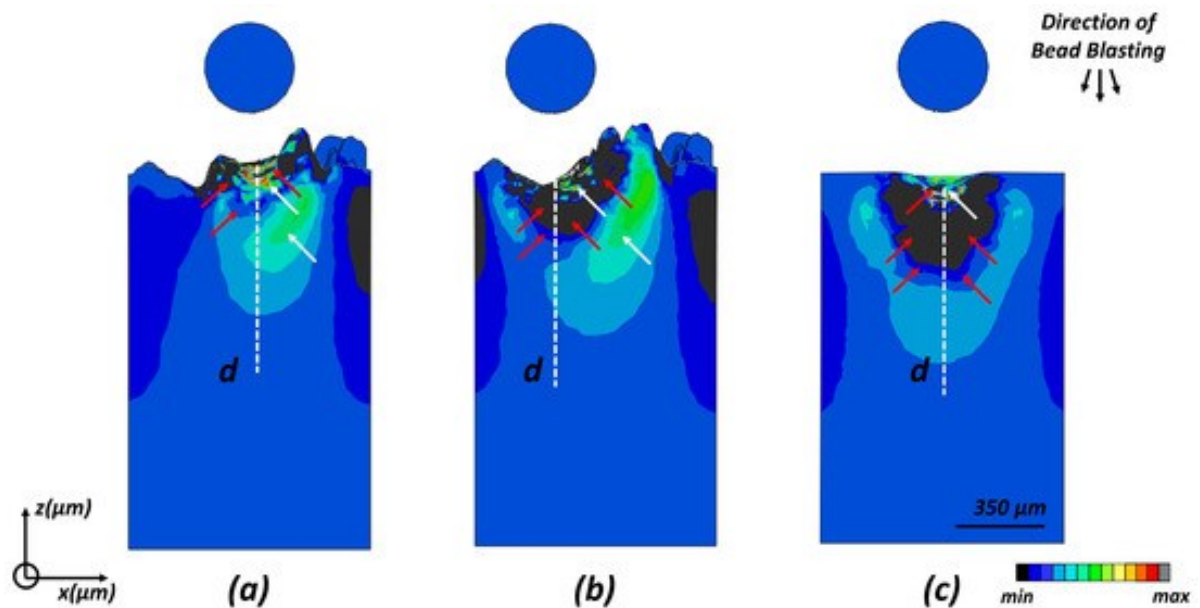


Figura 1.14- Profilo di stress residuo simulato a seguito dell'impatto in tre diverse tipologie di superfici [26]

Questo studio evidenzia come, non solo le condizioni di trattamento ma anche la morfologia originaria della superficie trattata generino comportamenti differenti, rendendo quindi impossibile generalizzare il comportamento di un materiale ad un trattamento superficiale.

I processi di *wet blasting*, grazie alla presenza del mezzo liquido, consentono di modulare l'energia di impatto delle particelle, limitando anche eventuali rimozioni indesiderate di materiale dalla superficie del campione trattato o eventuali microcricche. Questi trattamenti possono introdurre tensioni residue di compressione meno significative, dipendenti sempre dal tipo di mezzo utilizzato e dai parametri di processo scelti.

Nello studio di Yang et al. [27] sul *wet shot peening* (WP) e *dry shot peening* (SP) di leghe di titanio Ti-6Al-4V, mostra proprio la differenza dei due processi. Il processo a secco (SP), oltre ad introdurre uno strato compressivo di maggiore intensità e più profondo, incrementa la rugosità superficiale rispetto al processo in umido (WP), modificando la topografia superficiale. Una possibile criticità è legata alla presenza di vaiolature o distacchi locali a seguito dell'impatto delle particelle. La diversa qualità superficiale finale del componente può influenzare la resistenza a fatica tra i campioni SP e WP, con effetti evidenti nel regime di fatica a basso numero di cicli.

Una superficie più uniforme, ottenuta con WP, riduce i punti di concentrazione degli sforzi, spostando la zona sensibile all'innesco delle cricche nello strato sub-superficiale e aumentando di fatto la vita a fatica.

I profili di tensione residua, riportati in Figura 1.15, sono comunque influenzati dalla pressione di impatto delle sfere sulla superficie. È possibile notare come all'aumentare dell'intensità di pallinatura, misurata tramite la scala Almen, aumenti anche l'entità della compressione, spostandone il picco massimo a profondità crescenti.

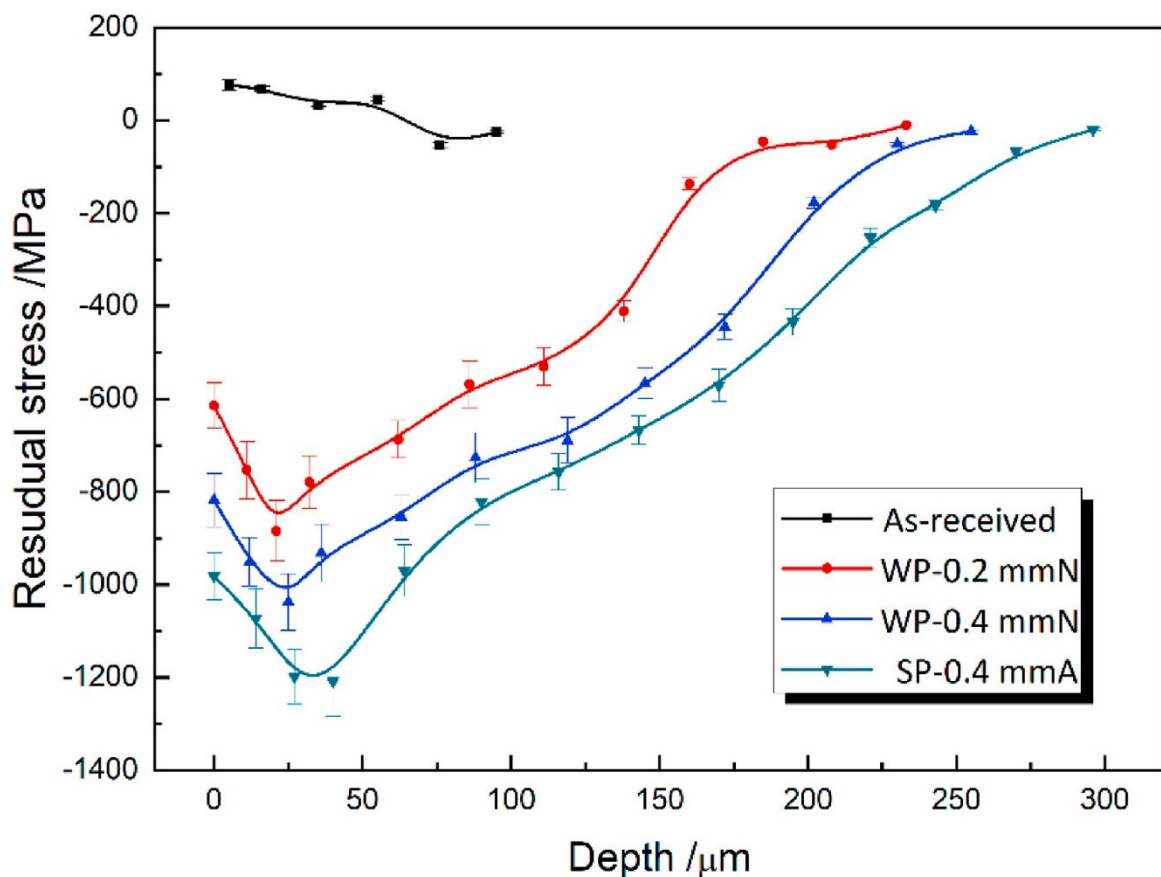


Figura 1.15- Analisi stress residui in funzione della profondità su componenti in Ti-6Al-4V [27]

Sebbene non ci siano studi sul comportamento delle superleghe di nichel trattate mediante *wet blasting*, è possibile comunque notare dallo studio precedente su utensili da taglio, come ci sia una correlazione tra aumento della pressione di pallinatura e lo stato tensionale [16]. All'aumentare della pressione, generalmente, lo stato compressivo è più profondo e con un'intensità maggiore.

### 1.2.3 Ruolo delle misure EBSD e di durezza nello studio dei trattamenti superficiali meccanici

Le tecniche di *Electron Backscatter Diffraction* (EBSD) e le misure di indentazione sono spesso utilizzate per analizzare l'evoluzione microstrutturale dello strato superficiale e come ne vengano influenzate le proprietà meccaniche.

Le analisi EBSD sono utilizzate per caratterizzare le variazioni di orientazione cristallografica e per identificare le zone con una maggiore distorsione del reticolo cristallino. In particolar modo, il parametro *Kernel Average Misorientation* (KAM) è spesso utilizzato come indicatore qualitativo della deformazione plastica indotta. I valori assunti in determinate zone del materiale indicano se la zona del campione presa in esame è stata influenzata dal trattamento di finitura superficiale o meno. Si ottengono, infatti, valori più elevati in prossimità della superficie e valori decrescenti verso il *bulk*, ovvero dove il materiale non viene più influenzato dal trattamento. Per quanto riguarda le analisi di durezza, si nota come gli effetti dei trattamenti superficiali ad impatto siano generalmente localizzati e dell'ordine di decine di  $\mu\text{m}$ ; micro e nanoindentazione sono le modalità di analisi sensibili a tali entità di alterazione microstrutturale.

In uno studio condotto da Ardi et al. [28] su superlega Inconel 718 ottenuta da processo PBF-LB/M viene analizzata la microstruttura tramite un microscopio elettronico a scansione a emissione di campo (FESEM) dotato di rivelatore EBSD. Nella Figura 1.16, dall'*inverse pole figure* (IPF), non si osservano significativi effetti di orientazioni cristallografiche principali (*texturing*) nel materiale allo stato *as-built*. La strategia di scansione adottata dagli autori impedisce la crescita direzionale delle dendriti colonnari e portando ad una sostanziale anisotropia cristallografica.

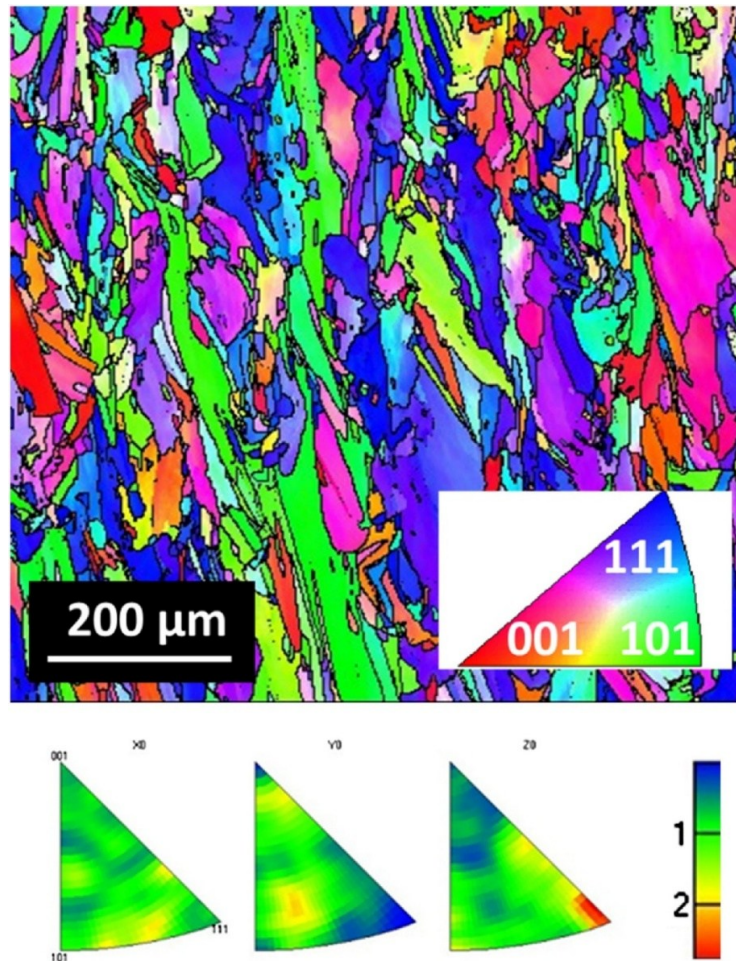


Figura 1.16- Figura del polo inverso del campione in Inconel 718 nello stato as-built

I trattamenti successivi che vengono analizzati, come trattamenti termici (HP), *hot isostatic pressing* (HIP) o di *shot peening* non alterano complessivamente la texture globale, ma impattano sulla grandezza dei grani, portando ad un raffinamento dovuto a deformazione plastica del materiale.

Lo studio precedente di Serrano-Munoz et al. [23], correla efficacemente l'effetto della strategia di crescita sulla microstruttura finale. La strategia di scansione alternata ( $90^\circ$ ) produce grani colonnari con una leggera texturizzazione nel caso dell'utilizzo di vettori di scansione corti (S). Nel caso di vettori di scansione più lunghi (L), è possibile vedere una dimensione dei grani più piccola e una maggiore variazione dell'orientamento dei grani adiacenti. Con la strategia di scansione di rotazione a  $67^\circ$  (Rot) si ottengono grani allungati con crescita epitassiale.

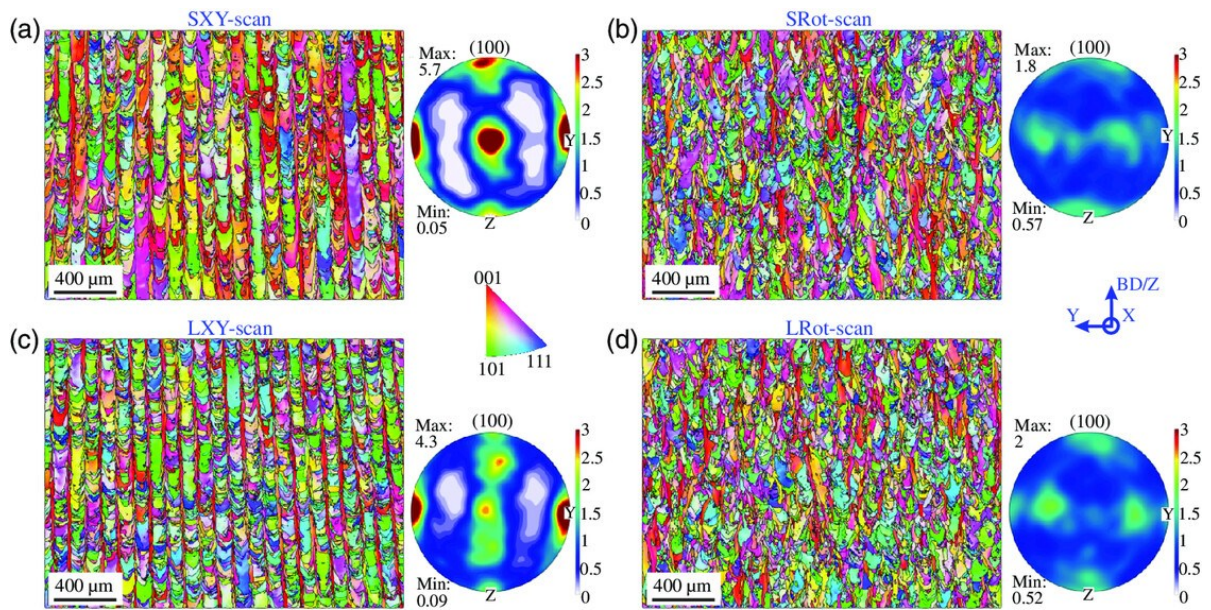


Figura 1.17- Mappa di orientamento EBSD con colorazione della inverse polve figure per i campioni Inconel 718 con due diverse strategie e lunghezze dei vettori di scansione [23]

Le mappe di KAM, come già anticipato, vengono utilizzate per valutare la distribuzione della deformazione plastica locale e come indicatore sulla variazione della densità di dislocazioni. In Figura 1.18, più precisamente nell'immagine a), la quale descrive il campione in Inconel 718 nello stato *as-built*, si può notare come i valori KAM siano relativamente elevati e distribuiti nel bulk del materiale. Tale comportamento è riconducibile agli elevati gradienti termici e ai rapidi cicli di solidificazione del processo PBF-LB/M, i quali portano maggiore segregazione di elementi in lega che originano fasi di Laves di dimensioni fini e localizzate nelle zone interdendritiche [29]. Inoltre, essendo la matrice priva di fasi rinforzanti come  $\gamma'/\gamma''$ , presenta un'elevata densità di dislocazioni. Differente è il comportamento dei campioni sottoposti a trattamenti termici (Figura 1.17 b,c), i quali evidenziano un abbassamento dei valori KAM dovuti al meccanismo di rilassamento delle dislocazioni. Sicuramente più interessante da commentare è il caso in Figura 1.17 d, ovvero il materiale sottoposto a *shot peening*. In queste condizioni, si ha un elevato incremento delle differenze di orientazione cristallografica locali in prossimità della superficie, mentre il bulk ha valori inferiori. Tale incremento evidenzia la presenza di un incrudimento superficiale a seguito del trattamento e quindi ad un incremento delle tensioni residue di compressione. Inoltre, la profondità della zona caratterizzata da valori elevati di

KAM risulta confrontabile con la profondità dello strato a tensioni residue compressive misurato mediante XRD nello stesso studio.

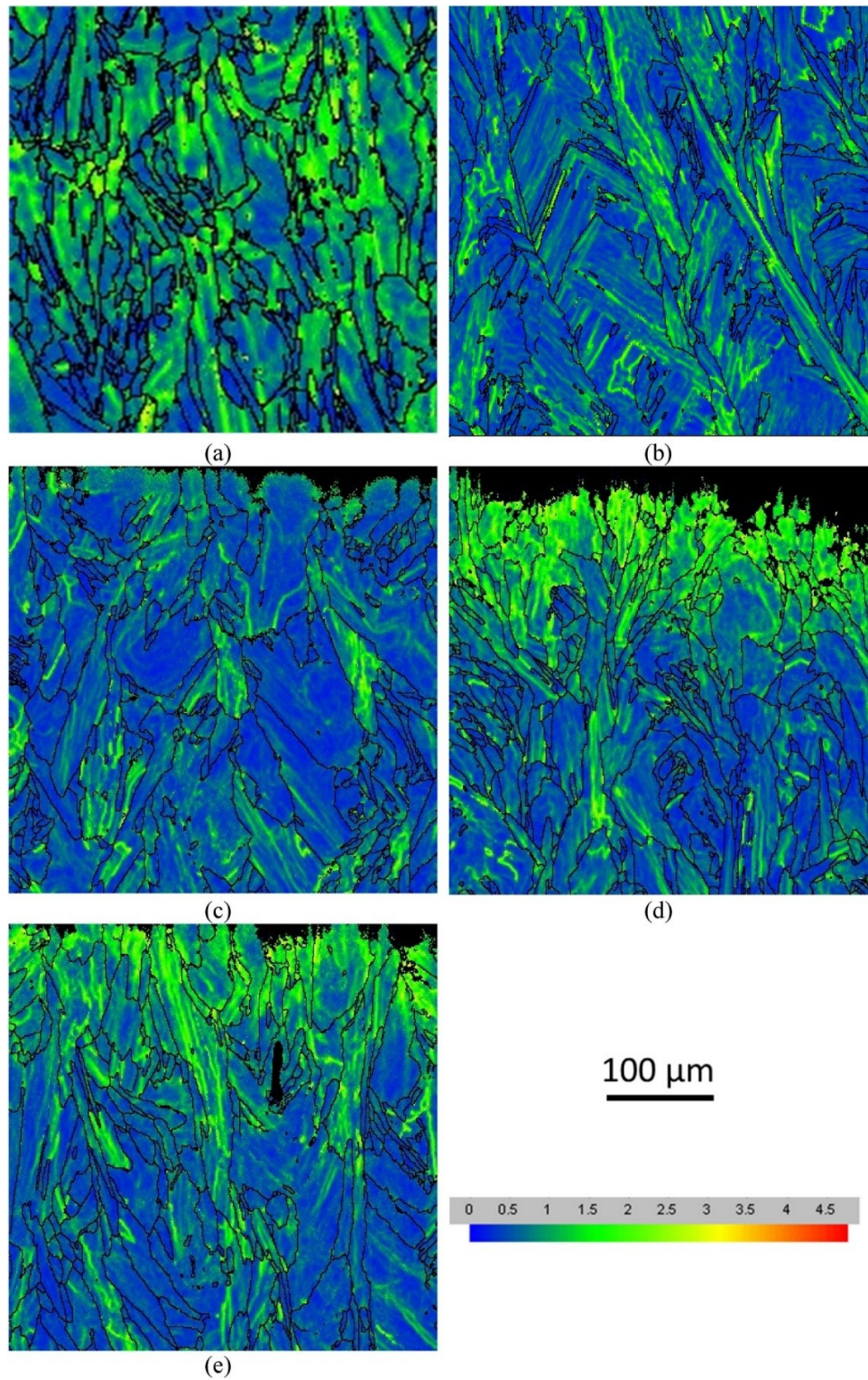


Figura 1.18- Mappe KAM dei campioni in Inconel 718 trattati in diverse condizioni: a) as-built b) H c) H+HIP d) H+SP e) H+HIP+SP [28]

In merito alla durezza e in particolar modo alle analisi di microdurezza, studiare un campione Inconel 718 sottoposto a *shot peening* con diverse pressioni di trattamento può essere utile a capirne gli effetti [10]. Si nota infatti, come l'incremento della pressione di trattamento porti ad ottenere un indurimento superficiale sempre maggiore, indice di un aumento della densità delle dislocazioni e dell'affinamento dei grani. Inoltre, maggiore è la pressione di trattamento, maggiore è lo spessore dello strato indurito.

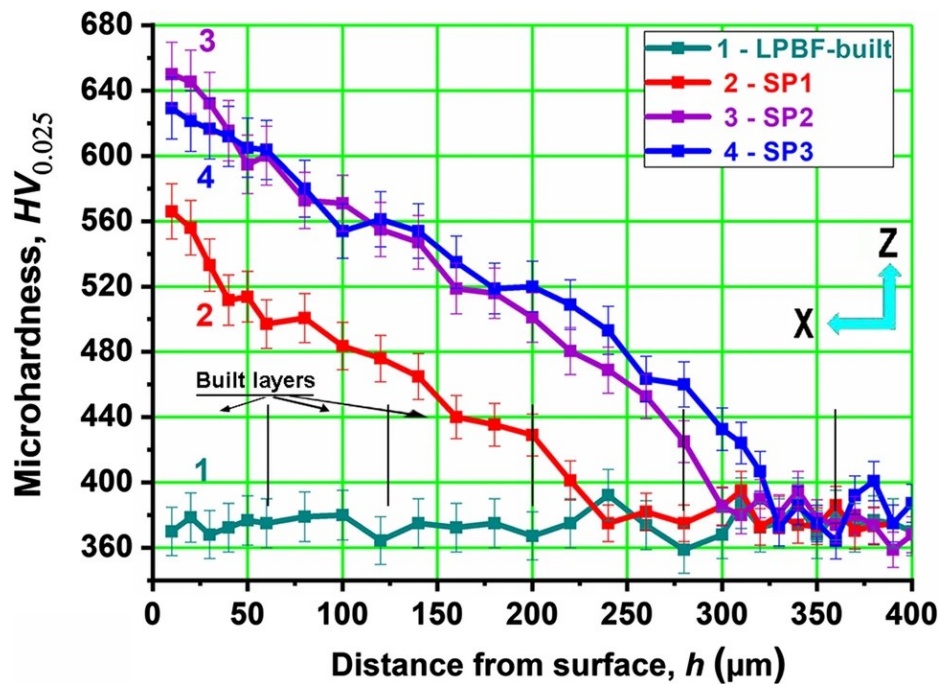


Figura 1.19- Distribuzione della microdurezza dei campioni Inconel 718 in diverse condizioni [10]

## 2 Materiali e metodi

In questa sezione verranno descritti i campioni analizzati durante lo studio e le metodologie adottate. In particolare, vengono illustrati gli strumenti ed i principali parametri utilizzati al fine di garantire la ripetibilità delle misure e una maggiore coerenza nella discussione dei risultati.

### 2.1 Descrizione dei campioni presi analizzati

I campioni presi in esame nel presente lavoro di tesi sono in superlega di nichel, ovvero Inconel 718, realizzati mediante PBF-LB/M. Le barrette sono state ottenute con due differenti strategie di costruzione durante la produzione:

- La serie **F** è stata realizzata con un'orientazione di costruzione parallela alla direzione longitudinale del campione;
- La serie **G** è stata realizzata con un'orientazione di costruzione pari a  $45^\circ$ .

La variazione nella strategia di costruzione è stata mirata ad esporre le superfici *upskin* (campioni F) e *downskin* (campioni G) sulla porzione longitudinale del campione, caratterizzate da rugosità superficiale e microstruttura differente, per poi studiarne l'effetto del trattamento superficiale. La differente orientazione di costruzione dei campioni F e G è schematizzata in Figura 2.1.

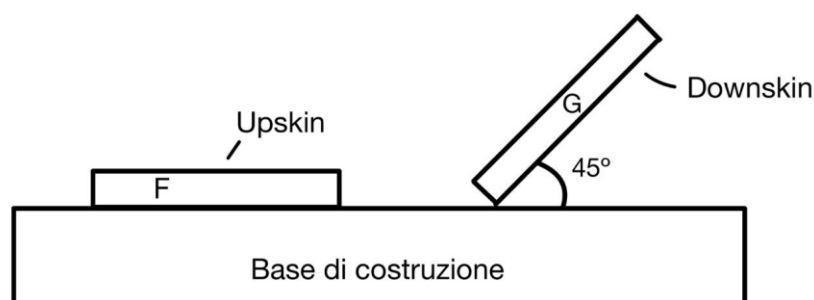


Figura 2.1 - Schema della strategia di costruzione dei campioni F ( $0^\circ$ ) e G ( $45^\circ$ ) e le relative superfici *upskin* e *downskin*

Come si osserva in Figura 2.2 la finitura superficiale delle due serie di campioni è migliore per la serie F (upskin) mentre più scabra per la serie G (downskin).

