

ALMA MATER STUDIORUM
UNIVERSITA' DI BOLOGNA

SCUOLA INGEGNERIA
Sede di Forlì

Corso di Laurea in
INGEGNERIA MECCANICA
Classe L - 9

ELABORATO FINALE DI LAUREA
In Comportamento Meccanico dei Materiali

Analisi bibliografica sull'impatto del trattamento di Hot
Isostatic Pressure eseguito su pezzi realizzati per
Additive Manufacturing

CANDIDATO
Riccardo Scocco

RELATORE
Giorgio Olmi

Anno Accademico 2018 / 2019

INDICE

CAPITOLO 1 INTRODUZIONE

- FUNZIONAMENTO PROCESSO HIP
- FENOMENO DI CREEP
- FENOMENO DI DIFFUSION BONDING
- DIFFERENZE TRA HIP E PRESSATURA A CALDO

CAPITOLO 2 TRATTAMENTO HIP SULLE COLATE A BASE DI PLATINO

- INTRODUZIONE
- ANALISI DEL PROCESSO
- PROVE DI TRAZIONE
- OSSERVAZIONI FINALI

CAPITOLO 3 TRATTAMENTO HIP LEGHE DI ALLUMINIO SERIE 300 E SERIE 200

- INTRODUZIONE
- ANALISI DEL PROCESSO
- PROVE DI TRAZIONE
- OSSERVAZIONI FINALI

CAPITOLO 4 TRATTAMENTO HIP LEGA AL 7Si 7 Cu

- INTRODUZIONE
- ANALISI DEL PROCESSO
- PROVE DI TRAZIONE
- OSSERVAZIONI FINALI

CAPITOLO 5 TRATTAMENTO HIP ACCIAIO PER UTENSILI

- OSSERVAZIONI FINALI

CAPITOLO 6 CONCLUSIONI

BIBLIOGRAFIA

APPENDICE A (PROVA DI TRAZIONE)

APPENDICE B (PROVA VICKERS)

CAPITOLO 1 INTRODUZIONE

La tecnica HOT ISOSTATIC PRESSURE, che si abbrevia in HIP, tradotta in italiano significa PRESSATURA ISOSTATICA A CALDO; è un processo industriale usato per ridurre la porosità dei pezzi realizzati da ADDITIVE MANUFACTURING.

Consiste nel porre il pezzo per un determinato tempo, in un ambiente gassoso con elevata temperatura ed elevata pressione isostatica. Al raggiungimento della temperatura stabilita e grazie alla presenza della pressione isostatica, il materiale si comporta in maniera plastica ed è proprio la deformazione plastica del materiale che consente di chiudere le porosità, senza compromettere la geometria finita del pezzo, consentendo un significativo miglioramento delle proprietà meccaniche: durata, resistenza a fatica e vita a fatica.

FUNZIONAMENTO PROCESSO HIP

La Figura 1 mostra lo schema di una tipica unità HIP. L'unità contiene una fornace ad alta temperatura chiusa all'interno di una camera a pressione. I pezzi vengono in genere posizionati all'interno della camera HIP negli strati verticali con l'uso di scaffalature in acciaio o ceramica per massimizzare la capacità di carico. Durante le operazioni, la camera HIP viene dapprima messa sotto vuoto, per essere poi riempita di gas inerte, in genere argon, utilizzato per applicare la pressione isostatica.

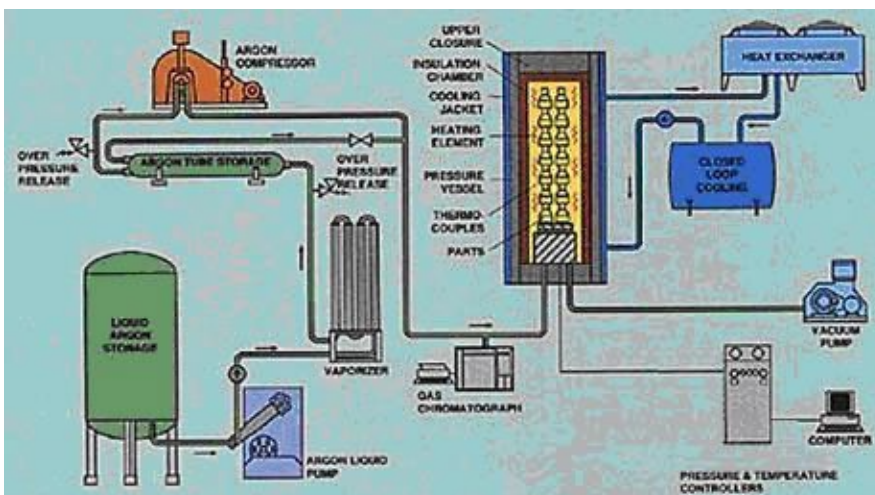


Figura 1 Schema di una unità Hip formata da una fornace ad alta temperatura che si trova all'interno di una camera a pressione, contenitore di gas inerte, sistema di riscaldamento e controllo elettronico del processo.

La temperatura e la pressione vengono quindi innalzate e lasciate stabilizzarsi per un periodo specifico di tempo, in base alle proprietà del materiale. Il pezzo viene riscaldato attraverso la convezione, a temperature inferiore di quelle di fusione per evitare modificazioni della geometria del pezzo, permettendo in tal modo di trattare pezzi aventi già geometria definita. Il tempo di mantenimento ad elevata pressione e ad una elevata temperatura del gas sul materiale, genera deformazioni plastiche che fanno collassare i pori, instaurando fenomeni di “CREEP” e di “DIFFUSION BONDING”. Una volta superata la resistenza allo snervamento del materiale, cioè il valore in corrispondenza del quale il materiale incomincia a deformarsi plasticamente, le parti si densificano creando un flusso plastico che obbliga i vuoti interni a collassare sotto la pressione differenziale. In condizioni di vuoto, le superfici interne si legano insieme, aumentando la densità e, di conseguenza, migliorando le proprietà del materiale. A differenza della forza meccanica che comprime un pezzo in lavorazione da uno o due lati, la pressatura isostatica viene uniformemente applicata su tutti i lati di un oggetto, eliminando la porosità interna senza modificarne la forma semi-finita. Ciononostante, come mostrato in Figura 2, possono crearsi deformazioni locali sotto forma di “fossette”, quando le dimensioni dei pori interni sono estremamente grandi e la saldatura per diffusione fa collassare le superfici esterne verso l'interno. Questa forma geometrica che da spessa diviene sottile, difficile da alimentare tramite un canale, rappresenta un esempio estremo della porosità del restringimento sottosuperficiale ed è una chiara rappresentazione della distruzione del poro che si verifica con il processo HIP. Tuttavia, si potrebbe certamente obiettare che la porosità interna viene eliminata senza cambiare la forma semi-finita, come dimostrato da queste immagini. Accanto a queste deformazioni evidenti, sono necessari studi dimensionali dettagliati per determinare più chiaramente quale livello d'impatto sia necessario in base alle dimensioni della colata.

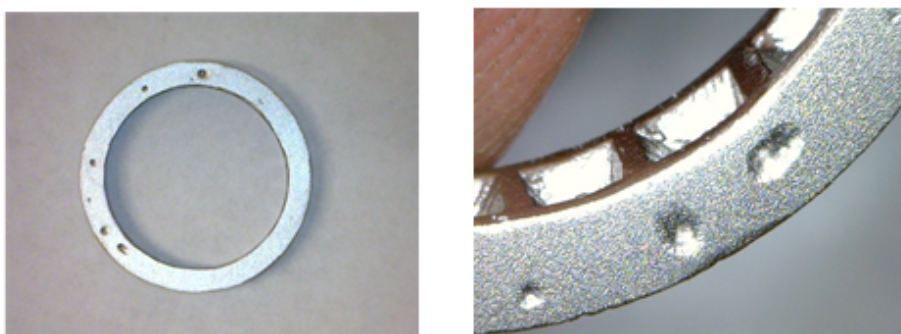


Figura 2 Il processo Hip elimina le porosità all'interno del pezzo senza modificarne le dimensioni grazie alla temperatura e alla pressione però si possono creare delle deformazioni superficiali chiamate “fossette”.

Il processo HIP è infatti ben noto per la sua capacità di densificare e migliorare le proprietà per un ampio ventaglio di materiali, tra cui colate di metallo, materiali compositi, polimeri e parti realizzate in ceramica o polveri di metallo. Però non tutti i metalli potranno beneficiare del processo HIP e il livello di risposta al processo HIP di ciascuna lega dipende dalla sua resistenza allo scorrimento. Lo scorrimento è la tendenza di un materiale solido a spostarsi lentamente e a deformarsi in modo permanente in condizioni di stress. Nei metalli, lo scorrimento aumenta con la temperatura e inizia a circa il 40 - 50% della temperatura di fusione di una lega. Il tasso di scorrimento è in funzione della temperatura, delle proprietà dei materiali e della quantità di pressione applicata.

FENOMENO DI CREEP

Il fenomeno di CREEP, in italiano SCORRIMENTO VISCOSO, indica il processo di deformazione anelastica in presenza di elevata temperatura e di una sollecitazione costante nel tempo che fornisce la direzionalità del processo deformativo. Con il termine CREEP ci si riferisce ad una deformazione che dipende dal tempo e può comprendere deformazioni elastiche, viscosi e plastiche.

Le deformazioni elastiche compaiono con l'applicazione del carico e sono immediatamente recuperate quando il carico viene rimosso.

Le deformazioni viscosi compaiono a causa dell'applicazione delle sollecitazioni a velocità di deformazione proporzionale allo sforzo. La deformazione raggiunge il suo valore massimo solo dopo che lo sforzo lo ha già raggiunto e la deformazione non viene recuperata fino a quando lo sforzo non viene rimosso. Le deformazioni elastiche e viscosi possono prodursi contemporaneamente: visco-elasticità.

Le deformazioni plastiche compaiono contemporaneamente all'applicazione dello sforzo e non svanisce con la sua rimozione. Le deformazioni elastiche, viscosi e plastiche possono avvenire contemporaneamente: elasto-visco-plasticità.

FENOMENO DI DIFFUSION BONDING

Il fenomeno di DIFFUSION BONDING, in italiano SALDATURA PER DIFFUSIONE, è un processo di trasformazione allo stato solido che consente di unire materiali simili e dissimili. Tale tecnica si basa sulla diffusione atomica degli elementi che devono essere

uniti, consentendo di legare tra loro materiali dissimili senza creare effetti di distorsione nei singoli pezzi. Il processo viene utilizzato soprattutto nell'industria aerospaziale per unire materiali e forme che altrimenti non potrebbero essere fatte.

DIFFERENZE TRA HIP E PRESSATURA A CALDO

Il processo HIP applica la pressione isostatica ai materiali utilizzando la pressione del gas uniformante distribuita su tutte le parti del pezzo, mentre la pressatura a caldo applica solo la pressione uniassiale. Per spiegare chiaramente la differenza tra HIP e pressatura a caldo, supponiamo che HIP o pressatura a caldo siano applicati al materiale A (metallo con pori all'interno) e al materiale B (metallo con estremità irregolari).

Nel caso di HIP (Figura 3), il Materiale A, si contrarrà mantenendo la sua forma iniziale fino a quando i pori all'interno scompaiono e si legano insieme a causa degli effetti di diffusione. D'altra parte, il materiale B non subisce alcun cambiamento di forma perché ai bordi irregolari viene applicata una pressione uniforme.

In caso di pressatura a caldo (Figura 3), gli stessi fenomeni del caso di HIP si verificano nel materiale A. Il materiale B, tuttavia, non può mantenere la sua forma irregolare iniziale poiché la pressione viene applicata solo alle porzioni convesse. Sia il materiale A che il materiale B avranno forme finali diverse dopo la pressatura a caldo a seconda delle forme di uno stampo e di un punzone utilizzato.

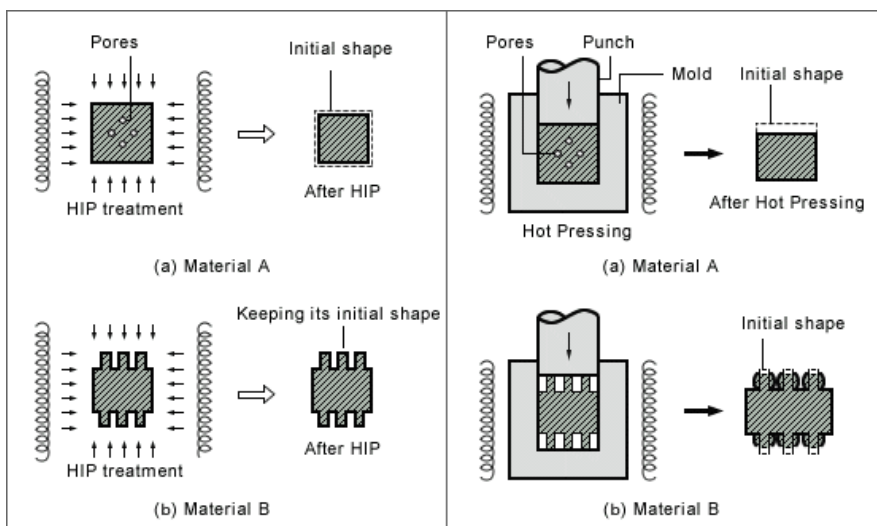


Figura 3 Nel primo caso è applicato al materiale il processo HIP, invece nel secondo caso è applicato la pressatura a caldo.

