



POLITECNICO DI TORINO

Dipartimento di Ingegneria Meccanica ed Aerospaziale

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Meccanica
Orientamento: Fabbricazione Additiva

Tesi di laurea magistrale

Riduzione degli stress residui per Inconel 718 prodotto mediante Selective Laser Melting: relazione tra la temperatura del trattamento termico, la microstruttura e la riduzione degli stress residui

Relatori:

Prof.ssa Sara Biamino
Prof. Alessandro Salmi
Dott. Giulio Marchese

Candidato:
Roberto Manzo

Indice generale

1	Introduzione	1
2	Stato dell'arte	3
2.1	Additive Manufacturing (AM)	3
2.2	Additive Manufacturing per la realizzazione di componenti metallici	7
2.3	Direct Metal Deposition (DED).....	8
2.4	Electron Beam Melting (EBM)	10
2.5	Selective Laser Melting (SLM)	13
2.5.1	Parametri di processo SLM	16
2.5.2	Materiali processati tramite SLM.....	19
2.6	Tensioni residue.....	22
2.6.1	Tensioni residue in componenti prodotti mediante AM metallico.....	27
2.6.2	Controllo e riduzione delle tensioni residue in AM metallico	31
2.7	Superleghe	34
2.7.1	Classificazione delle Superleghe.....	35
2.7.2	Campi di applicazione delle Superleghe	36
2.8	Inconel 718	38
2.8.1	Microstruttura dei componenti as-built di Inconel 718 prodotti mediante SLM	39
2.8.2	Trattamenti termici su Inconel 718	40
3	Materiali e metodi	42
3.1	Macchina SLM-EOSINT M270	42
3.2	Produzione campioni	44
3.3	Trattamenti termici effettuati.....	46
3.4	Preparazione metallografica	47
3.5	Microscopio ottico (OM).....	48
3.6	Microscopio elettronico a scansione (SEM).....	49
3.7	Prove di durezza	51
3.8	Analisi XRD	53
3.9	Prove per determinazione delle tensioni residue tramite Metodo della Rosetta Forata (Hole Drilling Method).....	54
4	Risultati sperimentali	57
4.1	Analisi microstruttura campione As-built	57
4.2	Analisi microstruttura campione dopo trattamento termico 450°C 1h e raffreddamento in aria	61
4.3	Analisi microstruttura campione dopo trattamento termico 600°C 1h e raffreddamento in aria	64

4.4	Analisi microstruttura campione dopo trattamento termico 800°C 1h e raffreddamento in aria	66
4.5	Analisi microstruttura campione dopo trattamento termico 900°C 1h e raffreddamento in aria	69
4.6	Analisi microstruttura campione dopo trattamento termico 980°C 1h e raffreddamento in aria	73
4.7	Analisi microstruttura campione dopo trattamento termico 1065°C 1h e raffreddamento in aria	77
4.8	Prove di durezza	80
4.8.1	Analisi XRD	83
4.9	Tensioni residue.....	85
4.10	Sinterizzazione polvere campioni con canali conformali	91
5	Conclusioni	93
	Bibliografia.....	95

Indice delle figure

Figura 1: Sviluppo AM negli anni. [3]	3
Figura 2: Confronto fra AM e TM del costo di produzione del componente in funzione della complessità. [3].....	5
Figura 3: Principio di funzionamento Direct Metal Deposition.....	8
Figura 4: Schema del processo Electron Beam Melting. [2].....	11
Figura 5: Rappresentazione schematica macchina SLM. [2].....	14
Figura 6: Definizione dell'hatch angle. [2]	17
Figura 7: Strategia di esposizione macchine EOS. [14].....	17
Figura 8: Esempio di componente prodotto mediante AM delaminato [3].	19
Figura 9: Schema di interazione fra tensioni residue e tensioni esterne applicate a formare le tensioni di servizio di un componente. [18].....	24
Figura 10: Profondità di analisi dei metodi estensimetrici in funzione della quantità di materiale rimosso. [20].....	26
Figura 11: Modello di formazione delle tensioni residue: (a) riscaldamento, (b) raffreddamento. [21].....	28
Figura 12: Esempio di strategia di esposizione ad isole con rotazione. [24].....	29
Figura 13: Relazione fra temperatura del trattamento termico di distensione e le tensioni residue. [32] ...	33
Figura 14: Schema dei materiali utilizzati per la realizzazione di un turbogas. [33].....	37
Figura 15: Microstruttura cubetto di Inconel 718 prodotto mediante SLM lungo i piani XY, XZ e YZ. [38]	39
Figura 16: Macchina EOSINT M270 Dual Mode version. [41]	42
Figura 17: Rappresentazione campioni cubici di Inconel 718, con indicazione degli assi.....	44
Figura 18: Rappresentazione campione con canali conformali sezionato lungo piano XZ.....	45
Figura 19: Trattamenti termici effettuati.	46
Figura 20: Lucidatrice. [42].....	47
Figura 21: Microscopio ottico Leica DMI 500M. [44].....	48
Figura 22: SEM Phenom. [46].....	50
Figura 23: MTS3000-RESTAN della SINT Technology. [49].....	54
Figura 24: Applicazione della rosetta estensimetrica sul campione.....	55
Figura 25: Preparazione del sistema per la prova.	55
Figura 26: Immagini OM campione as-built ingrandimento 100X: a) evidenza dei bordi dei pozzetti di fusione; b) evidenza dei grani cristallini.....	58
Figura 27: Immagini OM campione as-built:a) ingrandimento 200X; b) ingrandimento 500X.....	58
Figura 28: Immagini SEM campione as-built ingrandimento 2500X.....	59
Figura 29: Immagine SEM campione as-built ingrandimento 5000X.....	59
Figura 30: Immagini SEM campione as-built ingrandimento 10000X con evidenza delle strutture dendritiche.....	60
Figura 31: Analisi EDS regione interdendritiche campione as-built.....	60
Figura 32: Immagini OM campione trattato termicamente 450°C ingrandimento 100X.....	61
Figura 33: Immagini OM campione trattato termicamente 450°C ingrandimento 200X.....	61
Figura 34: Immagini OM campione trattato termicamente 450°C ingrandimento 500X.....	62
Figura 35: Immagine SEM campione trattato termicamente 450°C ingrandimento 5000X.....	62
Figura 36: Analisi EDS regione interdendritiche campione trattato termicamente 450°C.....	63
Figura 37: Immagini OM campione trattato termicamente 600°C: a) ingrandimento 200X; b) ingrandimento 500X.....	64
Figura 38: Immagini SEM campione trattato termicamente 600°C: a) ingrandimento 5000X; b) ingrandimento 10000X.....	65
Figura 39: Analisi EDS campione trattato termicamente 600°C.....	65
Figura 40: Immagini OM campione trattato termicamente 800°C: a) ingrandimento 200X evidenza precipitazione lungo bordi grano; b) ingrandimento 500X evidenza delle strutture dendritiche.....	66
Figura 41: Immagini SEM campione trattato termicamente 800°C ingrandimento 5000X: a) evidenza della segregazione di Nb e Mo nelle regioni interdendritiche; b) evidenza precipitati tondeggianti.....	67

Figura 42: Immagini SEM campione trattato termicamente 800°C ingrandimento 10000X evidenza precipitati tondeggianti.....	67
Figura 43: Analisi EDS precipitati campione trattato termicamente 800°C.....	68
Figura 44: Immagine OM campione trattato termicamente 900°C ingrandimento 200X con evidenza delle zone in cui vi sono ancora strutture dendritiche.	69
Figura 45: Immagine OM campione trattato termicamente 900°C ingrandimento 500X.	70
Figura 46: Immagine SEM campione trattato termicamente 900°C ingrandimento 2500X.....	70
Figura 47: Immagini SEM campione trattato termicamente 900°C evidenza delle precipitazioni di fasi δ e carburi: a) ingrandimento 5000X; b) ingrandimento 10000X.....	71
Figura 48: Analisi EDS campione trattato termicamente 900°C: presenza fasi δ bordo grano cristallino.	72
Figura 49: Analisi EDS campione trattato termicamente 900°C: presenza fasi δ interno grano cristallino.	72
Figura 50: Immagine OM campione trattato termicamente 980°C: a) ingrandimento 100X; b) ingrandimento 200X; c) ingrandimento 500X.	73
Figura 51: Immagine SEM campione trattato termicamente 980°C ingrandimento 2500X.....	74
Figura 52: Immagini SEM campione trattato termicamente 980°C ingrandimento 5000X.	75
Figura 53: Analisi EDS campione trattato termicamente 980°C: presenza fasi δ interno grano cristallino.	75
Figura 54: Analisi EDS campione trattato termicamente 980°C: presenza fasi δ bordo grano cristallino.	76
Figura 55: Immagini OM campione trattato termicamente 1065°C ingrandimento 200X.	77
Figura 56: Immagini OM campione trattato termicamente 1065°C ingrandimento 500X.	77
Figura 57: Immagine SEM campione trattato termicamente 1065°C ingrandimento 2500X.....	78
Figura 58: Immagine SEM campione trattato termicamente 1065°C ingrandimento 5000X.....	78
Figura 59: Analisi EDS precipitati campione trattato termicamente 1065°C.....	79
Figura 60: Andamento della durezza Brinell ricavata sui campioni analizzati.	81
Figura 61: Risultati della analisi XRD sui campioni analizzati.	84
Figura 62: Andamento delle tensioni residue sul Top dei campioni analizzati.	88
Figura 63: Andamento delle tensioni residue sul Lateral dei campioni analizzati.	88
Figura 64: Campioni con canali conformali troncati.	91
Figura 65: Sinterizzazione polvere all'interno dei canali conformali del campione trattato a 900°C.	92
Figura 66: Sinterizzazione polvere all'interno dei canali conformali dei campioni trattati a 980°C e 1065°C.	92

Indice delle tabelle

Tabella 1: Metodi di misura tensioni residue in AM. [21].....	26
Tabella 2: Limiti di composizione chimica dell’Inconel 718. [36].....	38
Tabella 3: Dati tecnici macchina EOSINT M270. [41]	43
Tabella 4: Risultati delle prove di durezza Brinell effettuate sui campioni analizzati.....	82
Tabella 5: Durezza Brinell campione as-built e dopo trattamento DA, HA e SA. [52]	83
Tabella 6: Valore delle tensioni residue sul Top dei campioni analizzati.	89
Tabella 7: Valore delle tensioni residue sul Lateral dei campioni analizzati.	90

1 Introduzione

Il presente elaborato ha lo scopo di mettere in relazione l'evoluzione della microstruttura del materiale con l'andamento delle tensioni residue su campioni di Inconel 718, una superlega base Nichel utilizzata soprattutto in campo aerospaziale, prodotti mediante la tecnica di *Selective Laser Melting* (SLM).

SLM è una tecnologia di produzione additiva (*Additive Manufacturing* – AM) in cui i componenti vengono realizzati in maniera addizionale “*layer by layer*” per ottenere il componente finito contrariamente a molte tecnologie tradizionali che sfruttano la sottrazione del materiale.

Il componente è progettato per CAD 3D, rendendo possibile la produzione di componenti con geometrie molto complesse. Infatti questa tecnologia permette di poter realizzare qualsiasi geometria di forma complessa in tempi rapidi ed in un solo step produttivo. Per questo l'AM ha avuto grande successo in settori di nicchia quali aerospaziale, automotive e biomedicale grazie alla possibilità di poter customizzare il prodotto finale.

Poter realizzare il componente direttamente in macchina in particolari condizioni permette inoltre di poter utilizzare materiali particolarmente performanti, fino ad oggi poco applicati a causa dell'impossibilità di poterli lavorare tramite tecniche tradizionali. Questo è il caso delle superleghe base Nichel per il settore aerospaziale, che possiedono elevata durezza e quindi scarsa lavorabilità, ma anche di altri materiali quali l'intermetallico Titanio-Alluminio ad oggi processabile con la sola tecnica *Electron Beam Melting* (EBM). In determinati casi le tecniche AM permettono anche di abbattere i costi di produzione.

A causa però dell'elevata potenza localizzata utile per fondere il metallo e delle elevate velocità di raffreddamento che subisce il materiale in macchina all'interno dei componenti prodotti per AM si generano delle tensioni residue che portano ad importanti deformazioni del pezzo una volta rimosso dalla piattaforma di costruzione. Inoltre i componenti prodotti per SLM presentano una microstruttura a grani molto fini non utile per particolari applicazioni ad elevate temperature e che, unita alla presenza delle tensioni residue, permette una veloce evoluzione delle cricche con relativa rottura del pezzo durante il funzionamento.

L'obiettivo finale quindi è quello di identificare un nuovo trattamento termico di distensione per l'Inconel 718 e che permetta inoltre, nel caso di geometrie complesse e personalizzate con dei canali conformali, di evitare la sinterizzazione della polvere in questi canali interni. Per tale ragione sui campioni sono stati effettuati dei trattamenti termici a diverse temperature, considerando temperature di distensione, ricottura e solubilizzazione per tale superlega. Sono stati utilizzati come termini di confronto il campione as-built, dove si riscontrano i valori più alti di tensione residua, e i campioni trattati alle temperature di solubilizzazione di 980°C e 1065°C completamente distesi. Per temperature dai 900°C in giù si ha il trattamento termico di distensione per l'IN718. I provini quindi sono stati trattati termicamente a 450°C, 600°C, 800°C, 900°C, 980°C e 1065°C per 1h, con successivo raffreddamento in aria. Sui provini è stata valutata l'evoluzione della microstruttura mettendola in relazione con i risultati ottenuti dal metodo della rosetta forata, metodo semi-distruttivo che permette di ricavare i valori delle tensioni residue fino ad un certo livello di profondità.

Per tale lavoro sono stati prodotti dei cubi e le tensioni residue sono state misurate sia sulla faccia superiore (*Top*) che laterale (*Lateral*) del campione una volta individuata la sua direzione di scansione. Per la parte di microstruttura si è valutata la dimensione dei grani e la concentrazione dei vari precipitati dopo ogni trattamento termico tramite analisi al microscopio ottico (OM) e al microscopio elettronico a scansione (SEM); in particolare quest'ultimo insieme all'*Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS) ha permesso di determinare, tramite una valutazione della loro composizione chimica, il tipo di precipitati generati durante il trattamento termico. Sui campioni sono state effettuate anche prove di durezza.

La tesi viene suddivisa in cinque capitoli principali:

- Il capitolo introduttivo in cui viene presentato l'argomento della tesi e lo scopo del lavoro;
- Lo stato dell'arte in cui si parlerà in generale dell' *Additive Manufacturing* focalizzando l'attenzione sulle tecniche per metallo, in particolare sul SLM, sulle tensioni residue e sulla superlega Inconel 718 prodotta per AM;
- Materiali e metodi in cui viene introdotta ed illustrata tutta la strumentazione utilizzata per la realizzazione della parte sperimentale della tesi;
- Un capitolo in cui si illustrano i risultati ottenuti effettuandone un'analisi critica anche in funzione di quanto già presente in letteratura;
- Capitolo conclusivo della tesi.

2 Stato dell'arte

2.1 Additive Manufacturing (AM)

Inizialmente conosciuto con il nome di *Rapid Prototyping* (RP), l'*Additive Manufacturing* è una tecnologia innovativa definita dall' *American Society of Testing and Materials* (ASTM) come “Processo di unione del materiale per creare oggetti dai dati del modello 3D, di solito strato sopra strato, in contrasto con le metodologie di produzione sottrattive.” [1]

Prime applicazioni di RP vi furono già dal 1980 proprio nel settore della prototipazione rapida per la realizzazione di prototipi funzionali e tecnici. Dopodiché l'AM ha subito una costante evoluzione dagli inizi degli anni novanta in poi quando si passò prima alla produzione di utensileria per le tecniche tradizionali fino alla realizzazione di piccole serie. I continui studi ed il continuo miglioramento delle tecniche di AM hanno permesso oggi di poter effettuare produzione diretta di prodotti finali. [2]

L'evoluzione negli anni dell'AM viene mostrata in Figura 1:

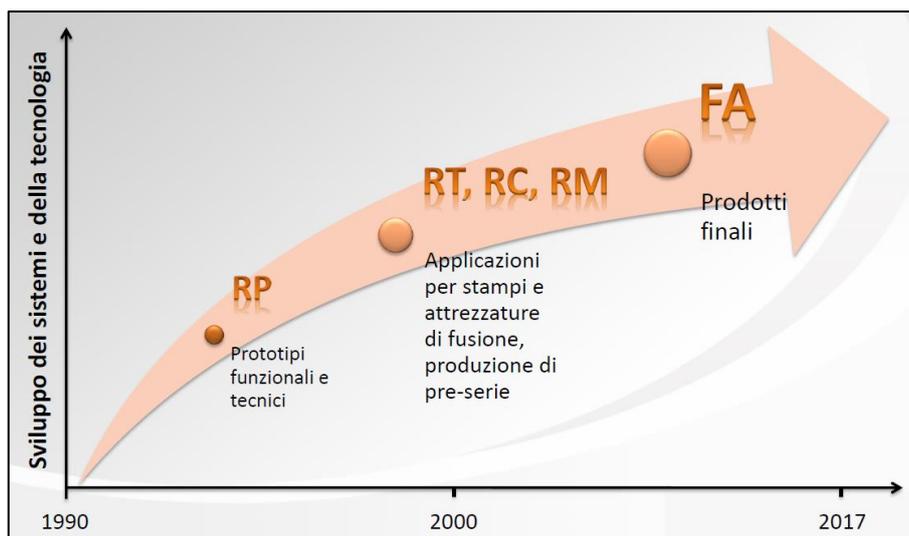


Figura 1: Sviluppo AM negli anni. [3]

I vantaggi della Fabbricazione Additiva sono soprattutto:

- L'utilizzo di una sola macchina e di un solo step produttivo per la realizzazione del componente;
- L'assenza di attrezzature e quindi della tempistica utile per la loro realizzazione; questo significa inoltre abbattimento dei tempi e costi di sviluppo prodotto, basti pensare alla realizzazione di pezzi per fonderia in cui i tempi di produzione degli stampi vanno ad inficiare sul tempo di produzione totale del componente. Se bisogna produrre lotti limitati per applicazioni di nicchia l'AM è vantaggioso;
- Basso impatto ambientale e di consumo energetico rispetto alle tecniche tradizionali;
- Libertà di progettazione con possibilità di personalizzare il componente e realizzare un design ergonomico ad esempio con la realizzazione di strutture leggere con sottosquadri, forme cave complesse e strutture trabecolari; in particolare quest'ultime anche dopo una notevole rimozione di materiale e quindi di peso, permettono di mantenere alti valori di rigidità della struttura. La realizzazione di strutture troppo sottili potrebbe però causare l'insorgere di eccessive deformazioni;
- Possibilità di realizzare parti integrate, dove i vari pezzi che vanno a comporre una struttura complessa vengono realizzati insieme in un unico step, riducendo così tempi e costi di produzione dovuti anche alla realizzazione di saldature o accoppiamenti di tipo meccanico, ma anche di manutenzione successiva sui vari accoppiamenti;

La Figura 2 mostra un grafico relativo al costo di realizzazione di un componente in funzione della complessità sua geometrica mettendo a confronto l'AM con le tecniche tradizionali:

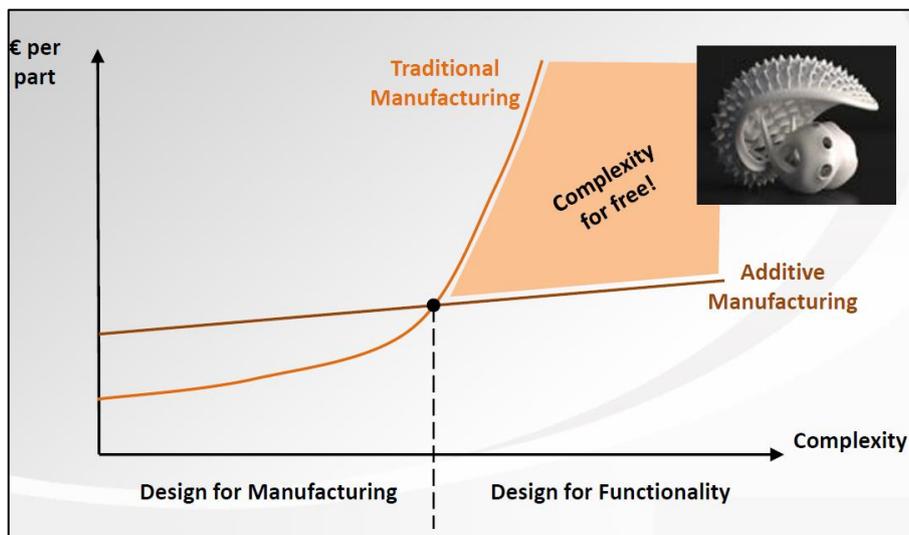


Figura 2: Confronto fra AM e TM del costo di produzione del componente in funzione della complessità. [3]

AM mostra un andamento della curva quasi piatto evidenziando un aumento dei costi dovuto soprattutto alla progettazione, ai tempi di realizzazione ed ai trattamenti di post-processo come quelli di rimozione dei supporti. Per quanto riguarda le tecniche classiche se si va verso design complessi si ha un aumento repentino dei costi e vi è un punto in cui la curva diventa verticale dimostrando così che il componente non può più essere prodotto. Ovviamente i vantaggi dell'AM sono capitalizzabili se e solo se il componente viene riprogettato e quindi pensato per essere prodotto tramite AM sfruttando le regole del *Design for Additive Manufacturing* (DFAM).

Le tecniche AM trovano grande applicazione in campi quali quello aerospaziale, dove la necessità di produrre componenti ad alta complessità è fondamentale, e biomedicale grazie alla personalizzazione di protesi dentali e ortopediche.

Per quanto riguarda i materiali possono essere utilizzati polimeri, metalli, materiali ceramici e compositi, con le relative tecnologie di produzione. [4]

Ad oggi però AM presenta anche i seguenti svantaggi:

- Volumi di lavoro limitati e velocità di costruzione limitate;
- Carenza di controlli on-line del processo adeguati; solo le macchine di ultima generazione sono pensate per la produzione e possiedono dei controlli in macchina che permettono di

monitorare la deposizione e fusione dei vari strati evitando così di avere dei componenti che devono essere scartati;

- Necessita di strutture supportate, soprattutto quando si lavora con il metallo, comportando così un'accurata progettazione e messa in macchina del componente al fine di ridurre la loro presenza e ridurre anche i tempi di successiva rimozione e lavorazione delle superfici supportate;
- Finitura superficiale scarsa rispetto a quella ottenuta con tecniche tradizionali, che varia in funzione della tecnica utilizzata, ma che in ogni caso richiede una successiva lavorazione soprattutto delle superfici di accoppiamento;
- Elevato costo dei materiali, soprattutto delle polveri metalliche, causato dalle caratteristiche della polvere per i processi AM.

2.2 Additive Manufacturing per la realizzazione di componenti metallici

Le tecnologie di *Additive Manufacturing* per metallo possono essere suddivise essenzialmente in funzione della natura della materia prima e del metodo con cui i vari strati vengono uniti fra di loro. Il materiale di partenza può essere sia sotto forma di polvere metallica sia sotto forma di filo metallico. Le tecniche che sfruttano come materia prima la polvere metallica sono quelle a letto di polvere, dove le più utilizzate sono il *Selective Laser Melting* (SLM) ed *Electron Beam Melting* (EBM), e quella a spruzzo di polvere, dove la più famosa è la *Direct Metal Deposition* (DED). La polvere metallica, ottenuta tramite processi di gas atomizzazione, viene depositata con un certo spessore e che viene fusa o tramite laser (SLM e DED) o tramite un fascio di elettroni (EBM). [3]

Mentre per l'EBM si ha una sola azienda produttrice delle macchine, per le altre due tecnologie vi sono più aziende produttrici e la nomenclatura varia anche a seconda della macchina con cui si lavora. Infatti la tecnica di *Selective Laser Melting* è conosciuta anche come *Laser Beam Melting* (LBM), *Direct Metal Laser Sintering* (DMLS), *LaserCUSING*, *Laser Metal Fusion* (LMF) o *Industrial 3D Printing*; mentre la DED è conosciuta anche come *Laser Metal Deposition* (LMD) e *Laser Engineered Net Shaping* (LENS). [5]

Grazie alla continua ricerca ed al continuo sviluppo di materiali e parametri di lavorazione ottimali, oggi si riescono ad ottenere dei componenti metallici con densità prossime al 100% e proprietà meccaniche *as-built*, o dopo trattamenti termici ottimali per molte applicazioni.

Si parte sempre dal CAD 3D del componente che può essere generato o mediante reverse engineering oppure mediante opportuni software di disegno 3D sfruttando anche le regole del DFAM al fine ottimizzarlo topologicamente ed avere un vantaggio alla produzione tramite tecniche di fabbricazione additiva. Una volta realizzato il modello CAD 3D del componente viene creato un file in formato stl. (*Standard Triangulation Language*) che prima di essere messo in macchina sarà processato tramite un software intermedio che mi permette di orientarlo, inserire i supporti necessari ed effettuare lo *slicing* con uno spessore la cui altezza dipende fortemente dalla tecnologia utilizzata e dal materiale processato. [6]

In funzione della tecnologia utilizzata si otterrà un componente con caratteristiche differenti, come ad esempio proprietà meccaniche e microstrutturali oppure tolleranze geometriche e dimensionali.

2.3 Direct Metal Deposition (DED)

Nella tecnica *Direct Metal Deposition* (DED) si ha la simultanea deposizione delle polveri tramite un ugello e la sua fusione tramite laser. La testa di deposizione è composta dal sistema del laser più l'ugello di deposizione della polvere. Il pozzetto di fusione viene protetto dall'ossidazione tramite un gas di copertura che può essere argon o elio. [7]

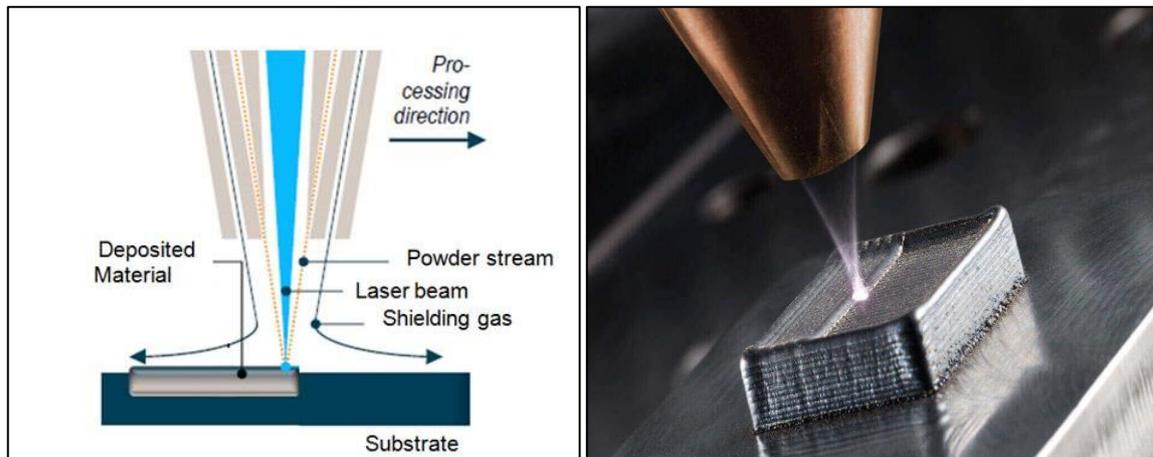


Figura 3: Principio di funzionamento Direct Metal Deposition.

Questa tecnologia viene utilizzata per la creazione di componenti come pale di turbine, alberi e parti di ingranaggi ed i materiali prettamente utilizzati sono acciai inox e per stampi, leghe di titanio, leghe di alluminio e superleghe base Ni quali Inconel 718 ed Inconel 625.

La DED è una tecnica che ha mosso i primi passi sul mercato nel 1990 ed ha subito diverse alternanze di rendimento; in particolare questa deriva da un'altra tecnologia che prende il nome di *Laser Cladding*, che permetteva di aggiungere polvere e fondere del materiale per fare piccole riparazioni di componenti che avevano subito danneggiamenti. [3]

Rispetto alle tecniche a letto di polvere, la deposizione diretta permette di lavorare con alte velocità di costruzione e di avere un volume di lavoro più grande del metro cubo grazie al fatto che deposizione e fusione sono localizzati. È una tecnica più produttiva in quanto si può lavorare con spessori di strato più elevato focalizzando la potenza del laser in un punto e questo permette anche di avere minori criticità rispetto alle tecniche a letto di polvere in cui bisogna monitorare tutto il singolo strato durante la fusione. Gli spessori del layer depositato possono variare fra i 40 μm e 1 mm, lo spot del laser varia fra 0,3 mm e 3 mm e la velocità di scansione fra 150 mm/min e 1,5 m/min, tutto questo permette di avere delle velocità di avanzamento durante la costruzione che vanno dai 4 g/min ai 30 g/min per materiali come la lega di titanio Ti-6Al-4V. [7] [8] [9] Altro

vantaggio è che con questa tecnica si ha meno polvere in giro rispetto alle tecniche SLM ed EBM, anche se bisogna controllare il flusso di materiale in uscita dall'ugello al fine di non avere un eccesso di polvere troppo elevato che comporterebbe la perdita della stessa.

Oltre ai vantaggi appena menzionati tale tecnica presenta però anche degli svantaggi, infatti rispetto alle tecniche a letto di polvere si hanno dei limiti sulle geometrie realizzabili, che possono essere più grandi ma meno complesse, e la necessità di fare una ripresa importante del componente alle macchine utensili in quanto di tutte le tecnologie AM metalliche la DED presenta valori di rugosità più alti e finitura finale del componente più scarsa. Inoltre è opportuno un sofisticato controllo di processo al fine di monitorare il movimento della testa di deposizione.

Diversi sistemi di DED sono stati studiati e realizzati negli anni. Nel sistema più comune la parte resta ferma durante la sua costruzione mentre la testa di deposizione si muove ed è costituita o da una struttura cartesiana a 5 assi che permette di conferire maggiore stabilità e rigidità, o da una mano robotica. In altri sistemi invece viene messa in movimento la piattaforma di costruzione mentre la testa resta fissa. [5]

I produttori più famosi di macchine DED ad oggi sono:

- Optomec, azienda americana dove il processo di deposizione laser viene anche definito *Laser Engineered Net Shaping (LENS)*;
- DMD 3D, altra azienda americana;
- DGM Mori Seiki, azienda giapponese che integra questo processo di produzione additiva con una fresatrice a 5 assi creando così una soluzione ibrida;
- Prima Additive, divisione di Prima Industrie che lavora sulle tecnologie di Fabbricazione Additiva.

2.4 Electron Beam Melting (EBM)

Nella tecnica di *Electron Beam Melting* (EBM) viene utilizzata come sorgente di energia un fascio di elettroni ad elevata potenza (circa 4 kW) e quindi, contrariamente alle tecniche laser, con questa tecnologia possono essere lavorati solo materiali conduttivi. Gli elettroni vengono emessi da un filamento di tungsteno che viene riscaldato ad una temperatura superiore ai 2500°C (il filamento di tungsteno si consuma e periodicamente è opportuno effettuare la sostituzione), dopodiché questi vengono accelerati attraverso un potenziale anodico di 60 kV fino ad una velocità pari a 0,1-0,4 quella della luce. Il fascio di elettroni viene controllato tramite due “lenti magnetiche”, la prima permette di focalizzare il fascio al diametro desiderato, questo può essere concentrato fino ad un diametro di circa 0,1 mm, e la seconda permette di deviare il fascio durante la fusione dello strato al fine di focalizzarsi sul punto desiderato della tavola di costruzione, questo significa che il cannone elettronico è fisso e non ci sono parti meccaniche in movimento coinvolte nella deflessione del fascio. [3]

Quando gli elettroni colpiscono la polvere l'energia cinetica viene trasformata in calore utile per fonderla. Grazie all'alta densità di energia generata è possibile lavorare strati di polvere dell'ordine del decimo di mm. [4] [10]

La camera di processo è tenuta in condizioni di vuoto, infatti durante la fusione viene insufflato elio alla pressione di 1 Pa al fine di ottenere una pressione dei gas residui di 10^{-3} Mpa e di 10^{-5} Mpa all'interno del cannone elettronico. [11] Questo viene fatto per evitare che le molecole d'aria vadano a deflettere il fascio e creare problemi durante la fusione dello strato; inoltre è importante tenere questi valori di pressione quando si lavora con materiali reattivi, come le leghe di titanio.

