Strutture TPMS in Inconel 718: analisi della fabbricabilità tramite L-PBF e caratterizzazione microstrutturale

A. Santoni, M. Cabibbo, M. L. Gatto, G. Grima, E. Santecchia, K. Sleem, S. Spigarelli, M. Palladino

Il processo di Laser Powder Bed Fusion (L-PBF) si distingue nel settore del Metal Additive Manufacturing per la sua capacità di creare componenti metallici complessi attraverso la fusione strato su strato di polvere metallica tramite un fascio laser ad alta precisione. Questa tecnica è adatta alla produzione di strutture reticolari leggere e robuste, offrendo personalizzazione, efficienza nel trasferimento di calore e riduzione del peso e del consumo di materie prime. Le strutture Triply Periodic Minimal Surface (TPMS) rappresentano un avanzamento significativo, introducendo soluzioni innovative per la progettazione e la produzione ingegneristica. Lo studio è incentrato sull'analisi della fabbricabilità di provini lattice TPMS in Inconel 718 tramite L-PBF, con un focus sulla topologia di cella Gyroid. Sono state condotte simulazioni FEM L-PBF per analizzare distorsioni e tensioni residue. I provini as-built sono stati sottoposti a caratterizzazione meccanica e microstrutturale e a successivi trattamenti termici per studiarne gli effetti microstrutturali.

PAROLE CHIAVE: L-PBF, LATTICE, TPMS, GYROID, ANALISI FEM, CARATTERIZZAZIONE MICROSTRUTTURALE, CARATTERIZZAZIONE MECCANICA, TRATTAMENTI TERMICI

INTRODUZIONE

Con il termine Additive Manufacturing (AM) si intende un insieme di processi produttivi che, in contrasto con le tradizionali tecnologie sottrattive, permette la realizzazione di oggetti tridimensionali per deposizione di strati successivi di materiale (metallico e non), a partire da un file 3D CAD (Computer Aided Design) [1]. Secondo la definizione fornita dai comitati di regolamentazione ASTMF42 e ISOTC261, la fusione a letto di polvere (PBF) e la deposizione diretta di energia (DED) rappresentano le principali tecnologie di metal additive manufacturing (MAM). Questi processi si basano sulla fusione di materia prima, generalmente sotto forma di polvere micrometrica, che richiede una gestione accurata della materia prima e dei parametri di stampa. Dato che le cinetiche di reazione di tali processi additivi differiscono in modo sostanziale dalle tradizionali tecniche di produzione, raggiungendo velocità di raffreddamento dell'ordine dei 10⁶ K/s, possono verificarsi una serie di effetti indesiderati, guali la formazione "incontrollata" di pori, l'elevata rugosità superficiale, la perdita di elementi in lega (volatilizzazione), l'innesco di cricche, l'eventuale delaminazione del componente durante e al termine del

A. Santoni, M. Cabibbo, M. L. Gatto, G. Grima, E. Santecchia, K. Sleem, S. Spigarelli

DIISM, Università Politecnica delle Marche, Ancona

M. Palladino Baker Hughes, Firenze processo di stampa e l'insorgere di elevate sollecitazioni residue che comportano la deformazione delle parti. La formazione di tali difetti è legata alla complessa storia termica risultante principalmente dai seguenti parametri di processo: velocità ed energia della fonte di calore, strategia del percorso di scansione, spessore dello strato e dimensione delle particelle di polvere [2]. Il processo di Laser Powder Bed Fusion (L-PBF) si distingue nel campo del MAM per la capacità di realizzare componenti metallici complessi, sfruttando la fusione di polvere metallica strato dopo strato, mediante un fascio laser ad alta precisione. Questa tecnica è particolarmente efficace per realizzare strutture reticolari (o "lattice") leggere e resistenti, apportando benefici significativi in termini di personalizzazione, efficienza nel trasferimento di calore e riduzione del peso e del consumo di materie prime [3], [4]. Le strutture triply periodic minimal surface (TPMS) rappresentano un'evoluzione in guesto ambito, offrendo soluzioni innovative per la progettazione e la produzione ingegneristica [5]. Lo scopo dello studio è valutare la fabbricabilità di provini lattice TPMS in Inconel 718 attraverso L-PBF, con particolare attenzione alla topologia della cella Gyroid [6], [7]. Sono state condotte simulazioni FEM per valutare i risultati della stampa 3D in termini di distorsioni e tensioni residue. Attraverso osservazioni e misurazioni effettuate tramite uno stereomicroscopio, sono state indagate le caratteristiche di deformazione dei provini reticolari. I campioni as-built sono stati sottoposti a caratterizzazione metallografica tramite microscopia ottica ed elettronica a scansione e a trasmissione (OM, SEM, TEM). Tramite le prove di microdurezza è stato possibile valutare le prestazioni meccaniche