INTRODUZIONE

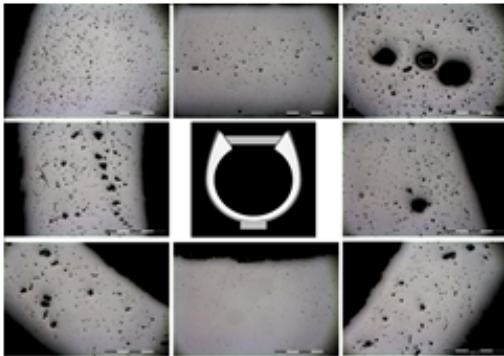


Figura 4 Sezione trasversale e longitudinale di 95Pt5Ru ottenuto per colata; si possono vedere molte porosità create dal gas.

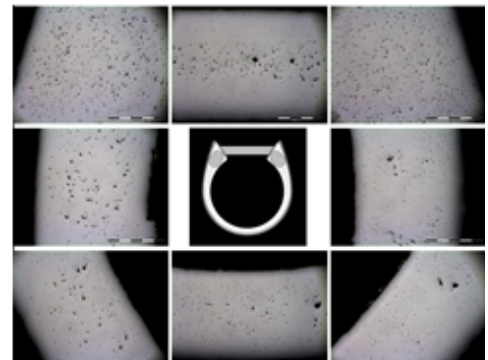


Figura 5 Sezione trasversale e longitudinale di 95Pt5Ru ottenuto per colata ma con ottimizzazione dei canali di colata; diminuzione della porosità.

Le Figure 4 e 5 illustrano sezioni trasversali e longitudinali di 95Pt5Ru con un ingrandimento di 50X, mostrando la qualità interna “come colata”. Entrambe le sezioni sono caratterizzate da significative quantità di restringimenti e porosità da gas, evidenziando la difficoltà nel raggiungere completamente colate dense con questa lega. Anche con l’uso di canali di alimentazione ottimizzati (Figura 5), i livelli di porosità rimanevano elevati con un ampio margine di miglioramento.

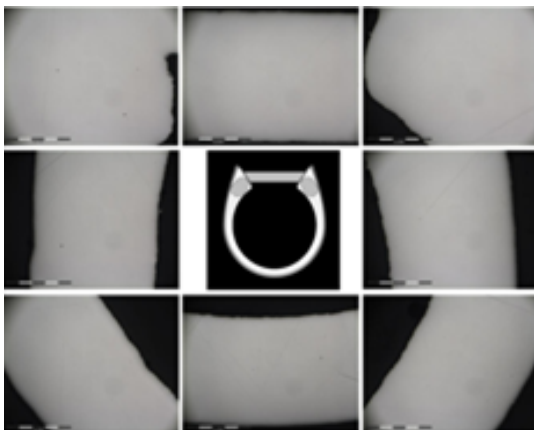


Figura 6 Sezione longitudinale e trasversale di 95Pt5Ru dopo processo HIP; tutte le porosità interne sono state chiuse.

Al contrario, la Figura 6 mostra una sezione trasversale e longitudinale dello stesso tipo di campione sottoposto a pressatura isostatica a caldo. Questa colata è divenuta totalmente densa a seguito del processo HIP, dimostrando l’efficacia di questo processo nel richiudere la porosità sottosuperficiale.

ANALISI DEL PROCESSO

È stato selezionato un campione di prova affusolato per valutare i livelli di porosità microscopica, di densità e durezza prima e dopo l'HIP. I parametri e le condizioni di colata per le prove effettuate sono mostrate in Tabella 1. Sono state utilizzate temperature di colata, temperature dei cilindri e curve di attivazione standard. I cilindri sono stati creati con una macchina a colata centrifuga con riscaldamento a induzione; ciascun albero conteneva due forme geometriche di prova per ciascuna lega. Una colata è stata trattenuta per disporre di un campione "come colato", mentre la seconda colata è stata sottoposta a HIP in base a specifici parametri per le leghe di platino.

LEGA	TEMP. COLATA C	TEMP. CILINDRO C	CONDIZIONI DI COLATA
95Pt5Ru	1870	850	1 come colato; 1 HIP
90Pt10Ir	1870	850	1 come colato; 1 HIP
90Pt10Rh	1960	850	1 come colato; 1 HIP
95Pt5Co	1850	850	1 come colato; 1 HIP
1) Tutti i cilindri sono stati raffreddati ad aria in maniera identica			
2) Tutte le leghe sono state sottoposte a HIP con lo stesso carico			

Tabella 1 Parametri e condizione di colata per le prove effettuate sui vari materiali come colati e trattati con HIP.

La figura 7 mostra livelli di porosità significativi nello stato "come colato" di 95Pt5Ru. I pori in questa lega sono a micro-restringimento interdendritico; tali pori si formano durante la solidificazione spontanea della lega che avviene così rapidamente da rendere impossibile l'alimentazione continua. Il processo HIP ha correttamente chiuso questi pori con micro-restringimento e la microstruttura è risultata totalmente densa dopo il processo HIP.

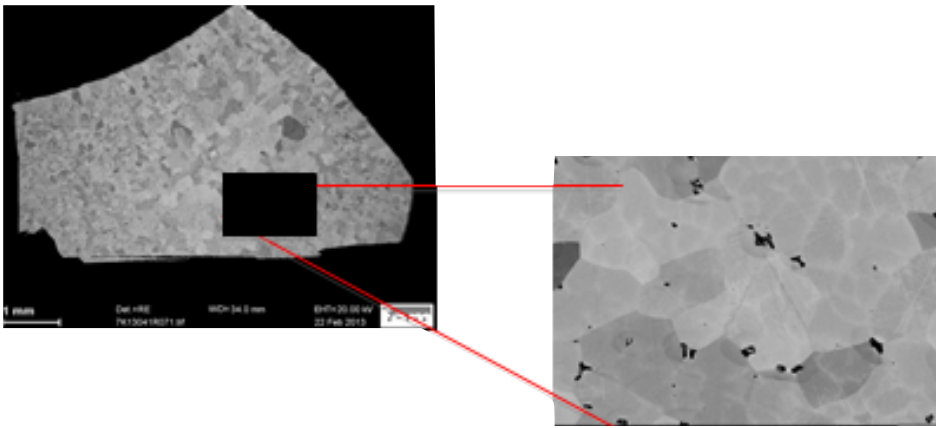


Figura 7 Pori nello stato “come colato” di 95Pt5Ru causati dalla rapidità di solidificazione della lega.

Un altro importante risultato è che la dimensione del grano cristallino non è influenzata negativamente dal processo HIP (Figura 8).

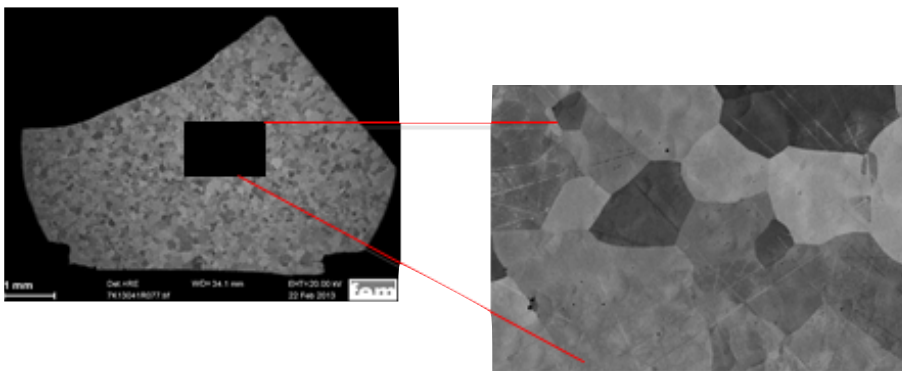


Figura 8 Il processo HIP non influenza la grandezza del grano cristallino.

Un semplice trattamento termico con gli stessi parametri termici del processo HIP (senza uso della pressione) non è né in grado di chiudere completamente i pori da una condizione di “come colato” né di mantenere la dimensione del grano cristallino (Figura 9).

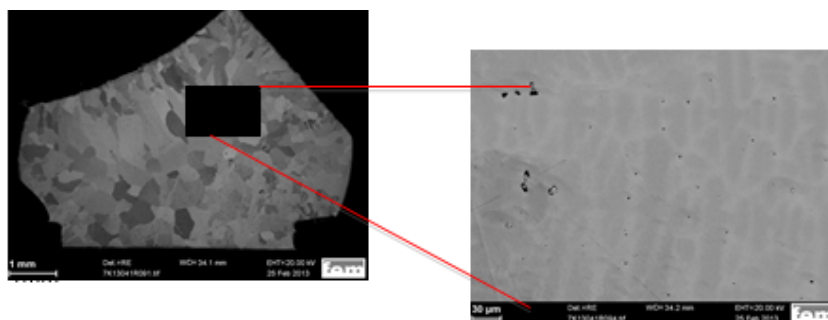


Figura 9 Un qualunque trattamento termico senza l'uso della pressione chiude i pori solo parzialmente.

Nonostante la quantità e la dimensione dei pori siano chiaramente ridotte, i grani crescono in maniera considerevole durante il trattamento termico. Pertanto, qualsiasi effetto benefico di riduzione della porosità è compromesso dalla crescita dei grani cristallini. In base a tale risultato è possibile dedurre che la pressione utilizzata nel processo HIP apporta il beneficio aggiunto di ritardare la crescita dei grani cristallini. La Figura 10 mostra le dimensioni comparative dei grani cristallini di 950PtRu in condizioni “come colato”, sottoposto a HIP e a trattamento termico.

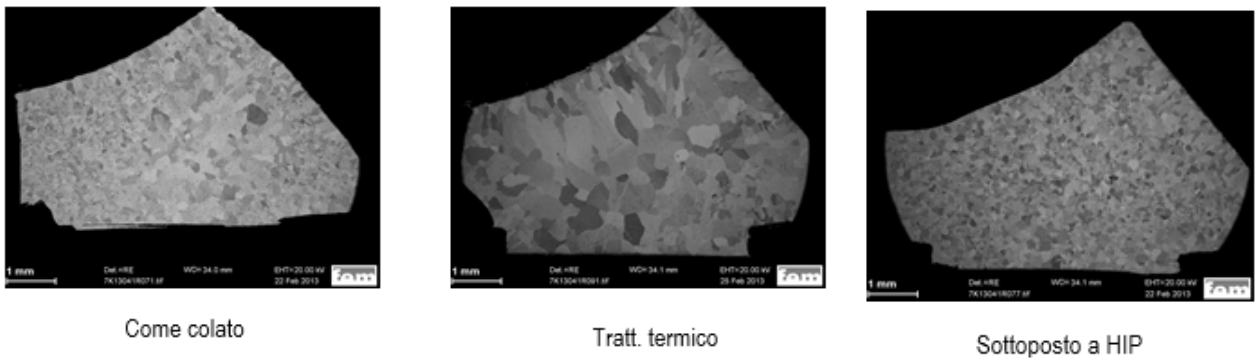


Figura 10 Si possono notare le varie differenze di grandezza dei grani in base ai trattamenti eseguiti.

Il campione di colata di 95Pt5Co non mostra alcuna porosità macroscopica o microscopica nella condizione “come colato” (Figura 11).

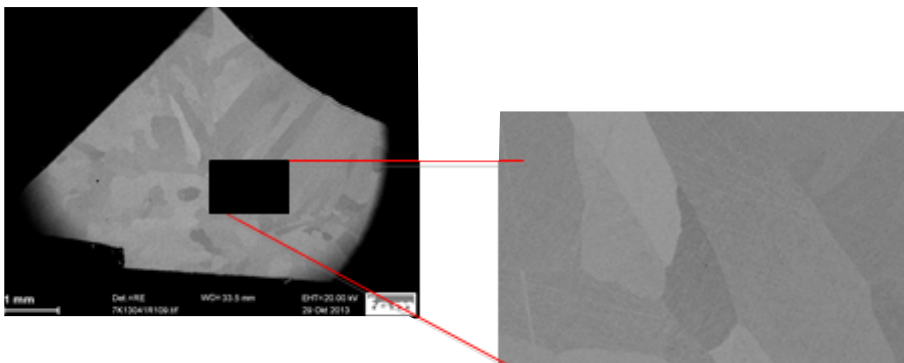


Figura 11 Il campione 95Pt5Co “come colato” non mostra porosità.

Tuttavia, a confronto di 95Pt5Ru, i grani cristallini sono estremamente grandi. La loro dimensione e forma indicano un processo di solidificazione relativamente lento, in cui pochi grani sono stati nucleati sulla superficie della parte, che quindi è cresciuta verso il centro. Vi è stato quindi il tempo sufficiente per avviare l'alimentazione e le microstrutture sono prive di pori. Di conseguenza, durante il processo HIP si sono verificati pochi cambiamenti sulla microstruttura del 95Pt5Co (Figura 12). Questo non significa che il

processo HIP non offre alcun beneficio alle colate di 95Pt5Co. La precedente ricerca sui campioni più grandi ha mostrato che la tendenza di questa lega a formare pori da gas grandi e la porosità con restringimento della linea centrale sono state eliminate o ridotte tramite il processo HIP.

