

Comportamento a creep di una lega AlSiMg prodotta da manifattura additiva.

C. Paoletti, M. Cabibbo, E. Santecchia, E. Cerri, S. Spigarelli

La manifattura additiva (AM) può influenzare significativamente il trend dei futuri processi produttivi, e le tecniche di fusione selettiva laser (SLM) si stanno già affermando come un valido metodo di produzione di componenti in Al con interessanti proprietà e vantaggi. La lega maggiormente utilizzata per questa tecnologia è l'AlSi10Mg. La scelta dei parametri di deposizione influenza la microstruttura e quindi le proprietà meccaniche del campione, ed anche la dimensione di questo gioca un ruolo significativo. Il campione, nello stato as-built, presenta valori elevati di resistenza a snervamento ed a trazione con una limitata duttilità; la ricerca di una maggiore duttilità con trattamenti distensivi di ricottura porta ad una conseguente diminuzione delle proprietà meccaniche. L'effetto dell'esposizione a temperatura elevata della AlSi10Mg prodotta da AM è stato ampiamente studiato in letteratura ma non è stata ancora sufficientemente analizzata la sua risposta a creep.

Lo scopo dello studio presentato in questa memoria è quello di fornire una descrizione della risposta al creep di una lega Al10SiMg, tale da costituire un primo approccio al riconoscimento e descrizione dei meccanismi microstrutturali alla base dei meccanismi di deformazione della lega. Test di creep a carico costante sono stati condotti tra 150 e 205°C su una lega AlSiMg prodotta da manifattura additiva (AM) con fusione a letto di polvere (PBF). I campioni sono stati portati a rottura, anche se in alcuni casi il test è stato interrotto all'inizio della regione terziaria. Analizzando il tempo di rottura, nelle diverse condizioni di carico e temperatura, in funzione della sollecitazione applicata, si può chiaramente vedere che la lega prodotta da AM è sostanzialmente comparabile, in termini di tempo di rottura, con una lega convenzionale di simile composizione testata allo stato pressofuso. Gli alti valori dell'esponente di stress suggeriscono che il comportamento di scorrimento è fortemente influenzato dalla presenza di particelle di fase secondaria formatesi durante esposizione a creep.

PAROLE CHIAVE: MANIFATTURA ADDITIVA (AM), FUSIONE A LETTO DI POLVERE (PBF), CREEP, MECCANISMI MICROSTRUTTURALI DI DEFORMAZIONE, DISLOCAZIONI, PRECIPITATI

INTRODUZIONE

I futuri processi produttivi potrebbero risentire molto dell'avvento della produzione additiva su larga scala; si è già dimostrato di poter produrre componenti in alluminio con proprietà interessanti mediante tecniche come l'SLM (Selective Laser Melting) e, al momento, la lega più utilizzata per questa tecnologia è l'AlSi10Mg. In particolare, il materiale allo stato as-built, ovvero la condizione di materiale stampato, mostra valori molto elevati di snervamento e resistenza a trazione ($\delta > 300$ MPa $\epsilon > 400$ MPa rispettivamente), grazie all'estrema finezza della microstruttura [2], ed una duttilità limitata (5%) [1]. La scelta di opportuni parametri di deposizione ovviamente influenza la microstruttura e quindi le proprietà meccaniche [3], così come gioca un ruolo chiave anche la dimensione del componente stampato [4].

Chiara Paoletti, Marcello Cabibbo, Eleonora Santecchia, Stefano Spigarelli

DIISM, Università Politecnica delle Marche, Via Brecce Bianche, 60131 Ancona, Italy -- corresponding author (Chiara Paoletti): c.paoletti@pm.univpm.it; Tel.: 0712204746.

