

POLITECNICO DI TORINO

Collegio di Ingegneria Chimica e dei Materiali

Corso di Laurea Magistrale

In Ingegneria dei Materiali per l'Industria 4.0

Tesi di Laurea Magistrale

***Effetto dei trattamenti
termici sulla microstruttura
di campioni γ -TiAl***



**Politecnico
di Torino**

Relatrice:

Prof.ssa Sara Biamino

Candidata:

Sofia Tortorici

Sessione di laurea Marzo 2026

Indice

1. Introduzione	1
1.1 Contesto scientifico e tecnologico	1
1.2 Alluminuri di titanio	2
1.2.1 Cosa sono gli intermetallici	2
1.2.2 γ -TiAl	4
1.2.3 Microstruttura degli alluminuri di titanio	6
1.2.4 Trattamenti termici	9
1.2.5 Proprietà meccaniche delle leghe di seconda generazione	13
1.2.6 Vantaggi e limiti rispetto a materiali convenzionali	15
1.2.7 Un po' di storia	16
1.2.8 Effetto degli alliganti	17
1.2.9 Principali applicazioni industriali	21
1.2.10 Problemi di lavorabilità	23
1.3 Additive Manufacturing	25
1.3.1 Powder Bed Fusion	26
1.3.2 Tecnologia EB-PBF	28
1.4 Obiettivo della tesi	31
1.4.1 Microstruttura target	31
2. Materiali e metodi	33
2.1 Preparazione dei provini	33
2.1.1 Realizzazione dei provini	33
2.1.2 Composizione chimica dei provini	34
2.1.3 Analisi termomeccanica	35
2.2 Preparazione metallografica	38
2.2.1 Taglio dei campioni	38
2.2.2 Inglobatura dei campioni	39
2.2.3 Lucidatura dei campioni	40
2.2.4 Attacco chimico	41
2.3 Osservazione della cross-section	42
2.3.1 Microscopio ottico	42
2.3.2 Stereo-microscopio	43
2.3.3 Calcolo della porosità, rugosità e alterazione bordo	43
2.3.4 Analisi SEM	46
2.4 Prove di microdurezza	47
2.5 XRD	49
3. Risultati e discussione dei dati	52
3.1 Analisi precedenti ai trattamenti termici	52
3.1.1 Analisi della porosità	52
3.1.2 Analisi della rugosità	54
3.2 Analisi eseguite a seguito dai trattamenti termici	56
3.2.1 Analisi della microstruttura	56
3.3 Analisi di microdurezza	61
3.4 Alterazione del bordo	63

3.5 Analisi XRD	69
4. Conclusioni e step futuri	73
5. Bibliografia	75

1. Introduzione

1.1 Contesto scientifico e tecnologico

L'uso di materiali avanzati nell'industria aerospaziale, automobilistica ed energetica sta determinando miglioramenti fondamentali nella progettazione e nella produzione dei veicoli, a vantaggio sia dei produttori che dei consumatori. Lo sviluppo e l'applicazione di questi materiali migliorano le capacità di progettazione e produzione dei veicoli, oltre a incrementare le prestazioni, la sicurezza, l'efficienza dei consumi e la sostenibilità.

La necessità di ridurre il consumo di carburante e di emissioni ha suscitato un forte interesse per la costruzione di veicoli con caratteristica leggerezza. In questo senso, l'alluminio è un ottimo pretendente per la sua bassa densità (2.7 g/cm^3). Secondo uno studio sull'evoluzione del contenuto di alluminio nelle automobili europee condotto dalla *European Aluminium Association*, nel 2007 la quantità di alluminio utilizzata nelle automobili europee è aumentata da meno di 50 kg in media nel 1980 a ben oltre 130 kg nel 2005 [1]. Nell'industria aerospaziale, l'obiettivo di ridurre il peso degli aeromobili è ancora più importante che nell'industria automobilistica perché si vorrebbe riuscire a ridurre il consumo di carburante di un mezzo pesante in alta quota.

1.2 Alluminuri di titanio

Come già detto sopra, uno degli scopi principali di una progettazione innovativa è l'alleggerimento in modo da riuscire ad ottenere la riduzione delle masse in movimento in quanto essa influisce significativamente sulle caratteristiche prestazionali del volo. Oltre a questo fattore, però, i materiali costitutivi dei veicoli devono anche garantire sicurezza, durabilità, processabilità, assemblabilità, riciclabilità e sostenibilità economica. In particolare, nelle sezioni calde dei motori aeronautici, i materiali devono anche garantire elevata resistenza meccanica ad alte temperature, resistenza all'ossidazione e alla corrosione. Attualmente, lo stato dell'arte per tale sezione applicativa è rappresentato dalle superleghe a base di nichel in quanto posseggono le proprietà scritte sopra, quindi risulta adatto per soddisfare la richiesta dal mondo aeronautico. Nonostante ciò, queste superleghe possiedono dei limiti dovuti all'alta densità ($8,3 \text{ g/cm}^3$). Per tale motivo, si parla degli *Alluminuri di titanio*, impiegati sia nel settore aeronautico che automobilistico come materiale alternativo per la produzione di componenti leggeri e critici, esposti ad alte temperature e ad ambienti corrosivi. Essi costituiscono dei materiali che, grazie alla loro struttura intermetallica, presentano alcuni grossi vantaggi: bassa densità (3.7 g/cm^3), elevata resistenza, elevata rigidità, resistenza alla corrosione e resistenza al creep [2].

1.2.1 Cosa sono gli intermetallici

Gli Alluminuri di titanio sono composti intermetallici che appartengono al sistema binario Ti-Al. In generale, gli intermetallici sono composti sintetizzati da due elementi metallici o da un metallo e un metalloide con rapporti interi, ma possono essere composti anche da più di tre elementi. Solitamente sono rappresentati da formule chimiche come AB , A_2B , A_3B , ma esistono anche A_5B_3 e A_7B_6 . La loro caratteristica è quella di mantenere stabilità strutturale anche quando vengono combinati con altre sostanze chimiche; infatti, appaiono come soluzioni solide ordinate nei diagrammi di fase. Inoltre, hanno numerose caratteristiche tipiche dei metalli come la lucentezza, la conduttività termica ed elettrica [3].

Parlando di leghe intermetalliche, quelle TiAl includono principalmente la γ - TiAl, con l'eventuale presenza di fase Ti_3Al in quantità minoritaria. Esse rappresentano una generazione avanzata sia delle leghe convenzionali a base di Al che di quelle a base di Ti, con un notevole miglioramento delle proprietà meccaniche specifiche, quali la resistenza all'ossidazione e il mantenimento della resistenza alle alte temperature (creep) come si osserva dalla **Figura 1** [4].

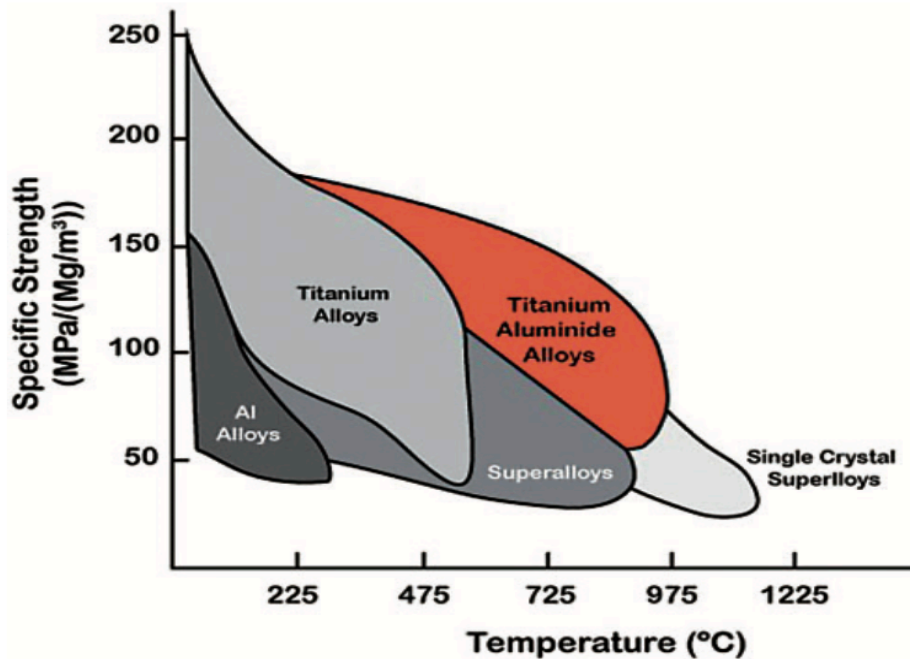


Figura 1. Resistenza specifica vs Temperatura di leghe a confronto [5].

La **Tabella 1** riassume e confronta alcune delle proprietà principali di leghe convenzionali di titanio, alluminuri di titanio (leghe γ -TiAl) e superleghe di nichel. Delle leghe di titanio convenzionali, il TiAl mantiene alcune delle loro caratteristiche principali, quali la bassa densità e un elevato modulo di Young. In confronto alle superleghe di nichel, invece, tra i 600 e i 750 °C, gli alluminuri hanno una maggiore resistenza specifica dovuta alla sua bassa densità, anche se i valori assoluti delle superleghe sono superiori [5, 6].

Tabella 1. Principali proprietà tra leghe convenzionali di titanio, alluminuri di titanio e superleghe di nichel [5].

	Leghe convenzionali di titanio	Alluminuri di titanio	Superleghe di nichel	Unità di misura
Densità	4.5	3.7 – 3.9	8.3	g/cm ³
Modulo di Young a RT	96 - 117	160 - 176	206	GPa
Limite di snervamento	380 – 1150	400 - 650	1000	MPa

1.2.2 γ -TiAl

Negli ultimi anni, le leghe γ -TiAl hanno riscontrato un grande utilizzo industriale come materiale per palette di turbine ed è per questo che il caso studio si focalizza su questa tipologia di intermetallico Ti-Al. Rispetto agli altri intermetallici, hanno un più alto contenuto di fase γ e una concentrazione atomica di Al intorno al 46 - 50 %.

Nel diagramma di fase della **Figura 2** sono riportati i campi di esistenza delle fasi dei possibili intermetallici del sistema binario Ti-Al in funzione di temperatura (°C) e contenuto di Al (at. % Al):

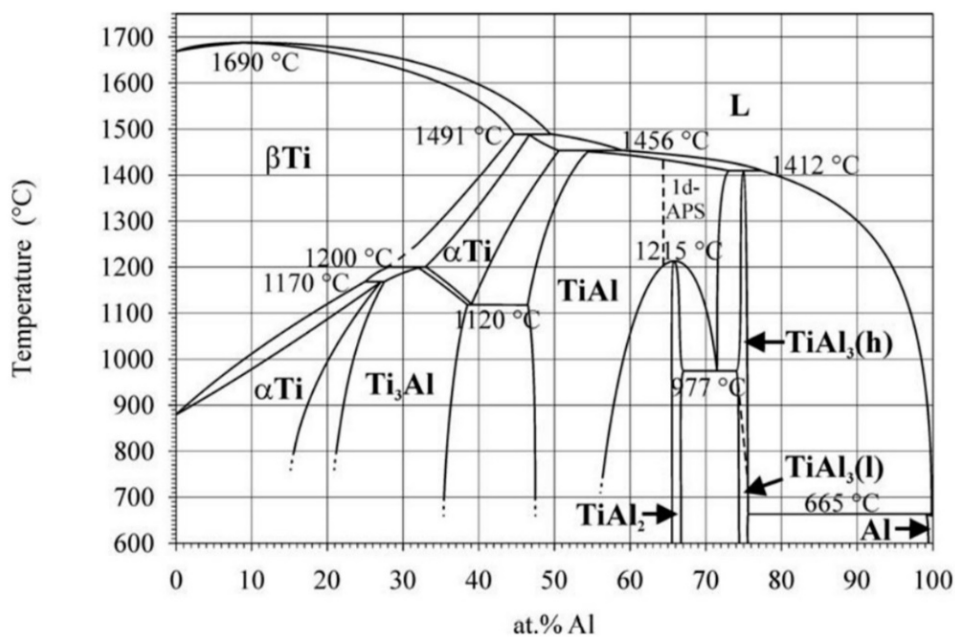


Figura 2. Diagramma di fase delle leghe TiAl [4].

Il processo da affrontare per arrivare alla tipologia γ - TiAl è descritto di seguito:

- Aggiungendo piccole percentuali di Al si è in presenza di una lega di Ti dove l'Al è stato aggiunto per soluzione solida, dato che si è dentro il limite di solubilità. Si ottiene una lega di Ti rafforzata per soluzione solida;
- Aggiungendo e superando il limite di solubilità si ottiene, invece, una lega di Ti rafforzata non solo per soluzione solida ma anche per precipitazione di una fase intermetallica, quale la Ti_3Al . Questa ha la particolarità di infragilire moltissimo il materiale, motivo per cui la sua aggiunta viene limitata. Si ottiene una lega di Ti rafforzata per precipitazione di Ti_3Al ;
- A questo punto, avendo aggiunto altre quantità di Al, non si ha più una lega di Ti bensì una lega intermetallica di regione monofasica con sola fase intermetallica Ti_3Al . Si ottiene la fase intermetallica Ti_3Al (α_2);
- Aggiungendo ulteriore Al si entra dentro la regione monofasica della lega intermetallica TiAl. Si ottiene la fase intermetallica TiAl (γ) [7].

In funzione della composizione chimica e della temperatura, nel sistema binario Ti-Al si possono trovare le fasi γ , α_2 e β/β_0 . Qualora la lega in esame si trovi in un campo bifasico o multifasico del diagramma di fase, può verificarsi la contemporanea presenza di più fasi. In **Figura 3** si possono osservare le fasi indicate dalle frecce:

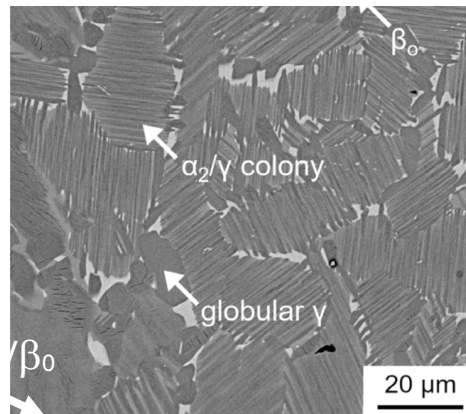


Figura 3. Microstruttura multifase della lega TiAl trattata termicamente, costituita da fasi α , β/β_0 , γ [7].

1.2.3 Microstruttura degli alluminuri di titanio

Dal punto di vista microstrutturale gli alluminuri di titanio esistono in tre fasi diverse: Ti_3Al (α_2), TiAl (γ) e TiAl_3 . Di queste, solo Ti_3Al (α_2) e TiAl (γ) è stato dimostrato avere un'importanza ingegneristica. La fase Ti_3Al (α_2) ha un contenuto di alluminio compreso tra il 22 % e il 39 % (at %), mentre la fase TiAl (γ) contiene dal 48.5 % al 66% (at%) di alluminio. È stato riscontrato che la fase α_2 presenta una buona resistenza alle alte temperature, ma ha una duttilità molto bassa e anche un alto tasso di assorbimento di ossigeno e idrogeno, che a sua volta porta a un'ulteriore fragilimento alle alte temperature. D'altra parte, la fase γ presenta un'eccellente resistenza all'ossidazione e ha un assorbimento di idrogeno molto basso, ma la sua duttilità a temperatura ambiente è quasi nulla. Queste due fasi prese singolarmente non hanno un grande significato ingegneristico, ma una miscela di queste due fasi, che esiste tra il 40 % e il 48% in peso di alluminio (**Figura 4**), si è rivelata molto valida per diverse applicazioni strutturali [5].

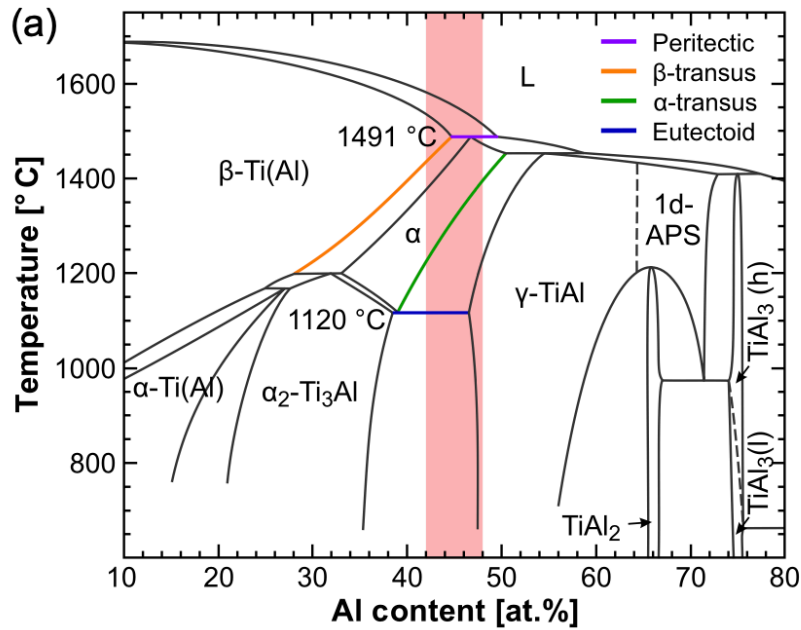


Figura 4. Diagramma di fase binario TiAl in cui la regione rossa indica il contenuto di Al delle leghe ingegneristiche a base di γ -TiAl [7].

Con queste modalità, sono nate le cosiddette *leghe di prima generazione*, ma col tempo sono state considerate non valide per la promozione all'applicazione pratica. Di conseguenza, per riuscire ad effettivamente utilizzarle, sono stati introdotti degli elementi alliganti (<5 at%) alla composizione pura, con lo scopo di abbassare la fragilità del materiale e dunque migliorare la duttilità (*leghe di seconda generazione*). L'azienda *General Electric* ha introdotto elementi come Cr e Nb nella lega intermetallica *Ti-48Al* in modo tale che il primo elemento citato ne migliorasse la duttilità mentre il secondo la resistenza all'ossidazione. È nata così la lega di seconda generazione *Ti-48Al-2Cr-2Nb* (*GE 48-2-2*), la quale riveste tutt'oggi un grande ruolo applicativo nei motori aeronautici nella parte di bassa pressione delle turbine [3,8].

Le leghe di seconda generazione sono sistemi bifasici composti da una percentuale di abbondanza relativa di TiAl (γ) e di Ti_3Al (α_2) ed alliganti. Le strutture cristalline per entrambe sono diverse: la prima è una struttura cubica tetragonale a facce centrate (FCC), la quale fornisce la maggiore deformabilità rispetto alle altre strutture poiché presenta più piani di scorrimento, mentre la seconda è un esagonale compatta (EC). Le due strutture sono osservabili in **Figura 5**. Dalla

combinazione delle due fasi nasce un'ampia gamma di microstrutture, variabili a seconda delle condizioni del trattamento termico utilizzato.

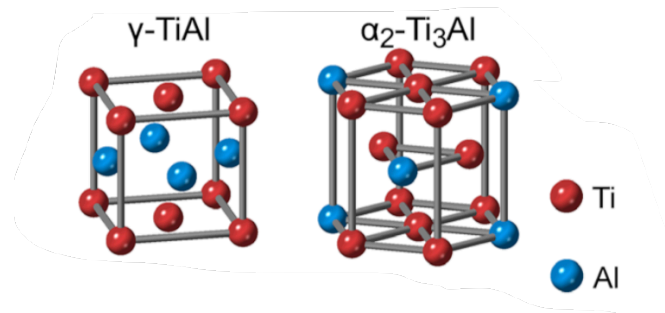


Figura 5. Strutture cristalline delle fasi ordinate nelle leghe binarie a base di gamma TiAl. Gli atomi rossi rappresentano Ti, mentre gli atomi blu Al [7].

Esse sono classificate in quattro categorie mostrate in **Figura 6**: a) equiassica (E), b) duplex (D), c) quasi totalmente lamellare (o near lamellar, NL) e d) completamente lamellare (o fully lamellar, FL). In particolare, la microstruttura equiassica è quella che conferisce una più alta duttilità a temperatura ambiente, buona resistenza a trazione e resistenza a fatica grazie alla piccola dimensione dei grani, mentre la microstruttura fully lamellar conferisce una maggiore tenacità, resistenza al creep e mantenimento delle proprietà meccaniche alle alte temperature grazie alla grande dimensione del grano che costituisce un grande ostacolo alla propagazione della cricca che quindi deve compiere un percorso più lungo, ritardando la frattura che può causare. In aggiunta, la struttura duplex è in grado di costituire un compromesso tra equiassica e fully lamellar garantendo una buona duttilità e resistenza a trazione, a scapito di tenacità e resistenza al creep [4].

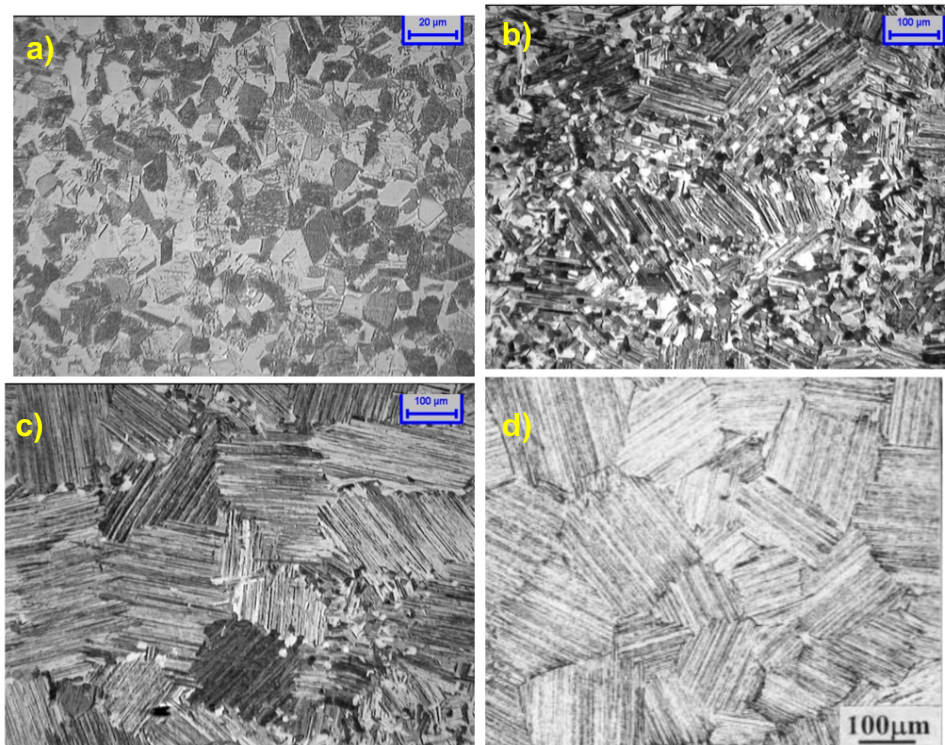


Figura 6. Diverse microstrutture che può assumere la lega TiAl a seguito del trattamento termico. (a) equiassica, (b) duplex, (c) near lamellar, (d) fully lamellar [7].

1.2.4 Trattamenti termici

Per riuscire ad ottenere una microstruttura piuttosto che un'altra, si devono effettuare dei trattamenti termici sul provino interessato. Si considera di effettuare questi ultimi su un provino di una lega di seconda generazione tipica, il *Ti-48Al-2Cr-2Nb* (in breve *Ti-48-2-2*). Il provino viene mantenuto a temperatura costante, ben precisa (T_x), per un certo tempo e successivamente sottoposto ad un raffreddamento rapido.