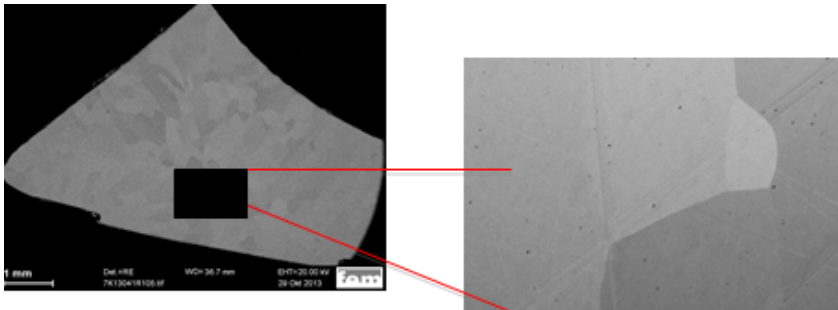


Figura 12 95Pt5Ru dopo trattamento HIP.

La densità dei campioni testati è stata misurata utilizzando il principio di Archimede per determinare i livelli di densificazione raggiunti attraverso il processo HIP. Nonostante la densità dei campioni “come colati” fosse già molto elevata, il processo HIP ha aumentato i livelli fino quasi al 100%. Si tratta di un risultato notevole, che posiziona le colate alla pari del materiale battuto. Come è possibile notare nella Tabella 2, il processo HIP ha aumentato in maniera più efficace la densità in Pt95Ru5 e Pt90Rh10 ed è stato leggermente meno efficace per 90Pt10Ir che parte già da una densità superiore nella condizione “come colato”. Questo risultato ben si relaziona ai livelli generalmente inferiori di porosità visibile riscontrati nelle sezioni trasversali di Pt90Ir10. Nonostante 95Pt5Co non sia stato testato in relazione alla densità, si prevedono risultati simili come per il caso di 90Pt10Ir, dati i livelli inferiori di porosità nello stato “come colato”.

LEGA	CONDIZIONE	DENSITA' [g/cm ³]	DENSITA' RELATIVA
95Pt5Ru	Come colata	20,32	98,4%
95Pt5Ru	Sottoposta a HIP	20,62	99,9%
90Pt10Ir	Come colata	21,39	99,5%
90Pt10Ir	Sottoposta a HIP	21,48	99,9%
90Pt10Rh	Come colata	19,58	98,2%
90Pt10Rh	Sottoposta a HIP	19,89	99,7%

Tabella 2 Il processo HIP aumenta la densità del pezzo, quasi come se fosse ottenuto da materiale battuto.

Certi tipi di difetti non rispondono al processo HIP o producono una risposta di densificazione inferiore. Un notevole limite del processo risiede nel fatto che solo la porosità totalmente sottosuperficiale collasserà; se i pori sono comunque aperti alla superficie della colata, non risponderanno al processo HIP. Questo effetto può essere riscontrato nella porosità di restringimento (Figura 13a). Un altro limite del processo HIP è riscontrabile nei pori da gas. I pori da gas rispondono meno al processo HIP rispetto ai pori di restringimento data la pressione che contengono. Piuttosto che essere eliminati, i pori vengono tipicamente ridotti in termini di dimensioni dal processo HIP, come evidenziato dalla sezione trasversale seguente (Figura 13b).

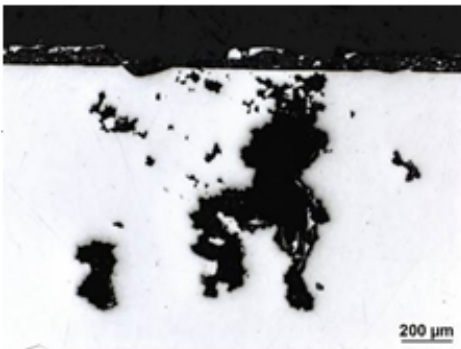


Figura 13a Pori di restringimento.



Figura 13b Pori dei gas.

Un altro aspetto consiste nel determinare se vi fosse stata una qualche variazione nella segregazione degli elementi della lega durante il trattamento termico ad alte temperature o durante il processo HIP. Nel confrontare la mappatura EDX del 95Pt5Ru nelle condizioni “come colato”, “trattato termicamente” e “sottoposto a HIP”, è emerso che Ru veniva segregato nelle dendriti primarie durante la solidificazione in maniera simile per tutte e tre le condizioni. Di conseguenza, né il trattamento termico né il processo HIP hanno prodotto variazioni sulla segregazione del Ru. Come ben visibile dalle immagini comparative nella Figura 14, a seguito del processo HIP le dendriti si sono ingrossate, ma la microstruttura non è stata influenzata, in quanto le dendriti hanno rami che possono ingrossarsi senza modificare la dimensione generale della dendrite (Figura 14c).

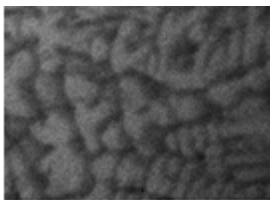


Figura 13a

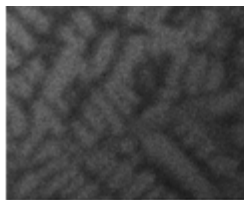


Figura 13b

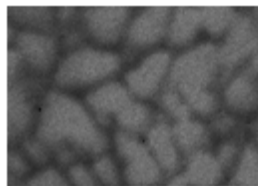


Figura 13c

Figura 14 Mappatura EDX del 95Pt5Ru: 14a come colato; 14b trattato termicamente; 14c sottoposto a HIP.

PROVE DI TRAZIONE

Comparazione delle **prove di trazione** (vedi appendice A) effettuata su una lega di platino in condizione “come colata” con quelle sottoposte a HIP. La tabella 3 mostra il programma dei test eseguiti per produrre i dati, seguita dalla Figura 15, che riproduce la forma geometrica della barra di prova utilizzata per i test di trazione.

LEGA	TEMP. COLATA C	TEMP. CILINDRO C	QTA'. BARRA DI PROVA	CONDIZIONE FUSIONE
95Pt5Ru	1870	850	12	6 come colate; 6 sottoposte HIP
90Pt10Ir	1870	850	8	4 come colate; 4 sottoposte HIP
90Pt10Rh	1870	850	8	4 come colate; 4 sottoposte HIP
95Pt5Co	1870	850	8	4 come colate; 4 sottoposte HIP
1) Posizione barre di prova in orientamento centrifugo “superiore” e “inferiore”				
2) Tutte le barre sono state raffreddate in modo identico				
3) Tutte le barre sono state sottoposte a HIP con gli stessi parametri				

Tabella 3 Prova di trazione



Figura 15 Geometria usata per la prova di trazione

I risultati nella Tabella 4 mostrano i valori relativi a: resistenza allo snervamento (YS), forza di trazione massima (UTS), allungamento (ϵ) e riduzione dell'area (ROA). La resistenza allo snervamento descrive i livelli di stress oltre i quali si verifica la deformazione plastica e generalmente aumenterà con la diminuzione della misura del grano cristallino. Seguendo lo snervamento, il materiale in lavorazione si indurisce con la generazione di dislocazioni. Di conseguenza, lo stress richiesto per l'ulteriore deformazione aumenta fino a raggiungere la forza di trazione massima. Nei metalli, i valori UTS saranno in genere correlati ai valori di durezza Vickers. Il grafico 1 e 2 mostra i risultati della prova di trazione in formato grafico

CONDIZIONE E COMPOSIZIONE LEGA	YS [MPa]	UTS [MPa]	ϵ [%]	ROA [%]	VARIAZION E ROA [%]
95Pt5Ru - AC	225	412	30	55	–
95Pt5Ru - HIP	236	420	39	87	32
90Pt10Ir - AC	219	353	33	90	–
90Pt10Ir - HIP	226	358	36	87	-3
90Pt10Rh - AC	140	330	37	64	–
90Pt10Rh - HIP	144	333	43	89	25
95Pt5Co - AC	220	452	36	76	–
95Pt5Co - HIP	189	449	38	82	6

Tabella 4 (AC = come colata; HIP = pressatura isostatica a caldo)

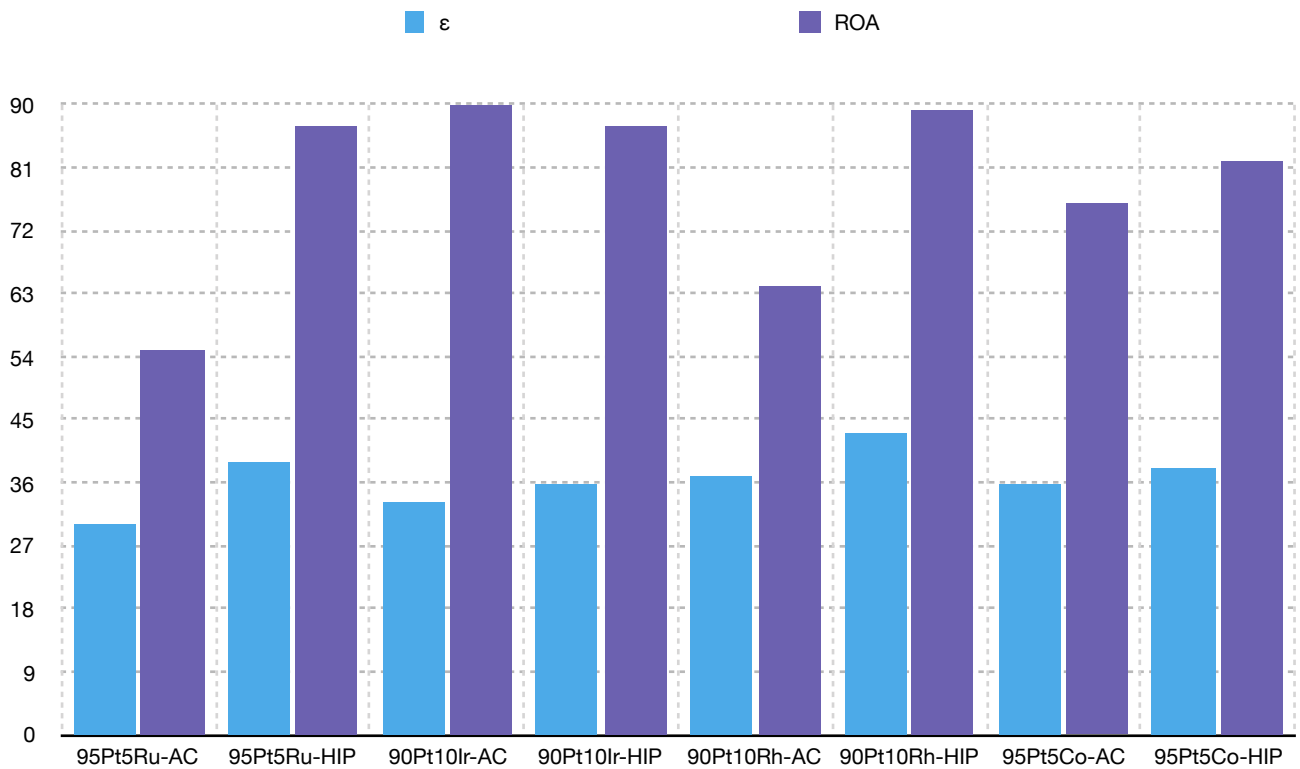


Grafico 1 Prove di trazione YS - UTS

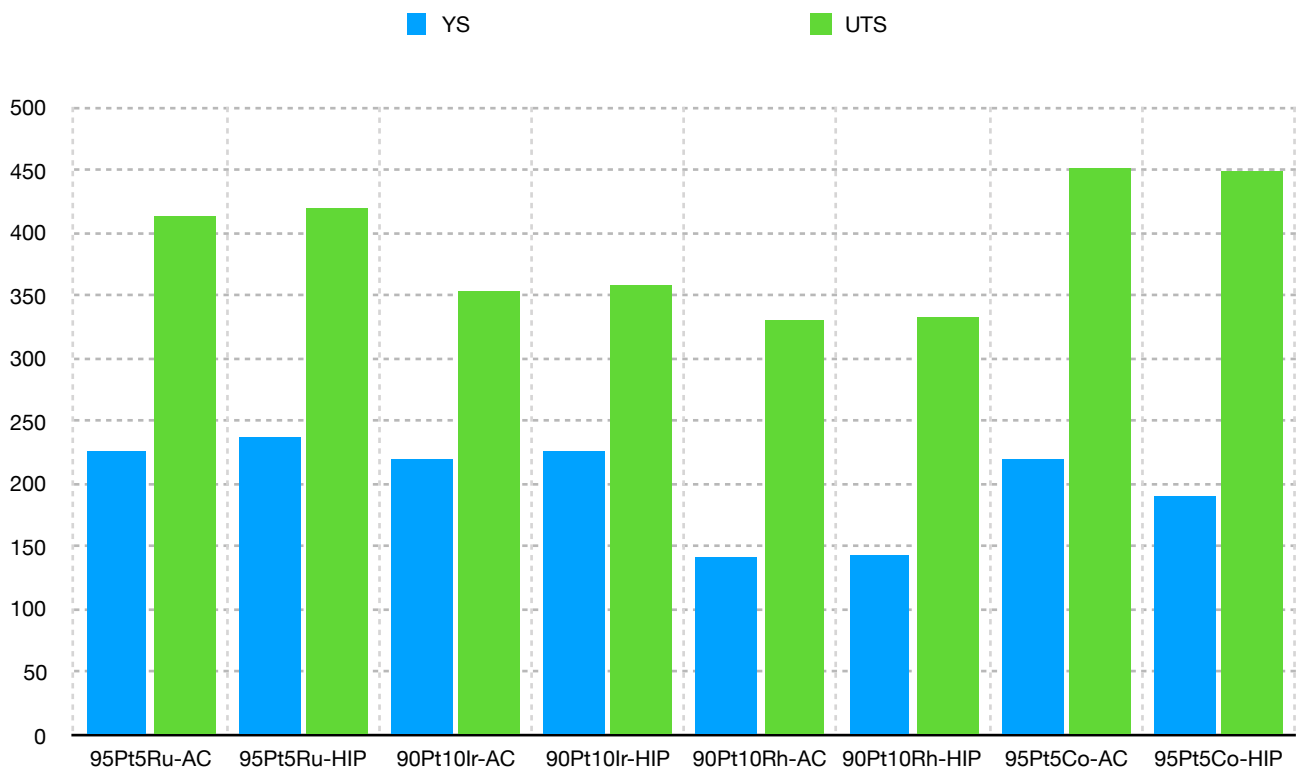


Grafico 1 Prove di trazione ε - ROA

In caso di sforzi superiori a UTS, che segna il massimo della curva sforzo-deformazione, la sezione trasversale viene localmente ridotta attraverso la strizione del campione.