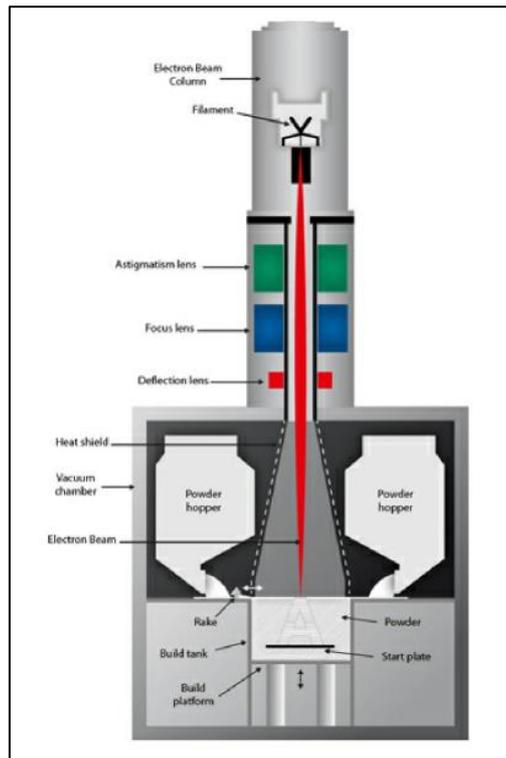


Figura 4: Schema del processo Electron Beam Melting. [2]

La qualità della fusione nel vuoto migliora in quanto permette di eliminare tutte le impurità e consente di ottenere alte proprietà di resistenza del materiale. Il processo EBM viene definito anche come “processo caldo” perché prima di fondere lo strato di polvere depositato viene effettuato un preriscaldamento ad una temperatura che dipende dal materiale processato (si possono raggiungere temperature di preriscaldamento anche di 1100°C per leghe intermetalliche come il TiAl e per superleghe a base Ni). Il preriscaldamento della polvere avviene con una serie di passaggi del fascio non focalizzato a bassa potenza ed alta velocità di scansione (velocità di circa 10^4 mm/s e corrente del fascio di circa 30 mA). Il preriscaldamento permette di ridurre gli stress termici sul componente durante la costruzione e questo consente inoltre di ottenere in un'uscita dalla macchina un componente *as-built* con inferiori tensioni residue. Dopo la costruzione la parte viene raffreddata sotto vuoto o con un flusso di elio per velocizzare la fase di raffreddamento, nel caso in cui si voglia fare produzione, ed una volta estratto dalla camera il componente è ricoperto da un agglomerato di polvere sinterizzata dovuta al preriscaldamento, che consente di poter mettere meno supporti per il sostegno delle parti sporgenti. Il componente viene ripulito da queste polveri tramite un processo di sabbiatura e le polveri non fuse possono essere setacciate con materiale vergine e riciclate, infatti grazie al fatto che non vi è ossigeno all'interno della camera la composizione

chimica e le proprietà fisiche delle polveri non risultano alterate e si hanno elevate percentuali di polvere riciclata limitando così lo spreco di materiale.

L'EBM trova larga applicazione nel settore biomedicale ed aerospaziale. Per quanto riguarda il campo biomedicale tale tecnologia permette di produrre parti come coppe acetabolari, placche maxillo-facciali e protesi di anca, ginocchio e mascella, questo perché la rugosità superficiale dei pezzi prodotti tramite EBM permette l'osso-integrazione della parte con l'organismo. Due delle leghe metalliche più utilizzate per queste applicazioni sono il Ti-6Al-4V ed il CrCo. Per il settore aerospaziale invece questa tecnologia viene utilizzata per la realizzazione delle palette delle turbine, anche grazie alla possibilità di poter processare la lega intermetallica TiAl che possiede elevate proprietà specifiche tali da poter garantire una riduzione di peso dei singoli componenti e quindi della struttura complessiva, cosa che in volo è molto importante. [2]

La rugosità media di un componente ottenuto tramite EBM è di 30-50 μm in termini di Ra e nelle zone di accoppiamento è necessario prevedere un sovrametallo per lavorazione successive di circa 1-2 mm.

L'unico produttore di macchine EBM è Arcam, un'azienda svedese acquistata da qualche anno da General Electric ed entrata a far parte della sezione GE Additive, ma negli ultimi periodi stanno nascendo delle nuove aziende.

2.5 Selective Laser Melting (SLM)

La tecnica di *Selective Laser Melting* (SLM) fa parte delle tecnologie denominate a letto di polvere metallica, così come l'*Electron Beam Melting*, però contrariamente all'EBM in cui la sorgente energetica è un fascio di elettroni, in questo caso il processo utilizza un laser ad alta intensità come sorgente utile a fondere la polvere, costruendo il componente strato dopo strato in accordo con il disegno CAD tridimensionale del pezzo.

Il materiale sotto forma di polvere metallica viene caricato all'interno della camera delle polveri. Durante il processo un sottile strato di polvere viene depositato su una piattaforma presente nella camera di costruzione. Durante il processo tale piattaforma scende di un'altezza pari a quella del *layer* da depositare e fondere. Il *recoater*, che può essere sia una lama metallica che in gomma, serve per depositare la polvere dalla camera delle polveri a quella di costruzione e per distenderla nella maniera più uniforme possibile. La polvere in eccesso verrà versata all'interno di un trabocco o piattaforma di raccolta ed è possibile riutilizzare il materiale per processi successivi. La polvere raccolta prima di essere riutilizzata è setacciata per garantire di avere particelle di una taglia dimensionale compatibile con il processo. [2] [3] Una volta depositato lo strato di polvere questo viene fuso tramite un laser ad alta intensità energetica che sfrutta come mezzo laser attivo CO₂ o un cristallo di ittrio e alluminio drogato (Nd-Yag) e che viene orientato tramite un sistema di lenti. La potenza che il laser deve erogare al fine di fondere il materiale in maniera ottimale viene scelta nella definizione dei parametri di processo. L'energia fornita deve essere sufficiente a rifondere una porzione di struttura precedentemente depositata per garantire una perfetta adesione fra gli strati. [3] Una volta ultimato il processo di fusione dello strato si parte con la deposizione e la fusione del nuovo.

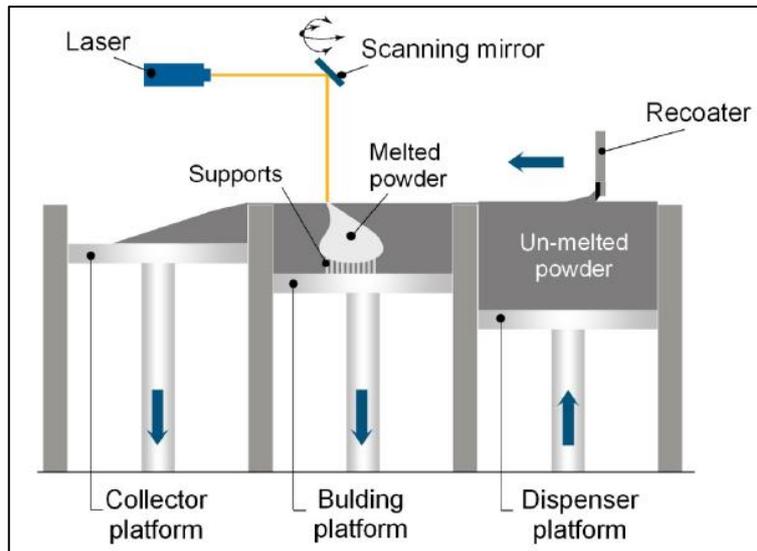


Figura 5: Rappresentazione schematica macchina SLM. [2]

Durante il processo a causa dell'elevata temperatura raggiunta e per evitare l'ossidazione del materiale si lavora in atmosfera controllata utilizzando dei gas inerti quali azoto ed argon. Inoltre è presente un sistema di aspirazione dei fumi generati durante il processo di fusione della lega che lasciati in circolo potrebbero far ottenere un prodotto finale ricco di porosità compromettendone le caratteristiche meccaniche. [12]

Durante il processo di SLM vi è fusione e successiva rapidissima solidificazione e le velocità di raffreddamento sono molto elevate dell'ordine dei 10^6 °C/sec. Questo consente alle leghe processate tramite questa tecnica di avere delle caratteristiche meccaniche/metallurgiche particolari ed molti casi migliori rispetto a quelle ottenute con metodi tradizionali. [13] In generale si ottengono delle microstrutture *as-built* che possiedono delle dendriti molto fini utili ad avere elevata durezza ma scarsa duttilità del materiale, ed una struttura anisotropa con i grani orientati lungo la direzione di costruzione del componente (asse Z) e proprietà meccaniche che solitamente sono differenti lungo questa direzione e la sua perpendicolare. Inoltre i forti gradienti termici ed i ritiri generati durante il rapido raffreddamento inducono nello strato solidificato delle dilatazioni termiche cicliche e delle contrazioni che superando la massima deformazione elastica del materiale entrano in campo plastico ed accumulate nella parte strato dopo strato possono generare delle tensioni residue interne. Se il livello di tali tensioni raggiunge quella di resistenza del materiale si ha la comparsa di crepe nel prodotto finale e la compromissione delle sue caratteristiche meccaniche ed in particolare della durata a fatica. Oltre alle tensioni residue altri difetti tipici

associati ad una non perfetta scelta dei parametri di processo per la lega lavorata sono porosità nella parte, polveri residue e strati disgiunti. [3]

La tecnica SLM prevede l'utilizzo di una materia prima che deve rispettare dei requisiti fondamentali di dimensione, quali ad esempio il diametro delle particelle, che per questa tecnica deve essere più piccolo rispetto alle altre, e la sfericità. Bisogna cercare infatti di avere degli strati di polvere molto omogenei in spessore e densità per sperare di avere dei prodotti finali densi e senza difetti ed per tale ragione le particelle con spigoli vivi sono dannose perché possono danneggiare sia il *recoater* che lo strato fuso sottostante. Per avere gli strati di polvere più omogenei possibili bisogna far sì che le particelle vengano compattate senza però andarle a deformare, cosa che potrebbe dare problemi durante la fusione, quindi l'unica via è quella di cercare di realizzare un prodotto in grado di soddisfare la capacità di riempire in modo efficace tutto lo spazio e per questo bisogna avere delle particelle sferiche. Non tutti i sistemi produttivi sono in grado di dare una polvere con granulometria molto fine e con una forma il più possibile sferica, inoltre al fine di non creare agglomerati più grossi dovuti all'unione superficiale di particelle piccole queste devono essere separate e distanziate. [13]

Rispetto alla tecnica EBM, l'SLM richiede un numero di supporti maggiori al fine soprattutto di evitare distorsioni della parte durante la sua costruzione a causa del ritiro di solidificazione. È necessario alla fine del processo rimuovere tali supporti, o meccanicamente o tramite sistemi che inducono deformazioni minori sul pezzo come ad esempio elettroerosione a filo, e rilavorare con tecniche tradizionali le zone supportate nel caso in cui vengono richieste opportune tolleranze e rugosità. I componenti prodotti sono assimilabili a getti di microfusione ed anche se ad oggi l'SLM permette di ottenere fra tutte le tecniche metalliche le tolleranze maggiori e le rugosità migliori queste non sono paragonabili a quelle che si hanno tramite lavorazioni ad asportazioni di materiale. Per questo motivo in zone di accoppiamento o in zone dove sono richieste tolleranze elevate è opportuno in fase di progettazione prevedere del sovrametallo, solitamente compreso fra 0,5-1 mm. [3]

Fra i produttori ad oggi più famosi di macchine SLM ci sono:

- EOS;
- Concept Laser;
- SLM;
- Renishaw;
- Trumpf;
- 3D System;
- Prima Additive;
- Sisma.

Attualmente si può lavorare con volumi di lavoro fino a 800x400x500 mm, posseduti dalla sola X-LINE macchina prodotta da Concept Laser. È stata già annunciata però l'uscita nei prossimi anni di macchine che possano raggiungere il volume di lavoro del metro cubo e di macchine che permettano sempre di più a tale tecnologia di essere inserita in contesti di produzione.

2.5.1 Parametri di processo SLM

In SLM i parametri di processo comunemente ottimizzati possono essere suddivisi nel seguente modo:

- Parametri relativi alla polvere: la forma delle particelle, che deve essere la più sferica possibile, la distribuzione granulometrica e la dimensione media, la scorrevolezza per favorirne la distensione;
- Parametri relativi alla temperatura come l'eventuale riscaldamento della piattaforma di costruzione ed il preriscaldamento del letto di polvere;
- Parametri di processo come: la potenza del laser (*laser power*), la dimensione dello spot (*laser spot*), la velocità di scansione (*scanning speed*), la strategia di esposizione e l'*hatch distance*.

Esistono diverse strategie di scansione tra cui le principali includono la realizzazione di strisce parallele, tracce a zig-zag e riempimenti partendo dal contorno e quindi dal bordo esterno verso il centro. La scelta di una di queste strategia richiede di seguito la specifica di variabili di processo

come la spaziatura di scansione tra passaggi adiacenti del laser, in quanto si desidera sempre un certo grado di sovrapposizione tra zone fuse adiacenti al fine di avere un pezzo completamente denso, e l'angolo di rotazione delle passate fra un *layer* ed il successivo (*hatch angle*) in modo da garantire delle proprietà omogenee soprattutto lungo il piano perpendicolare a quello di scansione (piano XY). [2]

Si mostra in Figura 6 una rappresentazione dell'*hatch angle*:

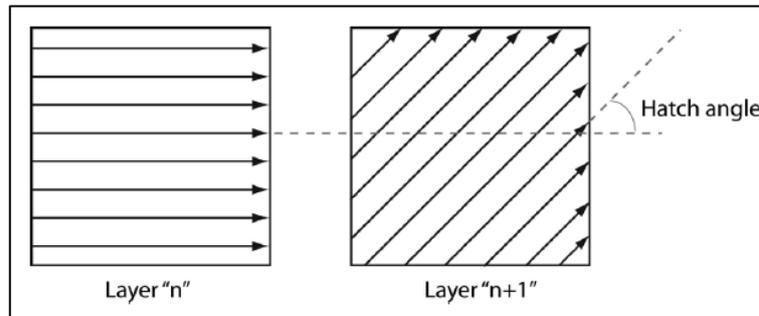


Figura 6: Definizione dell'*hatch angle*. [2]

La Figura 7 mostra la strategia di esposizione utilizzata tipicamente dalle macchine SLM delle EOS GmbH. In figura viene riportato anche la *stripe length*, una banda definita dalla larghezza del vettore di scansione.

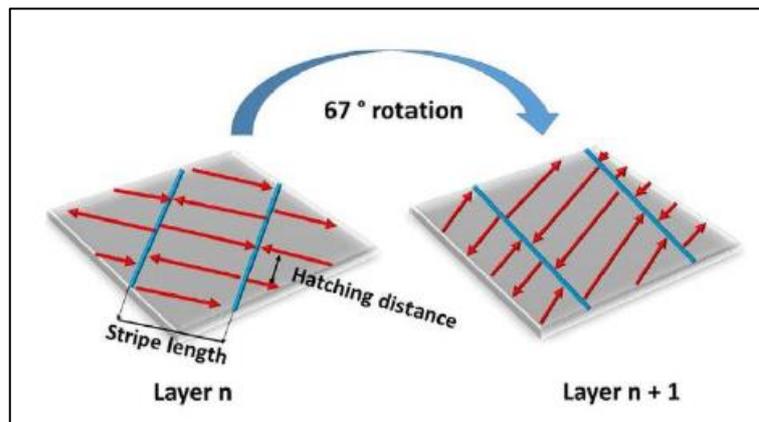


Figura 7: Strategia di esposizione macchine EOS. [14]

I parametri di processo influiscono sul VED, cioè sul valore della densità volumetrica di energia fornita, che fornisce un'indicazione dell'energia usata per fondere la polvere. La formula per il calcolo della densità volumetrica di energia è la seguente: [5]

$$VED = \frac{P_L}{v_s * D_s * h_s} \left[\frac{J}{mm^3} \right]$$

Dove:

- P_L è la potenza del laser [J/sec]. Scegliere di lavorare con potenze del laser alte permette di avere una migliore penetrazione, buona qualità superficiale ed un'elevata accuratezza dei particolari del componente; di contro lavorare con un'elevata potenza potrebbe comportare l'evaporazione del materiale e non la sua fusione, o una generazione di fumi più corposi all'interno della camera di lavoro;
- V_s è la velocità di scansione [mm/sec]. Lavorare con alte velocità di scansione permette di aumentare la velocità di produzione ma c'è il rischio che il materiale non venga fuso correttamente con porosità, vuoti ed abbassamento delle proprietà meccaniche sul componente finale. Basse velocità di scansione invece riducono la velocità di produzione ed espongono maggiormente il punto da andare a fondere comportando così un aumento di energia;
- D_s è lo spessore del layer [mm]. Spessori alti garantiscono elevata velocità di produzione ma peggiore finitura superficiale con rugosità elevata del componente ed è possibile notare anche un effetto a gradino. Uno spessore del layer troppo alto a parità di potenza del laser potrebbe comportare anche una non perfetta fusione dello strato e quindi porosità interne e vuoti nel componente finale. Spessori bassi riducono la velocità di produzione ma si ha una finitura superficiale migliore e quindi rugosità meno elevate;
- H_s è l'*hatch distance* ed indica la sovrapposizione fra due passate adiacenti [mm]. Aumentarlo significa aumentare la velocità di produzione, con una sovrapposizione piccola e conseguente formazione di pori e vuoti tra una traccia e l'altra. Riducendo l'*hatch distance* si riduce la velocità di produzione, ma avendo un'elevata sovrapposizione la parte rischia di essere esposta ad una densità di energia troppo elevata.

Una combinazione di bassa potenza del laser, alta velocità di scansione e grande spessore del *layer* genera solitamente una densità di energia insufficiente che spesso può produrre un fenomeno chiamato "*balling*", causato principalmente dalla scarsa bagnatura del pozzetto di fusione con lo strato precedente e dalla tensione superficiale. Vengono formate così delle piccole sferette dal diametro pari a quello del fascio del laser che possono causare una traccia fusa discontinua ed una

scarsa finitura superficiale del prodotto finale. Studi hanno dimostrato che il fenomeno del *balling* può essere risolto o lavorando sui parametri di processo, in particolare combinando un'alta potenza del laser con una bassa velocità di scansione, o riducendo in maniera significativa il livello di ossigeno all'interno della camera durante la costruzione fino a 0,1%, oppure effettuando un *re-scanning* della superficie col laser. Inoltre la non perfetta atmosfera inerte potrebbe portare il materiale ad ossidarsi e la deposizione di un film di ossido sullo strato precedente durante la fusione del successivo impedisce l'adesione con la formazione delle sfere e del *balling*. [15] Un legame insufficiente fra i vari strati a causa del *balling*, in unione con le importanti sollecitazioni termiche, porta al fenomeno della delaminazione del componente come mostrato in Figura 8.



Figura 8: Esempio di componente prodotto mediante AM delaminato [3].

2.5.2 Materiali processati tramite SLM

Le leghe metalliche attualmente lavorate tramite SLM sono: leghe di acciaio, leghe cobalto-cromo, superleghe base nichel e le leghe reattive di alluminio e titanio. [2] [13]

Per quanto riguarda le leghe di acciaio si lavorano acciai di tipo Maraging (combinazione di martensite ed invecchiamento) e gli acciai inossidabili. Gli acciai Maraging sono stati anche i primi materiali processati tramite AM grazie alla loro saldabilità e bagnabilità ed ancora oggi trovano larga applicazione per la realizzazione di stampi. Infatti grazie alla possibilità di poter realizzare strutture con canali conformali con tali stampi si possono ridurre i tempi di raffreddamento del ciclo e quindi riduzione di tempo nella realizzazione del componente finale. Oltre alla realizzazione di stampi, proprio grazie alla loro saldabilità ed elevata resistenza, si hanno applicazioni anche nell'industria aeronautica ed aerospaziale e per la fabbricazione di utensili che permettono di avere buona lavorabilità per un ampio range di materiali. Attualmente tanti studi sono stati effettuati sugli acciai inossidabili, in particolare sul 316L, in modo tale da renderlo processabile tramite SLM. Tale acciaio è molto utilizzato nel campo automotive dove la possibilità di poter ottenere geometrie complesse tramite AM ha da sempre suscitato grande interesse. Gli

acciai inossidabili vengono utilizzati grazie alla loro resistenza a corrosione anche per applicazioni nautiche, biomedicali e nelle celle a combustibile.

Le leghe cobalto-cromo sono caratterizzate da buone proprietà meccaniche e resistenza ad ambienti corrosivi e ad alte temperature. Tale leghe combinate con il molibdeno (CoCrMo) diventano biocompatibili e per tale motivo sono usate soprattutto per applicazioni biomedicali quali realizzazione di protesi e ricostruzioni dentali.

Dopo le leghe di acciaio e quelle di titanio vi sono le superleghe base nichel. In particolare quelle più studiate sono l'Inconel 718 e 625, Chromel, Hastelloy X, Nimonic 263, IN738LC e MAR-M 247. L'IN718 possiede proprietà meccaniche migliori rispetto all'IN625 che ha però una migliore resistenza a corrosione. L'ambito applicativo delle superleghe base nichel è ad elevata temperatura ma anche a temperatura ambiente, o poca sopra, in ambienti altamente corrosivi. Per tale motivo trovano larga applicazione nel settore aeronautico ed aerospaziale.

Grazie alla loro bassa densità le leghe di alluminio hanno trovato grande applicazione per la realizzazione di strutture leggere nel settore automotive ed aerospaziale. Le leghe ad oggi processabili tramite SLM sono: AlSi10Mg, AlSi7, AlSi12 e Scalmalloy. Nelle leghe dove è presente il silicio questo permette di fluidificare la lega, riducendo il restringimento in fase di solidificazione e così anche il problema delle tensioni residue, migliorando la resistenza meccanica ed all'abrasione. Il magnesio insieme al silicio migliora l'effetto dei trattamenti termici successivi aumentando la resistenza del materiale grazie alla precipitazione di Mg_2Si dopo invecchiamento. Lo Scalmalloy è una lega brevettata da Airbus customizzata per il settore aeronautico. Le leghe di alluminio fanno parte della famiglia dei materiali reattivi e per processarle in macchina bisogna rispettare determinati requisiti di sicurezza. I processi alluminio-termici sono molto esotermici e nel caso di polvere, dove si ha una grande superficie rispetto al volume, sono particolarmente semplici da innescare.

Le leghe di titanio sono uno dei prodotti più consolidati dell'AM metallico e vengono utilizzate in maniera ottimale con tecniche diverse. La lega di titanio più utilizzata in SLM è il Ti-6Al-4V. Il titanio è un materiale che va bene nelle due casistiche in cui la complessità e le performance meccaniche del prodotto finale sono fondamentali e superano in modo significativo i limiti legati ai costi. Il costo del titanio rispetto al costo delle materie prime di leghe come quelle di acciaio ed alluminio è di molto superiore e per questa ragione i campi applicativi principali sono quello aeronautico, aerospaziale e biomedicale. Le leghe di titanio sono quelle con la più alta resistenza specifica e questo in ottica di ottimizzazione topologica è un vantaggio per la riduzione della massa

complessiva e nello snellimento delle strutture. La lega di titanio più lavorata tramite SLM è il Ti6Al4V che possiede in questo modo delle proprietà di resistenza a trazione più alte rispetto a quando viene processata con tecniche tradizionali. Le proprietà meccaniche di tale lega sono fortemente influenzate dal processo di solidificazione e dalla precipitazione delle fasi α e β . Anche il titanio così come l'alluminio è un materiale reattivo e per lavorarlo in macchina è opportuno rispettare delle norme di sicurezza.

2.6 Tensioni residue

Durante il funzionamento un componente meccanico viene sottoposto a delle tensioni di esercizio e la sua durata dipende dalla relazione tra le proprietà meccaniche e di resistenza del materiale di cui è costituito e dagli sforzi a cui esso viene sottoposto. Oltre a quelle di esercizio però vi possono essere anche delle tensioni, che prendono il nome di tensioni residue, definite come delle tensioni di trazione o compressione a risultante nulla senza che vi sia applicato nessun carico esterno, sia questo dovuto ad una forza o ad un gradiente termico, in un componente che risulta in equilibrio. Queste nascono generalmente durante il processo di produzione del componente e si presentano in zone ben delimitate avendo il loro massimo vicino alla superficie. [16]

Tali tensioni sono indesiderate in quanto abbassano il limite elastico del materiale comportando così deformazioni indesiderate del componente con conseguenti rotture premature. Tensioni residue di trazione infatti riducono le prestazioni meccaniche del materiale, la sua resistenza a fatica e la sua resistenza alla corrosione. Non sempre però le tensioni residue sono dannose. Le tensioni residue di compressione molte volte hanno effetti benefici sul materiale, poiché in campo elastico vengono sommate alle tensioni generate nei punti in cui il carico è più elevato riducendone così il valore. [16] [17]

Le tensioni residue vengono suddivise in categorie secondo tre criteri principali: in base alla causa che le genera, in base al loro ordine di grandezze o in base al metodo con cui vengono misurate.

Le cause della presenza delle tensioni residue possono essere di carattere meccanico, termico o chimico. Le cause meccaniche sono dovute a lavorazioni di tipo meccanico che vengono effettuate sul componente, come ad esempio lavorazioni di deformazione plastica, che producono delle deformazioni non uniformi sul pezzo. Le cause termiche dipendono da cicli di riscaldamento e raffreddamento non uniformi o avvenuti con velocità eccessive. Le cause chimiche sono associate a cambiamenti di volume interno dovuto a reazioni chimiche o precipitazione e trasformazione di fasi secondarie. [16]

In base all'ordine di grandezza la loro categorizzazione viene fatta in considerazione di un parametro che prende il nome di "lunghezza caratteristica", ossia la dimensione spaziale entro cui lo stato tensionale interno si sviluppa e si equilibra, ed in base a questo criterio si definiscono tre diverse tipologie di tensioni residue: [18]

- *Primo tipo*: tensioni che interessano più regioni cristalline del materiale e si originano soprattutto in seguito a processi quali forgiatura, laminazione, finitura o a seguito di processi termici come nella saldatura e nei trattamenti termici. Derivano da disomogeneità tra diverse regioni cristalline con un'estensione abbastanza vasta e si sviluppano su scala macroscopica tanto da poter essere analizzate utilizzando i tradizionali modelli continui;
- *Secondo tipo*: tensioni che interessano a livello microscopico un grano particolare del materiale ed esistono quasi sempre nei materiali policristallini in quanto le proprietà elastiche e termiche variano fra grani adiacenti. Questa tipologia di tensione residua assume valore significativi quando la microstruttura presenta più fasi o quando avviene una trasformazione di fase;
- *Terzo tipo*: tensioni in cui la lunghezza caratteristica è inferiore alla dimensione del grano e quindi si parla di stress su scala nanometrica. Sono stati tensionali generati da disomogeneità interne del grano e che si equilibrano all'interno di esso.

Si riporta di seguito uno schema che mostra come le tre diverse tipologie di tensioni residue possono presentarsi contemporaneamente in un pezzo generando così una tensione residua complessiva, che unita alla tensione esterna applicata sul componente in esercizio genera la tensione di servizio.

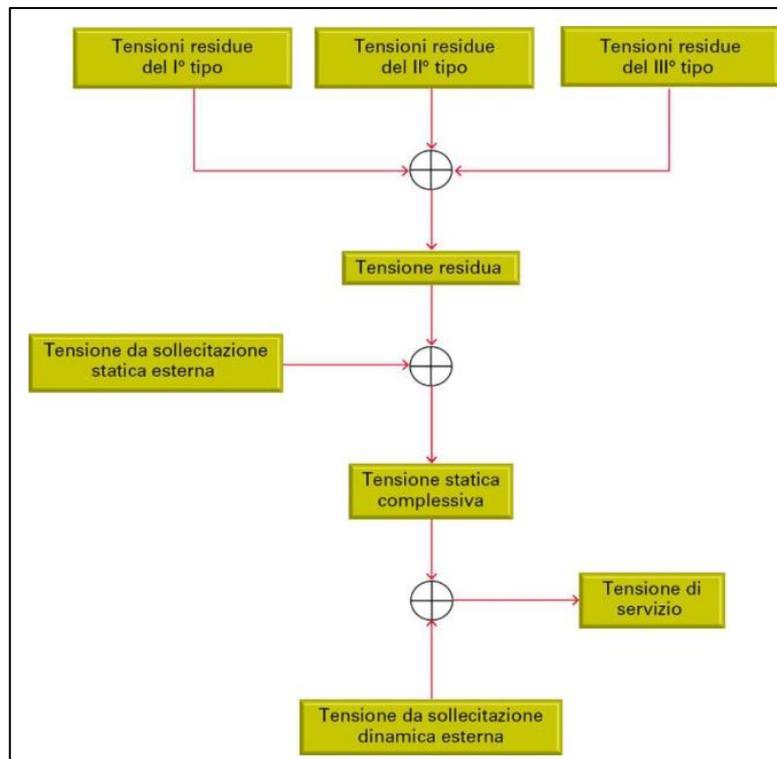


Figura 9: Schema di interazione fra tensioni residue e tensioni esterne applicate a formare le tensioni di servizio di un componente. [18]

Le tensioni del primo tipo vengono indicate con il termine “macro tensioni residue”, mentre quelle del secondo e del terzo tipo vengono accumulate nella definizione di “micro tensioni residue”. Le tensioni residue del secondo e del terzo tipo hanno effetti limitati sulle proprietà meccaniche del materiale, inoltre data la loro natura “micro” esse richiedono dei metodi di misura specifici, in quanto gran parte dei metodi utilizzati per la misura delle “macro tensioni residue” non è adatto. [17]

Per quanto riguarda invece la classificazione delle tensioni residue in base al metodo in cui vengono misurate ne esistono vari e sono divisi in base al grado di danneggiamento che provocano nel particolare sotto indagine. Vengono classificati in: [19]

- *Metodi distruttivi*: si basano sulla misura della deformazione del campione a seguito della rimozione tramite taglio o tornitura di una parte del materiale che lo costituisce. Dopo tale lavorazione l'equilibrio delle tensioni originariamente presente viene alterato deformando così il provino. Per quanto riguarda le applicazioni ingegneristiche per misurare tali deformazioni e ricavare il valore delle tensioni residue vengono utilizzati molto spesso degli estensimetri, anche se vi sono pure delle misure di tipo non estensimetrico, per esempio eseguite tramite macchine di misura a controllo numerico (CMM);
- *Metodi semi-distruttivi*: si basano sulla realizzazione di una piccola lavorazione sulla superficie del componente in prossimità di una rosetta estensimetrica a 3 griglie precedentemente incollata ed orientata. Questi metodi trovano una larghissima diffusione grazie al basso costo ed alla facilità di reperire rosette estensimetriche di varie forme e dimensioni che permettono di applicare il metodo in maniera universale su qualsiasi geometria e materiale del particolare analizzato. Esistono strumentazioni automatiche e non, utili per la realizzazione di tali misure e per tale motivo questi metodi trovano larga diffusione sia per applicazioni in laboratorio sia in campo. Il piccolo danneggiamento provocato sulla superficie del particolare può non compromettere la possibilità di un suo utilizzo successivo e quindi la sua funzionalità;
- *Metodi non distruttivi*: non provocano neanche il danneggiamento superficiale del componente analizzato, quindi presentano il vantaggio di non creare alterazioni sul pezzo, ma presentano limitazioni riguardo la massima profondità di indagine o per il materiale con cui è costituito il pezzo. Tali metodi si basano generalmente su tecniche diffrattometriche o magnetiche ed ultrasoniche.

Nella scelta del metodo di misura più opportuno risulta fondamentale quindi conoscere la profondità massima di indagine ed il materiale del componente da analizzare.

Fra i metodi distruttivi che utilizzano un estensimetro per la determinazione delle tensioni vi sono: il metodo della rimozione degli strati (*Layer removal*) ed il metodo del sezionamento e della tornitura esterna o interna dei tubi chiamato anche metodo di Sach's (*Sectioning and Sach's methods*). Per quanto riguarda i metodi semi-distruttivi vi sono: il metodo della rosetta forata (*Hole Drilling method*) ed il metodo della cava anulare (*Ring Core method*).

Si riporta in Figura 10 un grafico in cui viene indicata la profondità di analisi di ogni metodo che sfrutta l'utilizzo di estensimetri per la determinazione delle tensioni residue:

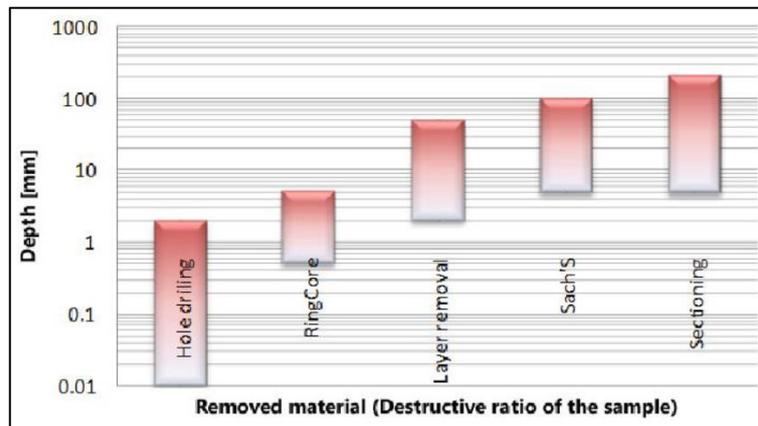


Figura 10: Profondità di analisi dei metodi estensimetrici in funzione della quantità di materiale rimosso. [20]

Fra i metodi non distruttivi quelli ampiamente utilizzati sono il metodo della diffrazione dei raggi X (*X-ray diffraction*) ed il metodo della diffrazione neutronica (*Neutron diffraction*).