Nel diagramma di fase riportato in **Figura 7**, la curva di α -transus rappresenta il limite superiore del campo monofasico α , al di sopra del quale la lega risulta completamente costituita da fase α . Il trattamento termico in prossimità o al di sopra della temperatura di α -transus (T_α), specifica di ogni composizione della lega, seguito da opportuno raffreddamento, porta alla formazione di microstrutture di tipo fully lamellar o near lamellar, in funzione anche della cinetica di raffreddamento. Riducendo progressivamente la temperatura di trattamento al di sotto della α -transus ci si ritrova in campi bifasici in cui la frazione di fase γ primaria aumenta,

determinando una transizione verso microstrutture di tipo duplex. Per temperature ancora inferiori, la microstruttura tende a diventare prevalentemente equiassica, caratterizzata da grani γ quasi completamente trasformati.

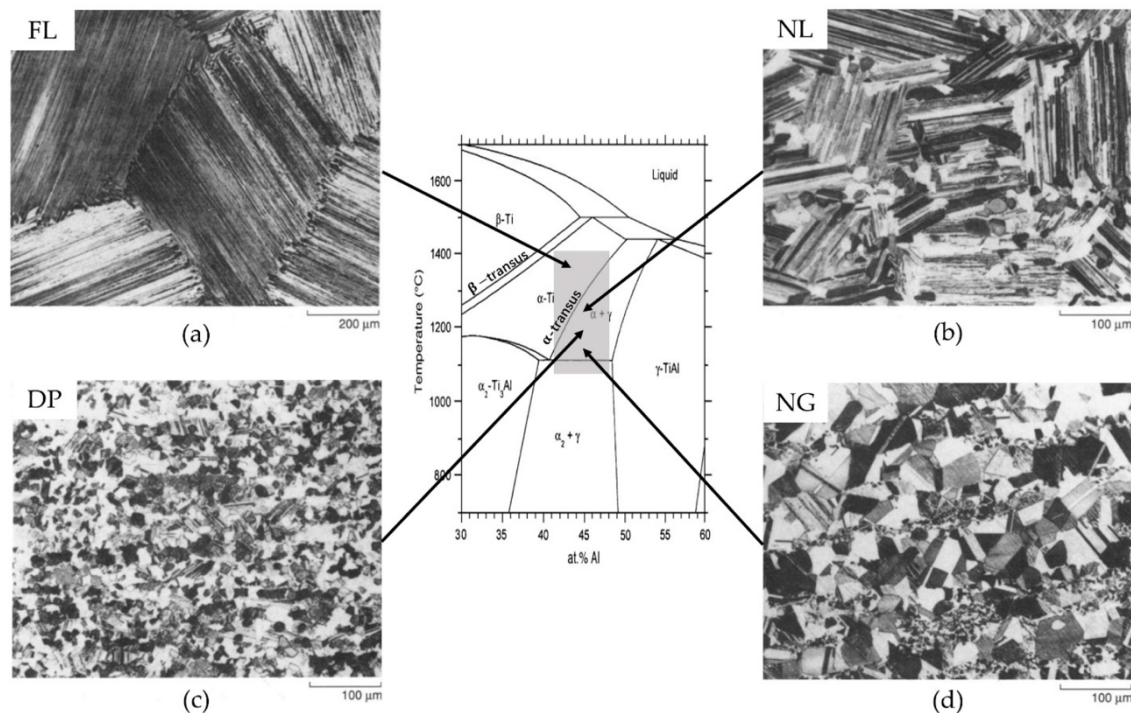


Figura 7. Diagramma di fase binario TiAl con le quattro microstrutture tipiche dopo i trattamenti termici. (a) fully lamellar FL, (b) near lamellar NL, (c) duplex DP, d) equiassica o near γ NG [4].

In altre parole, la formazione o meno di una microstruttura dipende dalla T_x che scegliamo durante il trattamento termico. Più la T_x è vicina alla T_α più facilmente si forma una struttura con aspetto lamellare.

Il raffreddamento veloce effettuato non è una tempra (se avvenisse questa si formerebbero delle cricche) poiché il materiale è fragile e poco duttile. Basterà una diminuzione della temperatura di 60-100°C al minuto per poter garantire il raffreddamento opportuno senza entrare nel processo della tempra.

Di seguito è mostrata la spiegazione del diagramma di fase delle leghe di TiAl:

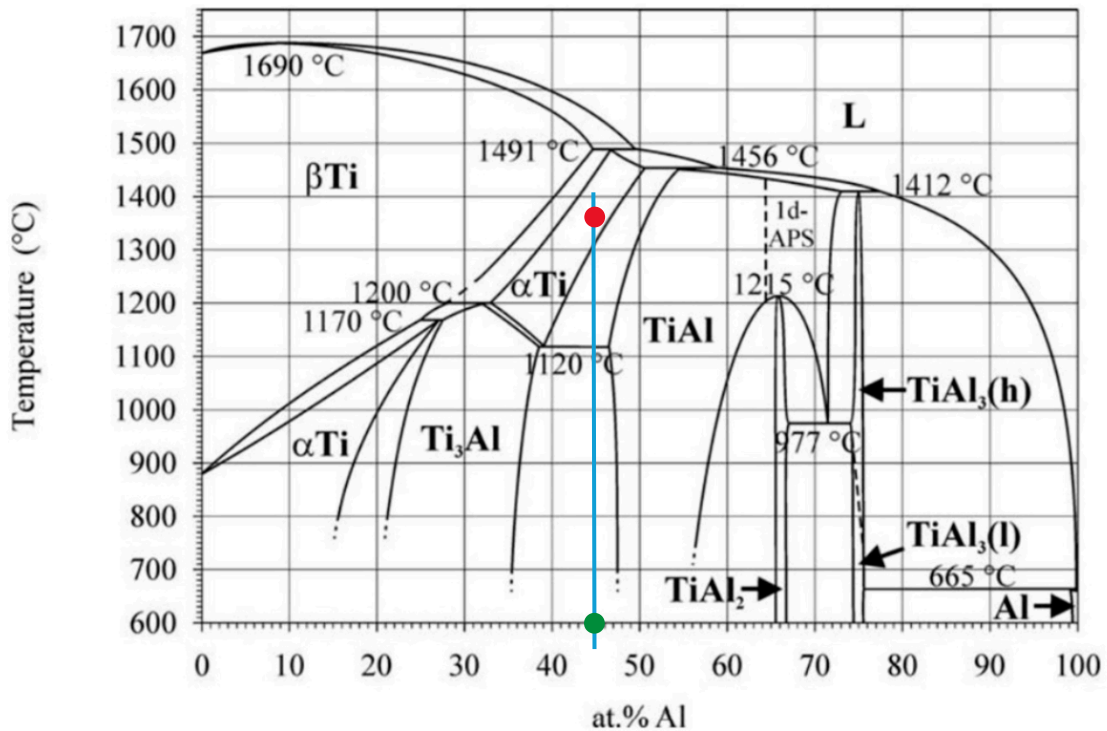


Figura 8. Diagramma di fase delle leghe Tial [4].

Facendo riferimento alla **Figura 8** e prendendo la lega *GE 48-2-2* come esempio, ad una temperatura di circa 700 °C, si ha una composizione con molta fase γ e poca fase α_2 (si osservi il pallino verde in Errore. L'origine riferimento non è stata trovata.). Se e la si sottopone ad un trattamento termico che innalzi la temperatura (sopra la T_α), ci si può trovare nella situazione indicata dal pallino rosso in Errore. L'origine riferimento non è stata trovata.: si passa dalle fasi $\gamma - \alpha_2$ ad un sistema monofasico con sola fase α che, nel diagramma di stato Ti-Al, corrisponde al Ti; quello che è stato fatto è una solubilizzazione degli elementi della lega in cui, grazie all'aumento della temperatura, tutti gli elementi alliganti entrano nel reticolo del Ti costituendo un'unica nuova fase α -Ti, stabile ad alta temperatura. Se dopo il trattamento termico il sistema viene raffreddato rapidamente, la fase α -Ti perde di stabilità e si trasforma nelle fasi α_2 - Ti_3Al e γ - $TiAl$, che però si organizzano in una struttura lamellare (FL) all'interno dei precedenti grani di α -Ti [6].

Se, invece, di una struttura FL si volesse realizzare una microstruttura NL, si dovrebbe effettuare un trattamento termico a circa 10-15 °C in meno della T_α .

Allo stesso modo, viene descritta la formazione delle strutture duplex ed equiassica.

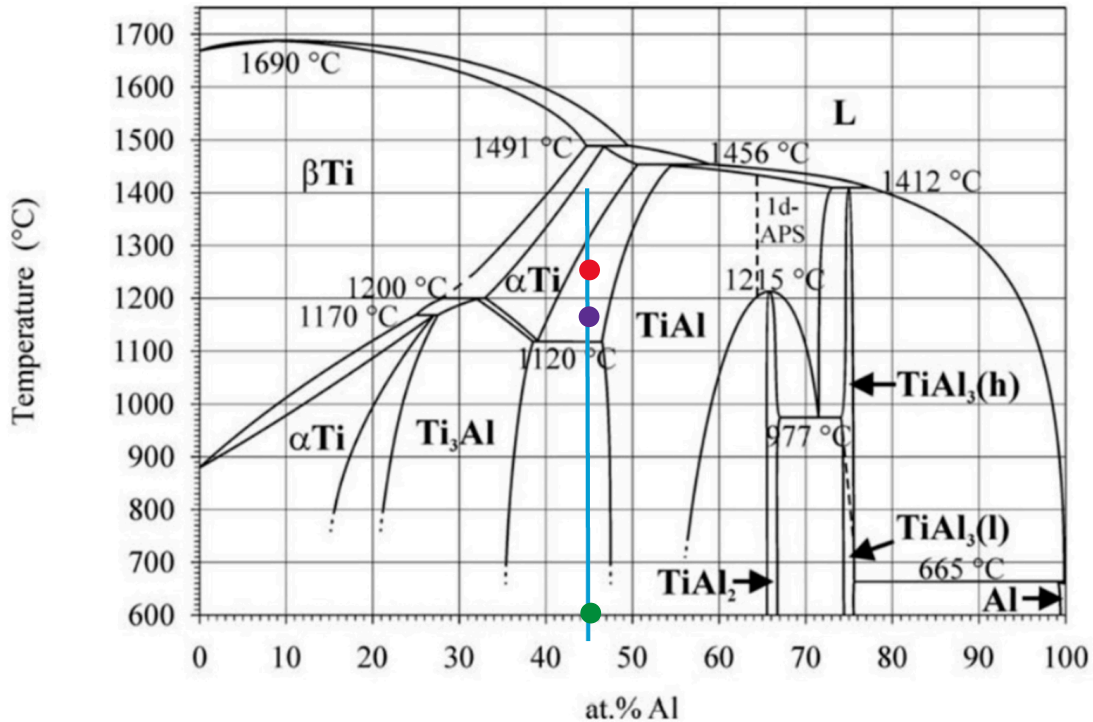


Figura 9. Diagramma di fase delle leghe TiAl [4].

Si prenda come esempio sempre la lega GE 48-2-2. Partendo dalla condizione indicata dal pallino verde nella **Figura 9**, la lega viene sottoposta ad un trattamento termico che innalzi la temperatura (si è sotto la T_{α}) fino a che non si creano la fase α e la fase γ più o meno al 50% ognuna nel punto indicato dal pallino rosso. L'origine riferimento non è stata trovata.. Se successivamente viene effettuato un raffreddamento rapido, i grani γ rimangono tali e quali perché stabili anche a temperature più basse, cosa che non si può dire per la fase α che invece è stabile ad alte temperature, quindi si evolve anche questa volta in strutture lamellari alternate di γ e α_2 . Alla fine, ci si ritrova con una microstruttura composta da grani equiassici e da grani lamellari (duplex) [6].

Se, invece, la lega viene sottoposta ad un trattamento termico (anche qui sotto la T_{α}) che le faccia raggiungere la composizione indicata dal pallino viola in **Figura 9**, allora le abbondanze relative delle due fasi

α e γ cambiano: in particolare, la fase γ sarà molta di più della fase α per la regola della leva. A questo punto, se si raffredda rapidamente la fase γ rimane per com'è perché stabile, mentre la fase α instabile anche qui si trasformerà in una struttura lamellare di fase γ e fase α_2 , ma essendo la fase α presente in più basse percentuali rispetto alla fase γ si osserverà in toto poca struttura lamellare. Ci si ritrova quindi con una microstruttura sempre più equiassica [6].

L'evoluzione della microstruttura appena descritta sopra è ben rappresentata dalla **Figura 10**.

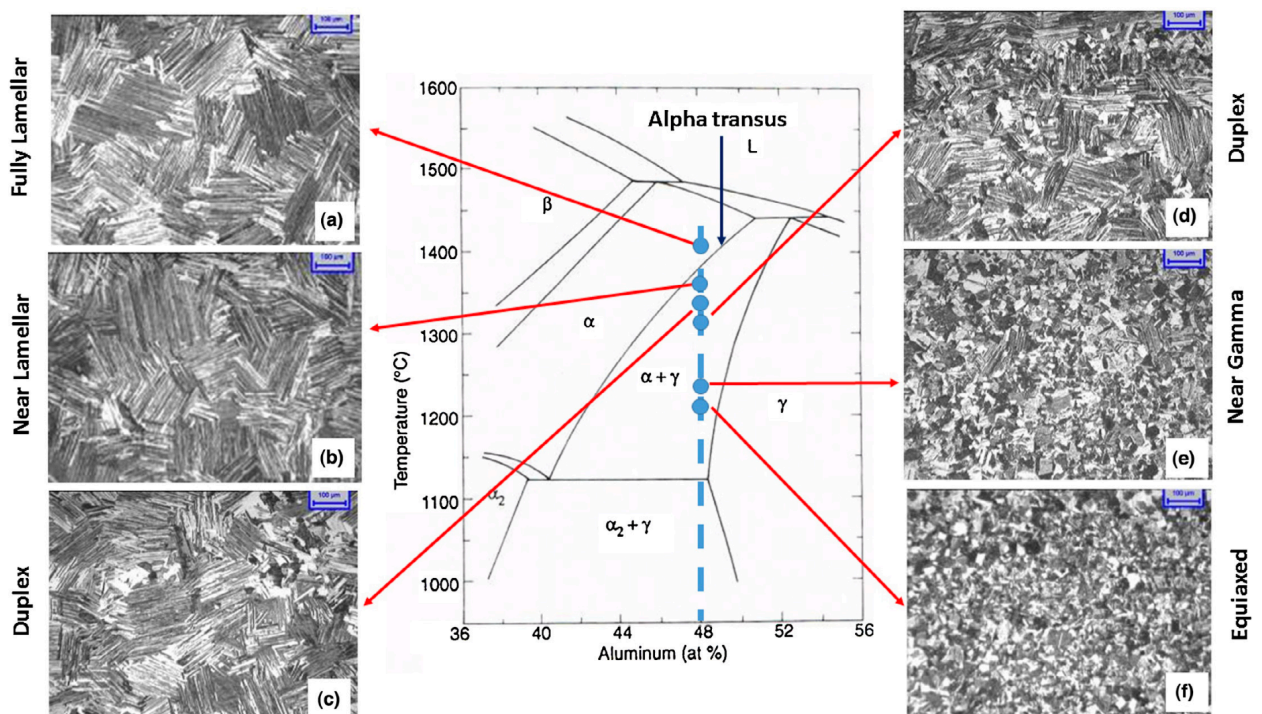


Figura 10. Diagramma di fase TiAl con l'evoluzione della microstruttura in base al trattamento termico di una lega con 48 at. % di Al [9].

1.2.5 Proprietà meccaniche delle leghe di seconda generazione

Le proprietà meccaniche degli alluminuri di titanio sono fortemente influenzate dalle loro microstrutture. La **Figura 11** rappresentata a seguito mostra schematicamente le proprietà meccaniche che le 4 microstrutture possibili delle leghe di seconda generazione generalmente hanno.

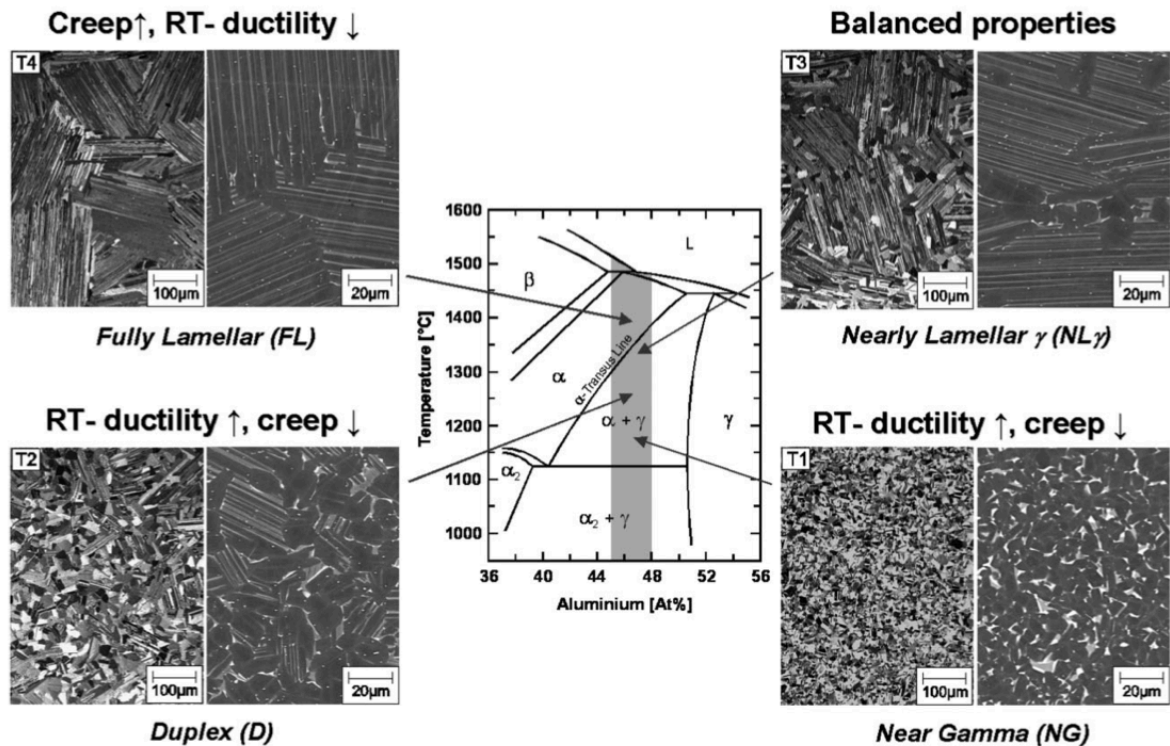


Figura 11. Relazione tra diagramma di fase Ti-Al, microstruttura e proprietà meccaniche delle leghe γ -TiAl [10].

La microstruttura FL e quella NL presentano una resistenza al creep e una tenacità a frattura relativamente elevata ed una duttilità che, invece, scarseggia a temperatura ambiente. Una ricerca portata a termine dal Politecnico di Torino e il Fraunhofer for Manufacturing Technology and Advanced Materials (IFAM) si è occupata di studiare gli effetti di un materiale $Ti-48Al-2Nb-0.7Cr-0.3Si$ sulle proprietà meccaniche analizzando dei campioni cilindrici realizzati con tecnica EB-PBF e sottoposti ad un trattamento termico di 1360°C per 2 ore, con lo scopo di ottenere una struttura NL. Dai risultati è stato osservato che la realizzazione di una struttura NL conferisce una migliore UTS a circa 800°C rispetto alla temperatura ambiente. Questa è la conferma che una microstruttura NL ha un'ottima resistenza al creep e stabilità termica ad alta temperatura, ma tende ad avere una bassa duttilità a temperatura ambiente rispetto alle altre microstrutture [11].

Dall'altra parte, le microstrutture Near Gamma (NG) e Duplex (D) presentano una tenacità a frattura e resistenza al creep relativamente basse, dovuto ai bassi contenuti di fase lamellare, e una maggiore duttilità a temperatura ambiente.

Tuttavia, la struttura NL è considerata una delle microstrutture più versatili per le applicazioni aeronautiche per via del compromesso duttilità-creep che possiede [6].

1.2.6 Vantaggi e limiti rispetto a materiali convenzionali

In **Tabella 2** è mostrato un confronto quantitativo di alcune proprietà tra gli intermetallici TiAl e le superleghe di nichel. Le prime possiedono una densità pari a circa la metà di quella delle superleghe di nichel per garantire l'alleggerimento ma hanno proprietà specifiche molto simili, ragion per cui sono spesso sostituite, laddove possibile, alle superleghe, con l'obiettivo di ottenere sistemi strutturali più leggeri ed efficienti. La sostituzione delle parti in superlega di nichel con alluminuri di titanio dovrebbe provocare la riduzione del loro peso strutturale del 20-30% [9].

Tabella 2. Confronto tra gli alluminuri di titanio e le superleghe [5,12].

Proprietà	Intermetallici TiAl	Superleghe	Unità di misura
Densità	3.7 - 3.9	8.3	g/cm ³
Modulo elastico a T _{ambiente}	160 - 176	206	GPa
Limite di snervamento	400 - 650	1000	MPa
Resistenza a trazione	450 - 800	1200	MPa
Duttilità a T _{ambiente}	1 - 3	15	%
Limite al creep	1000	1090	°C
Resistenza all'ossidazione	900	1090	°C
Costo	1300	20	\$/lb

I valori modesti di resistenza all'ossidazione, simili a quelli per le superleghe di nichel, sono dovuti alla tendenza degli alluminuri di titanio di formare TiO₂ ad alte temperature, ma questa proprietà è destinata a decadere a temperature al di sopra di 871 °C [5]. Attualmente, però, gli alluminuri di titanio sono inferiori alle superleghe a base di nichel in termini di prestazioni meccaniche assolute, soprattutto se valutate ad alte temperature.

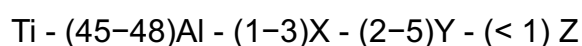
Inoltre, presentano significativi costi di produzione; ciò è dovuto principalmente alla loro bassa duttilità a temperatura ambiente (1%) e bassa resistenza alla frattura, con un basso limite di snervamento. Da questi due svantaggi significativi nascono grandi problemi nella produzione e lavorabilità dei componenti in TiAl, di cui si parlerà nel *Capitolo 1.2.10* [13]. Per queste motivazioni, la loro applicazione è possibile solo in una ridotta tipologia di componenti.

Relazionate alla loro bassa densità, le proprietà specifiche (come resistenza a trazione e rigidità) degli intermetallici TiAl sono relativamente alte. In aggiunta, l'elevata resistenza all'ossidazione, corrosione e al creep fino a temperature di circa 1000°C donano grandi potenzialità a queste leghe e ne incrementano la loro applicabilità.

1.2.7 Un po' di storia

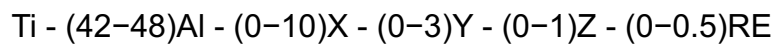
L'inizio delle ricerche delle leghe a base di γ - TiAl risale agli anni '50 e procede ancora oggi. Una prima idea di lavoro su queste leghe venne data nel 1955, ma solo negli anni successivi gli studi vennero approfonditi. Gli alluminuri di titanio sono presto, infatti, risultati idonei all'uso in applicazioni aerospaziali grazie alla loro peculiari caratteristiche; tuttavia, ci sono delle problematiche in termini di proprietà meccaniche che ne hanno limitato l'utilizzo. Per questo motivo, in base al loro tempo di sviluppo e all'aggiunta di elementi in lega sono state classificate in:

- *Leghe di prima generazione*: sviluppate dalla metà degli anni '70 alla metà degli anni 80'. Tra le più comuni c'è la lega Ti-48Al-1V(0,1%wt.)-C, considerata come la migliore composizione di lega in base a duttilità e resistenza al creep;
- *Leghe di seconda generazione*: sviluppate dalla metà degli anni '80 alla metà degli anni 90' e rappresentabili nella composizione dalla formula:



dove X = Cr, Mn, V e Y = Nb, Ta, W, Mo e Z = Si, B, C; RE indica elementi delle terre rare. Tra queste si trova la famosa lega intermetallica Ti-48Al-2Cr-2Nb che vede il suo primo coinvolgimento nel mercato nel 2006, anno in cui la GE annunciò l'impiego per la prima volta di 200 pale in lega 48-2-2 nella sezione di Low Pressure Turbines del motore GEnx™.