L'ulteriore deformazione è localizzata nella regione della strizione e, di conseguenza, lo sforzo richiesto per un'ulteriore deformazione diminuisce costantemente fino al punto di rottura. L'allungamento totale indica il livello di deformazione plastica che il materiale è in grado di sopportare. I pori nel materiale ridurranno significativamente l'allungamento perché agiscono come siti di concentrazione dello sforzo. L'effetto dei pori è ancor più pronunciato sulla riduzione dell'area, che indica il livello di strizione raggiunto fino alla completa rottura del campione. Mentre l'UTS o la durezza sono proprietà chiaramente importanti da misurare, esse non sono necessariamente le proprietà più critiche per prevedere il malfunzionamento in un ampio numero di applicazioni. Per quanto concerne la durata della fatica, l'allungamento e la riduzione dell'area sono generalmente considerati aspetti più importanti. Nello specifico, nei casi in cui sia prevista una successiva lavorazione del materiale a freddo, una maggiore capacità di piegarsi prima della rottura è di importanza massima.

Il trattamento HIP influenza le proprietà meccaniche delle quattro leghe in modo diverso. Per tutte le leghe, l'effetto su YS e UTS è piuttosto basso. Per 90Pt10Ir e 95Pt5Co, l'effetto sull'allungamento e sulla ROA è esiguo. Tuttavia per 95Pt5Ru e 90Pt10Rh, si riscontra un significativo aumento dell'allungamento e della ROA tramite il processo HIP. Questi risultati sono ben correlati ai livelli di porosità delle diverse leghe e attestano chiaramente che la riduzione della porosità aumenta la duttilità nelle leghe.

Un'altra interessante osservazione è stata desunta dall'analisi della distribuzione dell'UTS nella popolazione di campioni. Le barre sottoposte a HIP evidenziano una distribuzione molto stretta, mentre le barre "come colate" sono più distribuite. Questo risultato è ben correlato all'identificazione di livelli inferiori di porosità insieme a una più omogenea dimensione del grano cristallino e della struttura dei campioni sottoposti a HIP.

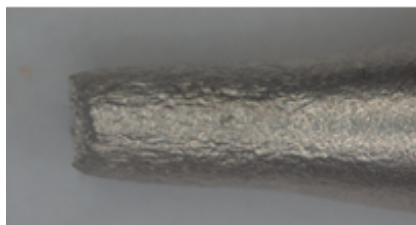


Figura 20a 95Pt5Ru come colato



Figura 20b 95Pt5Ru trattamento HIP

La durezza è una proprietà molto importante per molte leghe di platino dato l'uso in applicazioni in cui è richiesta un'elevata resistenza all'usura superficiale. Data la relativa morbidezza delle leghe di platino, la prova di microdurezza è in genere il metodo prescelto. Per misurare la durezza si utilizza la **prova Vickers** (vedi appendice B). La tabella 5 riporta i valori di durezza Vickers per tre delle leghe testate. Osservando la tabella è possibile concludere che la durezza non è significativamente influenzata dal processo HIP sulle leghe a base di platino testate.

LEGA	COME COLATA	SOTTOOSTA A HIP	TRATTAMENTO TERMICO
90Pt10Ir	113	111	123
90Pt10Rh	89	89	N.D.
95Pt5Ru	113	125	128
95Pt5Ru	126	122	N.D.

Tabella 5 Valori di durezza della prova Vickers.

OSSERVAZIONI FINALI

L'impatto più significativo della pressatura isostatica a caldo sulle leghe a base di platino è una riduzione della porosità. I livelli ridotti di porosità hanno molti vantaggi associati, incluso un notevole aumento della duttilità nella maggior parte delle leghe testate senza sacrificare la resistenza. Tra le proprietà di trazione testate, la risposta più rilevante è stata rilevata nei valori della ROA, un indicatore chiave sulla duttilità di una lega.

Un altro risultato importante è stato l'effetto HIP sulla dimensione e sulla struttura del grano cristallino. Sebbene siano necessarie ulteriori prove per descrivere meglio questo aspetto, i risultati iniziali indicano una dimensione del grano cristallino più fine ed uniforme nei campioni sottoposti a HIP, almeno per la lega 95Pt5Ru.

Le evidenze confermano inoltre che la risposta all'HIP è fortemente influenzata dalla composizione della lega. La lega 95Pt5Ru ne beneficia in modo particolare per gli alti livelli di porosità presenti nella condizione "come colata", mentre 95Pt5Co ne beneficia a livello minimo in termini di porosità.

xCAPITOLO 3 TRATTAMENTO HIP LEGHE DI ALLUMINIO SERIE 300 E SERIE 200 [6]

INTRODUZIONE

Le leghe di alluminio pressofuso della serie 300 sono ampiamente utilizzate nell'industria automobilistica, ad esempio per testate e blocchi motore, e nell'industria aerospaziale, grazie alla loro eccellente colabilità, buona resistenza alla corrosione e alto rapporto resistenza / peso. Numerosi studi hanno studiato l'effetto dei difetti di fusione (come porosità, restringimento della cavità e ossidi) e altre caratteristiche microstrutturali (SDAS di spaziatura del braccio del dendrite secondario, morfologia del silicio eutettico, forma e composizione dei composti intermetallici) sul comportamento a fatica delle leghe di alluminio. Poiché la dimensione dei difetti di fusione è generalmente maggiore di quella delle caratteristiche microstrutturali, i difetti incidono principalmente sul comportamento a fatica dei componenti in fusione di alluminio. Numerosi studi hanno correlato la dimensione dei difetti o del SDAS con i cicli di rottura e la dispersione delle proprietà cicliche dei materiali di fusione. Pongo a confronto il comportamento a fatica delle leghe di alluminio A356 (Al – Si – Mg) e A204 (Al – Cu – Mg) in fusione di sabbia e studio l'effetto del processo di pressatura isostatica a caldo (HIP) sulla microstruttura delle leghe e di conseguenza la loro resistenza alla fatica.

La caratterizzazione microstrutturale dei campioni è stata effettuata mediante microscopia ottica (OM) anche sotto luce polarizzata (POL). Le analisi delle immagini sono state eseguite su microfotografie ottiche utilizzando il software Image Pro-Plus per valutare SDAS, dimensione del grano e dimensione dei difetti di colata (come porosità e restringimento della cavità). L'SDAS è stato ottenuto con un metodo di intercettazione lineare in cui la linea è stata scelta per intersecare una serie di bracci di dendrite secondari ben definiti. I campioni metallografici sono stati lucidati grossolanamente con un disco abrasivo, poi lucidati con pasta diamantata da 9 μm e 1 μm e infine incisi chimicamente con il reagente di Keller o incisi elettrochimicamente a 20 V per 30 s, usando la soluzione di Barker per rivelare la struttura del grano. Le prove di trazione sono state eseguite secondo la norma UNI-EN 10002 (UNI-EN, 2004) utilizzando campioni di trazione con una lunghezza del calibro di 30 mm, una larghezza del calibro di 10 mm e uno spessore di 3 mm. Le prove di fatica sono state eseguite utilizzando una macchina rotante per prove di fatica a flessione, secondo la UNI 3964 utilizzando la metodologia delle scale con 15 campioni (UNI, 1985). Sono stati utilizzati campioni di fatica cilindrici con la geometria e le

dimensioni mostrate in Figura 21. Tutti i campioni a fatica sono stati lavorati e quindi lucidati longitudinalmente con carta smerigliata di grana 1000, in modo che i segni di lucidatura fossero nella direzione longitudinale. Dopo i test di fatica, le superfici di frattura sono state esaminate usando un microscopio elettronico a scansione (SEM) per studiare l'influenza dei difetti di fusione sui meccanismi di rottura delle due leghe.

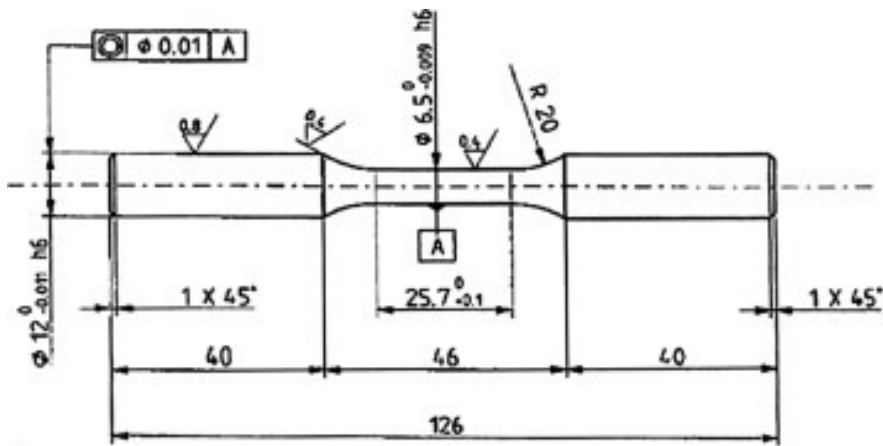


Figura 21 Provino usato per le prove di trazione.

ANALISI DEL PROCESSO

Le analisi microstrutturali dei campioni A356 trattati con HIP e non trattati con HIP hanno mostrato la tipica microstruttura ipoeutettica della lega di colata Al – Si, caratterizzata da dendriti di alluminio primari, separati da eutettico interdendritico Al-Si (Figura 22a). Il valore medio della spaziatura del braccio del dendrite secondario (SDAS) era di 42 μm , un valore tipico per le leghe di alluminio pressofuso. Il silicio eutettico ha mostrato una forma globulare (Figura 22b) a causa dell'effetto dell'aggiunta di Sr.

L'osservazione di campioni elettrochimicamente incisi in POL (Figura 22c) ha rivelato i grani di dimensioni variabili da 0,3 mm a 0,8 mm. Sono stati anche osservati composti intermetallici a base di ferro (Figura 23), come piastra β (Al – Fe – Si), fase π (Al – Fe – Mg – Si) e piastra α (Al – Fe – Mn – Si). È noto che le dimensioni e la distribuzione di dendriti e particelle eutettiche sono dominate dalle condizioni di solidificazione, mentre la morfologia del silicio eutettico e dei composti intermetallici a base di Fe è principalmente influenzata dalla composizione chimica della lega.

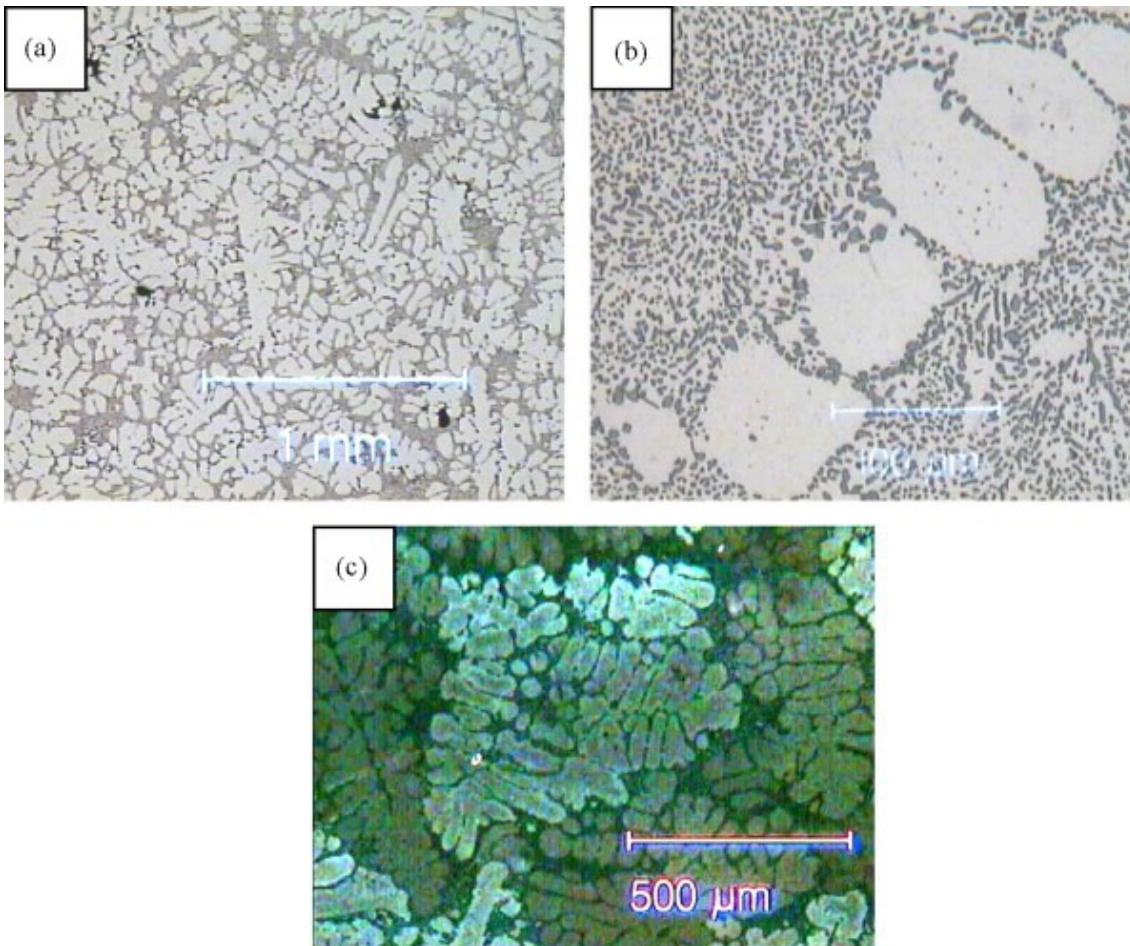


Figura 22 Analisi microstrutturale della lega A356.