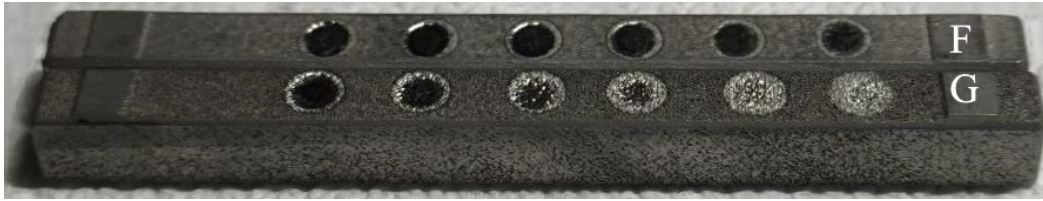


Figura 2.2 - Immagine rappresentativa dei campioni presi in esame: in alto un campione della serie F ed in basso un campione della serie G

Il trattamento di finitura meccanica a cui sono stati sottoposti i componenti è la pallinatura in umido (S1 WET – AM Solutions), il quale è stato eseguito su una superficie orientata perpendicolarmente alla direzione di crescita. I campioni della serie G sono stati trattati lungo la *downskin*, ovvero la superficie inferiore del provino. Per questioni di confidenzialità nell'esecuzione del trattamento, non sono riportati i livelli di portata e l'inclinazione del flusso. Tuttavia, per garantire la comparazione tra i risultati, sono stati considerati solo trattamenti effettuati in costanza di tali fattori.

Il processo di *wet blasting* è stato eseguito con diversi mezzi abrasivi quali:

- Particelle di vetro (B60),
- Particelle di corindone (AVB120),
- In sequenza prima un trattamento con particelle di corindone e poi di vetro (AVB120+B60).

Sono stati considerati due fattori di processo per la messa a punto del trattamento: la pressione del flusso di particelle e il tempo di esposizione; e in Tabella 2.1 è riportata corrispondenza con i campioni relativi.

Tabella 2.1 - Campioni Inconel 718 sottoposti a wet blasting con differenti condizioni di trattamento

Codice	Mezzo abrasivo	Pressione (bar)	Tempo (s)
F02	AVB120	3	7
G03	AVB120	3	7
F04	AVB120	4	7

G04	AVB120	4	7
F05	AVB120	4	20
G05	AVB120	4	20
F06	AVB120	4	30
G06	AVB120	4	30
F07	AVB120	5	30
G07	AVB120	5	30
F08	B60	4	10
F10	B60	4	20
F09	B60	4	30
F11	AVB120+B60	4	30+30
G08	AVB120+B60	4	30+30
F12	AVB120+B60	4	60+60
G09	AVB120+B60	4	60+60
F13	AVB120+B60	4	90+90
G10	AVB120+B60	4	90+90

## 2.2 *Tecniche di caratterizzazione*

L'effetto delle modifiche superficiali a seguito del trattamento di pallinatura in umido è stato caratterizzato in termini, morfologici, come variazione del profilo di tensione residua e, limitatamente ai campioni F11 e G08 mediante nanoindentazione nella sezione trasversale.

### 2.2.1 *Analisi delle tensioni residue*

L'analisi delle tensioni residue è stata svolta in laboratorio utilizzando il metodo non distruttivo basato sulla diffrazione dei raggi X (XRD).

Il principio fondamentale, alla base di tali misure, è dettato dalla legge di Bragg [30]. Un materiale cristallino è definito come un solido composto da atomi disposti secondo uno schema periodico lungo le tre dimensioni. La disposizione di tali piani può dare origine a fenomeni di interferenza costruttiva o distruttiva durante l'intero processo di diffrazione, i

quali dipendono dalla distanza interplanare  $d$  e dalla lunghezza d'onda della radiazione incidente  $\lambda$ . La Figura 2.3 schematizza il fenomeno della diffrazione in cui il fascio di raggi X incide sul reticolo cristallino con un angolo  $\theta$  rispetto al piano cristallografico e viene diffuso successivamente. La legge di Bragg (2.1) definisce quella che è la condizione di interferenza costruttiva che si verifica quando la differenza di cammino ottico tra i raggi è un multiplo intero della lunghezza d'onda della radiazione incidente:

$$n\lambda = 2d' \sin\theta \quad (2.1)$$

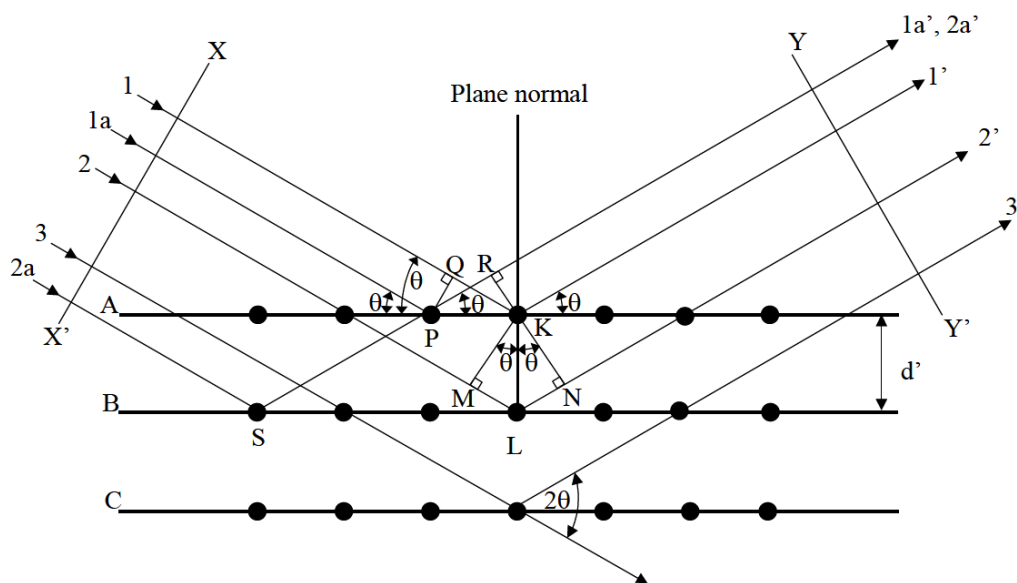


Figura 2.3 – Illustrazione schematica dell'interazione tra un fascio di raggi X e il reticolo cristallino[30]

### 2.2.1.1 Metodo $\sin^2\psi$

Uno dei metodi di misura maggiormente utilizzati è il metodo  $\sin^2\psi$ , dove la deformazione reticolare è misurata per diversi valori dell'angolo di inclinazione  $\psi$ . La presenza di tensioni residue di compressione o di trazione determina uno spostamento dei picchi di diffrazione dipendenti da una variazione della distanza interplanare all'interno del reticolo. Tramite questa variazione è possibile misurare la deformazione del reticolo cristallino, data dall'equazione (2.2):

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0} \quad (2.2)$$

Dove  $d_{\phi\psi}$  è la distanza interplanare a seguito della sollecitazione del materiale e  $d_0$  è il valore di riferimento del materiale non sollecitato. Tale deformazione è correlata al valore di stress tramite la legge di Hooke.

Assumendo uno stato di tensione piana e un comportamento elastico lineare del materiale, possiamo esprimere la deformazione del reticolo (2.3) come:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E}(\sigma_1 \cos^2 \phi + \sigma_2 \sin^2 \phi) \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E}(\sigma_1 + \sigma_2) \quad (2.3)$$

Combinando le due equazioni (2.2) e (2.3) si ottiene una relazione lineare diretta tra la funzione  $\sin^2 \psi$  e la distanza interplanare. Pertanto, il valore di tensione (2.4) può essere calcolato dalla pendenza della retta  $d_{\psi}$  rispetto a  $\sin^2 \psi$ , descritta dal coefficiente  $m$  nella seguente equazione:

$$\sigma_{\phi} = \frac{E}{1+\nu} m \quad (2.4)$$

### 2.2.1.2 Metodo cosa

Nel presente lavoro di tesi le tensioni residue vengono determinate tramite metodo cosa [31]. In tale metodo i raggi X, diffratti in modo uniforme in tutte le direzioni attorno alla direzione del fascio incidente, vengono acquisiti simultaneamente da un rilevatore bidimensionale.

A differenza del metodo tradizionale precedente, l'angolo d'incidenza dei raggi non necessita di essere variato durante la misura, riducendo di fatto i tempi di acquisizione. La tensione residua viene calcolata a partire dalla deformazione reticolare lungo l'anello di Debye-Scherrer (2.5), (2.6):

$$\varepsilon_{\alpha} = - \frac{1}{\tan \vartheta} \Delta \vartheta \quad (2.5)$$

$$\varepsilon_{\alpha 1} = \frac{1}{2} [(\varepsilon_{\alpha} - \varepsilon_{\pi+\alpha}) + (\varepsilon_{-\alpha} - \varepsilon_{\pi-\alpha})] \quad (2.6)$$

In Figura 2.4 è possibile notare la deformazione dell'anello in presenza di tensioni residue e la geometria di acquisizione del raggio diffratto mediante rilevatore bidimensionale.

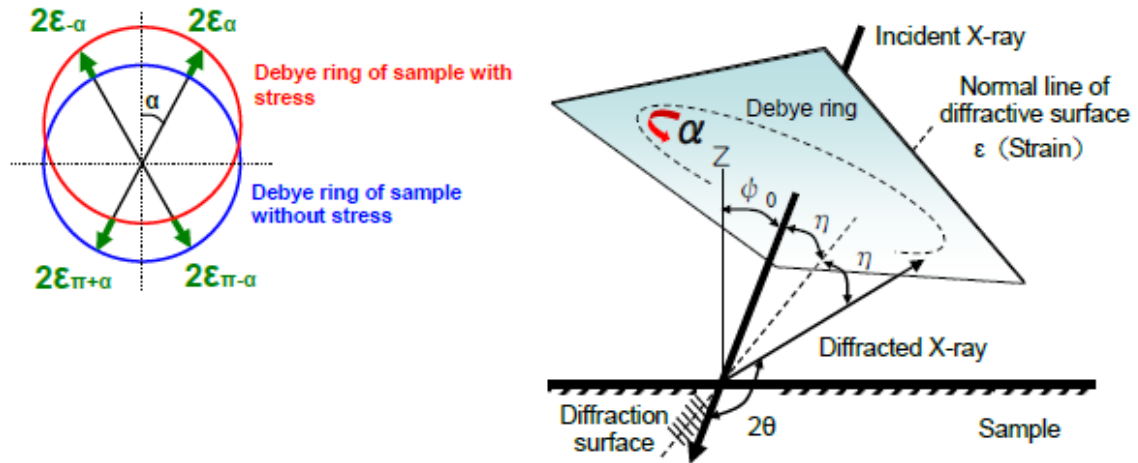


Figura 2.4- Deformazione dell'anello di Debye-Scherrer e schematizzazione dell'acquisizione del raggio diffratto da parte dello strumento [26]

L'equazione che descrive il valore della tensione per condizioni di sollecitazione piana (2.7), con  $\sigma_z = 0$ , è data da:

$$\sigma_x = -\frac{E}{1+\nu} \frac{1}{\sin 2\eta} \frac{1}{\sin 2\eta} \left[ \frac{\delta \varepsilon_{\alpha 1}}{\delta \cos \alpha} \right] \quad (2.7)$$

Tale ipotesi è giustificata dalla ridotta profondità di penetrazione dei raggi X.

### 2.2.1.3 Strumentazione utilizzata

Lo strumento effettivamente utilizzato nel lavoro di è il  $\mu$ -X360s di Pulstec, il quale determina la misura delle tensioni residue mediante metodo  $\cos\alpha$ . La sorgente di raggi X sfrutta la radiazione  $K\alpha$  del Mn, generata da una tensione di 30 kV e una corrente di 1,5 mA. Lo strumento permette di effettuare misurazioni in un'unica acquisizione in circa 60 s, irradiando i raggi X in 15 s.

Materiali differenti del campione richiedono energie di radiazioni diverse, per questo nel caso di una lega di nichel è stata scelta una radiazione Mn- $K\alpha$ . I criteri per una corretta scelta della radiazione devono tener conto di:

- Possibile fluorescenza del campione. Essa si verifica se l'energia dei raggi X incidenti è sufficientemente elevata affinché avvenga una ionizzazione degli elettroni interni del campione, la quale provoca una radiazione che disturba l'intero segnale, peggiorando il

rapporto segnale/rumore. È necessario, perciò, scegliere una radiazione con lunghezza d'onda maggiore, e quindi un'energia fotonica minore, rispetto al bordo di assorbimento del materiale analizzato.

- Un angolo di diffrazione  $2\theta$  adeguato. Nel metodo  $\cos\alpha$  l'angolo di diffrazione è un parametro fisso determinato dalle proprietà fisiche del sistema, ovvero dal piano cristallografico selezionato e dalla sorgente di radiazione. Il rivelatore bidimensionale rileva l'intero anello di Debye corrispondente a tale angolo di diffrazione, che tuttavia, deve essere elevato in modo da garantire una migliore accuratezza e sensibilità nella misura dello stato tensionale.

Un altro aspetto fondamentale da valutare è dettato dalla profondità di penetrazione dei raggi X. L'intensità dei raggi diffratti decresce esponenzialmente con la profondità di penetrazione del fascio e tale effetto dipende dal coefficiente di assorbimento del materiale, dell'angolo di incidenza [32]. A differenza del metodo  $\sin^2\psi$ , tale profondità varia lungo l'angolo di Debye-Scherrer, pertanto la tensione residua determinata mediante la misura XRD rappresenta una media pesata dello stato tensionale nello strato superficiale. La profondità solitamente raggiunta, validata anche dalla ricerca bibliografica, è dell'ordine di pochi  $\mu\text{m}$ , normalmente nell'intorno dei 5-10  $\mu\text{m}$  [22]. Per poter quindi ottenere un profilo di analisi delle tensioni residue in profondità è necessario rimuovere strati successivi di materiale.

Si è analizzata inizialmente la superficie del campione trattata unicamente mediante *wet blasting*, effettuando le misure con un'orientazione pari a  $0^\circ$  e  $90^\circ$  rispetto alla direzione longitudinale. Successivamente, il campione è stato posto in rotazione attorno all'asse normale alla superficie del porta campione.

Le misure relative alle zone trattate tramite dissoluzione elettrochimica sono state effettuate ponendo i campioni in rotazione. Infatti, senza alcuna rotazione lo strumento non era in grado di completare l'intera acquisizione dei dati, richiedendo una ripetizione della misura continua.

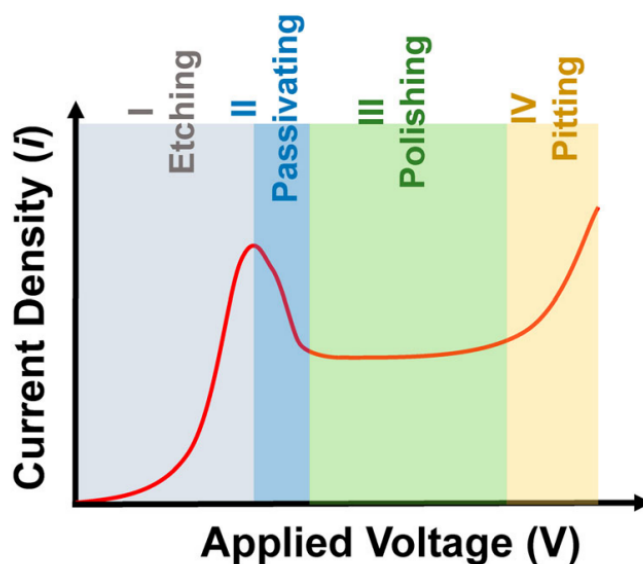
Durante le misure, inoltre, sono state effettuate due acquisizioni per ogni campione trattato con sfere di vetro e per alcuni campioni trattati con il mix di particelle AVB120 e B60.

Il set di dati così ottenuto è stato diagrammato in funzione delle profondità degli scavi ottenuti mediante elettrolucidatura.

## 2.2.2 Dissoluzione elettrochimica

La dissoluzione elettrochimica è il metodo maggiormente utilizzato per rimuovere gli strati superficiali di materiale senza alterare lo stato tensionale originale, introducendo deformazioni plastiche o danneggiando meccanicamente il campione.

Il processo si compone di un anodo, ovvero il campione in superlega di nichel che deve essere trattato, da un catodo e da un elettrolita, una soluzione al 50% in volume di acido perclorico (soluzione acquosa 70% vol.) in etanolo. Impiegando una piccola cella autocostruita, la dissoluzione elettrochimica è stata effettuata su di una area del campione di diametro 3 mm, compatibili con la dimensione dello spot irradiata durante l'analisi XRD [31]. Il campione (anodo) viene collegato al polo negativo di un generatore, mentre il catodo in grafite è immerso nell'elettrolita. Applicando una tensione di circa 36 V in modo tale che la corrente fluisca correttamente, portando alla formazione di un film transitorio all'interfaccia metallo-elettrolita. In tale regime, la densità di corrente tende a stabilizzarsi, come descritto in Figura 2.5, rendendo la velocità di dissoluzione dipendente dalla diffusione delle specie coinvolte nel processo [33]. La prima e la seconda legge di Faraday descrivono fisicamente ciò che accade nell'intero processo.



*Figura 2.5- curva di polarizzazione generale che mostra la relazione tra corrente e tensione nel processo di dissoluzione elettrochimica [33]*

La profondità di rimozione del materiale è strettamente correlata al tempo di applicazione della tensione al sistema. In particolar modo, si sono adottati tempi via via crescenti, per ottenere poi un profilo di tensioni residue il più uniforme possibile.

Più spot di dissoluzione sono stati effettuati sulla superficie di ciascun campione, con tempi via via crescenti, in modo da costruire la distribuzione di tensioni residue (cfr. Figura 2.2). I tempi di trattamento per i diversi campioni Inconel 718 sono:

- 1) 5s
- 2) 10s
- 3) 15s
- 4) 25s
- 5) 40s
- 6) 60s

Come verrà approfondito nella sezione relativa ai risultati, in alcuni casi, è stata prolungato l'etching fino a 90 secondi, qualora 60 secondi di etching non fossero sufficienti a risolvere l'intero profilo di tensione residua subsuperficiale.

Al termine di ciascun ciclo di dissoluzione elettrochimica, i campioni sono stati estratti dal sistema, risciacquati per rimuovere correttamente eventuali residui di elettrolita e successivamente asciugati. Si precisa che ogni trattamento è stato effettuato su una regione diversa del campione e non per progressivi incrementi del tempo di trattamento nella medesima cavità. L'adozione di tale approccio ha permesso di effettuare le misure diffrattometriche su superfici con condizioni iniziali uguali tra tutti i campioni, migliorando la ripetibilità delle misure.

### 2.2.3 Misure di profondità

Le misure effettuate per valutare la profondità del materiale rimosso a seguito del processo di dissoluzione elettrochimica sono state effettuate tramite microscopio ottico digitale Hirox, riportato in Figura 2.6. La decisione di utilizzare tale strumento è stata presa a seguito di misure preliminari eseguite tramite profilometro a contatto. Una prima osservazione del profilo ricostruito a seguito di tale prova ha evidenziato come, per tempi di dissoluzione brevi (5s e 10s) l'irregolarità della superficie rendesse difficile determinare la profondità tra la zona trattata e la superficie di riferimento. Si è notato, inoltre, come i campioni non

fossero completamente planari, rendendo necessario utilizzare uno strumento differente per l'acquisizione di tali misure di profondità.



*Figura 2.6- Immagine rappresentativa del microscopio ottico digitale Hirox [34]*

Per tali motivi si è deciso di ricorrere al microscopio ottico Hirox, il quale ricostruendo la topografia del campione, permette di ottenere una misurazione accurata anche per variazioni di profondità così minime.

Lo strumento consente di ricostruire e analizzare la topografia delle superfici mediante misure dimensionali sia 2D che 3D, a partire da acquisizioni ottiche [35]. Le acquisizioni sono state realizzate selezionando appositamente le aree di interesse. La funzione tiling utilizzata permette di creare immagini ad altissima risoluzione grazie al tavolino motorizzato. Il software ricostruisce, infatti, l'intera immagine da fotogrammi, dopo aver settato correttamente i riferimenti di inizio e fine del riferimento lungo l'asse XY e l'asse Z.

Durante tali misurazioni è stato necessario impostare il valore dell'asse Z massimo al di sopra del limite superiore del profilo superficiale, mentre il valore minimo è stato impostato al di sotto del limite inferiore del profilo superficiale per poter collezionare tutti i punti compresi tra loro. La scelta è dovuta all'elevata rugosità e irregolarità di alcuni campioni,

soprattutto in provini trattati con pressione del flusso di particelle e tempo di esposizione bassi, i quali non permettevano di ottenere una ricostruzione accurata della superficie.

Per ogni singola cavità generata dalla dissoluzione sono state effettuate più acquisizioni del profilo di profondità, al fine di ottenere un valore medio per ogni zona analizzata. Il processo elettrochimico, infatti, ha generato un'area caratterizzata da una geometria non uniforme, influenzando di fatto l'acquisizione dei dati. Eseguire misure multiple ha permesso di ridurre l'incertezza della misura e un'affidabilità maggiore del risultato.

In generale, la misurazione effettuate mediante l'utilizzo dell'Hirox ha permesso di ricostruire correttamente i profili delle varie zone trattate. La scarsa planarità di alcuni campioni ed i provini trattati con AVB120 per tempi e pressioni estremamente bassi hanno richiesto una ripetizione delle misure e una particolare attenzione sulla corretta impostazione dello strumento.

Tramite tale strumento è possibile anche valutare i valori di rugosità superficiale e puntuale, oltre che ai valori di profondità utili per lo studio vero e proprio del profilo di tensioni residue.

Si è reso necessario l'impiego di un ulteriore strumento per la misura dei profili più critici, i quali, in seguito alle analisi effettuate con il microscopio ottico, hanno mostrato valori di profondità irregolari e non coerenti con quelli ottenuti per diversi tempi di dissoluzione. A tal fine, è stato utilizzato un profilometro ottico Chrocodile S di Precitec, basato su analisi interferometrica cromatica confocale, che permette di eseguire misure accurate senza contatto con il campione [36]. La calibrazione iniziale è stata condotta per livellare correttamente l'intero sistema e portarlo a una condizione di planarità.

Alla base dello strumento sono installate due slitte ortogonali, che consentono lo spostamento indipendente del campione lungo le direzioni X e Y. Trattandosi di un sistema separato dal profilometro ottico, è necessario sincronizzare accuratamente il movimento del campione con l'acquisizione del segnale, in modo da garantire una ricostruzione affidabile del profilo di rugosità superficiale. La strumentazione utilizzata è mostrata in Figura 2.7.



- Per i campioni G una velocità pari a 0,05 mm/s

La scelta di adottare due differenti velocità di avanzamento potrebbe essere ricondotta alla morfologia superficiale dei campioni, più scabra nel caso dei campioni G. Una velocità inferiore consente di ridurre il rumore di acquisizione del segnale associato alla maggiore irregolarità della superficie.

Con i dati raccolti dalle misure sono stati ricostruiti i profili superficiali, nella zona in cui il campione ha subito dissoluzione elettrochimica, in funzione della distanza tra i punti lungo l'asse x. Sebbene il set di dati riporti unicamente il tempo di acquisizione di ogni singola misura, la distanza percorsa lungo l'asse x è stata determinata dalla relazione tra velocità di avanzamento della slitta e il tempo stesso.

I profili di rugosità ottenuti a seguito dell'elaborazione dei dati risultavano irregolari a causa della non planarità dei campioni stessi. È stato necessario, perciò, ricorrere all'uso del software Origin, in particolare alla funzione di baseline, al fine di correggere l'inclinazione dei profili.

#### 2.2.4 Preparazione metallografica dei campioni

Per valutare la variazione delle proprietà meccaniche dei componenti, con particolare riferimento alla durezza, i campioni sono stati sottoposti a preparazione metallografica. A questo scopo sono stati selezionati i campioni F11 e G08, così da confrontare gli effetti della pallinatura a umido su due componenti realizzati con differenti direzioni di crescita.

La preparazione è iniziata con il sezionamento dei campioni mediante troncatrice metallografica con mola elastica. I provini sono stati tagliati in corrispondenza della superficie trattata così da rendere accessibile la sezione trasversale da analizzare. Successivamente, i due campioni sono stati posizionati con le superfici di interesse contrapposte e inglobati in un unico supporto mediante pressa a camera riscaldata. Per l'inglobamento è stata utilizzata una resina fenolica termoindurente, introdotta nella camera sotto forma di pellet.

Si è quindi proceduto con le operazioni di levigatura e lucidatura, necessarie per ottenere una superficie planare, a bassa rugosità e idonea alla successiva nanoindentazione. Entrambe le fasi sono state eseguite mediante lappatrice, utilizzando carte abrasive in carburo di silicio con granulometria progressiva pari a 400, 600, 800, 1000, 1200 e 2500.

Completata la levigatura, la lucidatura è stata condotta con panni impregnati con sospensioni diamantate da 3  $\mu\text{m}$  e 1  $\mu\text{m}$ .

Poiché la prova di durezza interessa i primi micrometri del materiale, essa risulta particolarmente sensibile a eventuali deformazioni introdotte durante la preparazione metallografica. Per ridurre questo effetto, nella fase finale è stata impiegata una sospensione di silice colloidale, utile a rimuovere gli strati superficialmente deformati mediante un'azione chimico-fisica delicata. In questo modo è stato possibile eliminare i difetti residui e ottenere una superficie a specchio.

### 2.2.5 Analisi morfologica della superficie

La caratterizzazione morfologica superficiale dei campioni è indispensabile per valutare gli effetti del trattamento di pallinatura a umido. A questo scopo è stata impiegata la microscopia elettronica a scansione (SEM), tecnica che consente di ottenere immagini ad alta risoluzione e di analizzare in dettaglio la morfologia superficiale.