Emanuela Cerri

DIA, Università di Parma, V.le G. Usberti 181/a, 43124 Parma, Italy

Per ottenere una maggiore duttilità sono necessari trattamenti di distensione/ricottura del materiale as-built [1,5]. Questi trattamenti, se effettuati sopra i 200°C, producono una diminuzione delle proprietà meccaniche perché, esponendo ad alta temperatura materiale stampato, si modifica sostanzialmente la microstruttura e le proprietà della lega AlSi10Mg prodotta con AM. La breve analisi sopra delineata, che cita solo alcuni dei numerosi studi effettuati su AM AlSi10Mg, mostra chiaramente che la lega e il suo comportamento sono stati caratterizzati nei dettagli, sebbene sia stato trascurato lo studio della risposta a creep, nonostante sia noto che le leghe Al-Si possiedono una buona risposta a creep [7,8]. Queste sono caratterizzate da una elevata resistenza allo scorrimento, dovuta alla presenza di grandi quantità di particelle di Si. Tra i lavori attualmente pubblicati per studiare la risposta a creep della lega, Read et al. [3] ha effettuato un esiguo numero di esperimenti a 150 e 180 °C su una lega AlSi10Mg prodotta da AM, ma la scarsità dei risultati disponibili ha precluso qualsiasi analisi significativa. Uzan et al. [9], che ha testato una lega AM-AlSi10Mg dopo la ricottura, ha recentemente presentato una matrice sperimentale un po' più ampia, testando il materiale in 4 diverse configurazioni di carico a 225°C e con un carico costante di 117 MPa a 225, 250, 275 e 300°C. Tuttavia, anche in questo caso, la popolazione di dati era troppo piccola per ottenere conclusioni qualitative, ma affidabili, sulla risposta a creep della lega AM.

Lo scopo del presente studio è quindi quello di fornire una descrizione della risposta a creep di una lega Al10SiMg, che possa fornire una base sufficientemente solida per ulteriori indagini sui meccanismi microstrutturali che governano la deformazione in questa lega.

MATERIALI E METODI

I campioni di creep della lega Al-9,6% Si-0,38% Mg sono stati stampati da una SML500, con direzione di crescita parallela all'asse del campione, per minimizzare le tensioni residue e l'uso di eventuali supporti, impostando i seguenti parametri di deposizione: temperatura di preriscaldamento 150 °C, potenza laser 350 W, spot-size 80 μm, velocità di scansione 1,15 m/s, Hatch spacing 170 μm, spessore del layer 50 μm.

Le prove di creep sono state effettuate a carico costante a tre differenti temperature, 150, 175 e 205 °C. I campioni sono stati testati quasi tutti a rottura, tranne in alcuni casi in cui il test è stato interrotto all'inizio del terziario. In aggiunta, è stato eseguito un solo test a 225 °C, fino a rottura. La microstruttura della lega stampata è stata studiata mediante microscopia ottica. La degradazione delle proprietà meccaniche dovuta all'esposizione ad alta temperatura è stata quantificata mediante un profilo di misurazioni di durezza Vickers, effettuate lungo il tratto utile e sulle spalle del campione.

RISULTATI

La microstruttura del campione nelle condizioni as-built riportata in Fig. 1, osservata nelle tre direzioni al microscopio ottico dopo lappatura ed attacco chimico con Keller, presenta la microstruttura tipica di un campione prodotto da Additive Manufacturing, costituita da pozze fuse, ciascuna corrispondente a regioni sottoposte al raffreddamento estremamente rapido, tipico del processo di stampa, che formano il materiale.

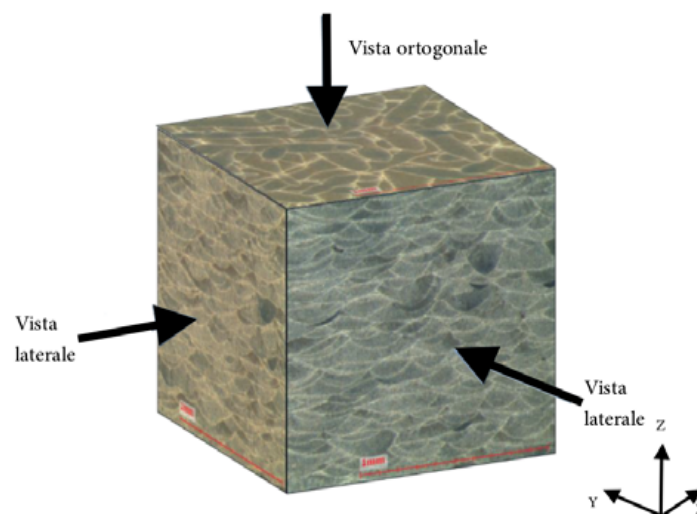


Fig.1 - Struttura caratteristica di un campione additive nei 3 piani, il piano z è ortogonale alla direzione di crescita del campione (che coincide con l'asse z). / Macrostructure of the as-built sample on the 3 planes (deposition axis is z).