del materiale. Successivamente, i reticoli sono stati sottoposti a trattamento termico di solubilizzazione e doppio invecchiamento (come delineato dalle specifiche dei materiali aerospaziali AMS 2774 e AMS 5662) per indagarne gli effetti microstrutturali.

MATERIALI E METODI

In questo studio, il software nTopology è stato impiegato per modellare provini reticolari caratterizzati da un pattern di celle unitarie TPMS di tipo Gyroid. I campioni reticolari presentano parametri geometrici variabili della cella unitaria, come la dimensione della cella e lo spessore della parete (o "wall thickness"). Nella Fig. 1 (a) viene illustrato il modello 3D della cella unitaria. Nel dettaglio, sono stati modellati 3 provini reticolari variando di volta in volta il volume della cella unitaria sulla base di variazioni dei parametri geometrici, quali wall thickness e dimensione del lato della cella, come mostrato nella Tab. 1. Il reticolo presenta un ingombro di 8x8x8 mm. Ogni campione presenta una piastra superiore e una inferiore, con uno spessore rispettivamente di 3 mm e 0.8 mm. Pertanto, le strutture reticolari non sono state fabbricate direttamente sulla piattaforma di costruzione, per garantire un'adeguata dissipazione del calore durante il processo produttivo tramite la piastra inferiore.

IdD.I - PTOVINI TELICOLAN AL VANALE DEL VOLUME DELLA CELLA UNILANA / LALLICE SAMPLES WILL VALVING UNIL C	Tab.1 -	- Provini reticolari al	variare del volum	e della cella unitaria /	/Lattice samples wit	h varying unit cell
---	---------	-------------------------	-------------------	--------------------------	----------------------	---------------------

Codice ID provino	Volume cella unitaria (mm³)
a2	2.327
b2	3.114
c2	3.912

La Fig. 1 (b) mostra i modelli CAD dei provini reticolari, a ciascuno dei quali è stato assegnato un codice identi-

ficativo come elencato nella Tab. 1.



Fig.1 - Modelli CAD (a) della cella unitaria e (b) dei provini a2, b2, c2 / CAD models (a) of the unit cell and (b) of samples a2, b2, c2.

Sulla base dei risultati ottenuti dalla stampa in termini di difetti e danneggiamenti riscontrati nelle strutture as-built, il solo campione c2 è stato sottoposto a caratterizzazione meccanica e metallografica.

Le simulazioni FEM del processo di stampa del campione C2 sono state condotte per valutare il risultato della stampa 3D utilizzando tecniche di prototipazione virtuale. Il software utilizzato per simulare il processo LPBF è Ansys Additive suite Workbench2020 R1 (Ansys® Workbench2020 R1). Per essere più precisi, questo software facilita le simulazioni di produzione condotte in condizioni variabili. Queste condizioni possono includere una simulazione puramente meccanica, che stima le deformazioni risultanti dagli effetti termici utilizzando parametri predefiniti, o una simulazione che incorpora esplicitamente i fenomeni termici. Ansys utilizza il file STL nominale del modello CAD e i parametri del processo LPBF come input. Per avviare la simulazione, il modello viene suddiviso in voxel. Le simulazioni condotte in questo studio si basano sulle impostazioni fondamentali del software, come mostrato nel dettaglio nella Tab. 2.

Tab.2 -	Impostazione d	ei parametri di :	simulazione /	' Setting of sir	nulation parameters
---------	----------------	-------------------	---------------	------------------	---------------------

Materiale	Inconel 718
Layer thickness	40 µm
Potenza laser	285 W
Velocità di scansione	960 mm/s
Hatch distance	0.11 mm
Dimensioni dei voxel per il provino	0.2 mm
Dimensioni dei voxel per il piatto	4 mm

Nel dettaglio, le simulazioni effettuate hanno considerato le seguenti fasi: stampa, raffreddamento e taglio del pezzo dalla piastra di costruzione, al fine di verificare qualitativamente che il modello virtuale in Ansys restituisca valori di deformazione e di tensione residua comparabili con quelli reali. I moduli del modello di simulazione sviluppato in Ansys Workbench Additive sono illustrati nella Fig. 2.