Nel SEM, un fascio di elettroni generato da una sorgente elettronica viene focalizzato e indirizzato sulla superficie del campione mediante lenti elettromagnetiche. L'interazione tra fascio elettronico e materiale produce diversi segnali, dai quali è possibile ricavare informazioni complementari, come mostrato Figura 2.8.

In particolare, gli elettroni secondari forniscono informazioni sulla topografia superficiale, gli elettroni retrodiffusi evidenziano variazioni di composizione chimica e numero atomico medio, mentre i raggi X caratteristici permettono di svolgere analisi chimiche locali di tipo qualitativo [37].

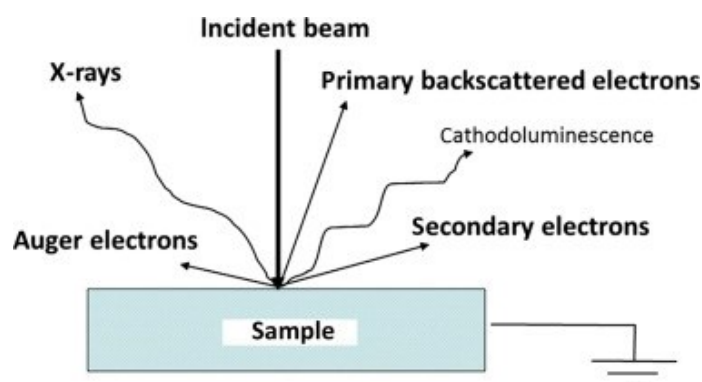


Figura 2.8 - Interazione tra fascio di elettroni e campione analizzato mediante SEM [37]

### 3 Risultati sperimentali e discussione

In questa sezione vengono trattati i principali risultati ottenuti durante la fase sperimentale del lavoro. I dati ricavati dalle diverse tecniche di caratterizzazione sono poi correlati tra loro al fine di evidenziare l'influenza dei parametri di processo del *wet blasting*, valutando l'influenza che essi hanno in termini di rugosità, microstruttura e tensioni residue. Verrà effettuata sempre una distinzione dei risultati ottenuti sui campioni con diversa strategia di costruzione quali F e G.

#### 3.1 Stato iniziale dei campioni trattati mediante *wet blasting*

La prima fase sperimentale svolta è stata misurare le tensioni residue superficiali mediante analisi XRD. In Figura 3.1 ed in Figura 3.2 vengono presentati rispettivamente i risultati ottenuti in termini di tensione residua superficiale e di deviazione standard inerenti alla tipologia di campioni F e alla tipologia G trattati con la medesima pressione al variare del tempo di esposizione. Tali valori si riferiscono all'acquisizione effettuata mediante rotazione del campione, mentre i dati completi delle misure sono riportati in Appendice A, nelle Tabelle A.1 e A.2.

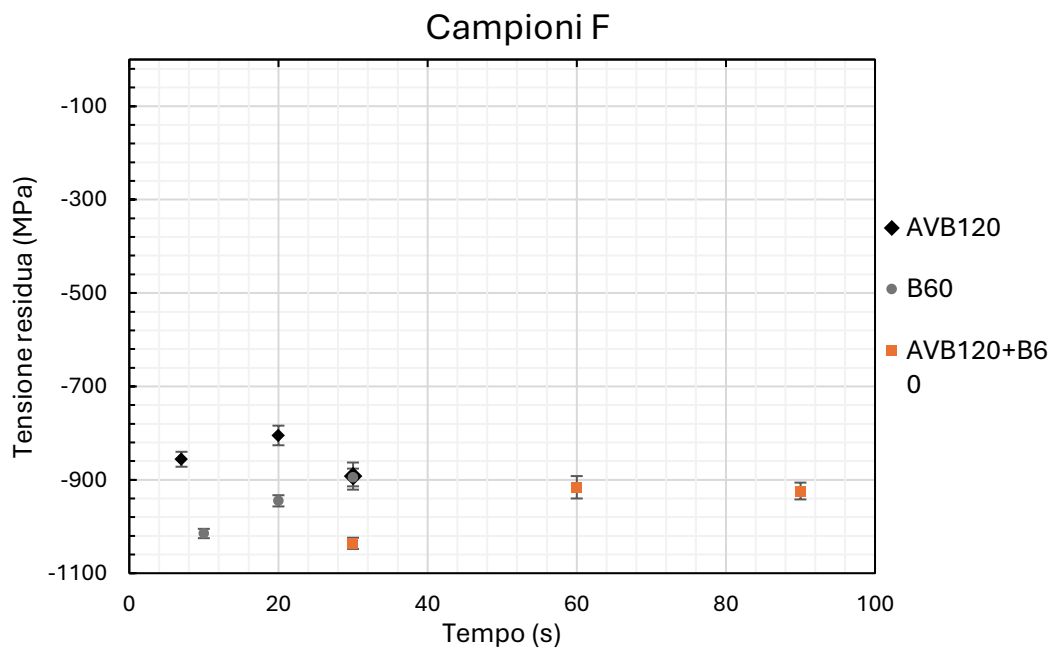
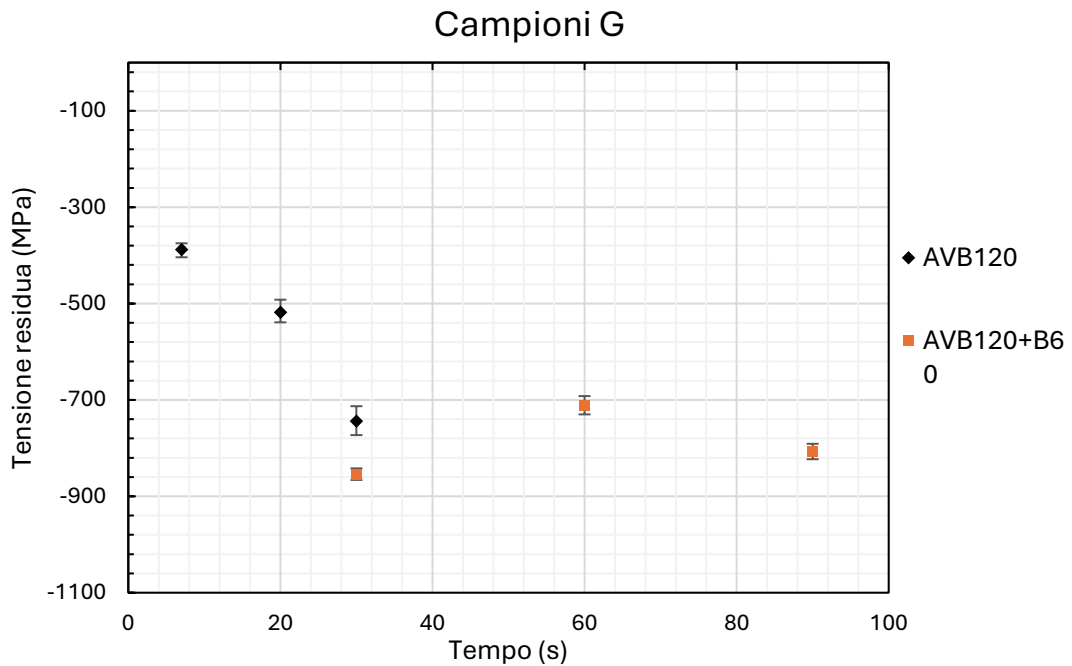


Figura 3.1- Valori di tensione residua superficiale in funzione del tempo di esposizione al mezzo abrasivo dei campioni F trattati ad una pressione di 4 bar



*Figura 3.2 – Valori di tensione residua superficiale in funzione del tempo di esposizione al mezzo abrasivo dei campioni G trattati ad una pressione di 4 bar*

Dai risultati ottenuti si osserva una forte tensione residua compressiva superficiale, coerente con i risultati attesi da letteratura. La pallinatura in umido comporta, infatti, una deformazione plastica a seguito dall'impatto delle particelle abrasive e un'evoluzione nello stato tensionale dei componenti trattati.

Si osserva, inoltre, una differenza nei valori ottenuti dalle misure condotte con orientamento pari a  $0^\circ$  (longitudinale, parallelo alla dimensione maggiore) e a  $90^\circ$  (perpendicolare alla dimensione maggiore). La natura del processo di fusione laser e la microstruttura generalmente ottenuta indicano una forte dipendenza della direzione di costruzione nello studio delle tensioni residue. Come riportato in letteratura, le tensioni residue di entità maggiore si registrano parallelamente alla direzione di scansione del fascio laser ed inferiori nella direzione opposta. Nei campioni della serie F le tensioni residue misurate lungo la direzione di acquisizione pari a  $90^\circ$  risultano generalmente più compressive rispetto a quelle misurate lungo la direzione  $0^\circ$ , con una differenza di circa 100 MPa. Nei campioni G si osserva una tendenza simile, ma con una differenza quantitativamente inferiore tra le due

direzioni di misura. Questo comportamento indica come la modifica della strategia di costruzione influenzi la direzione lungo cui si sviluppano le contrazioni volumetriche.

Ponendo i campioni in rotazione è possibile notare come alcuni valori di tensione residua acquisiti siano generalmente il risultato della media dei valori registrati con orientamento pari a  $0^\circ$  e  $90^\circ$ .

La variazione dei valori di deviazione standard acquisiti lungo le tre modalità di orientazione dei campioni è significativa. Si osserva una notevole diminuzione dell'errore durante la misura effettuata con il campione posto in rotazione. Il valore di tensione residua registrato seguendo questo metodo risulta perciò più affidabile, portando a scegliere tale valore come misura rappresentativa dello stato tensionale superficiale, seppur questo porti alla perdita di alcune informazioni sull'anisotropia direzionale valutabili delle misure a  $0^\circ$  e  $90^\circ$ .

Un'ulteriore osservazione può essere effettuata correlando i valori di stress residuo ottenuti nei campioni F e in quelli G e le condizioni di processo del trattamento meccanico effettuato. A parità di mezzo abrasivo, pressione del flusso di particelle e tempo di esposizione, i campioni F raggiungono valori di entità maggiore in termini di stress compressivo rispetto ai campioni G. Il comportamento rilevato da queste analisi è coerente con quanto già notato in letteratura sul diverso comportamento nello stato *as-built* dei campioni in Inconel 718 nelle diverse condizioni di processo [22].

Osservando i risultati in termini di pressione e tempo di trattamento, si può constatare come l'aumento di tali parametri non sia sempre indice di un aumento della tensione residua in superficie, tale osservazione è tuttavia limitata a rari casi e solo nei campioni di tipo G. Nonostante questa prima osservazione, pressione, tempo e mezzo abrasivo possono influenzare notevolmente la distribuzione in profondità, la quale verrà approfondita nel paragrafo successivo.

Di particolare interesse è la correlazione dei risultati delle analisi delle tensioni residue in superficie appena riportate ed i risultati ottenuti dallo studio della rugosità, nei valori di  $R_a$  (rugosità media superficiale) e  $R_z$  (altezza massima). Studiarne il comportamento è fondamentale per poter valutare un eventuale miglioramento della topografia superficiale a seguito del trattamento di *wet blasting*.

In Figura 3.3 è possibile osservare come tra tutti i campioni analizzati i valori di  $R_a$  siano pressoché simili, indipendentemente dalle condizioni di trattamento e dalle particelle

abrasive utilizzate, non evidenziando alcun cambiamento particolarmente significativo. È possibile rilevare però una diminuzione notevole in termini di entità dei valori di  $R_a$ , portando di fatto ad ottenere un miglioramento della rugosità registrata nello stato *as-built* a seguito del trattamento di pallinatura in umido.

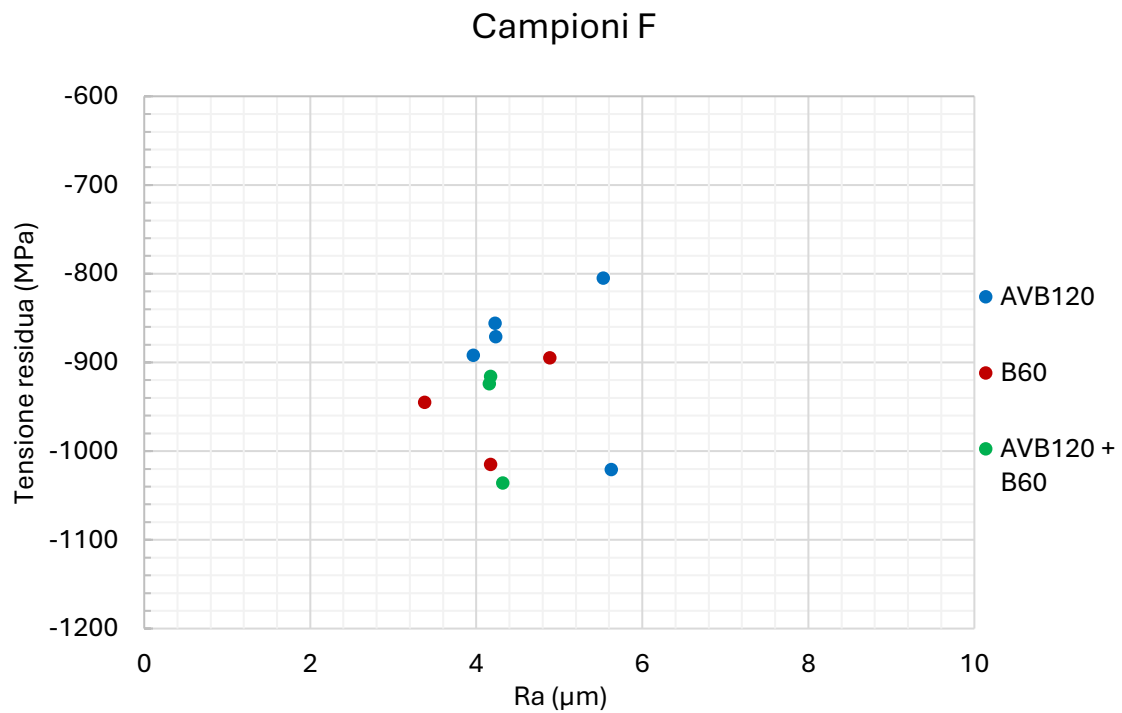


Figura 3.3 – Relazione tra tensioni residue superficiali e  $R_a$  nei campioni F

Un comportamento differente si osserva nei campioni di tipo G riportati in Figura 3.4. I campioni che subiscono un trattamento con AVB120 raggiungono valori di  $R_a$  maggiori rispetto ai campioni trattati con AVB120+B60. L'effetto probabilmente è correlato alla natura delle particelle di corindone, più irregolari e con una durezza maggiore, le quali provocano picchi pronunciati su una superficie già più frastagliata rispetto ai campioni F.

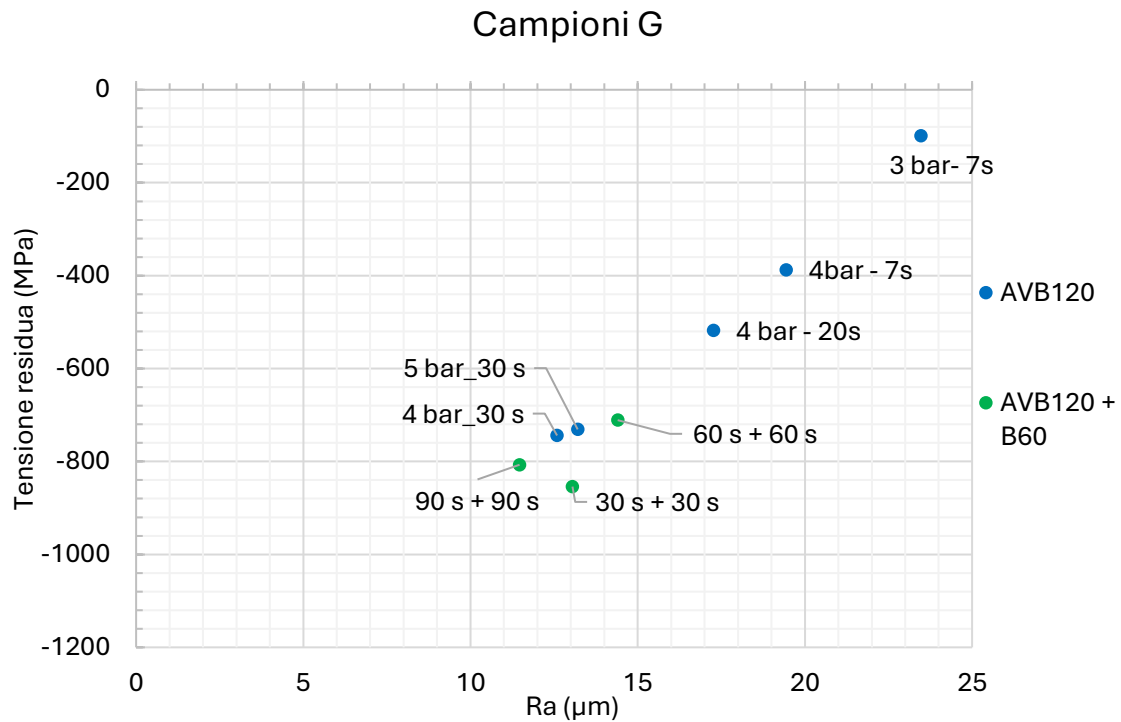


Figura 3.4- Relazione tra tensioni residue superficiali e Ra nei campioni G

Analizzando i dati raccolti dai campioni G trattati con AVB120 in correlazione con i diversi parametri di processo applicati, si nota come pressioni e tempi di trattamento più bassi determinino valori di entità inferiore sia in termini di tensione residua che di rugosità media superficiale. Questo comportamento è attribuibile alla rimozione limitata di particelle parzialmente fuse presenti in superficie, le quali generano delle micro-cavità che aumentano il valore di  $R_a$ . La correlazione con i risultati rilevati al SEM è necessaria per poter confermare tale effetto.

Aumentando, inoltre, il tempo di esposizione al mezzo abrasivo si ottiene una deformazione plastica maggiore, rendendo la superficie meno scabra.

Il valore di rugosità  $R_z$  ha un andamento differente rispetto al parametro precedente, in quanto è influenzato dalla distanza tra i picchi più alti e le valli più profonde.

In Figura 3.5 si osserva come ci sia una differenza maggiore dei valori di ampiezza delle irregolarità tra i campioni. Da uno studio più approfondito dei risultati non si osserva particolare correlazione tra le condizioni di processo nel trattamento di *wet blasting* e i seguenti risultati riportati. In particolar modo i campioni che evidenziano un valore di  $R_z$

maggiori sono i campioni F02 (AVB120-3bar-7s) con 30,04  $\mu\text{m}$  e F05 (AVB120-4bar-20s) con 28,36  $\mu\text{m}$ .

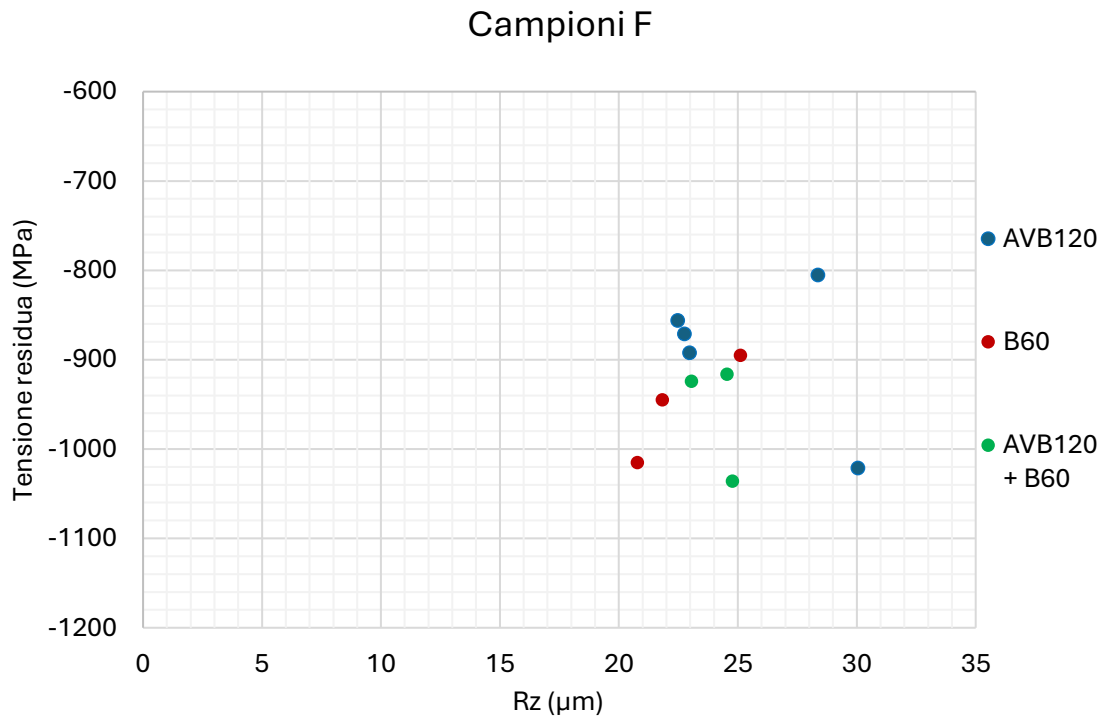


Figura 3.5 - Relazione tra tensioni residue superficiali e Rz in campioni F

Nei campioni G, Figura 3.6 il comportamento del parametro Rz evidenzia una disparità ancora più marcata della morfologia delle diverse superfici rispetto a quanto osservato per  $R_a$ . In particolare, l'effetto dei parametri di processo risulta maggiormente accentuato nei campioni trattati con corindone. Una bassa pressione di flusso delle particelle e un basso tempo di esposizione determinano una superficie molto frastagliata.

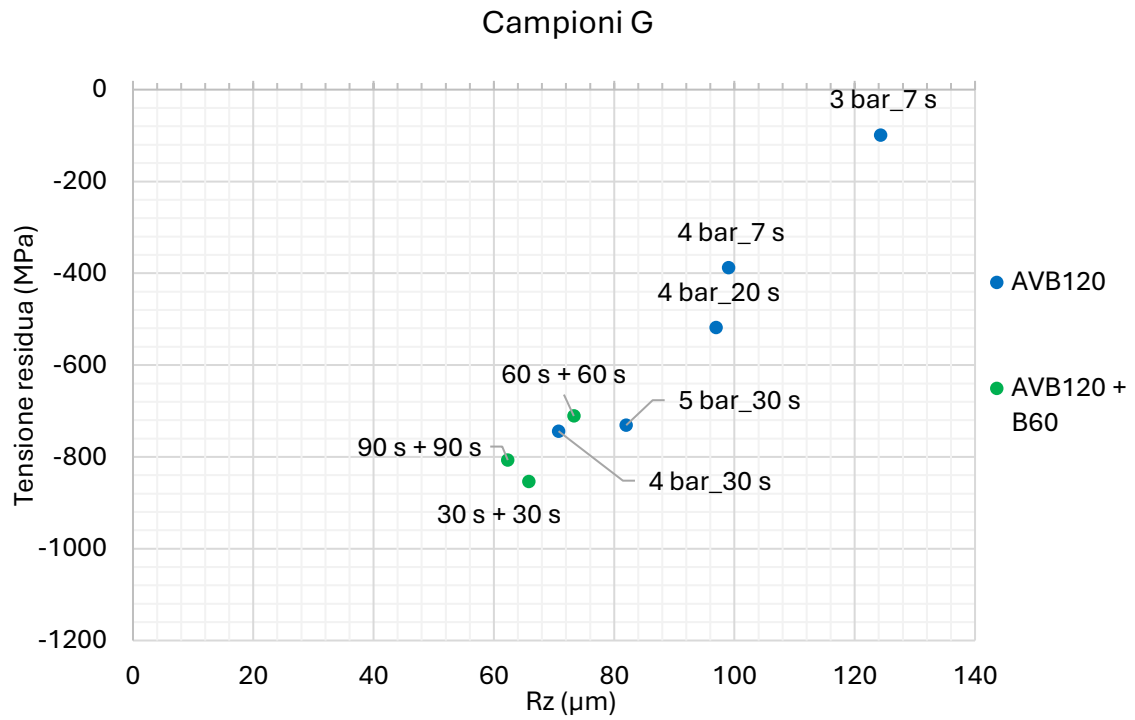
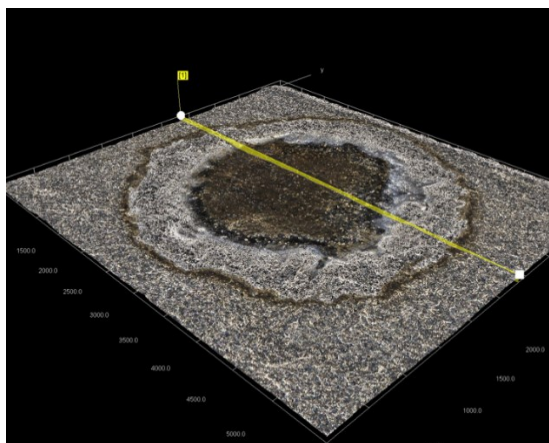


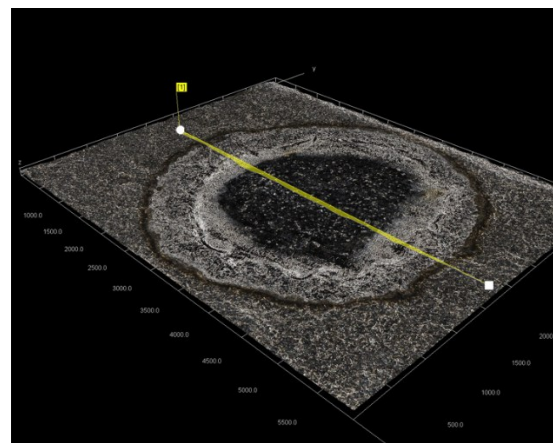
Figura 3.6 - Relazione tra tensioni residue superficiali e Rz in campioni G

### 3.2 Profondità del materiale rimosso a seguito di dissoluzione elettrochimica

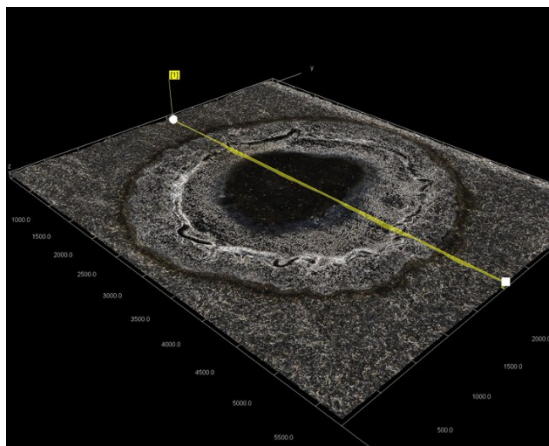
La profondità del materiale rimosso durante le varie fasi di dissoluzione elettrochimica è stata determinata mediante il microscopio ottico digitale Hirox, di cui si riportano alcuni profili rappresentativi da Figura 3.7 a Figura 3.11.