Le tensioni residue analizzate ed a cui si cerca di trovare una soluzione sui componenti prodotti mediante AM sono quelle del primo tipo, in quanto sviluppandosi su scala macroscopica potrebbero compromettere l'integrità superficiale e strutturale delle parti. La Tabella 1 mostra i metodi di misura più utilizzati per valutare le tensioni residue in AM:

Tabella 1: Metodi di misura tensioni residue in AM. [21]

Method	Penetration	Resolution	Accuracy	Cost
Hole drilling	Size of hole dia.	50-100 μm depth	± 50 MPa	Low
Curvature	0.1-0.5 of thickness	-	Minimum measurable	Medium
X-ray diffraction	Near-surface	1 mm lateral, 20 μm depth	± 20 MPa	High
Neutron diffraction	volumetric	500 μm	$\pm 40 \times 10^{-6}$ strain	High

In particolare il metodo semi-distruttivo della rosetta forata permette di fare una valutazione delle tensioni residue in profondità facilmente e a basso costo, è in teoria utilizzabile per un'ampia gamma di materiali ed è un ottimo compromesso fra validità dei risultati e costo delle attrezzature.

In ogni caso al fine di eseguire un'ottima progettazione di prodotto e di processo è importante conoscere la distribuzione delle tensioni residue all'interno del componente in quanto, quelle di trazione, possono cambiare le proprietà statiche e dinamiche di un materiale in modo significativo. La loro conoscenza ci permette inoltre di ottimizzare i parametri del processo ed anche in situazioni in cui queste non sono evitabili la conoscenza di come si generano e l'influenza dei parametri di lavorazione permette di valutarne l'entità, di minimizzarle e di intervenire con opportune operazioni per ridurre il loro effetto durante le lavorazioni successive.

2.6.1 Tensioni residue in componenti prodotti mediante AM metallico

Il ciclo termico a cui sono soggetti i componenti prodotti tramite SLM è caratterizzato da un riscaldamento localizzato nell'area del letto di polvere che verrà selettivamente fusa, con un'intensità di energia che permetta di avere una temperatura almeno pari a quella di fusione della lega processata in macchina, a cui seguirà un rapido raffreddamento e l'ottenimento di una zona solidificata, inoltre il processo implica la fusione simultanea sia dello strato che si sta processando sia dello strato sottostante già precedentemente solidificato creando così una sua parziale rifusione sottoponendolo ad un nuovo ciclo termico. Le tensioni residue generate sui pezzi metallici processati sono un problema significativo e gli eccessivi gradienti termici e stress residui possono causare la distorsione del componente sia durante il processo, con rialzamenti delle parti che possono causare una non perfetta stesura del letto di polvere, oppure un danneggiamento del *recoater*, sia una distorsione del componente finale che non rispetterà così le tolleranze geometriche e dimensionali richieste oltre anche in parte le caratteristiche meccaniche volute.

I processi di saldatura e la tecnica SLM condividono gli stessi meccanismi di formazione delle tensioni residue, in particolare i due meccanismi che spesso vengono menzionati in letteratura sono il TGM (*Temperature gradient mechanism*) e il modello della fase di raffreddamento (*cool-down phase model*). [22]

Il modello TGM afferma che, durante la fase di riscaldamento, la sorgente, che fornisce un'alta intensità di energia al fine di garantire la fusione, riscalda velocemente il materiale processato che a causa dell'espansione termica tende ad espandersi, ma la sua espansione è ostacolata dal materiale intorno che si trova ad una temperatura più bassa. Questo fenomeno crea delle tensioni di compressione localizzate nelle zone che hanno subito il processo termico. Una volta rimossa la sorgente energetica e quindi durante la loro fase di raffreddamento, le zone trattate termicamente

iniziano a raffreddarsi causando così un restringimento localizzato del materiale che viene parzialmente contenuto dalla deformazione plastica generatasi durante la fase di riscaldamento. In tal modo una tensione residua di trazione si genera nelle zone che hanno subito il processo termico, trazione che viene bilanciata da zone in cui vi sono tensioni di compressione.

Il secondo modello invece tratta principalmente il meccanismo di formazione delle tensioni residue nei processi di AM metallico, dovuto al processo di realizzazione del componente strato dopo strato; infatti per tale motivo il materiale precedentemente fuso subisce, a causa della stesura dello strato successivo, un nuovo ciclo di fusione e solidificazione. Il raffreddamento a cui è soggetto il materiale dopo la ri-solidificazione porta al suo ritiro che viene parzialmente contenuto dallo strato di materiale depositato precedentemente, creando così nello strato appena creato uno stato tensionale di trazione.

Nella seguente figura viene illustrato graficamente il modello TGM prima descritto:

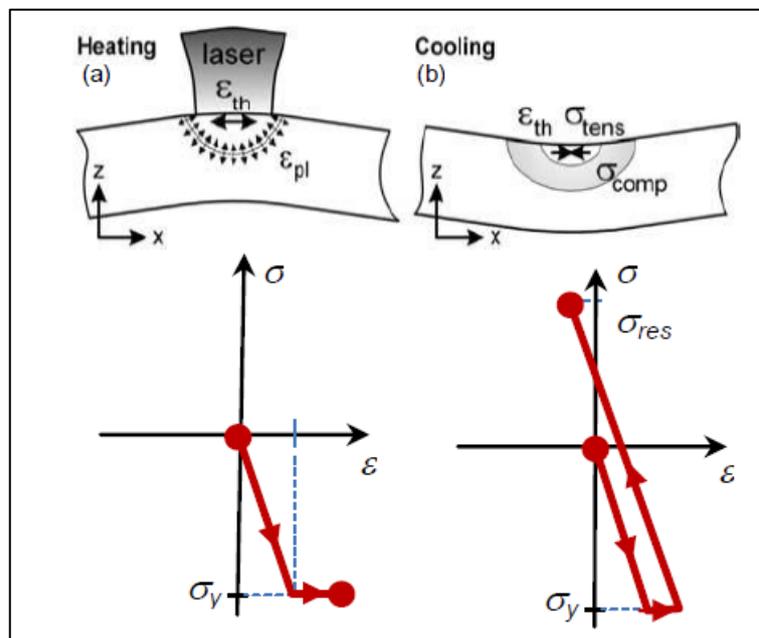


Figura 11: Modello di formazione delle tensioni residue: (a) riscaldamento, (b) raffreddamento. [21]

Sebbene i modelli proposti in letteratura diano una descrizione utile del fenomeno per comprendere la nascita delle tensioni residue, nella realtà dei fatti nel SLM il problema diviene più complesso in quanto le fonti di energia possono essere più di una, la configurazione del percorso della fonte di energia ed il trasferimento del calore fra il punto che si va a fondere ed il materiale circostante può essere abbastanza complesso. [21]

Le tensioni residue in un componente prodotto mediante SLM dipendono fortemente da parametri di processo quali la strategia di esposizione, la potenza del laser e la velocità di scansione, ma

anche da altri fattori come l'orientazione del componente in macchina. Per quanto riguarda la strategia di esposizione Kruth *et al.* [23] hanno studiato i suoi effetti riguardo la distorsione e deformazione dei componenti prodotti e hanno visto che utilizzare una strategia di esposizione ad isole (presente nelle macchina Concept Laser in cui il materiale viene fuso tramite una strategia definita "a scacchiera") permette di ridurre la distorsione dei pezzi prodotti rispetto ad altre tipologie quali quella in continuo o ruotando l'angolo di scansione fra un strato ed il successivo.

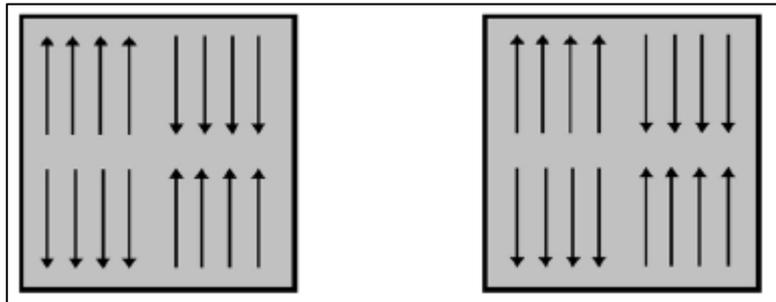


Figura 12: Esempio di strategia di esposizione ad isole con rotazione. [24]

Lu *et al.* [25] hanno studiato gli effetti che la strategia di esposizione ad isole ha inoltre sulla riduzione delle tensioni residue del componente lavorando sulla dimensione delle isole. Hanno dimostrato che campioni di Inconel 718 prodotti con isole aventi superficie $2 \times 2 \text{ mm}^2$ presentano tensioni residue molto basse con una microstruttura però non ottimale con la presenza significativa di cricche e che la strategia di esposizione ottimale è quella con isole di $5 \times 5 \text{ mm}^2$ che permette di ottenere per i provini *as-built* analizzati bassi valori di sforzi residui, uniti con densità prossime al 100% e proprietà meccaniche in linea con quelle presenti nelle schede tecniche.

Solitamente diversi materiali presentano nelle condizioni *as-built* le massime tensioni residue di trazione lungo la direzione di costruzione (asse Z) subito sotto la superficie superiore, seguite da zone in cui le tensioni residue diventano di compressione nel cuore del pezzo e nuovamente di trazione nella superficie inferiore. [22] Tramite metodi non distruttivi di diffrazione dei raggi X è stato possibile misurare il valore delle tensioni residue su campioni di piccole dimensioni prodotti mediante SLM di acciai inossidabili e Ti6Al4V dimostrando che, oltre ad essere maggiori subito sotto il top del campione, le tensioni di trazioni sono inoltre superiori lungo la direzione di scansione rispetto alla sua perpendicolare, quindi maggiori sul *Top* rispetto al *Lateral*. [26]

Rispetto a quelli elaborati con la tecnica SLM, i componenti prodotti mediante EBM presentano valori più bassi di tensioni residue e questo, come anticipato precedentemente, grazie alle velocità

di raffreddamento minori ottenute con il preriscaldamento della camera e dello strato di polvere depositato unito alle condizioni di sottovuoto spinto. È possibile notare le velocità di raffreddamento più basse anche analizzando la microstruttura, giudicando la caratteristica di solidificazione ottenuta ad esempio tramite la spaziatura che intercorre fra i bracci delle dendriti. Grazie alle velocità di raffreddamento più basse è possibile dissipare il calore in più tempo non causando così shock termici e quindi ridurre le tensioni residue. [21] Per quanto riguarda l'Inconel 718 sono state rilevate e confrontate le tensioni residue presenti in campioni *as-built* prodotti tramite le due tecnologie EBM ed SLM, mediante la tecnica non distruttiva delle diffrazioni neutroniche. Dallo studio effettuato è stato visto che:

- Le tensioni residue sono complessivamente di minore entità per i componenti prodotti mediante EBM;
- L'entità delle tensioni residue cambia in maniera differente per i due processi spostando l'analisi dalla parte superiore del campione a quella inferiore più vicina ai supporti ed alla piattaforma di costruzione, passando per il cuore del pezzo;
- Vi è la presenza di tensioni di trazione nel cuore della parte prodotta con EBM contro sollecitazioni di compressione per quella prodotta mediante SLM.

La variazione dell'entità delle tensioni residue nel componente può essere legata anche alla densità di energia fornita ad una specifica area. La densità di energia varia da tecnica a tecnica, poiché queste richiedono dei parametri di input diversi. Pertanto, è ragionevole che si verifichino differenti tendenze di stress residuo confrontando le due tecniche di SLM e EBM. La densità energetica è importante per costruire una parte densa con una porosità minima e sia SLM che EBM vi sono set di parametri standardizzati in funzione della lega lavorata ed in funzione del campo di applicazione del componente, che permettono inoltre di ottimizzare la densità di energia fornita a specifiche aree di costruzione. Un altro parametro importante per l'ottimizzazione della costruzione che influisce sullo stress residuo è *l'hatch distance*. Sochalski-Kolbus *et al.* [27] hanno dimostrato le tensioni residue sono maggiori nelle regioni in cui si ha sovrapposizione dei pozzetti di fusione in quanto in queste aree avviene una rifusione. Tendenzialmente *l'hatch distance* utilizzato in SLM è inferiore rispetto a quella in EBM, e questo spiega il motivo per cui i componenti prodotti mediante EBM mostrano tensioni di trazione nelle parti centrali dove quelli prodotti mediante SLM mostrano un comportamento a compressione.

A causa di metodologie operative simili a quelle della tecnica SLM, anche i pezzi processati con DED presentano tensioni residue significative. Ad esempio Rangaswamy *et al.* [28] hanno studiato gli stress residui, utilizzando il metodo della diffrazione neutronica ed il metodo del contorno, generati su campioni di acciaio inossidabile 316L ed Inconel 718 prodotti mediante DED. Tensioni residue di trazione sono state osservate lungo i bordi ed allineate alla direzione di costruzione del campione, inoltre esse avevano un valore fra il 50% ed il 60% della resistenza allo snervamento nominale del materiale.

Anche il tempo di esposizione della parte alla sorgente di energia può rappresentare un metodo per ridurre od aggravare gli stress residui sul materiale. Stessi tempi di esposizione su materiali differenti possono generare però effetti opposti, ad esempio campioni prodotti mediante DED di Ti64 ed Inconel 625 presentano una tendenza esattamente opposta. L'aumento del tempo di raffreddamento durante il processo di deposizione genera tensioni residue inferiori sui componenti di Inconel 625, mentre la riduzione del tempo di raffreddamento per il Ti64 porta a livelli di stress più bassi grazie ad un rilassamento dovuto alla trasformazione della fase solida quando viene raggiunto un determinato livello di temperatura mediante il processo DED. [29]

2.6.2 Controllo e riduzione delle tensioni residue in AM metallico

Oltre ai classici metodi di misura visti fino a questo momento per ricavare il valore delle tensioni residue sui componenti prodotti mediante AM, negli ultimi anni c'è stato molto interesse nell'implementare nelle macchine dei sistemi che permettano di poter realizzare dei controlli in-situ al fine di poter misurare le tensioni residue interne e dedurre le distorsioni che subirà il pezzo durante la sua produzione. [24] I metodi di controllo in-situ potrebbero essere categorizzati in: [21]

- Controllo dei *feedback* in-situ;
- Controllo del gradiente termico;
- Controllo della strategia di esposizione;
- Controllo meccanico.

Il controllo dei *feedback* ha lo scopo di monitorare la costruzione della parte e in caso di problematiche di intervenire durante il processo al fine, ad esempio, di cambiare ed omogeneizzare la temperatura. Il monitoraggio della temperatura è molto importante in quanto sono proprio i gradienti di temperatura e le alte velocità di raffreddamento che causano le tensioni residue; quindi

soprattutto nei processi a letto di polvere vengono utilizzate delle termocamere per controllare il pozzetto di fusione, la deposizione, la distribuzione del letto di polvere e la sua temperatura al fine di identificare eccessi o mancanze durante la fusione. In tal modo è possibile generare un controllo a ciclo chiuso per garantire un campo di temperatura con distribuzione pressoché uniforme sulla superficie di costruzione, un gradiente termico ridotto e di conseguenza un valore ridotto delle tensioni residue. Tali controlli ad anello chiuso sono già ben consolidati nei processi DED nati prima delle tecniche a letto di polvere. [3] [21]

Tuttavia, il controllo a ciclo chiuso di parametri di processo quali la potenza del laser e la velocità di scansione in tempo reale ad oggi è molto complicata a causa di ambienti di lavoro difficili in SLM o EBM ed a causa di un gran numero di dati da elaborare. Il metodo più applicato ed efficace attualmente per diminuire le tensioni residue in-situ è quello del controllo del gradiente termico che mira a ridurre il coefficiente termico all'interno del componente durante il processo mediante il riscaldamento della piattaforma od il preriscaldamento del letto di polvere. Il riscaldamento della piattaforma di costruzione ad oggi è largamente utilizzato e disponibile su quasi tutte le macchine di SLM e permette di ottenere un prodotto finale detensionato e privo di cricche. Risultati importanti sono stati ricavati per la lega di alluminio AlSi10Mg dove un preriscaldamento della piattaforma di costruzione ad una temperatura di 200°C ha portato ad una notevole riduzione della tensione residue sul componente *as-built*. [30] Per quanto riguarda invece il preriscaldamento del letto di polvere ad oggi questo viene fatto solo sulle macchine EBM e consente, come detto precedentemente, di avere valori di tensione di ordini di grandezza inferiore rispetto a quelle degli stessi campioni prodotti mediante SLM. Ricercatori hanno realizzato delle macchine SLM sperimentali in cui è stato implementato un riscaldatore del letto di polvere personalizzato per una macchina a letto di polvere laser commerciale, per studiare l'effetto del preriscaldamento dello strato di polvere sulle tensioni residue. La sollecitazione principale massima diminuisce all'aumentare della temperatura di preriscaldamento del letto e per temperature superiori o uguali a 570°C si avrebbero tensioni residue pari a zero o addirittura la generazione di tensioni residue di compressione vantaggiose per le prestazioni a fatica del componente per molti materiali processabili tramite AM. [31]

Il controllo della strategia di scansione e della tipologia di esposizione utilizzata consente anche di ridurre le tensioni residue. Le macchine Concept Laser hanno implementato un sofisticato ed innovativo sistema di controllo del processo registrato con il nome di *LaserCUSING*, in cui il

modello di scansione del laser viene gestito e controllato attraverso un algoritmo al fine di minimizzare gli stress residui ed ottenere un componente sia denso sia con buone qualità superficiali. [3] [21]

Oltre che con i metodi di controllo è possibile ridurre le tensioni residue già in fase di progettazione durante la messa in macchina del componente orientandolo e supportandolo al fine di ridurre gli stress durante la costruzione, oppure mediante dei post trattamenti termici. I trattamenti termici di solubilizzazione seguiti da invecchiamento sono quelli più utilizzati sui componenti *as-built* per omogenizzare la microstruttura e personalizzare le proprietà meccaniche. In particolare i trattamenti termici di distensioni, effettuati a temperature più basse o prossime a quelle di solubilizzazione del materiale lavorato, permettono di ridurre le tensioni residue o addirittura annullarle. [3] [21]

Si riporta di seguito quanto ottenuto nel caso di campioni prodotto mediante SLM di una lega di acciaio, sottoposti a trattamenti termici di distensione. I pezzi, ancora attaccati alla piattaforma di costruzione, sono stato messi per 1h all'interno di un forno a muffola ad atmosfera non controllata e per ogni prova è stata modificata la temperatura di trattamento partendo da 500°C ed arrivando a 700°C con successivo raffreddamento avvenuto in aria. La Figura 13 mostra la relazione fra la temperatura del trattamento e le tensioni residue presenti nei primi strati del componente; si evince come per il materiale analizzato aumentando la temperatura del trattamento si ha una riduzione degli stress, in particolare per temperature superiori ai 600°C si ha una riduzione delle tensioni residue rispetto a quelle *as-built* del 70%. [32]

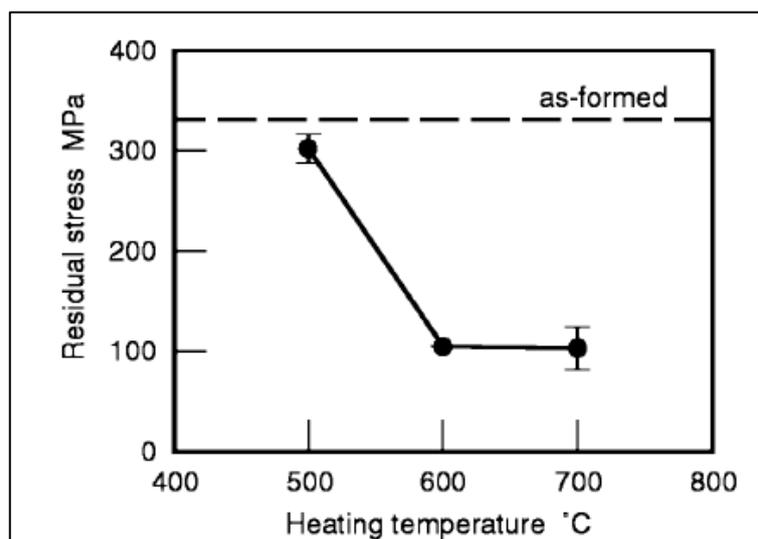


Figura 13: Relazione fra temperatura del trattamento termico di distensione e le tensioni residue. [32]

2.7 Superleghe

Fin dall'inizio del Novecento con la nascita delle prime turbine a gas per la produzione di energia elettrica ed in seguito con l'avvento delle due grandi guerre, nacque il bisogno di lavorare con dei materiali più performanti che garantissero elevate proprietà meccaniche e resistenza alla corrosione soprattutto ad alte temperature.

L'origine del termine Superleghe non è ben definito, i primi studi su questi materiali si riferivano a materiali chiamati "Leghe resistenti al calore" o "Leghe ad alta temperatura". Il nome "Superleghe" comparì dopo il 1940, come categoria di leghe metalliche molto ampia progettate per conservare una buona resistenza meccanica ed a corrosione anche a temperature attorno ai 1200°C, molto utili in campo aeronautico e/o aereospaziale.

Ebbero un notevole successo anche grazie allo sviluppo tecnologico dei processi produttivi per la realizzazione di componenti e dei trattamenti termici per il miglioramento delle proprietà. Nel 1929 venne scoperto uno dei principali processi di rinforzo, l'indurimento per precipitazione dovuto alla presenza di alluminio e titanio che portavano un incremento delle proprietà meccaniche a temperatura ambiente e ad alte temperature. Dal 1950 in poi vennero messe a punto le nuove tecniche di fusione a induzione sottovuoto che migliorarono la qualità delle leghe prodotte tramite la riduzione della quantità di impurezze presenti. L'introduzione della metallurgia delle polveri permise inoltre di ridurre le lavorazioni di finitura e rese poi possibile la realizzazione del rafforzamento per dispersione di ossidi. Miglioramenti significativi vennero fatti anche attraverso l'introduzione di processi per la solidificazione direzionale, che culminarono nella produzione di superleghe monocristalline particolarmente adatte alle esigenze delle palette aeronautiche. [33] Oggi grazie all'AM è possibile sfruttare al massimo le proprietà specifiche di tali materiali con la realizzazione di forme complesse in un unico passo evitando in tal modo problemi dovuti a saldature e alla scarsa lavorabilità di tali leghe.

In generale le superleghe sono quindi delle leghe che:

- Sono ricche di almeno un elemento fra nichel, cobalto e ferro con l'aggiunta di molti altri (è possibile trovare superleghe in cui si hanno anche più di 10 elementi);
- Mantengono una stabilità strutturale, resistenza e proprietà meccaniche anche ad elevate temperature ($T > 450^{\circ}\text{C}$) in ambienti ossidanti ed aggressivi.

2.7.1 Classificazione delle Superleghe

Le superleghe vengono classificate in base alla loro composizione chimica e per tale motivo si possono distinguere tre tipologie di superleghe in base al metallo predominante. Si hanno:

- Superleghe base ferro;
- Superleghe base nichel;
- Superleghe base cobalto.

Le superleghe a base ferro si sono evolute dagli acciai inossidabili austenitici e si basano sul principio di combinare un materiale con una matrice FCC chiusa con un rinforzamento per soluzione solida e la precipitazione di elementi. La matrice austenitica contiene nichel e ferro, con almeno il 25% nella composizione in nichel per stabilizzare la fase FCC, e gli elementi come il cromo vengono utilizzati per il rinforzamento per soluzione solida. [34] Le superleghe base ferro sono meno costose rispetto a quelle base nichel e base cobalto e possono essere di tre tipologie: leghe che subiscono un rinforzamento tramite una trasformazione di tipo martensitica; leghe austenitiche che vengono rinforzate tramite trattamenti termici con cicli di riscaldamento e raffreddamento; leghe austenitiche rinforzate tramite meccanismo di rinforzamento per precipitazione. Molti metallurgisti considerano solo l'ultimo gruppo come superleghe, le altre due vengono categorizzate come leghe ad alta temperatura e leghe ad alta resistenza. Tali leghe sono caratterizzate da elevate proprietà meccaniche e di resistenza sia a temperatura ambiente sia ad alte temperature, resistenza a creep, all'ossidazione, alla corrosione ed all'usura. La massima resistenza all'usura si ottiene nelle leghe della famiglia 611,612 e 613 utilizzate in cuscinetti per aeromobili e parti soggette a contatto strisciante, la resistenza alla corrosione invece si ha con l'aggiunta di cromo. Le leghe austenitiche sono molto più difficili da lavorare rispetto a quelle martensitiche dove la lavorabilità migliora tramite trattamenti di invecchiamento. Inoltre le leghe di tipo martensitico vengono utilizzate a temperature sotto i 540°C dove invece trovano un giusto impiego quelle austenitiche. [33]

Le superleghe base nichel sono ritenute dai metallurgisti le più interessanti ma allo stesso tempo le più complesse. [35] Queste sono anche le più usate nella realizzazione di turbine a gas per l'aviazione militare e non, nelle centrali per la generazione di energia elettrica e per la propulsione navale. Trovano larga applicazione anche nell'industria dell'oil & gas, nei veicoli spaziali,

dispositivi utilizzati in impianti per trattamenti chimici e scambiatori di calore. Le superleghe base nichel sono caratterizzate da una matrice FCC di nichel ad alta stabilità e hanno la capacità di essere rinforzate in vari modi; la stabilità superficiale del nichel viene migliorata grazie all'aggiunta di cromo e/o alluminio e nelle leghe di ultima generazione vi sono metalli come il renio ed il rutenio che garantiscono le proprietà desiderate alle elevate temperature. Per tale motivo il costo delle superleghe base nichel di nuova generazione è molto più alto (fino a 5 volte) rispetto a quello degli acciai utilizzati per la realizzazione di parti delle turbine. [33]

Le superleghe base cobalto vengono utilizzate in presenza di elevate temperature superiori a 1100°C, ad esempio in componenti presenti nella camera di combustione. Tali superleghe possiedono proprietà meccaniche e di resistenza inferiore rispetto a quelle base nichel, ma mantengono tali proprietà invariate a temperature più elevate. Derivano tale caratteristica dalla presenza nei bordi di grano di carburi di materiali refrattari quali ad esempio Mo e W. Oltre alla presenza di questi carburi refrattari tali superleghe contengono anche un alto livello di cromo che le rende resistenti alla corrosione in presenza di gas di scarico caldi, dove il cromo reagisce con gli atomi di ossigeno per formare un strato che protegge la lega dai gas corrosivi. [33]

2.7.2 Campi di applicazione delle Superleghe

Come detto precedentemente le Superleghe trovano applicazione soprattutto ad alta temperatura per componentistica di aeromobili, impianti chimici e petrolchimici. Per tale motivo vengono utilizzate per: [33]

- Turbine di aeromobili ed impianti terrestri, dove le parti non rotanti e soggette a bassi livelli di stress dinamico vengono realizzate con superleghe base cobalto. Inoltre avendo un coefficiente di espansione termica inferiore e una migliore conduttività termica rispetto alle superleghe di nichel, le leghe di cobalto sono candidate per le applicazioni in cui la fatica e lo stress termico diviene il principale problema di progettazione;
- Impianti biomedici, dove le leghe Co-Cr-Mo permettono di avere un'elevata resistenza, una buona duttilità, un'ottima resistenza a corrosione ma soprattutto biocompatibilità;
- Turbine a gas, soprattutto nelle aree in cui è richiesta resistenza ad alta temperatura, resistenza a creep, resistenza alla corrosione ed all'ossidazione. Questo avviene nelle zone in cui, tramite una combinazione di alte pressioni e temperature, si raggiungono condizioni

vicine a quelle di fusione di molti materiali. Il diagramma seguente mostra quali tipologie di leghe e dove queste vengono utilizzate all'interno di un turbogas:

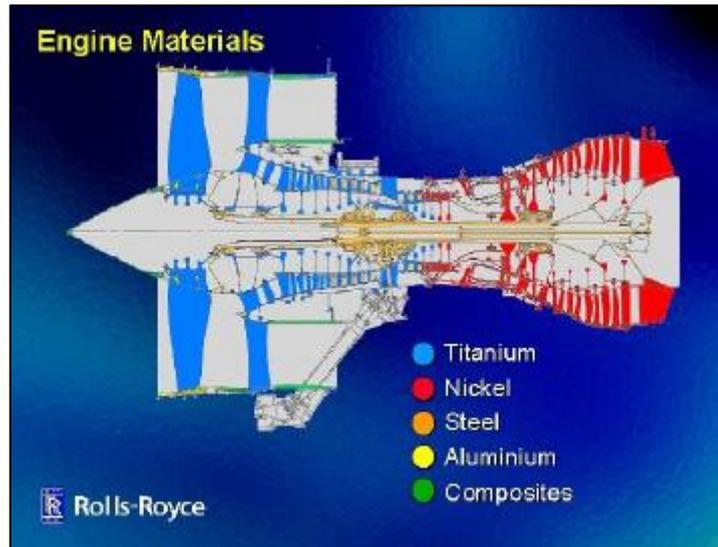


Figura 14: Schema dei materiali utilizzati per la realizzazione di un turbogas. [33]

- Industria dell'oil & gas, dove a causa degli ambienti corrosivi stanno riscuotendo un interesse sempre più crescente le superleghe base nichel. Spesso livelli significativi di acido solfidrico, anidride carbonica, cloruri e zolfo libero uniti ad alta pressione e temperature sopra i 200°C richiedono l'uso di superleghe base nichel come l'Inconel 718, 725 e 925 che contengono cromo e molibdeno che permette la resistenza a corrosione.

2.8 Inconel 718

L'Inconel 718 è una superlega base nichel austenitica sviluppata intorno al 1950 dalla *International Nickel Corporation*. Grazie alla sua facilità ed economicità di fabbricazione trova largo impiego in una vasta gamma di applicazioni, infatti mantiene le sue proprietà meccaniche anche ad elevate temperature, un'eccellente resistenza alla corrosione ed una buona saldabilità. Viene utilizzata nel settore aerospaziale, per la produzione di parti dei turbogas, nella produzione di energia e per la produzione di componentistica nell'industria nucleare e di raffinazione e produzione di petrolio. [13] [36]

La composizione chimica della lega di Inconel 718 è riportata in Tabella 2: [36]

Tabella 2: Limiti di composizione chimica dell'Inconel 718. [36]

Elemento	% di contenuto in massa
Ni	50.0 – 55.0
Cr	17.0 – 21.0
Fe	18.5
Mo	2.8 – 3.3
Nb	4.75 – 5.5
Co	1.0
Mn	0.35
Cu	0.2 – 0.8
Al	0.65 – 1.15
Ti	0.3
Si	0.35
C	0.08
S	0.015
P	0.015
B	0.006

L'Inconel 718 viene rinforzato tramite la precipitazione di due fasi all'interno di una matrice con struttura cristallina cubica a facce centrate con composizione media NiAl denominata γ . Queste fasi sono:

- γ' , costituita da precipitati aventi una struttura coerente con la matrice γ contenenti Ni, Al, Ti, Ta ed aventi una composizione $Ni_3(Al,Ti)$;
- γ'' , costituita da precipitati più piccoli rispetto a quelli di γ' dell'ordine dei nanometri, solitamente coerenti con la fase γ con composizione Ni_3Nb .

Altra fase presente è quella δ la cui temperatura di precipitazione è compresa in un intervallo di temperatura fra i 750-1020 °C. La fase δ è incoerente con la matrice γ e quantità moderate a bordo grano sono utili per affinarne la dimensione ed impedire dunque il movimento delle dislocazione aumentando così le proprietà meccaniche della lega. Grandi quantità di fase δ a bordo grano però diminuiscono gravemente la resistenza e la plasticità del materiale. [37]

Il rapido sviluppo tecnologico imposto dall'industria moderna e la riduzione dei costi richiesta nei campi in cui questa superlega viene utilizzata, ha aumentato la richiesta di componenti di Inconel 718 con geometrie complesse, alta precisione e proprietà meccaniche customizzate in funzione dell'applicazione.

2.8.1 Microstruttura dei componenti as-built di Inconel 718 prodotti mediante SLM

In Figura 15 si riporta un'immagine rappresentante la microstruttura di un cubetto di Inconel 718 prodotto mediante SLM lungo i tre piani XY, XZ e YZ:

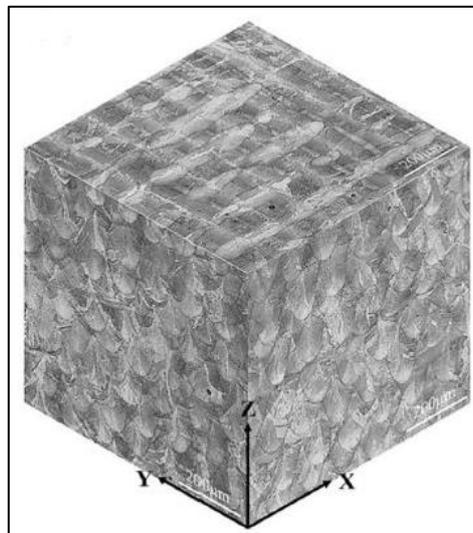


Figura 15: Microstruttura cubetto di Inconel 718 prodotto mediante SLM lungo i piani XY, XZ e YZ. [38]

Considerando il piano XZ è possibile notare la presenza di pozzetti di fusione, come degli archi diretti lungo la direzione di costruzione (asse Z in figura) e risultato del fatto che la curva di densità di energia durante la fusione non è costante ma segue un andamento gaussiano. I grani hanno una struttura colonnare e diretta lungo la direzione di costruzione, perpendicolare a quella di fusione (asse X in figura), ed è possibile vederli crescere anche lungo più strati. Questa struttura colonnare è tipica dei processi ad alta energia, dove il materiale allinea i grani in funzione della direzione del gradiente di temperatura che si genera.