Fig.2 - Modello di simulazione in Ansys Workbench Additive / Simulation model in Ansys Workbench Additive.

I campioni sono stati fabbricati utilizzando un'apparecchiatura EOS M250 LPBF, impiegando polvere atomizzata di Inconel 718 come materiale di partenza. Nella seguente tabella (Tab. 3) viene riportata la composizione chimica espressa in peso percentuale (wt. %) dell'Inconel 718, così come fornita dal datasheet tecnico EOS [8].

Tab.3 - Composizione chimica (in peso %) della materia prima di Inconel 718 / Chemical composition (wt. %)of the Inconel 718 feedstock [8].

Peso percentuale wt. -% (Min./Max.)

Fe	Ni	Cr	Nb	Мо	Ti	Al	Altro
Balance	50-55	17-21	4.75-5.50	2.80-3.30	0.65-1.15	0.20-0.80	< 1.0

Il processo LPBF è stato eseguito con potenza del laser e velocità di scansione secondo il modello di scansione core-skin predefinito, come mostrato nella Tab. 2, dove vengono riportati i valori dei parametri di processo impostati non solo per la simulazione ma anche per la stampa dei provini. È stato utilizzando uno spot del laser di 0,08 mm, e un'atmosfera di gas inerte stabilita con argon. Il riscaldamento della piattaforma di costruzione è stato impostato a 80 °C.

Per confrontare il componente prodotto con il modello simulato, sono state effettuate osservazioni del profilo del piatto superiore e misurazioni utilizzando uno stereomicroscopio Leica (modello DVM6) per valutare l'andamento e l'entità delle distorsioni lungo la direzione di crescita (direzione Z) causate dal processo di produzione. Sono stati estratti due campioni metallografici tagliando a metà il provino c2 lungo la direzione di crescita (piano YZ) mediante elettroerosione (EDM). Un campione è stato lasciato allo stato as-built, mentre l'altro è stato sottoposto a trattamento termico per investigare le differenze nel comportamento meccanico e microstrutturale tra le due condizioni. Nello specifico, è stato effettuato un trattamento termico di solubilizzazione seguito da doppio invecchiamento, come delineato dalle specifiche dei materiali aerospaziali AMS 2774 e AMS 5662 [8]. In particolare, il processo prevede un riscaldamento fino a 954°C per 1 ora, raffreddamento in aria, seguito da una seconda fase di riscaldamento a 718°C, con un tempo di permanenza di 8 ore a tale temperatura. Successivamente, viene eseguito un ulteriore raffreddamento in forno fino a 621°C, con una permanenza a 621°C per un tempo totale di precipitazione di 18 ore e, infine, raffreddamento in aria fino a temperatura ambiente.

Per l'indagine metallografica, le superfici YZ dei campioni as-built (c2-AB) e trattato termicamente (c2-HT) sono state lucidate meccanicamente con carte abrasive al carburo di silicio fino a 4000 grit, successivamente lucidate a specchio con pasta diamantata fino a 0,25 µm. Per caratterizzare la microstruttura della lega prima e dopo il trattamento termico, i campioni sono stati sottoposti ad attacco chimico a temperatura ambiente, utilizzando la seguente soluzione: 28 ml di acido acetico, 28 ml di acido nitrico, 44 ml di acido cloridrico. Le osservazioni al microscopio ottico sono state eseguite con un'apparecchiatura Leica DMi8 per evidenziare le caratteristiche microstrutturali.

Per caratterizzare più nel dettaglio la microstruttura dell'Inconel 718 prodotto con LPBF e la sua evoluzione in seguito ai trattamenti termici, sono state eseguite delle analisi al microscopio elettronico a scansione (SEM) utilizzando un microscopio Zeiss Supra 40 a emissione di campo, dotato di un sistema di microanalisi Bruker Quantax Z200. La caratterizzazione TEM è stata effettuata mediante microscopia elettronica a trasmissione utilizzando un Philips CM200, che opera a 200 kV, dotato di un porta-campioni a doppia inclinazione raffreddato ad azoto. L'identificazione delle fasi e dei costituenti è stata eseguita tramite indicizzazione della diffrazione elettronica a zona selezionata (SAEDP). L'indicizzazione è stata effettuata con l'ausilio del software CaRIne Crystallography 3.1. I dischi sottili per il TEM sono stati preparati meccanicamente mediante lucidatura, assottigliamento da entrambi i lati del disco fino a 25-35 µm con successiva fresatura ionica, utilizzando un Gatan PIPS che opera con Ar+ a angoli di incidenza progressivamente decrescenti da 8º fino a 4º per ottenere un volume del disco TEM sufficientemente ampio per la trasparenza elettronica. Per ottenere risultati statisticamente affidabili tramite analisi TEM, sono stati