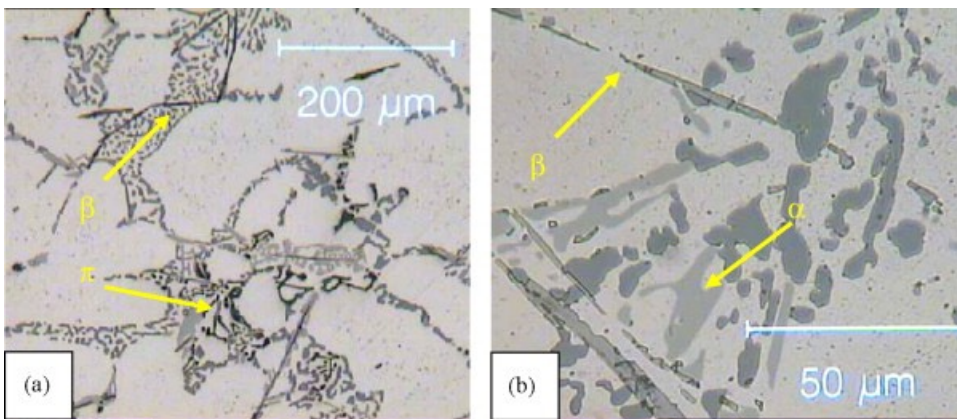


Figura 23 Compositi di ferro: piastra β , α e fase π .

I pori rappresentano la caratteristica microstrutturale più deleteria per il comportamento a fatica delle leghe di alluminio pressofuso. I pori possono essere dovuti all'idrogeno assorbito dal fuso durante la fusione o all'alimentazione del getto, che è influenzato da parametri quali composizione della lega e proprietà termiche, contenuto di gas e geometria della colata, che influenzano direttamente la struttura dendritica e, di conseguenza, il flusso interdendritico del fuso alluminio. I pori indotti dall'idrogeno sono

generalmente chiamati pori del gas e sono tipicamente di forma sferica, mentre i pori di alimentazione di colata sono i restringimenti della cavità, con una forma tridimensionale ramificata irregolare. Nella Figura 24 sono riportate le tipiche microfotografie ottiche che mostrano questi difetti di fusione nella lega A356 non trattata con HIP.

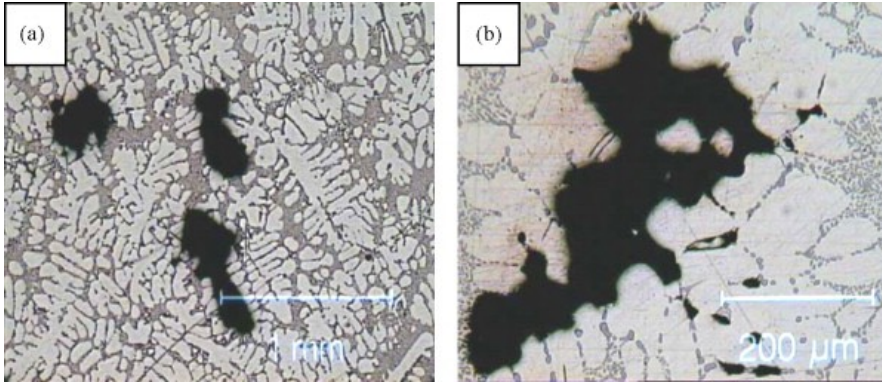


Figura 24 Rappresentazione dei pori durante la fase di solidificazione delle leghe di alluminio pressofuso.

Il confronto delle microstrutture di campioni di fatica non trattati con HIP e trattati con HIP (sezioni trasversali) è mostrato in Figura 25. Come previsto, il processo HIP ha avuto un effetto trascurabile sia sui valori di SDAS e delle dimensioni del grano, sia su dimensioni e morfologia di silicio eutettico e intermetallici a base di Fe, mentre ha ridotto significativamente i difetti di solidificazione.

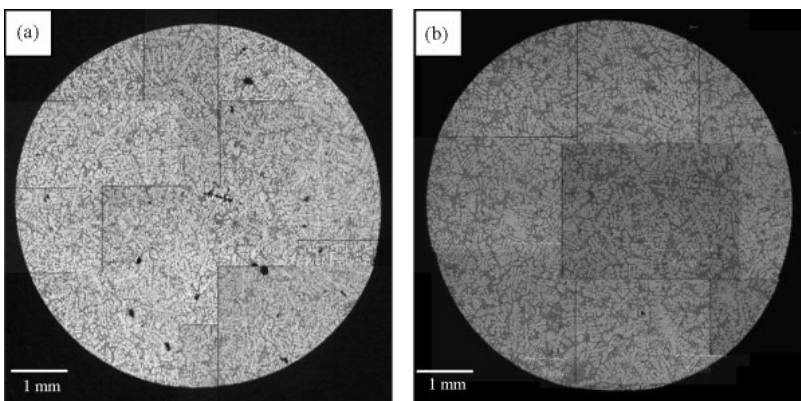


Figura 25 Microstrutture di campioni di fatica non trattati e trattati con HIP.

Per i campioni trattati con A356 non-HIP, il valore medio del rapporto tra l'area dei difetti totali e l'area della sezione trasversale era 0,03 (3%), mentre per i campioni trattati con HIP questo rapporto è stato ridotto fino a 0,001 (0,1 %). Inoltre, la dimensione dei difetti ancora presente nei campioni trattati con HIP era inferiore a quella dei campioni trattati

senza HIP in cui l'asse maggiore dell'ellisse equivalente associato al difetto è adottato come la dimensione del difetto. Questi difetti erano solitamente localizzati vicino alla superficie dei campioni in cui il processo HIP non ha alcun effetto.

Le micrografie ottiche rappresentative dei campioni A204 sono mostrate in Figura 26 e 27. Simili caratteristiche microstrutturali sono state osservate sia nei campioni trattati con HIP che in quelli non trattati con HIP, con molti composti intermetallici (Cu – Al, Al – Cu – Mg) ai confini del grano. Osservazioni microstrutturali, in luce polarizzata e campo oscuro hanno rivelato la struttura del grano e le braccia dendritiche interne. La granulometria variava da 0,08 mm a 0,4 mm, mentre il valore medio di SDAS era di 50 μm .

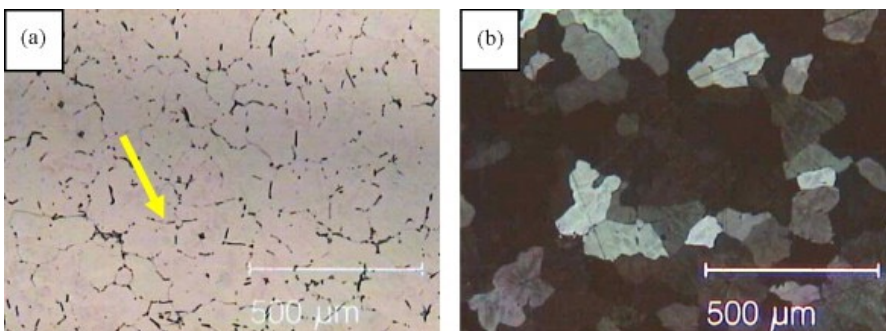


Figura 26 Micrografie di campioni A204

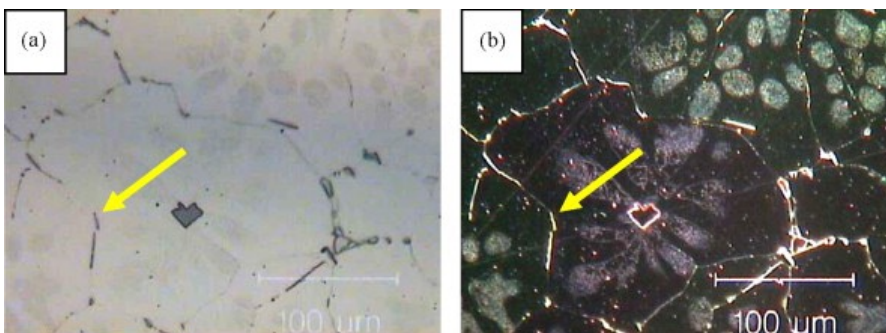


Figura 27 Micrografie di campioni A204

Molte tipiche porosità di restringimento di forma ramificata sono state osservate nella lega A204 (Figura 28), mentre i pori del gas non erano evidenti. Un confronto tra le sezioni dei campioni non trattati con HIP e quelli trattati con HIP è mostrato nella Figura 29 (a) e 29 (b). Per i campioni trattati senza HIP, il valore medio del rapporto tra l'area dei difetti e l'area della sezione trasversale era 0,02 (2%), mentre per i campioni trattati con HIP questo rapporto era ridotto a 0,005 (0,5%). Tuttavia, i difetti nei campioni trattati con A204 HIP non si trovavano solo vicino alla superficie, come per la lega A356.

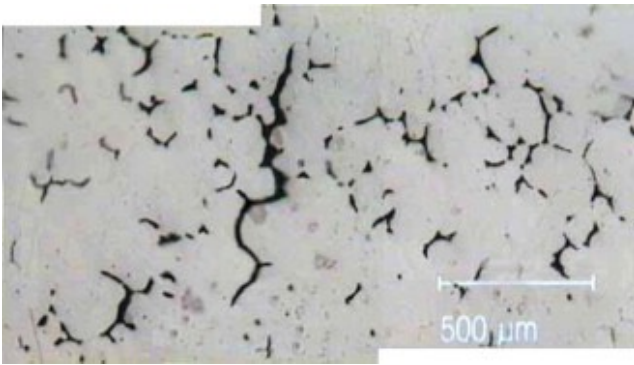


Figura 28 Porosità di restringimento di forma ramificata nella lega A204

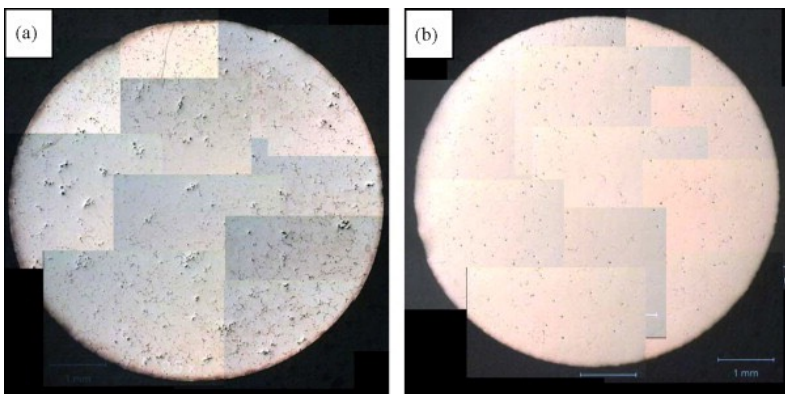


Figura 29 Sezione di campioni non trattati e trattati con HIP

PROVE DI TRAZIONE

Le prove di trazione condotte sulle leghe lavorate non HIP hanno mostrato un'elevata dispersione nei risultati e valori comparabili per la resistenza allo snervamento e la trazione finale. I test di fatica eseguiti su campioni trattati non HIP hanno rivelato una tendenza simile, con una resistenza alla fatica leggermente superiore della lega A356 rispetto all'A204 (valore medio 94 MPa contro 90 MPa), sebbene con una maggiore dispersione dei dati. Il processo HIP ha portato a una riduzione della diffusione dei dati e ad un aumento della resistenza a fatica del 40% per la lega A356 (valore medio 132 MPa) e del 70% per la lega A204 (valore medio 155 MPa), mostrando un valore superiore su A204 lega rispetto alla A356 (Tabella 6)

LEGA	RESISTENZA ALLA FATICA [MPa]
A204 NO HIP	94
A204 HIP	155
A356 NO HIP	90
A356 HIP	132

Tabella 6 Dati prove a fatica.

Il comportamento a fatica delle leghe di alluminio testate può essere chiaramente correlato alla disomogeneità intrinseca del materiale, fortemente correlata ai difetti di fusione. Le micrografie SEM delle superfici di frattura dei campioni non trattati con HIP mostrano che le crepe da fatica sono sempre iniziate dalla porosità del gas o dai restringimenti della cavità situati vicino alla superficie del campione (Figura 30). Striature e creste simili a fiumi hanno caratterizzato la zona di propagazione in entrambe le leghe. D'altra parte, le fessure da fatica nei campioni trattati con HIP sono iniziate da bande di scorrimento vicino alla superficie, senza evidenza di nucleazione di crepe a difetti di fusione (Figura 31).