La direzione di crescita delle dendriti varia a seconda della regione analizzata a causa del flusso termico che si genera all'interno del pozzetto di fusione. Ogni grano contiene dendriti che hanno la stessa direzione di crescita. Le dendriti presenti sono di due tipi: colonnari e cellulari. [39] [38]

Inoltre le proprietà meccaniche dei campioni *as-built* di Inconel 718 prodotti mediante SLM possono essere migliori rispetto a quelle del materiale prodotto per colata, anche dopo aver effettuato i trattamenti termici. Purtroppo però gli elevati gradienti termici e le alte velocità di solidificazione del processo SLM, legate alla scarsa diffusibilità del Nb e del Mo, causano delle segregazioni interdendritiche di questi metalli nei componenti *as-built*. Il risultato di tali segregazioni è la formazione di fasi di Laves $(\text{Ni, Fe, Cr})_2(\text{Nb, Mo, Ti})$ lungo i bordi di grano ed i pozzetti di fusione con conseguente deterioramento delle proprietà meccaniche della lega. Al fine di dissolvere questa fase dannosa, omogeneizzare la microstruttura e la composizione chimica, vengono effettuati sui componenti prodotti tramite AM dei trattamenti termici di solubilizzazione che sono preparativi per i successivi trattamenti di invecchiamento importanti per ottenere il picco della resistenza della lega grazie alla precipitazione di γ' e γ'' prima descritte. [39]

2.8.2 Trattamenti termici su Inconel 718

I trattamenti termici attualmente più diffusi sull'Inconel 718 e soprattutto sui pezzi prodotti mediante SLM sono: [40]

- Solubilizzazione a 980°C per 1h e raffreddamento in aria o argon con successivo doppio Invecchiamento con temperature comprese fra 620°C e 820°C;
- Solubilizzazione a 1065°C per 1 h e raffreddamento in aria o argon con successivo doppio Invecchiamento con temperature comprese fra 620°C e 820°C.

La solubilizzazione è un trattamento preparatorio dell'invecchiamento ed induce una ricristallizzazione del materiale aumentando la dimensione dei grani interni con una conseguente modifica delle sue proprietà; in particolare dalla relazione di Hall-Petch si sa che un materiale a grani fini è più duro e resistente di uno a grani grossi e quindi un aumento della dimensione dei grani permette un aumento di duttilità. Il successivo invecchiamento porta alla formazione di precipitati che bloccano il movimento delle dislocazioni rafforzando così il materiale. [13] Inoltre tale trattamento permette di omogeneizzare la composizione chimica garantendo che i precipitati si formino in modo omogeneo all'interno del materiale.

Secondo letteratura si evince che temperature comprese tra 980°C e 1130°C portano ad una parziale ricristallizzazione del materiale, dove la microstruttura dendritica del componente *as-built* viene sostituita da una che possiede regioni ricristallizzate. I grani mantengono l'orientazione iniziale di crescita del campione nonostante la parziale ricristallizzazione. Aumentando la temperatura di solubilizzazione o il tempo del trattamento si ha la completa ricristallizzazione del materiale con i grani che diventano grossolani ed equiassici. L'elevata velocità di solidificazione durante il processo SLM impedisce la macrosegregazione del Nb e quindi la dimensione della fase di Laves è molto più piccola rispetto a quella presente in Inconel 718 prodotto tramite tecniche convenzionali, il che rende più facile ed a temperature più basse la sua dissoluzione. Effettuando trattamenti di solubilizzazione con temperature comprese fra i 980°C ed i 1030°C è possibile trovare ancora delle fasi di Laves nelle regioni interdendritiche, che vengono completamente dissolte a 1080°C. Tale temperatura però non permette ancora di ottenere una struttura totalmente omogenea. [38]

Dopo trattamento di solubilizzazione la durezza del campione è inferiore rispetto a quella nella condizione *as-built* e questo è correlato all'aumento della dimensione dei grani ed alla ricristallizzazione della struttura cristallina del materiale; infatti il valore della durezza si riduce passando da una temperatura di solubilizzazione di 980°C a una di 1230°C causa di una omogeneizzazione sempre più pronunciata. Sui componenti *as-built* l'alto valore di durezza e la maggiore resistenza è dovuta anche alla plasticizzazione causata dalla presenza delle tensioni residue, la solubilizzazione porta alla distensione di tali tensioni che unite all'ingrossamento dei grani portano alla riduzione di resistenza e durezza.

Il trattamento termico di invecchiamento sull'Inconel 718 è indispensabile per la precipitazione di γ' e γ'' ed ottenere il massimo delle proprietà meccaniche ad alta temperatura per questa superlega.

3 Materiali e metodi

3.1 Macchina SLM-EOSINT M270

I campioni di Inconel 718 analizzati sono stati prodotti con la tecnica SLM precedentemente descritta. La macchina utilizzata appartiene alla casa produttrice tedesca EOS GmbH ed è la *EOSINT Dual Mode version M270* mostrata in Figura 16:



Figura 16: Macchina EOSINT M270 Dual Mode version. [41]

La macchina converte la polvere, preventivamente preparata tramite processo di gas atomizzazione, in un solido attraverso fusione che avviene in atmosfera inerte di argon (Ar) utilizzando come fonte energetica un laser in fibra di itterbio (Yb+) che possiede una potenza massima di 200 W. La macchina possiede un'unica fonte laser e quindi si parla in questo caso di macchina "monolaser". La possibilità di variarne lo spot permette di avere una focalizzazione molto precisa ed una potenza costante su tutto lo strato da fondere trascurando così le variazioni d'angolo del fascio laser.

Si riportano in Tabella 3 i dati tecnici della EOS M270:

Tabella 3: Dati tecnici macchina EOSINT M270. [41]

Effective building volume (including building platform)	250 mm x 250 mm x 215 mm (9.85 x 9.85 x 8.5 in.)
Building speed (material-dependent)	2 - 20 mm ³ /s (0.0001 - 0.001 in ³ /sec.)
Layer thickness (material-dependent)	20 - 100 μm (0.001 - 0.004 in.)
Laser type	Yb-fibre laser, 200 W
Precision optics	F-theta-lens, high-speed scanner
Scan speed	up to 7.0 m/s (23 ft./sec.)
Variable focus diameter	100 - 500 μm (0.004 - 0.02 in.)
Power supply	32 A
Power consumption	maximum 5.5 kW
Nitrogen generator	standard
Compressed air supply	7,000 hPa; 20 m ³ /h (102 psi; 26.2 yd ³ /h.)
Dimensions (B x D x H)	
System	2,000 mm x 1,050 mm x 1,940 mm (78.8 x 41.4 x 76.4 in.)
Recommended installation space	approx. 3.5 m x 3.6 m x 2.5 m (137.9 x 141.8 x 100 in.)
Weight	approx. 1,130 kg (2,491 lb.)
Data preparation	
PC	current Windows operating system
Software	EOS RP Tools; Magics RP (Materialise)
CAD interface	STL. Optional: converter for all standard formats
Network	Ethernet
Certification	CE, NFPA

3.2 Produzione campioni

I campioni sono stati prodotti utilizzando una potenza del laser pari a 195 W, una velocità di scansione di 1200 mm/s e una distanza di scansione (*hatching distance*) di 0,09 mm. La strategia di esposizione utilizzata è quella classica della EOS in cui si ha la rotazione del fascio laser di 67° fra uno strato ed il successivo e questo permette sia di ridurre le tensioni residue ma soprattutto di avere omogeneità microstrutturale e di proprietà meccaniche lungo il piano perpendicolare alla direzione di scansione, definito sui *data sheet* come piano XY. [2] L'asse Z indica l'asse di crescita dei campioni ed è perpendicolare alla piattaforma di costruzione, l'asse X è l'asse lungo cui avviene la scansione e quindi lungo cui si muove il fascio laser ed è parallelo alla piattaforma di costruzione così come l'asse Y.

Sono stati prodotti 35 campioni cubici di dimensione 10 mm x 10 mm x 10 mm come mostrato in Figura 17:

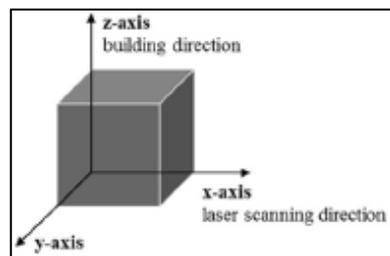


Figura 17: Rappresentazione campioni cubici di Inconel 718, con indicazione degli assi.

Oltre ai campioni cubici sono stati prodotti anche 7 provini con dei canali conformali interni, al fine di valutare la sinterizzazione della polvere all'interno di questi dopo i vari trattamenti termici.

Si riporta di seguito un'immagine mostrante i canali interni dopo aver sezionato il campione lungo il piano XZ:



Figura 18: Rappresentazione campione con canali conformali sezionato lungo piano XZ.

3.3 Trattamenti termici effettuati

Dopo aver studiato la microstruttura del materiale *as-built* e le sue tensioni residue, sui campioni rimanenti sono stati effettuati dei trattamenti termici a temperature differenti al fine di valutare il grado di distensione subito dal materiale ed inoltre le proprietà specifiche per determinate applicazioni. Le temperature scelte sono: 450°C, 600°C, 800°C, 900°C, 980°C e 1065°C per 1h con successivo raffreddamento in aria.

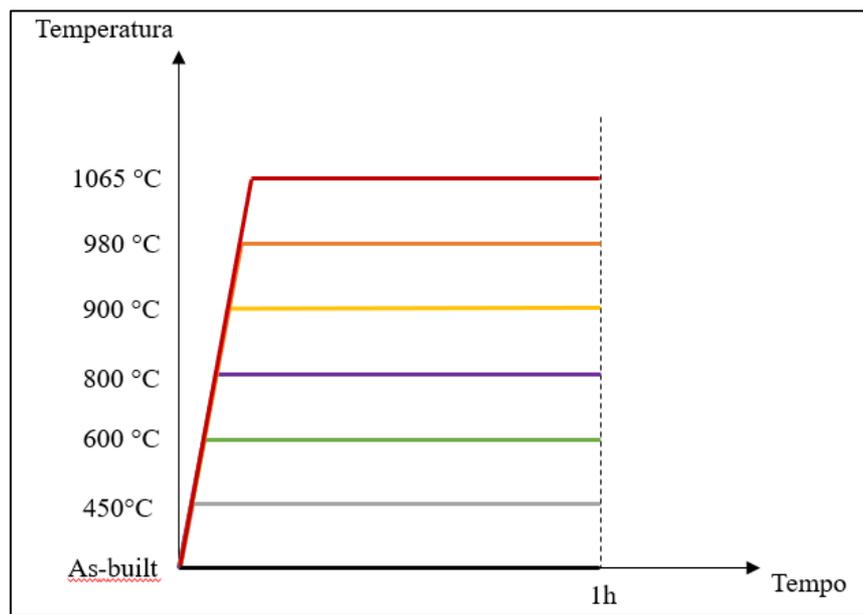


Figura 19: Trattamenti termici effettuati.

Tutti i trattamenti sono stati condotti all'interno di un forno a muffola.

3.4 Preparazione metallografica

Una volta terminati i trattamenti termici i campioni devono essere opportunamente preparati per essere osservati al microscopio ottico e a quello elettronico a scansione. Per fare ciò il processo di preparazione metallografica comprende i seguenti step:

- Sezionamento del campione tramite troncatrice; i campioni sono stati troncati con una lama diamantata lungo il piano ZY al fine di poterne analizzare la microstruttura lungo l'asse di crescita Z;
- Lucidatura della superficie che deve essere a specchio e liscia al fine di garantire un'ottima focalizzazione da parte del microscopio ed una buona visione delle caratteristiche superficiali del materiale. Durante tale fase sono state utilizzate in successione carte abrasive di carburo di silicio (SiC) di grana differente fino ad arrivare ad un *grit* 2400 (righe di dimensione di 10 μm). La lucidatura finale è stata eseguita tramite paste diamantate arrivando fino a 1 μm .

In Figura 20 viene mostrata la lucidatrice utilizzata.



Figura 20: Lucidatrice. [42]

- I campioni lucidati vengono attaccati tramite una soluzione acida nominata *Kalling's No.2* (100 ml etanolo, 100 ml acido cloridrico, 5 g cloruro rameico) e le superfici che devono essere visionate al microscopio vengono poste a contatto diretto con questa soluzione per un tempo pari a 45 sec. Questa tipologia di attacco chimico è utile perché attacca in maniera selettiva le fasi ed i bordi di grano del materiale permettendone la visibilità.

3.5 Microscopio ottico (OM)

Tramite un sistema di lenti permette di ingrandire l'immagine del campione, che viene illuminato con luce nell'intervallo spettrale del visibile. Questo può essere semplice (un solo sistema di lenti o addirittura una sola lente) o composto (almeno due sistemi, oculare ed obiettivo), e l'illuminazione può raggiungere il campione da dietro, attraversandolo (luce trasmessa), o esserne riflessa (luce riflessa). [43] Essendo il microscopio ottico utilizzato a luce riflessa, è stato necessario avere dei campioni perfettamente lucidati per garantire un funzionamento ottimale. Questa tipologia di microscopio permette di avere immagini di oggetti dimensionalmente collocate tra il millimetro ed il micrometro, e grazie a questo strumento è stato possibile valutare: la presenza di inclusioni, porosità o cricche; la dimensione, la forma e l'orientazione dei grani cristallini; la presenza dei melt pool e la distribuzione e la grandezza dei precipitati.

Il microscopio ottico utilizzato per il presente lavoro di tesi è MO Leica DMI 5000M, mostrato in Figura 21 ,con ingrandimenti a 100X, 200X e 500X per analizzare le variazioni della microstruttura a seguito dei differenti trattamenti termici.



Figura 21: Microscopio ottico Leica DMI 500M. [44]

3.6 Microscopio elettronico a scansione (SEM)

Il microscopio elettronico a scansione è un particolare tipo di microscopio elettronico e viene indicato con l'acronimo SEM dall'inglese *Scanning Electron Microscope*. Contrariamente al microscopio ottico questo microscopio non sfrutta la luce come sorgente di radiazioni ma vi è una sorgente elettronica, tipicamente un filamento incandescente di tungsteno o di esaboruro di lantanio, che emette un flusso di elettroni primari concentrato da una serie di lenti elettromagnetiche e deflesso da una lente obbiettivo. Quest'ultima, oltre a rifocalizzare ulteriormente il fascio, impone allo stesso una deflessione controllata, in modo da permettere la scansione di aree del campione. Uno dei possibili effetti prodotti dall'interazione fra l'elettrone e la materia è rivelato e trasformato in segnale elettrico che, trattato e amplificato, viene modulato in segnale televisivo; 1 pixel di un monitor monocromatico è associato ad 1 punto del campione ed è tanto più luminoso quanto più intenso è il segnale. L'ingrandimento è dato dal rapporto fra le dimensioni dell'immagine e le dimensioni della regione su cui è stata effettuata la scansione. Questi elettroni sono catturati da uno speciale rivelatore e convertiti in impulsi elettrici che vengono inviati in tempo reale ad uno schermo dove viene eseguita simultaneamente una scansione analogica. Il risultato è un'immagine in bianco e nero ad elevata risoluzione e grande profondità di campo, che ha caratteristiche simili a quelle di una normale immagine fotografica e per tale motivo le immagini SEM sono immediatamente intelligibili ed intuitive da comprendere. Il SEM deve operare sotto vuoto spinto con pressioni inferiori a 10^{-3} Pa ottenute tramite un sistema di pompe, e il campione deve essere conduttivo e messo a terra, in modo da poter allontanare dalla zona di analisi ogni possibile accumulo di carica che renderebbe impossibile l'osservazione. Campioni non conduttivi possono comunque essere osservati grazie a rivestimenti metallici, disidratando i campioni umidi oppure eseguendo l'operazione in maniera rapida in modo tale da evitare che l'accumulo di cariche vada a surriscaldare l'oggetto in questione. La progettazione della camera porta campioni è realizzata in maniera tale da facilitare la sostituzione del campione, mantenendo il sistema sotto vuoto spinto e facendo variare di poco la pressione da quella di esercizio a quella ambiente, inoltre il porta campione è mobile potendo muoversi lungo i tre assi X, Y e Z. [45]

Il SEM è stato utilizzato quindi per valutare dimensione e morfologia dei precipitati a seguito dei vari trattamenti termici.

Oltre alle informazioni ottenibili dagli elettroni, durante la prova vengono prodotti anche dei raggi X caratteristici che possono essere rilevati tramite dei sistemi EDS a dispersione di energia, o WDS a dispersione di lunghezza d'onda. La combinazione dei risultati ottenuti tramite EDS e SEM

permette di comprendere la composizione della struttura dei materiali. In particolare l'analisi EDS ha permesso di avere informazioni riguardo la composizione chimica dei vari elementi presenti nel campione ed in particolare è stata utilizzata per determinare la natura dei precipitati presenti nella lega.

Per il seguente lavoro di tesi è stato utilizzato il SEM Phenom.



Figura 22: SEM Phenom. [46]

3.7 Prove di durezza

In metallurgia per durezza si intende la resistenza che un materiale oppone alla penetrazione da parte di un materiale più duro, a seguito di una compressione localizzata generata da un carico che viene lentamente applicato nella direzione normale alla superficie da analizzare.

Per i materiali metallici quando parliamo di durezza intendiamo anche la loro resistenza alla deformazione plastica permanente. Esistono diverse scale per misurare la durezza dei materiali ma le tre più usate vi sono: la durezza Brinell, la durezza Vickers e la durezza Rockwell. Le durezze Brinell e Vickers vengono misurate basandosi sulla dimensione dell'impronta lasciata sulla superficie del provino, mentre la durezza Rockwell si basa sull'affondamento diretto dell'impronta. [47]

Per valutare la durezza dei campioni in condizione *as-built* e dopo i vari trattamenti termici è stata utilizzata la prova di Durezza Brinell, rispettando la normativa UNI EN 6506-1.

Per effettuare la prova viene utilizzato un penetratore di forma sferica di diametro 10 mm, la cui durezza deve essere confrontabile con quella del materiale del provino e quindi realizzato con acciaio indurito o carburo di tungsteno, che viene premuto sul campione con un determinato carico costante selezionato in base al materiale di cui è costituito il campione ed il diametro del penetratore (i carichi standard utilizzati vanno dai 500 ai 3000 kg, con incrementi di 500 kg).

Come nel caso della prova effettuata però possono essere utilizzati dei penetratori più piccoli, infatti quelli utilizzati sui campioni analizzati possiedono un diametro di 2,5 mm con un carico sui 62,5 kg circa.

Una volta rimosso il carico si valuta la dimensione dell'impronta lasciata sul provino. Ovviamente l'entità dell'impronta dipende dal carico applicato ed è importante non applicarne di troppo eccessivi e che facciano penetrare la sfera di una profondità superiore al suo raggio perché la prova non sarebbe valida. Il tempo di penetrazione varia in funzione del materiale studiato (nel caso di Inconel viene utilizzato un tempo compreso fra i 10 e 15 sec) e la superficie su cui si effettua la prova deve essere precedentemente lucidata per eliminare lo strato di ossido superficiale che si genera sul campione dopo trattamento termico e per renderla piana, facendo attenzione però a non scaldare eccessivamente il pezzo e indurre deformazione durante la lavorazione di lucidatura. La durezza Brinell viene calcolata tramite la seguente equazione:

$$HB = \frac{0,102 * 2P}{\pi D * (D - \sqrt{D^2 - d^2})}$$

Dove:

- P è il carico applicato [N];
- D diametro del penetratore (mm);
- d diametro dell'impronta (mm).

I vantaggi di tale prova sono la rapidità, il basso costo, la possibilità di poter riutilizzare il componente in quanto è una prova non-distruttiva. In più avendo il valore di durezza Brinell è possibile dedurre facilmente altre proprietà meccaniche del componente, come ad esempio il suo carico di rottura. [48]

3.8 Analisi XRD

La diffrazione dei raggi X (XRD) è una tecnica non distruttiva che fornisce informazioni sulla struttura cristallografica dei materiali. I raggi X sono una radiazione elettromagnetica a bassa lunghezza d'onda compresa tra 0,1 e 10 Å. Durante l'interazione radiazione elettromagnetica-materia, gli elettroni dell'atomo colpito dai raggi X, diventano a loro volta sorgenti di radiazione X avente la stessa lunghezza d'onda dell'onda incidente. Un cristallo è costituito da atomi disposti tridimensionalmente in maniera ordinata e, nel momento in cui un fascio di raggi X colpisce tali atomi, le onde da essi diffuse interferiscono fra loro dando origine a fenomeni di interferenza costruttiva o distruttiva tra onde a seconda che siano in fase o meno. In particolare si hanno interferenze di tipo costruttivo dei raggi diffusi rispetto ad un angolo θ (angolo tra il raggio incidente e il piano), se la differenza di lunghezza d'onda percorsa da due onde è uguale ad un numero intero di lunghezza d'onda. È possibile quindi definire la legge di Bragg come:

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

Dove n rappresenta l'ordine delle riflessioni che è un numero intero che moltiplicato per il seno di θ deve dare un numero minore o uguale a 1. La relazione di Bragg lega la lunghezza d'onda dei raggi X con la distanza interatomica d e l'angolo di diffrazione per interferenza costruttiva. Nella formula compare anche un coefficiente n che rappresenta l'ordine delle riflessioni, cioè un numero intero che moltiplicato per il seno di θ deve dare un valore minore o uguale a 1. [48] Le analisi sui campioni sono state effettuate utilizzando un diffrattometro che sfrutta la geometria Bragg-Brentano in riflessione e una sorgente di $\text{Cu K}\alpha$ (0.1540nm). Il pattern di diffrazione che si ottiene ha in ascisse l'angolo di diffrazione 2θ ed in ordinate l'intensità, il successivo riconoscimento delle fasi avviene mediante confronto della posizione dei segnali e della loro intensità con dei dati tabulati per cromo, ferro, nichel e carbonio.

3.9 Prove per determinazione delle tensioni residue tramite Metodo della Rosetta Forata (Hole Drilling Method)

Il metodo della rosetta forata consiste nella realizzazione di un foro con diametro nominale di 1,8 mm e nella contemporanea misura delle deformazioni rilasciate. L'esecuzione del foro, ovvero la rimozione del materiale, induce uno stato di non equilibrio delle tensioni interne che si manifesta in una deformazione locale del campione dovuta alla redistribuzione delle tensioni residue al fine di raggiungere un nuovo stato di equilibrio. Le deformazioni che si creano vengono misurate mediante una rosetta estensimetrica a tre rami e successivamente rielaborate mediante l'impiego di opportuni sistemi di calcolo, per ottenere la misura dello stress residuo presente all'interno del materiale.

Il sistema utilizzato per la prova è MTS3000-RESTAN (*Residual Stress Analyzer*) sviluppato, prodotto e commercializzato da SINT Technology, di cui si riporta un'immagine in Figura 23:



Figura 23: MTS3000-RESTAN della SINT Technology. [49]

Le prove sono state condotte seguendo la normativa ASTM E837-08 per stati di tensioni uniformi e non. Il RESTAN è costituito da un sistema optomeccanico che è il cuore del macchinario, dove nella testa dell'apparato optomeccanico vi sono sia il sistema di foratura che il sistema di centraggio e valutazione dell'eccentricità del foro eseguito. La turbina ad aria compressa ruota ad elevata velocità (350.000-400.000 rpm) permettendo di non indurre tensioni nel materiale durante l'esecuzione della prova. [20] L'avanzamento e l'identificazione dello zero (istante in cui la punta di foratura entra a contatto con il campione ed inizia la misura) sono stati fatti manualmente,

essendo il sistema utilizzato per la realizzazione della prova quello manuale e non automatico. Anche le acquisizioni ad ogni step sono state effettuate in maniera manuale.

I passi eseguiti per la realizzazione della prova sono stati i seguenti:

- Preparazione della superficie dove viene applicato l'estensimetro: tale superficie è stata lucidata utilizzando in successione carte abrasive di carburo di silicio (SiC) di grana differente fino ad arrivare ad un *grit* di 400, per eliminare lo strato di ossido superficiale e renderla piana. Durante il processo di lucidatura bisogna fare attenzione a non surriscaldare la parte al fine di non indurre deformazioni;
- Applicazione della rosetta estensimetrica a tre griglie radiali sulla superficie come riportato in Figura 24:

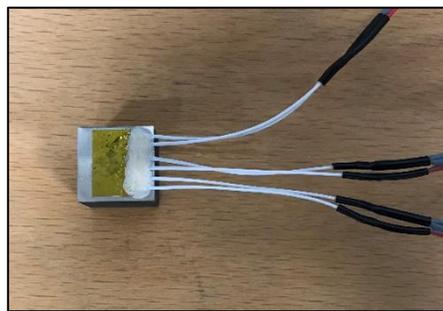


Figura 24: Applicazione della rosetta estensimetrica sul campione.

- Bloccaggio del campione sul banco di lavoro, centratura della punta di foratura sulla rosetta estensimetrica e collegamento dei cavi elettrici dell'estensimetro al sistema di misura come mostrato in Figura 25:



Figura 25: Preparazione del sistema per la prova.

- Esecuzione del foro e rilevamento delle deformazioni prodotte dal rilassamento delle tensioni residue, effettuando un'acquisizione ogni qualvolta la punta viene fatta scendere all'interno del campione di 0,25 μm ;
- Fine della prova e misurazione del diametro del foro e della sua eccentricità. Tali valori vengono inseriti all'interno di un software di calcolo insieme alle deformazioni elaborate per il calcolo delle tensioni residue presenti sul componente.

4 Risultati sperimentali

4.1 Analisi microstruttura campione As-built

La Figura 26 mostra la microstruttura della lega di IN718 nello stato *as-built*, ricavata al microscopio ottico con un ingrandimento 100X. Si osserva che il materiale presenta una buona densificazione e si notano soltanto dei pori isolati dalla forma sferica (rappresentati in nero).

L'analisi microstrutturale è stata eseguita lungo il piano XZ per osservare la microstruttura lungo l'asse di accrescimento Z.

Le immagini in Figura 26 mostrano quanto riportato in letteratura. [39] [38] Si vedono chiaramente i pozzetti di fusione creati dal passaggio del laser durante la fusione, questi sono parzialmente sovrapposti a causa della strategia di scansione con rotazione del fascio di 67° ad ogni passata. Inoltre si evince che la parziale rifusione dello strato sottostante e l'adesione fra gli strati è avvenuta in maniera ottimale.

La dissipazione del flusso termico lungo il campione dalla posizione più alta (soggetta alla fusione) verso la piattaforma, comporta la formazione dei grani colonnari perfettamente visibili già con un ingrandimento a 100X. Questi grani tendono ad attraversare più strati di polvere dato che il processo di rifusione coinvolge la fusione di più strati in contemporanea. [39] La lunghezza media di quelli misurati è di circa $170 \pm 5 \mu\text{m}$ con una larghezza media $25 \pm 3 \mu\text{m}$, però è possibile osservare delle zone che possiedono grani di dimensioni minori con una lunghezza media di $65 \pm 5 \mu\text{m}$ ed una larghezza media di $10 \pm 2 \mu\text{m}$.

La Figura 27 e mostra delle micrografie ottenute a più alti ingrandimenti 200X e 500X.

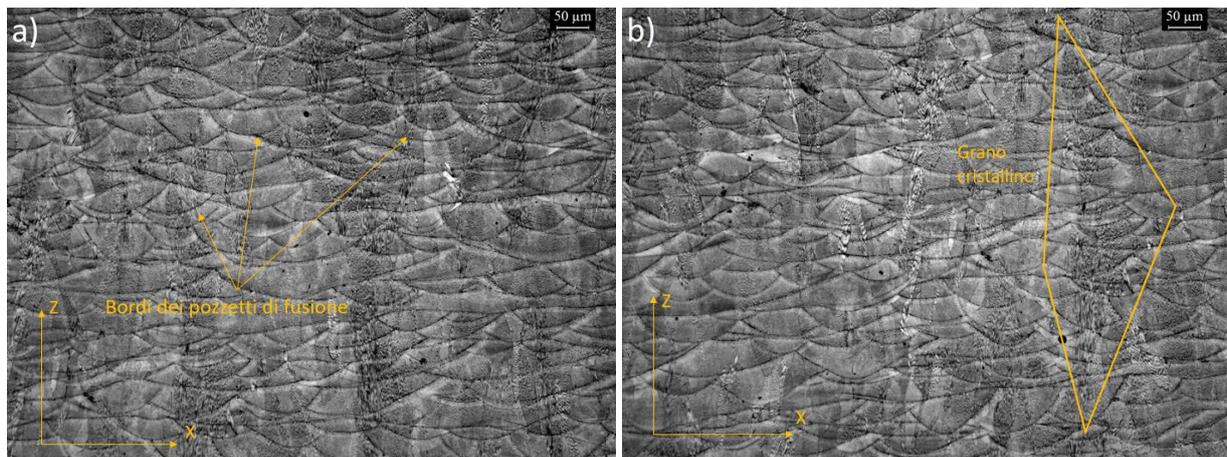


Figura 26: Immagini OM campione as-built ingrandimento 100X: a) evidenza dei bordi dei pozzetti di fusione; b) evidenza dei grani cristallini.

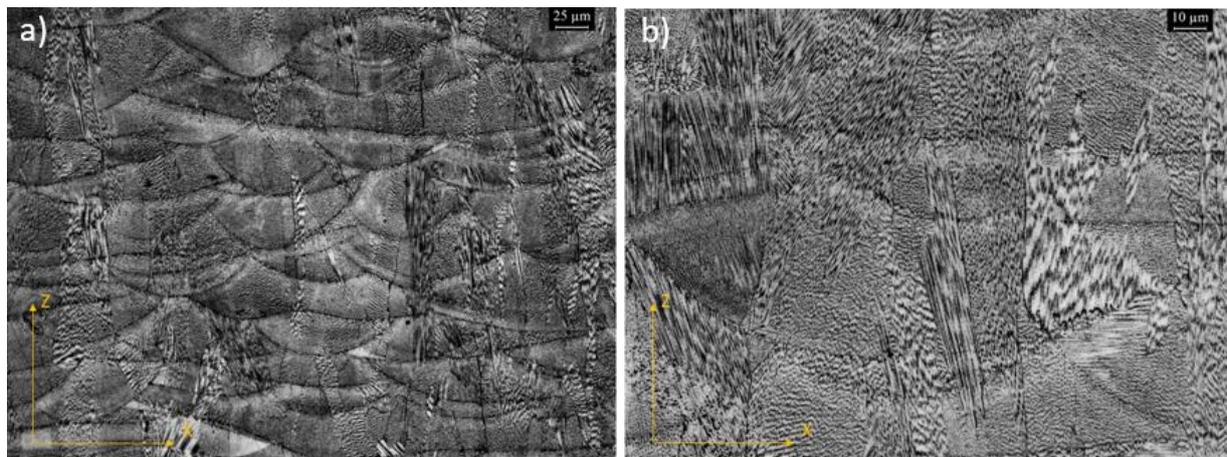


Figura 27: Immagini OM campione as-built: a) ingrandimento 200X; b) ingrandimento 500X.

Le analisi microstrutturali eseguite al SEM con ingrandimento 2500X sono mostrate in Figura 28a e 28b e con ingrandimento 5000X in Figura 29. In queste immagini è possibile osservare una microstruttura dendritica con la presenza di segregazioni e possibili fasi di Laves lungo le zone interdendritiche. Quanto visto è classico della microstruttura dell'IN718 *as-built* prodotto mediante SLM. [39]

In Figura 30 ad ingrandimenti 10000X si possono osservare meglio le strutture dendritiche all'interno dei grani cristallini, che, come riportato in letteratura, sono sia colonnari che cellulari e si presentano fini ed allungate con direzione di crescita che varia da grano a grano ed a seconda del flusso termico generato durante la fusione in quella regione. [39]

Nelle immagini SEM si osservano inoltre, lungo i pozzetti di fusione, dei punti neri che non sono precipitati ma zone più attaccate dalla soluzione acida utilizzata rispetto al resto del campione. Questo potrebbe derivare da una diversa composizione chimica presente in queste zone.