- *Leghe di terza generazione*: sviluppate dalla metà degli anni '90 ad oggi e rappresentabili da:



dove X = Cr, Mn, Nb, Ta e Y = Mo, W, Hf, Zr e Z = C, B, Si.

Grazie all'aggiunta di piccole quantità di elementi come C o Si che formano carburi (es. Ti₂AlC) o siliciuri (Ti₅Si₃), la resistenza al creep può migliorare all'interfaccia delle lamelle [8].

Nella **Tabella 3** sono state classificate una lega γ - TiAl rappresentativa di ogni generazione con il suo sviluppatore.

Tabella 3. Generazione, lega e sviluppatori di alcuni esempi di lega γ - TiAl [8].

Stadio sviluppo	Legha	Sviluppatori
1 ^a generazione	Ti-48Al-1 V-wt % 0.1 C	Pratt & Whitney Group
2 ^a generazione	4822 (Ti-48Al-2 Nb-2Cr)	General Electric Company
3 ^a generazione	TNB-V5 (Ti-45Al-5 Nb-0.2B-0.2 C)	F. Appel

1.2.8 Effetto degli alliganti

L'aggiunta di elementi alliganti provoca una modifica delle proprietà meccaniche della lega perché alterano il diagramma di fase della lega di riferimento. Se le percentuali di elemento alligante aggiunto superano il 5% si parla di leghe di terza generazione. Tra le principali ragioni del successo di questa generazione di leghe intermetalliche a base γ - TiAl c'è l'aggiunta di elementi β -stabilizzanti come Niobio (Nb), Molibdeno e Tungsteno, ma anche Vanadio, Manganese, Cromo (Cr), ecc. Per ogni variazione sulla composizione delle leghe, sia in termini di tipo di alligante

aggiunto che di percentuale di alligante inserita, il trattamento termico deve essere rivisto perché le curve si spostano e i valori cambiano.

Tuttavia, la maggior parte dei sistemi con quantità sufficienti di elementi β -stabilizzanti presenta anche una fase β_0 (o B_2) ordinata e stabile a basse temperature. Questa nuova fase ha una struttura cristallina BCC, mostrata in **Figura 12**, e corrisponde alla controparte ordinata della fase β (disordinata) ad alta temperatura [7].

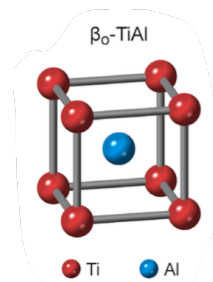


Figura 12. Struttura cristallina della fase β_0 ordinata [7].

La differenza tra fase β e β_0 è evidenziata in **Tabella 4**:

Tabella 4. Confronto generalità di fase β e β_0 .

	Fase β	Fase β_0
Struttura cristallina	BCC	BCC
Stato	Disordinato	Ordinato
Stabilità	Ad alte temperature	A basse temperature

La presenza della fase β_0 contribuisce a migliorare la lavorabilità e può favorire una maggiore stabilità microstrutturale ad alte temperature. Tuttavia, un'eccessiva frazione di questa può ridurre la resistenza al creep per via della sua natura intermetallica ordinata e relativamente fragile.

Elementi β -stabilizzanti

Lo scopo della realizzazione di leghe di γ -TiAl di seconda generazione è quello di abbattere i limiti delle leghe di TiAl convenzionali ovvero una bassa duttilità a temperatura ambiente, necessaria nei componenti strutturali, una bassa resistenza all'ossidazione ad alta temperatura e, infine, una scarsa lavorabilità. Queste tre

motivazioni consistono nella causa principale della poca resistenza alle alte temperature delle leghe TiAl convenzionali [13].

Niobio

Per le ragioni sopra citate, Young-Won Kim et al. [13] hanno collaborato per sviluppare le prime leghe di *TiAl ad alta temperatura* che prevedessero un aumento del contenuto di Nb rispetto a quelle convenzionali. La scelta è ricaduta nel Nb in quanto esso è un elemento refrattario con un'alta temperatura di fusione e stabilità ad alte temperature, oltre ad avere anche una buona resistenza al creep e all'ossidazione. Nelle leghe di TiAl ad alta temperatura, in genere, si parla di tenori di Nb tra il 6 - 9 at. %, mentre le percentuali di Al presenti sono state abbassate a 45 - 46 at. %. I risultati ottenuti sono stati un aumento della temperatura operativa di 60-100 °C in più rispetto alle leghe TiAl convenzionali e una resistenza all'ambiente di circa 300 - 500 MPa più alta, dati che rendono le proprietà meccaniche delle leghe ad alto contenuto di Nb paragonabili a quelle delle Superleghe.

In conclusione, l'aggiunta di Nb abbatte i limiti convenzionali, aumentando specialmente la resistenza all'ossidazione ad elevate temperature della lega di TiAl.

Nell'esempio in **Figura 13**, viene mostrato lo shift delle curve in seguito al passaggio dallo 0% all'8% di Nb aggiunto in lega: con la linea tratteggiata viene riportato il diagramma di stato della lega di Ti-Al con 0% di Nb, mentre con la linea continua quello con 8% di Nb. Gli effetti che ne risultano sono che l'aggiunta di Nb ha abbassato la curva di T_{α} [7].

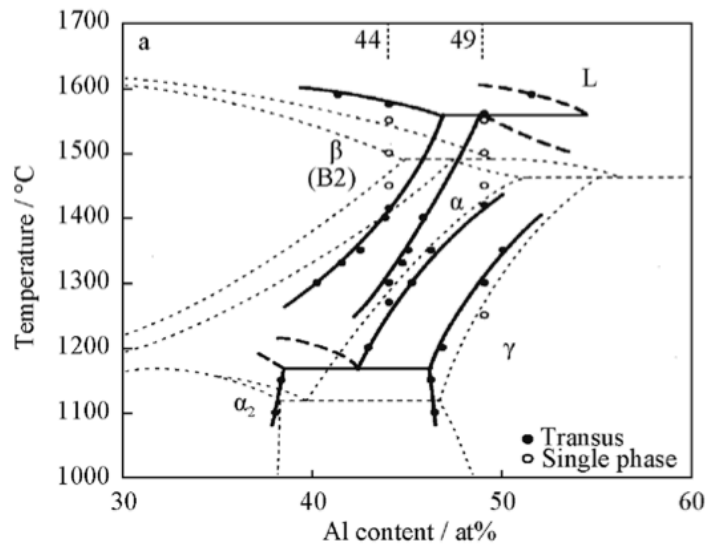


Figura 13. Effetto dell'aggiunta dell'8% Nb sul diagramma di fase delle leghe TiAl [14].

Cromo

Il Cr è già incorporato nella rinomata lega *GE 48-2-2* perché, con una quantità del circa 2 at. % ne aiuta a migliorare la duttilità a temperatura ambiente.

La spiegazione dietro questo miglioramento della proprietà meccanica insiste nella stabilizzazione della fase β/β_0 . Infatti, il Cr possiede un effetto stabilizzante della fase β più forte di quello che ha il Nb a parità di percentuale atomica; anche la fase β_0 può essere trovata in piccole quantità all'interno della microstruttura di questa lega poiché il solo Nb al 2 at. % non è sufficiente a permettere la sua stabilizzazione a temperatura ambiente (come si osserva in **Figura 14**). Ciò significa che, solo aggiungendo Cr, la fase β/β_0 diventa stabile a temperature più basse. Dunque, a livello cristallografico, la stabilizzazione della fase β/β_0 produce una maggiore capacità di accomodare la deformazione plastica una volta impartita la sollecitazione meccanica, contribuendo così all'incremento della duttilità a temperatura ambiente [7,15].

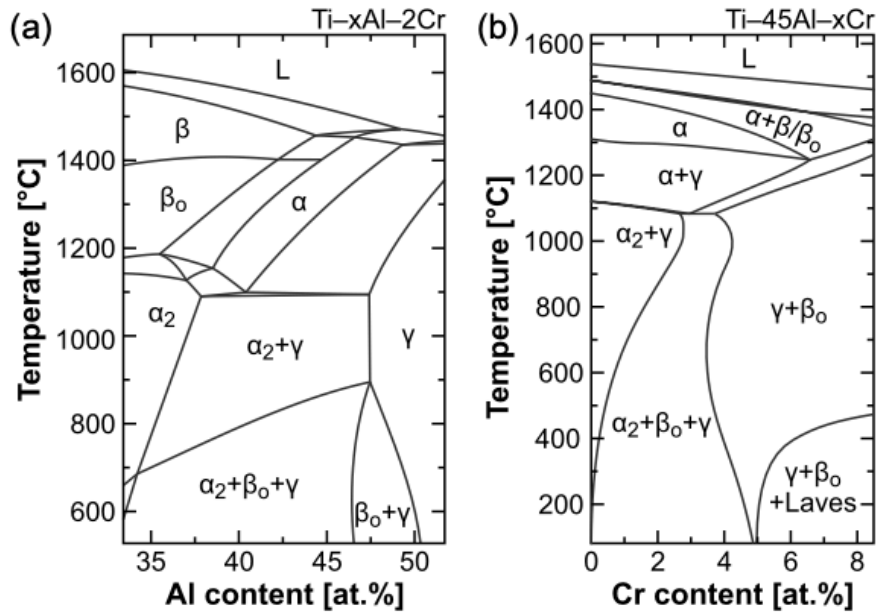


Figura 14. Diagramma di fase Ti-Al-Cr con (a) 2% Cr e (b) 45% Al [7].

1.2.9 Principali applicazioni industriali

Oggi, le leghe di TiAl trovano impiego in applicazioni altamente tecnologiche in settori come quello automobilistico o aerospaziale grazie alle loro prestazioni uniche quando sottoposte a temperature elevate e al basso peso. Realizzate con tecniche di AM, tali leghe hanno preso principale impiego come pale nei motori a turbina degli aerei (LPT, turbina a bassa pressione del motore *GENx9-11*) e nei motori delle auto da corsa (rotori dei turbocompressori e valvole di scarico), nonché nell'industria militare per le alette dei razzi, grazie alla loro resistenza alle alte temperature.

Le prime dimostrazioni della fattibilità di queste leghe nei motori convenzionali ad aria sono i motori IHPTET (*Integrated High Performance Turbine Engine Technology*). Sono state realizzate diverse componenti in alluminio di titanio monolitico in α_2 e γ (**Figura 15**), tra cui il profilo alare α_2 con forging (**Figura 16. a**), la paletta di turbina al primo stadio γ con casting (**Figura 16. b**) e un case del compressore γ con casting (**Figura 16. c**) [16].

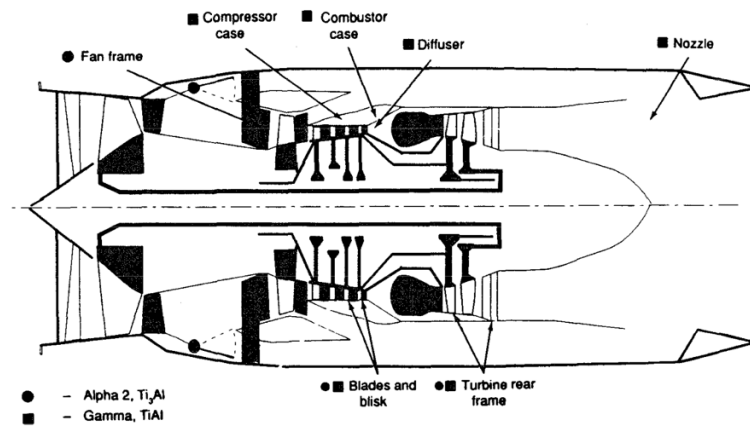


Figura 15. Prime potenziali applicazioni per alluminuri di titanio [16].

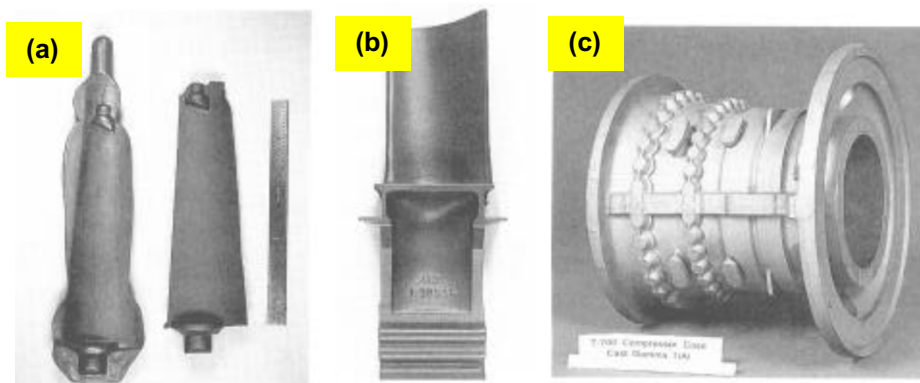


Figura 16. (a) profilo alare α_2 forging, (b) paletta di turbina al primo stadio γ casting, (c) case del compressore γ casting [16]

Altri esempi di applicazioni sono in **Figura 17**:

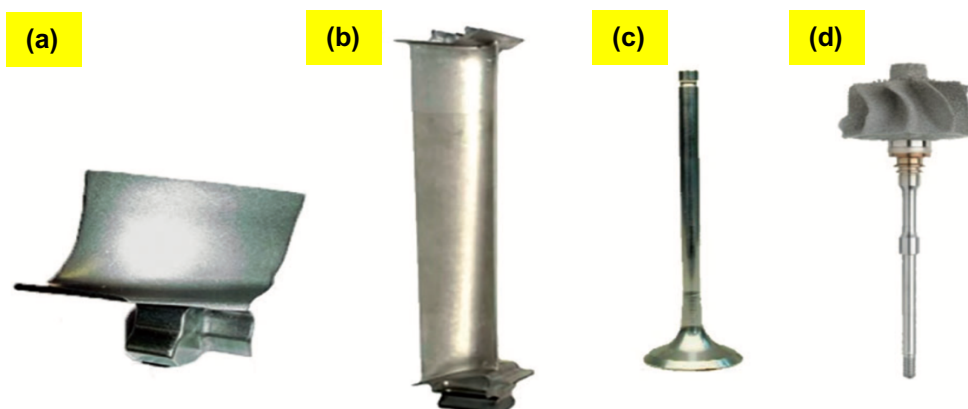


Figura 17. Altre applicazioni di TiAl. a) pala del compressore ad alta pressione HPC in 45Al-8Nb-0,5 (B,C), b) pala della turbina a bassa pressione LPT in Ti-48Al-2Nb-2Cr, c) valvole di scarico in γ -TiAl, d) ruota del turbocompressore in Ti-48Al-2Nb-0,7Cr-0,3Cr [5].

La *General Electric (GE)* produce parti di motori in *Ti-48Al-2Cr-2Nb* tramite AM, con l'obiettivo di sperimentare su velivoli come il *Boeing 787 dreamliner* o il *Boeing 747-8* in alternativa al metodo convenzionale della fusione in gravità. Il motore *GENxTM* è, di fatti, il primo motore aeronautico commerciale che sia fornito di pale in lega 48-2-2 tanto che, ad oggi, sono state realizzate fino a oltre 40.000 palette di turbina a bassa pressione [13].

L'efficienza di questi motori è vista nella loro propulsione, notevolmente aumentata non solo grazie alla leggerezza conferita dal basso peso combinata alle elevate prestazioni, ma anche grazie ad una riduzione del 50% del rumore, del 20% del consumo di carburante, e dell'80% delle emissioni di NO_x rispetto ai motori di simile classe che li precedono [17].

1.2.10 Problemi di lavorabilità

Dopo che le parti in alluminuri di titanio sono state ultimate con i processi di machining tradizionali, il passaggio successivo consiste nell'analizzare l'integrità della loro superficie per valutarne la qualità. Di fatti, i processi di lavorazione successivi a quelli di realizzazione del componente, utili a dare la final shape voluta, spesso donano alla superficie delle caratteristiche indesiderate, che consistono in veri e propri difetti. Questi influenzano fortemente le caratteristiche meccaniche prestazionali dell'oggetto finito, per cui devono essere ridotti al minimo visibile. Per fare questo, sono stati condotti studi per migliorare la lavorabilità e ridurre i difetti superficiali che interessano gli alluminuri di titanio.

I parametri che più contribuiscono ad una bassa lavorabilità del materiale sono:

- Tendenza all'indurimento durante la lavorazione (work hardening);
- Fragilità e formazione di trucioli;
- Scarsa diffusività termica;
- Elevata affinità chimica con il materiale dell'utensile;

Tutti questi fattori creano problemi al componente in lega perché creano cricche, ondulazioni, bande superficiali, ma anche danni all'utensile stesso impiegato nella lavorazione, la cui durata è fortemente compromessa.

Per evitare la formazione di cricche superficiali durante la lavorazione, si consiglia di solito di utilizzare velocità di taglio elevate per aumentare la temperatura di taglio nell'area interessata. In questo modo, la duttilità del materiale aumenta, riducendo la possibilità che si formino e si propaghino delle cricche. Di contro, si ha una maggiore formazione di accumuli sulla lama dell'utensile, riducendo la sua durata della vita.

Un'altra soluzione volta a ridurre l'impiego di processi di asportazione di truciolo e fresatura (machining) di grandi volumi è quella di sostituire le tecniche tradizionali di produzione con altre innovative in grado di dare la forma quasi netta dell'oggetto (near-net shape).

In realtà, il primo processo utilizzato per la realizzazione delle palette di turbina è il casting, tuttora il più ecosostenibile e la tecnica stato dell'arte. Negli anni, però, ci si è reso conto che necessitava una nuova tecnologia che riuscisse a creare dei campioni di forma e dimensioni più complesse che fosse un'alternativa alla tecnica principale del casting. Questo fatto ha dato la spinta alla produzione delle palette attraverso l'Additive Manufacturing [5].

1.3 Additive Manufacturing

L'Additive Manufacturing (AM) è un processo che costruisce un componente a strati, al contrario di un'operazione sottrattiva che rimuove materiale da un blocco di materiale per formare un prodotto. Questo approccio permette di estendere la libertà di design e progettazione consentendo, ad esempio, di creare un oggetto con la forma e la struttura interna desiderate in unici o pochi passaggi produttivi [18].

La classificazione delle tecniche AM sviluppate sono definite dalla *ISO/ASTM 52900* e sono le seguenti (**Figura 18**):

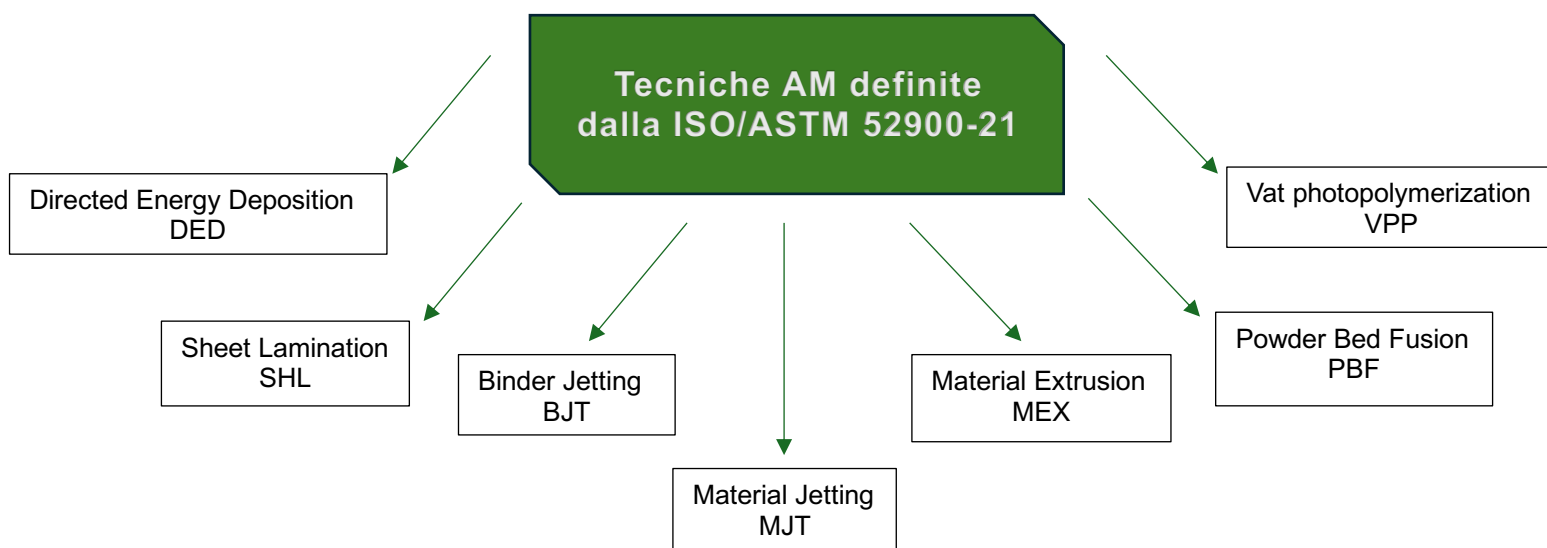


Figura 18. Elenco schematico delle tecniche AM definite dalla ISO/ASTM 52900-21.

Ad oggi, molte industrie (aerospazio, energia, trasporto, biomedicale, ecc.) stanno affrontando una vera e propria rivoluzione industriale grazie all'introduzione delle tecnologie di produzione additiva. Gli steps chiave che riferiscono a tale macro-argomento sono l'evoluzione della microstruttura, la successiva elaborazione metallurgica e le caratteristiche delle polveri, il cui studio è stato fondamentale per garantire le elevate prestazioni dell'AM. Per la prima volta non si è più limitati dal metodo di produzione perché la fabbricazione additiva dà la possibilità di realizzare pezzi con elevato grado di complessità come strutture cellulari, interne e complesse o canali di raffreddamento senza dover tenere conto di limitazioni legate alla strumentazione o alla progettazione. I vantaggi offerti, dunque, sono geometria

complessa, riduzione del peso, tempi di consegna brevi, velocità di produzione, ecc. Le proprietà ottenute sono paragonabili a quelle raggiunte nei processi convenzionali come il casting o il forging [18].

1.3.1 Powder Bed Fusion

L'additive manufacturing a letto di polvere (in inglese Powder Bed Fusion) funziona generalmente nel seguente modo: una riserva di polvere contenuta in un pistone mobile viene fatto esporre in superficie dove un rullo passerà per distribuirlo per bene sulla piattaforma di lavoro. Dopo, un fascio incidente (laser o fascio di elettroni) fonde selettivamente lo strato di polvere disteso sulla piattaforma seguendo il disegno CAD pre-impostato. In questo step, la rifusione degli strati precedenti durante la fusione dello strato corrente consente l'adesione dello strato corrente al resto del pezzo. Successivamente, il pistone si abbassa per favorire l'aggiunta di un nuovo strato di polvere, il quale viene fuso e così via. Una volta creato l'oggetto, la polvere che non è stata intercettata dal fascio potrà essere riutilizzata per un processo successivo. Lavorando strato per strato, si può ottenere una complessità maggiore della geometria del componente senza il bisogno di dover impiegare stampi di determinate forme (freedom of design e complexity for free). La **Figura 19** mostra i tre step fondamentali del processo a letto di polveri con laser, coincidenti con gli step nella tecnica con fascio di elettroni [19].

