

POLITECNICO DI TORINO
Repository ISTITUZIONALE

Correction to: Cytokines induced killer cells produced in good manufacturing practices conditions: identification of the most advantageous and safest expansion method in terms

Original

Correction to: Cytokines induced killer cells produced in good manufacturing practices conditions: identification of the most advantageous and safest expansion method in terms of viability, cellular growth and identity / Castiglia, S., Adamini, A., Rustichelli, D., Castello, L., Mareschi, K., Pinnetta, G., Leone, M., Mandese, A., Ferrero, I., Mesiano, G., Fagioli, F.. - In: JOURNAL OF TRANSLATIONAL MEDICINE. - ISSN 1479-5876. - ELETTRONICO. - 16:1(2018), p. 275. [10.1186/s12967-018-1656-7]

Availability:

This version is available at: 11583/2975770 since: 2023-02-08T09:42:45Z

Publisher:

BMC

Published

DOI:10.1186/s12967-018-1656-7

Terms of use:

This article is made available under terms and conditions as specified in the corresponding bibliographic description in the repository

Publisher copyright

(Article begins on next page)

Effetto della pressatura isostatica a caldo (HIP) e del trattamento termico di leghe di Nichel fabbricate via Selective Laser Melting (SLM)

a cura di: E. Bassini, A. Sivo, G. Marchese, P. Martelli, F. Calignano, S. Biamino, D. Ugues

Nell'ambito delle fabbricazioni additive delle leghe di Nichel l'attenzione dei ricercatori si sta spostando progressivamente verso le leghe difficili da saldare contenenti alte percentuali di γ' . Una delle maggiori difficoltà riscontrate con queste leghe consiste nel ridurre la densità di difetti residui e ottenere una buona microstruttura finale nel cosiddetto stato as-built. La totale densificazione, però, può essere ottenuta solo mediante post-trattamenti quali la pressatura isostatica a caldo (HIP). La microstruttura dei componenti SLM risulta differente rispetto a quella degli analoghi manufatti prodotti tradizionalmente e ciò ne influenza le proprietà meccaniche e la stabilità microstrutturale. Dunque, spesso diventa necessaria la messa a punto di trattamenti termici specifici. In questo lavoro, si discute come l'applicazione dell' HIP, possa favorire la densificazione delle superleghe di Nichel e, partendo dalle analisi termiche (DSC e TMA) si mostrano i principali effetti dei trattamenti standard su alcune di queste leghe.

PAROLE CHIAVE: SELECTIVE LASER MELTING; ADDITIVE MANUFACTURING; LEGHE DI NICHEL, TRATTAMENTI TERMICI

INTRODUZIONE

Le tecnologie additive sono oggi molto studiate e, sebbene ne esistano diverse, tutte sono accumulate dal fatto che permettono di produrre manufatti tridimensionali a partire da polveri metalliche organizzate in strati sovrapposti. Inizialmente, queste tecnologie erano prevalentemente orientate a rendere la prototipazione più rapida mentre oggi si stanno affermando come vere e proprie tecniche produttive a livello industriale per componenti metallici completamente privi di difetti. Principalmente, per la produzione di componenti si impiegano due macro-famiglie di tecniche: quelle definite Direct Laser Fabrication (DLF) o Selective Laser Melting (SLM). Esse differiscono principalmente per il modo con cui il laser, che porta a fusione le polveri, interagisce con queste ultime. Nel caso del DLF le polveri sono spruzzate direttamente dove il fascio laser è stato collimato; nell' SLM, le polveri sono distribuite in un sottile strato uniforme, aderente ad una piattaforma di accrescimento ed è poi il laser che le fonde solo dove necessario. Per quanto riguarda le applicazioni aeronautiche, le tecnologie SLM si

E. Bassini, A. Sivo, G. Marchese, P. Martelli,
F. Calignano

Politecnico di Torino, Dipartimento di scienza applicata e tecnologia
(DISAT) - Torino

S. Biamino, D. Ugues

Politecnico di Torino, Dipartimento di scienza applicata e tecnologia
(DISAT) - Torino - Consorzio Interuniversitario Nazionale per la Scienza
e Tecnologia dei Materiali (INSTM) - Firenze