(a

ispezionati tre dischi diversi per ciascuna condizione sperimentale.

Sono state condotte delle misure di microdurezza Vickers su entrambi i campioni AB e HT tramite un microdurometro automatico QNESS 60 A+ EVO, con un carico applicato di 300 gF e un tempo di permanenza di 10 secondi, al fine di caratterizzare il comportamento meccanico locale in diverse posizioni sulla superficie in esame. Le misure sono state eseguite con le stesse condizioni sul piatto superiore di ciascun campione, in particolare, sono state effettuate tre indentazioni sistematiche ogni 0,5 mm per 15 volte nel piano YZ (Fig. 3 (a)), coprendo l'intero spazio sulla superficie del piatto. Inoltre, sono state effettuate ulteriori prove di microdurezza Vickers lungo le pareti del reticolo (in Fig. 3 (b) viene riportata una rappresentazione schematica delle impronte lasciate sul provino) al fine di investigare eventuali variazioni nelle proprietà meccaniche rispetto al materiale massivo del piatto superiore e valutare come il trattamento termico abbia influito sulle caratteristiche meccaniche della struttura lattice in termini dei valori di microdurezza ottenuti. Al termine dell'analisi condotta su entrambi i campioni nelle medesime condizioni, è stato riportato il valore medio ottenuto, con la sua deviazione standard.



Fig.3 - appresentazione schematica delle misure di microdurezza lungo il piano YZ in prossimità (a) del piatto superiore e (b) della struttura reticolare / Schematic representation of the microhardness measurements along the YZ plane of (a) the upper plate and of (b) the lattice structure.

RISULTATI E DISCUSSIONE

Nella Fig. 4 sono presentati i risultati dell'analisi FEM condotta mediante il software Ansys® Workbench2020 R1, espressi in termini di deformazioni direzionali, misurate

lungo la direzione z, al termine della fase di stampa e successivo raffreddamento e dopo la rimozione del componente dal piatto di stampa. Nella Fig. 4 (a) vengono riportati i marcatori con i valori massimi di deformazione direzionale (espressi in mm) misurati nella regione di interfaccia tra la struttura reticolare ed il piatto superiore, vicino ai bordi di quest'ultimo, dove è evidente una notevole distorsione del piatto, che tende ad inarcarsi verso l'alto. Il valore massimo di deformazione direzionale misurato è di 0.318 mm. Il valore massimo dello stress raggiunto dopo la rimozione del campione dal piatto di stampa è intorno ai 1000 MPa e si trova nell'area di interfaccia tra la struttura reticolare ed il piatto superiore, identificato dal valore numerico come illustrato nella Fig. 4 (b). Tale valore è comunque accettabile dal momento che non supera il limite di snervamento dell'Inconel 718, che può variare tra 724 MPa e 1241 MPa.



Fig.4 - (a) Deformazione massima direzionale (lungo z) espressa in mm e (b) stress equivalente di Von Mises espresso in MPa, una volta rimosso il provino dal piatto di stampa / (a) Maximum directional deformation (along z) expressed in mm and (b) Von Mises equivalent stress expressed in MPa, after removing the sample from the build plate

Il confronto tra il modello simulato e la geometria stampata è stato effettuato tramite osservazioni allo stereomicroscopio, estraendo il profilo di deformazione di una porzione del piatto superiore e misurando gli scostamenti direzionali in alcuni punti del piatto superiore lungo il piano XY. I risultati, riportati nella Fig. 5, mostrano una sostanziale sovrapposizione tra il modello simulato e il componente reale riguardo il trend di deformazione e i valori numerici delle deformazioni direzionali (lungo l'asse Z) misurate in prossimità del piano XY del piatto superiore, confermando l'affidabilità del software utilizzato. Si osserva una leggera curvatura del piatto verso la direzione Z negativa, risultando in una compressione della superficie superiore. Dall'area centrale verso i bordi del piatto si verifica un'inversione di tendenza nei valori di deformazione. L'entità della deformazione è stata misurata in punti specifici del piatto nel modello simulato (Fig. 5 (a)) e nei corrispettivi punti del provino reale (Fig. 5 (b)).