In Fig. 2 si riporta una curva di creep rappresentativa, nel grafico deformazione-tempo la curva presenta la tipica forma sigmoideale con un primario ben definito, una zona con la minima velocità di deformazione ed un terziario che non si estende a regioni ad alta deformazione perche la frattura, nelle diverse prove effettuate, non supera mai lo 0,08. Utilizzando l'approccio parametrico di Larson-Miller, basato sull'equazione Eq.1:

$$(1) \quad LMP = T(20 + \log t_r)$$

Dove t_r è il tempo a rottura e T è la temperatura assoluta. Plottando i dati ottenuti per il PLM in un grafico PLM- δ , riportato in Fig.3, delle curve ottenute dai test effettuati sui campioni allo stato as-built, insieme a dati presi in letteratura [9] per un campione prodotto da manifattura additiva e testato dopo ricottura a 300°C, e per una lega convenzionale AA359-F [10]; è stata scelta la AA359-F in quanto è la lega prodotta con metodi convenzionali che più si avvicina alla composizione della lega oggetto di studio, ed è utile per fare un confronto tra la risposta a creep della lega prodotta da manifattura additiva e quella da metodi tradizionali. Dall'analisi della Fig. 3 si può notare come la risposta a creep della lega oggetto di studio, prodotta mediante manifattura additiva, sia del tutto in linea con il comportamento delle leghe convenzionali equivalenti; inoltre è evidente, dalla prova condotta a 225°C su campioni allo stato ricotto, che il materiale dopo ricottura presenta una resistenza inferiore, in termini di sollecitazione da imporre per ottenere una certa durata a rottura ad una temperatura fissata.

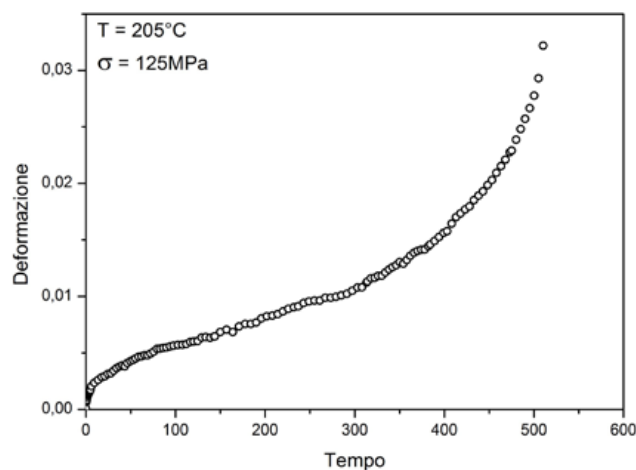


Fig.2 - Curva rappresentativa di creep. In particolare, la curva riportata è quella della prova condotta a 125MPa e 205°C / Representative shape of the creep curve. The test presented in the figure was carried out under 125 MPa at 205°C.

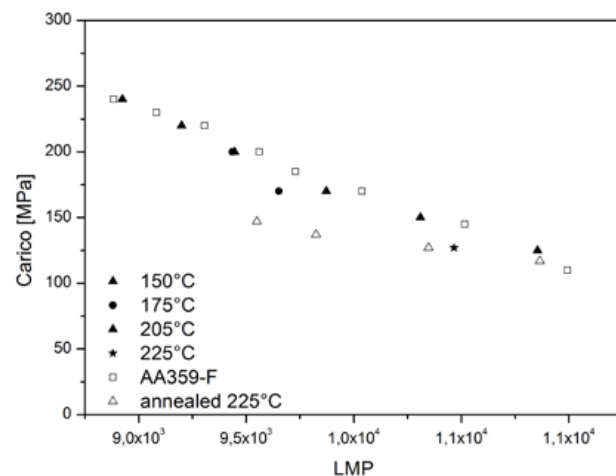


Fig.3 - PLM della lega prodotta da Additive Manufacturing, la stessa lega precedentemente ricotta ed una lega commerciale prodotta con metodi convenzionali (AA359-F). / Larson Miller plot for the material tested in the present study, a similar alloy tested after annealing [9], and the die-cast AA359 alloy [10].