sono dimostrate estremamente interessanti principalmente perché permettono di ottenere componenti anche molto complessi eliminando le costose operazioni di lavorazione connesse alla forgiatura o alla pressofusione. Perché le leghe di Nickel possano avere applicazione in campo aeronautico, mantenendo alte prestazioni nonostante temperature anche superiori agli 800 °C, è necessario che contengano alte frazioni di γ' Ni₃(Al,Ti) tipicamente comprese fra il 40 e l'80 %. Questo rafforzamento però è anche la ragione principale della comparsa di cricche durante la fusione delle polveri via laser o anche durante i trattamenti termici successivi [1–3]. La microstruttura che si ottiene alla fine risulta fortemente influenzata dai parametri utilizzati durante la stampa e, come riportato nel lavoro di Divya [4], in taluni casi i componenti finali possono presentare una forte anisotropia delle proprietà meccaniche nelle due direzioni principali. In questo lavoro due leghe di Nickel per applicazioni ad alta temperatura a bassa saldabilità sono state processate via SLM e i principali risultati verranno mostrati nei paragrafi successivi. Per certi aspetti la fabbricazione mediante Laser è simile al processo di saldatura; per questo motivo la saldabilità di una lega può essere correlabile alla sua processabilità tramite SLM. Tra i parametri che maggiormente impattano la processabilità via SLM vi è la composizione chimica della lega da lavorare, in particolare la quantità di Alluminio e Titanio, poiché direttamente correlabili alla precipitazione dell'intermetallico γ' (Ni₃Al-Ti). Maggiore è il contenuto di questi elementi, maggiore sarà la frazione in volume di γ' presente e minore la processabilità via SLM della lega per via dell'elevata suscettibilità alla cricatura. In letteratura però, solo pochi lavori affrontano in dettaglio come γ' nuclei e cresca durante i processi SLM e come si modifichi in seguito ai successivi trattamenti termici. Queste dinamiche però rivestono un ruolo fondamentale per tutte le superleghe che possiedono elevate frazioni di γ' . La formazione delle cricche normalmente è associata all'attraversamento della temperatura di invecchiamento della lega durante il processo di formatura oppure durante un trattamento termico successivo. La precipitazione di γ' provoca una forte riduzione della duttilità del materiale che può sfociare nella formazione di cricche. Secondo la ricerca bibliografica svolta da Carter [5] ci sono 4 ragioni principali che portano alla cricatura di un materiale ottenuto per SLM. 1) la cricatura avviene durante la solidificazione del melt pool. Il liquido ancora presente nella zona interdendritica agisce da punto di nucleazione delle cricche sotto l'effetto delle tensioni indotte dal raffreddamento del-

la parte già solidificata. 2) la cricca si forma lontano dai melt pool quando il materiale viene riscaldato velocemente ad una temperatura inferiore a quella di liquidus. Se nel materiale sono presenti fasi basso fondenti al bordo di grano (tipicamente gli eutettici γ - γ') queste, una volta liquefatte, fungono da origine per le cricche sotto l'effetto delle tensioni residue. 3) Cricatura dovuta alla precipitazione, questa avviene quando il componente densificato è riscaldato all'interno a temperature prossime a quelle di invecchiamento. Questa condizione può verificarsi durante i trattamenti termici o durante la stampa stessa, negli strati più lontani ma che ancora risentono dell'effetto di riscaldamento del Laser. Durante il riscaldamento infatti, il materiale tende a distendersi ma allo stesso tempo γ' precipita abbondantemente, il che provoca un aumento della resistenza del materiale ma anche la riduzione della sua duttilità. L'effetto delle tensioni residue ancora presenti si somma alle tensioni dovute alla precipitazione del γ' e in taluni casi, la tensione finale risulta superiore al carico di rottura del materiale il che provoca la cricatura del componente. 4) Cricatura a seguito del riscaldamento del materiale all'interno di uno specifico intervallo di temperatura. Alcune superleghe infatti, presentano un intervallo di temperatura in cui la loro duttilità si riduce drasticamente, fenomeno anche noto come intermediate temperature brittleness. Ad esempio, ciò accade nella CM-247LC, come dimostrato nel lavoro di Kim [6], quando il materiale è riscaldato a temperature comprese fra 700 e 900 °C. Tra le ragioni per cui è importante ottimizzare i trattamenti termici, quando vengono applicati ai campioni prodotti via SLM, c'è sicuramente da ricordare che essi presentano una microstruttura diversa rispetto a quella dei loro equivalenti tradizionali. Oltre alla struttura dei grani allungati in direzione z, anche la frazione di γ' osservabile nello stato As-built è decisamente minore rispetto ad esempio, ad un campione ottenuto per fusione. Le ragioni principali di queste alterazioni sono il forte gradiente termico tra la zona laserata e la piattaforma di accrescimento e il rapido raffreddamento che il liquido subisce durante la solidificazione. Queste condizioni possono facilmente sopprimere la precipitazione dell'intermetallico γ' [7–9]. Un ulteriore miglioramento delle performance dei campioni in lega di Nickel ottenute via SLM è infine ottenibile applicando ai campioni prodotti, un trattamento di pressatura isostatica a caldo HIP. Questo trattamento, normalmente veniva impiegato sui campioni ottenuti da fusione e oggi si dimostra efficace nel mitigare o eliminare le cricche e le porosità interne dei campioni ottenuti via SLM. Secondo Grange nel suo lavoro sull'Inconel738 LC

[10], l'HIP si dimostra molto efficace nel eliminare le cricche localizzate a cuore del materiale lasciando però, immutate quelle superficiali ed affioranti. Simili risultati sono stati ottenuti anche da Kunz [11], sempre con la medesima lega. In questo lavoro si analizza come si modifichino le micro-

strutture di due leghe a bassa saldabilità dallo stato as-built a quello post-hip e grazie alle analisi termiche si pongono le basi per il futuro trattamento termico ottimizzato di solubilizzazione ed invecchiamento.