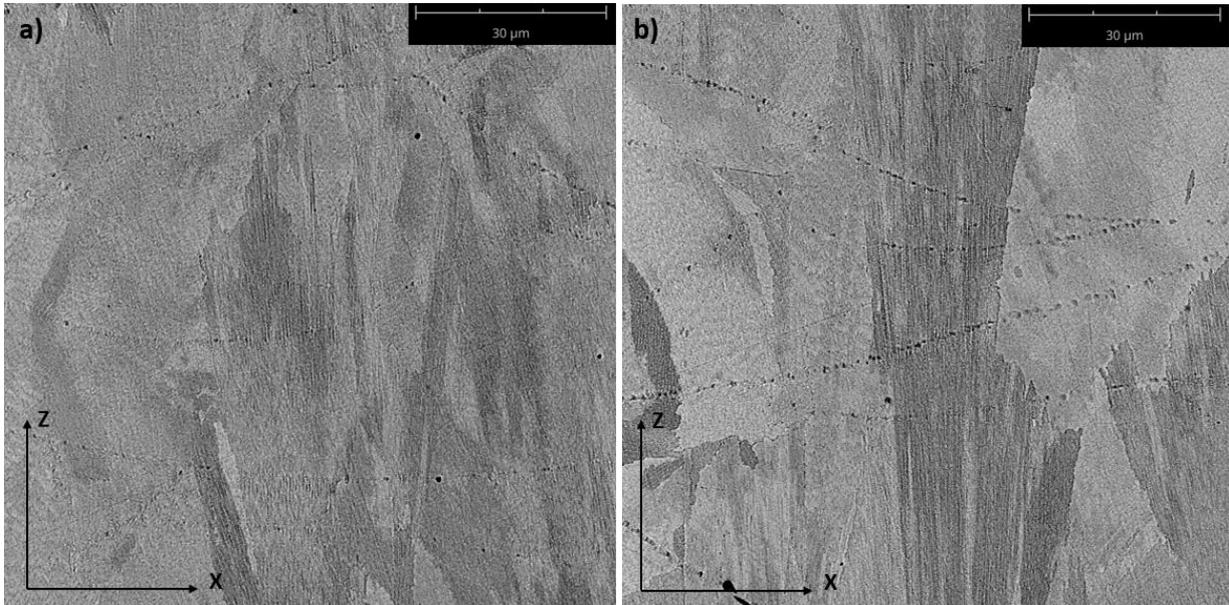


Figura 28: Immagini SEM campione as-built ingrandimento 2500X.

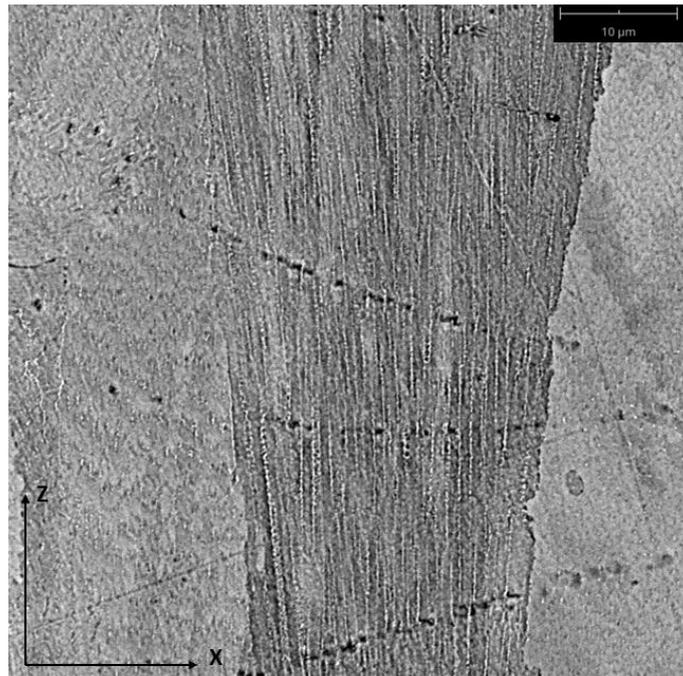


Figura 29: Immagine SEM campione as-built ingrandimento 5000X.

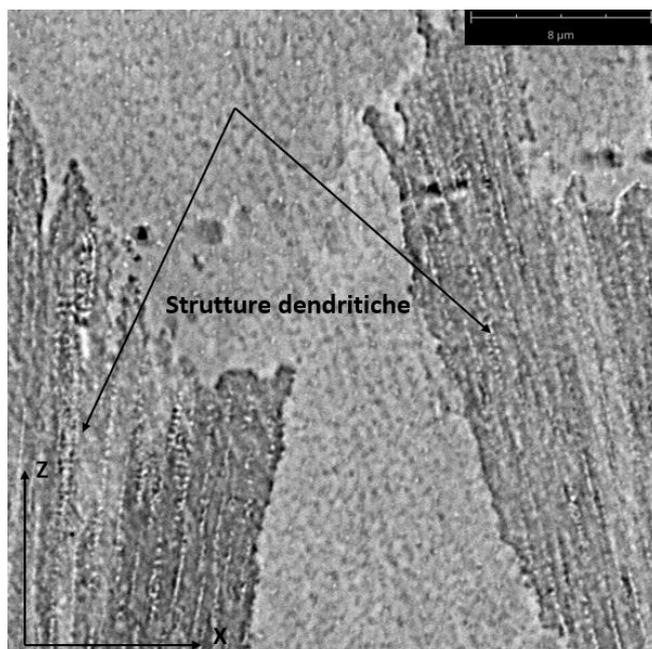


Figura 30: Immagine SEM campione as-built ingrandimento 10000X con evidenza delle strutture dendritiche.

Effettuando un'analisi EDS delle zone interdendritiche è possibile vedere l'aumento degli elementi Nb e Mo, causato dalla loro segregazione e che conferma quanto detto precedentemente. Inoltre si ha anche una riduzione della concentrazione di Ni, altro segnale che vi è segregazione.

La segregazione avviene in quanto durante la solidificazione del materiale questi elementi chimici diffondono più lentamente rispetto agli altri per cui tendono ad essere gli ultimi a solidificare finendo così nelle zone interdendritiche.

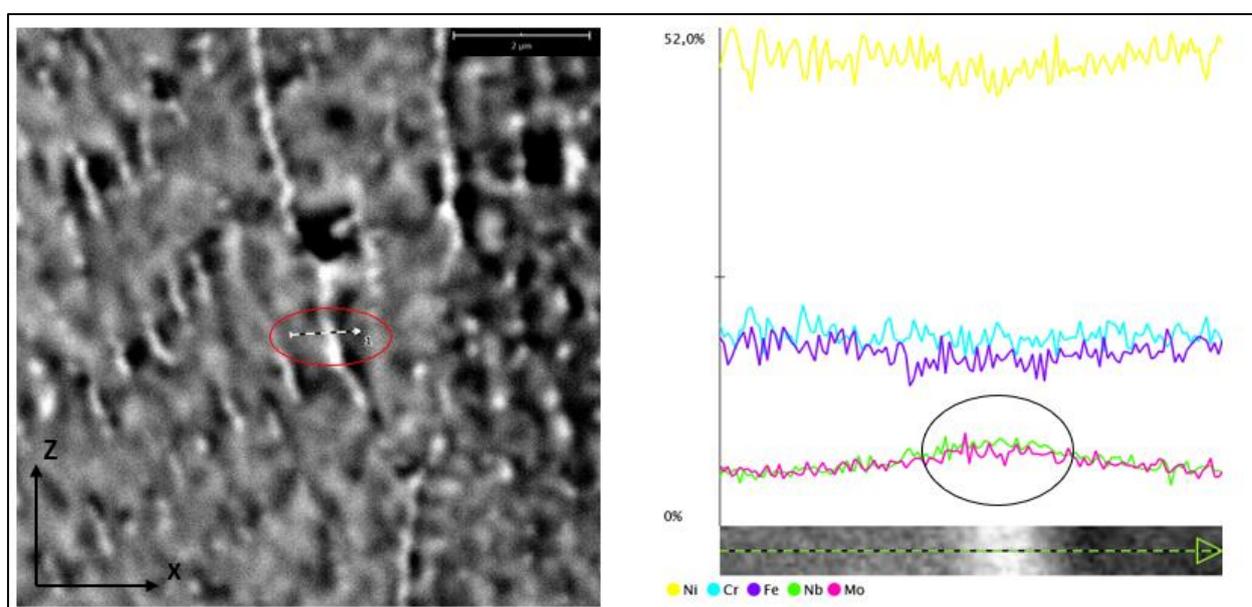


Figura 31: Analisi EDS regione interdendritiche campione as-built.

4.2 Analisi microstruttura campione dopo trattamento termico 450°C 1h e raffreddamento in aria

Dopo trattamento termico alla temperatura di 450°C per 1h e raffreddamento in aria, non si riscontra nessuna importante variazione microstrutturale. Le immagini ricavate al microscopio ottico mostrano infatti una microstruttura simile a quella del campione *as-built* con la presenza dei pozzetti di fusione e i grani colonnari diretti lungo Z. Anche i risultati ottenuti dalla misurazione della dimensione dei grani cristallini non si discostano molto da quelli della condizione *as-built*. Questo significa che la temperatura scelta e la durata del trattamento termico non sono stati sufficienti a realizzare modifiche strutturali dal punto di vista macroscopico.

Di seguito vengono riportate le immagini della microstruttura ottenute con vari ingrandimenti all'OM:

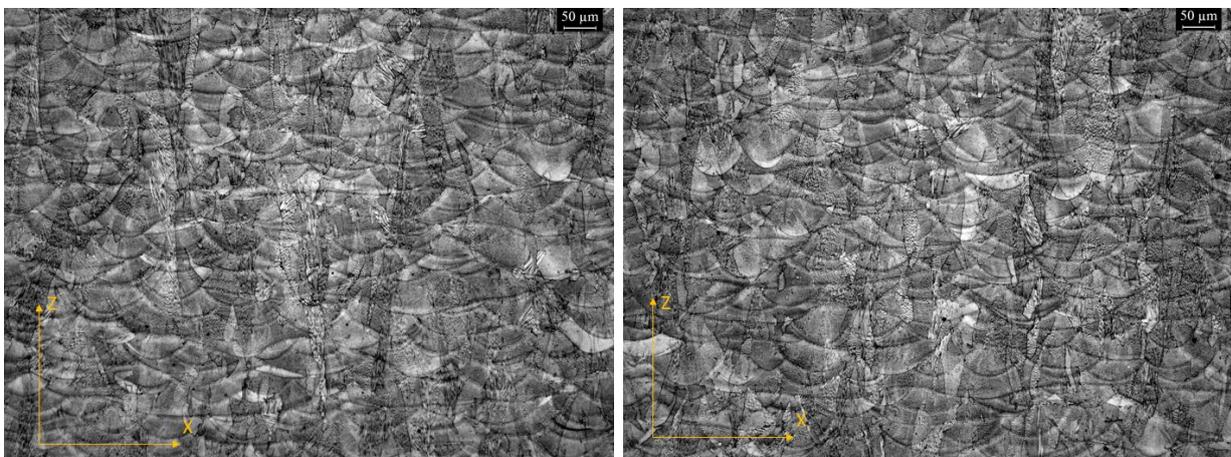


Figura 32: Immagini OM campione trattato termicamente 450°C ingrandimento 100X

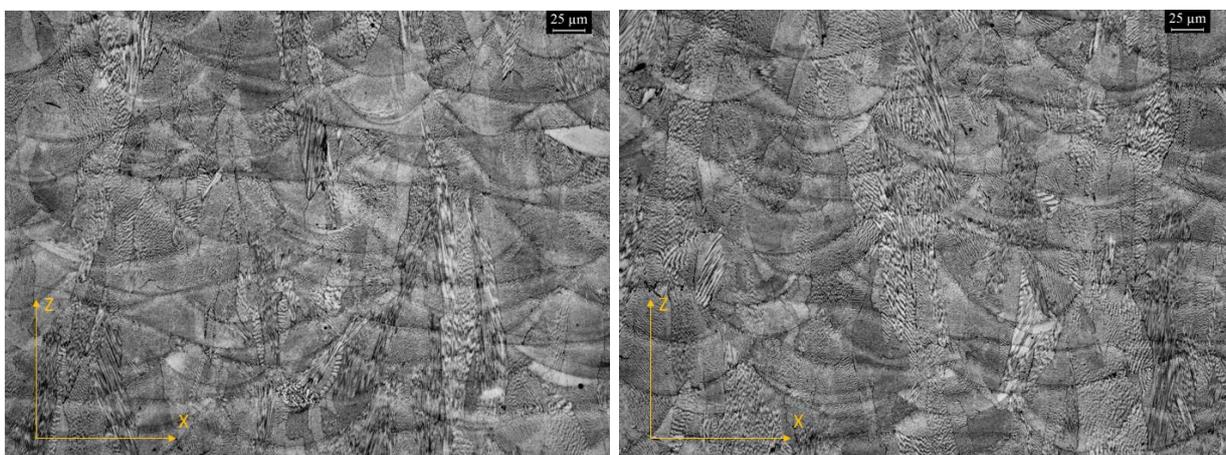


Figura 33: Immagini OM campione trattato termicamente 450°C ingrandimento 200X

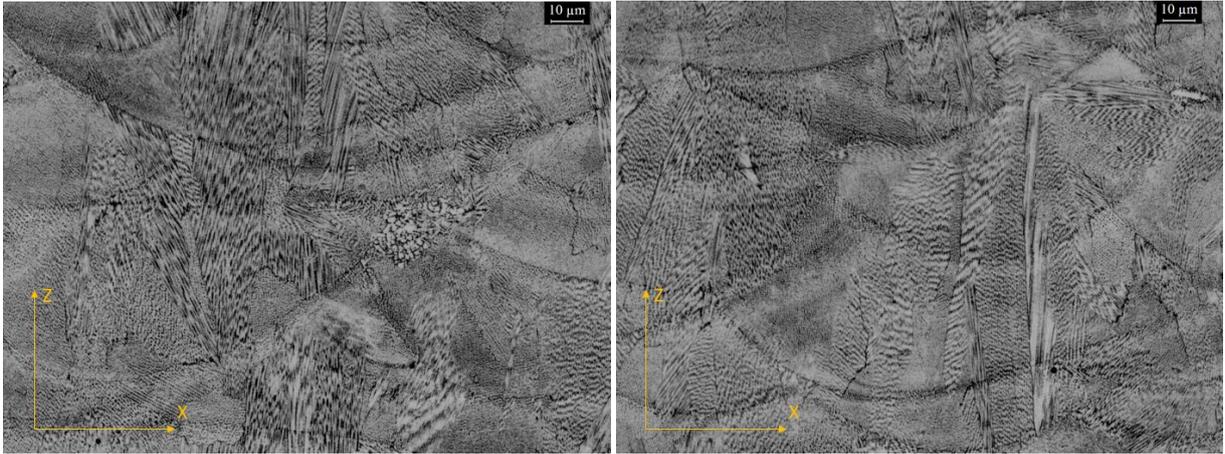


Figura 34: Immagini OM campione trattato termicamente 450°C ingrandimento 500X.

Dalle immagini prese al SEM si osserva una microstruttura simile a quella del campione *as-built*.

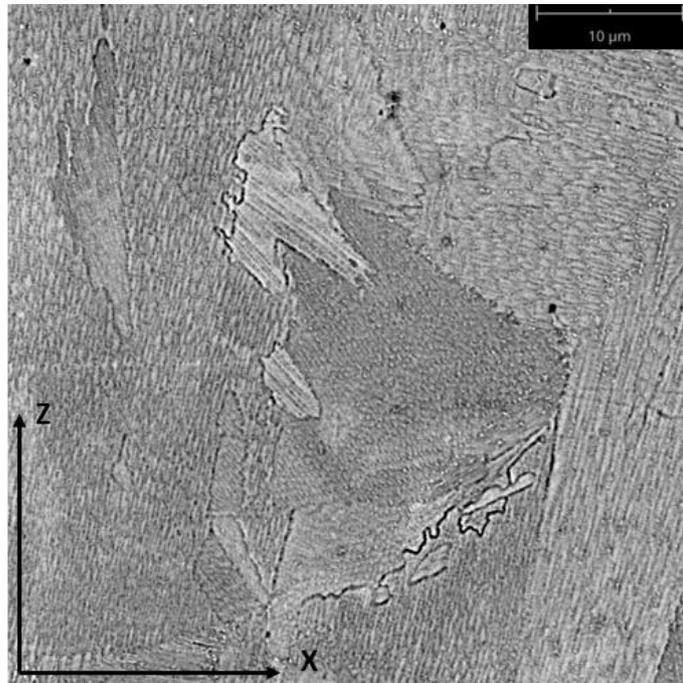


Figura 35: Immagine SEM campione trattato termicamente 450°C ingrandimento 5000X..

Vi è ancora la presenza di strutture dendritiche colonnari e cellulari e le dendriti colonnari in questo caso.

Dalle analisi EDS si vede come nelle regioni interdendritiche, dopo trattamento a 450°C, vi siano ancora delle segregazioni di Nb e Mo come nel caso *as-built*. Questo significa che tale trattamento termico di distensione non porta alla dissoluzione delle segregazioni di tali elementi.

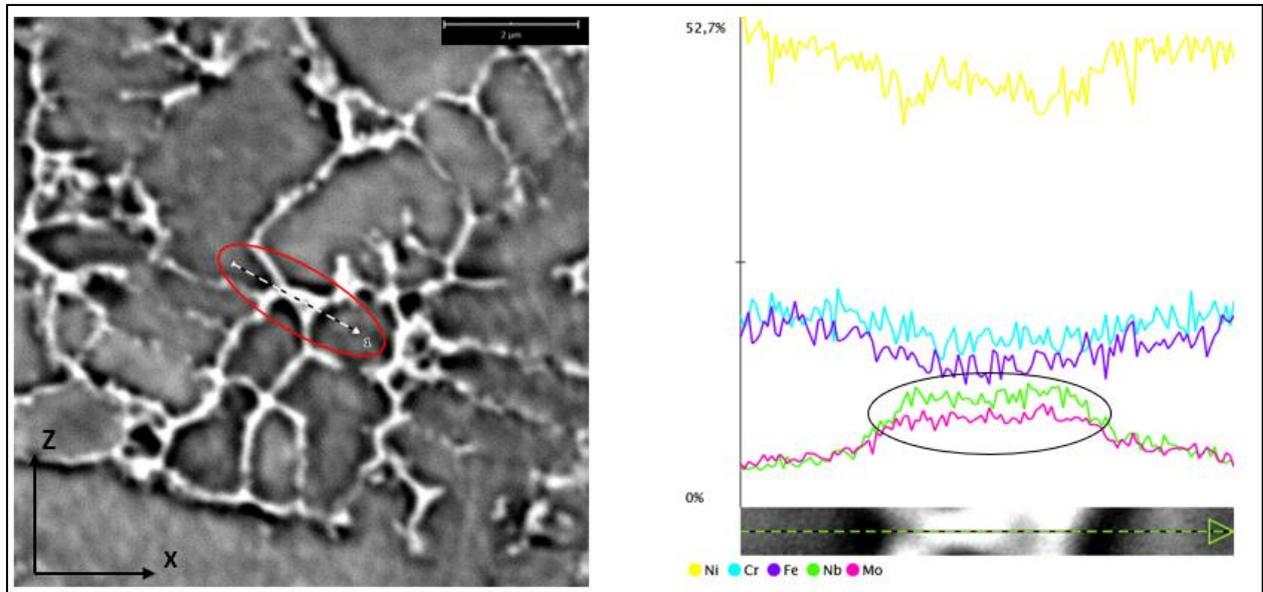


Figura 36: Analisi EDS regione interdendritiche campione trattato termicamente 450°C.

4.3 Analisi microstruttura campione dopo trattamento termico 600°C 1h e raffreddamento in aria

Dopo trattamento termico alla temperatura di 600°C per 1h e raffreddamento in aria le immagini OM ad ingrandimento 100X, 200X e 500X non mostrano importanti variazioni rispetto a quanto già visto nel campione *as-built* e dopo trattamento termico a 450°C.

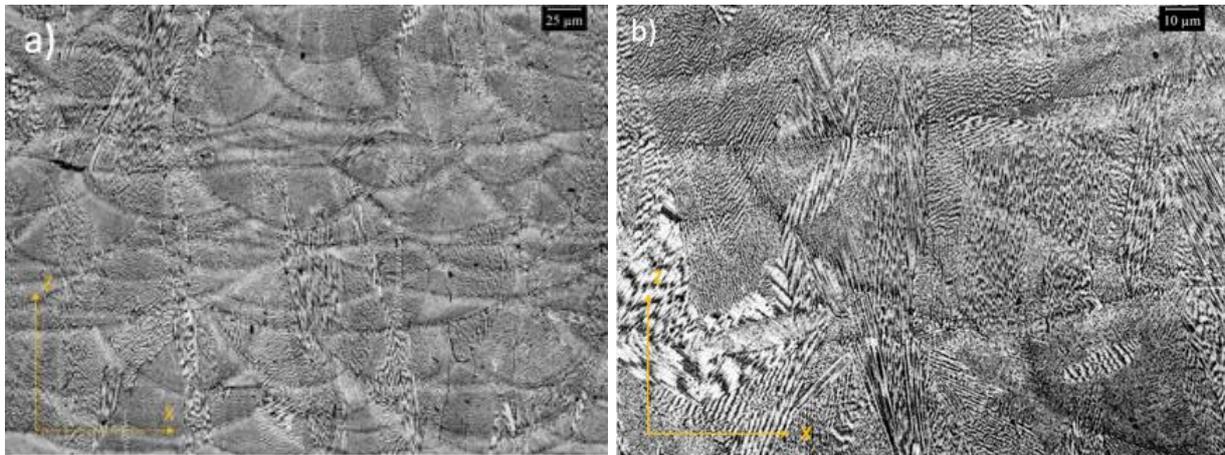


Figura 37: Immagini OM campione trattato termicamente 600°C: a) ingrandimento 200X; b) ingrandimento 500X.

Le immagini SEM mostrano la presenza di strutture dendritiche colonnari e cellulari con orientazioni differenti. Inoltre si evince la presenza di precipitati lungo il bordo dei grani cristallini. Si riportano di seguito due immagini con ingrandimento 5000X e 10000X che mostrano quanto appena detto:

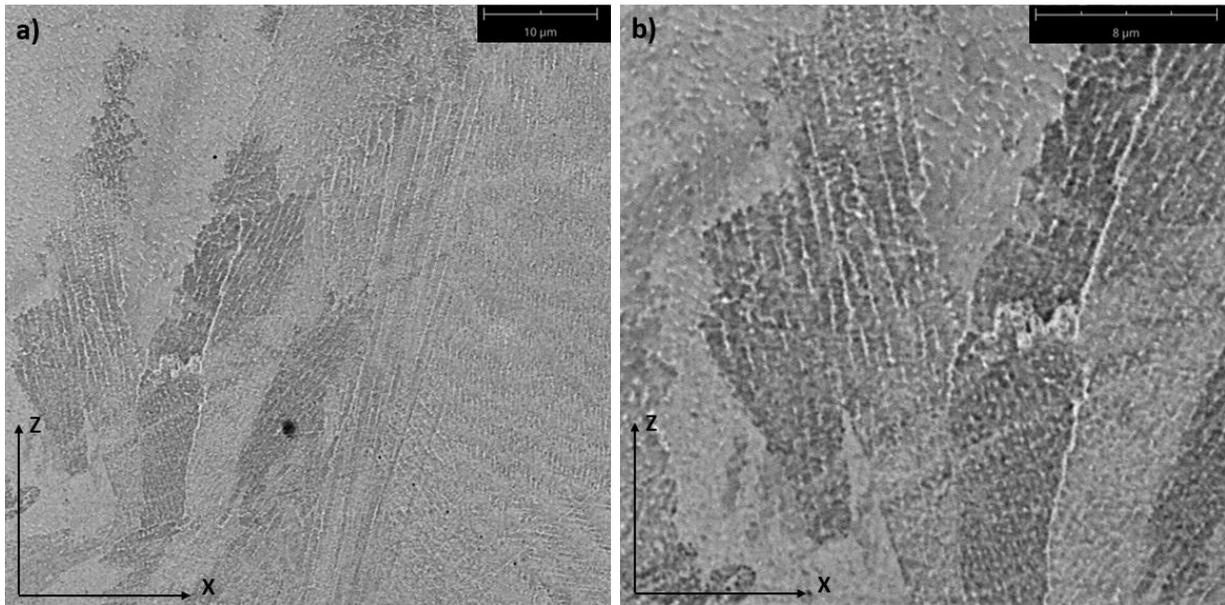


Figura 38: Immagini SEM campione trattato termicamente 600°C: a) ingrandimento 5000X; b) ingrandimento 10000X.

L'analisi EDS mostra che vi è adesso la presenza di segregazioni contenenti Nb e Mo nella zona lungo i bordi di grano. Questo potrebbe rappresentare la formazione di precipitati a causa del trattamento termico.

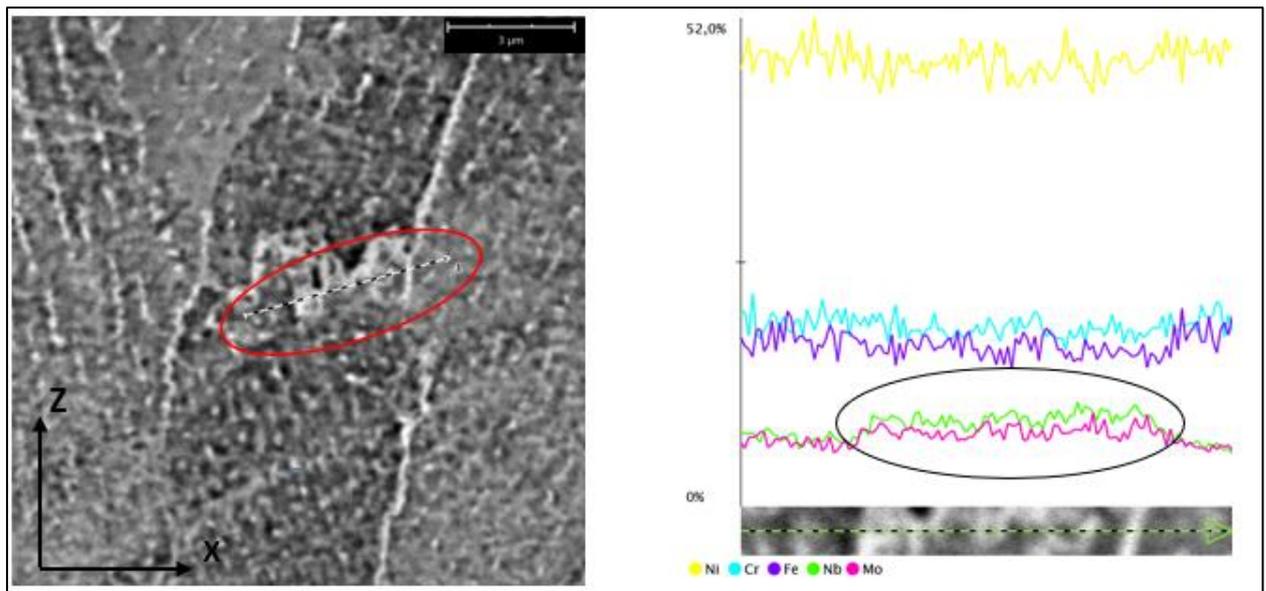


Figura 39: Analisi EDS campione trattato termicamente 600°C.

4.4 Analisi microstruttura campione dopo trattamento termico 800°C 1h e raffreddamento in aria

Dopo trattamento termico alla temperatura di 800°C per 1h e raffreddamento in aria si vedono ancora ben marcati i pozzetti di fusione ed aumenta la presenza di precipitati sia lungo quest'ultimi sia lungo i bordi grano ancora diretti lungo Z, come è possibile notare già ad ingrandimenti a 200X. Fino a 600°C non si hanno precipitazioni e variazioni microstrutturali importanti. Queste si verificano invece nel caso di trattamento termico a 800°C in cui viene misurata anche la concentrazione di precipitati pari a $9,10 \pm 2,09\%$.

Questo trattamento termico non permette la ricottura del materiale e quindi la dissoluzione delle strutture dendritiche, che si presentano ancora colonnari e cellulari come confermano le micrografie prese al SEM. Analizzando il diagramma Tempo-Temperatura-Precipitazione (TTT) dell'IN718 si vede che, mantenendo la temperatura ad 800°C per 1h, vi è la precipitazione di carburi metallici e di nuove fasi come la fase γ'' . [50] La presenza dei carburi può essere confermata dalle analisi EDS, mentre quella di γ'' no in quanto nanometrica e non visibile al SEM.

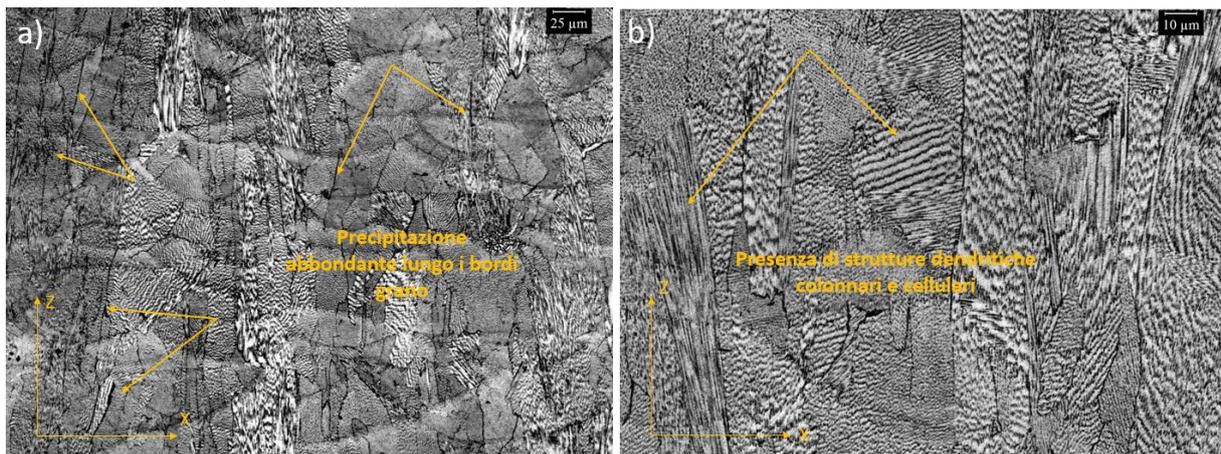


Figura 40: Immagini OM campione trattato termicamente 800°C: a) ingrandimento 200X evidenza precipitazione lungo bordi grano; b) ingrandimento 500X evidenza delle strutture dendritiche.

Le immagini SEM mostrano che le regioni interdendritiche presentano ancora segregazioni di Nb e Mo, che saranno presenti fino a quando non si raggiungerà una temperatura di trattamento termico che permetterà la dissoluzione delle strutture dendritiche

Quanto detto viene riportato nelle immagini seguenti riportanti ingrandimenti a 5000X e 10000X:

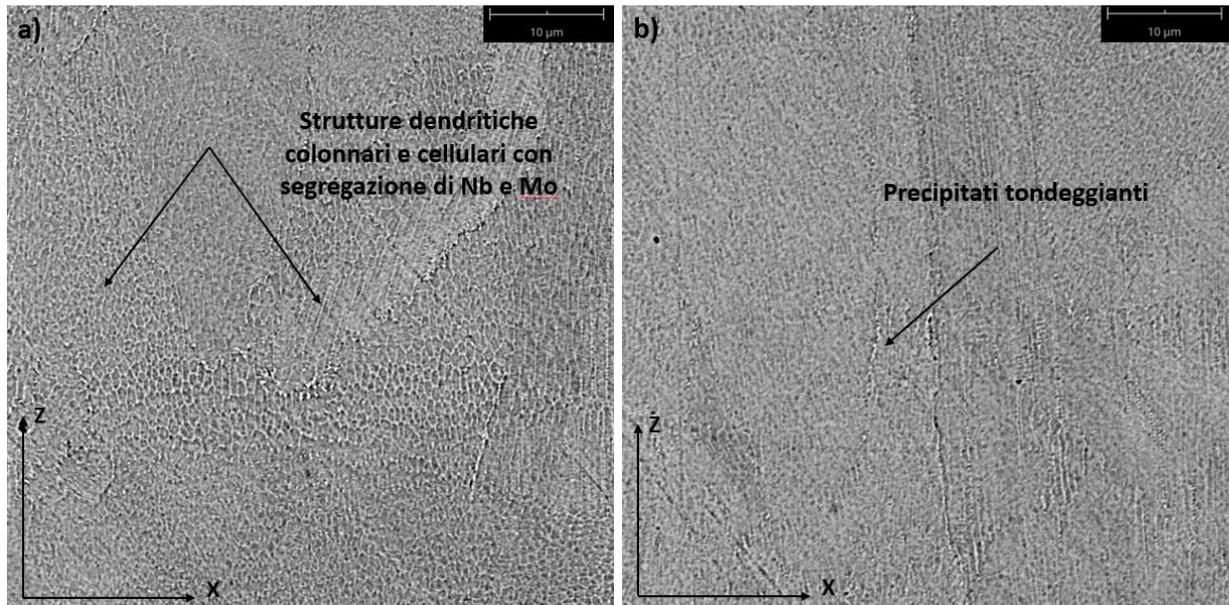


Figura 41: Immagini SEM campione trattato termicamente 800°C ingrandimento 5000X: a) evidenza della segregazione di Nb e Mo nelle regioni interdendritiche; b) evidenza precipitati tondeggianti.