Fig.5 - Confronto tra (a) il modello Ansys e (b) la geometria reale (misurazioni allo stereomicroscopio) in termini di deformazioni direzionali espresse in mm (lungo l'asse Z) del piatto superiore / Comparison between a) Ansys model and b) real geometry (stereomicroscope measurements) in terms of directional deformation expressed in mm (along the Z-axis) of the upper plate. In Fig. 6 (a), la microstruttura del provino c2-AB mostra la forma ad arco delle pozze di fusione create dal laser durante la scansione del letto di polvere, con sovrapposizioni parziali dovute alla rotazione del fascio laser di 67° per ogni passata. La dissipazione del calore dalla zona fusa alla piattaforma porta alla formazione di grani colonnari allineati lungo l'asse Z, visibili a bassi ingrandimenti, che attraversano strati successivi di polvere grazie alla rifusione multipla e alla crescita epitassiale. Fig. 6 (b) mostra la microstruttura del campione c2-HT, evidenziando una parziale ricristallizzazione indotta dal trattamento termico, con scomparsa delle pozze fuse ma solo parziale dissoluzione delle strutture dendritiche. La ricristallizzazione statica forma grani colonnari lungo l'asse Z, ma la temperatura non è sufficiente a promuovere la formazione di grani equiassici. Il trattamento termico produce effetti simili sia sul reticolo che sul piatto in termini di proprietà microstrutturali.



Fig.6 - Micrografie ottiche della microstruttura del piatto superiore (lungo il piano YZ) dei campioni (a) c2-AB e (b) c2-HT / Optical micrographs depicting the microstructure of the upper plate (along the YZ plane) of samples a) c2-AB and b) c2-HT.

In Fiq. 7 (a) viene illustrata un'immagine SEM a basso ingrandimento del campione c2-AB che mostra una microstruttura cellulare-dendritica molto fine, in cui la crescita delle ramificazioni secondarie delle strutture dendritiche è completamente soppressa e si sviluppano solo le ramificazioni primarie. Come si può evincere sia dalla micrografia in Fig. 6 (a) che dall'immagine SEM in Fig. 7 (a), le direzioni di crescita delle dendriti non sono perfettamente parallele alla direzione di costruzione, ma invece inclinate di alcuni gradi rispetto ad essa. Inoltre, le dendriti cellulari possono crescere in direzioni diverse all'interno di una singola pozza di fusione e persino essere interrotte dalle dendriti cellulari adiacenti, come osservato anche in letteratura da uno studio condotto da Deng et al, [9]. La variazione nelle dimensioni e nell'orientamento delle sottostrutture cellulari di solidificazione è indotta dall'elevato gradiente di temperatura e dall'elevata velo-

cità di raffreddamento generati durante il processo LPBF. Di conseguenza, l'orientamento di crescita delle dendriti ruota verso la direzione di massimo gradiente termico. Ciò suggerisce che il campo di temperatura all'interno della pozza di fusione è estremamente complesso e si innesca un moto turbolento con conseguente inversione del gradiente termico. La Fig. 7 (b) è un'immagine acquisita al TEM in campo chiaro (BF) che mostra sottili sottostrutture cellulari con un'alta densità di dislocazioni osservate nelle pareti delle celle nel campione c2-AB. I precipitati scuri di forma irregolare a blocchi presenti in prossimità dei bordi dei grani, evidenziati dalle frecce nella Fig. 7 (b), sono stati identificati come fasi di Laves.



Fig.7 - Immagini SEM della microstruttura dei campioni (a) c2-AB e (c) c2-HT e immagini TEM della microstruttura dei campioni (b) c2-AB e (d) c2-HT, lungo il piano YZ / SEM images of the microstructure of samples (a) c2-AB and (c) c2-HT, and TEM images of the microstructure of samples (b) c2-AB and (d) c2-HT, along the YZ plane.