Tab.1 - Composizioni chimiche delle polveri impiegate / chemical composition of the powders used

Lega	Cr [%]	Co [%]	Mo [%]	W [%]	Ta [%]	Al [%]	Ti [%]	Hf [%]	C [%]	Zr [%]
1	8	9.3	0.5	9.5	3.2	5.6	0.7	1.4	0.07	0.01
2	14	9	4	4	-	3	4.7	0.8	0.16	0.01

Come mostrato in Tab.1 le due leghe si distinguono prevalentemente per la quantità di alcuni elementi di lega quali Tungsteno, Alluminio e Titanio. Le differenze composizionali si ripercuotono principalmente sulla quantità di γ' presente e che, al termine del loro trattamento standard, si attesta al 60 e al 45 % in volume per la lega 1 la lega 2 rispettivamente. Il processo di pressatura isostatica a caldo (HIP) è stato svolto utilizzando una macchina Quintus QIH 15L equipaggiata con fornace in molibdeno e impiegante Argon come gas per trasferire la pressione ai campioni. Per motivi di segretezza industriale, non è possibile indicare i parametri di trattamento impiegati per ridurre la frazione di difetti nei campioni dopo il processo di stampa SLM. Per questo specifico lavoro, i campioni sono stati raffreddati mediante raffreddamento naturale, ovvero i campioni si raffreddano scambiando calore esclusivamente con il gas presente nella fornace. Questo porta ad una precipitazione di γ' piuttosto grossolana sia al bordo che all'interno dei grani colonnari provocando un sensibile abbassamento delle proprietà meccaniche. In ragione di ciò, si rende necessario svolgere un trattamento termico specificamente sviluppato per queste leghe prodotte via SLM. Per identificare correttamente gli intervalli di temperatura in cui avvengono la solubilizzazione e l' invecchiamento si sono utilizzate in modo congiunto l'analisi calorimetrica differenziale (DSC) e l'analisi termomeccanica (TMA). I modelli sono rispettivamente una Setaram TGA 92 16.18 ed una Setaram SETSYS Evolution. L'intervallo di temperatura indagato è compreso fra i 200 e i 1240 °C. Le prove sono state svolte utilizzando uguale velocità di riscaldamento e raffreddamento pari a 10 °C/min. Le analisi sono state svolte su campioni cilindrici di lega1 e 2 in condizioni as-built, stampati con dimensioni tali da po-

ter essere direttamente inseriti in macchina. Nel caso della DSC, cilindri di diametro 3 ed altezza 9 mm dal peso di ca. 230 mg; mentre per la TMA campioni a base quadrata di lato 5 e altezza 10 mm, dal peso di circa 300 mg. Sui campioni delle due leghe si sono infine applicati due trattamenti standard [12] in modo da valutarne l'efficacia e per identificare le fasi da ottimizzare. I trattamenti termici sono stati eseguiti in diverse fornaci a seconda del grado di controllo richiesto. Le fasi a temperature più elevate (solubilizzazione e primo invecchiamento) sono state svolte all'interno di una fornace a bassa pressione TAV miniJet HP235. Per la lega1 la solubilizzazione ed il primo invecchiamento sono stati svolti a 1205 e a 1080°C; mentre per la lega2 a 1205 e a 1095°C rispettivamente. Per entrambe le leghe i tempi sono stati di 2 ore per la solubilizzazione e di 4 per il primo invecchiamento. Il trattamento di stabilizzazione, necessario solo per la lega2, è stato svolto all'interno di un forno a muffola Nabertherm N120/85HA a 1050 °C per 2 ore. Infine il secondo invecchiamento è stato svolto all'interno di un forno a muffola Manfredi warmy 7 a 870 ed 850 °C per 8 ore sulla lega1 e 2 rispettivamente. I campioni nei diversi stati metallurgici sono poi stati preparati metallograficamente utilizzando carte abrasive di pezzatura progressivamente più fine (fino a 2400 grit) e successivamente paste diamantate da 6 a 1 μm . L'ultimo passaggio di lucidatura è stato svolto utilizzando una soluzione di silice colloidale che ha permesso di ottenere la giusta finitura per poter apprezzare la frazione di difettosità dei campioni al microscopio ottico, nello specifico un Leica MEF4. Per la misurazione del grado di difettosità delle due leghe dopo stampa sono state analizzate mediante analisi d'immagine nelle sezioni XZ 15 immagini per campione a 50 ingrandimenti. La frazione di precipitati γ' invece ha richie-

sto l'impiego del microscopio elettronico Zeiss Evo15. Per l'analisi dei precipitati si sono processate 5 immagini rappresentative di ciascun campione sempre in direzione XZ a 10 kX usando il detector degli elettroni retrodiffusi. Per poter

analizzare i precipitati si è utilizzata l'acqua regia: una miscela 1:3 di acido Nitrico e Cloridrico.

RISULTATI

MICROSTRUTTURA DEI CAMPIONI AS-BUILT

La microstruttura dei campioni ottenuti per SLM a partire dalle polveri risultano estremamente diversi rispetto agli omologhi ottenuti per via tradizionale. In Fig.1, a titolo di esempio, si può osservare lo stesso materiale (lega2) ottenuto dopo fusione (a sinistra) o prodotto con le tecnologie additive a destra. La figura sottostante mostra esclusivamente la sezione XZ in modo da apprezzare meglio alcuni dettagli come i melt pools, i grani colonnari e le strutture cellulari.