La Figura 4 mostra le velocità di scorrimento minime, ottenute nel presente studio, per la lega nella condizione as-built e una serie di dati sperimentali prodotti testando a 225°C un materiale simile dopo la ricottura a 300°C [9]. I dati riportati sono stati descritti dalla legge di Arrhenius, nella forma:

$$(2) \quad \dot{\epsilon}_m = A\sigma^n e^{-Q/RT}$$

dove n è l'esponente della tensione, Q è l'energia di attivazione del creep, A è un parametro del materiale e R è la costante dei gas. Utilizzando l'Eq. 2 gli esponenti n , per la lega as-built, si riducono da 24 a 18 all'aumentare della temperatura da 150 a 205°C.

La lega ricotta, al contrario, ad una temperatura di prova di 225°C, presenta un esponente di sollecitazione vicino a 25, da cui si evince che il trattamento termico preliminare ha causato una variazione nella risposta di scorrimento. Tale osservazione è confermata dal confronto della singola prova effettuata sulla lega as-built a 225°C, che mostra una velocità di creep sostanzialmente inferiore rispetto al caso del campione ricotto.

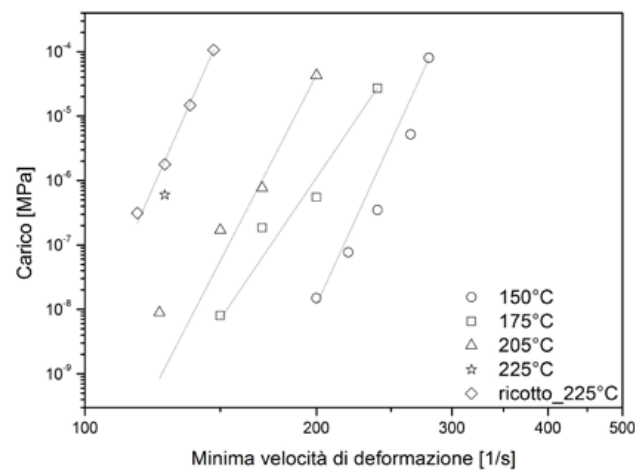


Fig.3 - Velocità minima di creep in funzione dello stress applicato per la lega AlSi10Mg testata nella condizione as-built a confronto con una lega nello stato ricotto [9]. / Minimum creep rate as a function of applied stress for the AlSi10Mg tested in the as-build condition in this study, and after annealing in [9].

Dal calcolo dell'energia di attivazione per lo scorrimento, nell'intervallo di temperatura tra 150 e 205 °C, si ricava un valore Q di 200 kJ mol⁻¹. Mediante l'Eq 3 si è ricavato il parametro Zener-Hollomon Z :

$$(3) \quad Z = \dot{\epsilon}_m e^{Q/RT}$$

con $Q = 200$ kJ mol⁻¹. I dati di Z ottenuti sono riportati in Fig. 5, in funzione della sollecitazione applicata, dove si può notare il tipico un comportamento delle leghe testate nei regimi di alta deformazione e/o bassa temperatura; infatti i punti collasano su una singola curva, la cui pendenza aumenta con lo stress applicato.

La Fig. 6 mostra la durezza in funzione del tempo di prova, misurato sulle spalle del campione e sul tratto utile; dalla figura si nota chiaramente che l'esposizione ad alta temperatura provoca una riduzione della durezza del materiale. Il materiale, allo stato as-built, presentava durezza iniziale di 150-160HV, snervamento vicino a 270MPa e resistenza a rottura vicina a 400MPa. Questa riduzione è di gran lunga maggiore nel tratto utile, in quanto è accentuata dai fenomeni di degrado dovuti alle sollecitazioni applicate che si concentrano nella sezione.