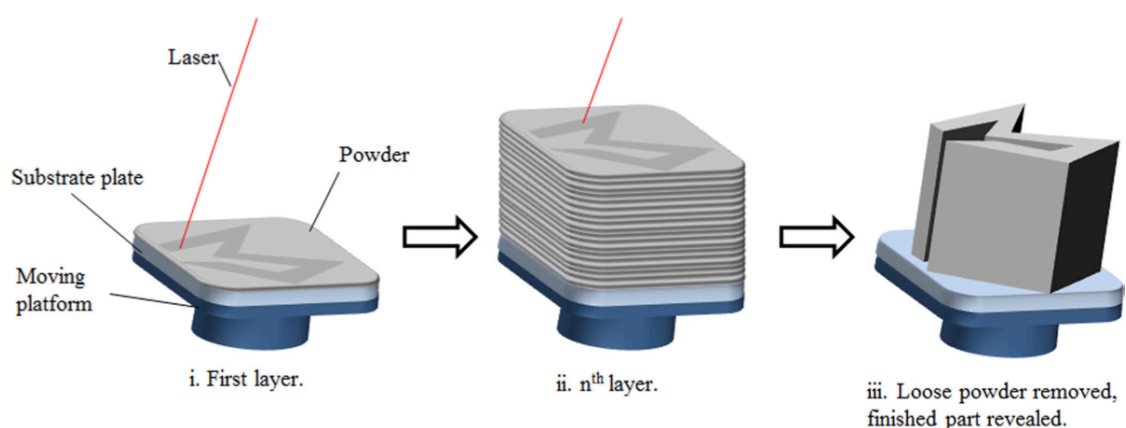


Figura 19. Step di descrizione del processo di Powder Bed Fusion con laser [19].

Le tecnologie PBF possono intraprendere due vie diverse a seconda della sorgente utilizzata. Le leghe intermetalliche sono generalmente realizzate con la tecnologia EB-PBF (o anche Electro-Beam Melting) per diverse ragioni, una tra queste è la temperatura di preriscaldamento utilizzata: nella tecnologia EB-PBF il preriscaldamento (fino a 1100°C) avviene impostando il fascio di elettroni in modo che non agisca subito in maniera selettiva e focalizzata, quanto piuttosto in maniera delocalizzata andando a scaldare tutto il letto di polveri facendogli raggiungere la temperatura prestabilita. Al contrario, nella tecnologia che utilizza il laser, il preriscaldamento, oltre a raggiungere temperature massime più basse (500°C), viene fatto attivando delle resistenze poste al di sotto della piattaforma che la riscaldano con dei meccanismi di trasferimento del calore; questo preriscaldamento interesserà, dunque, principalmente i primi strati a contatto con la piattaforma e non riuscirà a garantire una distribuzione uniforme della temperatura agli strati più lontani. Il processo laser è, pertanto, definito un processo "a freddo". La temperatura di preriscaldamento rappresenta, dunque, una discriminante che indirizza la scelta del processo verso quello che utilizza un fascio di elettroni piuttosto che il laser come fascio incidente soprattutto perché i materiali che coinvolgiamo sono tendenzialmente fragili e tendono a formare cricche.

Il vantaggio corrisponde, dunque, sul minor shock termico che il materiale subisce quando passa dalla temperatura di fusione alla temperatura di preriscaldamento nel processo a fascio di elettroni (1100 °C) rispetto a quella del processo con il laser (500 °C) [20].

Le tecniche PBF hanno, in genere, una più bassa contaminazione grazie al vuoto creato in camera, degli spessori più elevati degli strati depositati e una velocità di produzione dei pezzi più elevata.

Infine, un vantaggio di tipo ambientale di questa tecnologia innovativa è il riutilizzo delle polveri scartate: gli accumuli di polvere che non sono stati coinvolti nella fusione per essere recuperati che verranno mandati ad un *Powder Recovery System* dove una pistola che manda un gas ad alta pressione disgrega l'accumulo in modo tale che le particelle di polveri possano essere riutilizzate nelle operazioni successive [20].

1.3.2 Tecnologia EB-PBF

La fusione a letto di polveri con fascio di elettroni è stata introdotta per la prima volta nel 1997 da *Arcam AB Corporation* in Svezia.

Tale tecnologia utilizza un fascio di elettroni emessi dalla fusione di un filo di tungsteno o da un catodo di esaboruro di lantanio LaB6 indirizzati da lenti elettromagnetiche verso il campione in esame [21].

Utilizzando la tecnologia EB-PBF il componente verrà costruito passando per 4 fasi come mostrato nella **Figura 20**.

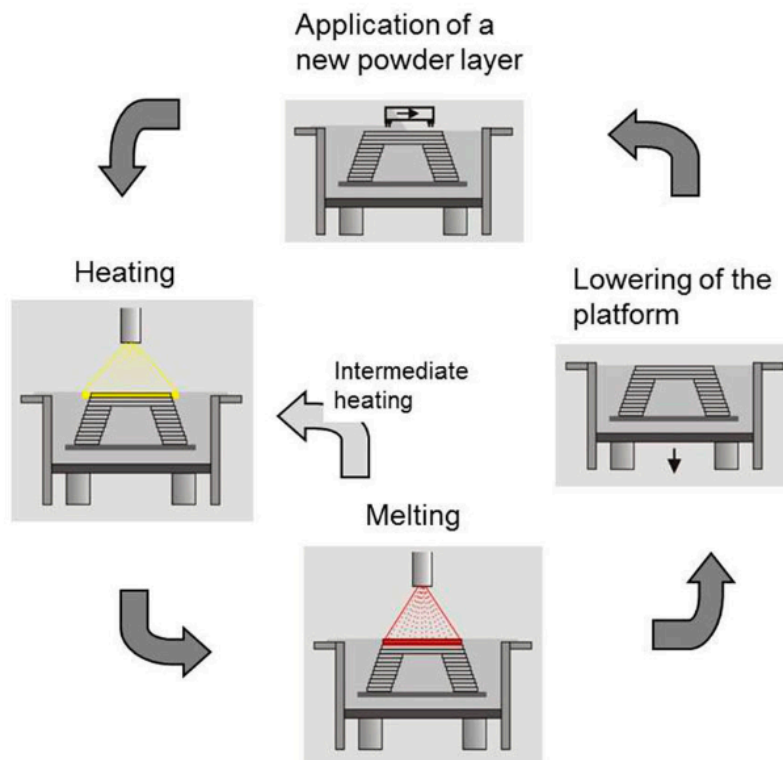


Figura 20. I 4 steps del processo EB-PBF [22].

I 4 passaggi previsti dal processo dell'EB-PBF sono:

Application of a new powder layer: un primo strato di polvere viene adagiato sulla piattaforma preriscaldata della camera di riempimento. Durante questo step, deve essere garantita la scorrevolezza delle polveri, caratterizzata dalla densità

apparente e dalla compattazione del green state. Per favorire questi due parametri, vengono normalmente impiegate polveri sferiche prodotte con il processo dell'atomizzazione con gas, facendo un'accortezza che la dimensione non esca fuori dall'intervallo 40-105 micron, perché se fosse troppo bassa insorgerebbero problemi durante il processo come l'insorgenza dell'effetto fumo (diffusione delle particelle di polvere similmente ad un'esplosione all'interno della camera di processo) e la ridotta scorrevolezza, densità, conduttività elettrica.

Heating: la fase di preriscaldamento viene effettuata scansionando lo strato con il fascio di elettroni più volte per raggiungere la temperatura desiderata (400-1000 °C). Lo scopo è quello di permettere una prima leggera sinterizzazione delle particelle di polveri e mantenere la temperatura nella camera. Le temperature operative non dipendono solamente dal materiale utilizzato ma anche dalle proprietà delle polveri.

Melting: avvenuto il preriscaldamento, il fascio di elettroni (questa volta focalizzato) scansiona di nuovo lo strato di polveri e fonde le particelle nelle aree dove che faranno parte del pezzo solido. Si raggiungono temperature fino a 2700 °C. In questo step è importante impostare appositamente i diversi parametri di processo per ridurre al minimo i difetti. Vengono illustrati in **Figura 21** i processi di *Heating* (a) e *Melting* (b).

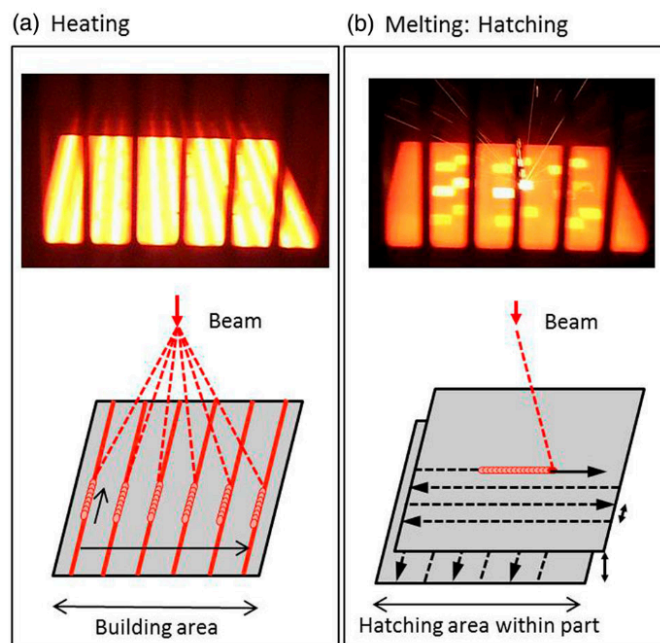


Figura 21. Step di Heating (a) e Melting (b) durante il processo EB-PBF [22].

Post-heating: subito dopo la fusione dello strato, ma prima della stesura di quello nuovo, lo stesso fascio di elettroni che fonde viene defocalizzato per scansionare l'intera area appena lavorata con parametri di energia ridotta al fine di mantenere la parte appena costruita ad una temperatura controllata, elevata e costante.

Lowering of the platform: una volta effettuata la fusione selettiva, un nuovo strato può essere formato e ciò è possibile solo dopo l'abbassamento della piattaforma di un singolo strato grazie ad un sistema che utilizza un pistone. Il pezzo stampato viene infine raffreddato in un ambiente controllato di gas inerte per evitare la formazione di tensioni residue e deformazioni, pulito della polvere in eccesso e, se necessario, sottoposto ad operazioni di finitura superficiale o trattamenti termici per migliorarne l'aspetto e/o le proprietà [21, 22].

1.4 Obiettivo della tesi

1.4.1 Microstruttura target

L'obiettivo del progetto è sottoporre i campioni di due leghe con composizioni chimiche diverse, a trattamenti termici per raggiungere la microstruttura target desiderata, ossia la near lamellar NL (**Figura 22**), e poter così successivamente valutare l'influenza della microstruttura, simile nelle due leghe, sulle loro proprietà meccaniche e funzionali.

La struttura NL è caratterizzata dall'aver dei grani lamellari le cui lamelle sono disposte parallelamente tra loro all'interno del singolo grano e corrispondono ad un'alternanza delle fasi γ e α_2 . Per riuscire a raggiungere l'obiettivo sono stati effettuati più trattamenti così da trovare un range affidabile all'interno del quale si possa osservare la microstruttura near lamellar. Si è proceduto per via iterativa considerando una temperatura non troppo distante dalla temperatura di α -transus del materiale specifico (T_α): si parla di un range operativo del trattamento di $\pm 5 - 15$ °C dalla T_α in quanto il materiale TiAl è molto sensibile a variazioni microstrutturali anche per trattamenti svolti a pochi gradi di variazione di temperatura.

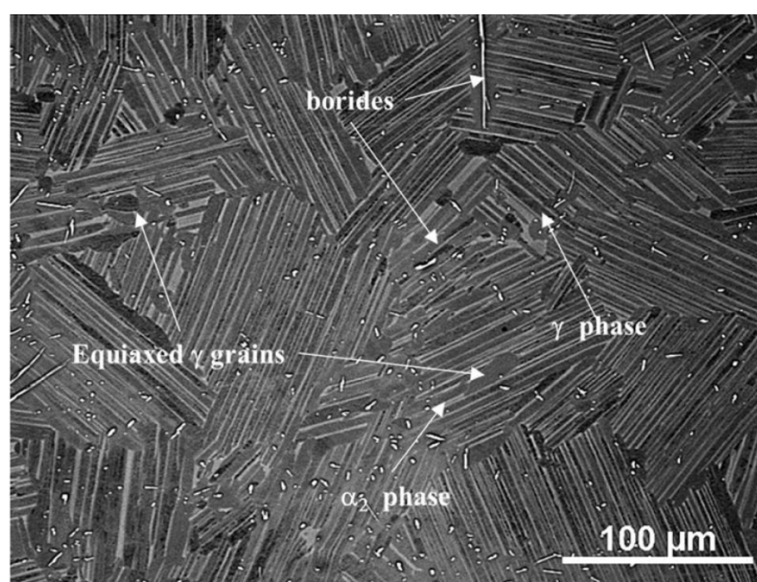


Figura 22. Microstruttura near-lamellar TiAl [23]

La scelta del voler realizzare una struttura di tipo NL è stata fatta considerando la sua grande versatilità nelle applicazioni aeronautiche. Grazie all'alternanza tra colonie lamellari α_2/γ grossolane (in centinaia di μm) finemente distribuite all'interno del grano e ad una frazione contenuta di grani equiassici γ , consente di avere una combinazione superiore di resistenza, creep e tenacità a frattura, senza perdere di duttilità, resistenza a fatica, resistenza allo snervamento e a rottura. Questa motivazione rende la struttura NL particolarmente adatta a componenti aeronautici soggetti a carichi ciclici e condizioni termo-meccaniche variabili e a fenomeni di creep [5, 7].

2. Materiali e metodi

Nello schema in **Figura 23** è riportata la sequenza logica con cui sono stati effettuate le analisi sperimentali.

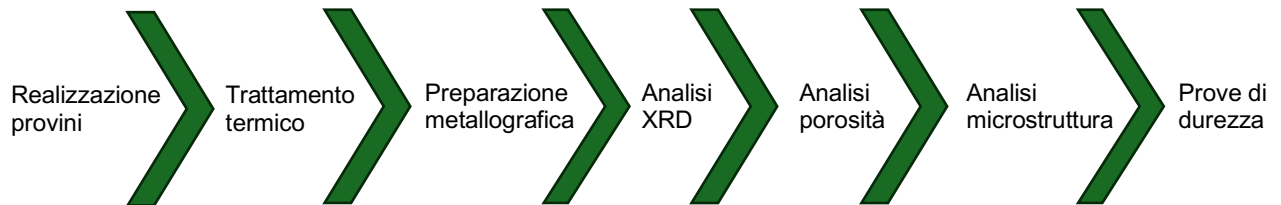


Figura 23. Sequenza cronologica dei metodi adottati per l'analisi sperimentale.

2.1 Preparazione dei provini

2.1.1 Realizzazione dei provini

I provini analizzati nel presente studio non sono stati prodotti nell'ambito di questa tesi, ma sono stati forniti dal gruppo di ricerca presso cui è stata svolta l'attività di tesi.

I provini sono stati prodotti tramite la macchina *Arcam EBM, A2x* in **Figura 24**, una stampante 3D che utilizza un fascio di elettroni ad alta potenza che ha fuso in maniera rapida e precisa, in più punti contemporaneamente, il TiAl sottoforma di polvere. Alla fine, sono stati ottenuti dei provini di forma cilindrica.



Figura 24. Arcam EBM, A2x.

Si tratta di provini appartenenti alla lega di riferimento 48-2-2 e altri appartenenti ad una nuova lega, la 48-2-8, contenente un maggior quantitativo di Nb rispetto alla precedente.

2.1.2 Composizione chimica dei provini



Figura 25. ONH analyzer serie 836, LECO.

Successivamente alla fase di produzione dei provini, è stata verificata la loro composizione chimica attraverso le tecniche SEM-EDS, ONH e CS (**Figura 25**) su tre zone diverse, scelte dallo strumento, come frutto di una media di analisi puntuali e randomiche fatte sull'area dell'immagine in esame. Su un totale di tre misurazioni effettuate, è stata conseguita la media di ognuna tale per cui le composizioni percentuali trovate sono riportate di seguito (**Tabella 5 e Tabella 6**).

Tabella 5. Composizione chimica (in at.%) di intermetallici γ -TiAl valutati con analisi SEM-EDS.

Elemento	48-2-2	48-2-8
Ti	Bal.	Bal.
Al	49.30	47.46
Nb	1.67	1.38
Cr	2.02	8.48

Tabella 6. Composizione chimica (in wt.%) di intermetallici γ -TiAl valutati con analisi SEM-EDS, CS e ONH.

Elemento	48-2-2	48-2-8
Ti	Bal.	Bal.
Al	34.51	30.61
Nb	4.87	18.83
Cr	2.25	1.71
N	0.0361 ± 0.0240	0.00344 ± 0.000297
O	0.0580 ± 0.0279	0.03133 ± 0.008
H	0.00063 ± 0.000411	0.0003 ± 0.000126

Si noti come il campione 48-2-8 contenga una quantità minore di ossigeno (313 ppm) rispetto al campione 48-2-2 (580 ppm). Questo dato potrebbe riflettersi su eventuali differenze che potrebbero emergere in termini di duttilità dei due materiali.

2.1.3 Analisi termomeccanica

Successivamente, sono stati effettuati diversi trattamenti termici sui campioni inserendo questi all'interno di un forno apposito, capace di raggiungere le

temperature desiderate, per un tempo di circa due ore. I valori di temperatura con cui sono stati eseguiti i trattamenti sono stati scelti considerando l'alta sensibilità della lega intermetallica alle variazioni di temperatura e la T_α di ognuno, quindi rimanendo all'interno di un intervallo molto ristretto $T_\alpha - 15\text{ }^\circ\text{C} \leq TT_x \leq T_\alpha + 10\text{ }^\circ\text{C}$. La scelta di questo intervallo è ricaduta sul fatto che la microstruttura target, per questo lavoro di tesi, è una struttura NL.

Prima di proseguire nella decisione di effettuare un trattamento termico, è stato necessario intercettare il valore della T_α delle due leghe. Pertanto, sono state eseguite delle analisi termomeccaniche (TMA) su campioni delle due leghe.

Nella **Figura 26** la curva di analisi termo-meccanica mostra la derivata normalizzata dello spostamento in funzione della temperatura del campione 48-2-2.

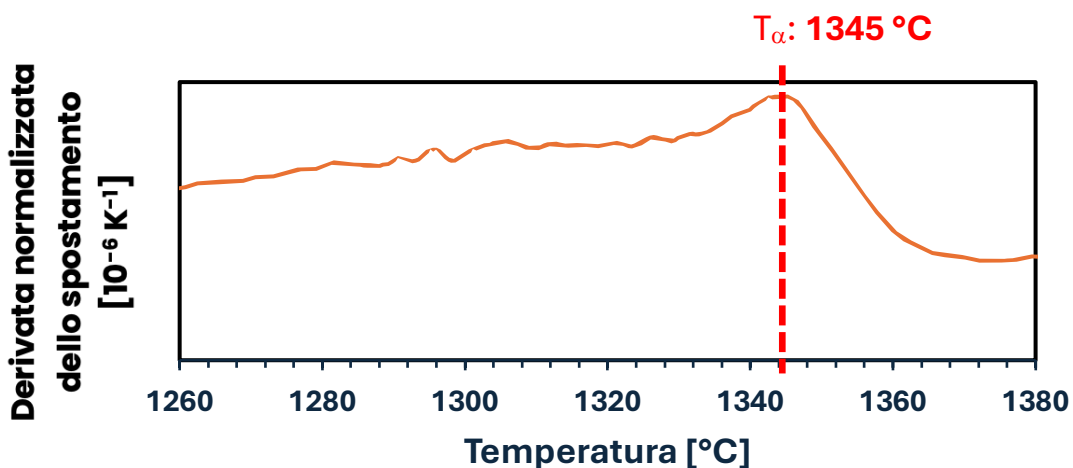


Figura 26. Analisi termo-meccanica del campione 48-2-2.

Nella **Figura 27**, invece, si osserva la TMA del campione 48-2-8.

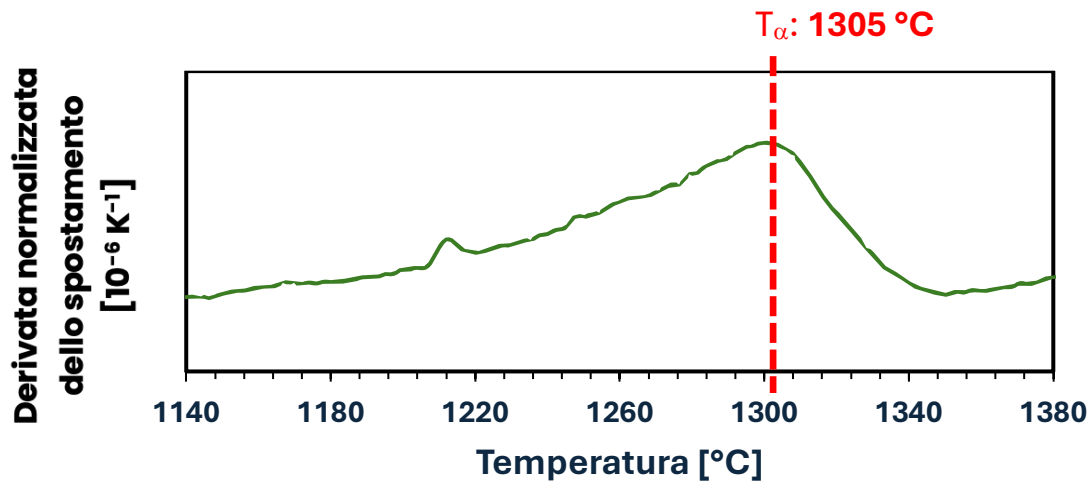


Figura 27. Analisi termo-meccanica del campione 48-2-8.

Dai grafici ottenuti le curve illustrate presentano un picco massimo coincidente con la T_{α} . Per ognuno dei due materiali, i valori della temperatura di α -transus sono stati elencati di seguito nella **Tabella 7**:

Tabella 7. Valori di temperatura di alpha transus trovati con le TMA.

Campione	T_{α}
48-2-2	1345 °C
48-2-8	1305 °C

In relazione alla teoria dei trattamenti termici su leghe di questo tipo, sono state scelte le temperature del primo trattamento termico (TT1) delle due leghe da effettuare sui primi due campioni analizzati. A seguito della caratterizzazione microstrutturale su questi, sono state decise le temperature del secondo trattamento termico (TT2) delle due leghe. Allo stesso modo, sono state poi valutate le temperature del terzo trattamento termico (TT3).

In definitiva, in **Tabella 8** vengono mostrate le tre temperature del trattamento effettivamente scelte per ognuna delle due leghe.

Tabella 8. Valori di temperatura scelti per i trattamenti termici.

Trattamento Termico	48-2-2	48-2-8
TT1	$T_{\alpha} - 10 \text{ °C} = 1335 \text{ °C}$	$T_{\alpha} - 15 \text{ °C} = 1290 \text{ °C}$
TT2	$T_{\alpha} - 5 \text{ °C} = 1340 \text{ °C}$	$T_{\alpha} - 5 \text{ °C} = 1300 \text{ °C}$
TT3	$T_{\alpha} + 5 \text{ °C} = 1350 \text{ °C}$	$T_{\alpha} + 10 \text{ °C} = 1315 \text{ °C}$

2.2 Preparazione metallografica

2.2.1 Taglio dei campioni



Figura 28. Troncatrice, Mercatome T210 Presi.

Il primo passo eseguito presso i laboratori di *Preparazione metallografica* del *Politecnico di Torino* è stato quello di tagliare i campioni cilindrici realizzati secondo la tecnologia EB-PBF in modo da vederne la cross-section, ottenendo la metà longitudinale del campione (**Figura 29**).