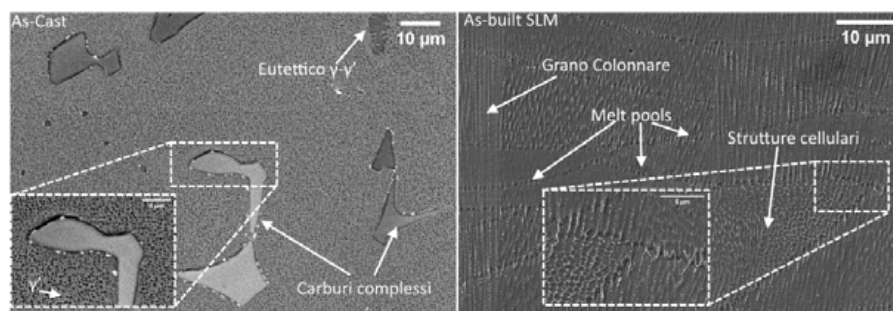


Fig.1 Confronto microstrutturale per la lega2 ottenuta attraverso fusione (sinistra) e attraverso SLM (destra)

Nella versione tradizionale (As-Cast) il materiale presenta una struttura omogenea costituita da grandi grani equiassici (600-800 μm) di matrice γ contenenti fini particelle di rafforzante γ' ossia l'intermetallico $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$. Insieme a γ' si possono osservare dei carburi grossolani, formati durante la solidificazione al bordo di grano, e tipicamente riconoscibili per la loro forma a mezzaluna o a falce. Nella micrografia, sebbene meno evidenti per via delle dimensioni contenute, si apprezzano anche dei carburi più fini, localizzati sia all'interno che al bordo dei grani ed infine, delle regioni contenenti la fase eutettica $\gamma-\gamma'$ riconoscibile per via della struttura lamellare fine. La microstruttura della lega ottenuta per SLM presenta invece, un network estremamente fine di dendriti

organizzate in strutture colonnari o cellulari distribuite tra i vari melt pools. Normalmente queste microstrutture hanno una taglia molto vicina al micron. Le dendriti più grandi tendono a localizzarsi vicino al bordo del melt pool stesso. La ragione principale che porta alla formazione di una struttura così caratteristica, è il raffreddamento a cui va incontro il liquido dopo il passaggio del laser che si aggira intorno ai 106 $^\circ\text{C}/\text{min}$ [13]. Da notare la completa assenza di carburi grossolani e delle fasi eutettiche. Da ultimo è necessario sottolineare che la microstruttura risultante è decisamente più fine, con grani che raramente hanno una larghezza superiore ai 20 μm .

APPLICAZIONE DEL TRATTAMENTO HIP

Le analisi, eseguite con il microscopio ottico, hanno evidenziato una certa frazione volumica di difetti residui al termine del processo di stampa SLM. Dopotutto, sebbene l'ottimizzazione dei parametri abbia considerevolmente limitato la densità dei difetti, non si può impedirne del tutto la scomparsa a causa della bassa saldabilità di queste due leghe. Per ridurre ulteriormente la frazione dei difetti, per entrambe le leghe è stato applicato il medesimo trat-

tamento di pressatura isostatica a caldo (HIP). La Fig.2 mostra alcune immagini esemplificative di come l' HIP permetta un netto miglioramento del materiale eliminando porosità e cricche interne. Naturalmente il processo di HIP non è efficace su tutti i difetti affioranti che verranno però, eliminati successivamente durante le lavorazioni finali di tornitura.