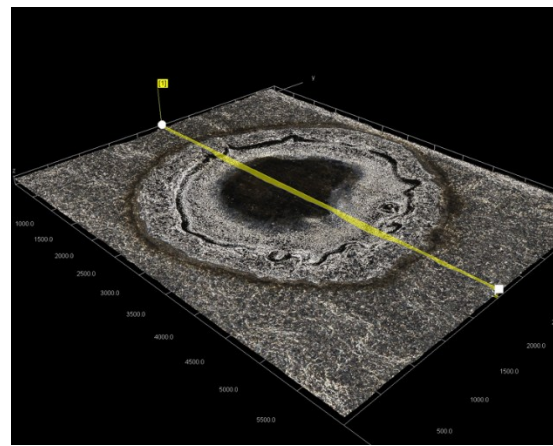
(a) 5s



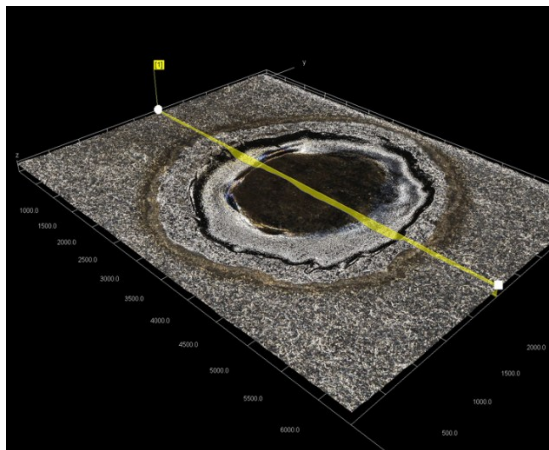
(b) 10s



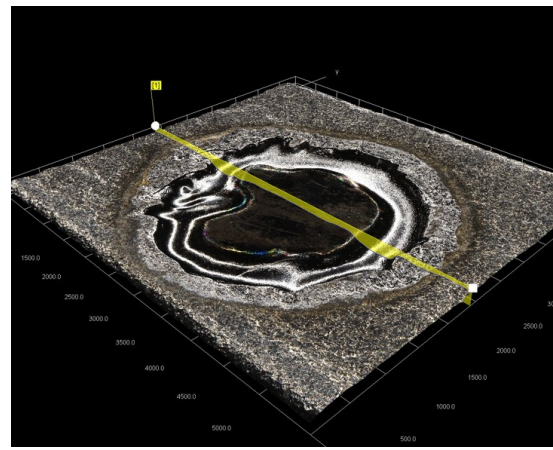
(c) 15s



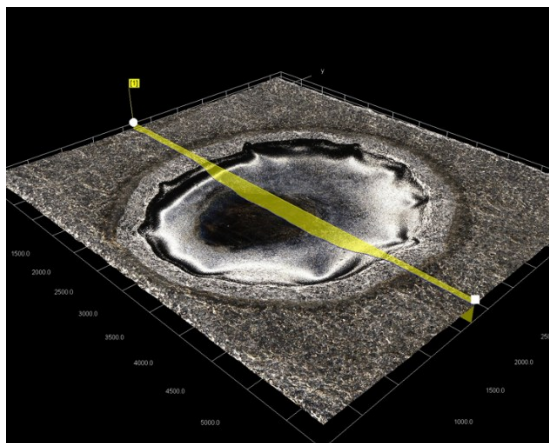
(d) 25s



(e) 40s



(f) 60s

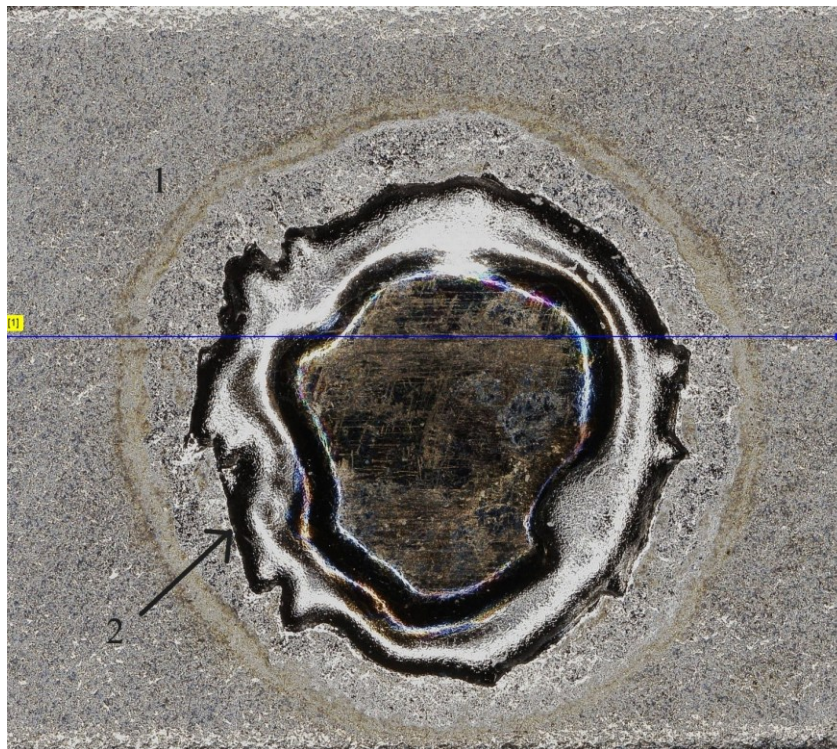


(g) 90s

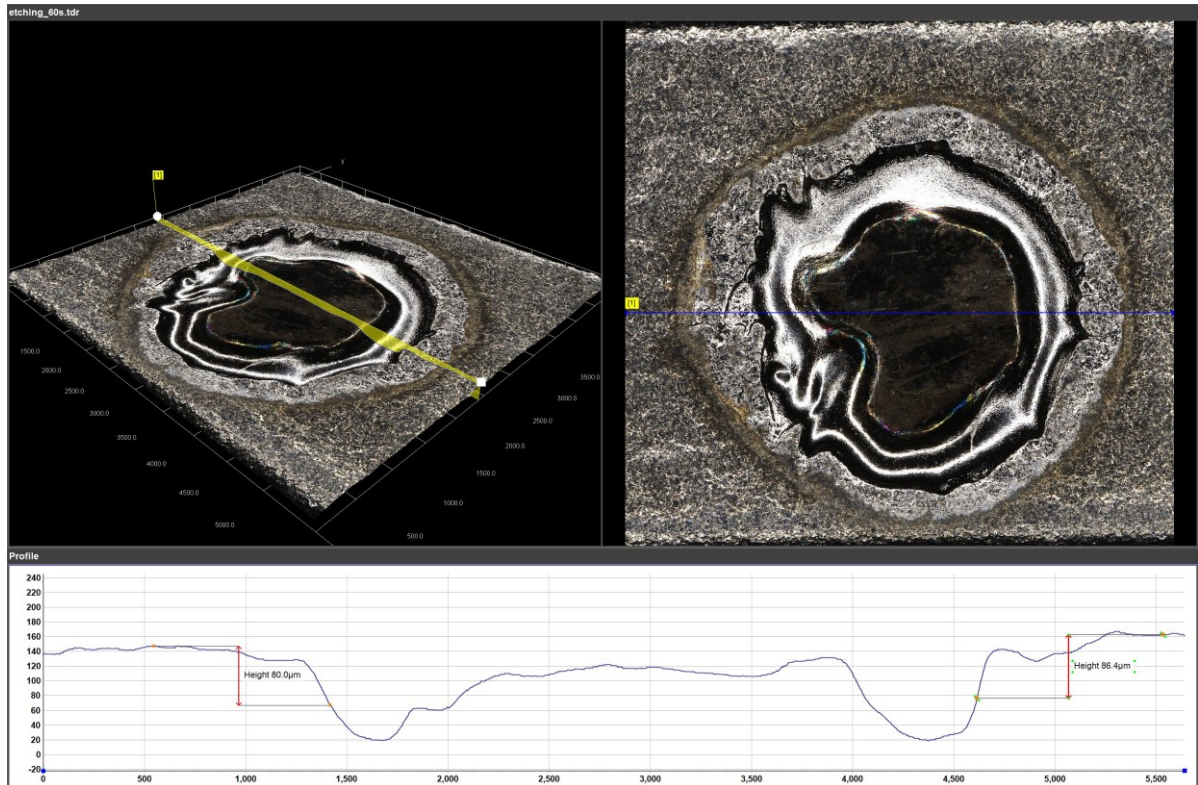
Figura 3.7 - Evoluzione della profondità di materiale rimosso nel campione F10 in funzione del tempo di dissoluzione elettrochimica: (a) 5s, (b) 10s, (c) 15s, (d) 25s, (e) 40s, (f) 60s, (g) 90s

L'andamento osservato dalla Figura 3.7 è coerente con quanto descritto circa la disomogeneità geometrica della zona sottoposta a dissoluzione elettrochimica.

Partendo dalla porzione più esterna dell'impronta (Figura 3.8) si osserva un anello di color bronzo corrispondente alla zona in cui la guarnizione della cella di dissoluzione ha contenuto l'elettrolita (Figura 3.8 - 1). Muovendosi verso l'interno si osserva la presenza di una cavità centrale (Figura 3.8 - 3) circondata da un anello (Figura 3.8 - 2). Tale anello rappresenta una zona con rugosità altamente variabile dovuta principalmente ad un'azione più intensa del processo di dissoluzione elettrochimica. In Figura 3.9 è chiara la distinzione della profondità tra le due zone, quella centrale e lo scavo più marcato a contorno.



*Figura 3.8 - Morfologia superficiale del campione F09 sottoposto a dissoluzione elettrochimica per 60s in cui si osserva: 1) anello esterno; 2) anello interno 3 cavità centrale*

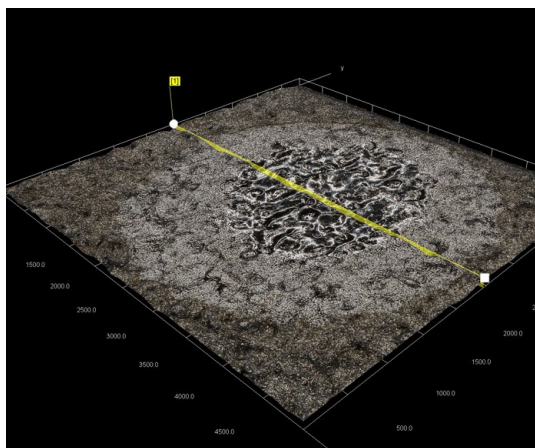


*Figura 3.9 - Misura della profondità di rimozione del materiale a seguito di dissoluzione elettrochimica per 60s su campione F10*

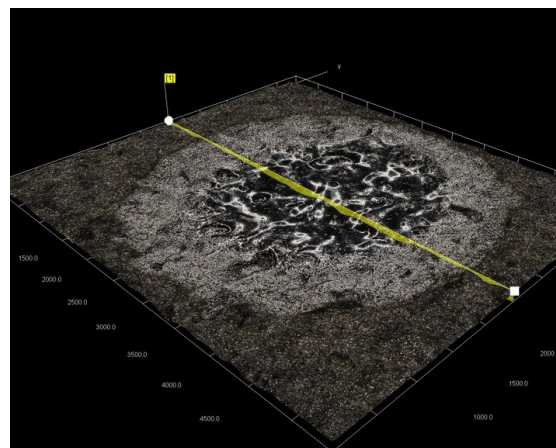
Per campioni di tipo G (Figura 3.10 e Figura 3.11) la cavità effettiva e l'anello circostante precedentemente evidenziati nei campioni F hanno morfologia differente, dovuta principalmente all'elevata rugosità di tali componenti.

In Figura 3.10 è riportata l'evoluzione nel tempo di uno scavo elettrochimico per uno dei campioni G.

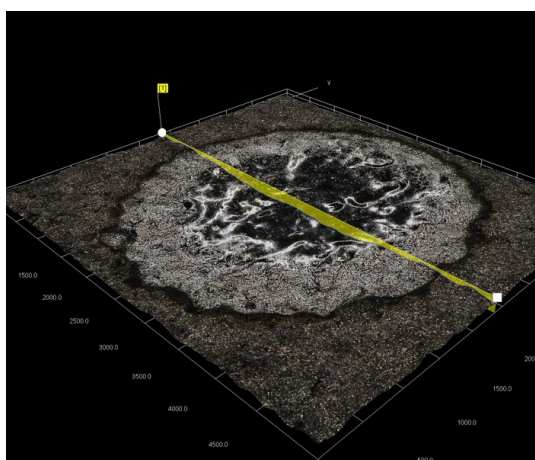
L'elevata rugosità superficiale post trattamento rende difficile la valutazione accurata della profondità di scavo per tempi di dissoluzione brevi come 5s (a) o 10s (b); come si può apprezzare in Figura 3.11 per tempi brevi, il profilo scavato mantiene l'irregolarità morfologica della superficie originaria, mentre per tempi superiori o uguali ai 25 secondi, si osserva un forte effetto di elettrolucidatura.



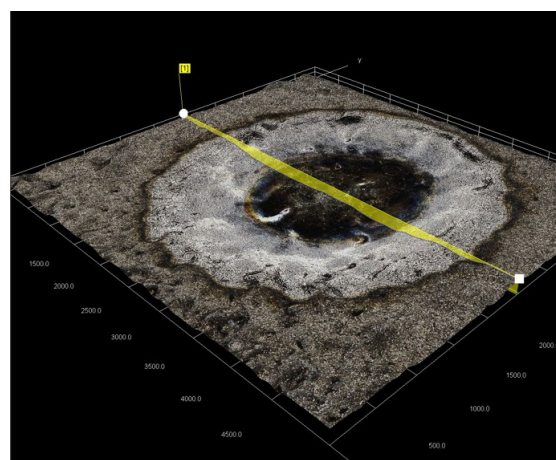
(a) 5s



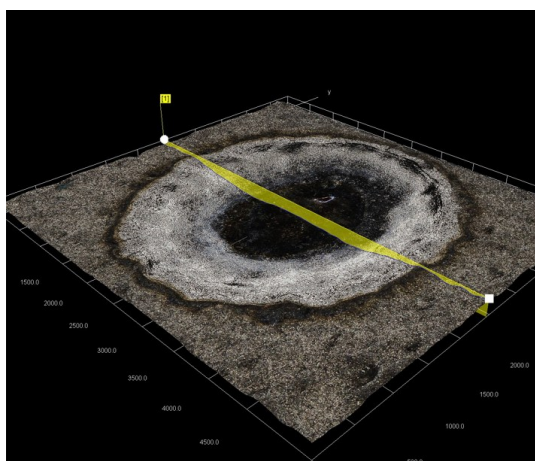
(b) 10s



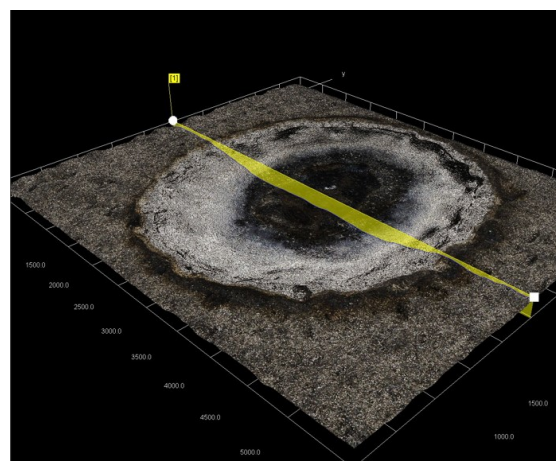
(c) 15s



(d) 25s

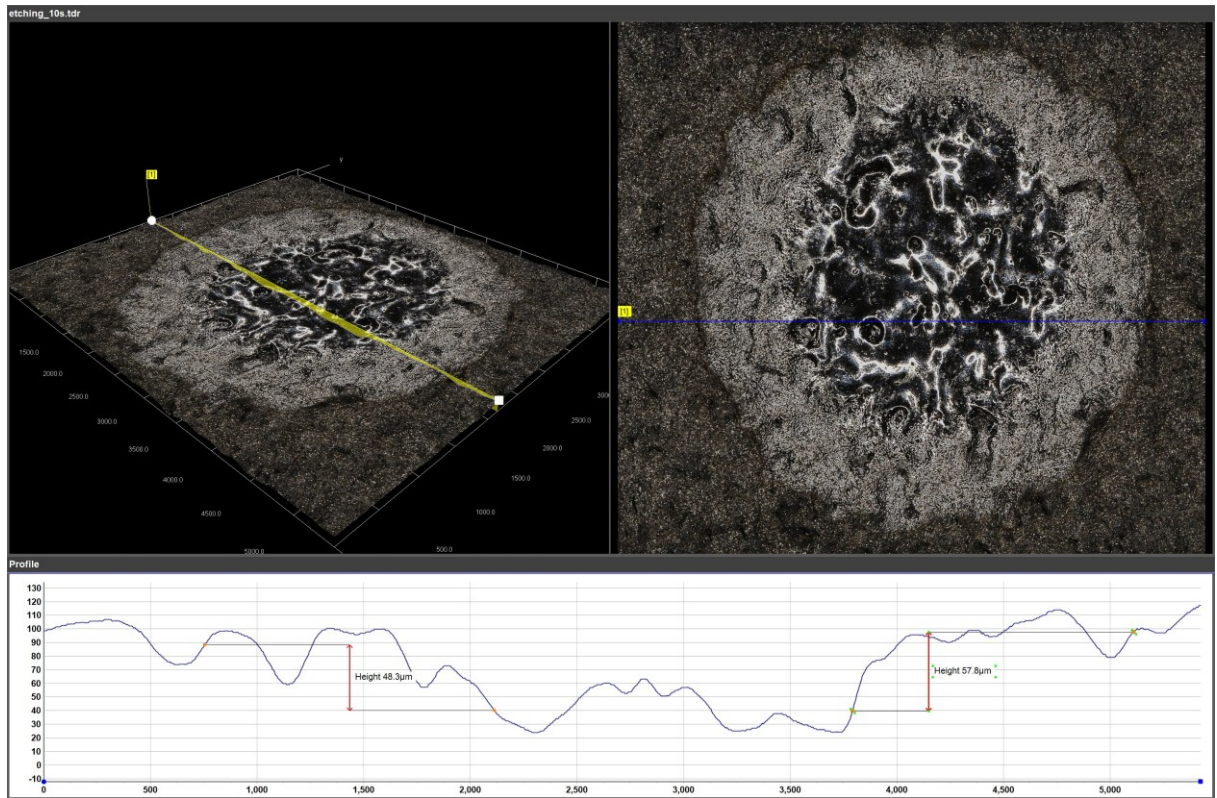


(e) 40s



(f) 60s

*Figura 3.10 -Evoluzione della profondità di materiale rimosso nel campione G06 in funzione del tempo di dissoluzione elettrochimica: (a) 5s, (b) 10s, (c) 15s, (d) 25s, (e) 40s, (f) 60s*



*Figura 3.11 - Misura della profondità di rimozione del materiale a seguito di dissoluzione elettrochimica per 10s su campione G06*

Dai risultati ottenuti si osserva come il trattamento di dissoluzione elettrochimica incida maggiormente nell'asportazione di materiale nei campioni di tipo G indipendentemente dal mezzo abrasivo, come si osserva in Figura 3.12. Tale comportamento verrà approfondito maggiormente durante lo studio dei profili di tensione residua.

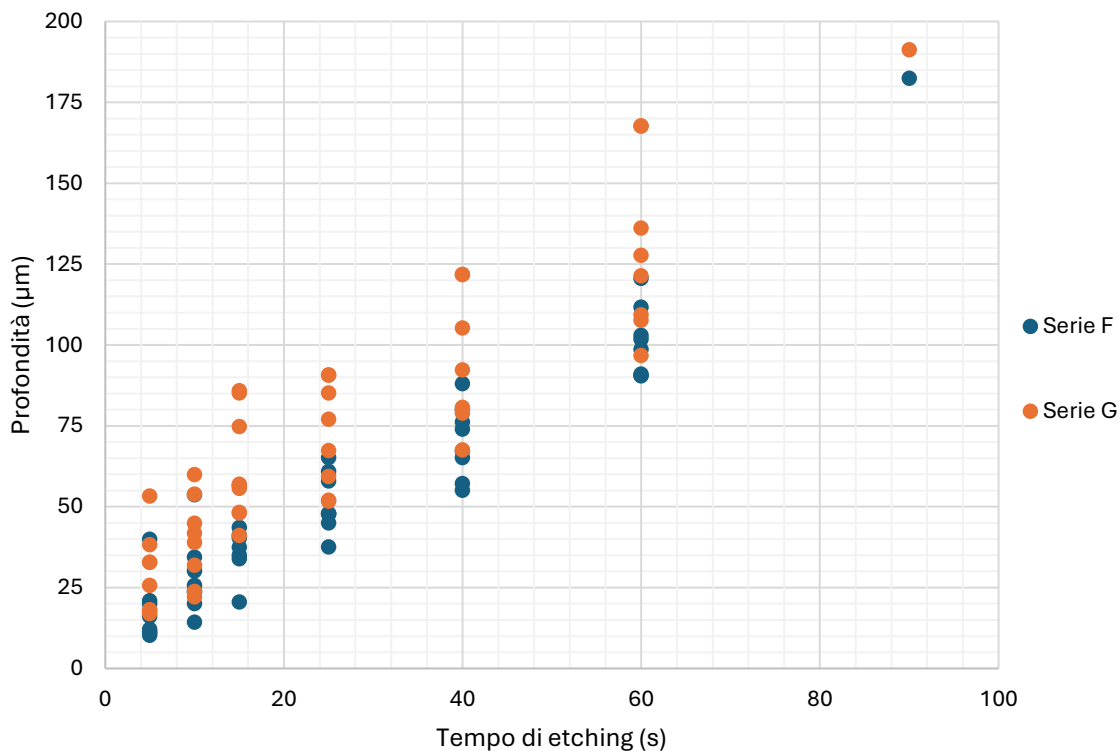
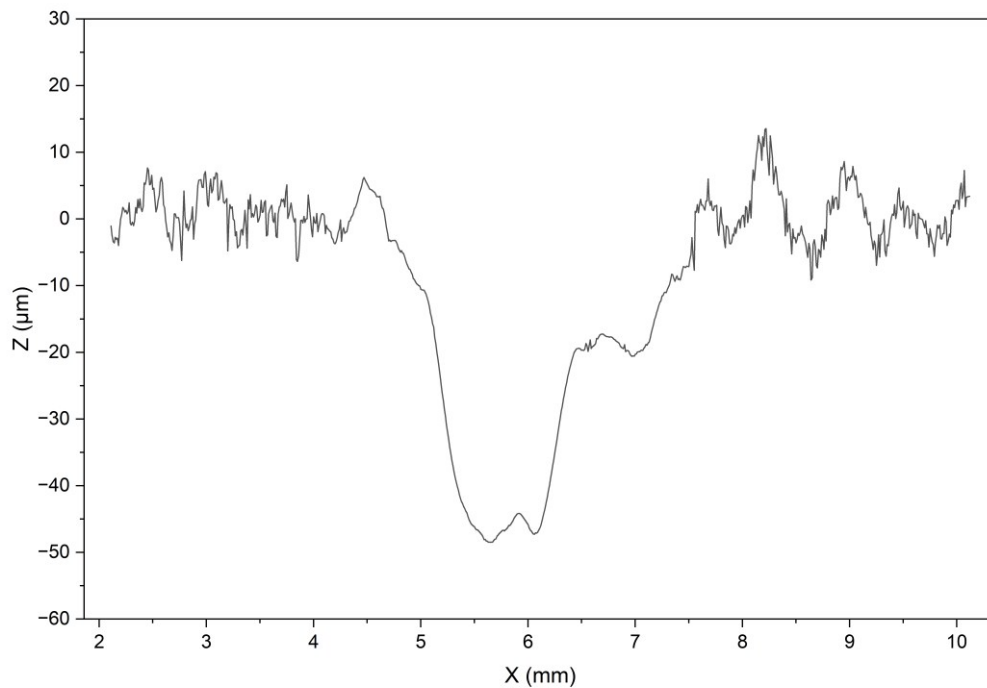


Figura 3.12 - Profondità di materiale rimosso in funzione del tempo di etching per i campioni F e G trattati a 4 bar

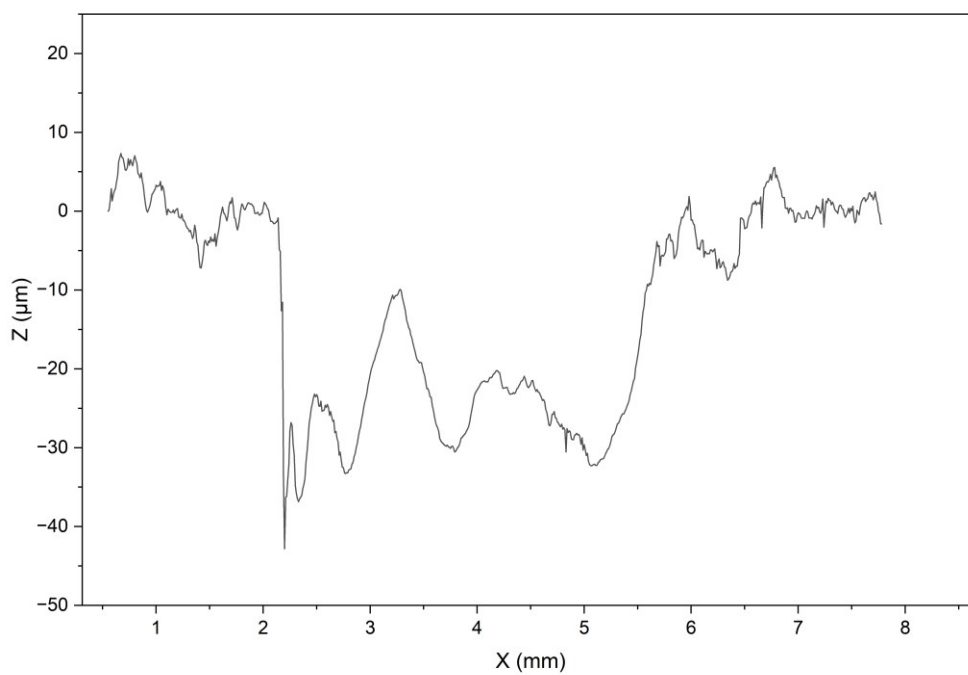
Durante l'elaborazione dei dati, alcune misure di profondità hanno evidenziato la necessità di eseguire ulteriori prove aggiuntive. Tramite il profilometro cromatico confocale sono state svolte le misure delle zone che presentavano valori di profondità particolarmente difficili da rilevare e non in linea con la tendenza osservata da altre tipologie di campioni.