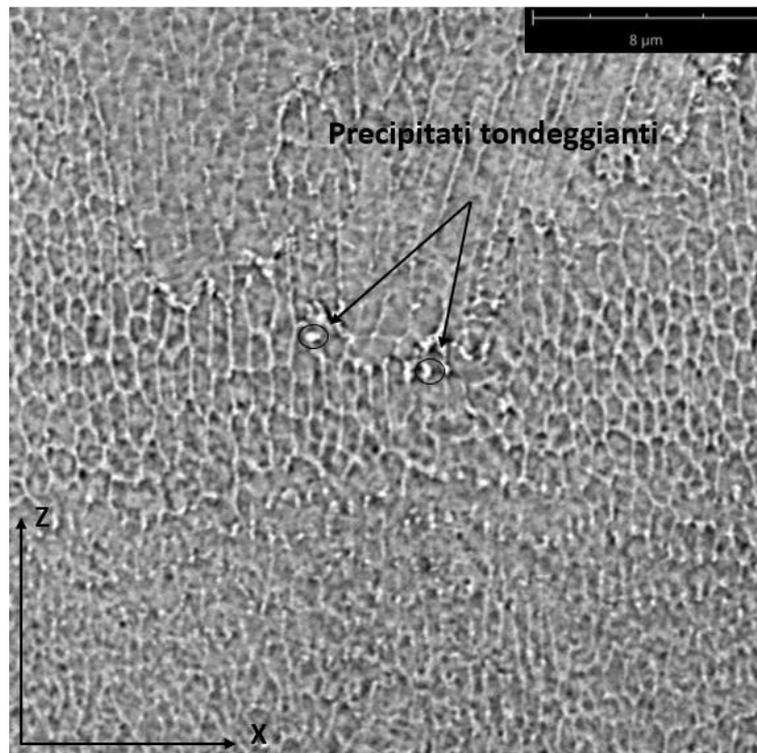


Figura 42: Immagini SEM campione trattato termicamente 800°C ingrandimento 10000X evidenza precipitati tondeggianti.

Inoltre le immagini mostrano che lungo il bordo grano è possibile notare la presenza di precipitati tondeggianti forma tipica dei carburi metallici. Le analisi EDS confermano la presenza dei carburi di Nb e Mo avendo dei picchi di carbonio e di questi due elementi come riportato in Figura 43:

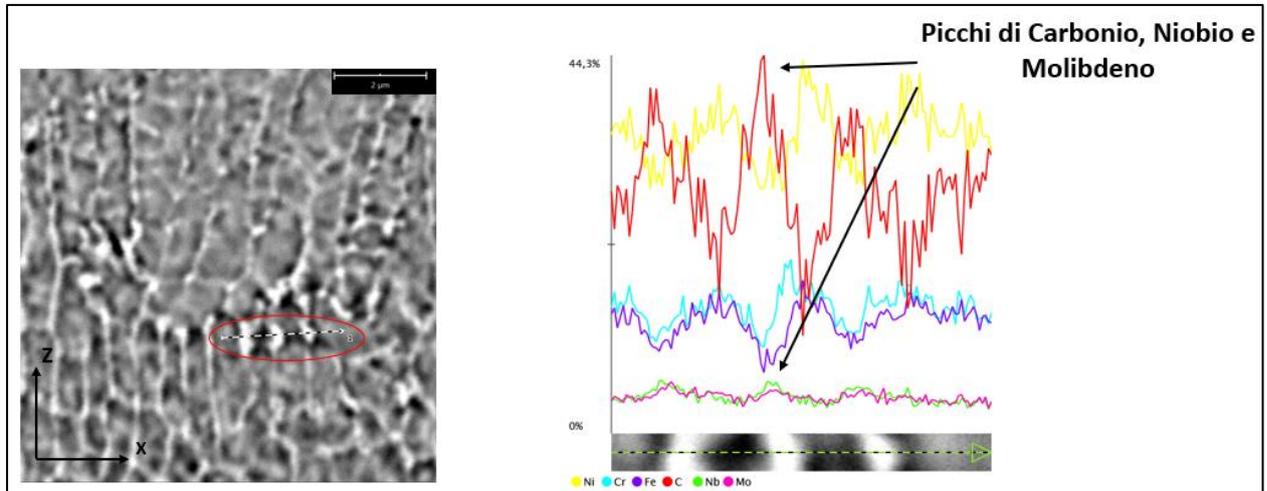


Figura 43: Analisi EDS precipitati campione trattato termicamente 800°C.

4.5 Analisi microstruttura campione dopo trattamento termico 900°C 1h e raffreddamento in aria

Dopo trattamento termico ad una temperatura di 900°C per 1h e raffreddamento in aria si ha la scomparsa dei pozzetti di fusione e solo un inizio di dissoluzione delle strutture dendritiche, che in alcune zone sono ancora presenti e visibili col microscopio ottico già ad ingrandimenti 200X come mostrato in Figura 44.

I grani sono ancora orientati lungo la direzione di crescita del campione, evidenziando che la temperatura non è sufficiente a promuovere una decisa ricristallizzazione del materiale.

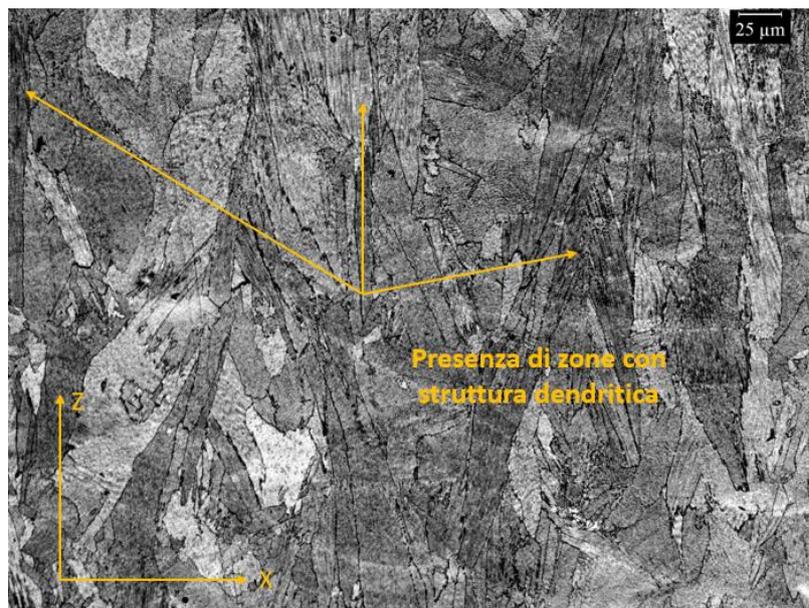


Figura 44: Immagine OM campione trattato termicamente 900°C ingrandimento 200X con evidenza delle zone in cui vi sono ancora strutture dendritiche.

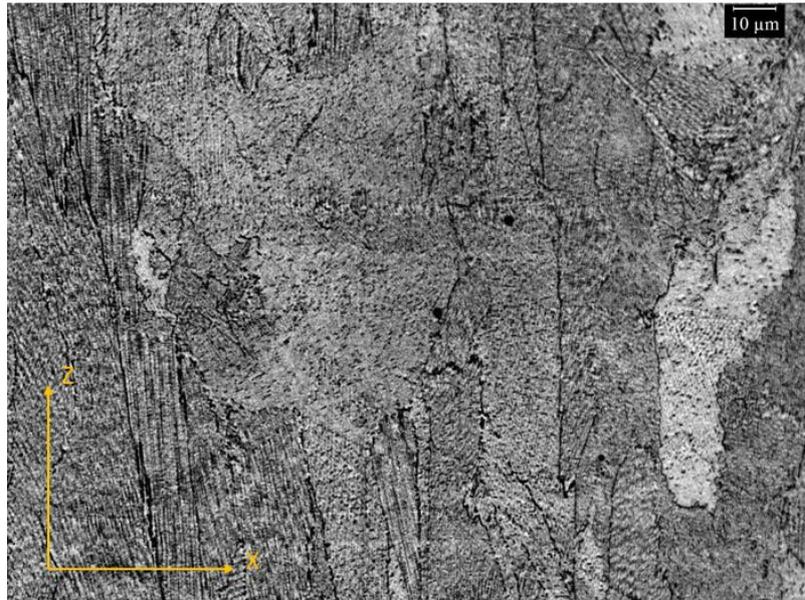


Figura 45: Immagine OM campione trattato termicamente 900°C ingrandimento 500X.

Le immagini SEM mostrano la forma dei vari precipitati che insieme alle analisi EDS aiutano l'identificazione delle varie fasi. Vi è la presenza di precipitati sia lungo i bordi di grano sia all'interno dei grani contrariamente ai casi precedenti. La concentrazione di precipitati ricavata in questo caso è $7,75 \pm 1,42\%$.

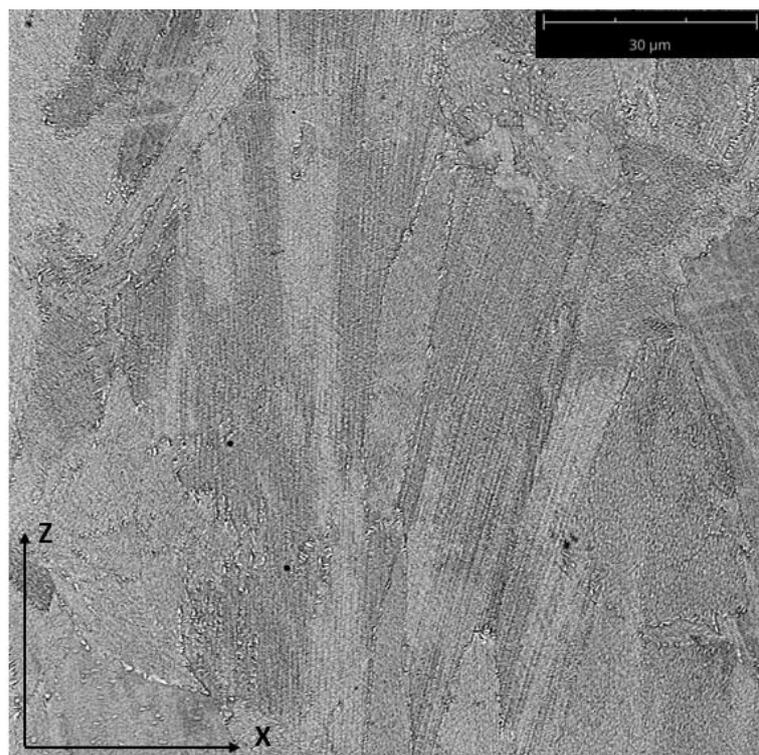


Figura 46: Immagine SEM campione trattato termicamente 900°C ingrandimento 2500X.

Le mappe TTT e gli articoli presenti in letteratura, indicano che a tale temperatura è possibile la presenza di carburi metallici e di γ'' nanometrico, come nel trattamento a 800°C, ma anche di fasi δ . [37] [50] Non trovo la presenza di molti carburi in quanto nell'IN718 la concentrazione di carbonio è molto bassa ($< 0,1\%$). È possibile vedere a più alti ingrandimenti la presenza della fase δ , che si presenta di diversa forma in quanto cambia orientazione a seconda che si trovi all'interno o sul bordo del grano cristallino. In particolare la fase δ è aghiforme all'interno del grano cristallino mentre si presenta tondeggiate, a causa della diversa orientazione, sul bordo grano. Quanto appena detto viene mostrato in Figura 47.

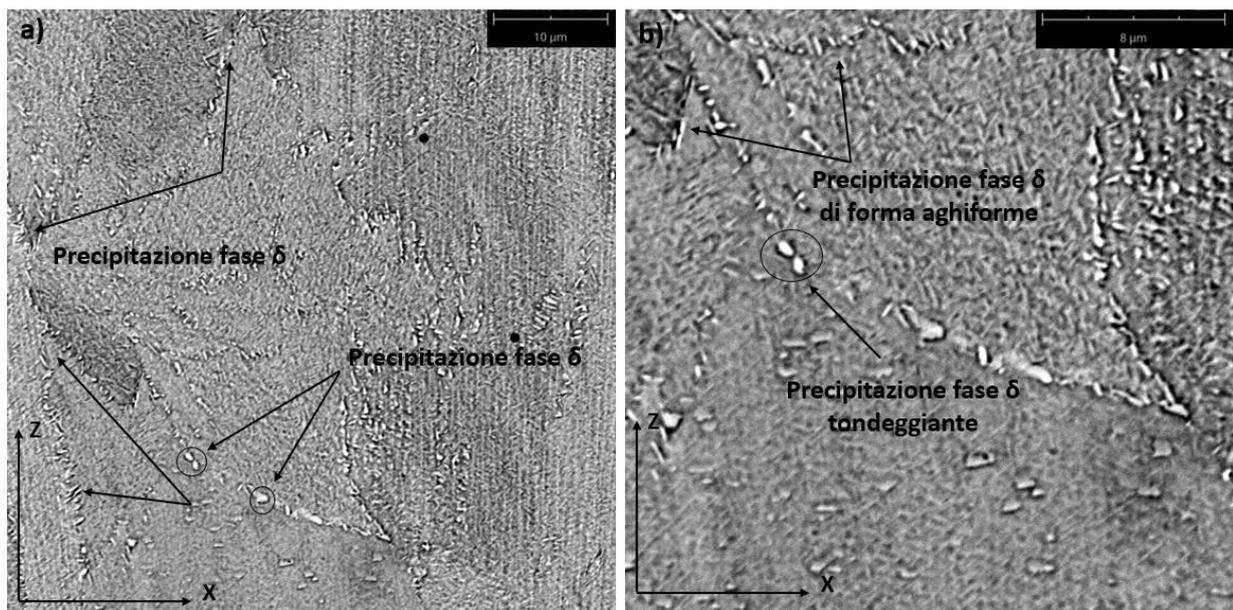


Figura 47: Immagini SEM campione trattato termicamente 900°C evidenza delle precipitazioni di fasi δ e carburi: a) ingrandimento 5000X; b) ingrandimento 10000X.

La presenza delle fasi δ viene confermata anche dalle analisi EDS. Quest'ultima, oltre che dalla forma aghiforme all'interno del grano cristallino e tondeggiate sul bordo, durante l'analisi EDS viene riconosciuta grazie alla presenza di picchi di Ni, Nb avendo composizione chimica Ni_3Nb , come riportato in Figura 49. Il picco di Ni però risulta meno marcato rispetto a quello del Nb, questo perché stiamo considerando un precipitato ricco di Ni in una matrice già abbastanza ricca di questo elemento chimico.

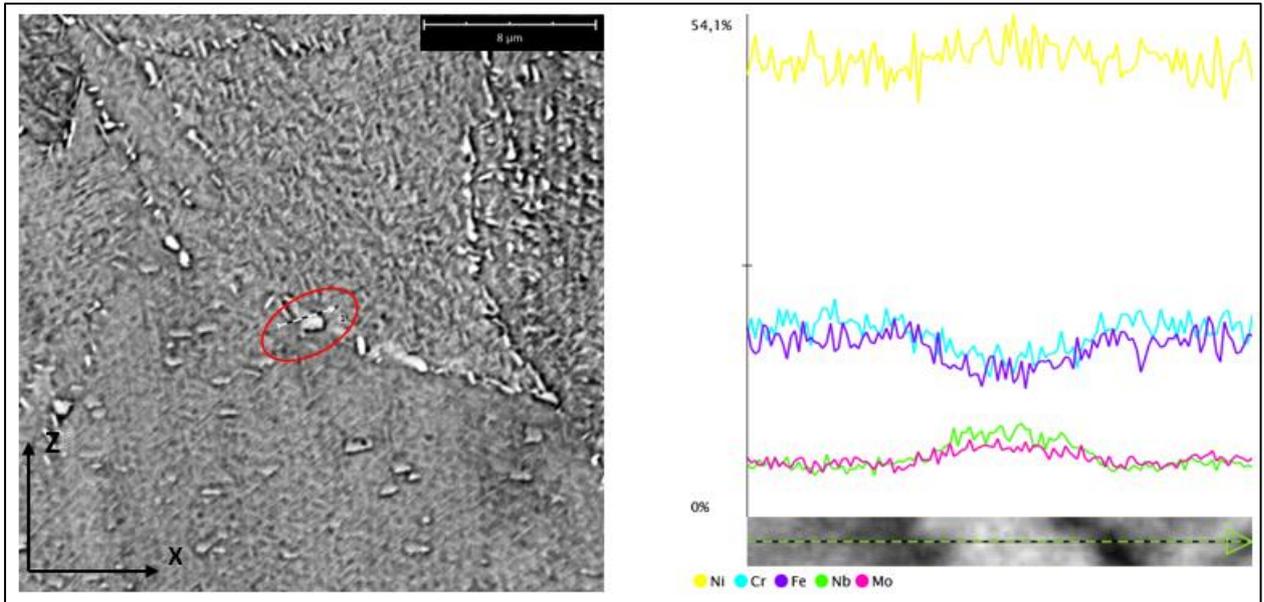


Figura 48: Analisi EDS campione trattato termicamente 900°C: presenza fasi δ bordo grano cristallino.

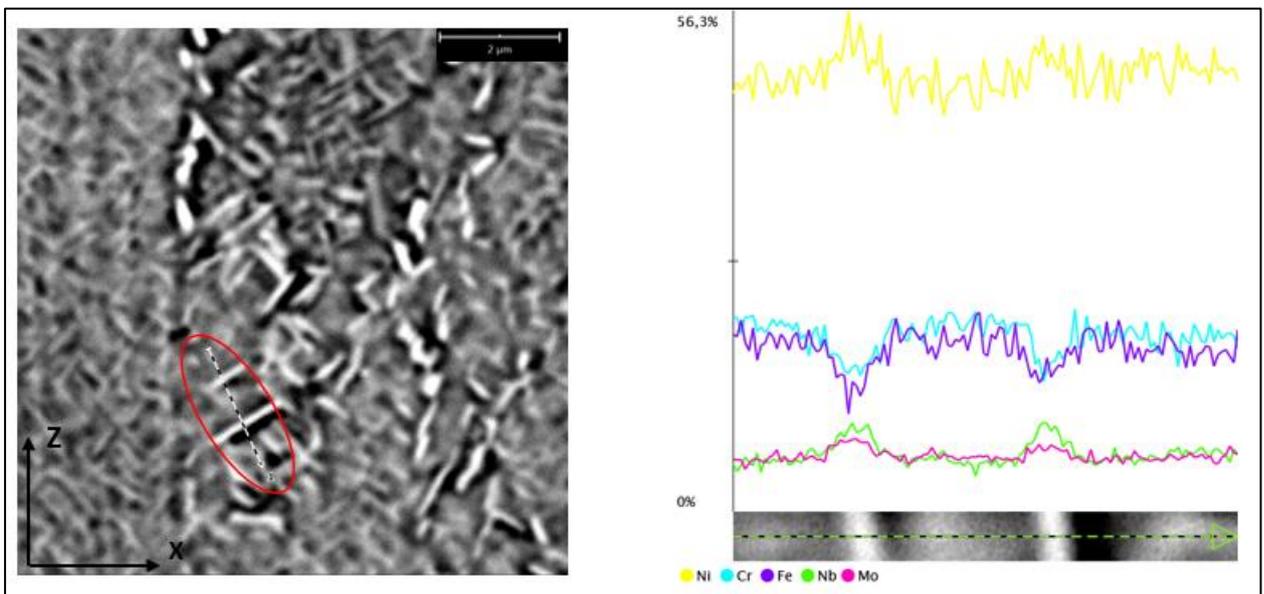


Figura 49: Analisi EDS campione trattato termicamente 900°C: presenza fasi δ interno grano cristallino.

4.6 Analisi microstruttura campione dopo trattamento termico 980°C 1h e raffreddamento in aria

Dopo trattamento termico a 980°C per 1h e raffreddamento in aria la microstruttura è analoga al campione trattato a 900°C. Dal punto di vista macroscopico solo un aumento della temperatura di 80°C non ha portato alla ricristallizzazione del materiale. I risultati microstrutturali ottenuti a tale temperatura sono simili con quanto riscontrato in letteratura e già esposto precedentemente nel paragrafo 2.8.2.

Rispetto al trattamento termico a 900°C però è possibile notare che sono scomparsi del tutto i pozzetti di fusione segno di una iniziale omogeneizzazione del materiale.

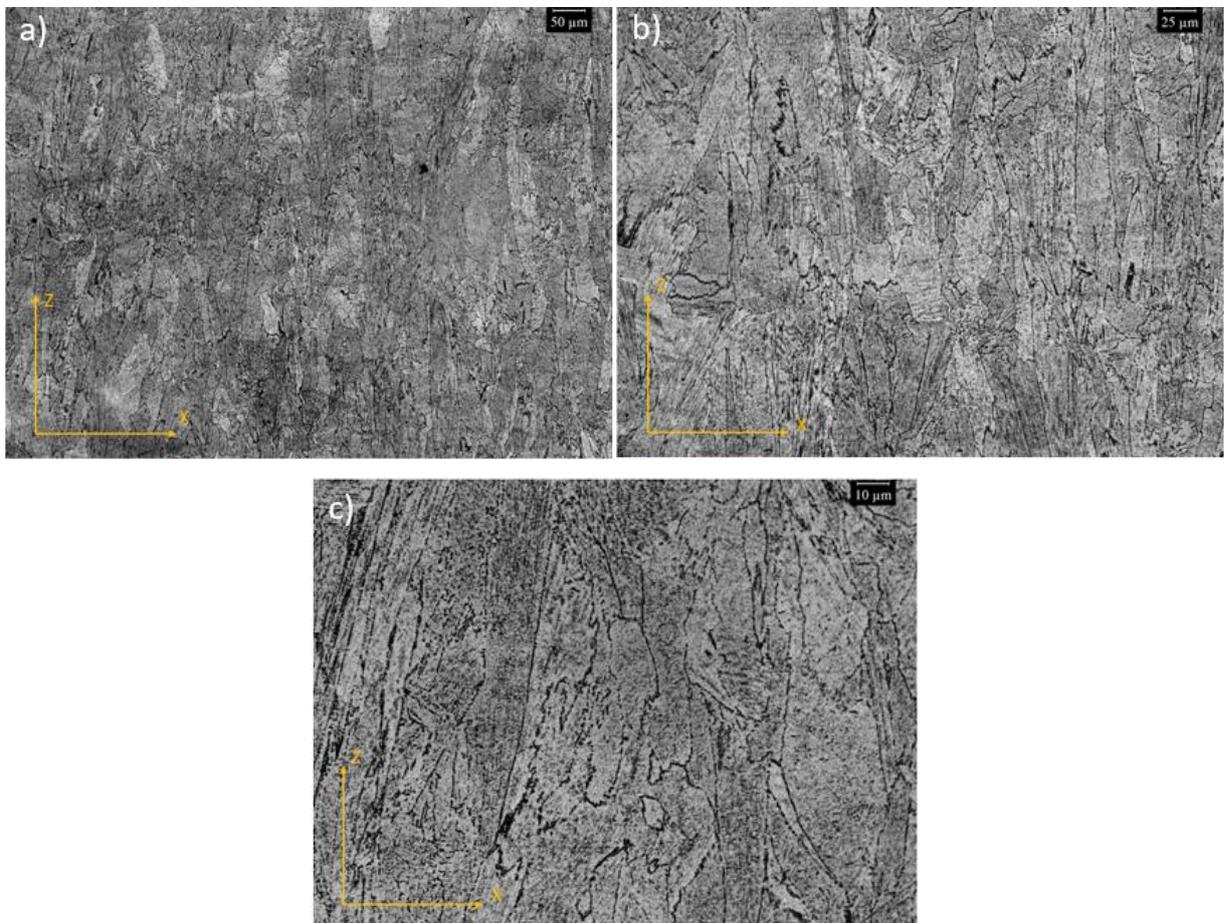


Figura 50: Immagine OM campione trattato termicamente 980°C: a) ingrandimento 100X; b) ingrandimento 200X; c) ingrandimento 500X.

Le immagini SEM mostrano precipitati grossolani sia lungo il bordo di grano che dentro il grano con una concentrazione di precipitati maggiore lungo il bordo. La concentrazione di precipitati ricavata è $9,55 \pm 2,00\%$.

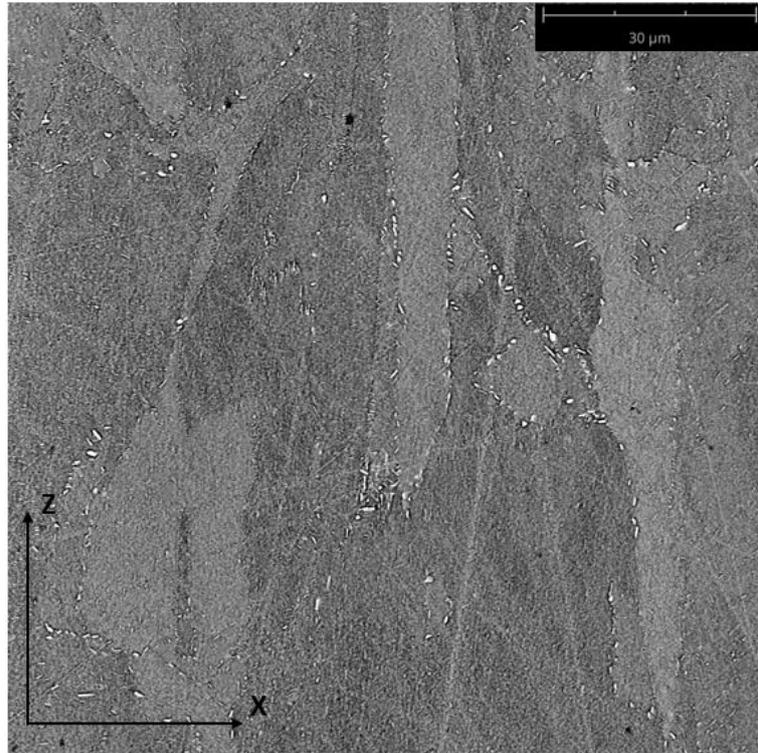


Figura 51: Immagine SEM campione trattato termicamente 980°C ingrandimento 2500X.

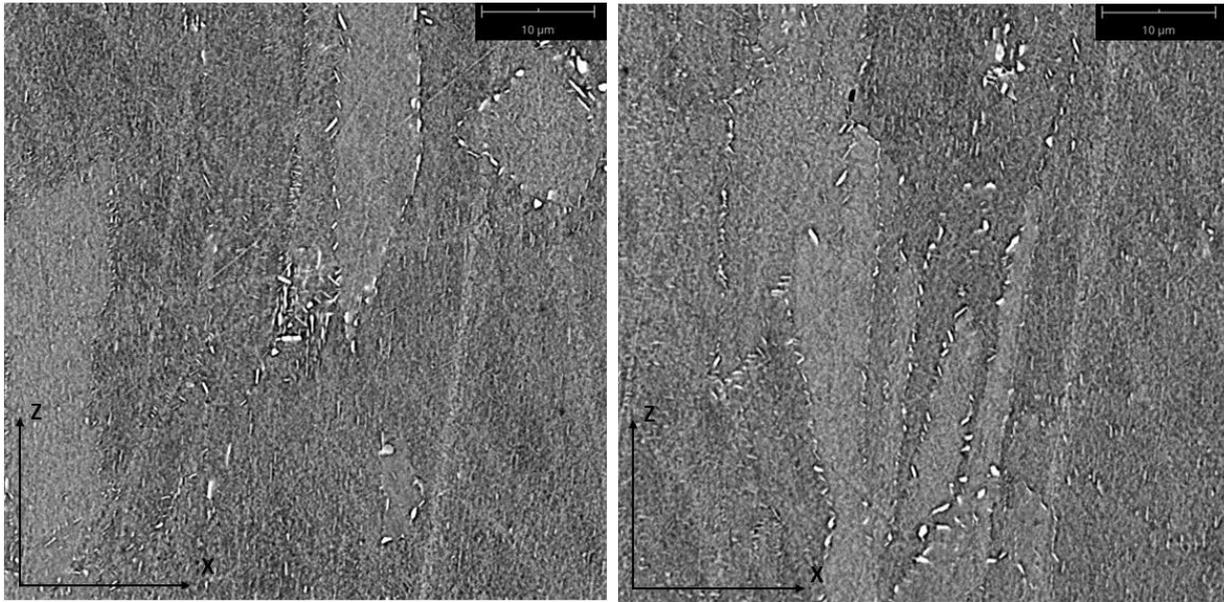


Figura 52: Immagini SEM campione trattato termicamente 980°C ingrandimento 5000X.

Dalle analisi EDS è possibile vedere sempre la presenza delle fasi δ con picchi di Ni e Nb riconoscibile dalla sua forma aghiforme all'interno del grano cristallino e tondeggiate sul bordo.

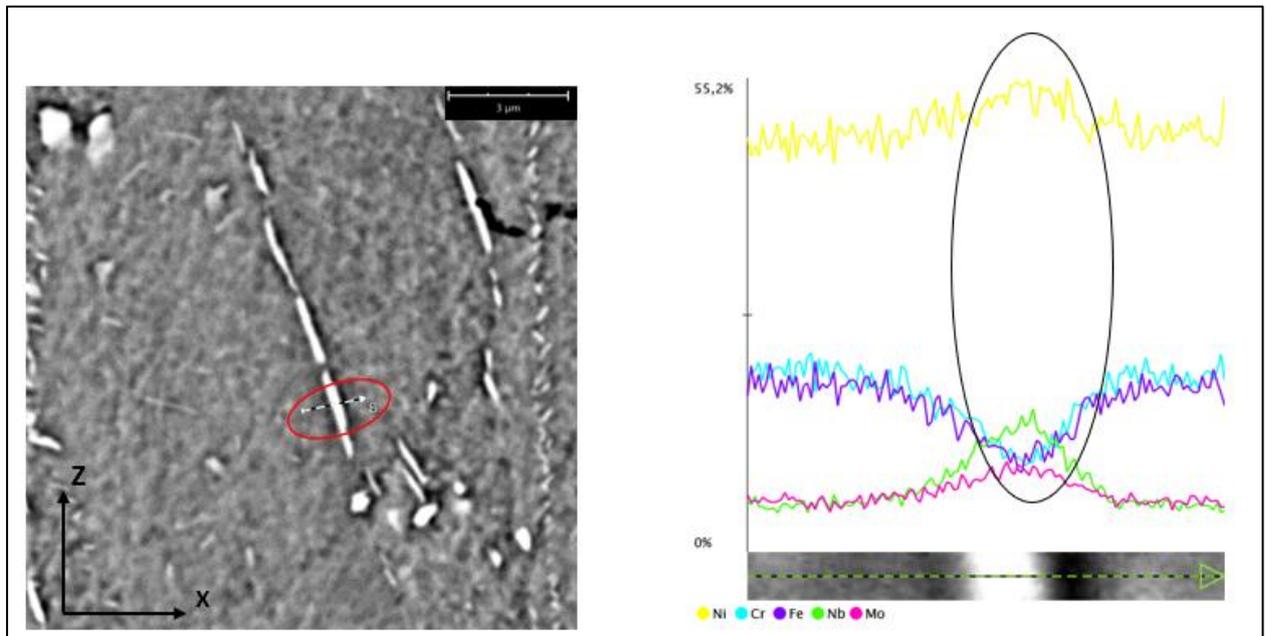


Figura 53: Analisi EDS campione trattato termicamente 980°C: presenza fasi δ interno grano cristallino.

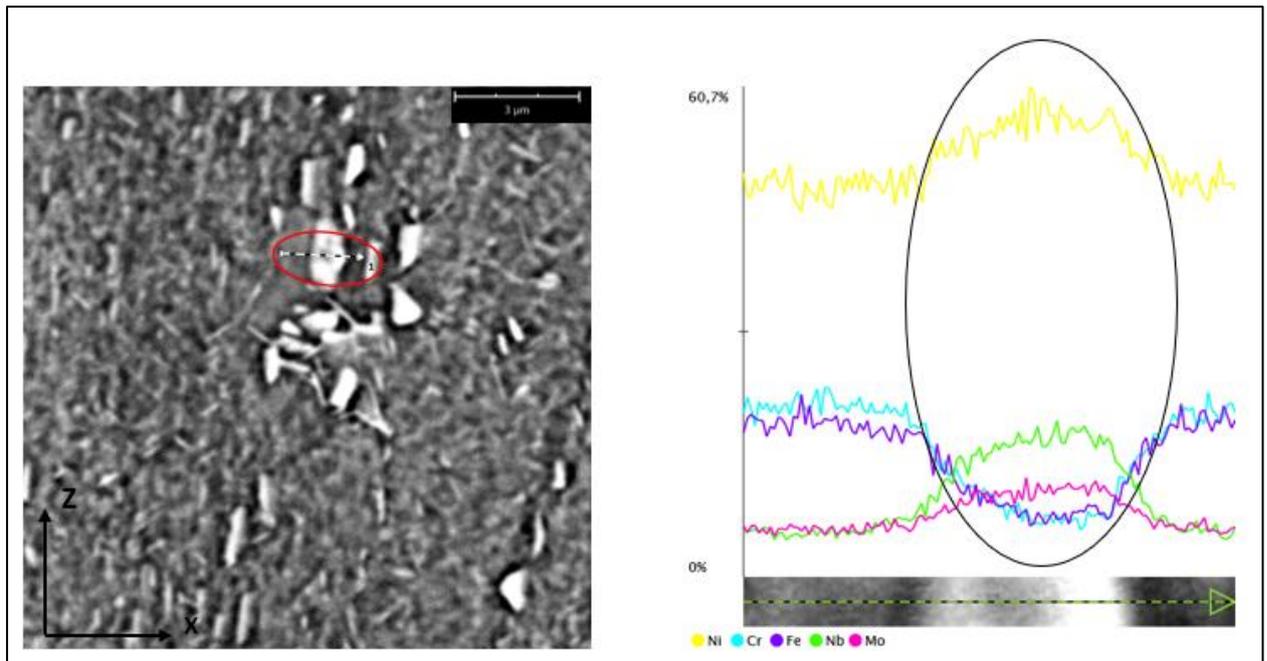


Figura 54: Analisi EDS campione trattato termicamente 980°C: presenza fasi δ bordo grano cristallino.