Nell'immagine al SEM riportata nella Fig. 7 (c) è possibile valutare come nel campione c2-HT rispetto al campione c2-AB, i confini delle pozze di fusione e molte microstrutture dendritiche direzionali sono state dissolte. Una quantità di fasi δ (Ni₂Nb) aghiformi è presente all'interno dei grani e ai confini dei grani, e alcune sono precipitate nelle regioni interdendritiche (indicate dai rettangoli neri nella Fig. 7 (c)). Ciò è in linea con guanto osservato nello studio condotto da Li et al. [10]. La formazione di precipitati δ interdendritici consente alla trama colonnare intragranulare di rimanere visibile dopo il trattamento termico. Dall'immagine SEM è possibile osservare la presenza di altre fasi precipitate, probabilmente corrispondenti alle fasi y' (Ni, (Al, Ti)), che potrebbero precipitare nella matrice γ sia all'interno dei grani che in prossimità dei bordi di grano. La fase y' precipita con una morfologia aciculare. Le fasi y' agiscono come rinforzi all'interno della matrice gamma, mentre le fasi δ_i , precipitando ai bordi di grano, costituiscono barriere fisiche al movimento delle dislocazioni, aumentando così la resistenza alla deformazione a temperature elevate e sotto carichi sostenuti nel tempo. La presenza di fasi di Laves non completamente dissolte nella matrice può influire negativamente sulle proprietà meccaniche per due motivi principali: in primo luogo, consumano il contenuto di Nb, riducendo il potenziale per la precipitazione delle fasi rinforzanti y' e y"; in secondo luogo, le fasi di Laves agiscono come siti di iniziazione per la propagazione delle cricche, compromettendo l'integrità strutturale e accelerando il guasto in servizio. Questi risultati in termini di fasi precipitate osservate nel campione c2-HT sono parzialmente in accordo con i risultati presentati nei lavori di ricerca di Li et al. [10], Li at al. [11] e Zhang et al. [12]. Pertanto, guesta microstruttura non può essere considerata ideale. La micrografia TEM in Fig. 7 (d), insieme ai relativi pattern di diffrazione SAED riportati come inserti nell'immagine, confermano l'identificazione delle fasi precipitate. Questo metodo è cruciale per distinguere le fasi in base alla loro struttura cristallina, essendo molte delle fasi precipitate osservate al SEM simili dal punto di vista morfologico e composizionale. Le strutture cellulari evidenziate sia con colori chiari che scuri nella Fig. 7 (b) rappresentano la matrice γ, ma con diverse orientazioni cristallografiche.

La caratterizzazione della microdurezza Vickers è stata eseguita nel piano YZ sia sul campione c2-AB che su quello c2-HT, al fine di valutare come il trattamento termico di solubilizzazione e doppio invecchiamento influenzi le prestazioni meccaniche del materiale. Per ciascun campione, le misurazioni sono state effettuate sul piatto superiore e sulla struttura reticolare. La Fig. 8 mostra i profili di microdurezza (µHV, 300 gf) per il campione c2-AB relativi al piatto superiore ((Fig. 8 (a)) lungo la direzione di crescita (piano YZ), evidenziando notevoli differenze tra questo campione e quello c2-HT (Fig. 8 (b)).



Fig.8 - Profili di microdurezza HV (300 gf) del piatto superiore raccolti nella direzione di crescita (a) prima (c2-AB) e (b) dopo (c2-HT) il trattamento termico. Confronto tra i valori medi di microdurezza con le rispettive deviazioni standard ottenuti lungo il piano YZ sia per il campione c2-AB che c2-HT calcolati sul reticolo in prossimità delle pareti esterne (sx e dx) e della parete centrale (c) / HV microhardness profiles (300 gf) of the upper plate collected in the growth direction (a) before (c2-AB) and (b) after (c2-HT) the heat treatment. (c) Comparison between the average microhardness values with their respective standard deviations obtained along the YZ plane for both the c2-AB and c2-HT samples, calculated on the lattice near the outer walls (left and right) and the central wall (c).