La maggior parte dei profili ottenuti ha confermato i risultati acquisiti con il microscopio ottico digitale. Vengono riportati di seguito i due profili che invece hanno determinato una modifica nel calcolo effettivo della profondità di rimozione del materiale nei campioni F05 e F11, Figura 3.13 e Figura 3.14.

Nei campioni G trattati con basse pressioni e tempi ridotti (es. G04) si è riscontrata una perdita continua del segnale, nonostante la riduzione della velocità di avanzamento fino ad un valore di 0,05 mm/s. Tale fenomeno ha di fatto ostacolato la corretta acquisizione dei profili di questo campione; pertanto, la valutazione è stata effettuata sulla base dei dati acquisiti mediante microscopio digitale Hirox.



*Figura 3.13 - Profilo di rugosità del campione F05 lungo l'area trattata per 15s mediante dissoluzione elettrochimica*



*Figura 3.14 - Profilo di rugosità del campione F11 lungo l'area trattata per 10s mediante dissoluzione elettrochimica*

### 3.3 *Profili di tensioni residua in funzione della profondità*

I profili di tensione residua in funzione della profondità sono stati determinati combinando i risultati sperimentali ottenuti nelle precedenti sezioni con ulteriori misure XRD eseguite per ogni scavo ottenuto mediante elettrolucidatura.

Per agevolare la comprensione dei grafici riportati nei capitoli seguenti, questi riportano una curva che rappresenta l'andamento medio delle tensioni residue per un singolo campione compresa all'interno di una banda, che a sua volta rappresenta la deviazione standard.

Verranno presentati i risultati in due sezioni differenti, in base alle due differenti strategie di costruzione (F o G).

#### 3.3.1 Campioni F

##### 3.3.1.1 *Trattamento con corindone (AVB 120)*

In Figura 3.15 si può osservare il confronto dei profili ottenuti da due campioni trattati con lo stesso mezzo abrasivo (AVB120) ma pressioni del flusso di particelle e tempi di esposizione nettamente differenti.

Il picco di compressione è registrato in entrambi i casi in superficie, inoltre ambedue i campioni raggiungono la zona di neutralizzazione delle tensioni ad una profondità molto simile, compresa tra i 40 e i 50  $\mu\text{m}$ . Si evidenzia come una minore pressione di trattamento non implichi necessariamente un picco compressivo inferiore.

Nel campione F07, l'incremento di pressione del flusso di particelle e del tempo di esposizione comporta maggiore estensione in profondità dello stato tensionale compressivo nei primi strati del materiale, migliorando di fatto l'efficacia del trattamento.

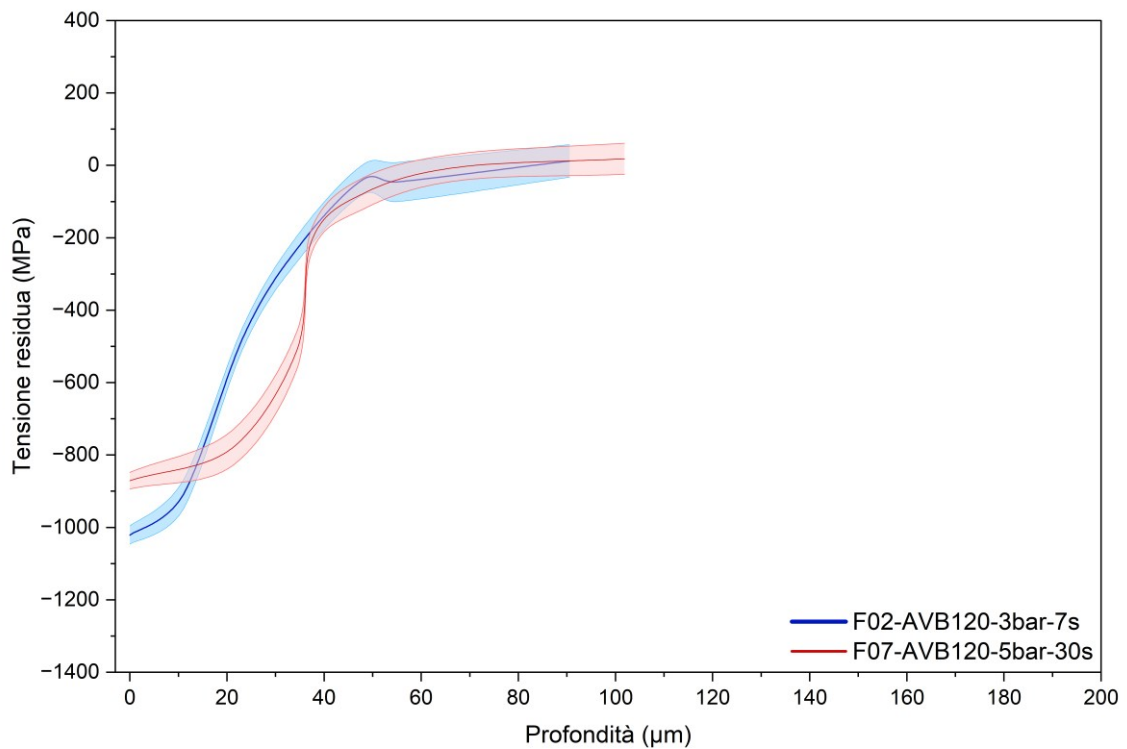


Figura 3.15 - Profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni F02 e F07

In Figura 3.16 sono presentati i profili di tensione residua di superfici trattate con flusso di corindone (AVB120) a 4 bar di pressione e tempi di esposizione crescenti.

I tre provini analizzati mostrano un picco compressivo superficiale di entità simile, ma un andamento delle tensioni in funzione della profondità differente. Il campione F04 presenta un decadimento rapido dello stato compressivo, ad una profondità di circa 20-30 μm. Il campione F05, il quale ha subito un trattato di pallinatura in umido con un tempo di esposizione maggiore, raggiunge la zona di annullamento delle tensioni residue ad una profondità leggermente superiore rispetto al campione F04. Durante le misure tramite microscopio ottico si è osservata, inoltre, una rimozione di materiale non uniforme nella cavità prodotta da dissoluzione elettrochimica a 10s. Per tempi di esposizione al mezzo abrasivo pari a 30s, lo stato compressivo si estende fino a 60 μm, migliorando l'effetto del trattamento di finitura.

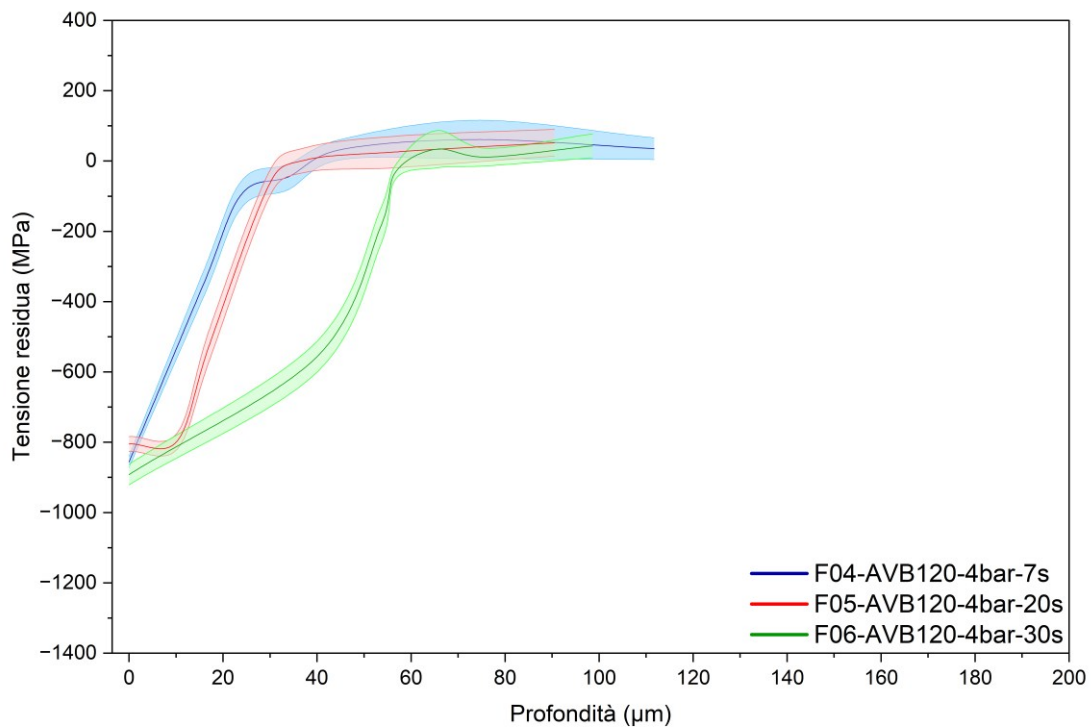


Figura 3.16 - Profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni F04, F05 e F06

### 3.3.1.2 Trattamento con sfere di vetro (B60)

In Figura 3.17 vengono riportati i profili dei campioni trattati utilizzando particelle sferiche di vetro. Esse apportano un'azione di deformazione plastica ed un comportamento delle tensioni residue differente rispetto all'utilizzo di particelle di corindone. Dai risultati ottenuti si evince la presenza di un picco sub-superficiale compressivo in tutti e tre i campioni analizzati. All'aumentare del tempo di esposizione delle particelle, il valore di tensione residua superficiale diminuisce leggermente; al contrario, il picco compressivo raggiunge valori sempre più elevati ed una profondità maggiori, arrivando ad un picco di  $-1207 \pm 18$  MPa per il provino F09.

Data l'elevata azione meccanica del trattamento meccanico, durante le misure XRD effettuate nelle zone trattate per 60s con dissoluzione elettrochimica non è stata raggiunto punto di inversione dello stato tensionale, portando ad aggiungere un ulteriore analisi aumentando il tempo di dissoluzione fino a 90s.

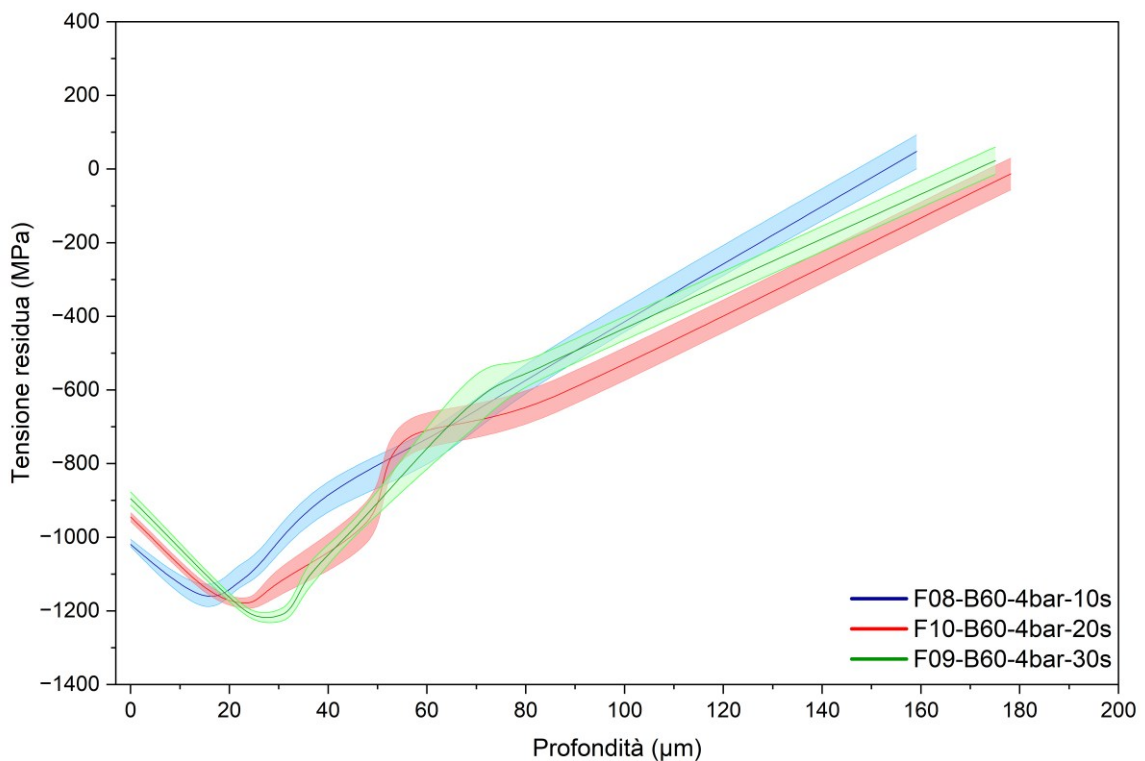


Figura 3.17 - Profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni F08, F10 e F09

### 3.3.1.3 Trattamento combinato (AVB120 e B60)

In Figura 3.18 vengono riportati i profili dei campioni che subiscono un doppio trattamento ad una pressione di 4 bar. Prima si effettua la pallinatura con particelle in corindone e successivamente con particelle in vetro, variando il tempo di esposizione nei tre componenti. La combinazione dei due mezzi determina una combinazione anche negli effetti, come si può notare nei profili di tensione residua.

Il picco di compressione è raggiunto nell'area sub-superficiale, ad una profondità di poco inferiore rispetto ai campioni trattati con solo sfere di vetro. La differenza principale che si osserva è data dalla profondità a cui viene raggiunta la zona di inversione delle tensioni residue, ovvero a circa 100 μm. Solo il campione F11 ha richiesto uno studio aggiuntivo delle tensioni nella cavità trattata per 90s tramite dissoluzione elettrochimica.

Nei seguenti provini non si osserva una correlazione evidente tra l'aumento del tempo di esposizione e l'aumento o l'eventuale spostamento del picco compressivo.

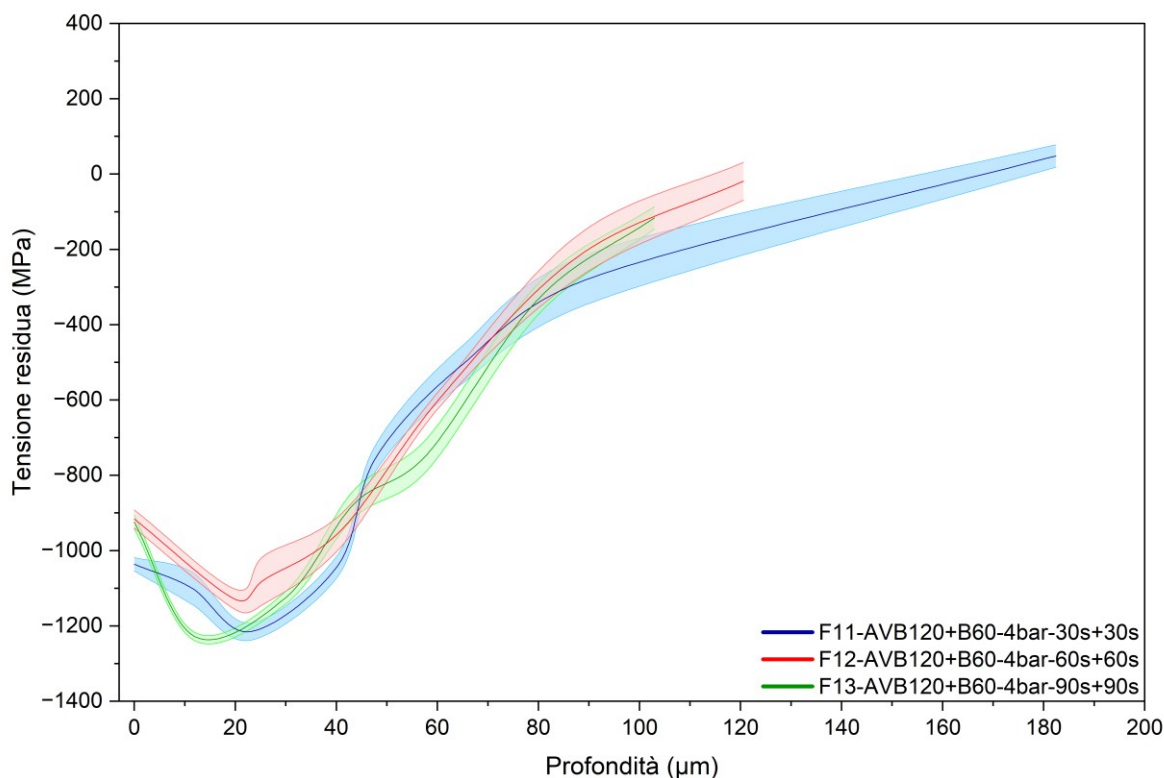


Figura 3.18 - Profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni F11, F12 e F13

Verranno adesso confrontati i campioni sottoposti a trattamento di *wet blasting* con lo stesso tempo di esposizione ma con due differenti pressioni, in modo da valutarne l'effetto sullo stato tensionale.

In Figura 3.19 si osservano i profili dei campioni F02 ed F04 soggetti a trattamento di finitura meccanica con un tempo di esposizione estremamente basso (7s). L'incremento di pressione nel campione F04 non comporta, in questo caso, un miglioramento nello stato compressivo, sia a livello di ampiezza che del picco raggiunto in superficie.

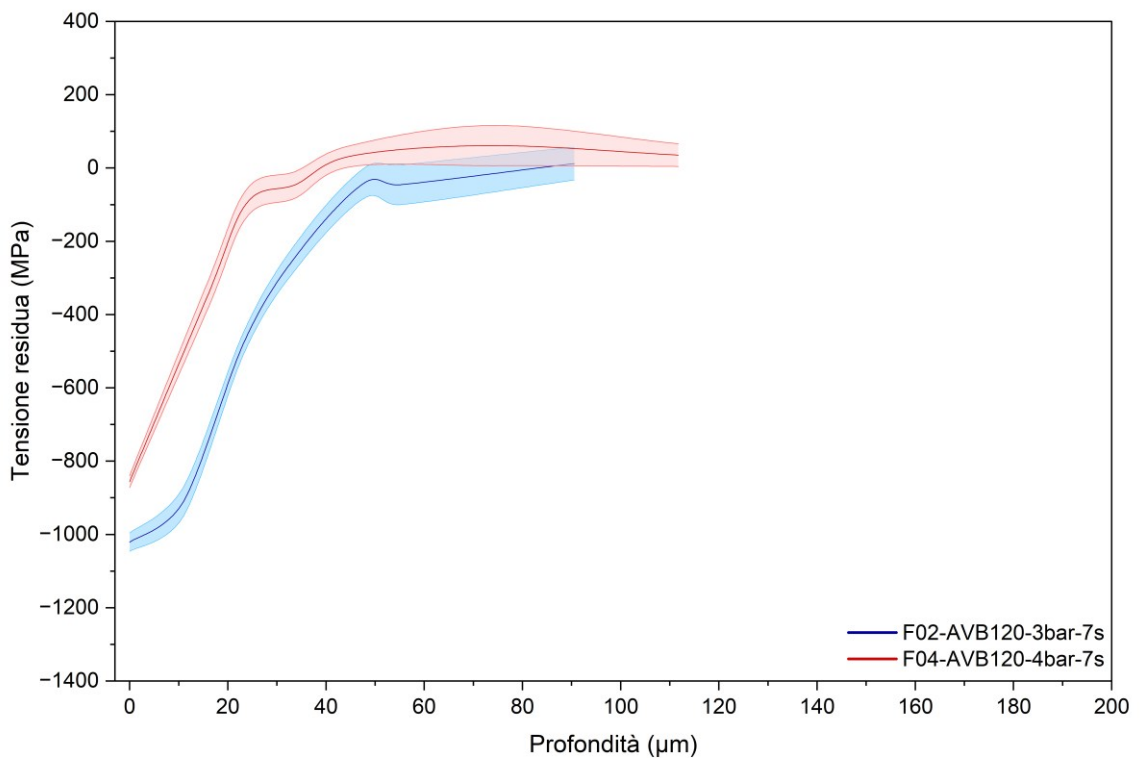


Figura 3.19 - Profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni F02 e F04

Un comportamento differente si osserva nei profili in Figura 3.20. Il picco compressivo è raggiunto in superficie per entrambi i campioni, con entità simile.

Il componente F06, trattato mediante *wet blasting* con una pressione del flusso di particelle pari a 4 bar, presenta un decadimento dello stato compressivo leggermente più veloce rispetto al componente F07, trattato con una pressione superiore pari a 5 bar. La tendenza in questo caso indica un leggero peggioramento dell'effetto della pallinatura in umido all'aumentare della pressione di trattamento. Sebbene i parametri di rugosità superficiale non mostrino alcuna variazione, le osservazioni morfologiche riportate nella sezione successiva evidenziano un netto peggioramento della qualità superficiale.

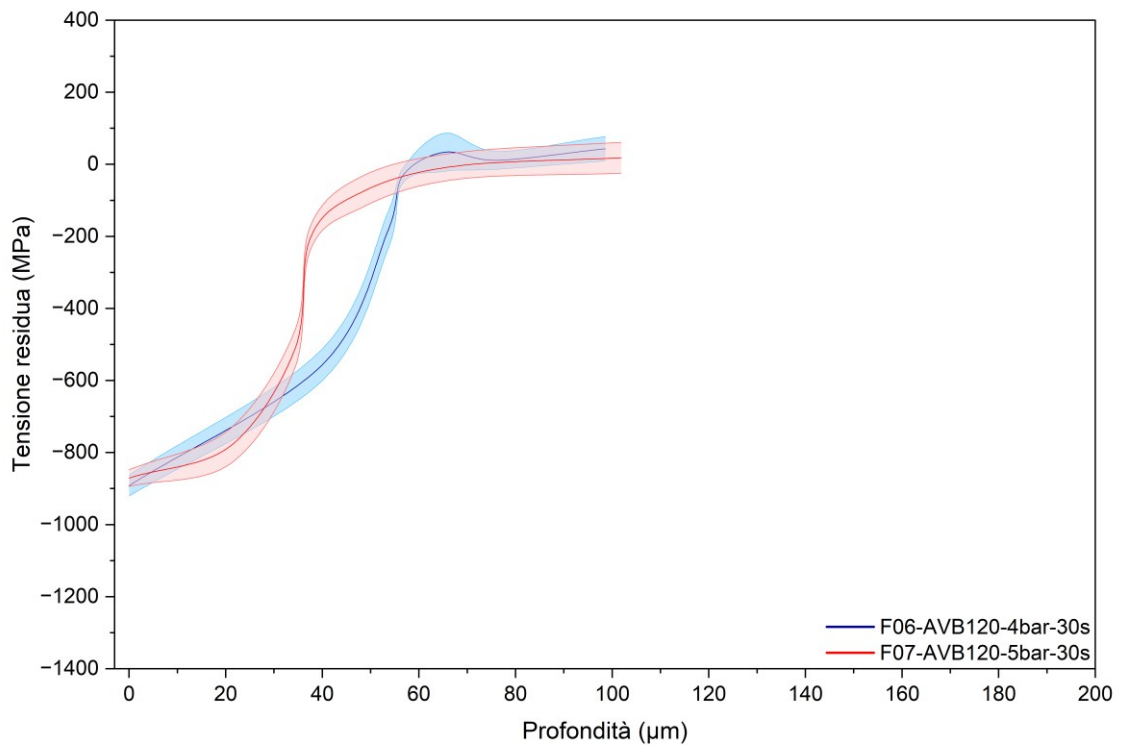


Figura 3.20 - profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni F06 e F07

In Figura 3.21 vengono confrontati tre campioni F sottoposti al trattamento di pallinatura in umido con mezzi abrasivi differenti e nelle medesime condizioni di processo.

Il componente F06 sottoposto al getto con particelle di corindone, come già descritto precedentemente, raggiunge un picco compressivo in superficie pari a  $-832 \pm 29$  MPa e raggiunge la zona di neutralizzazione a profondità basse, nell'ordine di 60 µm.

Il campione F09, trattato con sfere di vetro mostra valore di compressione superficiale simile al componente F06 ma raggiunge il picco nella zona sub-superficiale. Di particolare interesse è il raggiungimento della zona neutra delle tensioni ad una profondità pari a 160-170 µm. Il campione risulta essere quello che ha risentito maggiormente degli effetti meccanici del trattamento di pallinatura in umido.