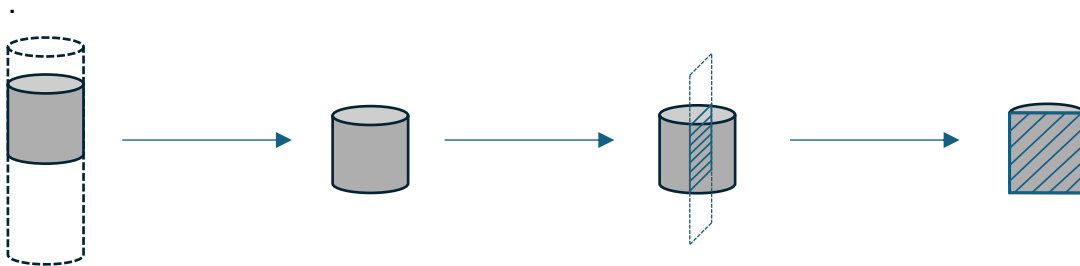


Figura 29. Processo di troncatura.

La strumentazione utilizzata è la troncatrice (**Figura 28**), la quale consente il taglio rapido di campioni di medie dimensioni (da pochi micron fino a 65 mm) in maniera automatica. Una volta individuato la tipologia di materiale in esame, hard o soft (nel nostro caso sarà hard), possono essere impostati i parametri di taglio cosicché una lama di materiale *CerMet* possa procedere al taglio.

Per il nostro caso sono state scelte le seguenti condizioni operative:

- Tasso di velocità: 0.02 mm/min
- Velocità della lama: 3200 RPM

2.2.2 Inglobatura dei campioni

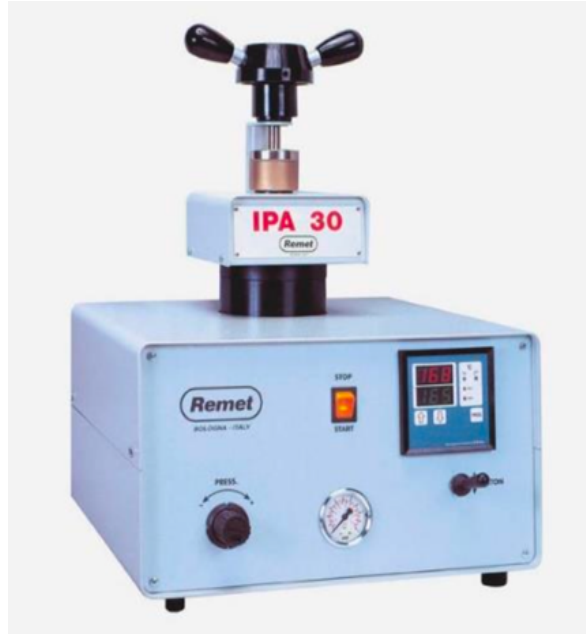


Figura 30. Inglobatrice, IPA30 Remet.

Grazie alla strumentazione (**Figura 30**), il passo successivo è stato quello di asciugare il pezzo tagliato e inglobarlo all'interno di una resina conduttiva di forma cilindrica in modo da favorirne la lucidatura seguente (**Figura 31**); infatti, l'inglobamento a caldo ha lo scopo di rendere i provini più facili da maneggiare con basi regolari e lo fa attraverso l'azione contemporanea di pressione e calore. La scelta di utilizzare una resina conduttiva è stata fatta a scopo di garantire la conducibilità elettrica del campione, essenziale per le successive analisi al microscopio elettronico a scansione (**SEM**).

Le condizioni operative che sono stata utilizzate sono:

- Diametro di inglobamento: 30 mm
- Temperatura massima di riscaldamento: 200 °C

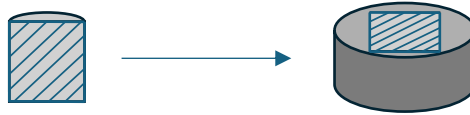


Figura 31. Processo di inglobatura.

2.2.3 Lucidatura dei campioni



Figura 32. Lucidatrice manuale e automatica, Mecotech 234.

La lucidatrice e levigatrice manuale e automatica utilizzata (**Figura 32**) è costituita da un disco rotante da 250 mm di diametro.

Le carte abrasive da posizionare sopra il disco e che sono state utilizzate per la lucidatura manuale sono la P80, P180, P400, P800, P1200, P2500. Ogni volta che è stata cambiata la carta, il provino inglobato è stato ruotato di 90° per un'efficienza maggiore nel cancellare le tracce lasciate dal mezzo abrasivo precedente. Il senso di rotazione del piatto scelto è il senso orario e lo stesso viene impostato ad una velocità di 150 RPM.

Per concludere la lucidatura, i campioni sono stati risciacquati con acqua e detersivo per piatti.

Successivamente sono stati utilizzati dei panni al fine di completare la lucidatura e renderla a specchio (**Figura 33**). In particolare, sulla base magnetica del piatto della

lucidatrice è stato posto un primo panno spruzzato di una soluzione diamantata con sospensioni di 3 μm .

Per il trattamento, sono stati impostati i seguenti parametri operativi:

- Tempo impiegato: 600 sec
- Velocità del piatto: 150 RPM
- Rotazione della testa con i pistoni: 50 RPM
- Forza della testa con i pistoni: 1.50 DaN

L'operazione è stata ripetuta due volte per un migliore risultato.

Con lo stesso setting dei parametri di input è stata poi compiuta una lucidatura con un ulteriore panno con sospensione diamantata da 1 μm per migliorare l'azione di lucidatura. Questa operazione, anche qui, è stata ripetuta due volte.



Figura 33. Processo di lucidatura.

2.2.4 Attacco chimico

Una volta lucidato il campione, è stato necessario attaccare la superficie della cross-section con la silice diluita con acqua per riuscire a visualizzare la microstruttura del provino al microscopio ottico. Successivamente è stato effettuato un attacco chimico specifico per riuscire a meglio visualizzare la microstruttura al microscopio.

Il nome della soluzione utilizzata per l'attacco chimico è *Kroll*, composta da:

- 90 ml di acqua (H_2O),
- 6 ml di acido nitrico (HNO_3)
- 3 ml di acido fluoridrico (HF)

Successivamente all'immersione dell'intero campione per 3 secondi nella soluzione, l'attacco è stato interrotto con un'altrettanta immersione in acqua.

Così facendo, è stato possibile confrontare la tipologia di microstruttura a valle dei vari trattamenti termici grazie all'utilizzo di microscopi.

2.3 Osservazione della cross-section

2.3.1 Microscopio ottico



Figura 34. Microscopio ottico, Leica DMI 5000 M.

Per le analisi della superficie del campione, preliminarmente tagliato in due parti approssimativamente uguali e successivamente sezionato in posizione qualitativamente centrale per ottenere una cross-section, è stato utilizzato il microscopio ottico descritto in **Figura 34**. Questo macchinario consente l'acquisizione delle immagini a diversi ingrandimenti (50x, 100x, 200x, 400x, 500x) con diverse modalità di colorazione; in questo caso è stata scelta la modalità manuale in bianco e nero.

L'osservazione della cross-section al microscopio ottico è servita per l'analisi di porosità, della microstruttura e di microdurezza, nonché per la valutazione della variazione di quest'ultima al bordo e del profilo di rugosità.

2.3.2 Stereo-miscoscopio



Figura 35. Stereo-microscopio Leica EZ4 W.

Lo stereomicroscopio in **Figura 35** è stato utilizzato per avere un'altra visione della cross-section. Il fatto che permette di osservare aree estese del campione, come la sezione trasversale del provino cilindrico, è utile soprattutto per visualizzare il livello di porosità dei due materiali dato che possiede un elevato campo di profondità e due possibilità di ingrandimento: 8x, quella utilizzata per le analisi, e 35x.

2.3.3 Calcolo della porosità, rugosità e alterazione bordo

Il software *ImageJ* è uno strumento di analisi facile utilizzo impiegato per l'elaborazione di immagini (*JPEG*, *PNG*, *TIFF*, ...) in dati quantitativi. Esso è molto utilizzato nell'ingegneria dei materiali perché utile nella caratterizzazione di porosità, analisi microstrutturale, valutazione di rugosità e difettosità in generale.

Porosità

A valle della lucidatura con sospensione diamantata di 1 μm , i campioni sono stati posizionati sotto la lente del microscopio ottico in modo da seguire la direzione di crescita degli strati. Regolando di ingrandimenti, contrasti e messe a fuoco, è stato osservato il livello di porosità.

Dopo aver importato l'immagine a 50x interessata all'analisi su ImageJ, attraverso un comando di threshold binario, è stata ottenuta una rappresentazione in bianco e nero dell'immagine dove i soggetti del calcolo sono stati identificati dal colore bianco mentre la restante matrice in nero (**Figura 36**). Dopo aver manualmente rimosso i difetti di forma non circolare, il software ha intercettato quelli di forma tondeggiante classificandoli come pori. Nel conteggio sono stati considerati, insieme ai pori, anche i "lack of fusion", difetti dovuti ad una mancata fusione della polvere metallica che, quindi, non si lega bene con lo strato precedente e crea il difetto.

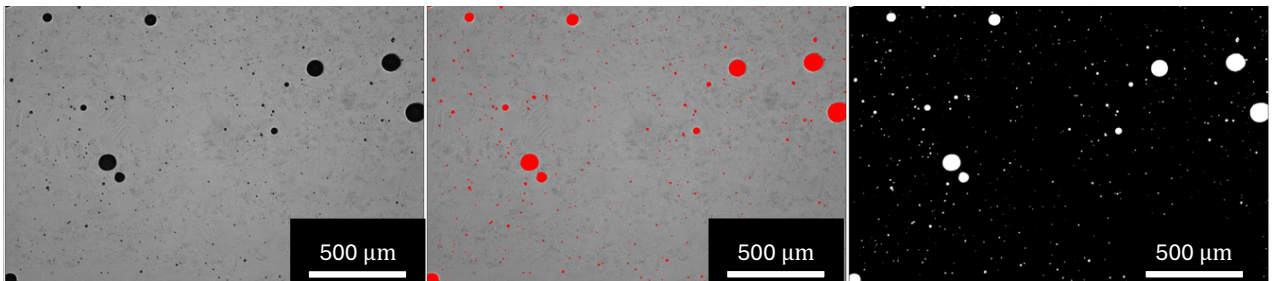


Figura 36. Step di analisi di porosità sull'interfaccia ImageJ.

Dunque, è stata prima quantificata la porosità percentuale per ogni immagine della sezione, per un totale di 100 immagini per campione analizzate ad ingrandimento 50x, e poi eseguita una media di questi valori, ottenendo un valore stimato e qualitativo di porosità del campione.

Rugosità

Sempre tramite il software *ImageJ* è stato possibile svolgere i calcoli per ottenere una stima della rugosità ai bordi della sezione ricavata. Si è proceduto nel seguente modo: sono state tracciate due linee che delimitassero una la valle più profonda (**Figura 37**) e l'altra la cresta massima (**Figura 38**) del profilo del bordo in modo tale da poter successivamente calcolare le deviazioni del profilo rispetto a una di queste due linee attraverso lo *Straight Line Tool*. Sono state annotate anche la deviazione massima e quella minima, indicata dai pallini rossi.

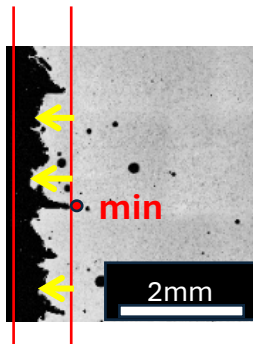


Figura 37. Valle più profonda

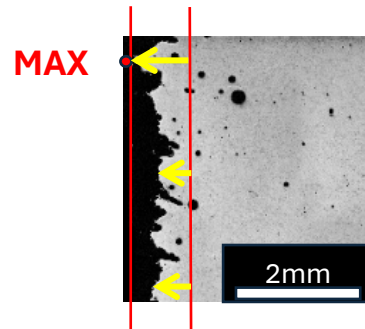


Figura 38. Cresta massima

Una volta svolto il lavoro di misurazione sullo stitch del bordo per ogni campione, è stata calcolata infine la media dei valori delle deviazioni del profilo prese, corrispondente alla rugosità del campione.

Alterazione del bordo

Il software *ImageJ* è stato utile anche per il calcolo dell'alterazione microstrutturale al bordo del campione. Sempre con lo *Straight Line Tool*, è stato possibile tracciare dei segmenti che partissero dalle creste e finissero a ridosso della fine del bordo alterato, come messo in evidenza in **Figura 39**.

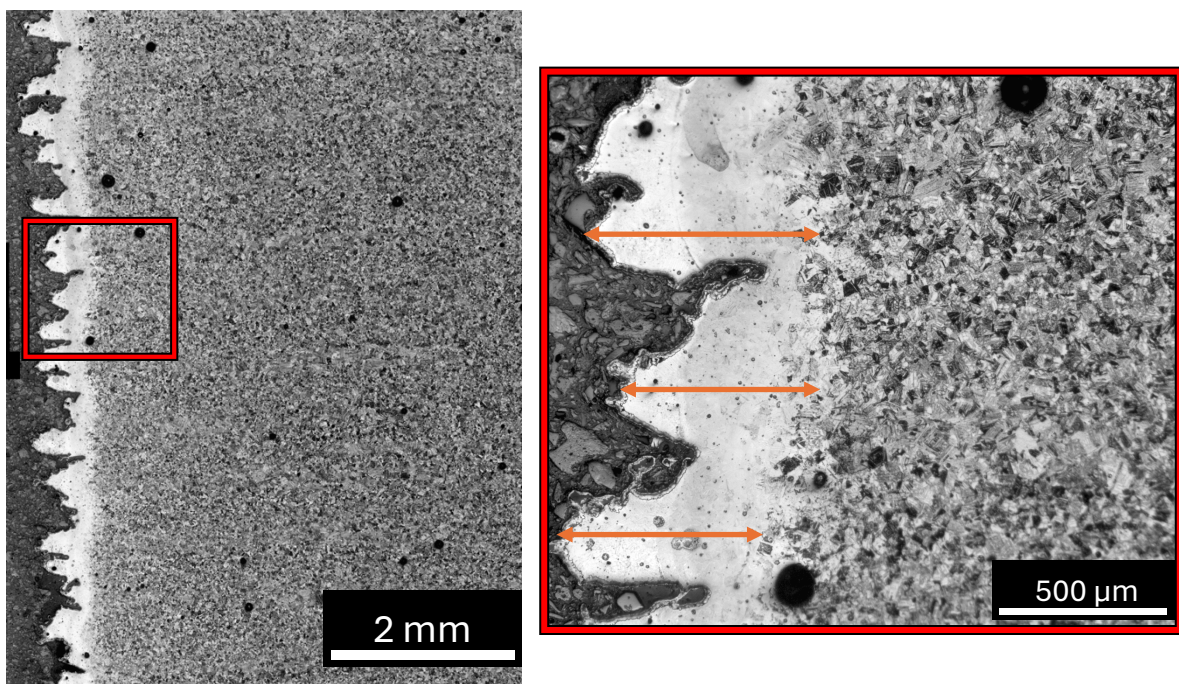


Figura 39. Osservazione dell'alterazione microstrutturale al bordo del provino 48-2-2 dopo il TT2.

A partire da questi segmenti, una volta impostata la scala di misurazione opportuna, si è potuto calcolare lo spessore medio su un totale di 25 immagini per ogni campione.

2.3.4 Analisi SEM



Figura 40. Microscopio elettronico a scansione JCM-700, JEOL, e pc didattico.

Con lo scopo di analizzare la composizione degli elementi all'interno della microstruttura dei due materiali, è stato utilizzato il microscopio elettronico a scansione (SEM, *Scanning Electron Microscope*). L'osservazione è stata effettuata tramite un SEM da banco, del modello in **Figura 40**. Questo macchinario prende energia da una sorgente elettronica a effetto di campo (FEG, *Field Emission Gun*), la quale riesce a dotare il dispositivo di una risoluzione fino a 8 nm con una tensione di accelerazione di 15 kV, ed è dotato di un rivelatore BSE, *Back Scattered Electrons* che usa la logica del contrasto, riportando gli elementi più pesanti con colore più chiaro e gli elementi più leggeri con colore più scuro.

L'uso di un microscopio di questo tipo serve per ottenere informazioni morfologiche e composizionali ad alta risoluzione.

Nel caso studio oggetto di questa tesi, il SEM è stato utile per un'analisi composizionale semi-quantitativa grazie alla spettroscopia a dispersione di energia (EDS, *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*) integrata nel dispositivo. Grazie a questo rivelatore possono essere identificati gli elementi all'interno del campione attraverso l'analisi dei raggi X emessi in seguito all'interazione con il fascio elettronico. Le misurazioni sono state effettuate in modalità *Line Scan* su una porzione di area in modo che venisse ricavato il profilo composizionale lungo la linea tracciata.

2.4 Prove di microdurezza



Figura 41. Microdurometro HV-1MDT, HUTEC Group Corporation.

Per questo lavoro è stato impiegato il microdurometro in **Figura 41**, adatto per misurare la microdurezza di campioni di piccole dimensioni. In particolare, questo test è stato condotto con tecnica Vickers usando un indentatore diamantato di geometria piramidale a base quadrata e con carico tale da creare un'impronta sufficientemente estesa corrispondente ad una microincisione (**Figura 42**) [24]. A

partire dalla piccola impronta sulla superficie (**Figura 43**), viene misurata la dimensione delle diagonali [μm] da cui, conoscendo a priori il carico applicato [Kgf], si può risalire al valore di microdurezza [HV]. L'equazione è espressa di seguito (**Eq.1**) [25].

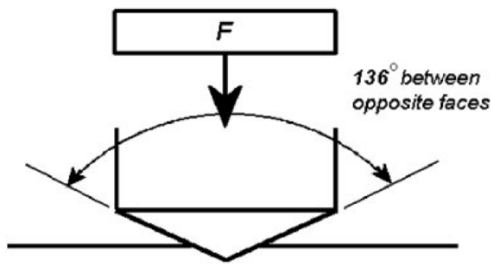


Figura 42. Indentatore Vickers a piramide diamantata [25].

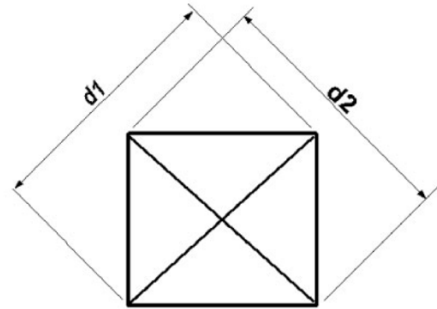


Figura 43. Impronta indentazione Vickers [25].

$$HV = \frac{L}{A} = \frac{2L}{\bar{a}^2} \cdot \text{sen} \left(\frac{136^\circ}{2} \right) = 1,8544 \cdot \frac{F}{\bar{a}^2} \quad \text{Eq. 1}$$

- 1,8544 è un fattore geometrico che dipende esclusivamente dall'angolo del penetratore Vickers (136°);
- F è il carico in Kgf applicato;
- \bar{a} è la media delle due diagonali (d_1, d_2) dell'impronta in mm;

Si ottiene così il valore mediato della durezza del materiale.

Con lo scopo di ottenere una stima affidabile, sono state prese circa 10 impronte per ogni campione analizzato seguendo una cucitura verticale (**Figura 44**) dal top fino al bottom (in termini di direzione di crescita della stampa) ed evitando che la microincisione ricadesse in prossimità di un poro cosicché non venisse alterata la misurazione. Il carico applicato è stato di (0,2 Kgf) per un tempo di 15 secondi.

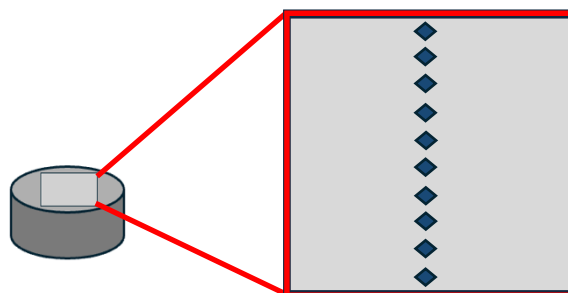


Figura 44. Strategia di cucitura adottata per la prova di microdurezza.

Una volta prese le impronte e valutate quelle che avessero le due diagonali quanto più simili dimensionalmente, è stata calcolata la media dei valori HV derivati dalla singola impronta.

2.5 XRD



Figura 45. Diffrattometro di raggi X Empyrean, Malvern Panalytical.

Per compiere l'analisi dei campioni ai raggi X sono stati ricavati dei provini di circa 3 mm di spessore da ciascun campione secondo le modalità indicate in **Figura 46**. Successivamente, i provini sono stati lucidati manualmente seguendo la serie di carte: P80, P180, P400, P800, P1200, P2500 P4000. Infine, sono stati sciacquati con acqua e detersivo per piatti.



Figura 46. Estrazione di un piccolo spessore dal campione

Dopodiché i campioni sono stati analizzati all'interno del macchinario in **Figura 45**.

Lo scopo dell'analizzare una superficie metallica con la tecnica di diffrazione a raggi X, non distruttiva, è quello di investigare le fasi cristalline presenti grazie alla possibilità di individuare la posizione e disposizione degli atomi in ciascuna cella unitaria e gli angoli di spaziatura atomica. Alla base dei calcoli c'è la teoria della diffrazione elastica tale per cui quando il fascio di raggi X incide sul campione, parte viene riflesso dal piano cristallino che incontra sottoforma di onda diffratta; la diffrazione avverrà solo se l'interferenza è costruttiva, ovvero solo se il solido presenti una disposizione ordinata della struttura atomica. La condizione di diffrazione per l'interferenza costruttiva è stata espressa dalla Legge di Bragg, citata nell'**Eq. 2** [16, 17] :

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad \text{Eq.2}$$

- n è un numero intero positivo, generalmente 1, 2 o 3;
- λ è la lunghezza d'onda della radiazione incidente;
- d è la distanza tra due piani cristallini consecutivi;
- θ è l'angolo di incidenza del fascio di raggi X rispetto ai piani cristallini colpiti (con $\sin\theta < 1$);

Nella **Figura 47** è mostrata la condizione di diffrazione dei raggi X:

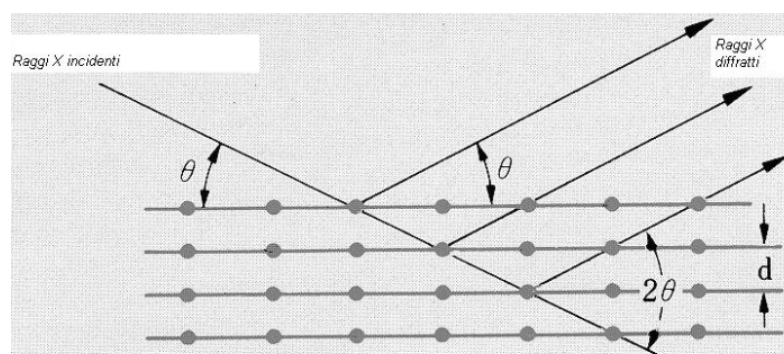


Figura 47. Diffrazione dei raggi X rispetto al reticolo cristallino [27].

Secondo Bragg, i cristalli sono descritti come un insieme di piani atomici (piano reticolare - hkl) distanziati tra loro di una quantità d e i raggi X incidenti su tali piani generano una diffrazione per la quale i raggi X diffratti formano con il piano reticolare un angolo uguale a quello dei raggi incidenti.

Per la realizzazione dello spettro XRD è stato utilizzato il software *X'Pert HighScore Plus*, tramite il quale è stato possibile individuare la posizione e l'intensità dei picchi confrontando automaticamente tali parametri con i database cristallografici già esistenti in esso.