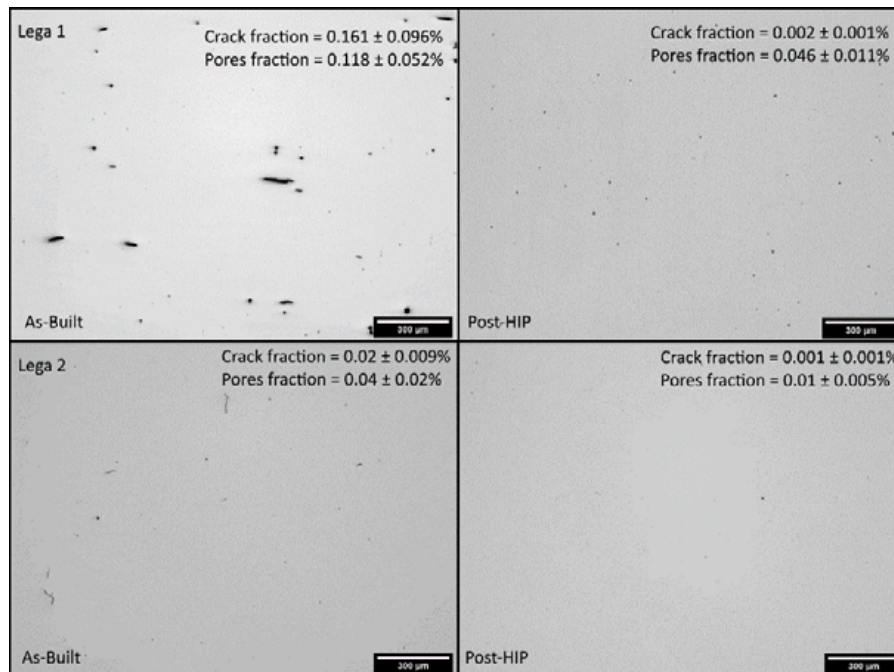


Fig.2 Effetto dell' HIP nel ridurre la frazione di difetti presente nei campioni di lega 1 (sopra) e lega 2 (sotto)/
Reduction of SLM flaws after HIP application to alloy1 (above) and alloy2(below)

L'algoritmo impiegato in questo lavoro, messo a punto per lo studio delle difettosità, permette di distinguere i difetti fra cricche e pori, per tanto è stato possibile esprimere la frazione di superficie occupati da entrambi. Per quanto riguarda la lega1 e lega 2 i valori misurati sono riportati in Tab.2.

Tab.2 - Frazione d'area occupata da cricche e pori nelle due leghe/Cracks and pores area fraction

	Lega 1		Lega2	
	As-Built	HIP	As-Built	HIP
Cricche [%]	0.16± 9E ⁻²	0.002± 1E ⁻³	0.02± 9E ⁻³	0.001± 1E ⁻³
Pori [%]	0.11± 5E ⁻²	0.046± 1E ⁻²	0.04± 2E ⁻²	0.01± 5E ⁻³

ANALISI TERMICHE

Per identificare le temperature critiche alle quali avvengono le principali trasformazioni metallurgiche nei campioni di lega1 e 2 SLM, si sono eseguiti test DSC e TMA sui campioni precedentemente descritti. La Fig.3 mostra i diagrammi sovrapposti e si nota come entrambi i test mostrino un ottima sovrapposizione dei picchi in concomitanza

delle trasformazioni come ad esempio, la precipitazione di γ' e la sua dissoluzione. Alcune trasformazioni sono apprezzabili come veri e propri picchi, mentre in altri casi si apprezza solo un leggero cambio di pendenza della retta rappresentante il flusso termico (DSC) o il coefficiente di dilatazione termica (TMA).

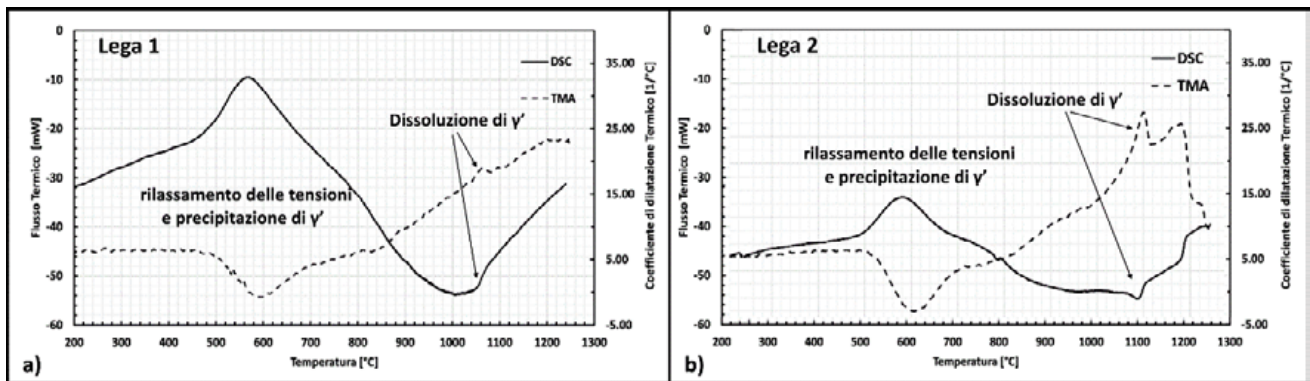


Fig.3 Confronto microstrutturale per la lega2 ottenuta attraverso fusione (sinistra) e attraverso SLM (destra)

Per entrambe le leghe, si nota un pronunciato picco nella regione dei 600 °C. Questo fenomeno è spiegabile ricordando la storia termica del materiale. Il campione As-built infatti, ha subito un forte raffreddamento durante la stampa, assimilabile alla condizione metallurgica di un campione solubilizzato e poi temprato in un mezzo molto drastico. Questo porta alla formazione di una soluzione sovrassatura all'interno della matrice γ delle due leghe. Durante il riscaldamento, quando il materiale attraversa l'intervallo tipico del trattamento di invecchiamento, avviene una precipitazione spontanea di γ' insieme ad una iniziale distensione del materiale. Questo è il momento più delicato del trattamento delle due leghe in quanto, è estremamente probabile incorrere in criccate del campione a seguito della forte precipitazione/contrazione dei campioni. Per entrambe le leghe è poi possibile individua-