4.7 Analisi microstruttura campione dopo trattamento termico 1065°C 1h e raffreddamento in aria

Dopo trattamento termico alla temperatura di 1065°C per 1h e successivo raffreddamento in aria, dalle prime analisi microstrutturali effettuate al OM si vede che le strutture dendritiche presenti fino a questo momento sono state rimosse completamente grazie al processo di dissoluzione, omogeneizzazione chimica ed iniziale ricristallizzazione che è avvenuta nel materiale.

La maggior parte dei grani mantiene l'orientazione iniziale lungo l'asse di accrescimento (asse Z) del campione. Come già affermato nel paragrafo 2.8.2 solo aumentando la temperatura di solubilizzazione, o mantenendo tale temperatura per tempi più lunghi, è possibile la completa ricristallizzazione del materiale ottenendo anche dei grani grossolani ed equiassici.

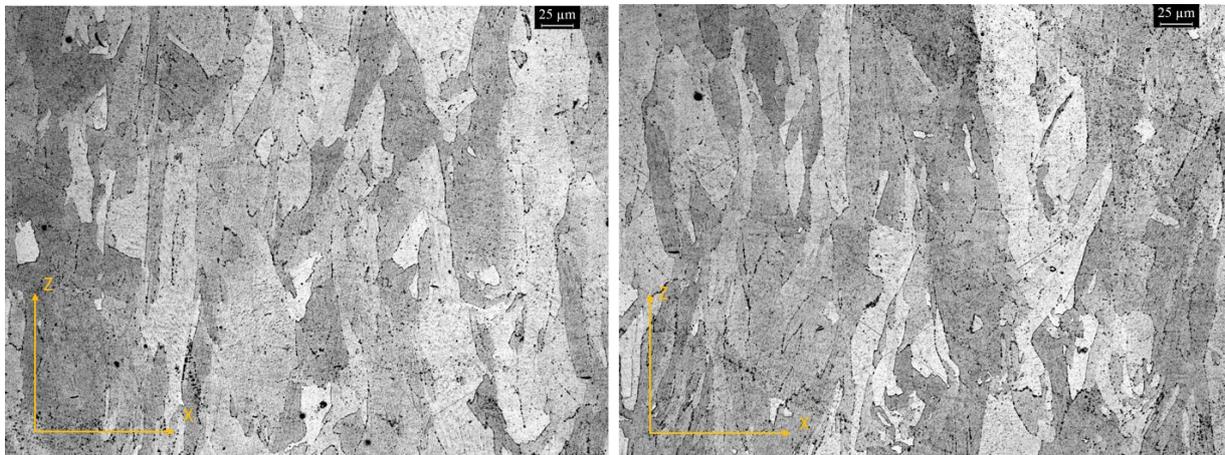


Figura 55: Immagini OM campione trattato termicamente 1065°C ingrandimento 200X.

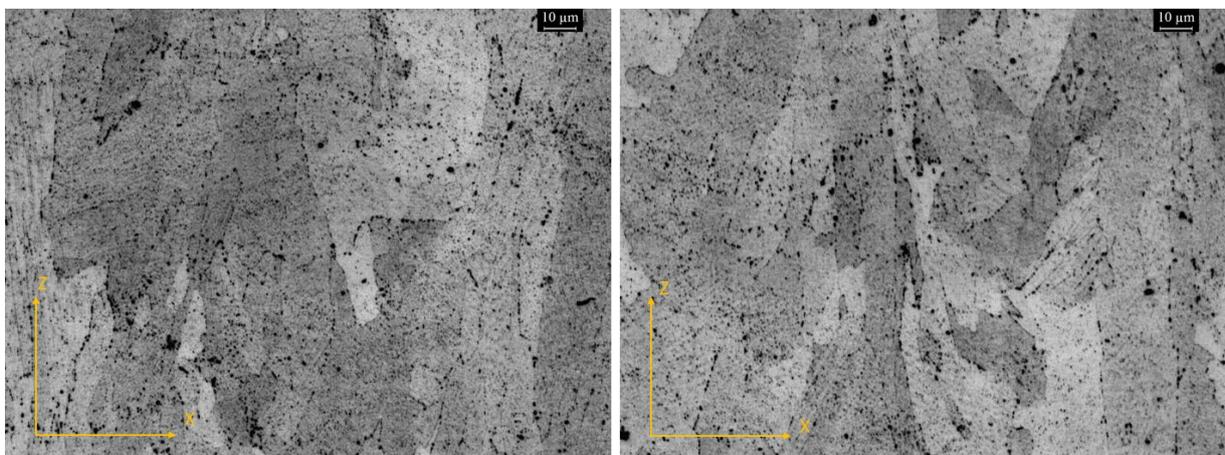


Figura 56: Immagini OM campione trattato termicamente 1065°C ingrandimento 500X.

Le immagini SEM mostrano che vi è la presenza di precipitati sia lungo il bordo grano che all'interno del grano cristallino. La concentrazione di precipitati ricavata in questo caso è $4,50 \pm 1,00\%$.

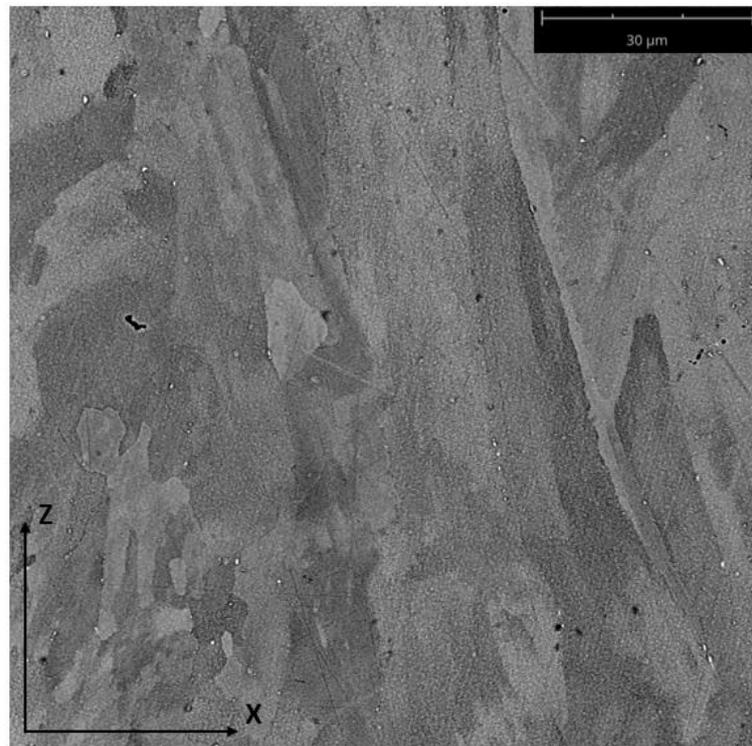


Figura 57: Immagine SEM campione trattato termicamente 1065°C ingrandimento 2500X.

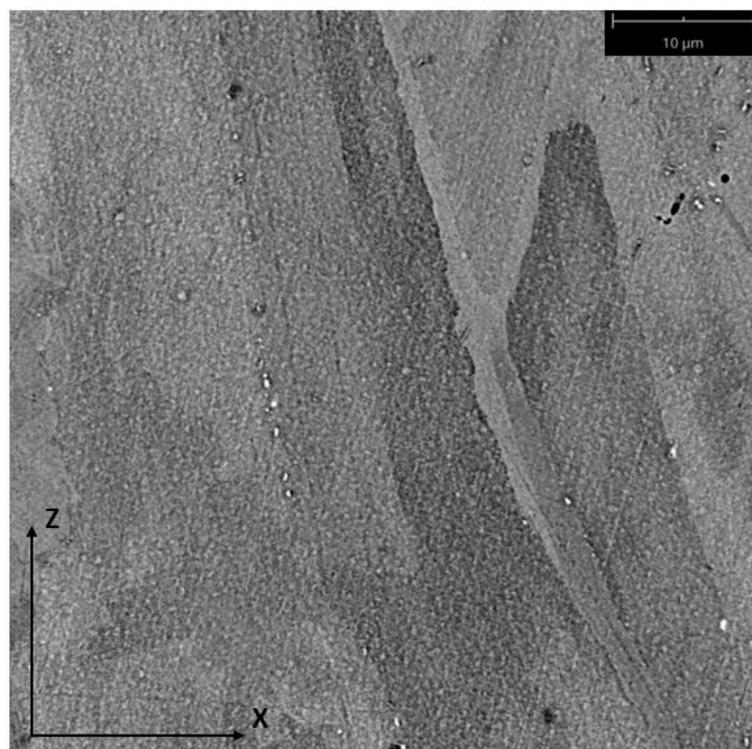


Figura 58: Immagine SEM campione trattato termicamente 1065°C ingrandimento 5000X.

L'analisi EDS di un precipitato presente lungo il bordo del grano cristallino evidenzia la presenza di carburi, data anche la forma tondeggiante ed il picco di Carbonio, Niobio e Molibdeno. Nei carburi si ha anche una riduzione marcata del Nichel.

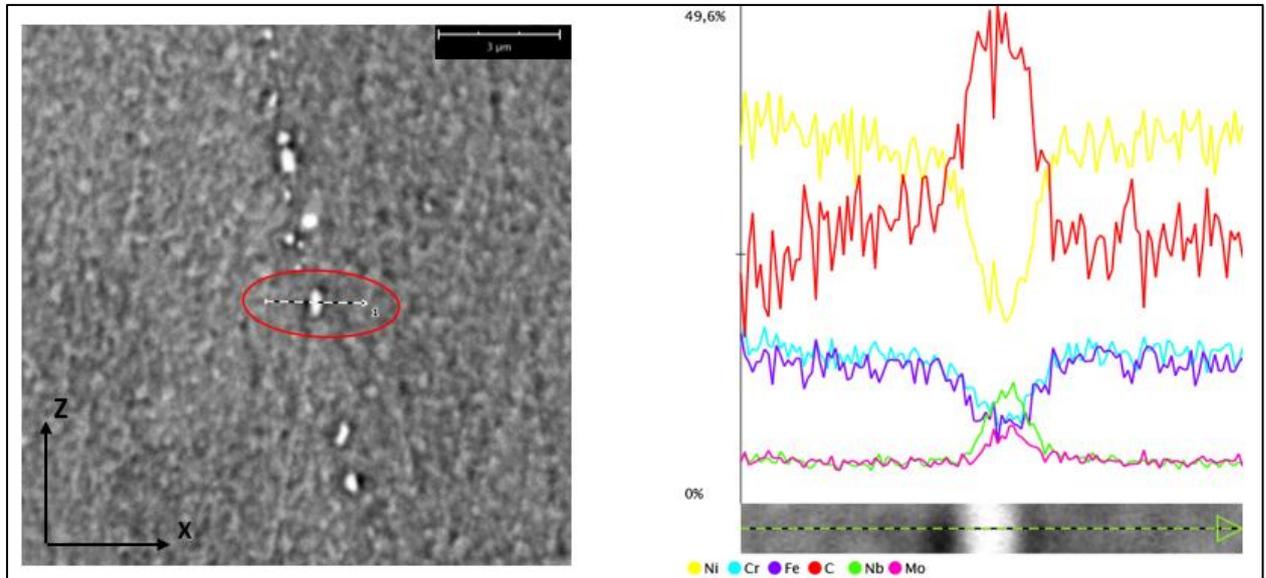


Figura 59: Analisi EDS precipitati campione trattato termicamente 1065°C.

4.8 Prove di durezza

L'andamento ed il valore medio della durezza Brinell del campione *as-built* e di quelli trattati termicamente vengono riportati rispettivamente in Figura 60 ed in Tabella 4.

Le prove di durezza Brinell sono state realizzate tutte sulla superficie superiore del campione, effettuando 6 misure per campione e ricavando la media e la deviazione standard.

Dai risultati si vede come, partendo dal valore medio di 279 ± 4 HB per il campione *as-built*, il valore di durezza aumenta raggiungendo un picco di 375 ± 9 HB nel campione trattato termicamente a 800°C . Dopo questo picco la durezza Brinell diminuisce anche se il campione trattato termicamente a 900°C resta con un valore di durezza più alto rispetto a quello *as-built*. I campioni trattati a 980°C e 1065°C hanno dei valori HB più bassi rispetto alla condizione *as-built*, in quanto la solubilizzazione porta alla distensione del materiale che unita all'ingrossamento dei grani cristallini porta alla riduzione di resistenza e durezza.

Quanto detto dipende quindi da: entità della ricristallizzazione che ha subito il materiale, dalla quantità e dalla tipologia dei precipitati presenti, dalla progressiva scomparsa delle strutture dendritiche aumentando la temperatura del trattamento e dalla presenza delle tensioni residue.

Il valore di durezza Brinell del campione *as-built* è 279 ± 4 HB, comparabile con quello presente nelle schede tecniche dell'Inconel 718 prodotto mediante SLM. [36] [40] Come riportato in letteratura, il valore di durezza dei campioni di Inconel 718 *as-built* prodotti tramite AM è maggiore rispetto alla produzione con tecniche tradizionali grazie alla microstruttura fine ed al raffinamento del grano causato dal rapido riscaldamento e raffreddamento causato dal laser, utile per la durezza dei campioni. [51]

Il picco ottenuto a 800°C è causato dalla non ricristallizzazione della struttura, unito all'elevata quantità di precipitati presenti che ha delle conseguenze importanti sulle proprietà meccaniche del materiale con un conseguente aumento di durezza e poca duttilità. Tali precipitati, come visto al paragrafo 4.4, possono essere carburi ma soprattutto fasi γ'' nanometriche che possono precipitare a tale temperatura rafforzando il materiale.

Le temperature di 980°C e 1065°C sono le temperature classiche di ricottura dell'Inconel 718 e quindi, come già affermato precedentemente, preparatorie ad un successivo trattamento di invecchiamento necessario per migliorare, tramite rafforzamento per precipitazione, proprietà meccaniche come la durezza. Dopo 1h di trattamento termico a 980°C e 1065°C sono stati ricavati dei valori di durezza di 257±5 HB e 244±3 HB rispettivamente.

Dopo trattamento di invecchiamento standard (AMS 5662 e AMS 5664) si può arrivare a valori di durezza di 445 HB secondo schede tecniche.

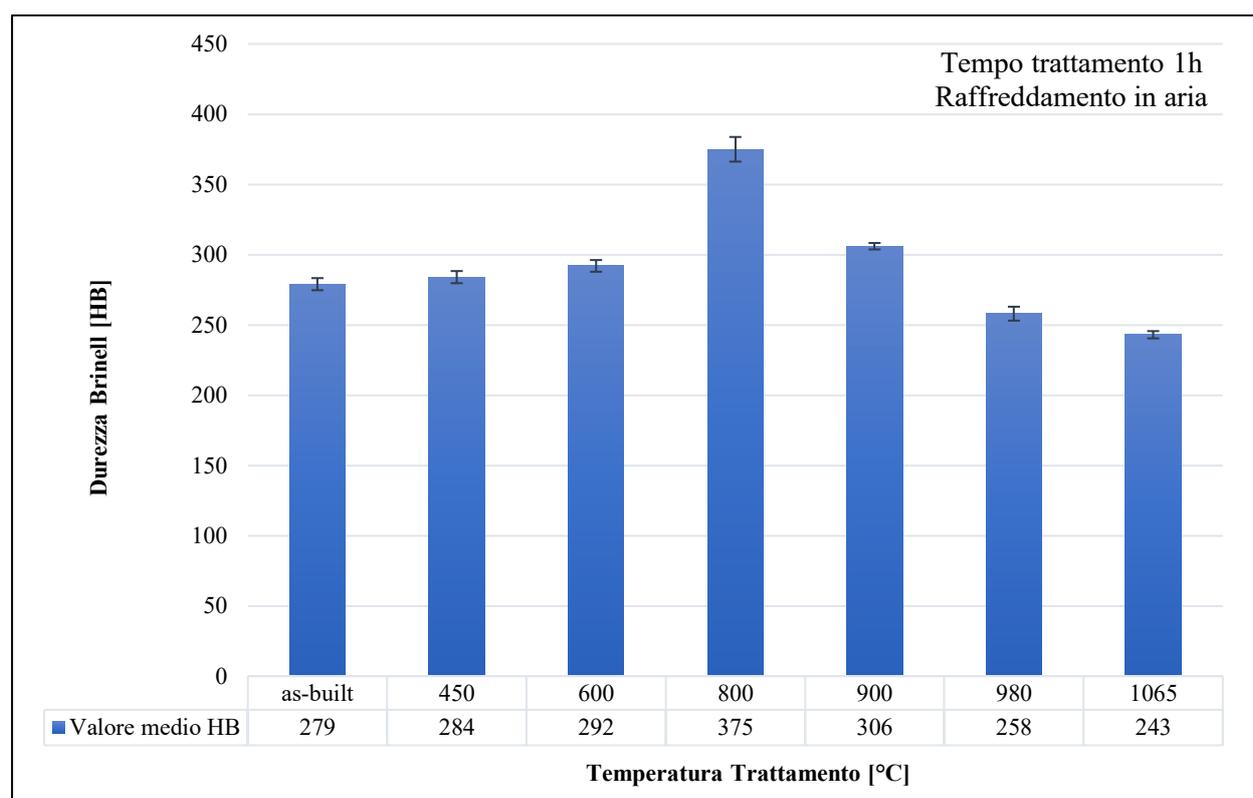


Figura 60: Andamento della durezza Brinell ricavata sui campioni analizzati.

Tabella 4: Risultati delle prove di durezza Brinell effettuate sui campioni analizzati.

Misure	<i>As-built</i>	450 °C	600 °C	800 °C	900 °C	980 °C	1065 °C
1	281 HB	288 HB	294 HB	369 HB	302 HB	255 HB	244 HB
2	275 HB	282 HB	292 HB	385 HB	305 HB	260 HB	240 HB
3	281 HB	285 HB	296 HB	384 HB	307 HB	258 HB	242 HB
4	281 HB	278 HB	285 HB	378 HB	308 HB	265 HB	243 HB
5	283 HB	283 HB	291 HB	363 HB	306 HB	252 HB	247 HB
6	272 HB	290 HB	291 HB	371 HB	306 HB	252 HB	247 HB
Valore Medio	279 HB	284 HB	292 HB	375 HB	306 HB	257 HB	244 HB
Deviazione standard	4	4	4	9	2	5	3

Inoltre, i risultati ottenuti dalle prove di durezza a seguito dei trattamenti termici di distensione analizzati vengono confrontati con quelli ottenuti in un altro lavoro in cui sono stati effettuati dei trattamenti termici differenti elencati di seguito: [52]

- Doppio invecchiamento diretto (DA) con: invecchiamento a 760°C per 10h, raffreddamento in forno a 650°C alla velocità di 55°C/h e mantenimento per 8h, raffreddamento in aria a temperatura ambiente;
- Solubilizzazione più doppio trattamento di invecchiamento (HA) con: solubilizzazione a 1065°C per 1,5h seguita da raffreddamento in aria a temperatura ambiente, e doppio trattamento di invecchiamento come per DA;
- Solubilizzazione più doppio trattamento di invecchiamento (SA) con: solubilizzazione a 980°C per 1h, raffreddamento in aria e in seguito doppio invecchiamento.

Il valore di durezza del campione *as-built* ricavato in tale studio è simile a quello trovato (285 HB). La durezza ottenuta a seguito degli altri trattamenti termici è più elevata rispetto a quella ottenuta con i trattamenti termici di distensione analizzati, dovuto al fatto che l'invecchiamento, come detto al paragrafo 2.8.2, è indispensabile per la precipitazione di γ' e γ'' fasi che permettono il rafforzamento per precipitazione dell' IN718. Solo il picco di durezza Brinell di 375±9 HB, ottenuto per il campione trattato a 800°C, ha valore comparabile con quello ottenuto dopo DA di 370 HB e HA di 381 HB, dovuto principalmente alla quantità ed al tipo di precipitati presenti all'interno del materiale.

Si riportano in Tabella 5 i valori di durezza Brinell ottenuti per il campione *as-built* e dopo trattamenti termici per lo studio utilizzato per il confronto:

Tabella 5: *Durezza Brinell campione as-built e dopo trattamento DA, HA e SA. [52]*

Campione	Valore medio Durezza Brinell
<i>As-built</i>	285 HB
DA	370 HB
HA	381 HB
SA	407 HB

4.8.1 Analisi XRD

I risultati ottenuti dalle prove di durezza vengono giustificati dalle analisi XRD. Le costanti del reticolo cristallino possono essere ricavate o tramite microscopia a forza atomica o tramite diffrazione dei raggi X come in questo caso.

Una delle cause dell'aumento della durezza Brinell, come detto, può essere la precipitazione di qualche fase che tende ad ostacolare il movimento delle dislocazioni. A causa della precipitazione dalla matrice vengono portati via degli elementi chimici modificando così il valore della costante di reticolo, il cui andamento nel grafico varia proprio in funzione della precipitazione. Si deforma il reticolo cristallino, vengono ridotte le distanze fra i vari atomi e si modifica così la costante di reticolo. In particolare correlando ciò con la durezza si può dire che un aumento della durezza del materiale implica una precipitazione di qualche fase e quindi una riduzione del valore della costante di reticolo misurato in Ångström (10^{-10} m).

Avendo l'Inconel 718 una struttura cubica a facce centrate le tre costanti di reticolo, che definiscono la distanza tra celle unitarie in un reticolo cristallino su tre dimensioni, sono uguali. [48]

I risultati confermano quanto appena detto, infatti il campione trattato a 450°C presenta lo stesso valore della costante di reticolo del campione *as-built*. Nel campione trattato a 600°C tale valore scende leggermente e questo significa che si formano pochi precipitati sottraendo così elementi chimici dalla matrice. Il campione trattato a 800°C, che presenta il valore di durezza Brinell più elevato, è quello in cui la precipitazione è più abbondante e possiede il valore della costante di reticolo più basso pari a 3,601 Å. Nel campione trattato a 900°C vi è sempre precipitazione però

meno abbondante rispetto al campione trattato a 800°C. Il valore più alto della costante di reticolo si ha dopo trattamento termico a 1065°C ed è pari a 3,610 Å (dove si riscontra anche il valore di durezza Brinell più basso), mentre per il campione trattato a 980°C si ha un valore pari a quello del campione *as-built* e del 450°C; essendo queste temperature di solubilizzazione in questi due casi si ha la precipitazione di nuove fasi unita al processo di solubilizzazione che tende a riportare gli elementi chimici all'interno della matrice. Solubilizzando aumento il valore della costante di reticolo e tramite precipitazione lo riduco, a 980°C e 1065°C i due fenomeni si compensano e si ottengono i valori di costante di reticolo cristallino riportati nel grafico di seguito.

L'andamento ed i valori delle costanti di reticolo ricavate nella condizione *as-built* e dopo i vari trattamenti sono riportati in Figura 61:

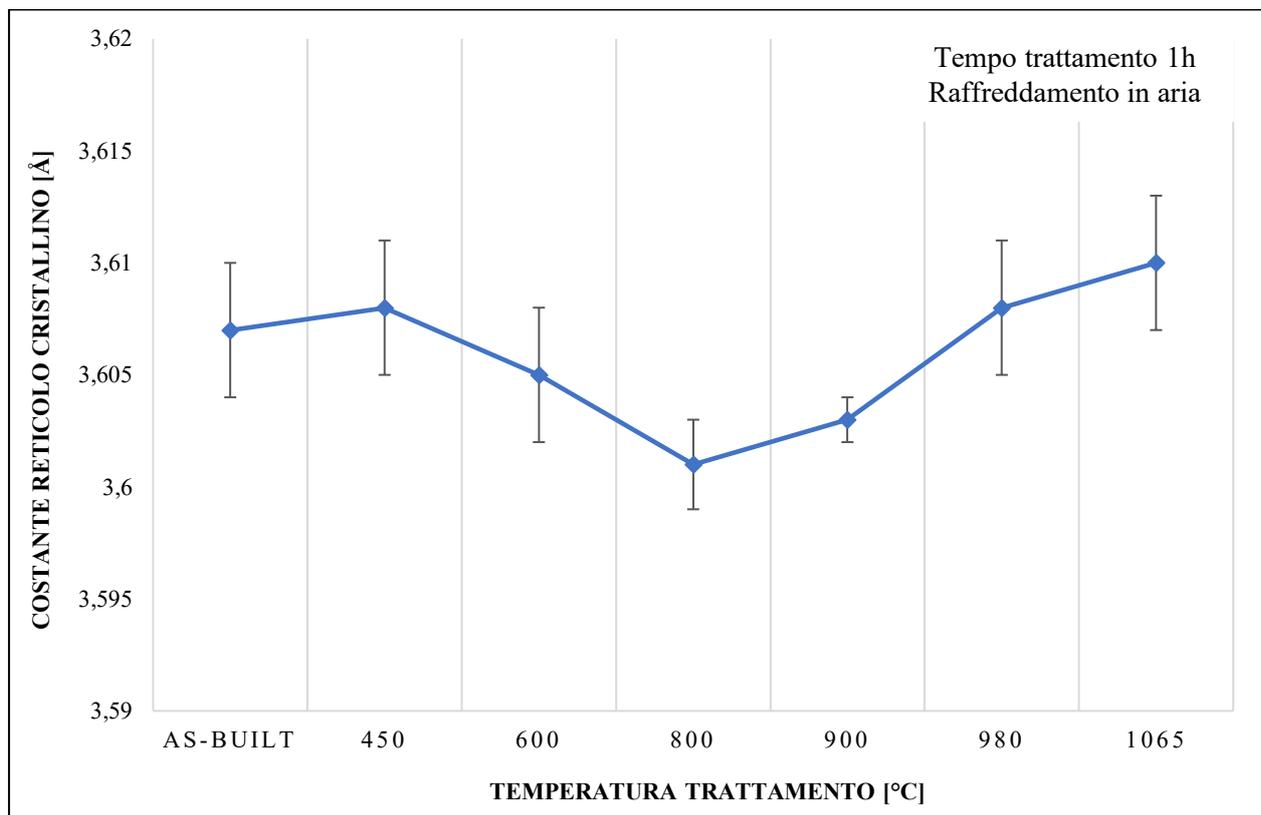


Figura 61: Risultati della analisi XRD sui campioni analizzati.

4.9 Tensioni residue

L'andamento ed il valore delle tensioni residue sul *Top* e sul *Lateral* dei campioni vengono riportati rispettivamente in Figura 62 e Figura 63 ed in Tabella 6 e Tabella 7, utilizzando come valore di tensione quello ricavato tramite il criterio della massima tensione tangenziale o di Tresca, di più semplice ed immediato utilizzo e che permette di predire lo snervamento per i materiali duttili. In particolare il sistema fornisce in uscita il valore di tensione massima e minima che tramite questo criterio vengono combinate prendendo il valore massimo fra quello della tensione massima e quello dato dalla differenza fra la tensione massima e minima.

Mentre l'andamento delle tensioni residue ricavato può essere sempre considerato, una significativa limitazione del metodo del foro è che, durante la sua realizzazione, il foro crea una concentrazione di sollecitazioni che può portare a delle deformazioni plastiche localizzate. Le equazioni implementate, e che permettono il calcolo delle tensioni residue, sono basate sul comportamento lineare (in campo elastico) del materiale ed il cedimento plastico localizzato vicino al foro provoca delle deviazioni dalla linearità. Per profondità del foro limitate, come in questo caso, l'intervallo di risposta lineare può essere esteso fino al 70% della tensione di snervamento, e quindi possono essere presi per significativi e validi tutti quei valori di tensione residua minori o uguali al 70% del valore della tensione di snervamento del materiale [53], che nel caso di Inconel 718, da datasheet, in condizioni *as-built* è pari a: [54]

- Tensione di snervamento in direzione orizzontale (XY): 780 ± 50 MPa;
- Tensione di snervamento in direzione verticale (Z): 634 ± 50 MPa.

Nel caso dei campioni trattati termicamente ovviamente bisogna considerare valori di tensione di snervamento orizzontale e verticale differenti, ottenute a seguito dei trattamenti termici.

Con tale metodo inoltre le tensioni vicine alla superficie, entro i primi strati perforati, non influenzano l'integrità dei risultati ottenuti. [55]

Così come riportato in letteratura [21] e nel paragrafo 2.6.1, tramite il metodo semi-distruttivo del foro è possibile analizzare fino ad 1 mm di profondità ed in tale analisi vengono infatti riportati i valori degli stress residui fino ad una profondità di 0,975 mm.

Sia sul *Top* che sul *Lateral* si può osservare l'effetto dei trattamenti termici. È possibile notare che i valori delle tensioni lungo lo spessore sono differenti nei due casi e mediamente risultano più alti sul *Top*, in analogia con quanto riportato in letteratura per altri materiali. [26]

Le tensioni residue sul *Lateral* dei campioni analizzati hanno un andamento maggiormente oscillatorio rispetto a quelle che si hanno sul *Top*. Tale differenza di andamento è molto marcata nel campione *as-built* e si riduce aumentando la temperatura di trattamento. Questo dipende probabilmente dall'anisotropia e dalle differenze microstrutturali interne lungo i vari piani del materiale, conseguenti alla produzione mediante SLM, e più marcate sul campione *as-built* o sui quei campioni dove il trattamento termico non ha portato ad una omogeneizzazione microstrutturale. Infatti, analizzando le tensioni residue sul *Lateral*, la punta avanza perpendicolarmente alla direzione di costruzione del campione, mentre sul *Top* la punta rimuove materiale parallelamente alla direzione di costruzione incontrando così i vari pozzetti di fusione ed i precipitati che si depositano lungo quest'ultimi.

Come descritto al paragrafo 3.9 durante la prova la punta avanza di 25 μm , mentre lo spessore del singolo strato depositato è di 20 μm , e quindi questa durante ogni acquisizione rimuove tutto un singolo strato più parte di quello sottostante.

Considerando che il metodo possiede una tolleranza di ± 50 MPa, conseguente a tutti gli errori derivanti dalla misura delle deformazioni acquisite e dal metodo utilizzato per il calcolo a posteriori delle tensioni, [56] le tensioni residue sono trascurabili sia sul *Top* che sul *Lateral* dopo trattamento termico a 900°C, 980°C e 1065°C e quindi, dopo tali trattamenti, il materiale risulta in generale disteso.

Sul *Top* il campione che ha mostrato i risultati migliori, in termini di minimizzazione delle tensioni, è quello trattato a 900°C. Anche i campioni trattati a 980°C e 1065°C presentano bassi valori di tensioni residue ma, dopo una profondità 0,725 mm, hanno un andamento crescente di tensione con un picco finale. Tale comportamento può essere dovuto o alla ricristallizzazione subita dal materiale a tale temperatura o a precipitati che la punta ha incontrato durante la prova. In generale su tutte le prove effettuate sul *Top* si nota che aumentando la profondità di penetrazione la tensione aumenta, ciò probabilmente causato da tempistiche di trattamento troppo brevi. I cubetti utilizzati per le prove sperimentali però sono dei componenti massivi dotati di un certo spessore, modificando la geometria dei provini, riducendo il valore dello spessore, questo problema potrebbe essere evitato.

I campioni che hanno mostrato risultati migliori, in termini di minimizzazione delle tensioni, nel caso *Lateral* sono i campioni trattati a 900°C e 980°C che presentano andamento analogo e valori di tensione simili e trascurabili considerando sempre l'incertezza relativa al metodo di misura. Fenomeno analogo a quanto visto sulla superficie superiore si ha anche sulla superficie laterale del campione trattato a 1065°C, dove superata la profondità di 0,875 mm vi è un andamento crescente della tensione che raggiunge un picco finale, anche se molto più basso rispetto a quello del *Top* (87 MPa contro 240 e 224 MPa).

Tramite il trattamento termico a 800°C si ottiene anche un importante detensionamento del materiale, con valori di tensioni residue che si aggirano attorno ad un valore medio di circa 100 MPa.

I trattamenti termici a 450°C e 600°C, sia nel caso del *Top* che del *Lateral*, non portano ad una riduzione importante delle tensioni residue sui primi strati, ma si ha un significativo detensionamento in profondità, dove il valore della tensione quasi si dimezza rispetto al caso *as-built* e l'andamento è più omogeneo. In particolare il campione trattato a 450°C mostra sul *Top* una tensione sub-superficiale (profondità di 0,025 mm) più elevata rispetto a quella massima misurata in profondità. Tale fenomeno può essere dovuto o alla non perfetta lavorazione della superficie, inducendo così uno stato di tensione in quei punti, o ad un elevato spessore di ossido che tensione lo strato più superficiale impedendone il rilassamento dopo trattamento.