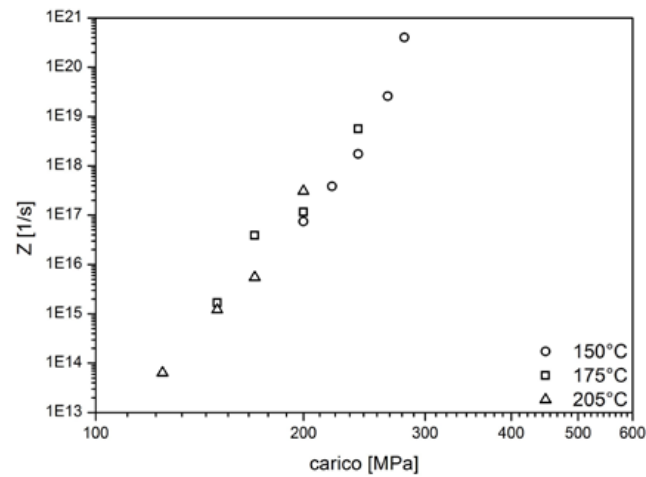


Fig.5 - Parametro di Zener-Hollomon calcolato con $Q=200\text{KJ/mol}$ per le prove condotte tra 150 e 205°C. / Zener-Hollomon parameter with $Q=200\text{ kJ mol}^{-1}$ for the tests carried out between 150 and 205°C.in the as-built condition in this study, and after annealing in [9].

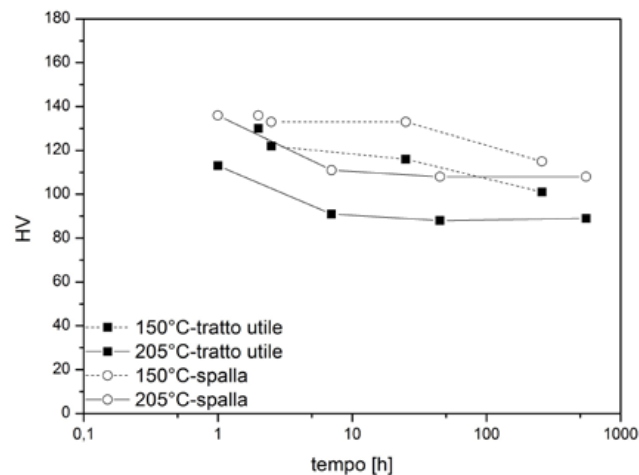


Fig.6 - Variazione di durezza a 150 e 205°C, misurate sia sulle spalle che nel tratto utile del campione. / Hardness variation after creep at 150 and 205°C, measured in the sample heads and along the gauge length.

DISCUSSIONE

Lavori pregressi presenti in letteratura, i.e. Wu et al. [2], hanno studiato in dettaglio la tipica microstruttura della lega AlSi10Mg prodotta da AM, evidenziando che i grani colonnari, di $10\ \mu\text{m}$ di diametro, costituiscono la maggior parte della microstruttura della lega alle condizioni as-built. All'interno del grano la struttura è costituita da celle allungate nella direzione di costruzione, ciascuna delle quali è formata da un insieme di sotto-celle. Osservando una sezione perpendicolare alla direzione di costruzione (vedi Fig. 1), la microstruttura sembra consistere in cellule equiassiali, di dimensioni medie 500 nm . A causa dell'elevata velocità di raffreddamento, durante la solidificazione il liquido eutettico Al-Si (presente fino al 35% in volume)

viene espulso e si accumula lungo tutti i confini; in questo modo, le cellule risultanti sono separate da una regione eutettica Al-Si dello spessore di $10\text{-}20\ \text{nm}$. Sebbene si possano trovare precipitati di Si isolati all'interno delle cellule, la regione eutettica Al-Si è popolata da una densità molto più alta di queste particelle [2]. Da altri studi [4], inoltre, si è scoperto che una dipendenza dalle dimensioni della microstruttura della lega as-built, può influenzare in modo significativo la distribuzione del Si all'interno delle cellule, e di conseguenza il valore di durezza.

È stato inoltre riscontrato che l'esposizione ad alte temperature influenza fortemente le proprietà del materiale. Nel caso della lega testata da Fousová et al [6]

è stato osservato che la durezza iniziale (120 HV) aumenta fino a 140 HV dopo l'esposizione a 120 o 160°C, così come avviene tipicamente nel processo di invecchiamento. Al contrario, l'esposizione a 180°C porta ad un sovra-affinamento relativamente rapido, e la durezza diminuisce dopo 0,5 ore.