Per il campione c2-AB, lungo la direzione di crescita, il valore medio di microdurezza misurato sul piatto superiore varia tra 313 e 346 HV, con valori leggermente più alti vicino al bordo superiore e nella zona di interfaccia con la struttura reticolare, mentre tendono a diminuire verso il nucleo del piatto. D'altra parte, il valore medio di microdurezza valutato sul piatto del campione c2-HT varia tra 479 e 526 HV. La deviazione standard associata ai valori di microdurezza è maggiore nel campione c2-AB prodotto rispetto al campione trattato termicamente a causa di una microstruttura meno omogenea, tensioni residue significative, difetti introdotti dal processo di stampa, e fluttuazioni termiche locali. Il trattamento termico uniforma la microstruttura, rilassa le tensioni residue e riduce i difetti, risultando in una minore variabilità e quindi in una deviazione standard inferiore nei valori di microdurezza. Per quanto riquarda il campione c2-AB, i valori medi di microdurezza misurati lungo le superfici del reticolo hanno restituito valori compresi tra 328 e 358 HV. Per il campione trattato termicamente, invece, sono stati ottenuti valori medi di microdurezza compresi tra 486 e 522 HV in corrispondenza del reticolo. Nella Fig. 8 (c) viene

riportato il grafico a colonne con i valori medi di microdurezza e relativa deviazione standard misurati lungo tre pareti del reticolo (una centrale e le altre prossime ai bordi esterni) lungo il piano YZ prima e dopo trattamento termico. L'aumento della durezza osservato nel campione HT rispetto alla condizione AB è principalmente dovuto all'elevata quantità di fasi precipitate dopo il trattamento termico, che ha significative conseguenze sulle proprietà meccaniche del materiale, risultando in una bassa duttilità e aumento della durezza. Questi precipitati, come già visto nelle micrografie TEM (Fig. 7 (d)), possono essere attribuiti alle fasi δ , ma soprattutto alle fasi γ' che possono precipitare rispettivamente durante la fase di doppio invecchiamento a 718 °C e 621 °C, rafforzando così il materiale e migliorando di conseguenza le sue proprietà meccaniche, come la durezza. Risultati simili sono stati riscontrati nei lavori di ricerca di Deng et al. [9] e Zhang et al. [12]. Inoltre, Chamanfar et al. [13] hanno scoperto che una piccola quantità di fasi δ inibirebbe la crescita del grano bloccando i bordi dei grani, aumentando così la resistenza e la durezza attraverso il rafforzamento del grano. Tuttavia, la resistenza diminuirebbe se la lega contenesse troppe fasi δ, poiché la formazione delle fasi δ consuma Nb inibendo la precipitazione delle fasi di rafforzamento γ".

CONCLUSIONI

Nel presente studio è stata indagata la fabbricabilità tramite LPBF di provini reticolari con topologia di cella TPMS di tipo Gyroid. In virtù delle caratteristiche geometriche, tra le combinazioni di provini reticolari a densità variabile, è stato sottoposto soltanto il provino c2 a caratterizzazione meccanica e microstrutturale. Sono state condotte analisi FEM tramite Ansys del processo LPBF per dimostrare l'efficacia del software nella previsione delle deformazioni generate durante il processo di stampa e una volta rimosso il componente dalla piattaforma di costruzione. La corrispondenza tra il modello simulato e le misurazioni effettuate sulle immagini acquisite allo stereomicroscopio, in termini di valori numerici delle deformazioni misurate in una regione del piatto superiore sia del modello virtuale che del componente reale, ha confermato l'affidabilità del software di simulazione. Il campione c2 è stato sottoposto a trattamento di solubilizzazione e doppio invecchiamento. L'analisi metallografica dei campioni c2-AB e c2-HT, utilizzando la microscopia ottica (OM), la microscopia elettronica a scansione (SEM) e la microscopia elettronica a trasmissione (TEM), insieme alla valutazione delle prestazioni meccaniche tramite prove di microdurezza Vickers, ha portato alle sequenti osservazioni:

• **Evoluzione microstrutturale:** Le condizioni post-trattamento termico non sono state sufficienti per una completa ricristallizzazione vicino al reticolo. Sebbene si sia verificata un'iniziale omogeneizzazione, il materiale mostra ancora tracce di strutture dendritiche non completamente dissolte in alcune aree, sia in corrispondenza del piatto superiore che della struttura reticolare.

• Fasi precipitate: Le immagini acquisite al SEM e al TEM hanno identificato le principali fasi precipitate dopo il trattamento termico: $\gamma' \in \delta$. Sono state rilevate alcune fasi di Laves non disciolte, che potrebbero influenzare la duttilità e la resistenza meccanica del componente. Dovrebbero essere considerati temperature di trattamento di solubilizzazione più elevate o ulteriori trattamenti di omogeneizzazione.