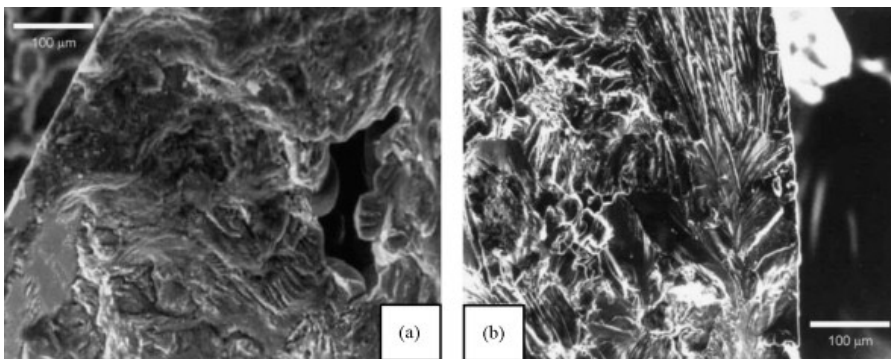


Figura 30 Micrografie SEM delle superfici di frattura dei campioni non trattati con HIP.

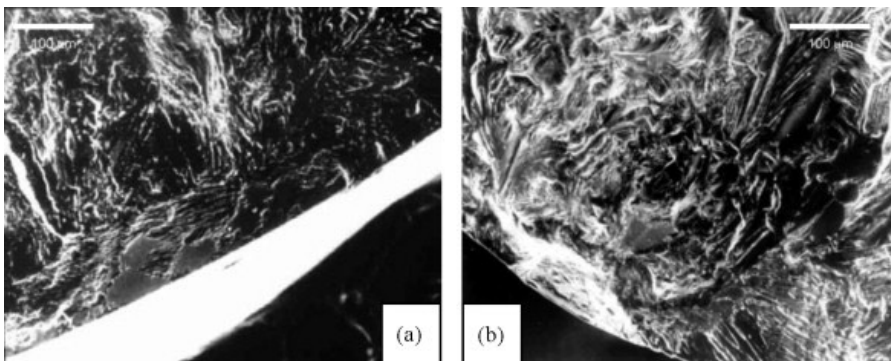


Figura 31 Micrografie SEM delle superfici di frattura dei campioni trattati con HIP.

Supponendo che il difetto di colata sia il parametro più importante per il comportamento a fatica ad alto ciclo di queste leghe, è importante tenere conto delle loro dimensioni e forma, ma soprattutto della loro distribuzione all'interno della microstruttura. Microstrutture diverse, adiacenti a porosità, possono aumentare o diminuire il loro effetto deleterio. Diversi studi sul comportamento a fatica delle leghe di alluminio pressofuso dimostrano che i pori con forme diverse, ma delle stesse dimensioni equivalenti, hanno un effetto simile sul fattore di intensità della sollecitazione. La durata della vita è influenzata da fattori microstrutturali quali dimensione del grano, orientamento del bordo del grano, SDAS e presenza di composti intermetallici che influenzano principalmente lo stadio di propagazione.

Il processo HIP riduce significativamente i difetti di colata, in modo che i campioni possano essere considerati privi di pori, anche perché i piccoli pori, che hanno una dimensione del difetto inferiore alla dimensione delle caratteristiche microstrutturali, hanno una bassa probabilità di iniziare una crepa. In questa condizione, la lega A204 trattata con HIP ha mostrato una resistenza alla fatica superiore rispetto alla lega A356 trattata con HIP, sia per il noto effetto rinforzante in soluzione solida del Cu, sia per la sua granulometria più fine rispetto alla A356; infatti i confini del grano ostacolano la propagazione delle crepe.

Al contrario, tra i campioni non HIP della lega A204 ha mostrato una resistenza alla fatica leggermente inferiore rispetto alla lega A356. Ciò può essere correlato alla posizione intergranulare dei difetti, che aumenta la probabilità non solo della nucleazione della crepa, ma principalmente della propagazione della crepa lungo i confini del grano in cui sono presenti anche composti intermetallici.

OSSERVAZIONI FINALI

- Il processo HIP ha portato a una significativa riduzione della dispersione dei dati di fatica in entrambe le leghe e un notevole aumento della resistenza alla fatica di circa il 40% per A356 e il 70% per A204.
- La lega A204 non trattata con HIP ha mostrato una resistenza alla fatica leggermente inferiore rispetto alla A356, a causa della presenza di molte cavità di restringimento, con le loro tipiche forme irregolari e ramificate, specialmente lungo i bordi del grano.
- Dopo l'HIP, quando entrambe le leghe possono essere considerate prive di pori, A204 ha mostrato una resistenza alla fatica superiore del 20% rispetto alla lega A356. Ciò può

essere correlato sia all'elevato effetto rinforzante in soluzione solida del Cu, sia alla granulometria più fine della lega A204 rispetto ad A356.

INTRODUZIONE

In questo capitolo analizzo l'influenza dell'HIP sulla microstruttura e le proprietà meccaniche dei getti realizzati in una lega composta Al – Si – Cu dopo un ciclo completo di trattamento termico, incluso l'HIP. Il silicio offre buone proprietà di fusione di una lega e il rame garantisce la sua elevata resistenza dopo l'invecchiamento e la buona lavorabilità. Un aumento del contenuto di rame fino ai limiti della sua solubilità nella soluzione solida di alluminio (Al) porta ad un ulteriore aumento della resistenza del silicio ma una diminuzione delle proprietà di colata causata da un aumento della tendenza alla formazione di porosità da ritiro e crepe calde durante la fase di solidificazione, che riduce significativamente la qualità del pezzo durante la fabbricazione e la necessità di usare dei trattamenti post produzione per eliminare questi difetti di produzione. Il trattamento termico usato per eliminare questi difetti di progettazione è il processo HIP.

La lega presa in esame è Al 7Si 7Cu che è stata sintetizzata utilizzando alluminio A99 (99,99% Al), rame M1 (99,9% Cu) e silicio Kr00 (99,0% Si). Tutti i materiali di carica sono stati purificati da sporco, umidità, oli e tracce di corrosione.

I getti della lega sono stati ottenuti per fusione fredda. Quindi, sono stati sottoposti a ricottura omogeneizzante a 505 ° C per 10 ore e al trattamento termico secondo il seguente regime: tempra in acqua da 505 ± 5 ° C + invecchiamento per la massima resistenza a 175 ° C per 6 ore (regime T6).

Il trattamento HIP dei getti è stato eseguito in atmosfera di argon ad una pressione di 100 MPa.

Le microstrutture di campioni sono state studiate su microscopi ottici (OM) ed a scansione di elettroni (SEM) e di trasmissione (TEM). Gli studi sono stati condotti su sezioni metallografiche, che sono state tagliate dalle parti centrali dei lingotti e trattati termicamente e sono state sottoposte a lucidatura meccanica ed elettrolitica a una tensione di 12 V.

Le proprietà meccaniche dei campioni (resistenza massima σ_u , resistenza allo snervamento $\sigma_{0.2}$, allungamento relativo δ) sono state determinate in base a test di estensione uniassiale standard su una macchina di prova a trazione dotata di un computer a una velocità di presa di 4 mm / min.

L'analisi termica (TA) mediante calorimetria a scansione differenziale (DSC) è stata eseguita con un calorimetro differenziale DSC 16; usando le curve di riscaldamento e raffreddamento (curve DSC).

La durezza Vickers e la microdurezza sono state misurate con una tecnica standard utilizzando la prova di durezza.

Secondo l'analisi teorica del diagramma di fase ternario del sistema Al – Si – Cu (Figura 32 a), la solidificazione della lega Al 7Si 7Cu inizia a 592 ° C. L'ulteriore solidificazione include la formazione dell'eutettico binario, $L \rightarrow (Al) + (Si)$, a una temperatura di 561 ° C seguita dalla reazione eutettica-invariante ternaria $L \rightarrow (Al) + (Si) + Al_2Cu$ a 525 ° C , che termina la solidificazione della lega. Secondo i risultati dell'analisi utilizzando il modello di Scheil (Figura 32b), la solidificazione non equilibrata della lega porta ad un aumento del contenuto di eutettico ternario nella struttura della lega, che è spiegato dalla corrispondente diminuzione della solubilità del rame nella (Al) soluzione solida. Per dissolvere la quantità non equilibrio della fase θ , la lega ottenuta è stata sottoposta a ricottura omogeneizzante.

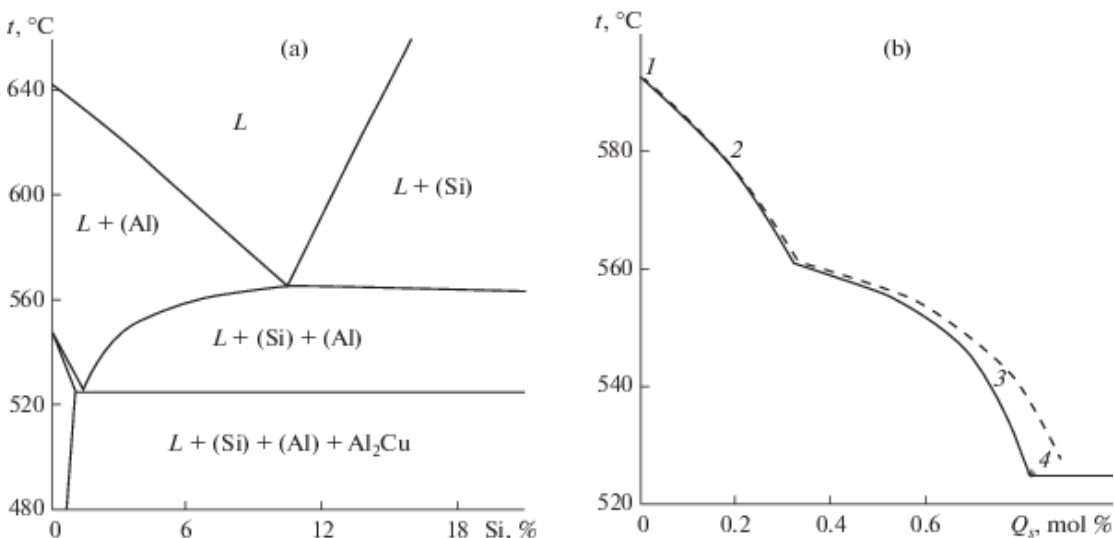


Figura 32a rappresenta il diagramma di fase del sistema Al -Si-Cu. Figura 32 b rappresenta il modello di Scheil.

ANALISI DEL PROCESSO

La Figura 33a rappresenta l'analisi microstrutturale della lega. I cristalli di silicio eutettico a forma di ago lamellare con una lunghezza della lamella di 50 μm (cristalli scuri) e cristalli luminosi più compatti della fase θ dal corrispondente eutettico degenerato sono disposti lungo i confini delle cellule della soluzione solida (Al). La ricottura (Figura 33b) produce un

cambiamento nelle morfologie delle fasi in eccesso riducendo la loro influenza negativa sulle proprietà meccaniche della lega.

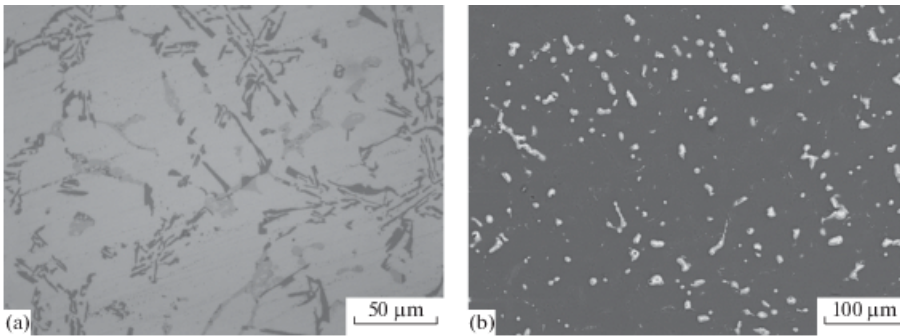


Figura 33a rappresenta l'analisi macrostruttura della lega prima della ricottura. Figura 33b rappresenta l'analisi macrostruttura della lega dopo la ricottura.

Prima del trattamento HIP ad alta temperatura, è opportuno determinare l'influenza della pressione idrostatica sulla temperatura del solido. A tal fine, si esegue il DBA della lega ad una pressione esterna di 100 MPa (Figura 34). I risultati sono riportati rispetto alle curve DSC ottenute durante TA della lega a pressione atmosferica. Si vede che l'eccesso di pressione porta ad un aumento delle temperature caratteristiche della lega. Un confronto tra i risultati sperimentali ottenuti con i dati di calcolo a pressione atmosferica è riportato nella Tabella 6. Tenendo conto del super raffreddamento, le curve DSC dimostrano un adeguato accordo tra la temperatura di trasformazione della fase calcolata e quella sperimentale a pressione atmosferica. Dai risultati DBA, ne consegue che l'applicazione di una pressione in eccesso esterna di 100 MPa porta ad un aumento delle temperature caratteristiche di 4-12 ° C. Un aumento della temperatura del solido di 6 ° C, che indica la possibilità di aumentare la temperatura di trattamento HIP rispetto alle temperature di ricottura omogeneizzante o di riscaldamento per tempra, è molto importante dal punto di vista pratico.