re il picco di inizio dissoluzione del γ' . Nel caso della TMA si nota una netta dilatazione del campione perché il Titanio e l'Alluminio, inizialmente occupati a formare il precipitato γ' , entrano in soluzione solida causando una dilatazione del reticolo di γ . Analizzando il segnale DSC nell'intervallo di temperature dove avviene la solubilizzazione, si nota che la lega1 presenta solo un flesso mentre la lega2 un piccolo endotermico. Entrambi i materiali presentano i segnali nella regione dei 1100 °C, ad indicare l'inizio del processo di dissoluzione ma, come dimostrato nelle micrografie della sezione successiva e nella letteratura, la totale dissoluzione di γ' avviene a temperature molto più elevate, a 1239 °C e a 1224 °C per la lega 1 e la lega 2 rispettivamente [14–16]. Questo a dimostrazione che le leghe prodotte via SLM presentano una maggiore "inerzia" durante la dissoluzione del γ' rafforzante.

APPLICAZIONE DEL TRATTAMENTO TERMICO

Una volta ridotta la densità dei difetti dei campioni, si è provveduto ad applicare i trattamenti termici standard per le due tipologie di lega. Per la lega1 si è proceduto con un trattamento di solubilizzazione seguito da un primo invecchiamento ed infine, un secondo invecchiamento eseguito a temperatura più bassa. Per la lega2 invece, tra primo

e secondo invecchiamento, si è anche inserita una fase ad una temperatura intermedia definita di stabilizzazione. Le varie fasi del trattamento influenzano pesantemente la microstruttura dei campioni, in particolare, cambiano le frazioni e le dimensioni del rafforzante presente.

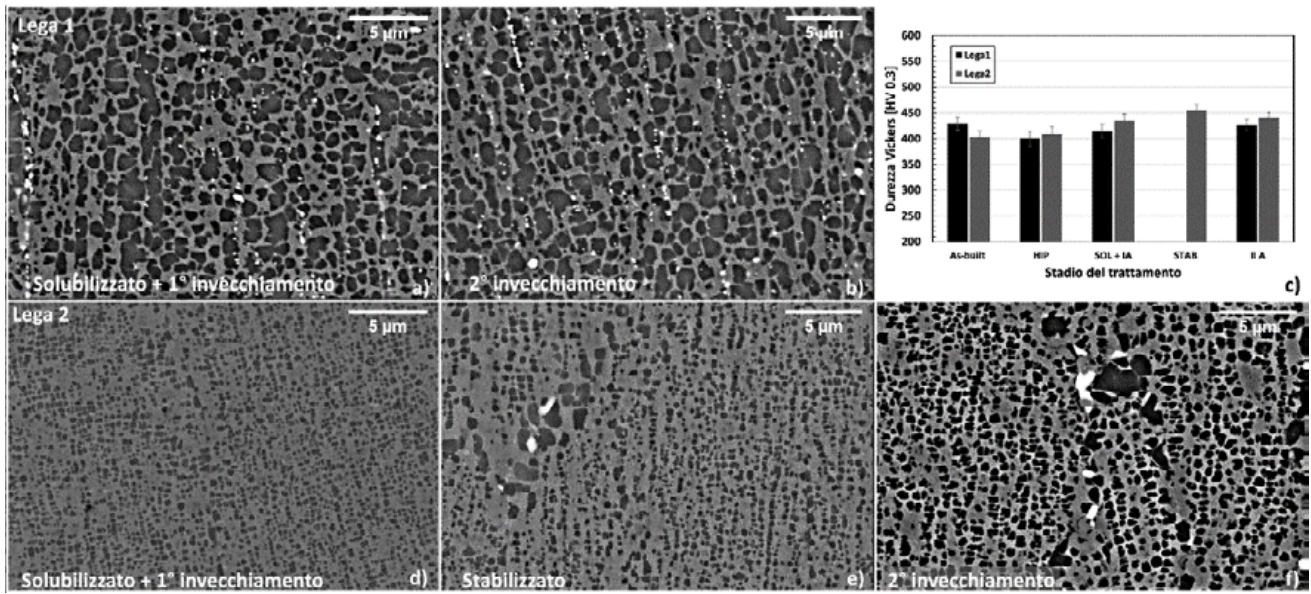


Fig.4 Effetto prodotto dalle singole fasi del trattamento termico sulla lega1 (a-b) e sulla lega2 (a-c)/ effects of the single steps of the heat treatment applied to alloy1(a-b) and to alloy2 (a-c)

Per quanto riguarda la durezza, Fig.4 c), la lega1 presenta una forte diminuzione della durezza a seguito dell'HIP, da imputarsi alla diminuzione delle tensioni residue presenti nel materiale dopo la stampa e al γ' precipitato in modo grossolano. A seguito delle fasi successive del trattamento la durezza cresce raggiungendo un valore stabile al termine del secondo invecchiamento. La lega2 subisce variazioni molto limitate in termini di durezza a seguito dell'HIP, mentre si osserva l'aumento di questa proprietà dopo il trattamento di solubilizzazione e di primo invecchiamento. La durezza cresce ancora con la stabilizzazione per poi decrescere leggermente con il secondo invecchiamento.