Il campione F11, essendo trattato prima con particelle di corindone per 30s e successivamente con particelle di vetro per 30s di esposizione, presenta un profilo di tensioni residue dettato dalla combinazione dei due effetti. Si osserva un picco sub-

superficiale leggermente meno profondo rispetto a quello presentato nel provino F09 ed una estensione dello stato compressivo differente.

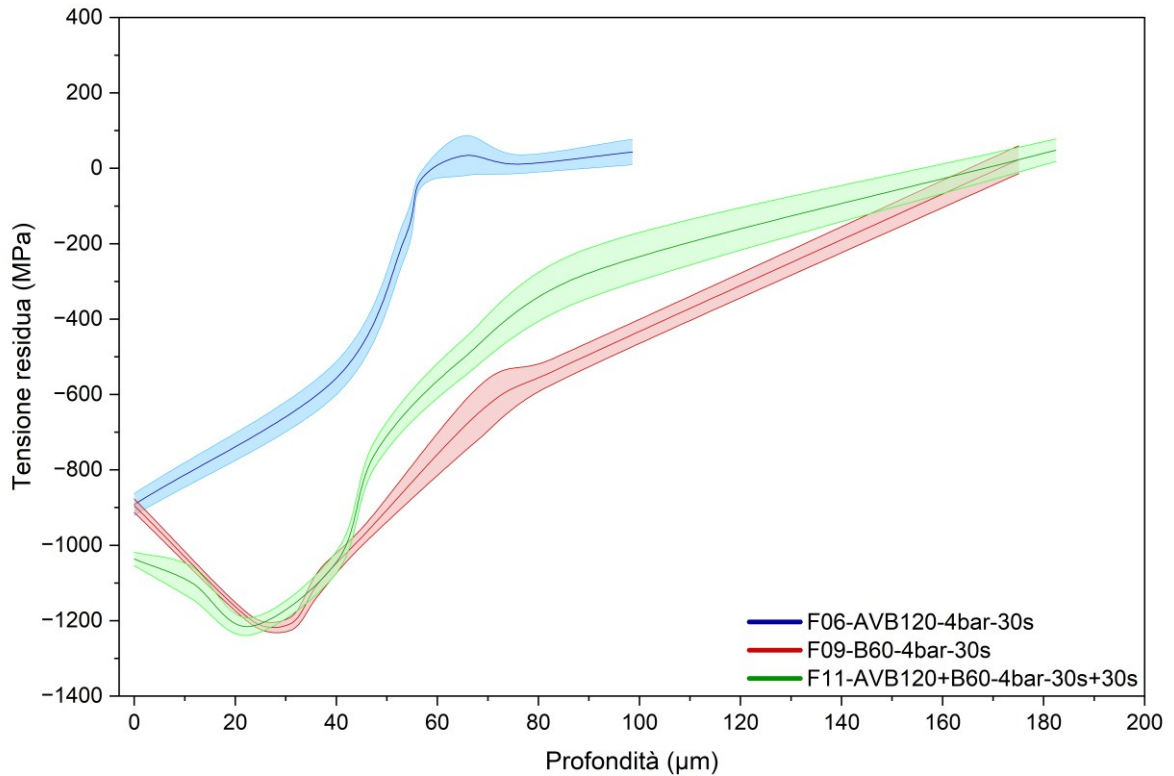


Figura 3.21 -Profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni F06, F09 e F11

#### 3.3.1.4 Discussione dei risultati

I risultati ottenuti nei profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni F permettono di individuare relazioni chiare tra i parametri di processo e lo stato tensionale indotto. Una prima differenza sostanziale è determinata dall'uso del mezzo abrasivo.

I campioni che subiscono il trattamento di *wet blasting* con particelle di corindone (AVB120) subiscono un effetto meccanico limitato alla sola zona superficiale. Essendo le particelle spigolose e di natura differente rispetto a quelle di vetro, provocano una deformazione plastica confinata ad una profondità di pochi micrometri dalla superficie. Dall'analisi dei profili, inoltre, è evidente come le condizioni di processo influenzino lo

stato tensionale ottenuto a seguito del trattamento meccanico, come evidenziato già in letteratura.

All'aumentare del tempo di esposizione si osserva un aumento dello stato compressivo indotto dal *wet blasting*; differente è il comportamento ottenuto variando la pressione di esposizione. Per validare effettivamente gli effetti sarebbe opportuno ripetere le misure su un numero maggiore di campioni, così da validarne le tendenze osservate.

È necessario tenere in considerazione come la risposta al trattamento meccanico di pallinatura in umido sia influenzato anche dalle caratteristiche morfologiche iniziali del campione nello stato *as-built*. Le superfici dei provini sono caratterizzate dalla presenza di particelle parzialmente fuse le quali sono uno dei principali responsabili dell'elevata rugosità e della disomogeneità superficiale [38]. Tali caratteristiche risultano coerenti con quanto osservato durante le osservazioni della morfologia superficiale effettuate al SEM. Durante il trattamento di *wet blasting*, tali particelle possono essere rimosse oppure deformate plasticamente a seguito dell'impatto del getto abrasivo all'interno della sospensione. Questo meccanismo favorisce una riduzione delle asperità e migliora l'omogeneità topografica superficiale.

Il trattamento di pallinatura in umido con sfere di vetro (B60) induce tensioni di compressione a profondità molto più elevate rispetto al trattamento con particelle di corindone. Si rilevano, in questo caso, picchi compressivi nello strato sub-superficiale. Il comportamento ottenuto nei profili di tensione residua abbinata alla riduzione della rugosità superficiale, come illustrato nel paragrafo precedente, può determinare un aumento della resistenza a fatica [39]. È noto come la riduzione della rugosità superficiale, unita ad un incrudimento dello strato superficiale, contribuisca a limitare la nucleazione delle cricche. Se a tale effetto si aggiunge l'introduzione di tensioni residue di natura compressiva si ottiene un rallentamento della propagazione della cricca stessa. Inoltre, lo spostamento del picco nella zona sub-superficiale comporta uno spostamento della zona di innesco.

Per i campioni trattati con particelle di corindone e poi con particelle di vetro, si osserva un profilo di tensione residua in funzione della profondità che è la combinazione degli effetti generati dai singoli trattamenti, come si è osservato in Figura 3.21.

L'ampiezza a mezza altezza (FWHM) misurata durante le analisi XRD è strettamente correlata all'incrudimento del materiale. La deformazione plastica, infatti, determina un

aumento della densità delle dislocazioni e micro-deformazioni reticolari, provocando distorsioni all'interno del reticolo ed un allargamento del picco di diffrazione.

Nei componenti sottoposti a trattamenti di finitura superficiale meccanici si osserva una diminuzione progressiva del parametro FWHM con l'aumentare della profondità [11]. In Figura 3.22, Figura 3.23 e Figura 3.24 è possibile visualizzare come nei campioni F l'elevato FWHM registrato in superficie indichi la presenza di incrudimento superficiale e poi un successivo decadimento negli stati più profondi. Si osserva, inoltre, come nei campioni trattati con particelle di vetro tale tendenza sia meno pronunciata rispetto ai campioni trattati con particelle di corindone, indice di una deformazione plastica importante anche negli strati più profondi. Ciò è coerente con i profili di tensione residua osservati.

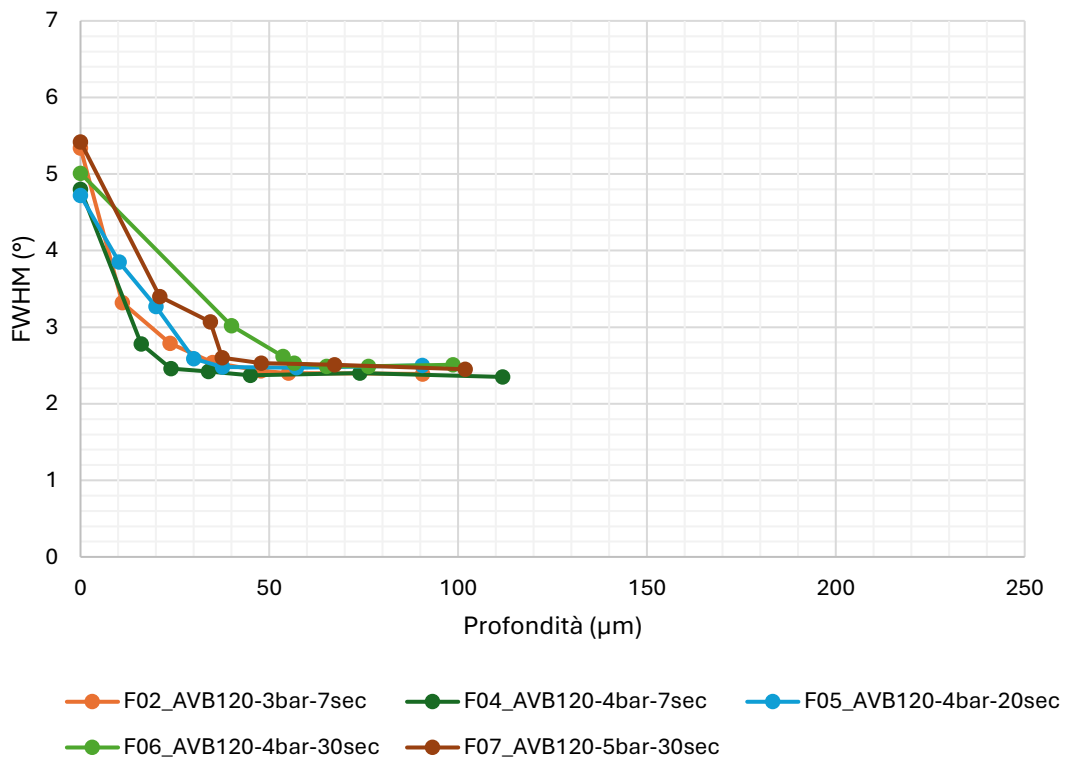


Figura 3.22 - FWHM in funzione della profondità per campioni F trattati con particelle di corindone (AVB120)

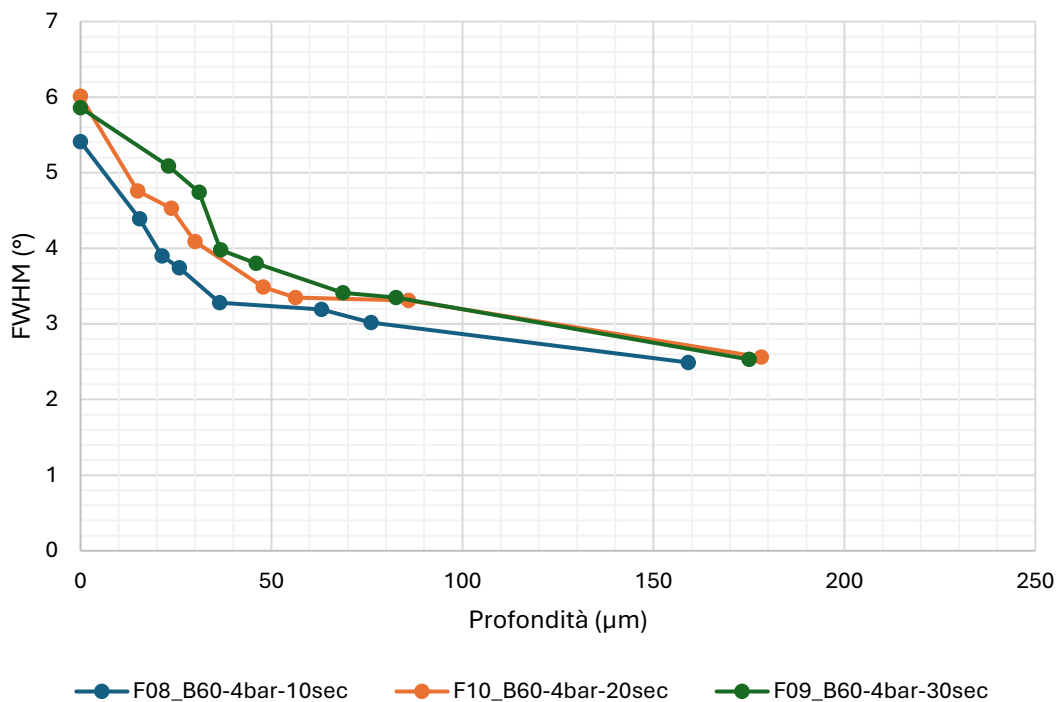


Figura 3.23 - FWHM in funzione della profondità per campioni F trattati con sfere di vetro (B60)

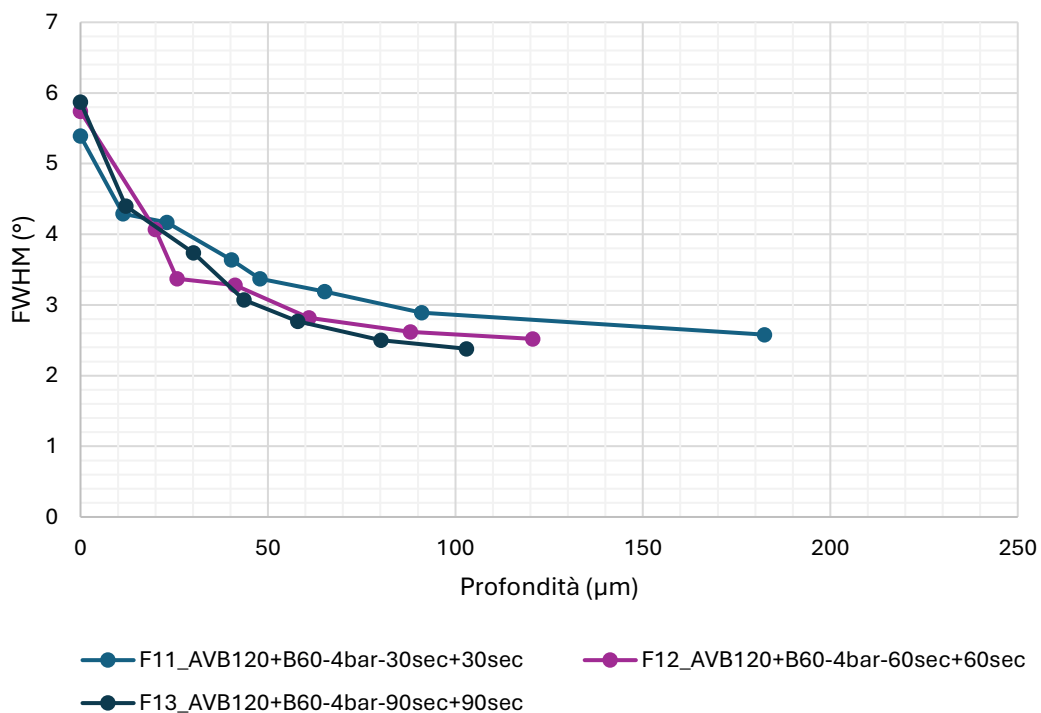


Figura 3.24 - FWHM in funzione della profondità per campioni F trattati con particelle di corindone e vetro (AVB120+B60)

### 3.3.2 Campioni G

#### 3.3.2.1 Trattamento con corindone (AVB 120)

In Figura 3.25 si osserva l'andamento dei profili ottenuti dallo studio dei campioni G trattati con corindone (AVB120) a pressioni di flusso e tempi di esposizione differenti.

Il campione G03, con una pressione di 3 bar e un tempo di 7 s presenta uno stato tensionale debolmente compressivo, piuttosto vicino alla zona di neutralità, con un picco di  $-99 \pm 19$  MPa. In questo caso si evince come le condizioni di trattamento utilizzate durante il processo di pallinatura in umido non siano sufficienti per generare un profilo di compressione alla superficie.

Differente è il comportamento del campione G07, il profilo evidenzia uno stato tensionale compressivo poco profondo ed un picco compressivo superficiale pari a  $-731 \pm 19$  MPa.

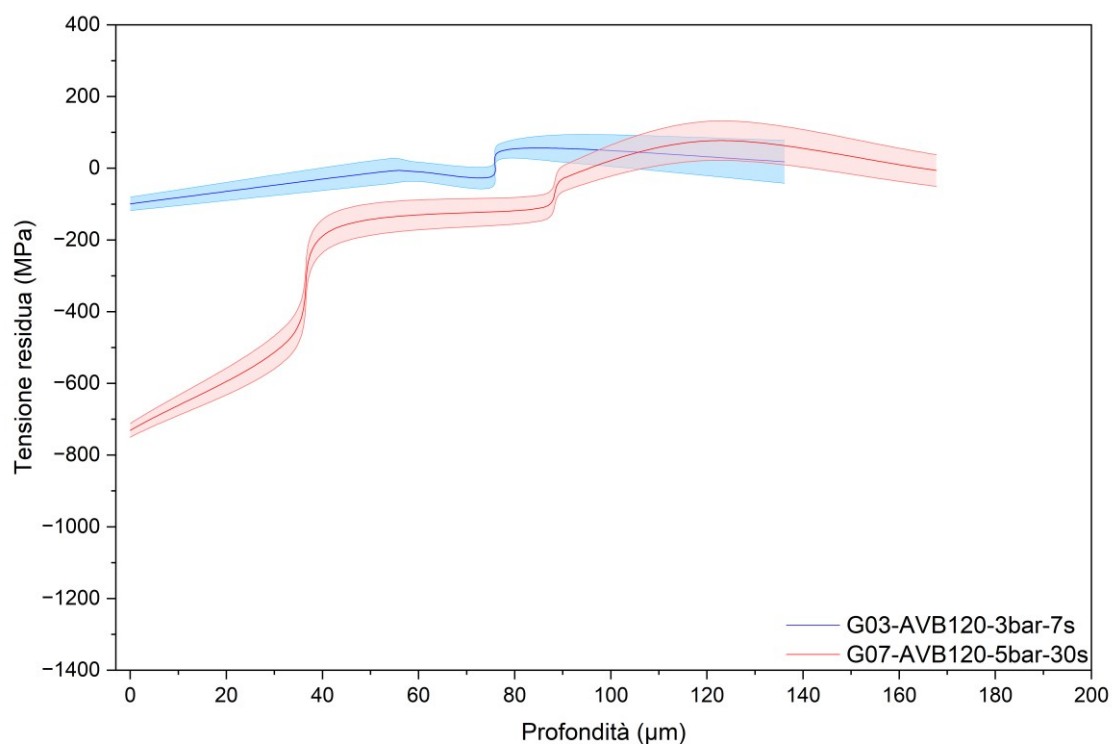


Figura 3.25 - Profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni G03 e G07

In Figura 3.26 si osservano i profili dei campioni G trattati con flusso a 4 bar e tempo di esposizione crescente.

I provini G05 e G06 mostrano un comportamento coerente con la tendenza per cui all'aumentare del tempo di trattamento, da 20s a 30s, si ottiene un aumento in termini di profondità dello stato tensionale compressivo. Completamente differente è il profilo mostrato dal componente G04 a seguito del trattamento di pallinatura in umido, il quale rivela un picco di compressione superficiale a  $-388 \pm 18$  MPa, inferiore rispetto ai valori di G05 e G06. Lo stato tensionale subisce poi un'inversione ad una profondità maggiore rispetto agli altri due campioni, ovvero quasi  $60 \mu\text{m}$ .

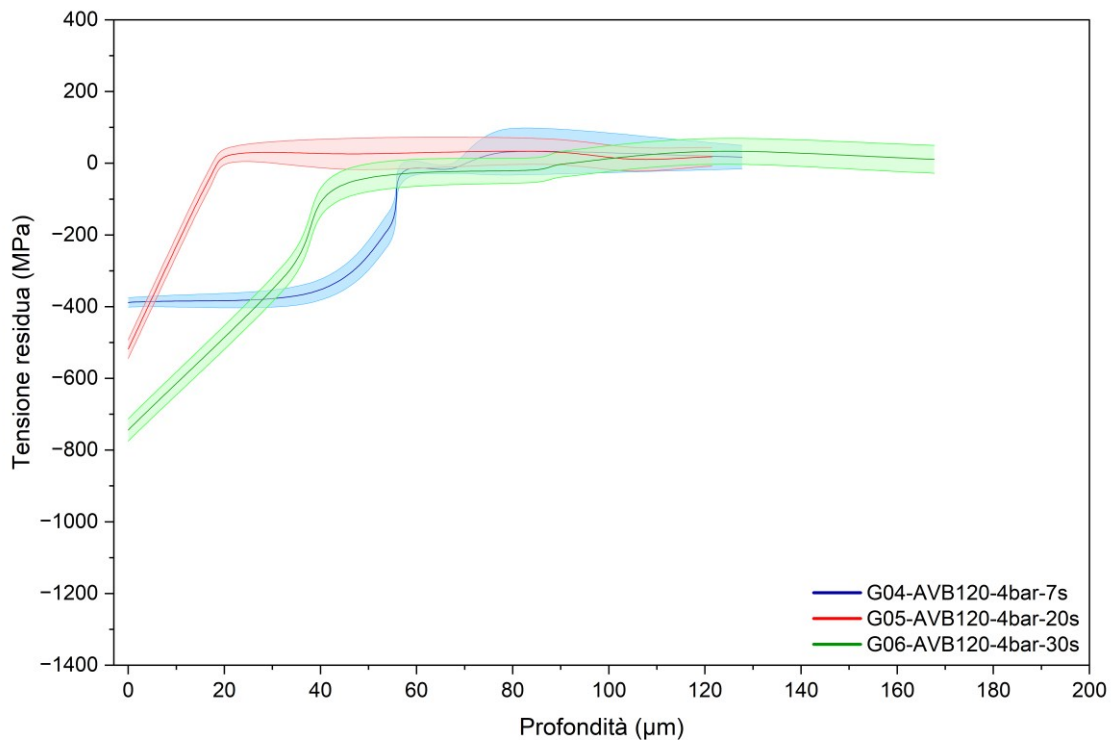


Figura 3.26 - Profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni G04, G05 e G06

### 3.3.2.2 Trattamento combinato (AVB120+B60)

In Figura 3.27 si osserva il comportamento dei profili dei campioni trattati con particelle di corindone e particelle di vetro con una data pressione e per tempi differenti. Nel caso dei campioni G non si è effettuato il trattamento di pallinatura in umido con sole sfere di vetro.

Dai profili ottenuti si osserva una tendenza in linea con il trattamento eseguito sui campioni F con le medesime condizioni di processo (Figura 3.18).

Sebbene il campione G08 sia meno esposto all'azione abrasiva del getto, esso mostra uno stato tensionale compressivo molto profondo (fino a 170-180  $\mu\text{m}$ ) con un picco del valore di  $-1073 \pm 10$  MPa. Tale provino ha richiesto un'analisi aggiuntiva mediante dissoluzione elettrochimica fino a 90s per la determinazione del profilo di tensione residua. La rimozione di materiale a 60 s non permetteva, infatti, di intercettare la zona di effettiva inversione delle tensioni. Il campione G10 evidenzia un picco di compressione di entità simile al campione G08 ma una minore estensione in profondità dello strato compressivo. Il campione G09 mostra un effetto del trattamento meccanico meno pronunciato rispetto agli altri due campioni.

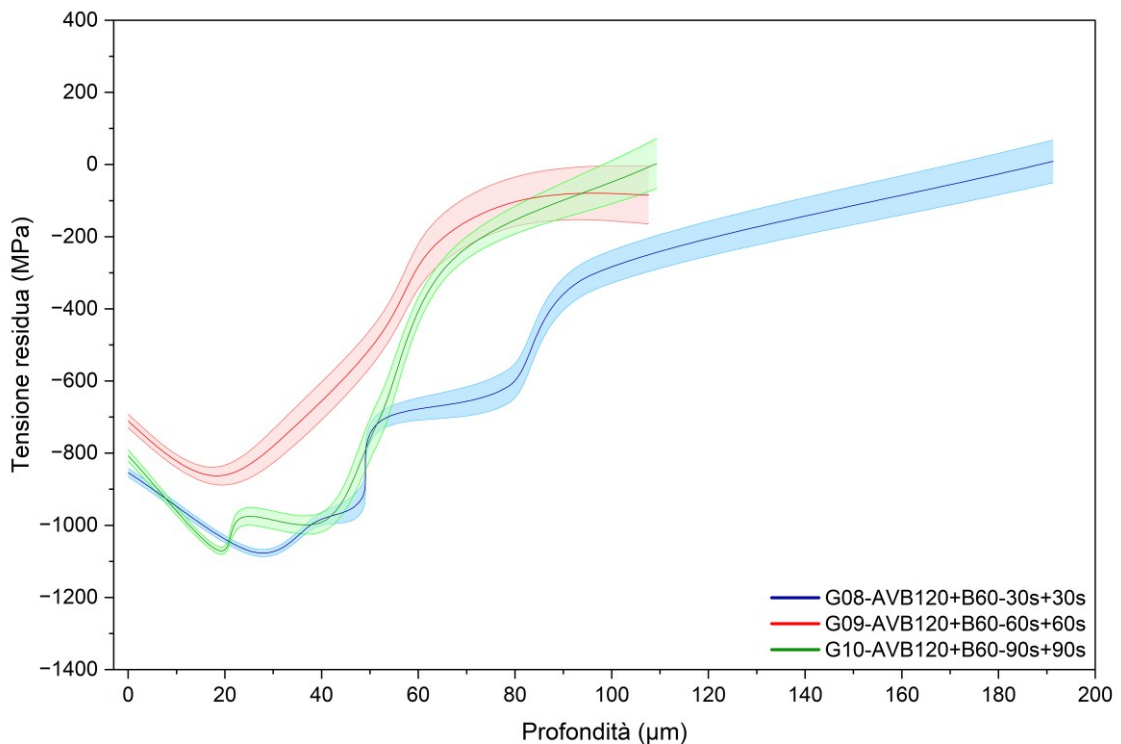


Figura 3.27 - Profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni G08, G09 e G10

Così come per i campioni F, vengono adesso riportati due confronti diretti degli effetti del trattamento di *wet blasting* svolti con il medesimo mezzo abrasivo e tempo di esposizione ma con una pressione del flusso di particelle differente.