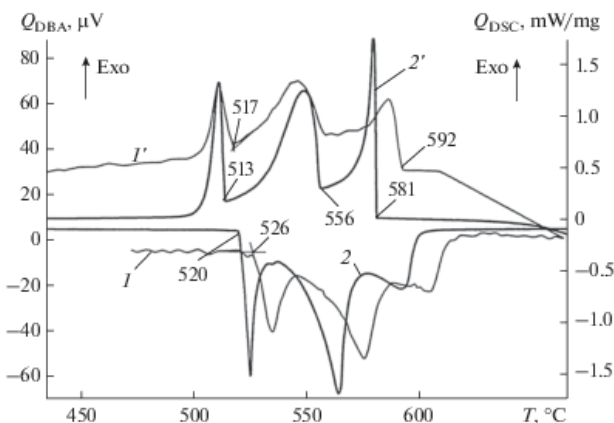


Figura 34. DBA della lega per studiare l'effetto della pressione sul materiale

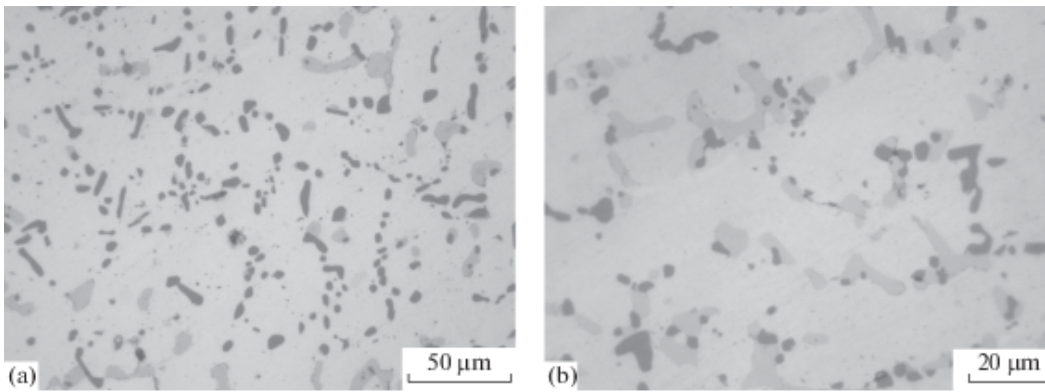


Figura 35 macrostruttura della lega dopo ricottura di omogeneizzazione e trattamento HIP

FASE DI TRASFORMAZIONE	DSC A 0.1.MPa	DBA A 100 MPa
Liquidus (TL)	581	592
$L \rightarrow (Al) + (Si) (Te1)$	556	558
Solidus $L \rightarrow (Al) + (Si) + Al_3Cu (Te2)$	520	526

Tabella 6 dati ottenuti dal DBA della lega

Sulla base dei dati ottenuti per questa lega, si è utilizzato il seguente regime di trattamento: la temperatura di tenuta isotermica è di 515 ± 5 °C, la pressione idrostatica è di 100 MPa e il tempo di tenuta è di 3 ore. Va notato che il trattamento HIP della lega è stato eseguito per due stati strutturali iniziali: stato as-cast (senza omogeneizzazione di ricottura) e lo stato dopo omogeneizzazione di ricottura a 505 °C per 3 ore. La microstruttura della lega dopo il trattamento HIP ad alta temperatura senza ricottura preliminare di omogeneizzazione è simile alla microstruttura della lega dopo omogeneizzazione con frammentazione dei cristalli di silicio allungati (figura 33b). In confronto a questo risultato, la microstruttura della lega soggetta in sequenza a ricottura di omogeneizzazione e trattamento HIP (figura 35) dimostra che i processi di frammentazione e sferoidizzazione sono in una fase successiva, il che fornisce una morfologia più compatta delle fasi eutettiche. Va notato che tale morfologia delle fasi eutettiche dovrebbe minimizzare la loro influenza negativa sulla plasticità della lega.

PROVE DI TRAZIONE

Prove di trazione uniassiale di campioni di lega cilindrica sono state eseguite dopo il trattamento termico della lega secondo vari regimi. Studiando i seguenti regimi di

trattamento termico: (I) ricottura omogeneizzante + rafforzamento del trattamento termico per la massima resistenza mediante regime T6 (tempra da 505 ° C per 1 ora + invecchiamento a 175 ° C per 6 ore); (II) ricottura omogeneizzante + IPA trattamento; (III) ricottura omogeneizzante + trattamento HIP + rafforzamento del trattamento termico mediante regime T6. La tabella 7 riporta le proprietà meccaniche della lega ottenuta a seguito di questi trattamenti. Si può vedere che, immediatamente dopo l'HIP senza rafforzare il trattamento termico (regime II), la lega ha una resistenza media, che è determinata dal livello di lega della soluzione solida e dall'esistenza di una quantità di cristalli secondari, che si forma durante il raffreddamento dei lingotti nel recipiente ad alta pressione. Un elevato contenuto totale di fragili fasi eutettiche porta alla frattura della lega. Il successivo trattamento termico di rinforzo dopo il trattamento preliminare HIP porta ad un aumento della resistenza allo snervamento di un fattore 2 e alla resistenza finale di un fattore 1,5 (regime III).

REGIME DI TRATTAMENTO	σ_u MPa	$\sigma_{0.2}$ MPa	δ , %
I	323	255	1,3
	354	263	2,5
	328	245	2,2
MEDIA I	335	254	2,0
II	256	149	3,1
	235	147	2,4
	252	131	4,1
	253	134	4,0
MEDIA II	249	140	3,4
III	359	266	2,9
	356	266	2,7
	362	266	3,2
	361	278	2,4
MEDIA III	360	269	2,8

Tabella 7 dati delle prove di trazioni con vari tipi di trattamento: (I) ricottura omogeneizzante + rafforzamento del trattamento termico per la massima resistenza mediante regime T6 (tempra da 505 ° C per 1 ora + invecchiamento a 175 ° C per 6 ore); (II) ricottura omogeneizzante + IPA trattamento; (III) ricottura omogeneizzante + trattamento HIP + rafforzamento del trattamento termico mediante regime T6

Secondo i risultati TEM (figura 36), l'indurimento della lega dopo l'invecchiamento è correlato alla formazione di lamelle delle fasi θ' (figura 36 a) e θ'' (figura 36 b) di 500 e 150 nm di lunghezza e ~ 10 nm di spessore.

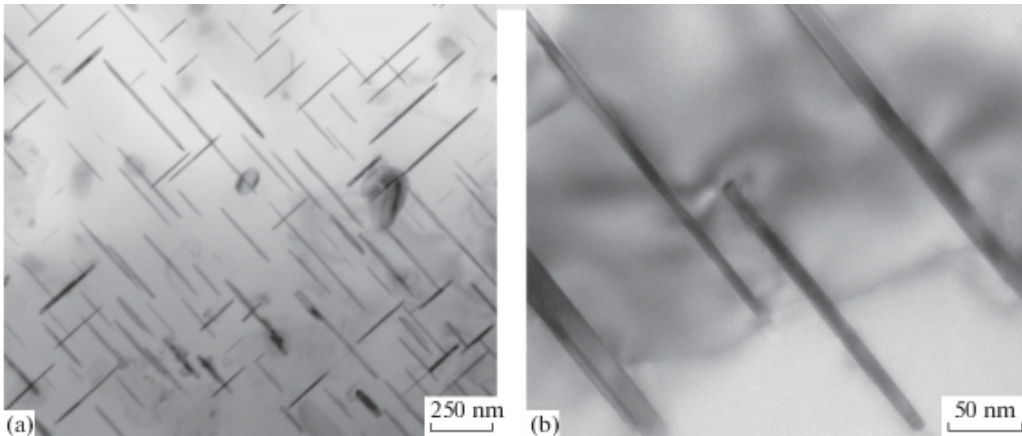


Figura 3a lamelle della fasi θ . Figura 36b lamelle fasi θ'

L'allungamento della lega diminuisce in modo relativamente insignificante ($\sim 17\%$) rispetto allo stato ricotto (dopo HIP), poiché è determinato, in misura significativa, dal contenuto e dalla morfologia delle fasi eutettiche.

Un confronto tra le proprietà meccaniche del silicio dopo HIP e il rafforzamento del trattamento termico con le proprietà della stessa lega senza HIP mostra che, in quest'ultimo caso, la resistenza massima e il relativo allungamento sono, in media, inferiori del 10 e 35%. Dovrebbe essere notato anche un aumento della riproducibilità dei risultati dei test dei campioni dopo HIP. L'aumento delle proprietà meccaniche della lega dopo il trattamento HIP può essere spiegato dal fatto che le fasi eutettiche sono ulteriormente raffinate e assumono una morfologia più compatta e che i micropori di origine dalla fusione vengono parzialmente rimossi. L'analisi frattografica della superficie della frattura dopo prove di trazione uniassiale del campione sottoposto a HIP e all'invecchiamento secondo il regime T6 (figura 37) ha rivelato che la frattura aveva una fossetta duttile a causa dei processi di nucleazione, crescita e coalescenza dei micropori. Inoltre, vi sono cavità individuali relativamente grossolane che portano all'inizio di una crepa secondaria, che dimostra la crepa nella direzione perpendicolare al piano di frattura principale. È molto probabile che la formazione di tali cavità sia correlata alla frattura durante la deformazione di particelle eutettiche relativamente grossolane.

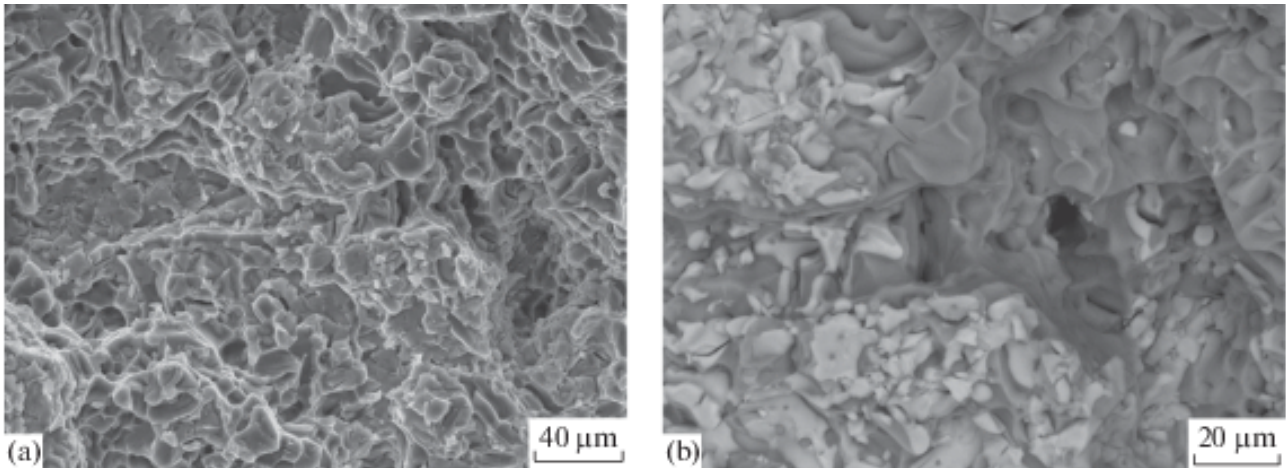


Figura 37 rappresentazione delle frattura nella lega

Pertanto, sulla base dei dati sperimentali ottenuti, si può concludere che, nonostante un'alta frazione della fase intermetallica insolubile, la lega in esame ha un livello adeguato delle proprietà meccaniche a temperatura ambiente dopo il ciclo completo di trattamento termico. Queste proprietà possono essere ulteriormente aumentate tramite HIP.

OSSERVAZIONI FINALI

- 1) Trovato il seguente regime di trattamento HIP ottimale: la temperatura di tenuta isoterma è di 515 ± 5 ° C, la pressione idrostatica è di 100 MPa e il tempo di tenuta è di 3 h.
- 2) Gli studi sulla microstruttura della lega dopo HIP hanno mostrato che i cristalli di silicio eutettico lamellare hanno subito una frammentazione parziale con conseguente sferoidizzazione durante il trattamento ad alta temperatura.
- 3) Gli studi sulle proprietà meccaniche della lega dopo HIP e il rafforzamento del trattamento termico mediante regime T6 (tempra da 505 ° C per 1 ora + invecchiamento a 175 ° C per 6 ore) hanno mostrato che le sue proprietà di resistenza sono aumentate, in media , del ~ 6% e l'allungamento relativo aumentato del ~ 35%. Inoltre, la riproducibilità delle proprietà dei campioni aumenta dopo l'HIP.

CAPITOLO 5 TRATTAMENTO HIP ACCIAIO PER UTENSILI [11]

Un recente sviluppo della tecnologia HIP ha portato alla possibilità di introdurre un'operazione di raffreddamento controllabile in un ciclo HIP. Ciò offre l'opportunità di progettare l'intera operazione di trattamento termico, inclusi ad esempio il trattamento della soluzione, tempra e fasi di tempra / invecchiamento isoterme, in un ciclo sotto la pressione desiderata, eliminando così i difetti e ottenendo la struttura e le proprietà richieste. Il processo di densificazione simultanea e trattamento termico nell'ambito di HIP è finalizzato al raggiungimento di una microstruttura che garantisce le proprietà e le prestazioni richieste. La pressione può influenzare la quantità di austenite e la morfologia dei precipitati negli acciai sottoposti a indurimento per precipitazione. Questi fattori, a loro volta, influenzano le caratteristiche di resistenza del materiale e del componente. Il controllo della resistenza e della durezza dell'acciaio è vitale per le applicazioni di stampaggio poiché queste proprietà garantiscono una lunga durata e un'elevata resistenza all'usura dello stampo.