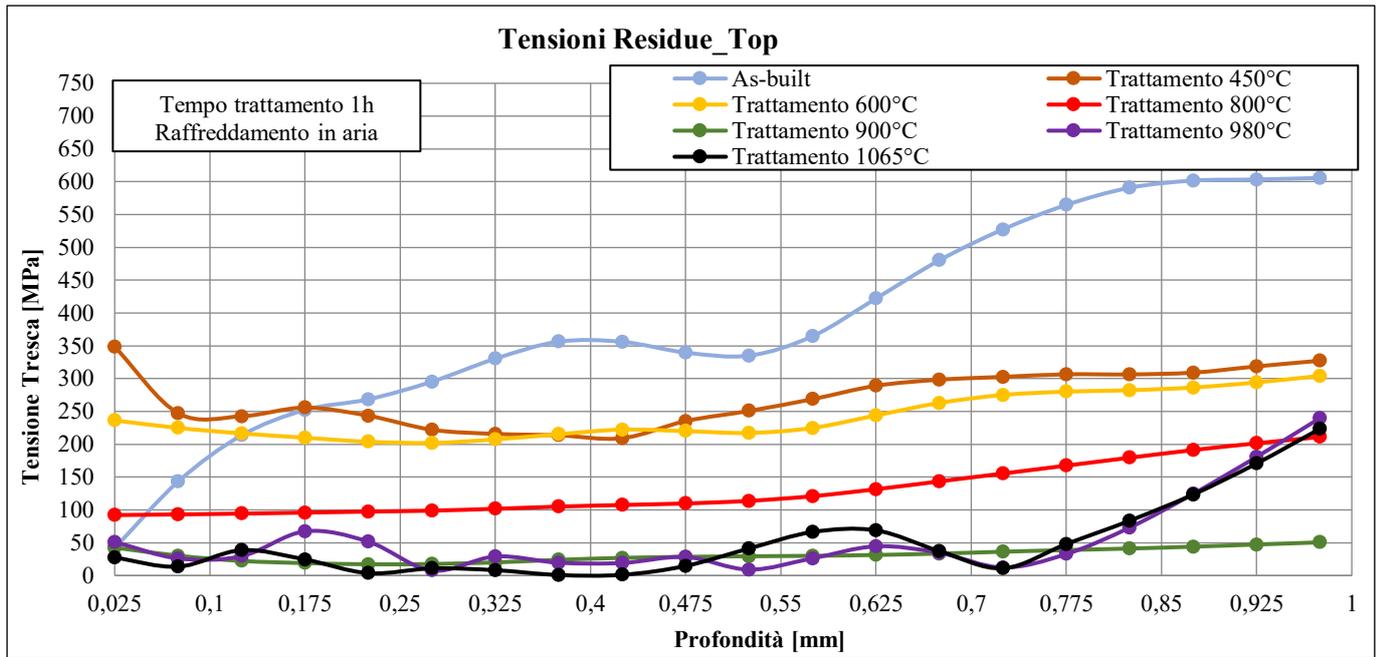


Figura 62: Andamento delle tensioni residue sul Top dei campioni analizzati.

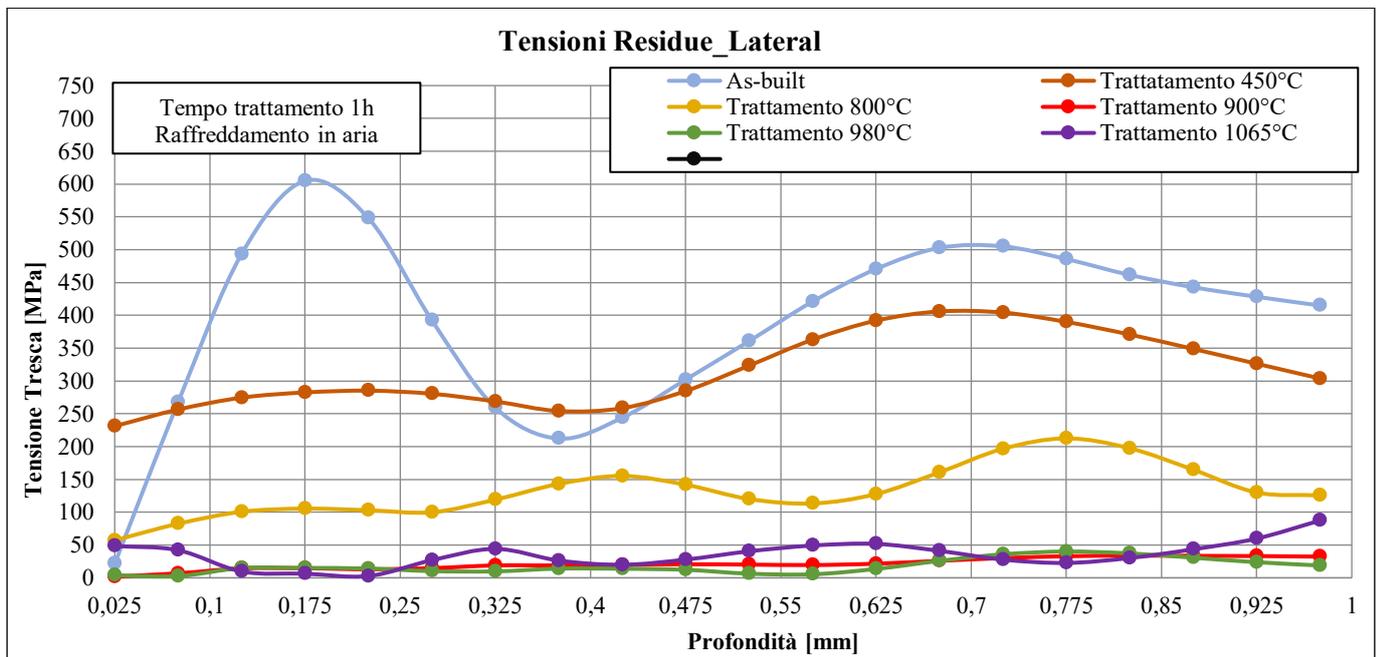


Figura 63: Andamento delle tensioni residue sul Lateral dei campioni analizzati.

Tabella 6: Valore delle tensioni residue sul Top dei campioni analizzati.

Depth [mm]	As-built [MPa]	Trattamento 450°C [MPa]	Trattamento 600°C [MPa]	Trattamento 800°C [MPa]	Trattamento 900°C [MPa]	Trattamento 980°C [MPa]	Trattamento 1065°C [MPa]
0,025	42	349	236	92	43	51	27
0,075	143	247	225	93	30	26	14
0,125	214	243	217	94	22	30	39
0,175	252	256	210	96	19	67	24
0,225	269	243	204	97	17	52	4
0,275	295	222	202	99	18	8	11
0,325	330	216	207	102	20	29	8
0,375	356	214	215	105	24	20	1
0,425	356	209	222	108	27	19	1
0,475	340	235	220	110	29	28	15
0,525	335	251	217	114	29	9	41
0,575	365	269	225	121	30	26	66
0,625	422	289	244	132	31	45	69
0,675	480	298	263	144	33	35	37
0,725	527	303	275	155	36	12	11
0,775	565	307	280	167	39	33	48
0,825	591	306	282	180	41	73	84
0,875	602	309	287	191	44	124	123
0,925	603	319	294	202	47	181	171
0,975	606	327	304	211	51	240	224

Tabella 7: Valore delle tensioni residue sul Lateral dei campioni analizzati.

Depth [mm]	As-built [MPa]	Trattamento 450°C [MPa]	Trattamento 600°C [MPa]	Trattamento 800°C [MPa]	Trattamento 900°C [MPa]	Trattamento 980°C [MPa]	Trattamento 1065°C [MPa]
0,025	22	231	186	57	2	4	49
0,075	268	256	150	82	7	3	42
0,125	493	275	200	101	14	15	10
0,175	605	282	192	105	15	15	6
0,225	548	285	188	103	13	14	3
0,275	392	280	210	100	15	10	27
0,325	259	269	208	119	19	10	44
0,375	212	254	193	143	19	14	26
0,425	244	258	185	155	19	14	20
0,475	302	285	192	142	21	12	28
0,525	361	323	209	120	20	6	40
0,575	421	363	225	113	19	5	49
0,625	470	392	234	128	22	14	52
0,675	503	406	231	161	26	26	41
0,725	505	404	220	197	30	36	28
0,775	486	390	206	212	33	40	23
0,825	461	371	194	197	34	37	30
0,875	443	349	186	165	33	31	43
0,925	428	326	180	130	33	24	60
0,975	415	304	176	126	32	19	87

4.10 Sinterizzazione polvere campioni con canali conformali

Sono stati prodotti altri 7 campioni con dei canali conformali, al fine di valutare la sinterizzazione che subisce il materiale all'interno di questi dopo i vari trattamenti e trovare, in tal modo, un trattamento termico di distensione ottimale che eviti la sinterizzazione della polvere dentro componenti che abbiano dei canali conformali.

Le temperature utilizzate per tali trattamenti sono molto più basse della temperatura di fusione dell'Inconel 718 ma potrebbero causare il processo di sinterizzazione termica di questo materiale. In particolare l'Inconel 718 potrebbe essere utilizzato per la realizzazione di scambiatori di calore performanti anche ad elevate temperature, grazie alla correlazione delle sue proprietà meccaniche con la customizzazione dei canali di passaggio dei fluidi. La sinterizzazione della polvere all'interno dei canali però riduce la prestazione di tali impianti in quanto modificherebbe l'area di scambio termico e parametri importanti per il processo, come ad esempio il numero di Reynolds.

Dopo essere stati troncati i campioni sono stati visionati per controllare se la polvere fosse rimasta sinterizzata all'interno dei canali. In Figura 64 si riportano i campioni troncati:

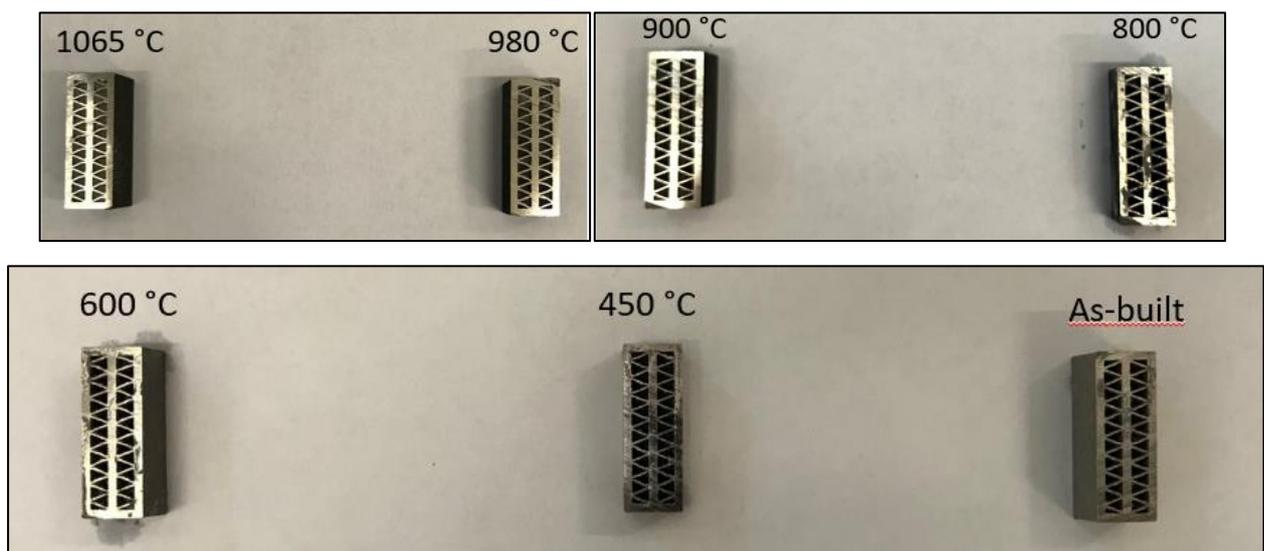


Figura 64: Campioni con canali conformali troncati.

I campioni trattati a 450°C e 600°C mostrano una condizione simile a quella del campione *as-built* e quindi non vi è sinterizzazione della polvere conseguente a tali trattamenti termici. Risulta nulla la sinterizzazione nel campione trattato a 800°C, così come mostrato in Figura 65, mentre una

parziale sinterizzazione è presente nel campione trattato a 900°C. Sui campioni trattati a 980°C e 1065°C, e quindi alle temperature di solubilizzazione classiche per tale superlega, è possibile vedere al microscopio ottico (ingrandimento 50X per il campione a 980°C e 100X per il campione a 1065°C) la completa sinterizzazione della polvere rimasta intrappolata all'interno del canale come mostrato in Figura 66.

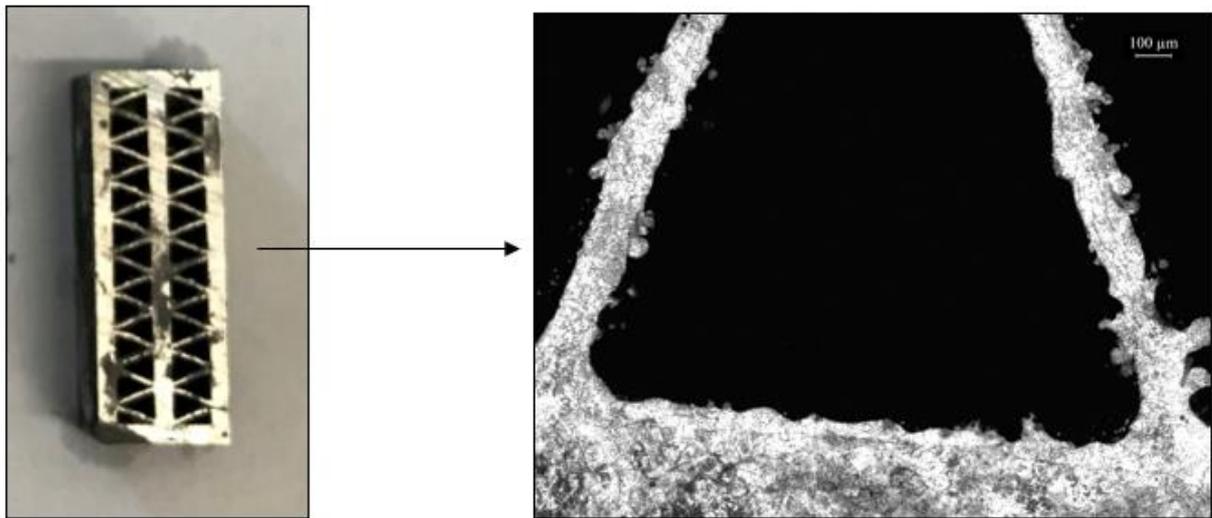


Figura 65: Sinterizzazione polvere all'interno dei canali conformali del campione trattato a 900°C.

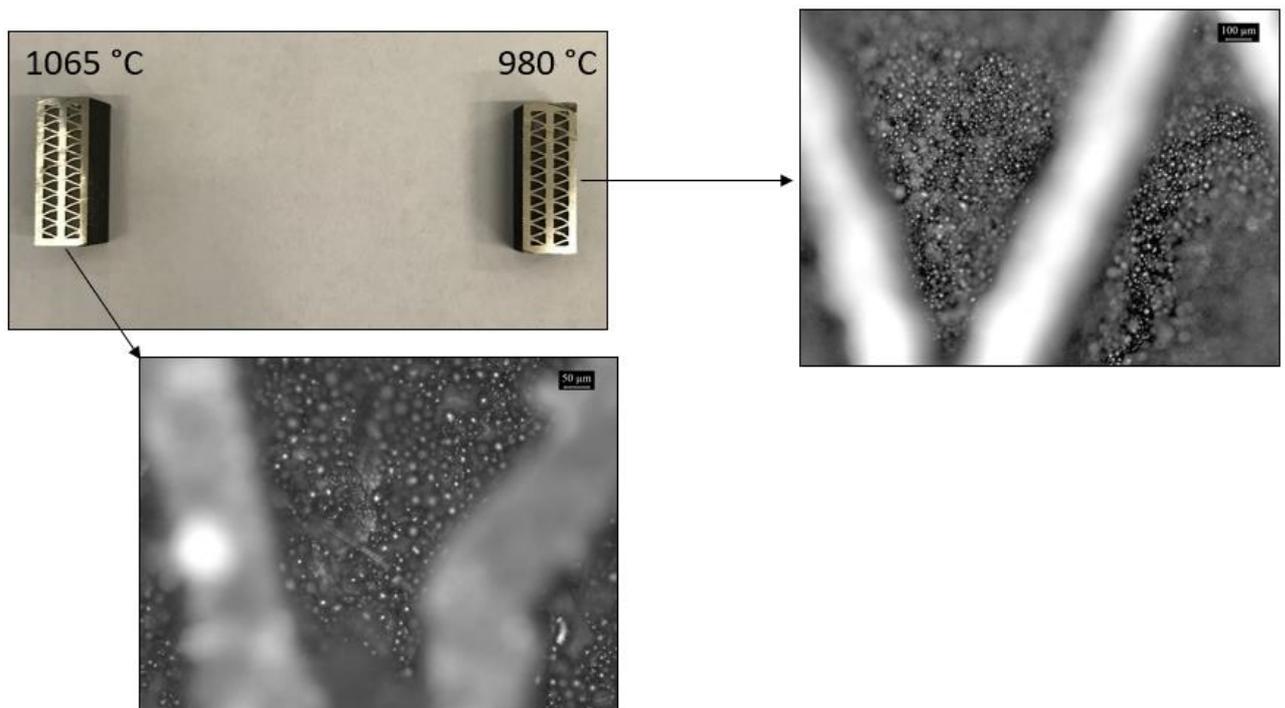


Figura 66: Sinterizzazione polvere all'interno dei canali conformali dei campioni trattati a 980°C e 1065°C.

5 Conclusioni

Il seguente lavoro di tesi è stato svolto con lo scopo di trovare, in funzione del tipo di applicazione, un trattamento termico di distensione ottimale, correlando l'evoluzione della microstruttura del materiale a seguito dei trattamenti termici con l'andamento delle tensioni residue ricavate tramite un metodo di analisi semi-distruittivo chiamato "Metodo della Rosetta Forata". Inoltre è stata valutata anche la sinterizzazione che subisce la polvere a seguito di tali trattamenti nel caso in cui l'applicazione richieda che i componenti in IN718 debbano essere prodotti con dei canali conformali.

Sono stati analizzati il campione *as-built* e i campioni dopo trattamento termico a 450°C, 600°C, 800°C, 900°C, 980°C e 1065°C per 1h in forno a muffola e raffreddati in aria.

Dal punto di vista microstrutturale il campione *as-built* si presenta, così come da letteratura, con dei grani colonnari diretti lungo la direzione di accrescimento del componente (asse Z), vi è la presenza di strutture dendritiche colonnari e cellulari, di segregazioni e di fasi di Laves lungo le zone interdendritiche. Quanto visto sul campione *as-built* si ripropone anche sui campioni trattati a 450°C e 600°C. A 800°C inizia la precipitazione di carburi metallici e di nuove fasi come γ' , molti importanti per aumentare le proprietà meccaniche e di resistenza del materiale. Dopo trattamento di distensione a 900°C si ha la precipitazione di fasi δ ed inizia la dissoluzione delle strutture dendritiche, che scompaiono completamente a seguito del trattamento a 1065°C, temperatura che però non permette la completa ricristallizzazione del materiale.

Le prove di durezza Brinell evidenziano che il valore più alto (375 ± 9 HB) si raggiunge dopo il trattamento termico di distensione a 800°C, causato dalla non ricristallizzazione della struttura unita all'elevata quantità di precipitati presenti che portano ad un rafforzamento per precipitazione dell'IN718. Dopo tale picco aumentando la temperatura del trattamento si ha una riduzione della durezza Brinell, che raggiunge valori più bassi del campione *as-built* con le temperature di 980°C e 1065°C, in quanto queste sono temperature di solubilizzazione dell'IN718 e preparatorie per un successivo invecchiamento.

Il trattamento termico di distensione a 900°C è quello che ha portato i migliori risultati dal punto di vista della riduzione delle tensioni residue e dopo tale trattamento il materiale risulta generalmente disteso. Anche a seguito dei trattamenti a 980°C e 1065°C il materiale risulta disteso, in accordo col fatto che queste sono temperature di solubilizzazione per l'IN718, ma aumentando la profondità di analisi si riscontrano dei picchi di tensione anomali, più marcati sul *Top* rispetto al *Lateral*.

Il trattamento termico di distensione a 800°C porta un importante detensionamento del materiale.

Per quanto riguarda i campioni con canali conformali, la sinterizzazione della polvere è completa all'interno del canale utilizzando le temperature di 980°C e 1065°C, parziale con 900°C e nulla per temperature dagli 800°C in giù.

Alla luce di quanto analizzato e commentato si può constatare che, qualcosa di interessante sia dal punto di vista microstrutturale sia dal punto di vista di riduzione delle tensioni residue si ha per trattamenti di distensione con temperature dagli 800°C in su. In particolare, per applicazioni in cui è richiesta elevata resistenza del materiale in componenti che presentano geometrie complesse e con canali conformali, il trattamento termico di distensione a 800°C con successivo raffreddamento in aria permette di ottenere elevati valori di durezza, con una riduzione delle tensioni interne del materiale e la non sinterizzazione della polvere rimasta all'interno dei canali.

Al fine di ampliare il discorso iniziato con tale tesi, in futuro si potrebbe pensare di cercare un trattamento di distensione ottimale modificando le temperature e le tempistiche dei trattamenti qui effettuati, ad esempio lavorando con temperature comprese fra 800°C e 900°C oppure aumentando il tempo del trattamento sempre prestando attenzione alla sinterizzazione della polvere all'interno dei canali conformali. Inoltre i parametri di processo e la strategia di scansione giocano un ruolo importante sulle tensioni residue del componente finale e quindi studiandoli e modificandoli si potrebbe ottenere un prodotto *as-built* già abbastanza detensionato.

Bibliografia

- [1] ASTM F2792-12a, «Standard Terminology for Additive Manufacturing Technology,» *Withdrawn 2015*, pp. 1-3, 2012.
- [2] F. Calignano, D. Manfredi, E. P. Ambrosio, S. Biamino, M. Lombardi, E. Atzeni, A. Salmi, P. Minetola, L. Iuliano e P. Fino, «Overview on Additive Manufacturing Technology,» pp. 1-20, 2016.
- [3] L. Iuliano, Dispense del corso di Tecniche per la Fabbricazione Additiva, Torino, 2017.
- [4] N. Guo e M. C. Leu, «Additive Manufacturing: Technology, applications and researchs needs,» *Frontiers Mech. Eng.*, vol. 8, n. 3, pp. 215-234, 2013.
- [5] D. Herzog, V. Seyda, E. Wycisk e C. Elmmemann, «Additive Manufacturing of metals,» *Acta Materialia*, n. 117, pp. 371-392, 2016.
- [6] K. S. Prakash, T. Nancharaih e V. S. Rao, «Additive Manufacturing Techniques in Manufacturing - An Overview,» *Materials Today: Proceedings*, n. 5, pp. 3873-3882, 2018.
- [7] W. E. Frazier, «Metal additive manufacturing: a review,» *J. Mater. Eng. Perform.*, n. 6, pp. 1917-1928, 2014.
- [8] R. Long, S. Sun e Z. Lian, «The influence of scanning methods on the cracking failure of thin-wall metal parts fabricated by direct metal deposition shaping,» *Eng. Fail. Anal.*, n. 59, pp. 269-278, 2016.
- [9] A. Candel-Ruiz e J. Metzger, «Reparaturlösungen für höchste Ansprüche,» *Laser Tech. J.*, n. 6, pp. 40-43, 2011.
- [10] J. Karlsson, A. Snis, H. Engqvist e J. Lausmaa, «Characterization and comparison of materials produced by electron beam melting (EBM) of two different Ti-6Al-4V powder fractions,» *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 213, n. 12, p. 2109-2118, 2013.
- [11] L. Murr, S. Gaytan, D. Ramirez, E. Martinez, J. Hernandez, K. Amato, P. Shindo, F. Medina e R. Wicker, «Metal fabrication by additive manufacturing using laser and electron beam melting technologies,» *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 1, n. 28, pp. 1-14, 2012.
- [12] T. Kurzynowski, E. Chlebus, B. Kuznicka e J. Reiner, «Parameters in selective laser melting for processing metallic powders,» *Proc. SPIE*, vol. 8, n. 239, pp. 823-914, 2012.
- [13] P. Fino, Dispense del corso di Materiali per la Fabbricazione Additiva, 2017.
- [14] B. Vayre, F. Vignat e F. Villeneuve, «Metallic additive manufacturing: state of the art review and prospects,» *Mechanics and Industry*, vol. 2, n. 13, pp. 89-96, 2012.
- [15] C. Y. Yap, C. K. Chua, Z. L. Dong, Z. H. Liu, D. Q. Zhang, L. E. Loh e S. L. Sing, «Review of selective laser melting: Materials and applications,» *Appl. Phys. Rev.*, vol. 2, pp. 1-16, 2015.
- [16] H. Bhadeshia, Handbook of residual stress and deformation of steel, ASM International, 2002.
- [17] M. Boniardi, C. Tagliabue e R. Venturini, «Origine delle tensioni residue: deformazioni plastiche e lavorazioni meccaniche,» *La metallurgia italiana*, pp. 54-60, 2006.
- [18] F. Chichi, «ilprogettistaindustriale,» [Online].
- [19] G. S. Schajer, «Practical Residual Stress Measurements Methods,» Wiley, 2013, pp. 1-27.
- [20] Technology, SINT, «Measurement of Residual Stresses».
- [21] C. Li, Z. Liu, X. Fang e Y. Guo, «Residual Stress in Metal Additive Manufacturing,» *Elsevier*, pp. 348-353, 2018.
- [22] P. Mercelis e J. Kruth, «Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting,» *Rapid Prototyping J.*, vol. 5, n. 12, pp. 254-265, 2006.
- [23] J. Kruth, L. Froyen, J. V. Vaerenbergh, P. Mercelis, M. Rombouts e B. Lauwers, «Selective laser melting of iron-based powder,» *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 1, n. 149, pp. 616-622, 2004.
- [24] J. L. Bartlett e X. Li, «An overview of residual stresses in metal powder bed fusion,» *Additive Manufacturing*, n. 27, pp. 131-149, 2019.

- [25] Y. Lu, S. Wu, Y. Gan, T. Huang, C. Yang, L. Junjie e J. Lin, «Study on the microstructure, mechanical property and residual stress of SLM inconel 718 alloy manufactured by differing island scanning strategy,» *Opt. Laser Technol.*, n. 75, pp. 197-206, 2015.
- [26] Y. I. Yadroitsev I, «Evaluation of residual stress in stainless steel and Ti6Al4V samples produced by selective laser meltin.,» *Virtual Phys. Prototyping*, vol. 2, n. 10, pp. 67-76, 2015.
- [27] L. Sochalski-Kolbus, E. Payzant, P. Cornwell, T. Watkins, S. Babu, R. Dehoff, M. Lorenz, O. Ovchinnikova e C. Duty, «Comparison of residual stresses in inconel 718 sample parts made by electron beam melting and direct metal laser sintering,» *Metall. Mater. Trans. A.*, vol. 3, n. 46, pp. 1419-1432, 2015.
- [28] P. Rangaswamy, M. Griffith, M. Prime, T. Holden, R. Rogge, J. Edwards e R. Sebring, «Residual stresses in LENS® components using neutron diffraction and contour method,» *Mat Sci Eng*, Vol. %1 di %21-2, n. 399, pp. 72-83, 2005.
- [29] E. Denlinger, J. Heigel e P. Michaleris, «Effect of inter-layer dwell time on distortion and residual stress in additive manufacturing of titanium and nickel alloy,» *J. Mater. Process. Technol.*, n. 215, pp. 123-131, 2015.
- [30] D. Buchbinder, W. Meiners, N. Pirch, K. Wissenbach e J. Schrage, «Investigation on reducing distortion by preheating during manufacture of aluminum components using selective laser melting,» *J. Laser Appl.*, vol. 1, n. 53, pp. 1-10, 2014.
- [31] H. Ali, L. Ma, H. Ghadbeigi e K. Mumtaz, «In-situ residual stress reduction, martensitic decomposition and mechanical properties enhancement through high temperature powder bed pre-heating of selective laser melted Ti6Al4V,» *Mat Sci Eng*, vol. 5, n. 69, pp. 211-220, 2017.
- [32] M. Shiomi, K. Osakadal, K. Nakamura, T. Yamashita e F. Abe, «Residual Stress within Metallic Model Made by Selective Laser Melting Process,» pp. 1-4.
- [33] E. Akca e A. Gursel, «A review on Superalloys and IN718 Nickel-Bases INCONEL Superalloy,» *Periodicals of Engineering and Natural Sciences*, vol. 3, n. 1, pp. 15-27, 2015.
- [34] C. Sims, N. Stoloff e W. Hagel, «Superalloys II,» New York, 1986.
- [35] W. Betteridge e J. Heslop, «The Nimonic Alloys and Other Nickel-Base High-Temperature Alloys,» New York, 1974.
- [36] «http://www.specialmetals.com/assets/smc/documents/inconel_alloy_718.pdf,» [Online].
- [37] D. Zhang, Z. Feng, C. Wang, W. Wang, Z. Liu e W. Niu, «Comparison of microstructures and mechanical properties of Inconel 718 alloy processed by selective laser melting and casting,» *Materials Science & Engineering A*, pp. 357-367, 2018.
- [38] W. Huang, J. Yang, H. Yang, G. Jing, Z. Wang e X. Zeng, «Heat treatment of Inconel 718 produced by selective laser melting: Microstructure and mechanical properties.,» *Mat. Sci. & Eng. A*, vol. 7, n. 50, pp. 98-107, 2019.
- [39] D. Deng, R. L. Peng, H. Brodin e J. Moverare, «Microstructure and mechanical properties of Inconel 718 produced by selective laser melting: Semple orientation dependence and effects of post heat treatments,» *Mat. Sci. & Eng. A*, vol. 7, n. 12, pp. 294-306, 2018.
- [40] «<https://www.zare.it/materiali/inconel-718>,» [Online].
- [41] «https://dmlstechnology.com/images/pdf/EOSINT_M_270.pdf,» [Online].
- [42] «http://www.presi.com/media/image/produit/13074_grand.jpg,» [Online].
- [43] «https://it.wikipedia.org/wiki/Microscopio_ottico,» [Online].
- [44] «<http://www.leica-microsystems.com/it/prodotti/microscopi-ottici/industria-e-materiali/microscopi-invertiti/dettagli/product/leica-dmi5000-m/>,» [Online].
- [45] «https://it.wikipedia.org/wiki/Microscopio_elettronico_a_scansione,» [Online].
- [46] «https://areweb.polito.it/ricerca/carbongroup/fac_fesem.html,» [Online].
- [47] «<https://it.wikipedia.org/wiki/Durezza>,» [Online].

- [48] W. D. Callister e D. G. Rethwisch, *Scienza e Ingegneria dei Materiali - Terza Edizione*, Napoli: Edises, 2012.
- [49] «<https://www.sintechnology.com/products.html>,» [Online].
- [50] V. Flint, G. M. Davidson, R. L. Boring, C. L. Powers e A. P. Pauna, *Heat Treater's Guide - Practices and Procedures for Nonferrous Alloys*, Harry Chandler, Editor, 1996.
- [51] Z. Wanga, K. Guana, M. Gaoa, X. Li, X. Chenb e X. Zenga, «The microstructure and mechanical properties of deposited-IN718 by selective laser melting,» *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 5, n. 13, pp. 518-523, 2012.
- [52] X. Li, J. J. Shi, C. H. Wang, G. H. Cao, A. M. Russell, Z. J. Zhou, C. P. Li e G. F. Chen, «Effect of heat treatment on microstructure evolution of Inconel 718 alloy fabricated by selective laser melting,» *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 7, n. 64, pp. 639-649, 2018.
- [53] G. S. Schajer, «Practical Residual Stress Measurement Methods,» in *2.5.3 Plasticity Effects*, Wiley, 2013, p. 50.
- [54] «<https://www.eos.info/material>,» [Online].
- [55] G. S. Schajer, «Practical Residual Stress Measurement Methods,» in *2.8.1 Practical Considerations*, Wiley, 2013, pp. 57-58.
- [56] G. S. Schajer, «Practical Residual Stress Measurement Methods,» in *2.8.3 Typical Measurement Uncertainties*, Wiley, 2013, pp. 59-61.
- [57] J. K. Algardh, «Thickness dependency of mechanical properties for thin-walled titanium parts manufactured by electron beam melting (EBM),» *Additive Manuf.*, vol. 12, pp. 45-50, 2016.
- [58] V. Popovich, E. Borisov, A. Popovich, V. Sufiiarov, D. Masaylo e L. Alzina, «Functionally graded Inconel 718 processed by additive manufacturing: Crystallographic texture, anisotropy of microstructure and mechanical properties,» *Elsevier*, pp. 441-449, 2017.