3. Risultati e discussione dei dati

3.1 Analisi precedenti ai trattamenti termici

3.1.1 Analisi della porosità

La porosità è un parametro che dipende dal processo produttivo, pertanto è stata valutata per entrambe le leghe a monte dei trattamenti termici.

In **Figura 48**, ed analogamente in **Figura 49**, sono state prese delle immagini sulla superficie analizzata dei relativi campioni che mettessero in evidenza il livello di porosità presente in essi. A sinistra viene mostrato uno stitch dell'intera cross-section del campione con immagini catturate tramite lo stereomicroscopio, mentre a destra è illustrata una porzione sulla superficie con immagini prese al microscopio ottico. In ordine di analisi, è stato prima presentata la porosità sul campione 48-2-2 e successivamente quella sul campione 48-2-8.

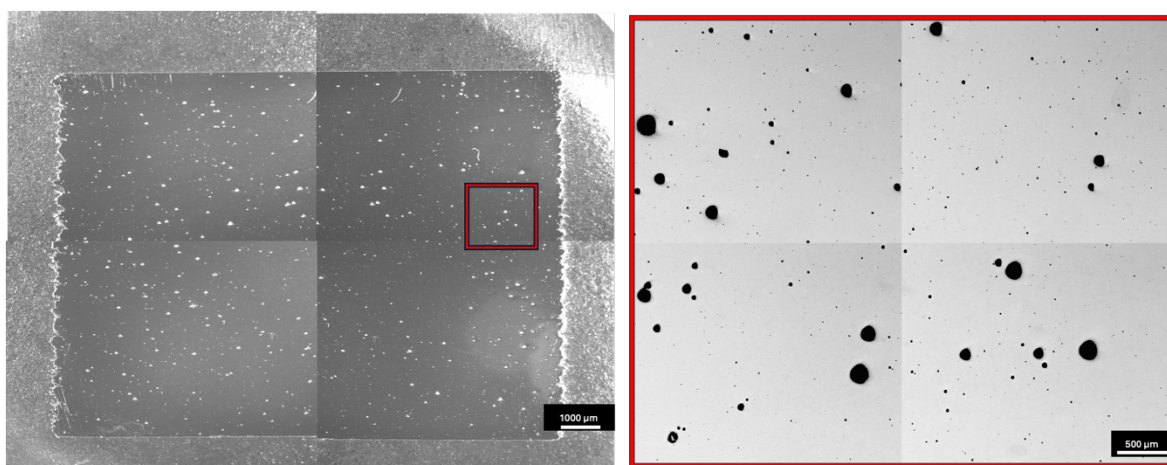


Figura 48. Analisi della porosità del campione 48-2-2. A sx lo stitch delle immagini prese con lo stereomicroscopio (8x). A dx lo stitch delle immagini prese con il microscopio ottico (50x).

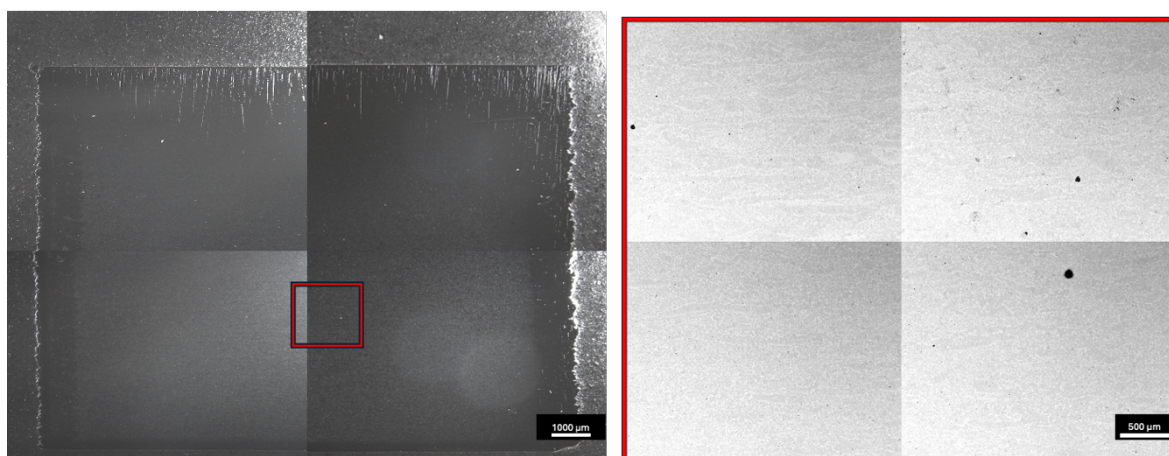


Figura 49. Analisi della porosità del campione 48-2-8. A sx stitch delle immagini prese con lo stereomicroscopio (8x). A dx stitch delle immagini prese con il microscopio ottico (50x).

Le immagini prese al microscopio ottico sulla totalità della superficie analizzata sono state poi analizzate nel software *ImageJ* con lo scopo di effettuare un'analisi quantitativa della percentuale di porosità.

In particolare, in **Tabella 9** sono stati riportati i risultati dei valori di porosità:

Tabella 9. Calcolo della percentuale di porosità per i campioni 48-2-2 e 48-2-8.

Campione	Porosità media	Deviazione standard
48-2-2	1.16 %	± 0.69 %
48-2-8	0.16 %	± 0.13 %

Da questi valori percentuali si può dedurre che la formazione dei pori è maggiore per il campione 48-2-2 rispetto al campione a più alto contenuto di Nb.

La maggior porosità del campione deve essere tenuta sicuramente in considerazione in quanto ha effetti sulle proprietà meccaniche finali del provino, ma nell'impossibilità di ripetere la produzione di questi provini nel breve periodo, si è deciso di procedere lo stesso all'ottimizzazione dei trattamenti termici.

La presenza di porosità è in linea col fatto che, nella tecnologia EB-PBF, molto spesso si osservano pori di forma circolare derivanti da gas intrappolato all'interno

delle particelle di polvere che, non trovando spazio per fuoriuscire, rimangono rinchiusi all'interno del provino, creando il difetto [22].

Inoltre, anche i difetti *LOF* hanno contribuito al calcolo della percentuale di porosità trovata, ma essendo di forma irregolare e allungata non sono attribuibili al gas intrappolato bensì al processo di produzione stesso. Un difetto di questo tipo è presente in **Figura 50**.

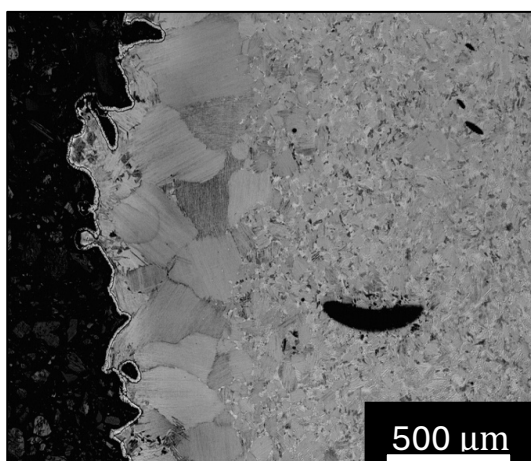


Figura 50. Individuazione di un difetto *LOF* derivante da processo EBM del campione 48-2-8 trattato a TT3.

Per ridurre la difettosità dovuta alla porosità, a seguito della produzione con tecnologia EB-PBF, sarebbe opportuno proseguire con una post-lavorazione di *Hot Isostatic Pressing*, così da comprimere i pori ed eliminarli o ridurre la dimensione.

3.1.2 Analisi della rugosità

Insieme alla precedente analisi, anche quella della rugosità è stata eseguita sui campioni appena prodotti prima di mandarli al trattamento termico.

Nella **Tabella 10** vengono riportati i valori di rugosità media sia per il campione 48-2-2 che per quello 48-2-8, calcolati su circa 30 valori.

Tabella 10. Calcolo della percentuale di rugosità per i campioni 48-2-2 e 48-2-8.

Campione	Rugosità media	Deviazione standard
48-2-2	0.3 mm	± 0.2 mm
48-2-8	0.4 mm	± 0.2 mm

Dai risultati in tabella si evince che il campione ad alto contenuto di Nb sia lievemente più incline ad una maggiore rugosità superficiale rispetto a quanto non lo sia il campione 48-2-2, ma in generale si può considerare una rugosità media analoga tra le due tipologie di campioni. I valori si mantengono tutti al di sotto del millimetro.

I componenti prodotti con tecnica EB-PBF sono facilmente riconoscibili dalla forte rugosità superficiale, la quale rappresenta anche uno dei limiti principali di questa tecnica di produzione [28]. Per questo motivo si parla di asportazione di materiale, la cui realizzazione sarà possibile grazie alle tecniche di finitura superficiali. Tuttavia, la produzione di precisione di componenti in lega di TiAl è molto difficile poiché le tecniche di taglio meccanico spesso causano micro-cricche e altri difetti sulla superficie lavorata [29].

In aggiunta, studi hanno notato che i componenti metallici realizzati con tecnica EB-PBF mostrano, in termini generali, una rugosità delle superfici laterali molto più elevata ($R_a \approx 25 \mu\text{m}$) rispetto a quella che avrebbe lo stesso componente, però, realizzato con la tecnica L-PBF ($R_a \approx 10 \mu\text{m}$). Questo fatto può essere dovuto alla dimensione dall'alimentazione utilizzata a monte: le polveri utilizzate nel EB-PBF sono più grossolane rispetto a quelle fini impiegate nel L-PBF perché polveri troppo fini tendono a respingersi elettrostaticamente facendo perdere stabilità al letto di polveri quando questo viene colpito dal fascio di elettroni; il laser, invece, non induce cariche elettriche e il problema di repulsione elettrostatica non si genera. Tuttavia, anche la rugosità superficiale di circa $10 \mu\text{m}$ ottenuti tramite la tecnologia laser richiederebbe una successiva lavorazione meccanica sul campione. Di conseguenza, poiché queste operazioni post-processo vengono eseguite indipendentemente dalla tecnologia produttiva impiegata, la maggiore rugosità dell'EB-PBF non rappresenta essere un problema per questo caso applicativo [21].

3.2 Analisi eseguite a seguito dai trattamenti termici

3.2.1 Analisi della microstruttura

Per l'analisi della microstruttura viene prima mostrato l'effetto sulla microstruttura dei trattamenti termici condotti sul campione 48-2-2 e successivamente quello sul campione 48-2-8.

3.2.1.1 48-2-2 – TT1 (1335 °C)

Dopo aver trattato il campione alla temperatura prevista dal TT1, quello che si è riusciti a visualizzare dalle immagini prese al microscopio ottico è una microstruttura *duplex*, con una buona percentuale di fase lamellare equamente distribuita su tutta la cross-section analizzata come visibile in **Figura 51** a diversi ingrandimenti.

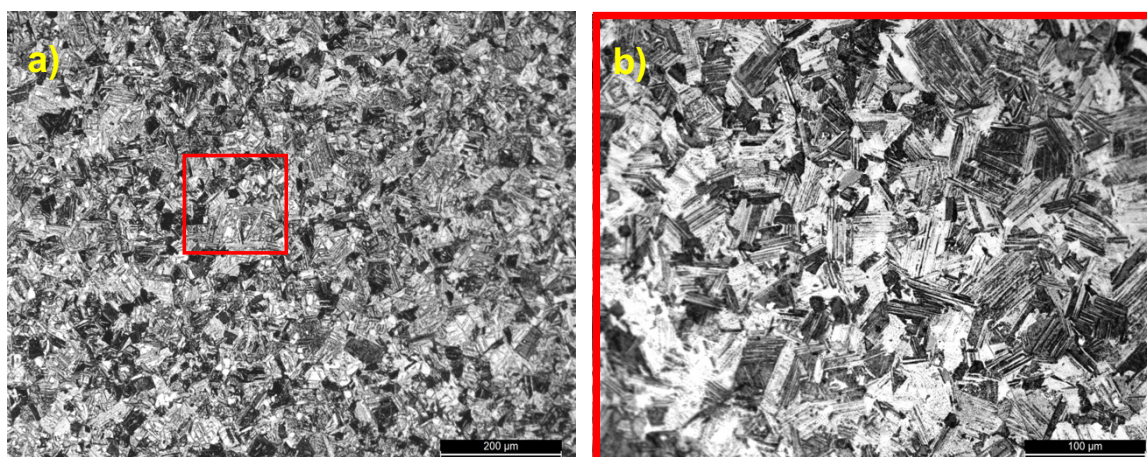


Figura 51. a) microstruttura 48-2-2 dopo il TT1 a ingrandimento 100x, b) microstruttura 48-2-2 dopo il TT1 a ingrandimento 200x.

Come ci si aspettava dalla letteratura, lo specifico trattamento termico ha portato ad avere una struttura *duplex* perché la temperatura è stata scelta al di sotto della temperatura di alpha transus.

Tuttavia, risulta interessante andare a valutare l'effetto di una temperatura ancora lievemente superiore per cercare di aumentare la frazione lamellare.

3.2.1.2 48-2-2 – TT2 (1340 °C)

Ad una temperatura maggiore di 5 °C rispetto al trattamento precedente, la microstruttura del campione 48-2-2 subisce un leggero cambiamento che insiste nell'aumento della fase lamellare (**Figura 52**). Di conseguenza, la dimensione media dei grani è aumentata a parità di ingrandimento, come si può vedere confrontando le figure nei paragrafi 3.2.1.1 e 3.2.1.2. La microstruttura ottenuta è individuata come *Near Lamellar*.

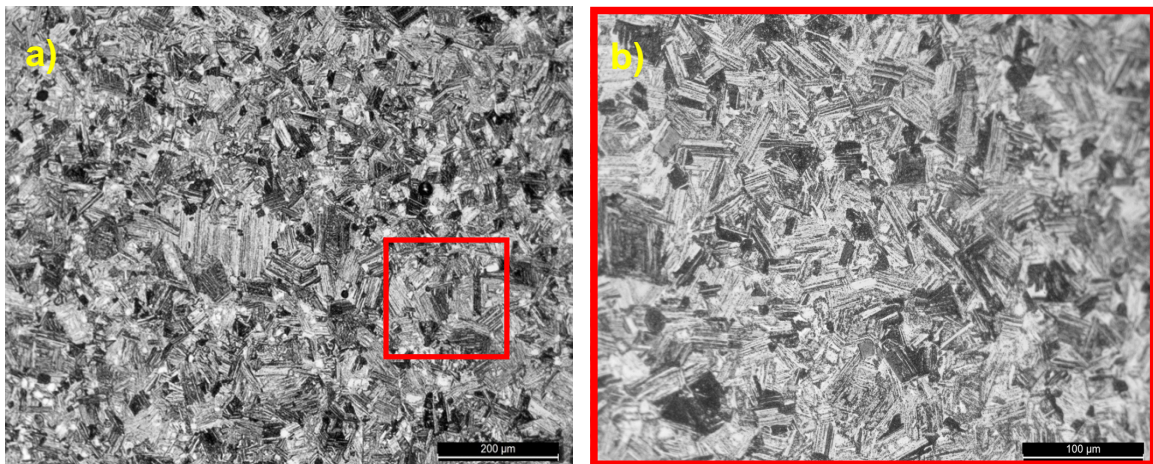


Figura 52. a) microstruttura 48-2-2 dopo il TT2 a ingrandimento 100x, b) microstruttura 48-2-2 dopo il TT2 a ingrandimento 200x.

3.2.1.3 48-2-2 – TT3 (1350 °C)

Nel terzo trattamento termico per la prima volta viene superata la temperatura di alpha transus (1345 °C), ed i risultati ottenuti dall'analisi al microscopio hanno confermato un aumento della fase lamellare. Si parla ancora di una microstruttura NL con grani di maggiori dimensioni (**Figura 53**).

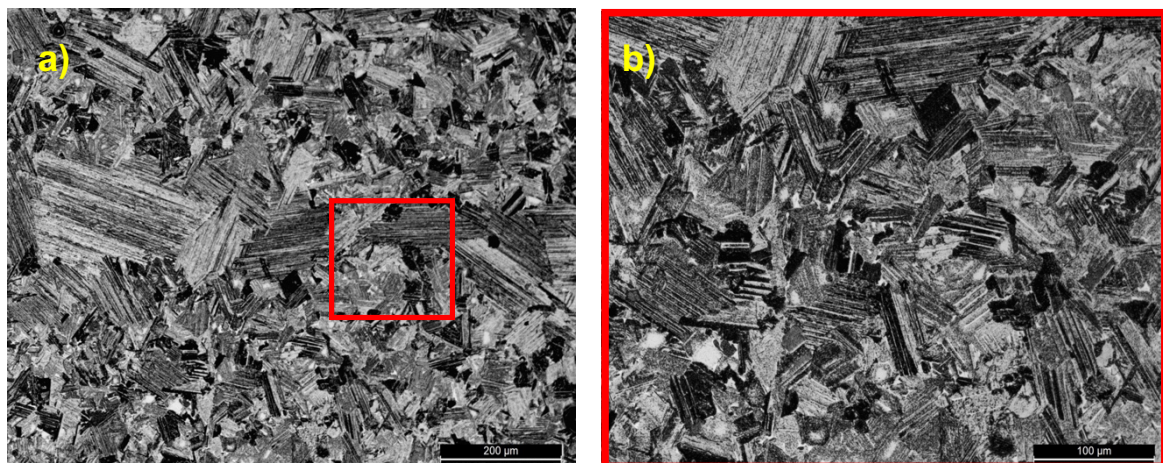


Figura 53. a) microstruttura 48-2-2 dopo il TT3 a ingrandimento 100x, b) microstruttura 48-2-2 dopo il TT3 a ingrandimento 200x.

3.2.1.4 48-2-8 – TT1 (1290 °C)

Il campione ad alto contenuto di Nb si è riscontrato avere inizialmente una microstruttura *duplex* (**Figura 54**), composta da grani γ equiassici e colonie lamellari α_2/γ .

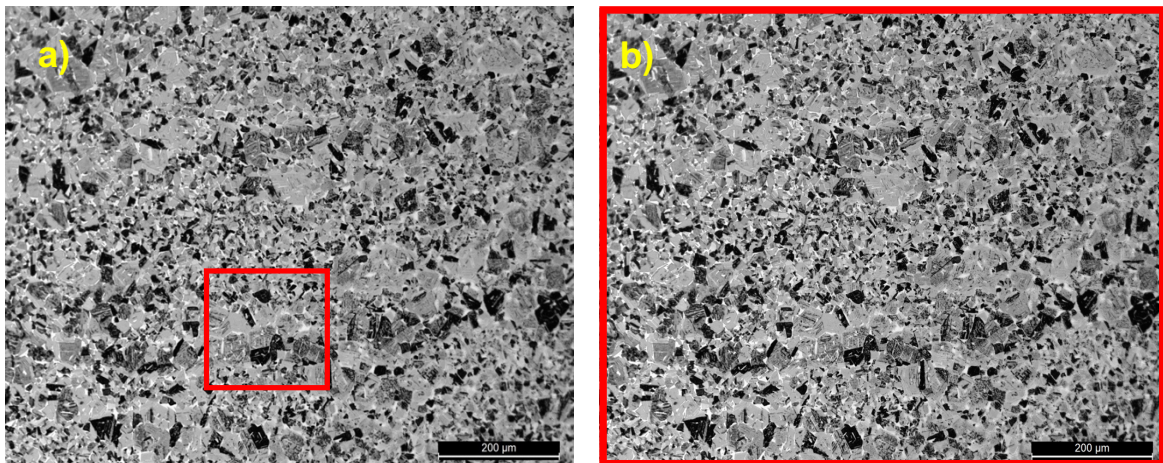


Figura 54. a) microstruttura 48-2-8 dopo il TT1 a ingrandimento 100x, b) microstruttura 48-2-8 dopo il TT1 a ingrandimento 200x.

In particolare, si noti una fase color bianco tra i grani, corrispondente alla fase B_2 , dovuta all'effetto stabilizzante del Nb, che ha apportato modifiche alla composizione microstrutturale. L'incremento della frazione di tale fase contribuisce ad alzare il livello di resistenza della matrice γ -TiAl perché la presenza del Nb aumenta la tensione necessaria per far muovere le dislocazioni attraverso il reticolo e rallenta la diffusione atomica, soprattutto ad alte temperature. Questi due fattori fanno in modo che la configurazione lamellare rimane più stabile [30].

3.2.1.5 48-2-8 – TT2 (1300 °C)

A seguito del secondo trattamento termico sul campione 48-2-8, effettuato a 5 °C in meno rispetto alla T_{α} , alcuni grani γ equiassici si sono evoluti nella fase α_2/γ e la dimensione delle colonie lamellari è aumentata (**Figura 55**).

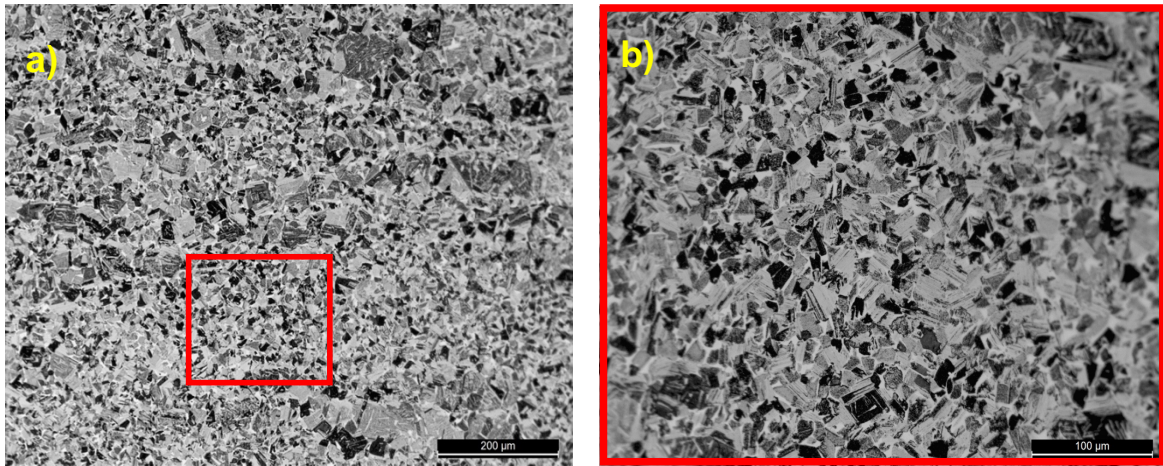


Figura 55. a) microstruttura 48-2-8 dopo il TT2 a ingrandimento 100x, b) microstruttura 48-2-8 dopo il TT2 a ingrandimento 200x.

3.2.1.6 48-2-8 – TT3 (1315 °C)

Infine, il campione ad alto contenuto di Nb ha affrontato il trattamento TT3, a seguito del quale ha incrementato la componente lamellare da poterla definire NL (**Figura 56**).