In Figura 3.28 si osservano i profili inerenti ai campioni G03 e G04. Sebbene il tempo di esposizione al flusso di particelle e fluido sia di soli 7s, si nota come l'aumentare della pressione da 3 bar a 4 bar determini un marcato incremento dell'effetto del trattamento meccanico.

In Figura 3.29 è riportato invece, il comportamento dei campioni G06 e G07. Sebbene anche in questo caso ci sia un aumento della pressione di trattamento da 4 bar a 5 bar, i profili di tensione residua dei due trattamenti sono piuttosto simili tra loro; segno che la pressione di 4 bar rappresenti una soglia per la modifica meccanica dello stato tensionale. Un'ulteriore considerazione emerge dall'analisi combinata dei risultati dei profili di tensione residua, dei dati di rugosità superficiale e delle osservazioni morfologiche superficiali svolte al SEM nella sezione successiva. L'incremento della pressione da 4 a 5 bar determina un lieve peggioramento nei valori di rugosità, in particolar modo nel parametro  $R_z$ , ed una morfologia della superficie meno uniforme caratterizzata da una maggiore presenza di irregolarità. Ciò suggerisce come il trattamento effettuato ad una pressione di 4 bar rappresenti una soglia oltre la quale l'aumento della pressione non apporta ulteriori miglioramenti dello stato superficiale.

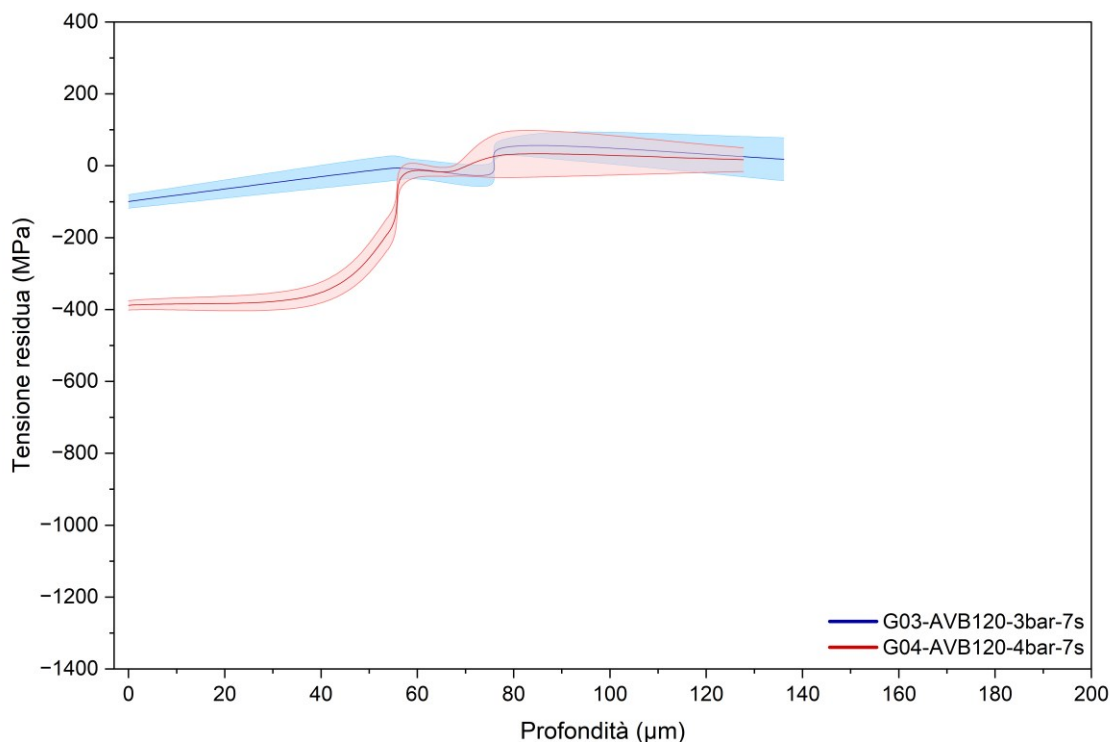


Figura 3.28 - Profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni G03 e G04

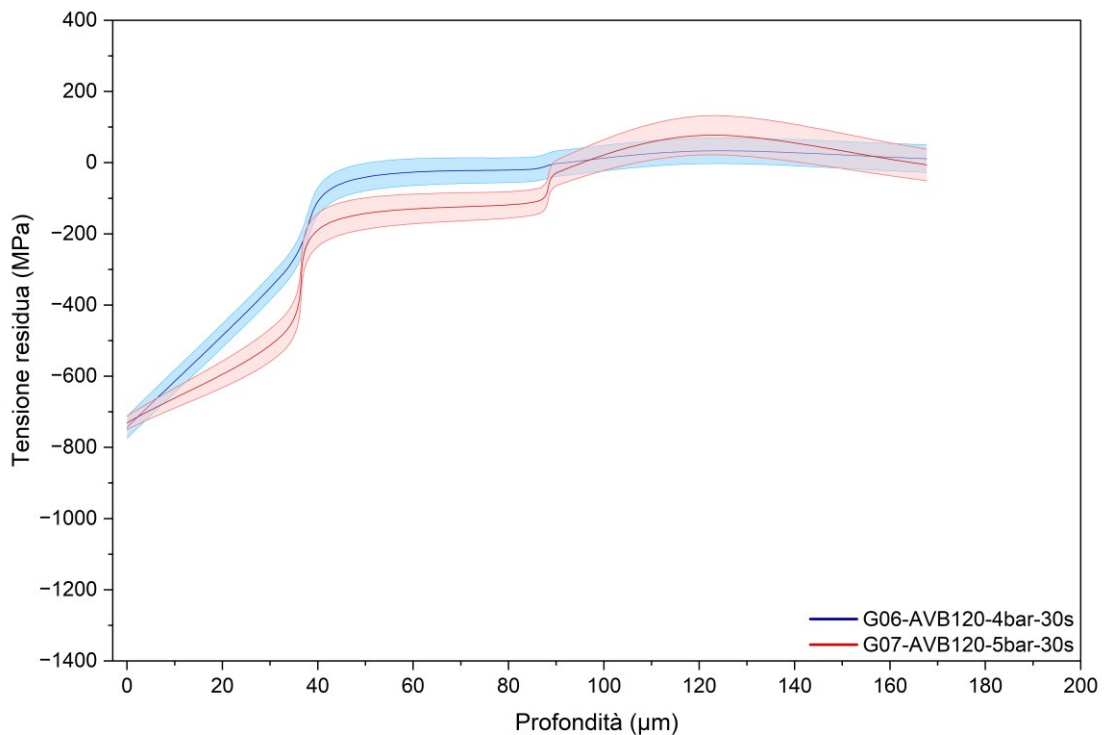


Figura 3.29 - Profili di tensione residua in funzione della profondità per i campioni G06 e G07

### 3.3.2.3 Discussione dei risultati

La strategia di costruzione utilizzata per i campioni G e la scelta di sottoporre al trattamento la superficie di *down skin* determina una differenza sostanziale dei risultati con i campioni F (*upskin*).

Come riportato nello studio dello stato dell'arte, la diversa orientazione in fase di processo PBF-LB/M modifica la morfologia, la risposta alla deformazione plastica indotta dal trattamento e ne accentua di fatto il comportamento anisotropo del materiale [20]. A seguito del trattamento di *wet blasting* si registrano dei valori di  $R_a$  e  $R_z$  circa quattro volte superiori rispetto ai campioni F, con conseguente maggiore presenza di asperità e crateri generati dall'impatto delle particelle del mezzo abrasivo. La combinazione di tali effetti con la presenza di particelle parzialmente fuse comporta una maggiore variabilità nei risultati dei profili di tensione residua. I risultati osservati a seguito dell'analisi morfologica condotta al SEM, nella sezione successiva, approfondiscono maggiormente gli effetti del trattamento sulla superficie finale a supporto delle considerazioni svolte finora.

Dai risultati analizzati nei profili di tensione residua in funzione della profondità è evidente come i campioni G raggiungano picchi di compressione meno intensi e profondità dello strato compressivo inferiori rispetto ai campioni F.

Quando la miscela di fluido e particelle impatta sul materiale nei campioni G genera una deformazione e una distribuzione dell'energia di impatto non uniforme che può influenzare la distribuzione delle tensioni residue in profondità [26] .

Come per i campioni F, la differente tipologia di particelle abrasive influenza l'effetto meccanico finale del trattamento. Il corindone induce uno stato compressivo di limitata entità, promuovendo una deformazione locale del materiale, mentre la combinazione di corindone e vetro induce uno stato compressivo profondo nel materiale. Le tendenze osservate nei profili di tensione residua evidenziano, inoltre, un comportamento irregolare al variare delle condizioni di trattamento.

La dissoluzione elettrochimica in questa tipologia di campioni ha un effetto più pronunciato rispetto a quanto rilevato nei campioni F. La causa è da ricercarsi nella topografia della superficie trattata, la quale velocizza la rimozione del materiale, come evidenziato in letteratura [40]. Proprio a causa della strategia di costruzione attuata durante il processo AM, i campioni G presentano maggiori asperità, porosità superficiale e la presenza di un numero maggiore di particelle parzialmente fuse. La morfologia favorisce, perciò, il processo di dissoluzione, incrementando l'attacco elettrochimico in profondità maggiori.

Dai profili di ampiezza a mezza altezza (FWHM) in funzione della profondità (Figura 3.30 e Figura 3.31) si osserva un picco in superficie, il quale indica un aumento delle densità di dislocazioni in questa zona e il successivo decadimento della curva fino ad arrivare ad una zona di plateau in profondità.

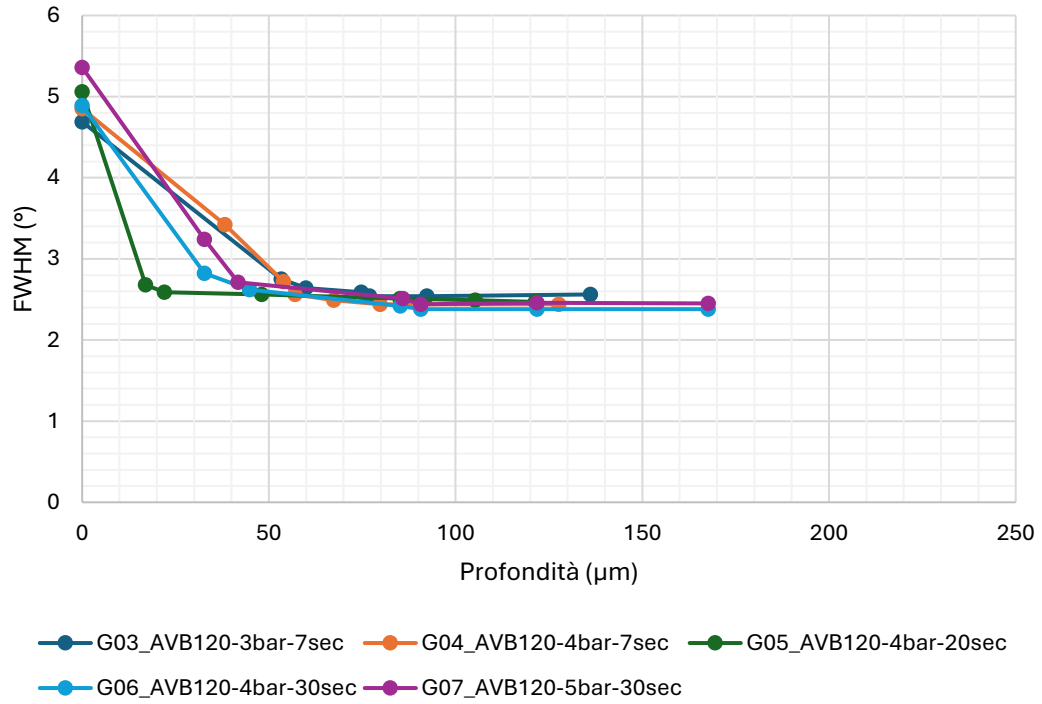


Figura 3.30 - FWHM in funzione della profondità per campioni G trattati con particelle di corindone (AVB120)

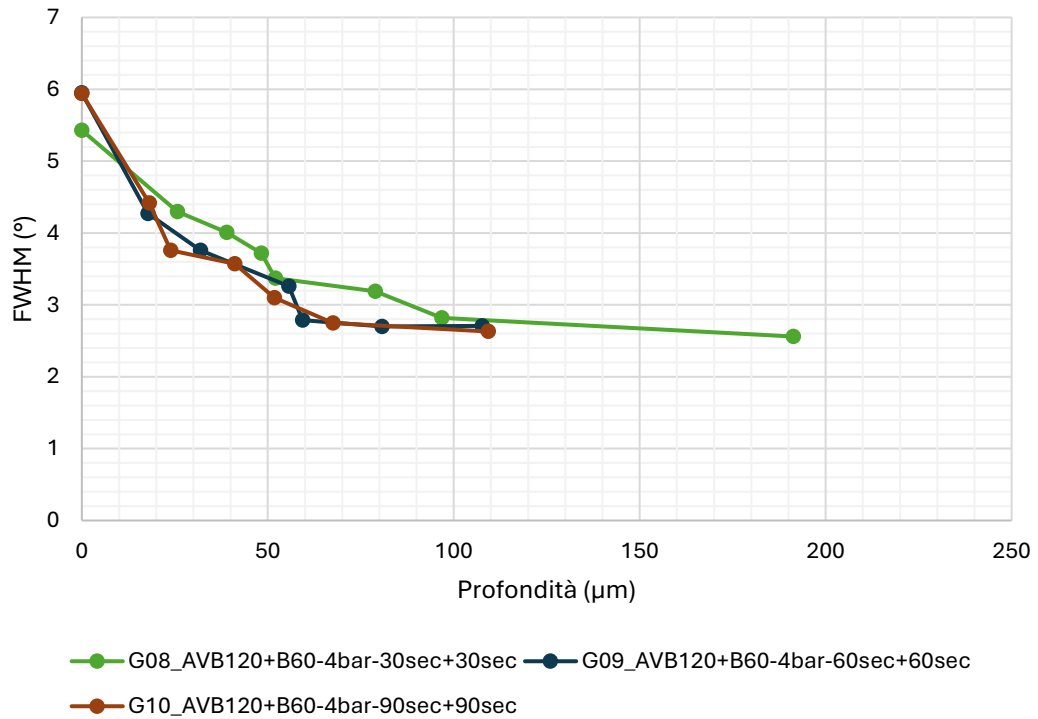
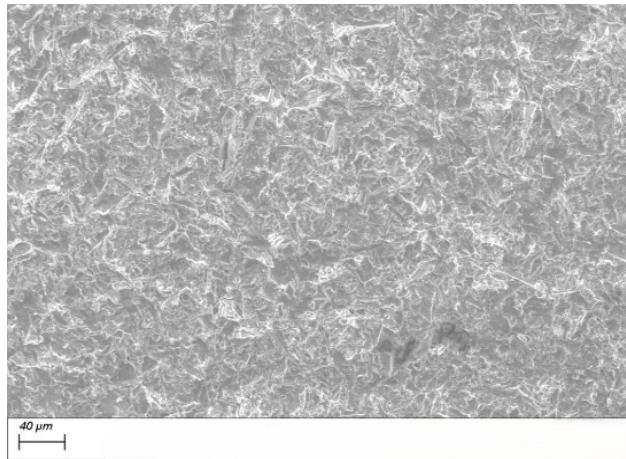


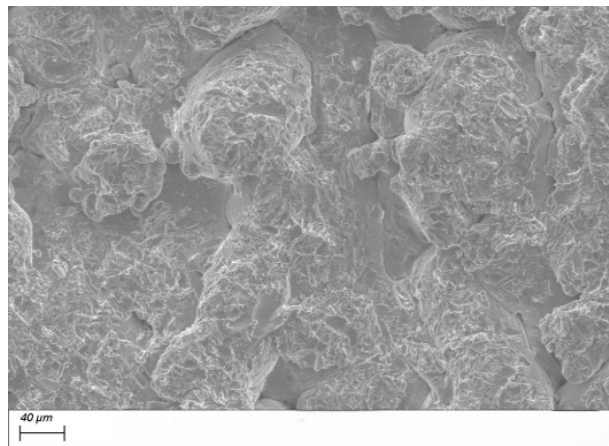
Figura 3.31 - FWHM in funzione della profondità per campioni G trattati con particelle di corindone e vetro (AVB120+B60)

### 3.4 Analisi morfologica mediante SEM

L'analisi della morfologia mediante osservazioni al SEM permette di poter valutare l'evoluzione qualitativa della superficie dei campioni a seguito del trattamento superficiale. Confrontando i campioni della serie F e G, in Figura 3.32, trattati con pressione pari a 3 bar e tempo pari a 7s, si osserva come il campione F02 presenti una superficie irregolare ma migliore rispetto al provino G03 che invece evidenzia la presenza di crateri più pronunciati e una morfologia piuttosto frastagliata, con sporgenze evidenti. Questa differenza trova riscontro con i valori di rugosità presentati nel paragrafo 3.1, in quanto il campione G mostrava valori di Ra e Rz quattro volte superiori ai valori misurati nel campione F. La direzione di crescita ha un impatto determinante sulla topografia superficiale finale a seguito del trattamento di pallinatura.



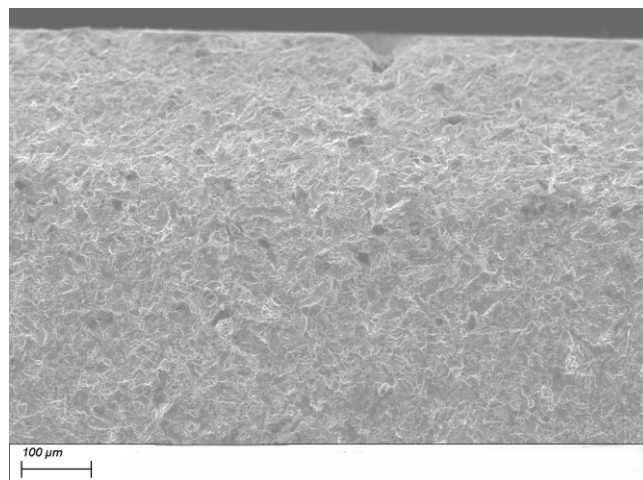
(a)



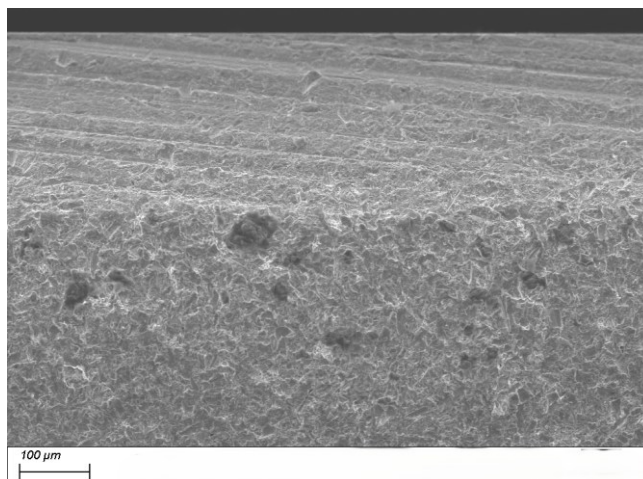
(b)

*Figura 3.32 - Immagini SEM della morfologia dei campioni F02 (a) e G03 (b)*

In Figura 3.33 si osservano le micrografie SEM dei campioni F06 ed F07. L'esempio riportato pone l'attenzione su come varia la struttura superficiale a seguito dell'aumento della pressione di trattamento da 4 bar a 5 bar per provini trattati con particelle di corindone e con un tempo di esposizione pari a 30s. Nel caso (b) si evidenzia una superficie piuttosto frastagliata, con bordi irregolari e crateri più profondi rispetto al caso (a). In entrambi i campioni i parametri Ra e Rz rimangono non subiscono alcuna variazione, indicando come il trattamento di pallinatura non influenzi la rugosità, ma alteri notevolmente la superficie.



(a)

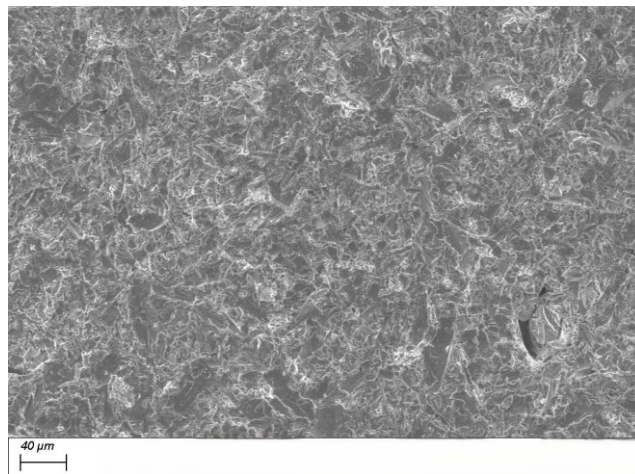


(b)

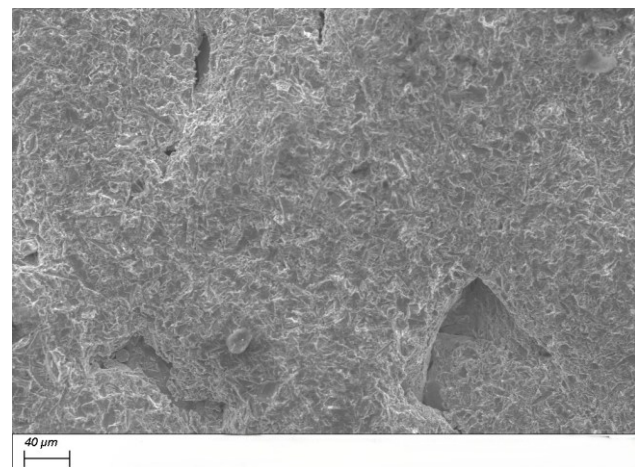
*Figura 3.33 - Immagini SEM della morfologia dei campioni F06 (a) e F07 (b)*

In Figura 3.34 si osservano i campioni di tipo G trattati con i medesimi parametri di processo dei campioni precedenti, (a) AVB120-4bar-30s e (b) AVB120-5bar-30s.

Nonostante le differenze morfologiche tra i campioni G ed F, si nota come l'evoluzione della superficie sia comparabile a quella evidenziata dai campioni F al variare della pressione di trattamento. L'aumento della pressione provoca, inoltre, un aumento dei crateri d'impatto nel campione (b).



(a)



(b)

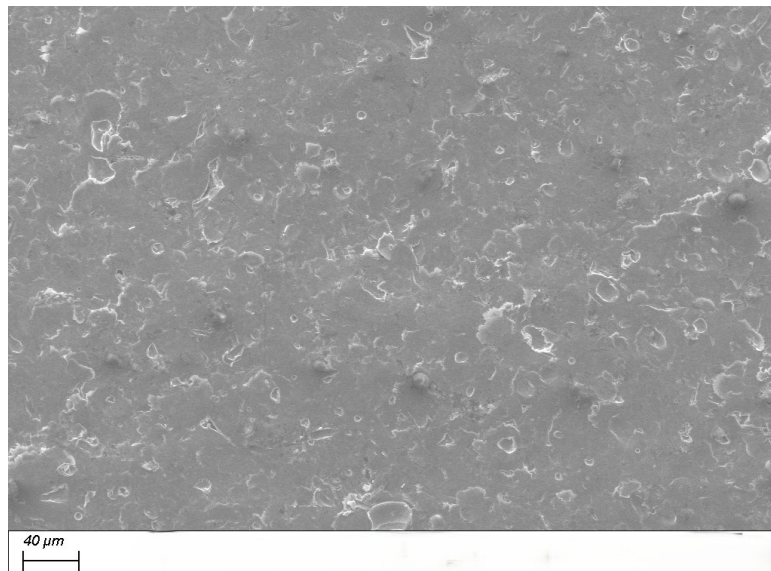
*Figura 3.34 - Immagini SEM della morfologia dei campioni G06 (a) e G07 (b)*

In Figura 3.35 si osserva la morfologia del campione di tipo F trattato con particelle di vetro. L'impatto di tali sfere genera una superficie relativamente uniforme rispetto ai campioni

trattati con particelle di corindone. Inoltre, sulla superficie analizzata non si denotano cavità aperte come nei casi precedenti.

La deformazione plastica superficiale indotta dal mezzo risulta uniforme a livello morfologico e si osservano delle impronte piuttosto circolari. Tali impronte possono essere attribuite all'impatto delle sfere di vetro con la superficie, determinando lievi depressioni superficiali.

La presenza del fluido influenza il meccanismo di interazione tra particelle e superficie, generando effetti differenti rispetto a quanto osservato nel trattamento di pallinatura a secco [14].



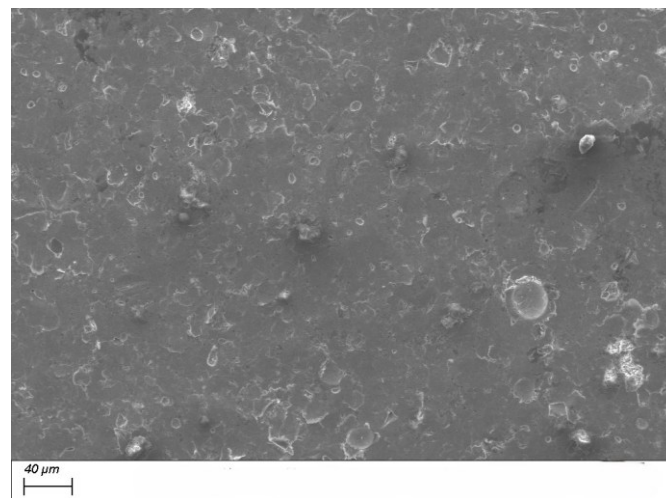
*Figura 3.35 - Immagini SEM della morfologia del campione F10*

In Figura 3.36 si osservano le superfici inerenti ai campioni trattati prima con particelle di corindone e poi vetro.