• Analisi della microdurezza: Le prove di microdurezza Vickers hanno mostrato una maggiore durezza nei campioni HT rispetto ai campioni AB, attribuita alla precipitazione delle fasi di rinforzo. I campioni HT hanno mostrato una distribuzione della durezza più omogenea, con il trattamento termico che contribuisce a una risposta meccanica uniforme e a una maggiore durezza grazie alle fasi di precipitazione γ' e δ.

RINGRAZIAMENTI

Questa ricerca è stata finanziata parzialmente attraverso il progetto Dipartimento di Eccellenza, MIUR-Italy (ARTI-COLO 1, COMMI 314–337 LEGGE 232/2016). Si ringrazia per la collaborazione l'azienda Baker Hughes di Firenze.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Gadagi, B., & Lekurwale, R. (2021). A review on advances in 3D metal printing. Materials Today: Proceedings, 45, 277-283. https://doi. org/10.1016/j.matpr.2020.10.436
- [2] DebRoy, T., Wei, H. L., Zuback, J. S., Mukherjee, T., Elmer, J. W., Milewski, J. O., & Zhang, W. (2018). Additive manufacturing of metallic components-process, structure and properties. Progress in materials science, 92, 112-224. https://doi.org/10.1016/j. pmatsci.2017.10.001
- [3] Tamburrino, F., Graziosi, S., & Bordegoni, M. (2018). The design process of additively manufactured mesoscale lattice structures: a review. Journal of Computing and Information Science in Engineering, 18(4), 040801. https://doi.org/10.1115/1.4040131. https://doi. org/10.1115/1.4040131
- [4] Maconachie, T., Leary, M., Lozanovski, B., Zhang, X., Qian, M., Faruque, O., & Brandt, M. (2019). SLM lattice structures: Properties, performance, applications and challenges. Materials & Design, 183, 108137. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.108137.
- [5] Maskery, I., Aboulkhair, N. T., Aremu, A. O., Tuck, C. J., & Ashcroft, I. A. (2017). Compressive failure modes and energy absorption in additively manufactured double gyroid lattices. Additive Manufacturing, 16, 24-29. https://doi.org/10.1016/j.addma.2017.
- [6] Akca, E., & Gürsel, A. (2015). A review on superalloys and IN718 nickel-based INCONEL superalloy. Periodicals of engineering and natural sciences, 3(1). https://dx.doi.org/10.21533/pen
- [7] Carter, L. N., Attallah, M. M., & Reed, R. C. (2012). Laser powder bed fabrication of nickel-base superalloys: influence of parameters;

characterisation, quantification and mitigation of cracking. Superalloys, 2012(6), 2826–2834. <u>https://doi.org/10.1002/9781118516430.</u> ch64

- [8] EOS Nikel Alloy IN718 Material Data Sheet.
- [9] Deng, D., Peng, R. L., Brodin, H., & Moverare, J. (2018). Microstructure and mechanical properties of Inconel 718 produced by selective laser melting: Sample orientation dependence and effects of post heat treatments. Materials Science and Engineering: A, 713, 294-306. <u>https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.12.043</u>
- [10] Li, X., Shi, J. J., Wang, C. H., Cao, G. H., Russell, A. M., Zhou, Z. J., & Chen, G. F. (2018). Effect of heat treatment on microstructure evolution of Inconel 718 alloy fabricated by selective laser melting. Journal of Alloys and Compounds, 764, 639-649. <u>https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.06.112</u>
- [11] Li, J., Zhao, Z., Bai, P., Qu, H., Liu, B., Li, L., & Guo, Z. (2019). Microstructural evolution and mechanical properties of IN718 alloy fabricated by selective laser melting following different heat treatments. Journal of Alloys and Compounds, 772, 861-870. <u>https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.09.200</u>
- [12] Zhang, D., Niu, W., Cao, X., & Liu, Z. (2015). Effect of standard heat treatment on the microstructure and mechanical properties of selective laser melting manufactured Inconel 718 superalloy. Materials Science and Engineering: A, 644, 32-40. <u>https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.06.021</u>
- [13] Chamanfar, L. Sarrat, M. Jahazi, M. Asadi, A. Weck, A.K. Koul, Microstructural characteristics of forged and heat treated Inconel-718 disks, Mater. Des. 52 (2013) 791e800. <u>https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.06.004</u>

TORNA ALL'INDICE >