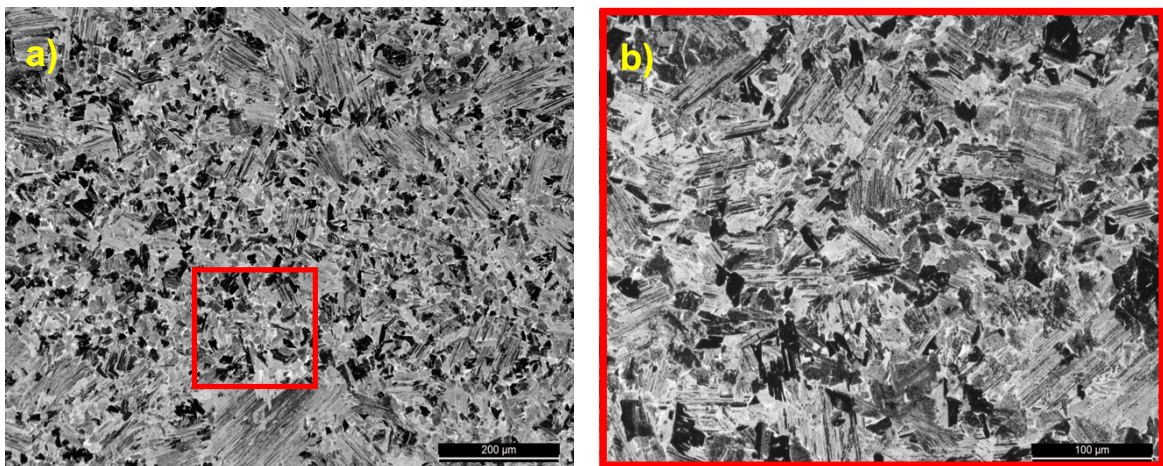


Figura 56. a) microstruttura 48-2-8 dopo il TT3 a ingrandimento 100x, b) microstruttura 48-2-8 dopo il TT3 a ingrandimento 200x.

Bandature nella microstruttura

Nella **Figura 57** si osserva una zona diversa dal resto dell'immagine che consiste in una bandatura, caratteristica delle leghe di TiAl realizzate con tecnica EB-PBF.

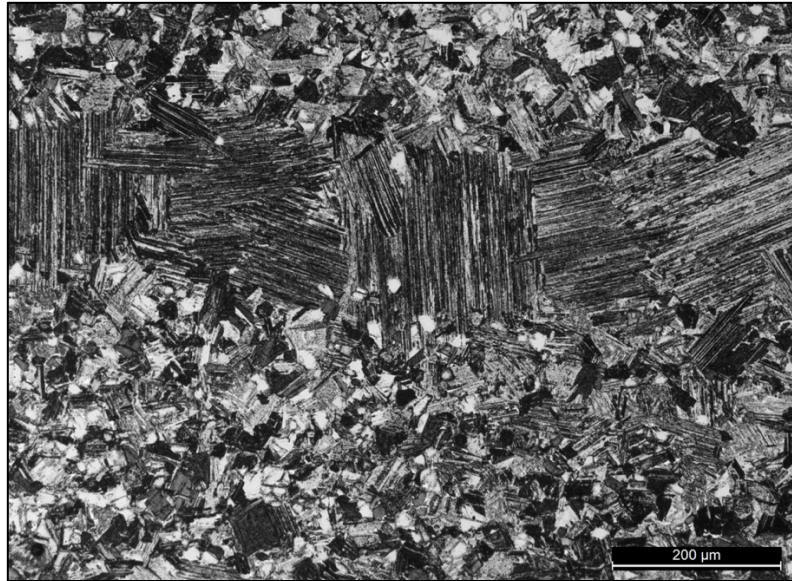


Figura 57. Esempio di bandatura presente nel campione 48-2-2 trattato alla temperatura del TT3.

Il processo EB-PBF sulle leghe di TiAl produce delle caratteristiche sulla microstruttura che corrispondono a delle bande perpendicolari alla direzione della deposizione. In letteratura, gli studi suggeriscono che la formazione di queste bande sia dovuta all'apporto termico durante la lavorazione. Una tendenza simile, infatti, si osserva anche nelle variazioni microstrutturali negli strati più superficiali del campione [31]. Quest'ultima affermazione verrà approfondita in una sezione dedicata nel *Paragrafo 3.4*.

La differenziazione tra le bandature e la restante microstruttura ha origine nel processo di fusione e impilamento a strati insito nella fusione selettiva a fascio di elettroni in cui la microstruttura sottostante è influenzata dall'apporto termico derivante dalla successiva deposizione di strati [31].

Queste bande sono considerate dannose per le proprietà meccaniche delle leghe in questione e sono difficili da eliminare post-processing [31]. Pertanto, risulta di fondamentale importanza che venga fatta un'accurata ottimizzazione dei parametri a monte del processo produttivo, così da ridurre il più possibile tale effetto.

3.3 Analisi di microdurezza

Con l'avanzare dei trattamenti termici, e dunque con l'aumentare della temperatura, la trasformazione di fase tipiche del TiAl si attivano perché temperature più alte spingono il materiale nel dominio $\alpha + \gamma$ del diagramma di fase delle leghe di TiAl, favorendo lo sviluppo di colonie lamellari più grandi e minor frazione equiassica. Le prime presentano resistenza e durezza maggiori rispetto alle seconde, come risulta anche dall'incremento del valore di microdurezza e visibile nel grafico sottostante (Figura 58) [32].

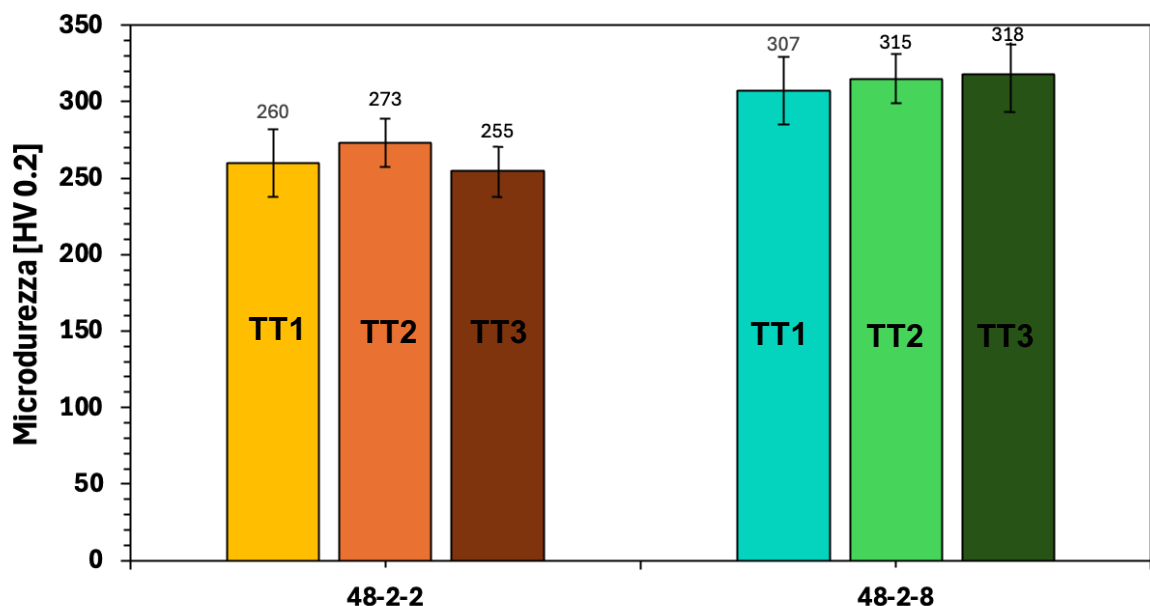


Figura 58. Confronto della microdurezza dei campioni 48-2-2 e 48-2-8 dopo i trattamenti TT1, TT2 e TT3.

Questo risultato è dovuto al fatto che:

- Per la lega 48-2-2 il valore di durezza sale tra il TT1 e il TT2 perché aumenta la frazione di fase lamellare, mentre per il TT3 esso decresce lievemente perché prevale l'effetto dell'aumento della dimensione dei grani;
- Per la lega 48-2-8, invece, non si apprezza un'importante variazione della durezza.

In **Tabella 11** sono indicate i valori quantitativi delle analisi di microdurezza.

Tabella 11. Valori di microdurezza dei campioni 48-2-2 e 48-2-8 dopo i trattamenti TT1, TT2 e TT3.

Microdurezza HV		
Trattamento termico	48-2-2	48-2-8
TT1	260 ± 22 HV	307 ± 22 HV
TT2	273 ± 15 HV	315 ± 16 HV
TT3	255 ± 14 HV	318 ± 22 HV

Durante il primo trattamento termico, la temperatura si è mantenuta in entrambi le leghe di pochi gradi al di sotto della T_{α} ; volendo effettuare un confronto tra i due diversi materiali in questa fase, nel campione 48-2-8 il valore di microdurezza è leggermente più elevato per via del maggior contenuto di Nb. Considerazioni analoghe possono essere fatte per il secondo trattamento termico. Durante il terzo trattamento termico, la temperatura ha superato quella dell'alpha transus ma i risultati seguono comunque la logica descritta precedentemente, nonché un aumento della durezza in concomitanza con l'aumento della temperatura del trattamento termico, mantenendo valori più alti per il campione 48-2-8 rispetto al campione 48-2-2. Infatti, avendo una sempre più confermata frazione lamellare, e quindi fase α_2 , la durezza cresce. Inoltre, variare la composizione dal 2% di Nb all'8% crea una distorsione del reticolo molto più marcata che ostacola il movimento delle dislocazioni, rendendo il materiale più duro [14].

3.4 Alterazione del bordo

Questa analisi è stata effettuata a seguito di un rilevamento di uno spessore alterato della microstruttura ai bordi del campione. In maniera speculare, il perimetro laterale in cui è stata osservata la rugosità è stato anche oggetto di analisi di una microstruttura che si discosta da quella osservata nella parte centrale della sezione del campione.

Inizialmente si è pensato che questa alterazione del bordo potesse essere causata da una reazione del TiAl con l'atmosfera di processo, quindi si è provato a cambiare elemento costituente l'atmosfera da N₂ ad Ar tra il primo trattamento e i successivi, pensando che l'alterazione si sarebbe ridotta dato che l'argon è un elemento inerte e meno reattivo rispetto all'azoto bimolecolare, che invece ha la possibilità di formare nitruri in presenza di elementi metallici. Ciononostante, i risultati ottenuti non hanno corrisposto con quelli attesi, quindi si è dedotto che l'alterazione del bordo non sia stata dovuta ad una reazione sulla superficie del campione con l'ambiente esterno, bensì alla temperatura del trattamento termico utilizzata e all'azione del vuoto che altera la composizione chimica superficiale della lega.

Nelle **Figura 59** e **Figura 60** viene confrontata l'alterazione della microstruttura lungo il bordo in relazione allo specifico trattamento termico. Dapprima vengono mostrati i campioni trattati relativamente al campione 48-2-2 e successivamente vengono confrontati anche i campioni ad alto contenuto di Nb.

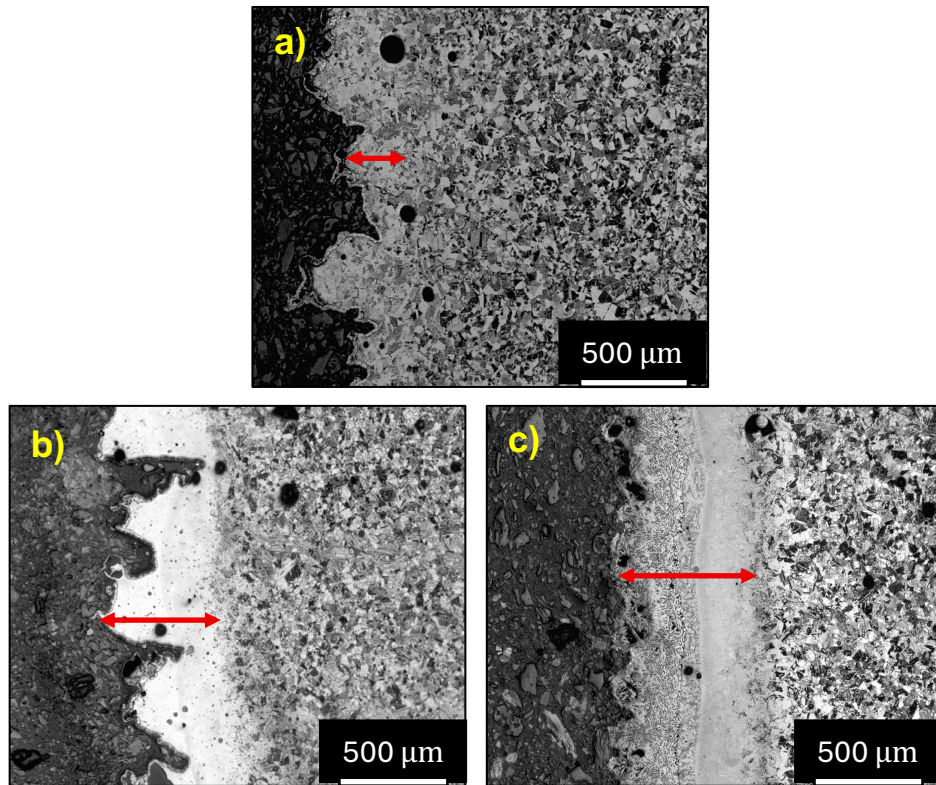


Figura 59. Alterazione microstrutturale al bordo del campione 48-2-2. a) post TT1, b) post TT2, c) post TT3.

Dopo il TT1 la lega 48-2-2 ha sviluppato un'alterazione nella microstruttura in entrambi i bordi dello stesso campione. Con i trattamenti termici successivi, TT2 e TT3, l'aumento della temperatura ha ampliato le zone alterate di circa il doppio rispetto al trattamento precedente.

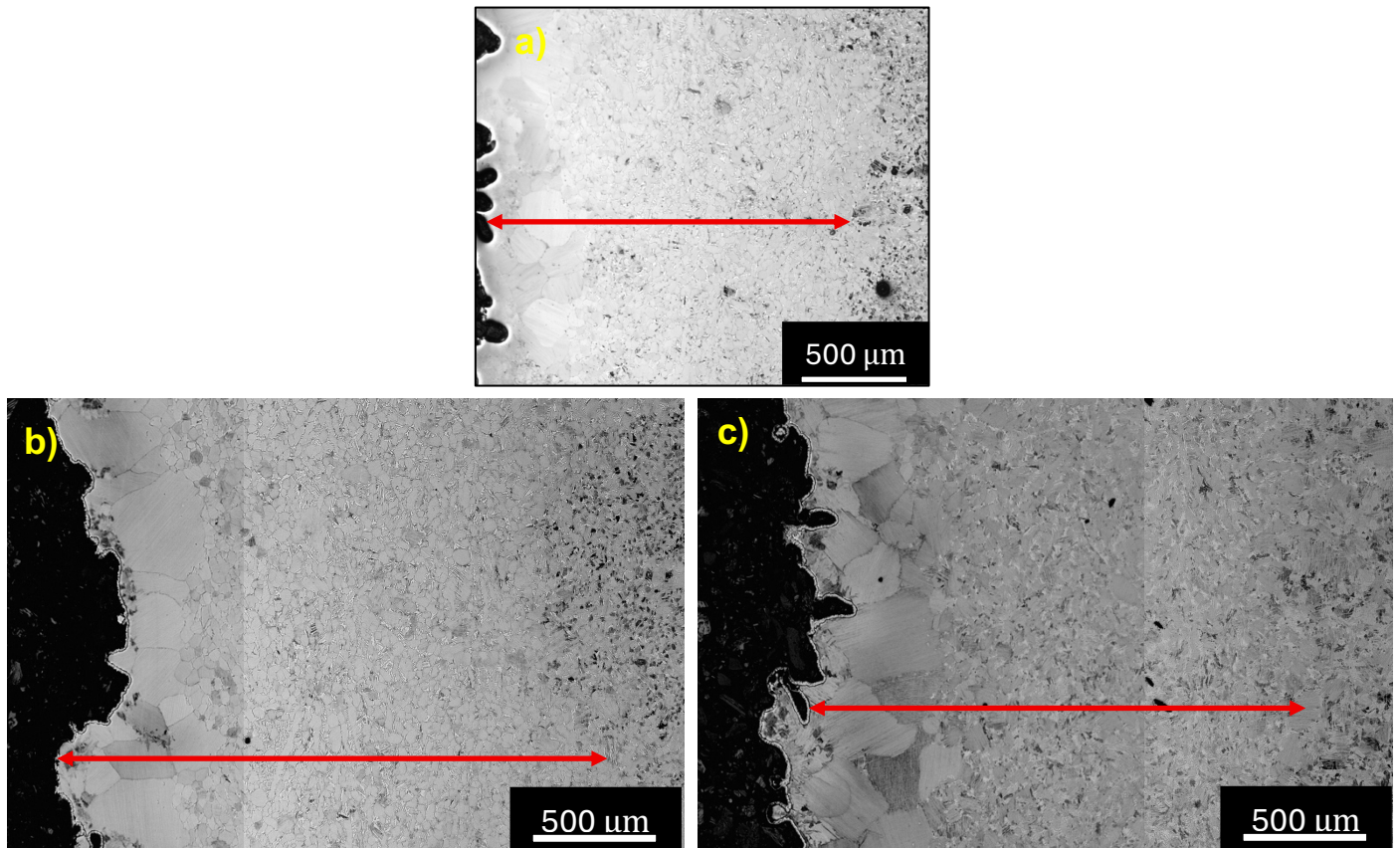


Figura 60. Alterazione microstrutturale al bordo del campione 48-2-8. a) post TT1, b) post TT2, 3) post TT3.

Dopo il TT1 anche la lega 48-2-8 ha sviluppato un'alterazione nella microstruttura in entrambi i bordi del campione. Con i trattamenti termici successivi, TT2 e TT3, l'aumento della temperatura ha ampliato lo spessore delle zone alterate.

Nella **Tabella 12** sono riportati i valori in μm degli spessori alterati nella microstruttura con la rispettiva deviazione standard in corrispondenza del bordo del provino.

Tabella 12. Alterazione della microstruttura al bordo del campione 48-2-2 e 48-2-8 in funzione del trattamento termico.

Alterazione bordo		
Trattamento termico	48-2-2	48-2-8
TT1	0.2 ± 0.1 mm	1.6 ± 0.1 mm
TT2	0.5 ± 0.1 mm	1.9 ± 0.2 mm
TT3	0.6 ± 0.1 mm	1.9 ± 0.2 mm

Da questa tabella si deduce che, per tutti i trattamenti effettuati, il campione 48-2-8 presenta un'alterazione di un ordine maggiore (ca. 2 mm) rispetto all'alterazione nel campione 48-2-2 (ca. 0.6 mm). A parità di campione, invece, aumentando la temperatura del trattamento termico aumenta anche lo spessore misurato.

Dunque, all'aumentare dell'apporto termico del trattamento, aumenta anche il valore dell'alterazione calcolata con una variazione più marcata tra i primi trattamenti e i successivi due. Questi risultati suggeriscono che, con l'incremento della temperatura del trattamento, i campioni tendono progressivamente a raggiungere una condizione di stabilizzazione nella quale lo spessore alterato non crescerà più.

Analisi SEM

Con il fine di conoscere la natura delle variazioni microstrutturali riscontrate al bordo dei campioni analizzati, si è proceduto con l'analisi al microscopio elettronico (*SEM*). L'immagine in **Figura 61** è stata acquisita dal *BED* nella zona del bordo del campione che parte dalla resina conduttiva dell'inglobatura e finisce nella microstruttura più interna con un'analisi di linea.

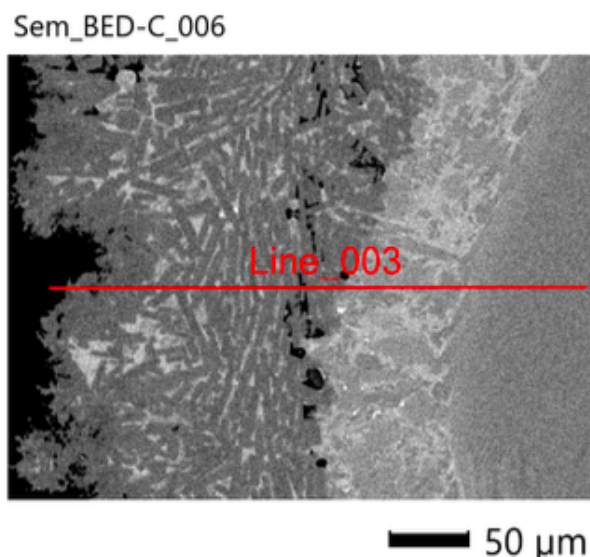


Figura 61. Analisi SEM-EDS con BSE della lega 48-2-2 dopo il TT3.

Quest'analisi ha individuato come elementi principalmente presenti Al, Ti, Cr e Nb in diverse intensità a seconda della zona di rilevazione, la quale analizza ca. 320 μm di microstruttura a partire dalla rugosità esterna.

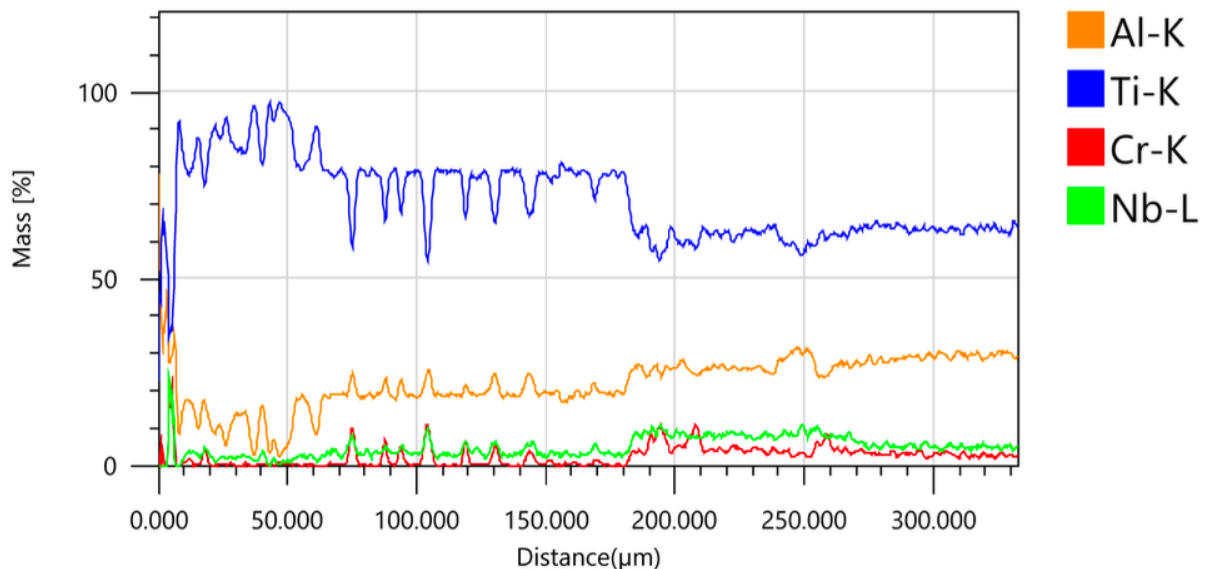


Figura 62. Grafico composizione in massa (%) - distanza (μm) dell'analisi di linea sulla variazione composizionale.

Analizzando la **Figura 62**, si possono dedurre le motivazioni dell'esistenza della zona alterata nella microstruttura del bordo, scritte di seguito:

- Nella zona più esterna dello spessore alterato si ha maggiore predominanza di Ti. Questo è dovuto probabilmente al fatto che questo elemento chimico ha maggiore affinità all'ossigeno rispetto a quanto non l'abbia l'Al. Durante il trattamento termico, infatti, il Ti diffonde verso l'esterno dove incontra l'ossigeno e forma uno strato derivante dalla sua ossidazione. L'ossigeno, infatti, può trovarsi nella camera del trattamento come ossigeno residuo e causare la formazione di ossido di titanio superficiale, come accerta uno studio sulle leghe di titanio trattate all'interno di un forno la cui superficie del provino viene saturata con i gas residui del mezzo sottovuoto quali ossigeno, azoto e carbonio [33].
- Spostandosi leggermente più verso l'interno, si individua uno strato caratterizzato da una forte carenza di Ti e Al con conseguente arricchimento

relativo di Cr e Nb. Questo fenomeno è noto come evaporazione selettiva dell'alluminio e succede anche nello stadio di produzione del provino nel processo EB-PBF perché l'Al possiede una pressione di vapore più alta di quella del Ti, e quindi evapora più facilmente soprattutto se sottoposto all'azione del vuoto. La carenza di Al sposta localmente la composizione chimica nel diagramma di fase TiAl portando alla conseguente formazione di fase α_2 o α , molto dura ma anche molto fragile [14].