Questa analisi fornisce spunti molto interessanti per interpretare e motivare la risposta a creep della lega studiata; l'AlSi10Mg è, come detto sopra, caratterizzata da un esponente di stress molto elevato, e questa è una caratteristica tipica delle leghe rinforzate con particelle e dei compositi [11]. La lega allo stato di deposizione presenta proprietà di durezza e trazione molto elevate, che sono paragonabili o addirittura superiori allo stato AA359-T6 per le leghe prodotte convenzionalmente

e trattate termicamente, quindi si può presumere che anche in questo caso la struttura sia formata da celle di dimensioni di centinaia di nm contenenti una frazione di volume relativamente basso di precipitati, circondate da una regione eutettica Al-Si finemente decorata da una dispersione di particelle di Si di dimensioni nm. Pertanto, come già postulato da Wu et al. [2], sebbene le dislocazioni interagiscano con le particelle di Si isolate all'interno delle celle, le regioni eutettiche Al-Si nei confini di tali celle giocano il ruolo chiave nell'ostruzione della mobilità della dislocazione. Il materiale può quindi essere descritto come un composito, formato da zone morbide (interni delle celle) e dure (regione eutettica Al-Si), che si può pensare che si deformi approssimativamente alla stessa velocità di deformazione.

Di conseguenza, la resistenza complessiva del composito può essere espressa come una composizione della resistenza delle singole zone

$$(4) \quad \sigma = f_H \sigma_H + (1 - f_H) \sigma_S$$

dove f_H è la frazione di volume delle zone dure, mentre δ_H e δ_S sono le sollecitazioni necessarie per deformare con la stessa velocità di deformazione rispettivamente le regioni dura e morbida. In tal senso, la lega AlSi10Mg prodotta

da AM non è molto diversa dalle altre leghe prodotte con tecnologie più convenzionali [12], sebbene la sua microstruttura sia molto più fine.

Per ricavare i valori delle tensioni δ_H e δ_S , di cui alla Eq.4, queste possono essere espresse come nella Eq.5 ed Eq. 6:

$$(5) \quad \sigma_H = \sigma_H(\dot{\epsilon}, T, f_{pH}, d_{pH})$$

$$(6) \quad \sigma_S = \sigma_S(\dot{\epsilon}, T, f_{pS}, d_{pS})$$

dove d_{pi} e f_{pi} sono le dimensioni medie delle particelle precipitate e la frazione di volume rispettivamente per le zone morbide ($i = S$) e dure ($i = H$). Inoltre, dalla Fig. 6 si nota chiaramente che il materiale ammorbidisce progressivamente, ovvero variano d_{pi} e f_{pi} durante l'esposizione ad alta temperatura, come già dimostrato [6]; in questo modo si introduce un'ulteriore dipendenza dal tempo e dallo stress (quest'ultimo dovuto all'effetto accelerante della degradazione della microstruttura mostrato in Fig. 6).

Data l'estrema complessità della microstruttura della lega da manifattura additiva, è evidente che, sebbene si possa ricorrere ad approcci fenomenologici per descrivere i dati sperimentali con un certo grado di successo, l'utilizzo di modelli basati sulla fisica della deformazione richiede un'analisi accurata, simile a quella presentata in [11] e [13], sia per la regione morbida che per quella dura. Ciò va ben oltre lo scopo della presente indagine, ma costituisce una buona base per ulteriori studi su questo intrigante argomento.