Nel presente studio, è stato studiato l'acciaio per utensili per la marcatura inossidabile convenzionale, AM e AM HIP-ed (trattato termicamente in un ciclo sotto pressione in HIP). Lo scopo del presente studio era di comprendere l'influenza del trattamento termico sotto pressione in HIP sulla microstruttura, sulla composizione di fase e sulle proprietà dell'acciaio inossidabile per utensili.

I materiali convenzionali e AM sono stati trattati in soluzione e invecchiati secondo la procedura di trattamento termico raccomandata per raggiungere una durezza di 49–52 HRC. Il materiale AM HIP è stato trattato in soluzione e invecchiato in un ciclo sotto pressione in HIP utilizzando le stesse temperature e i tempi di permanenza dei materiali convenzionali e AM. Le differenze nella microstruttura sono state determinate mediante microscopia ottica (OM), microscopia elettronica a scansione (SEM), microscopia elettronica a trasmissione (TEM) e tomografia a sonda atomica (APT). Sono state tratte conclusioni sull'influenza di HIP su durezza, contenuto di austenite, dimensione del precipitato e distribuzione per illustrare la necessità di nuovi regimi di elaborazione dei materiali per il post trattamento dell'acciaio per utensili.

Sui campioni sono stati eseguiti due trattamenti: I) trattamento in soluzione e invecchiamento; II) trattamento in soluzione e invecchiamento con HIP.

Nel primo caso, il trattamento con la soluzione è stato eseguito a 850 ° C, con un tempo di mantenimento di 30 minuti. Quindi i campioni sono stati raffreddati in aria. Il seguente

invecchiamento è stato eseguito a 525 ° C per 4 ore con successivo raffreddamento ad aria. Dopo tale trattamento termico, di solito si ottiene una durezza di 49–52 HRC.

Nel secondo caso, il trattamento HIP è stato eseguito utilizzando un forno e come gas l'argon in pressione. Il trattamento HIP ha seguito le stesse temperature e tempi di mantenimento degli altri campioni, ma con una pressione di 150 MPa durante il trattamento HIP e 200 MPa durante l'invecchiamento. Dopo il trattamento con soluzione i campioni sono stati raffreddati da 850 ° C a 60 ° C in 60 s.

L'analisi SEM dei campioni mostra chiaramente una maggiore quantità di martensite nei campioni trattati con il processo HIP (Figura 38).

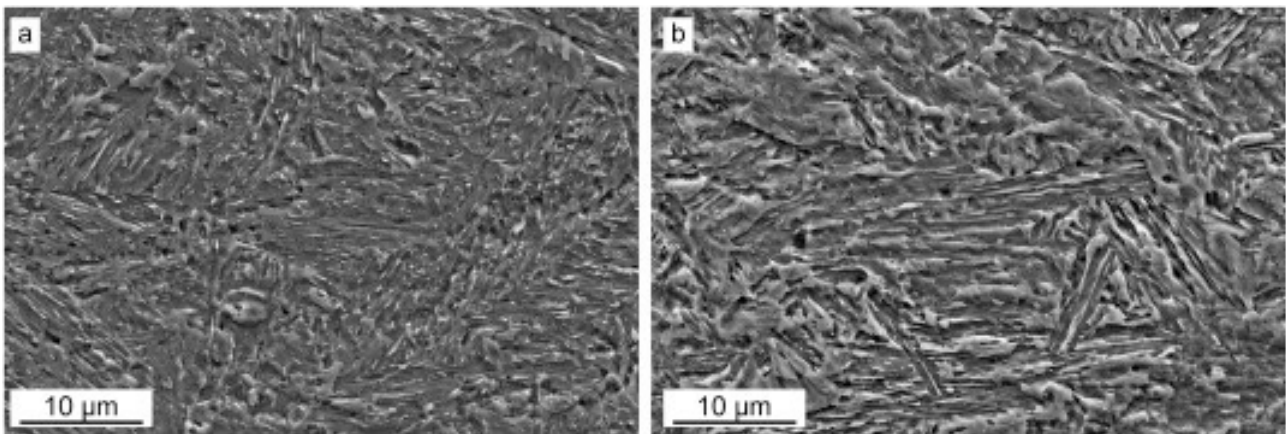


Figura 38a martensite nel campione non trattato HIP. Figura 38b martensite nel campione trattato HIP

L'obiettivo del trattamento della soluzione e dell'invecchiamento è formare precipitati intermetallici di dimensioni nanometriche, che contribuiscono all'elevata resistenza dell'acciaio.

Le caratteristiche di resistenza e durezza sono proprietà dei materiali che regolano la durata del servizio e la resistenza all'usura del materiale. Negli acciai la resistenza e la durezza dipendono dalla quantità di austenite nella microstruttura e dalle dimensioni e dalla distribuzione dei precipitati.

OSSERVAZIONI FINALI

- 1) Dopo l'invecchiamento, in tutti i materiali studiati è stata osservata una microstruttura di assicelle martensitica con precipitati di dimensioni nanometriche in un intervallo di 1-9 nm. La morfologia della microstruttura era più grossolana nel materiale trattato con HIP.

- 2) In tutti i campioni esaminati dopo lo stesso trattamento termico sono stati osservati lo stesso tipo di precipitati, B2 NiAl. La distribuzione dei precipitati all'interno della matrice martensitica era omogenea in tutto il materiale studiato.
- 3) I precipitati più piccoli sono stati osservati nei campioni trattati con HIP.

CAPITOLO 5 CONCLUSIONI

Il processo di Hot Isostatic Pressure è un trattamento molto utilizzato per i pezzi realizzati da fusione perché permette di chiudere tutte le porosità interne che si creano durante la fusione, nessun altro trattamento termico è in grado di chiudere così completamente i pori. Questo processo permette di chiudere tutti i pori all'interno del pezzo senza modificarne le dimensioni finali, soltanto i pori superficiali creano dei micro difetti superficiali che però attraverso un processo di lucidatura vengono rimossi.

Grazie alla chiusura dei pori il processo di Hot Isostatic Pressure ha influenze positive sulle proprietà meccaniche del materiale; l'effetto sul carico di snervamento e sul carico di rottura non è notevole, invece si ha un significativo aumento dell'allungamento e della duttilità del materiale senza ridurre la resistenza. Tutto ciò avviene perché si ha una dimensione del grano cristallino più fine ed uniforme.

In uno studio il processo di Hot Isostatic Pressure ha creato un aumento della resistenza alla fatica dal 40 % al 70 %.

BIBLIOGRAFIA

1. Azienda BODYCOTE , leader mondiale nel trattamento termico. <https://www.bodycote.com/it/>
2. Azienda LEGOR, esperta nella scienza dei metalli <https://legor.com/it/>
3. Teresa Fryé and Dr. Jörg Fischer-Bühner “Platinum Alloys in the 21st Century: A Comparative Study,” The Santa Fe Symposium on Jewelry Manufacturing Technology 2011, ed. Eddie Bell (Albuquerque: Met-Chem Research, 2011).
4. G.F. Carter, D.E. Paul: Materials Science and Engineering, ASM International, 1991, 7th printing 2007, p.322
5. ASTM Standard B328, "Standard Testing Method for Density, Oil Content & Interconnected Porosity of Sintered Metal Structural Parts and Oil Impregnated Bearings," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2003
6. G. Ainsley, A.A. Bourne and R.W.E. Rushforth, “Platinum Investment Casting Alloys,” *Platinum Metals Review* 22, no. 3 (1978): 78-87
7. <https://arwmisure.com/prove-forza-utilizziamo-dinamometro/>
8. <https://www.affri.it/index.php/12-prova-vickers/73-prova-di-durezza-vickers>
9. Abu Nasar, in Applications of Nanocomposite Materials in Dentistry, 2019 *Journal of Materials Processing Technology* Volume 204, Issues 1–3, 11 August 2008, Pages 231-238
10. Effect of Hot Isostatic Pressing on the Structure and the Mechanical Properties of an Al–7Si–7Cu Composite Alloy; T. K. Akopyan, N. A. Belov, A. G. Padalko & N. V. Letyagin ; *Russian Metallurgy (Metally)*; volume 2019, pages 843–849(2019)
11. A Influence of heat treatment under hot isostatic pressing (HIP) on microstructure of intermetallic-reinforced tool steel manufactured by laser powder bed fusion; *Volume 772*, 20 January 2020; c

APPENDICE A (PROVA DI TRAZIONE)

Utilizzata normalmente per determinare le proprietà meccaniche dei materiali, la prova di trazione fornisce indicazioni utili per il dimensionamento degli oggetti in fase di progettazione ma non completamente sufficienti per lo studio dei processi di deformazione in quanto i dati ottenuti valgono solo nel campo delle piccole deformazioni ($0 < \epsilon < 0,5$). Le velocità di deformazione sono regolabili tramite il controllo della velocità della testa della macchina, ma comunque limitate dall'inerzia del sistema. Le temperature di prova sono solitamente quelle ambiente ma è possibile realizzare prove in temperatura applicando induttori o piccoli forni attorno al provino in deformazione. Il limite fondamentale di tale prova risiede nella modalità operativa: il provino, che può essere cilindrico o parallelepipedo a base quadrata, montato su pressa idraulica a controllo numerico, afferrato alle estremità viene sottoposto a trazione; durante la deformazione si verifica il fenomeno della strizione, che determina difficoltà di ordine pratico nel rilevare la superficie interessata dalla sollecitazione e conseguente imprecisione nella determinazione della tensione di flusso che investe il materiale in deformazione. Per il suddetto motivo la prova di trazione è considerata attendibile fino al verificarsi della strizione, ossia fino a valori di deformazione piccoli rispetto a quelli rilevabili durante i processi di deformazione plastica.

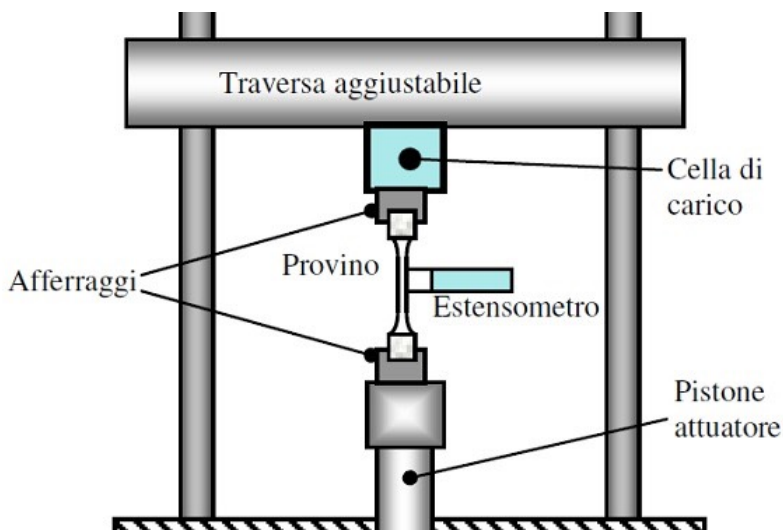


Figura 33 Prova di trazione

APPENDICE B (PROVA VICKERS)

La prova consiste nell'imprimere nel pezzo da esaminare, con una forza determinata, un penetratore a forma di piramide a base quadrata, avente un angolo di 136° alla sommità, e nel misurare la diagonale (d) dell'impronta lasciata sul pezzo, dopo aver tolto il carico. La durezza Vickers è il quoziente del carico di prova (F in kgf) per l'area dell'impronta (in mm), considerata come una piramide rovesciata a base quadrata.

$$HV = 1,854 \frac{F}{\frac{(d_1 + d_2)^2}{2}}$$

Il valore di durezza Vickers è seguito dal simbolo HV, completato da un indice che richiama la forza applicata (espressa in N). Se il tempo di applicazione del carico non è compreso nell'intervallo normale (da 10 a 15 s), un indice complementare deve richiamare la sua durata.

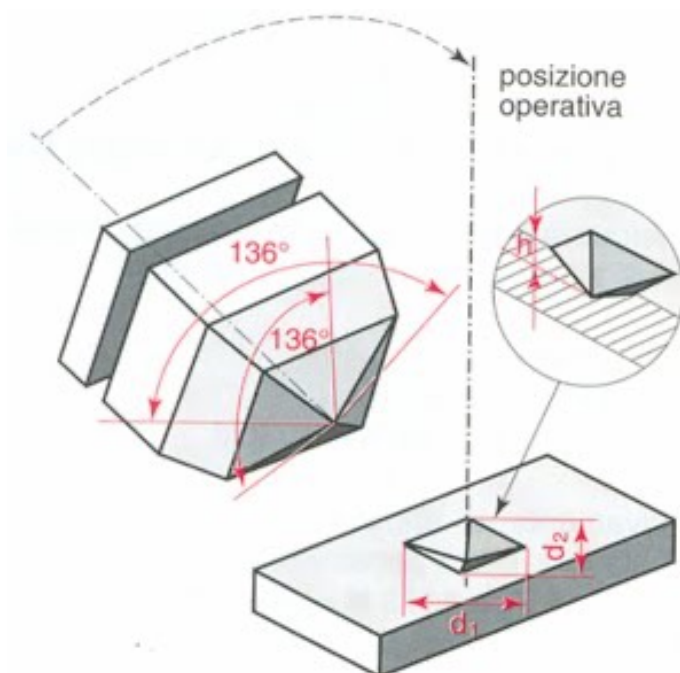


Figura 34 Prova Vickers.