- Procedendo, infine, verso il cuore del materiale la microstruttura si stabilizza. Qui gli elementi seguono le specifiche nominali della lega in cui Ti e Al ritornano ad essere predominanti, mentre Cr e Nb sono presenti in minori percentuali.

3.5 Analisi XRD

Lo spettro ottenuto dall'analisi XRD riporta dei picchi collocati all'interno di un piano cartesiano dove sull'asse delle ascisse è espresso l'angolo di diffrazione 2θ e su quello delle ordinate l'intensità percentuale del picco, normalizzata al 100%.

L'insorgenza di ogni picco dipende fortemente dal tipo di fase cristallina individuata, mentre la sua altezza dipende dalla quantità della rispettiva fase presente nel campione. Date queste informazioni, è stato possibile realizzare l'indicizzazione dei picchi, possibile attraverso il confronto con le fonti già presenti in letteratura [34, 35].

In **Figura 63** si ha la sovrapposizione dei due spettri. Si può notare come i picchi osservati nei due spettri siano correlati alle stesse fasi cristalline (α_2 , β , γ), più o meno presenti nei due campioni. Quello che emerge di diverso nel campione con l'8% di Nb è un picco che individua la fase cristallina costituente la fase β in corrispondenza di un angolo di diffrazione di circa $2\theta \approx 40^\circ$, totalmente assente nello spettro XRD del campione 48-2-2. Il resto dei picchi con intensità rilevante coincide nei due spettri.

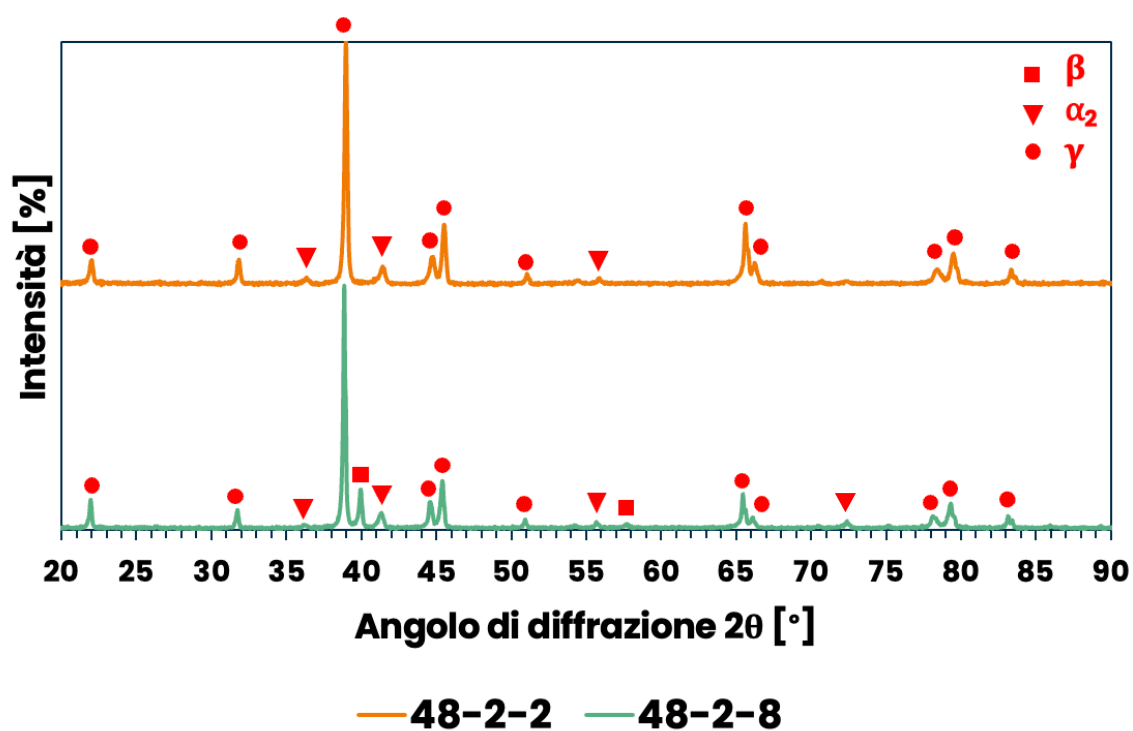


Figura 63. Confronto dello spettro XRD indicizzato di 48-2-2- e 48-2-8 al TT1.

Anche le relative intensità sono piuttosto simili in entrambi gli spettri, simbolo che una più alta presenza di Nb non incide sulla generazione di nuove e rilevanti fasi, né concorre alla stabilizzazione di una fase preferenziale.

Analoghe considerazioni possono esser fatte per gli stessi campioni trattati, però, a temperature diverse rispetto ai corrispondenti precedenti campioni. Durante il TT2, infatti, la temperatura non ha provocato particolari cambiamenti nei due spettri, come osservabile nella **Figura 64**.

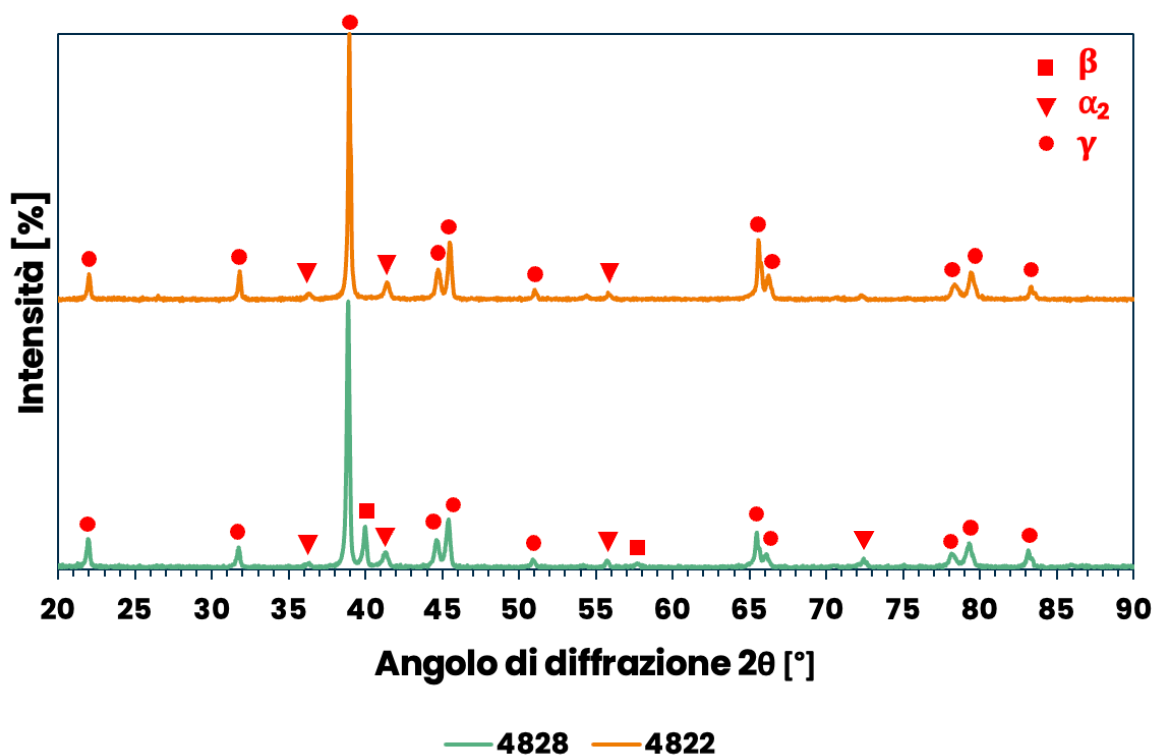


Figura 64. Confronto dello spettro XRD indicizzato di 48-2-2- e 48-2-8 al TT2.

Analoghe considerazioni possono esser fatte anche per il confronto dei due materiali trattati con le temperature previste dai rispettivi TT3 (**Figura 65**).

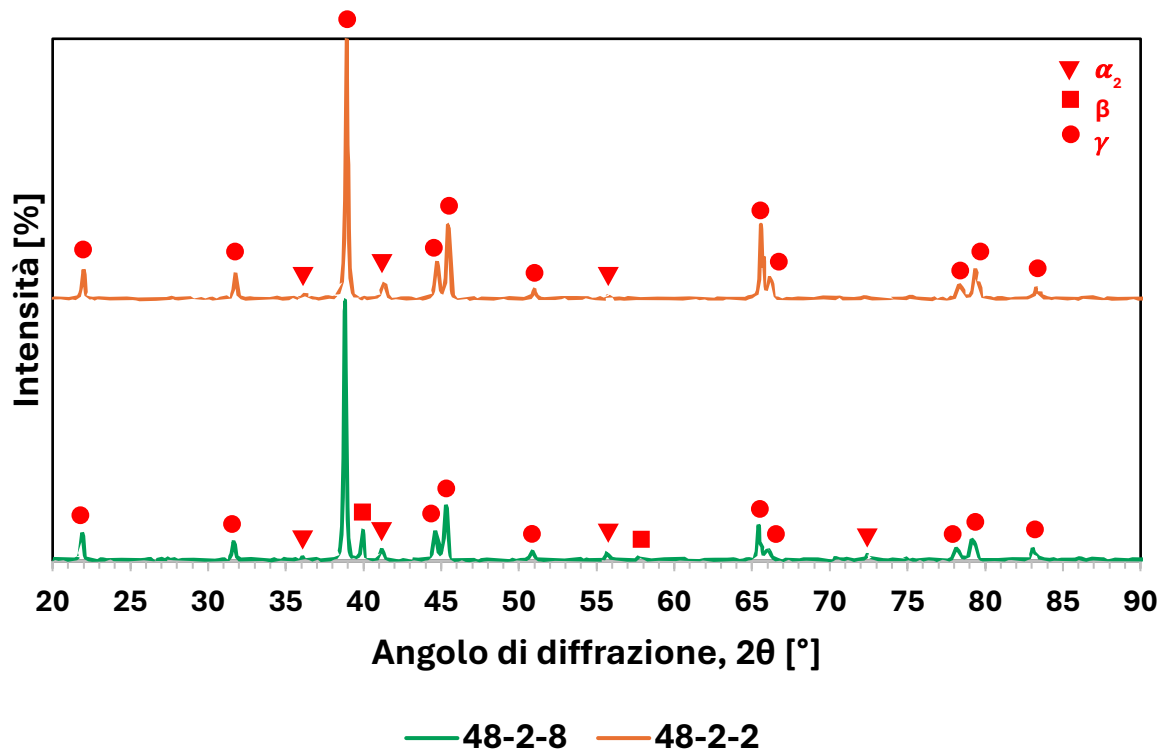


Figura 65. Confronto dello spettro XRD indicizzato di 48-2-2- e 48-2-8 al TT3.

Inoltre, a parità di campioni il trattamento termico non ha evidenziato particolari differenze eccetto per un incremento generale dell'intensità dei picchi, quasi impercettibile, per l'analisi del post terzo trattamento termico, come si può osservare dal confronto in **Figura 66**.

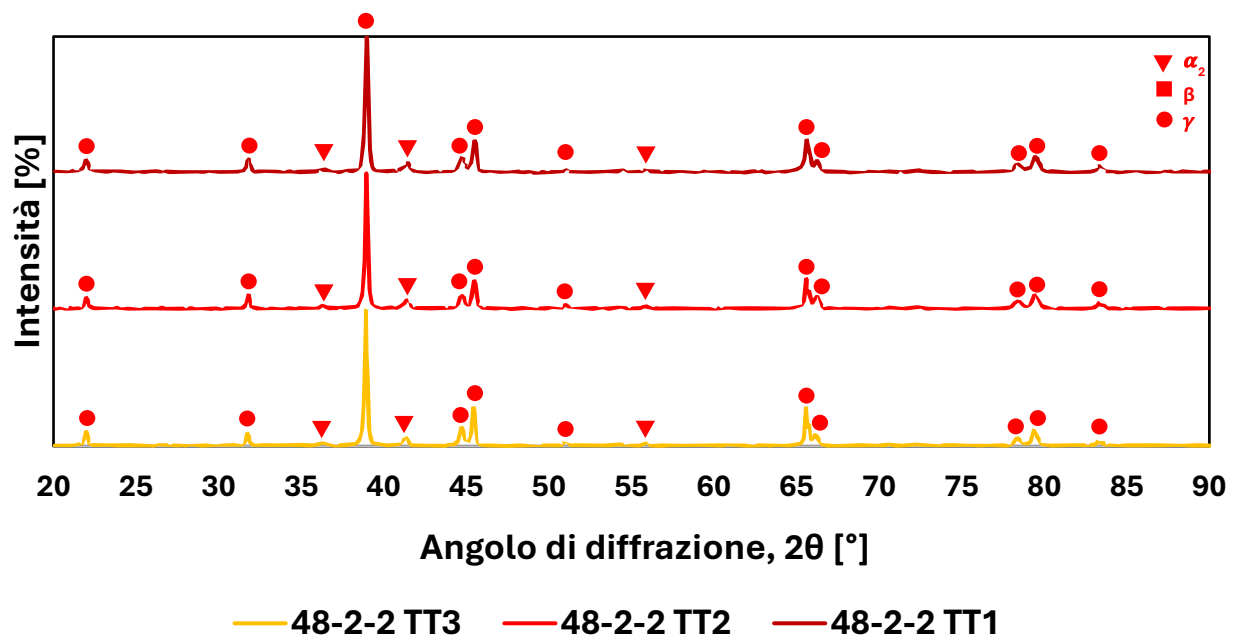


Figura 66. Confronto spettro XRD del 48-2-2 a TT1, TT2 e TT3.

Analoghe considerazioni vengono fatte per il confronto degli spettri della lega 48-2-8 a TT1, TT2 e TT3.

4. Conclusioni e step futuri

L'osservazione della microstruttura di due leghe prodotte tramite tecnologia EB-PBF, apparentemente simili, e trattate termicamente ha portato alle seguenti conclusioni:

- La lega 48-2-2 raggiunge la microstruttura target NL desiderata a 1340 °C, ossia dopo il secondo trattamento termico, mentre la lega a più alto contenuto di Nb, 48-2-8, la raggiunge a 1315 °C dopo il terzo trattamento termico. Sono state scelte queste due microstrutture ai relativi trattamenti termici perché nel primo materiale i grani non sono aumentati troppo di dimensione e sono sufficientemente lamellari, mentre nel secondo materiale la microstruttura ottenuta è anche qui sufficientemente lamellare e si avvicina molto, anche per dimensioni, a quella del 48-2-2. Le due microstrutture sono, quindi, da considerarsi comparabili e conformi al fine di poterne studiare le proprietà negli studi futuri.
- La porosità che intercorre nei due materiali porta alla conclusione che sarà necessario un processo di HIP che comprima o elimini le porosità presenti e/o le difettosità lack of fusion. In alternativa, nell'eventualità di riprodurre gli stessi provini nelle prospettive future, sarà utile effettuare un'ottimizzazione dei parametri di processo a monte del processo produttivo così da ridurre le difettosità il più possibile.
- Se da una parte la tecnologia utilizzata per produrre i provini, quale l'EB-PBF, ha portato ad avere una rugosità tipica sul bordo del campione, i successivi trattamenti termici hanno causato un'alterazione della microstruttura che si intende aggiungere alla porzione da rimuovere con i successivi processi di rifinitura superficiale. Infatti, quest'alterazione al bordo interferisce con l'omogeneità microstrutturale e quindi delle proprietà meccaniche finali. Dati i risultati ottenuti in merito alle osservazioni fatte al bordo dei campioni trattati sull'alterazione della microstruttura, è chiaro che saranno necessarie importanti operazioni di rimozione della zona alterata, ed in particolare: per il campione 48-2-2 dovranno essere rimossi spessori al di sopra dei 0.5 mm di

materiale, mentre per il campione 48-2-8 si parla di valori più importanti che superano i 2 mm.

Le prospettive di applicazioni delle leghe così prodotte restano ampie. Nello specifico, l'*Università degli Studi di Bergamo* condurrà un'analisi sperimentale sulla loro resistenza alla corrosione, correlando il comportamento dei due materiali alla temperature dei trattamenti termici scelti.

5. Bibliografia

- [1] EAA 2013 aluminium in cars unlocking the lightweightening
- [2] Perrut M, Caron P, Thomas M and Couret A 2018 High temperature materials for aerospace applications: Ni-based superalloys and γ -TiAl alloys *Comptes Rendus Phys.* **19** 657–71
- [3] Peng H 2013 Brazing of nickel, ferrite and titanium–aluminum intermetallics *Advances in Brazing* (Elsevier) pp 221–48
- [4] Liu X, Lin Q, Zhang W, Horne C V and Cha L 2021 Microstructure Design and Its Effect on Mechanical Properties in Gamma Titanium Aluminides *Metals* **11** 1644
- [5] Castellanos S, Cavaleiro A, Jesus A D, Neto R and Alves J L 2019 Machinability of titanium aluminides: A review *Proc. Inst. Mech. Eng. Part J. Mater. Des. Appl.* **233** 426–51
- [6] Clemens H and Mayer S 2013 Design, Processing, Microstructure, Properties, and Applications of Advanced Intermetallic TiAl Alloys *Adv. Eng. Mater.* **15** 191–215
- [7] Musi M, Graf G, Clemens H and Spoerk-Erdely P 2024 Alloying Elements in Intermetallic γ -TiAl Based Alloys – A Review on Their Influence on Phase Equilibria and Phase Transformations *Adv. Eng. Mater.* **26** 2300610
- [8] Duan B, Yang Y, He S, Feng Q, Mao L, Zhang X, Jiao L, Lu X, Chen G and Li C 2022 History and development of γ -TiAl alloys and the effect of alloying elements on their phase transformations *J. Alloys Compd.* **909** 164811
- [9] Baudana G, Biamino S, Ugues D, Lombardi M, Fino P, Pavese M and Badini C 2016 Titanium aluminides for aerospace and automotive applications processed by Electron Beam Melting: Contribution of Politecnico di Torino *Met. Powder Rep.* **71** 193–9
- [10] Wang L, Shen C, Zhang Y, Li F, Zhou W, Zhang D, Wu K, Ruan G, Ding Y, Li Y, Li H and Hua X 2025 Defects, microstructure and properties in additive manufacturing of TiAl alloys: Formation mechanisms, influencing factors and improvement strategies *Mater. Des.* **256** 114235
- [11] Baudana G, Biamino S, Klöden B, Kirchner A, Weißgärber T, Kieback B, Pavese M, Ugues D, Fino P and Badini C 2016 Electron Beam Melting of Ti-48Al-2Nb-0.7Cr-0.3Si: Feasibility investigation *Intermetallics* **73** 43–9
- [12] Kothari K, Radhakrishnan R and Wereley N M 2012 Advances in gamma titanium aluminides and their manufacturing techniques *Prog. Aerosp. Sci.* **55** 1–16
- [13] Chen G L, L.L. Zhao, .P. Lin and X.J. Xu 2011 Development of High Temperature TiAl Alloys
- [14] Liang Y-F, Xu X-J and Lin J-P 2016 Advances in phase relationship for high Nb-containing TiAl alloys *Rare Met.* **35** 15–25

- [15] Terner M, Biamino S, Penna A, Hedin O, Sabbadini S, Fino P, Pavese M, Ackelid U, Pelissero F and Badini C Material properties of TiAl alloy with high Nb content produced by the additive manufacturing technology of Electron Beam Melting
- [16] Chesnutt J C 1992 Titanium Aluminides for Aerospace Applications *Superalloys 1992 (Seventh International Symposium) Superalloys (TMS)* pp 381–9
- [17] Dzugbewu T C and Du Preez W B 2021 Additive Manufacturing of Ti-Based Intermetallic Alloys: A Review and Conceptualization of a Next-Generation Machine *Materials* **14** 4317
- [18] Singh R, Gupta A, Tripathi O, Srivastava S, Singh B, Awasthi A, Rajput S K, Sonia P, Singhal P and Saxena K K 2020 Powder bed fusion process in additive manufacturing: An overview *Mater. Today Proc.* **26** 3058–70
- [19] Yap C Y, Chua C K, Dong Z L, Liu Z H, Zhang D Q, Loh L E and Sing S L 2015 Review of selective laser melting: Materials and applications *Appl. Phys. Rev.* **2** 041101
- [20] Teschke M, Moritz J, Telgheder L, Marquardt A, Leyens C and Walther F 2022 Characterization of the high-temperature behavior of PBF-EB/M manufactured γ titanium aluminides *Prog. Addit. Manuf.* **7** 471–80
- [21] Fu Z and Körner C 2022 Actual state-of-the-art of electron beam powder bed fusion *Eur. J. Mater.* **2** 54–116
- [22] Körner C 2016 Additive manufacturing of metallic components by selective electron beam melting — a review *Int. Mater. Rev.* **61** 361–77
- [23] Wang S, Xi Y, Li H and Bowen P 2019 Fractographic Study on Naturally Initiated Short Fatigue Cracks in a Near-Lamellar TiAl Alloy at Room Temperature *Metals* **9** 1101
- [24] Şakar-Deliormanli A and Güden M 2006 Microhardness and fracture toughness of dental materials by indentation method *J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater.* **76B** 257–64
- [25] Wu H, Dave F, Mokhtari M, Ali M M, Sherlock R, McIlhagger A, Tormey D and McFadden S 2022 On the Application of Vickers Micro Hardness Testing to Isotactic Polypropylene *Polymers* **14** 1804
- [26] Ameh E S 2019 A review of basic crystallography and x-ray diffraction applications *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* **105** 3289–302
- [27] Guagliano M 2008 L'applicazione della diffrattometria dei raggi X per l'analisi del cedimento dei componenti meccanici *Frat. Ed Integrità Strutt.* **1** 25–35
- [28] Galati M, Minetola P and Rizza G 2019 Surface Roughness Characterisation and Analysis of the Electron Beam Melting (EBM) Process *Materials* **12** 2211

- [29] Wang Y, Xu Z, Meng D, Liu L and Fang Z 2022 Study on surface roughness of large size TiAl intermetallic blade in electrochemical machining *J. Manuf. Process.* **76** 1–10
- [30] Liu Z C, Lin J P, Li S J and Chen G L 2002 Effects of Nb and Al on the microstructures and mechanical properties of high Nb containing TiAl base alloys *Intermetallics* **10** 653–9
- [31] Liu J, Wang Z, Li P, Zhang Z, Zhao C, Zhao Y, Zhang Y, Liang Y and Lin J 2025 Fabrication of high strength TiAl alloy with nano-lamellar and ultra-fine-grained microstructure by selective electron beam melting *J. Mater. Res. Technol.* **35** 7156–66
- [32] Yan M, Zhang H, Yang F, Gui Y, Han Z and Fu H 2024 The Effect of Heat Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of Powder Metallurgy Ti-48Al Alloy *Metals* **14** 661
- [33] Pohrelyuk I and Fedirko V 2012 Chemico-Thermal Treatment of Titanium Alloys - Nitriding *Titanium Alloys - Towards Achieving Enhanced Properties for Diversified Applications* ed A K M N Amin (InTech)
- [34] Hu Q, Wang Y, Lv L, Luo Y, Su L and Liu B 2023 Hot deformation behavior and dynamic recrystallization mechanism of Ti-48Al-2Nb-2Cr alloy with near- γ microstructure *J. Alloys Compd.* **945** 169378
- [35] Cheng J, Yang J, Zhang X, Zhong H, Ma J, Li F, Fu L, Bi Q, Li J and Liu W 2012 High temperature tribological behavior of a Ti-46Al-2Cr-2Nb intermetallics *Intermetallics* **31** 120–6