CONCLUSIONI

La risposta al creep di una lega Al₁₀SiMg è stata studiata mediante prove a carico costante eseguite a 150, 175, 205 e 225°C. La dipendenza della velocità minima di scorrimento dalla sollecitazione applicata è stata descritta dalla convenzionale legge fenomenologica della power-law/equazione di Arrhenius, con esponenti di sollecitazione compresi tra 24 e 18 all'aumentare della temperatura da 150 a 205 °C. L'energia di attivazione per lo scorrimento è stata calcolata intorno ai 200 kJ mol⁻¹. Si è riscontrato che la durezza del materiale diminuisce con l'aumentare del tempo di esposizione ad alta temperatura, tale effetto è maggiormente incidente nel tratto utile del campione ovvero nella parte sottoposta a sollecitazione. La risposta del materiale è stata analizzata qualitativamente, sulla base dei risultati di studi precedenti sullo stesso materiale, concludendo che il comportamento a creep è determinato dalla peculiare microstruttura del materiale stampato, costituita da celle fini circondate da zone eutettiche si Al-Si e decorate con particelle di Si di dimensioni nanometriche.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Trevisan, F, Calignano, F, Lorusso, M, Pakkanen, J, Aversa, A, Ambrosio, EP, Lombardi, M, Fino, P, Manfredi, D (2017) On the selective laser melting (SLM) of the AlSi₁₀Mg Alloy: Process, Microstructure and Mechanical properties. *Materials*. Doi: 10.3390/ma10010076
- [2] Wu, J, Wang, X Q, Wang, W, Attallah, M M, Loretto, MH (2016) Microstructure and strength of selectively laser melted AlSi₁₀Mg. *Acta Mater.* 117: 311-320
- [3] Read, N, Wang, W, Essa, K, Attallah, MM (2015) Selective laser sintering of AlSi₁₀Mg alloy: process optimization and mechanical properties development. *Mater. Des.* 65: 417-424
- [4] Tanaka, N, Kodaira, H, Suzuki, A, Kobsahi, M (2018) Size dependence of microstructure of AlSi₁₀Mg alloy fabricated by selective laser melting. *Mater. Char.* 143: 18-26
- [5] Rosenthal, I, Shneck, R, Stern, A (2018) Heat treatment effect on the mechanical properties and fracture mechanism in AlSi₁₀Mg fabricated by additive manufacturing selective laser melting process. *Mater. Sci. Eng.* A729: 310-322
- [6] Fousová, M, Dvorsky, D, Michalcová, A, Vojtěch, D (2018) Changes in microstructure and mechanical properties of additively manufactured AlSi₁₀Mg alloy after exposure at elevated temperatures. *Mater. Char.* 137: 119-126
- [7] Spigarelli, S, Cabibbo, M, Evangelista, E, Cucchieri, S (2002) Evaluation of the creep properties on an Al-17Si-1Mg-0.7Cu alloy. *Mater. Lett.* 56: 1059-1063
- [8] Spigarelli, S, Evangelista, E, Cucchieri, S (2004) Analysis of the creep response of an Al-17Si-4Cu-0.55Mg alloy. *Mater. Sci. Eng.* A387: 702-705
- [9] Uzan, NE, Shneck, R, Yeheskel, O, Frage, N (2018) High-temperature mechanical properties of AlSi₁₀Mg specimens fabricated by additive manufacturing using selective laser melting technologies (AM-SLM). *Additive Manf.* 24: 257-263.
- [10] Kaufman, JG (ed) *Properties of Aluminum alloys*. ASM International, Ohio
- [11] Spigarelli, S, Paoletti, C (2018) A new model for the description of creep behaviour of aluminium-based composites reinforced with nanosized particles. *Composites A*112: 346-355
- [12] Spigarelli, S (2008) Constitutive equations in creep of Mg-Al alloys. *Mater Sci Eng* A492: 153-160.
- [13] Paoletti, C, Regev, M, Spigarelli, S (2018) Modelling of creep in alloys strengthened by rod-shaped particles: Al-Cu-Mg age-hardenable alloys. *Metals*, doi:10.3390/met8110930

Creep behaviour of a AlSiMg alloy produced by Additive Manufacturing.

The present study aims at investigating the effect of the peculiar microstructure of additive manufactured samples on the creep behavior of a AlSiMg alloy. Constant load creep experiments were carried out between 150 and 205°C on an AlSiMg alloy produced by Powder Bed Fusion Additive Manufacturing (AM). The samples were mostly strained up to rupture, although in some cases the test were interrupted at the early onset of the tertiary region. Analyzing the time-to rupture, in the different load and temperature conditions, as a function of the applied stress, it can be clearly seen that the alloy produced by AM is substantially comparable, in terms of time to rupture, with an alloy of similar composition, tested in the die-cast state. The high values of the stress exponent suggest that the creep behavior is strongly affected by the presence of secondary-phase particles.

KEYWORDS: ADDITIVE MANUFACTURING (AM), POWDER BED FUSION (PBF), CREEP, MICROSTRUCTURAL MECHANISM OF DEFORMATION, DISLOCATIONS, PRECIPITATES