Tale fenomeno deriva probabilmente da una instabilità microstrutturale residua come si nota anche dal grafico di Fig. 5 che mostra γ' ingrossarsi dopo il secondo invecchiamento. Per questa ragione i termogrammi ottenuti precedentemente verranno impiegati per ottimizzare ulteriormente la ricetta di trattamento in un lavoro futuro. In Fig. 5 le sigle SOL+IA, STAB e II A si riferiscono rispettivamente alle seguenti fasi del trattamento termico: solubilizzazione e primo invecchiamento, stabilizzazione, secondo invecchiamento). La lega1, non necessitando di stabilizzazione, presenta un valore in meno nei rispettivi grafici.

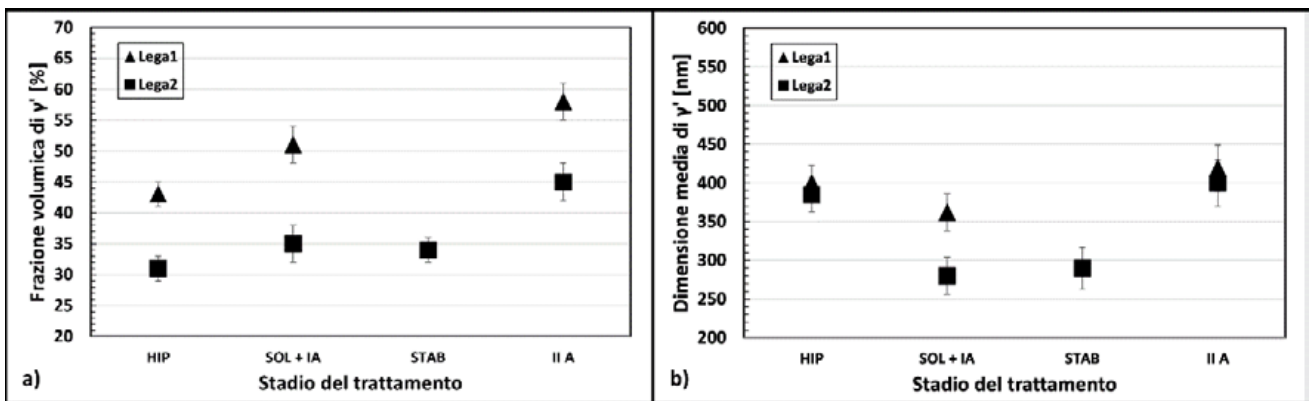


Fig.5 frazione in volume di γ' a) e dimensione media dei precipitati b) di lega1 e lega 2 nei vari stadi di trattamento)

Fig. 5 a) e b) mostrano rispettivamente come variano la frazione volumica e la dimensione di γ' nei vari stadi del trattamento termico. I valori sono coerenti con quanto osservato per la durezza. In particolare si nota come la solubilizzazione permetta di ridurre la dimensione dei precipitati ottenuti dopo l'HIP grazie alla maggior velocità di raffreddamento.

La lega1 presenta mediamente dei precipitati più grandi rispetto a quelli presenti in lega2 e in quest'ultima si nota come le particelle aumentino di dimensione a seguito del secondo invecchiamento causando l'abbassamento di durezza riscontrato al punto precedente.

CONCLUSIONE

In questo lavoro due superleghe a base di Nichel a bassa saldabilità sono state impiegate per costruire dei campioni attraverso il Selective Laser Melting (SLM). La frazione volumica di difetti è poi stata ridotta drasticamente (specie nel caso della lega1) attraverso l'uso della Pressatura Isostatica a Caldo (HIP). Si è infine applicato ai due materiali due trattamenti termici tradizionali per valutare la loro applicabilità nonostante il differente metodo produttivo. Sulla base dei risultati e delle misure eseguite si è notato come il trattamento eseguito sulla lega1 abbia prodotto dei buoni risultati sia in termini di durezza che di precipitati rafforzanti che aumentano in termini frazione volumica mentre si mantengono stabili dal punto di vista dimensionale, indicando una buona stabilità. Per quanto riguarda invece la lega2, le evidenze sperimentali dimostrano che il trattamento tradizionale si dimostra meno efficace a garantire stabilità ad alta temperatura come dimostrato dal progressivo ingrossamento di γ' durante il secondo invecchiamento.

RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI

- [1] Dinda, G.P.; Dasgupta, A.K.; Mazumder, J. Laser aided direct metal deposition of Inconel 625 superalloy: Microstructural evolution and thermal stability. *Mater. Sci. Eng. A* 2009, 509, 98–104, doi:10.1016/j.msea.2009.01.009.
- [2] Chen, Q.; Kawagoishi, N.; Wang, Q.Y.; Yan, N.; Ono, T.; Hashiguchi, G. Small crack behavior and fracture of nickel-based superalloy under ultrasonic fatigue. *Int. J. Fatigue* 2005, 27, 1227–1232, doi:10.1016/j.ijfatigue.2005.07.022.
- [3] Rosenthal, R.; West, D.R.F. Continuous γ' precipitation in directionally solidified IN738 LC alloy. *Mater. Sci. Technol.* 1999, 15, 1387–1394, doi:10.1179/026708399101505518.
- [4] Divya, V.D.; Muñoz-Moreno, R.; Messé, O.M.D.M.; Barnard, J.S.; Baker, S.; Illston, T.; Stone, H.J. Microstructure of selective laser melted CM247LC nickel-based superalloy and its evolution through heat treatment. *Mater. Charact.* 2016, 114, 62–74, doi:10.1016/j.matchar.2016.02.004.
- [5] Carter, L.N.; Attallah, M.M.; Reed, R.C. Laser Powder Bed Fabrication of Nickel-Base Superalloys: Influence of Parameters; Characterisation, Quantification and Mitigation of Cracking. *Superalloys 2012* 2012, 577–586, doi:10.1002/9781118516430.ch64.
- [6] Kim, I.S.; Choi, B.G.; Hong, H.U.; Yoo, Y.S.; Jo, C.Y. Anomalous deformation behavior and twin formation of Ni-base superalloys at the intermediate temperatures. *Mater. Sci. Eng. A* 2011, 528, 7149–7155, doi:10.1016/j.msea.2011.05.083.
- [7] Chen, J.; Xue, L.; Wang, S.H. Experimental studies on process-induced morphological characteristics of macro- and microstructures in laser consolidated alloys. *J. Mater. Sci.* 2011, 46, 5859–5875, doi:10.1007/s10853-011-5543-3.
- [8] Hussein, N.I.S.; Segal, J.; McCartney, D.G.; Pashby, I.R. Microstructure formation in Waspaloy multilayer builds following direct metal deposition with laser and wire. *Mater. Sci. Eng. A* 2008, 497, 260–269, doi:10.1016/j.msea.2008.07.021.
- [9] Marchese, G.; Bassini, E.; Aversa, A.; Lombardi, M.; Ugues, D.; Fino, P.; Biamino, S. Microstructural evolution of post-processed Hastelloy X alloy fabricated by laser powder bed fusion. *Materials (Basel)*. 2019, 12, doi:10.3390/ma12030486.
- [10] Grange, D.; Bartout, J.D.; Macquaire, B.; Colin, C. Processing a non-weldable nickel-base superalloy by Selective Laser Melting: role of the shape and size of the melt pools on solidification cracking. *Materialia* 2020, 12, doi:10.1016/j.mta.2020.100686.
- [11] Kunze, K.; Etter, T.; Grässlin, J.; Shklover, V. Texture, anisotropy in microstructure and mechanical properties of IN738LC alloy processed by selective laser melting (SLM). *Mater. Sci. Eng. A* 2015, 620, 213–222, doi:10.1016/j.msea.2014.10.003.
- [12] Dempster, I.; Wallis, R. Heat Treatment Metallurgy of Nickel-Base Alloys. *Heat Treat. Nonferrous Alloy*. 2016, 4E, 0.

- [13] Marchese, G.; Bassini, E.; Parizia, S.; Manfredi, D.; Ugues, D.; Lombardi, M.; Fino, P.; Biamino, S. Role of the chemical homogenization on the microstructural and mechanical evolution of prolonged heat-treated laser powder bed fused Inconel 625. *Mater. Sci. Eng. A* 2020, 796, 140007, doi:10.1016/j.msea.2020.140007.
- [14] Sponseller, D.-L. Differential thermal analysis of Nickel-base superalloys. *J. Nucl. Mater.* 1988, 160, 63–68, doi:10.1016/0022-3115(88)90008-6.
- [15] Sidhu, R.K.; Ojo, O.A.; Chaturvedi, M.C. Sub-solidus melting of directionally solidified Rene 80 superalloy during solution heat treatment. *J. Mater. Sci.* 2008, 43, 3612–3617, doi:10.1007/s10853-008-2575-4.
- [16] Yang, C.; Xu, Y.; Nie, H.; Xiao, X.; Jia, G.; Shen, Z. Effects of heat treatments on the microstructure and mechanical properties of Rene 80. *Mater. Des.* 2013, 43, 66–73, doi:10.1016/j.matdes.2012.06.039.

Effect of the Hot Isostatic Pressing (HIP) and heat treatment to nickel-based alloys obtained with Selective Laser Melting (SLM)

More and more efforts are spent for manufacturing low-weldable nickel-based superalloys in contemporary research applied to additive manufacturing. One of the biggest difficulty with these kinds of alloys is reducing the flaws density obtaining a good final microstructure in the as-built state. Nevertheless, the complete densification of the alloys can be reached only after further heat treatments such as the Hot Isostatic Pressing (HIP). The SLM material microstructure is severely different with respect to that obtainable after traditional manufacturing. This will also impact the final mechanical properties as well as the microstructure stability. Very often, designing specifically tailored heat treatments become the most viable solution for enhancing these materials. In this work the effect of the HIP treatment is discussed and, after performing DSC and TMA thermal analysis, the effects of two heat treatments on two Ni-based alloys are discussed

KEYWORDS: SELECTIVE LASER MELTING; ADDITIVE MANUFACTURING; NICKEL-BASED SUPERALLOYS; HEAT TREATMENTS.