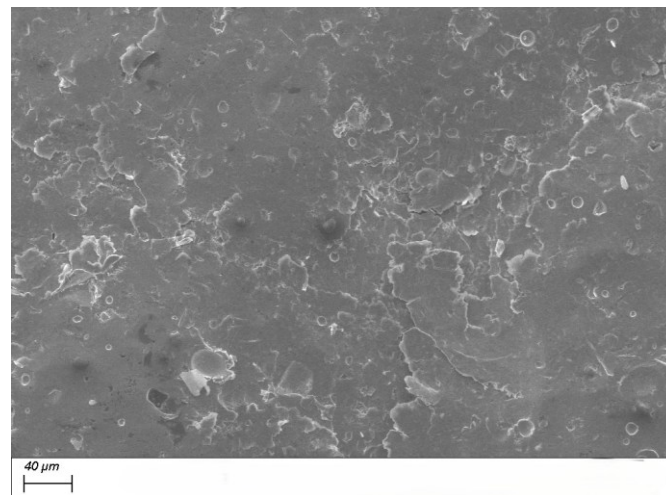
Il campione F (a) mostra una superficie piuttosto uniforme ma leggermente più irregolare rispetto al caso precedente in Figura 3.35. La presenza di micro-cavità osservabili ad ingrandimenti maggiori deriva dal primo trattamento effettuato con particelle più spigolose come quelle in corindone. Sono visibili, inoltre, delle zone tondeggianti e sferiche le quali suggeriscono l'impatto delle sfere di vetro. I parametri Ra e Rz risultano quasi invariati

rispetto al campione F10, indicando come il trattamento di *wet blasting* con AVB120+B60 non produca variazioni rilevanti della rugosità superficiale.

Il campione G (b) non può essere correlato al corrispettivo campione trattato con solo particelle di vetro. Si osserva, però, un notevole miglioramento della morfologia rispetto ai provini trattati con AVB120, con cavità da impatto meno pronunciate e una deformazione plastica superficiale più uniforme sulla superficie trattata. Anche qui si segnalano la presenza di impronte derivanti dall'interazione della superficie con le sfere di vetro.



(a)



(b)

*Figura 3.36 - Immagini SEM della morfologia dei campioni F12 (a) e G09 (b)*

### 3.5 Confronto qualitativo tra le condizioni di trattamento

In Figura 3.37 viene riportato un diagramma comparativo tra i campioni F e G, al fine di rendere immediato il confronto tra i risultati ottenuti nelle sezioni precedenti. Tale confronto è stato effettuato unicamente tra i campioni trattati con pressione pari a 4 bar. Trattamenti effettuati a 3 bar o 5 bar non hanno apportato significativi miglioramenti rispetto alla condizione di riferimento. Nei grafici è stata adottata una scala normalizzata da 0 a 5. Il valore più elevato corrisponde alla condizione più favorevole osservata per quel dato parametro, mentre il valore più basso corrisponde alla più sfavorevole.

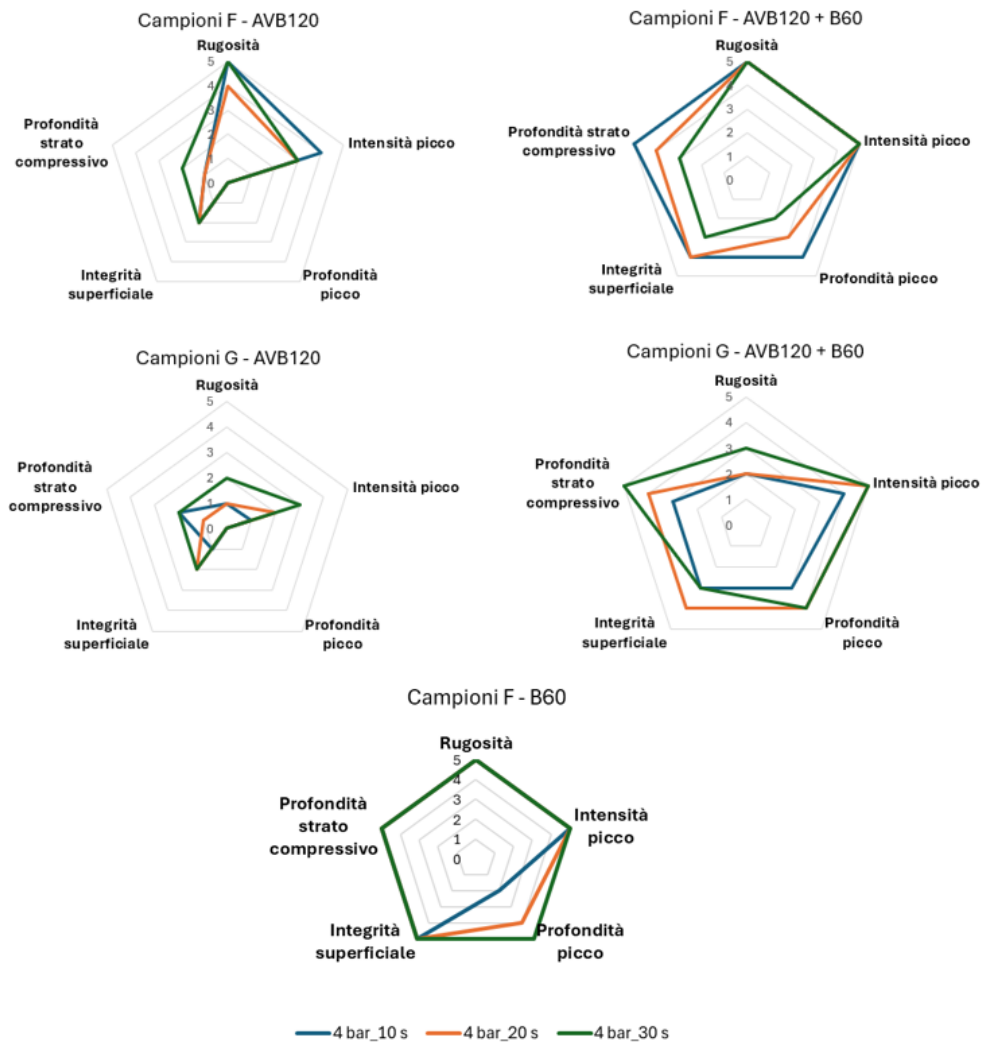


Figura 3.37 - Confronto qualitativo tra i campioni F e G sottoposti a trattamento di wet blasting a 4 bar con differenti mezzi abrasivi in funzione dei diversi parametri analizzati

## 4 Conclusioni

Il presente lavoro di tesi ha analizzato l'effetto del trattamento di pallinatura in umido sulla superficie di campioni in superlega Inconel 718 prodotti mediante PBF-LB/M con differenti strategie di crescita. L'obiettivo è stato quello di studiare le tensioni residue, correlando i risultati ottenuti con le caratterizzazioni della morfologia, della topografia superficiale, rappresentative delle modifiche microstrutturali.

L'analisi della topografia superficiale ha reso evidente come, nei campioni F, i parametri di rugosità Ra e Rz mostrino variazioni minime in base alle diverse condizioni di trattamento attuate. I campioni di tipo G presentano valori di rugosità più elevati, fino a circa quattro volte rispetto a quelli dei campioni F, nonché una maggiore variabilità in funzione delle condizioni di processo. Trattamenti di pallinatura in umido effettuati con pressioni e tempi di processo bassi rendono la superficie notevolmente più scabra.

L'analisi dei profili delle tensioni residue evidenzia che il trattamento eseguito impiegando particelle di corindone genera uno strato tensionale compressivo limitato ai primi strati superficiali, sino ad una profondità di 40-50  $\mu\text{m}$ . I campioni trattati con sfere di vetro presentano uno spostamento del picco compressivo nello strato sub-superficiale (circa -1200 MPa), fino al raggiungimento della zona di inversione delle tensioni residue ad una profondità di circa 160-170  $\mu\text{m}$ . I provini trattati prima con particelle di corindone e successivamente con particelle di vetro mostrano un profilo di tensione residua meno profondo rispetto al caso precedente ma con picchi compressivi presenti sempre nella zona sub-superficiale. I campioni di tipo G, realizzati con direzione di costruzione differente, presentano una riduzione dell'efficacia del trattamento di finitura meccanico alle medesime condizioni. Si osserva, in particolare, una diminuzione dell'intensità del picco di compressione di circa 100 MPa rispetto ai valori ottenuti nei campioni F.

Dalle immagini acquisite al SEM è evidente una netta differenza morfologica tra le due diverse tipologie di campioni G ed F. Le condizioni di processo, in particolar modo la

diversa tipologia di mezzo abrasivo impiegato, incidono profondamente sulle caratteristiche della superficie osservate a seguito del trattamento.

Nel complesso, i risultati indicano che il trattamento di wet blasting con particelle di vetro rappresenta la condizione migliore tra quelle analizzate, in quanto consente di ottenere un efficace stato tensionale compressivo. La superficie di quest'ultimo risulta più uniforme e meno danneggiata.

I risultati suggeriscono che una pressione di 4 bar rappresenti una soglia per l'efficacia del trattamento, in quanto l'utilizzo di una pressione maggiore non comporta un incremento dell'efficacia tale da giustificare l'impiego.

La possibilità di correlare i risultati delle misure di tensioni residue con le caratteristiche microstrutturali e meccaniche degli strati subsuperficiali pone la base per l'approfondimento dei meccanismi che regolano la formazione di tensioni residue in superlega Inconel 718 PBF-LB/M al variare della strategia di crescita. L'ottimizzazione del trattamento di *wet blasting* al variare della tipologia di superficie trattata (*upskin/downskin*) potrebbe definire un pattern di trattamento ad hoc per uniformare finitura superficiale e profilo di tensione residua sull'intera superficie del componente.

## Bibliografia

- [1] D. Dudzinski, A. Devillez, A. Moufki, D. Larrouquère, V. Zerrouki, and J. Vigneau, 'A review of developments towards dry and high speed machining of Inconel 718 alloy', *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, vol. 44, no. 4, pp. 439–456, Mar. 2004, doi: 10.1016/S0890-6955(03)00159-7.
- [2] M. H. Ali, N. Sabyrov, and E. Shehab, 'Powder bed fusion–laser melting (PBF–LM) process: latest review of materials, process parameter optimization, application, and up-to-date innovative technologies', Dec. 01, 2022, *Springer Science and Business Media Deutschland GmbH*. doi: 10.1007/s40964-022-00311-9.
- [3] P. S. Sibanda, P. Carr, M. Ryan, and S. Bigot, 'State of the Art in Surface Finish of Metal Additive Manufactured Parts', in *Advances in Transdisciplinary Engineering*, IOS Press BV, Aug. 2019, pp. 221–225. doi: 10.3233/ATDE190039.
- [4] M. Jamal and M. N. Morgan, 'Design process control for improved surface finish of metal additive manufactured parts of complex build geometry', *Inventions*, vol. 2, no. 4, Dec. 2017, doi: 10.3390/inventions2040036.
- [5] Y. Kaynak and O. Kitay, 'The effect of post-processing operations on surface characteristics of 316L stainless steel produced by selective laser melting', *Addit. Manuf.*, vol. 26, pp. 84–93, Mar. 2019, doi: 10.1016/j.addma.2018.12.021.
- [6] N. Ahmed *et al.*, 'Electron beam melting of titanium alloy and surface finish improvement through rotary ultrasonic machining', *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 92, no. 9–12, pp. 3349–3361, Oct. 2017, doi: 10.1007/s00170-017-0365-3.
- [7] C. Ma *et al.*, 'Improving surface finish and wear resistance of additive manufactured nickel-titanium by ultrasonic nano-crystal surface modification', *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 249, pp. 433–440, Nov. 2017, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2017.06.038.
- [8] E. Maleki, O. Unal, M. Guagliano, and S. Bagherifard, 'The effects of shot peening, laser shock peening and ultrasonic nanocrystal surface modification on the fatigue strength of Inconel 718', *Materials Science and Engineering: A*, vol. 810, Apr. 2021, doi: 10.1016/j.msea.2021.141029.
- [9] M. John, P. R. Kalvala, M. Misra, and P. L. Menezes, 'Peening Techniques for Surface Modification: Processes, Properties, and Applications', *Materials*, vol. 14, no. 14, p. 3841, Jul. 2021, doi: 10.3390/ma14143841.
- [10] D. A. Lesyk, V. V. Dzhemelinskyi, S. Martinez, B. N. Mordyuk, and A. Lamikiz, 'Surface Shot Peening Post-processing of Inconel 718 Alloy Parts Printed by Laser Powder Bed Fusion Additive Manufacturing', *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 30, no. 9, pp. 6982–6995, Sep. 2021, doi: 10.1007/s11665-021-06103-6.

- [11] T. Gundgire, T. Jokiahho, S. Santa-aho, T. Rautio, A. Järvenpää, and M. Vippola, ‘Comparative study of additively manufactured and reference 316 L stainless steel samples – Effect of severe shot peening on microstructure and residual stresses’, *Mater. Charact.*, vol. 191, Sep. 2022, doi: 10.1016/j.matchar.2022.112162.
- [12] F. Calignano, V. Mercurio, G. Rizza, and M. Galati, ‘Investigation of surface shot blasting of AlSi10Mg and Ti6Al4V components produced by powder bed fusion technologies’, *Precis. Eng.*, vol. 78, pp. 79–89, Nov. 2022, doi: 10.1016/j.precisioneng.2022.07.008.
- [13] S. Bagehorn, J. Wehr, and H. J. Maier, ‘Application of mechanical surface finishing processes for roughness reduction and fatigue improvement of additively manufactured Ti-6Al-4V parts’, *Int. J. Fatigue*, vol. 102, pp. 135–142, Sep. 2017, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2017.05.008.
- [14] M. O. Vasylyev, B. M. Mordyuk, and S. M. Voloshko, ‘SURFACE POST-PROCESSING OF INCONEL 718 ALLOY FABRICATED BY ADDITIVE MANUFACTURING: SELECTIVE LASER MELTING’, *Progress in Physics of Metals*, vol. 25, no. 3, pp. 614–642, 2024, doi: 10.15407/ufm.25.03.614.
- [15] M. Yang, J. Choi, J. Lee, N. Hur, and D. Kim, ‘Wet blasting as a deburring process for aluminum’, *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 214, no. 3, pp. 524–530, 2014, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2013.09.011.
- [16] H. Chen *et al.*, ‘Influence of different wet-blasting pressure on the surface integrity and tool cutting performance of hybrid CVD-TiN/TiCN/ $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiN coated tools’, *Wear*, vol. 546–547, Jun. 2024, doi: 10.1016/j.wear.2024.205327.
- [17] A. Tabatabaeian, A. R. Ghasemi, M. M. Shokrieh, B. Marzbanrad, M. Baraheni, and M. Fotouhi, ‘Residual Stress in Engineering Materials: A Review’, *Adv. Eng. Mater.*, vol. 24, no. 3, Mar. 2022, doi: 10.1002/adem.202100786.
- [18] S. Periane *et al.*, ‘Machining influence on the fatigue resistance of Inconel 718 fabricated by Selective Laser Melting (SLM)’, *Procedia Structural Integrity*, vol. 19, pp. 415–422, 2019, doi: 10.1016/j.prostr.2019.12.045.
- [19] M. N. James *et al.*, ‘Residual stresses and fatigue performance’, *Eng. Fail. Anal.*, vol. 14, no. 2, pp. 384–395, Mar. 2007, doi: 10.1016/j.engfailanal.2006.02.011.
- [20] I. Serrano-Munoz *et al.*, ‘On the interplay of microstructure and residual stress in LPBF IN718’, *J. Mater. Sci.*, vol. 56, no. 9, pp. 5845–5867, Mar. 2021, doi: 10.1007/s10853-020-05553-y.
- [21] M. Balbaa, S. Mekhiel, M. Elbestawi, and J. McIsaac, ‘On selective laser melting of Inconel 718: Densification, surface roughness, and residual stresses’, *Mater. Des.*, vol. 193, Aug. 2020, doi: 10.1016/j.matdes.2020.108818.
- [22] J. Schröder *et al.*, ‘Texture-based residual stress analysis of laser powder bed fused Inconel 718 parts’, *J. Appl. Crystallogr.*, vol. 56, pp. 1076–1090, Jun. 2023, doi: 10.1107/S1600576723004855.

- [23] I. Serrano-Munoz *et al.*, ‘Scanning Manufacturing Parameters Determining the Residual Stress State in LPBF IN718 Small Parts’, *Adv. Eng. Mater.*, vol. 23, no. 7, Jul. 2021, doi: 10.1002/adem.202100158.
- [24] J. A. Banderas-Hernández, C. Rubio-González, A. Gómez-Ortega, S. Flores-García, and C. E. Martínez-Pérez, ‘Laser shock peening as a post-processing technique for Inconel 718 components manufactured by laser powder bed fusion’, *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 132, no. 1–2, pp. 669–687, May 2024, doi: 10.1007/s00170-024-13402-4.
- [25] D. A. Lesyk, S. Martinez, B. N. Mordyuk, V. V. Dzhemelinskyi, Lamikiz, and G. I. Prokopenko, ‘Post-processing of the Inconel 718 alloy parts fabricated by selective laser melting: Effects of mechanical surface treatments on surface topography, porosity, hardness and residual stress’, *Surf. Coat. Technol.*, vol. 381, Jan. 2020, doi: 10.1016/j.surfcoat.2019.125136.
- [26] M. Rifat, S. Basu, E. C. De Meter, and G. Manogharan, ‘Effect of Prior Surface Textures on the Resulting Roughness and Residual Stress during Bead-Blasting of Electron Beam Melted Ti-6Al-4V’, *Crystals (Basel)*, vol. 12, no. 3, Mar. 2022, doi: 10.3390/cryst12030374.
- [27] Q. Yang, J. hui Cheng, H. juan Guan, W. jun Tan, and Y. hong Zhang, ‘Investigation of wet shot peening on microstructural evolution and tensile-tensile fatigue properties of Ti-6Al-4V alloy’, *Mater. Chem. Phys.*, vol. 291, Nov. 2022, doi: 10.1016/j.matchemphys.2022.126635.
- [28] D. T. Ardi, L. Guowei, N. Maharjan, B. Mutiarogo, S. H. Leng, and R. Srinivasan, ‘Effects of post-processing route on fatigue performance of laser powder bed fusion Inconel 718’, *Addit. Manuf.*, vol. 36, Dec. 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101442.
- [29] D. Deng, R. L. Peng, H. Brodin, and J. Moverare, ‘Microstructure and mechanical properties of Inconel 718 produced by selective laser melting: Sample orientation dependence and effects of post heat treatments’, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 713, pp. 294–306, Jan. 2018, doi: 10.1016/j.msea.2017.12.043.
- [30] ‘A NATIONAL MEASUREMENT GOOD PRACTICE GUIDE Determination of Residual Stresses by X-ray Diffraction-Issue 2’.
- [31] Pulstec Industrial,  $\mu$ -X360s X-ray Residual Stress Analyzer – General Description, User Manual, 2018.
- [32] A. Sarmast, J. Schubnell, J. Preußner, M. Hinterstein, and E. Carl, ‘Residual stress analysis in industrial parts: a comprehensive comparison of XRD methods’, *J. Mater. Sci.*, vol. 58, no. 44, pp. 16905–16929, Nov. 2023, doi: 10.1007/s10853-023-09069-z.
- [33] G. Yang, B. Wang, K. Tawfiq, H. Wei, S. Zhou, and G. Chen, ‘Electropolishing of surfaces: theory and applications’, *Surface Engineering*, vol. 33, no. 2, pp. 149–166, Feb. 2017, doi: 10.1080/02670844.2016.1198452.

- [34] ‘HRX-01 | RX-100 Digital Microscope Fully Motorized Ultra High Resolution 3D Digital Microscope’. [Online]. Available: <http://www.hirox.com.cn>
- [35] R. E. Misure, ‘SOLUZIONI PER IL CONTROLLO QUALITÀ MICROSCOPIO DIGITALE E CONFOCALE 3D HIROX’. [Online]. Available: [www.ricercaemisure.it](http://www.ricercaemisure.it)
- [36] ‘CHRcodile S-Optical Sensor Non-contact distance & thickness measurement’. [Online]. Available: [www.CHRcodile.com](http://www.CHRcodile.com)
- [37] M. C. Tanzi, S. Farè, and G. Candiani, ‘Techniques of Analysis’, in *Foundations of Biomaterials Engineering*, Elsevier, 2019, pp. 393–469. doi: 10.1016/B978-0-08-101034-1.00007-4.
- [38] Y. Yang, S. Bharech, N. Finger, X. Zhou, J. Schröder, and B.-X. Xu, ‘Elasto-plastic residual stress analysis of selective laser sintered porous materials based on 3D-multilayer thermo-structural phase-field simulations’, *NPJ Comput. Mater.*, vol. 10, no. 1, p. 117, May 2024, doi: 10.1038/s41524-024-01296-5.
- [39] S. Bagherifard, N. Beretta, S. Monti, M. Riccio, M. Bandini, and M. Guagliano, ‘On the fatigue strength enhancement of additive manufactured AlSi10Mg parts by mechanical and thermal post-processing’, *Mater. Des.*, vol. 145, pp. 28–41, May 2018, doi: 10.1016/j.matdes.2018.02.055.
- [40] S. Jain, M. Corliss, B. Tai, and W. N. Hung, ‘Electrochemical polishing of selective laser melted Inconel 718’, *Procedia Manuf.*, vol. 34, pp. 239–246, 2019, doi: 10.1016/j.promfg.2019.06.145.

## Appendice A – Tabelle dei dati sperimentali

Tabella A.1 - Misura delle tensioni sulla superficie dei campioni F trattati mediante wet blasting

Codice	Orientazione	Tensione residua (MPa)	Dev. Std (MPa)
F02-AVB120-3bar-7s	0°	-860	54
F02-AVB120-3bar-7s	90°	-930	99
F02-AVB120-3bar-7s	Rotazione	-1021	25
F07-AVB120-5bar-30s	0°	-817	95
F07-AVB120-5bar-30s	90°	-714	26
F07-AVB120-5bar-30s	Rotazione	-871	26
F04-AVB120-4bar-7s	0°	-875	65
F04-AVB120-4bar-7s	90°	-908	61
F04-AVB120-4bar-7s	Rotazione	-856	16
F05-AVB120-4bar-20s	0°	-713	140
F05-AVB120-4bar-20s	90°	-1119	189
F05-AVB120-4bar-20s	Rotazione	-805	21
F06-AVB120-4bar-30s	0°	-673	107
F06-AVB120-4bar-30s	90°	-878	191
F06-AVB120-4bar-30s	Rotazione	-892	29
F08-B60-4bar-10s	0°	-1044	18
F08-B60-4bar-10s	90°	-1137	13
F08-B60-4bar-10s	Rotazione	-1015	10
F10-B60-4bar-20s	0°	-906	14
F10-B60-4bar-20s	90°	-990	18
F10-B60-4bar-20s	Rotazione	-945	12
F09-B60-4bar-30s	0°	-862	20
F09-B60-4bar-30s	90°	-908	18
F09-B60-4bar-30s	Rotazione	-895	19
F11-AVB120+B60-4bar- 30s+30s	0°	-962	14

Codice	Orientazione	Tensione residua (MPa)	Dev. Std (MPa)
F11-AVB120+B60-4bar-30s+30s	90°	-994	18
F11-AVB120+B60-4bar-30s+30s	Rotazione	-1036	12
F12-AVB120+B60-4bar-60s+60s	0°	-858	14
F12-AVB120+B60-4bar-60s+60s	90°	-889	18
F12-AVB120+B60-4bar-60s+60s	Rotazione	-916	24
F13-AVB120+B60-4bar-90s+90s	0°	-907	19
F13-AVB120+B60-4bar-90s+90s	90°	-916	18
F13-AVB120+B60-4bar-90s+90s	Rotazione	-924	18

*Tabella A.2 - Misura delle tensioni sulla superficie dei campioni G trattati mediante wet blasting*

Codice	Orientazione	Tensione residua (MPa)	Dev. Std (MPa)
G03-AVB120-3bar-7s	0°	-111	84
G03-AVB120-3bar-7s	90°	-248	105
G03-AVB120-3bar-7s	Rotazione	-99	19
G07-AVB120-5bar-30s	0°	-726	88
G07-AVB120-5bar-30s	90°	-843	70
G07-AVB120-5bar-30s	Rotazione	-731	19
G04-AVB120-4bar-7s	0°	-391	106
G04-AVB120-4bar-7s	90°	-433	189

Codice	Orientazione	Tensione residua (MPa)	Dev. Std (MPa)
G04-AVB120-4bar-7s	Rotazione	-388	13
G05-AVB120-4bar-20s	0°	-461	77
G05-AVB120-4bar-20s	90°	-495	69
G05-AVB120-4bar-20s	Rotazione	-518	26
G06-AVB120-4bar-30s	0°	-731	109
G06-AVB120-4bar-30s	90°	-611	132
G06-AVB120-4bar-30s	Rotazione	-744	31
G08-AVB120+B60-4bar-30s+30s	0°	-829	15
G08-AVB120+B60-4bar-30s+30s	90°	-901	40
G08-AVB120+B60-4bar-30s+30s	Rotazione	-854	12
G09-AVB120+B60-4bar-60s+60s	0°	-695	14
G09-AVB120+B60-4bar-60s+60s	90°	-751	18
G09-AVB120+B60-4bar-60s+60s	Rotazione	-711	19
G10-AVB120+B60-4bar-90s+90s	0°	-780	13
G10-AVB120+B60-4bar-90s+90s	90°	-790	15
G10-AVB120+B60-4bar-90s+90s	Rotazione	-807	16