

Selective laser Melting di materiale composito AlCu-TiB₂: processabilità, microstruttura e proprietà meccaniche

P. Bassani, C.A. Biffi, J. Fiocchi, A. Tuissi, M. Abu

Il presente lavoro esplora le caratteristiche microstrutturali e meccaniche di una lega di alluminio AlCu rinforzata con particelle di TiB₂, sviluppata come materiale composito per applicazioni avanzate. Il materiale è stato processato mediante Selective Laser Melting, utilizzando una sorgente laser impulsata. Tramite opportune campagne di ottimizzazione dei parametri di processo è stato possibile raggiungere una densità del 99.5%, nelle condizioni ottimali. Un'approfondita analisi microstrutturale è stata eseguita su campioni prodotti con tale condizione operativa. La microstruttura rilevata si presenta uniforme, caratterizzata da grani fini ed equiassici, senza la presenza di crescita epitassiale, sovente riscontrata in metalli costruiti mediante processi di additive manufacturing. Con riferimento alla fase rinforzante TiB₂, non sono stati osservati effetti di segregazione di tali particelle a bordo grano, indicazione che le alte velocità di raffreddamento ne hanno promosso l'engulfment durante il processo di solidificazione. Viceversa, concentrazioni aumentate di Cu, Ag e Mg, presenti in lega sono state osservate in prossimità dei bordi grano e delle interfacce con la fase rinforzante.

PAROLE CHIAVE: SELECTIVE LASER MELTING; AL-CU-TIB₂ ALLOY; PROCESSABILITÀ; MICROSTRUTTURA; TEM; EBSD

INTRODUZIONE

Dopo anni di ricerca e sviluppo industriale, l'utilizzo delle leghe di alluminio nel processo di Selective Laser Melting, e in particolare nel processo L-PBF (Laser Powder Bed Fusion) è ormai una realtà consolidata [1]. La maggior parte delle attività di ricerca, così come le applicazioni industriali, si sono focalizzate sulle leghe a base Al-Si, tra cui AlSi12, AlSi7Mg, AlSi10Mg e AlSi9Cu3, note per le loro buone proprietà in fonderia [2]. Tuttavia, queste tipologie di leghe non posseggono proprietà meccaniche elevate, comparabili alle leghe da deformazione plastica e trattamento termico delle serie 2000 e 7000. Una delle peculiarità dei processi di additive manufacturing è la possibilità di realizzare componenti complessi e ottimizzati per ridurre il rapporto peso /resistenza; in tale ambito la disponibilità di leghe di Al più performanti dal punto di vista meccanico è di notevole interesse. Primi tentativi di additive manufacturing da polvere di alcune di queste leghe mediante L-PBF hanno evidenziato importanti problemi di solidification-cracking, dovuti all'ampio intervallo di solidificazione e all'elevato ritiro

Paola Bassani, Carlo Alberto Biffi,
Jacopo Fiocchi, Ausonio Tuissi
CNR ICMATE, sede di Lecco, Italia

Mihaela Albu
Graz Centre for Electron Microscopy, Austria

termico [3-4]. In letteratura, varie strategie sono emerse per cercare di risolvere queste problematiche; l'ottimizzazione della composizione delle polveri iniziali [5] per ridurre le tensioni in solidificazione, oppure tecniche di alligazione 'in-situ', sfruttando l'aggiunta di altri elementi, come ad esempio Si [6], o nanoparticelle ed inoculanti, per promuovere effetti di affinazione del grano durante la solidificazione [7,8,9, 10]. Un ulteriore vantaggio offerto dall'utilizzo di inoculanti e nanoparticelle è il loro effetto di rafforzamento sulle proprietà meccaniche.

Recentemente è stata resa disponibile sul mercato una nuova lega Al-Cu con aggiunta di TiB_2 , denominata A205. Accanto ad elementi di lega tipici in una serie 2000, ovvero, Cu-Mg per favorire il rafforzamento mediante opportuni trattamenti termici, la lega è addizionata con Ag, Ti e B (che reagendo tra loro portano alla formazione di TiB_2), per favorire l'incremento ed il mantenimento delle proprietà meccaniche anche a temperature considerata 'alte' per le leghe di alluminio, in applicazioni particolarmente critiche [11-13]. La possibilità di utilizzarla anche in ambito additive è quindi di notevole interesse.

Inoltre, come si è osservato in altre leghe di alluminio [14], potrebbe non essere necessario sottoporre il materiale a trattamenti di solubilizzazione ad alta temperatura, in quanto il processo di L-PBF può favorire il mantenimento in soluzione solida degli elementi di lega destinati alla formazione dei precipitati nei successivi trattamenti di invecchiamento. Ulteriore vantaggio, se tale circostanza fosse verificata: l'esecuzione di trattamenti a temperature moderate potrebbe favorire il mantenimento di una microstruttura fine, contribuendo in tal modo all'ottenimento di ottime performance meccaniche.

Oggetto del presente lavoro è stata quindi la valutazione della processabilità tramite L-PBM della lega AlCu- TiB_2 e la sua caratterizzazione microstrutturale, oltre che una prima valutazione delle proprietà meccaniche su provini

as-built. A tale scopo, analisi SEM, EDS, EBSD e TEM ad alta risoluzione sono state condotte su campioni prodotti in condizioni ottimizzate, con il fine di verificare la microstruttura ottenuta e le potenzialità di sviluppo.

MATERIALI E METODI

In questo lavoro è stata utilizzata una polvere sferica di lega AlCu- TiB_2 , prodotta mediante atomizzazione in gas, (fornita da LPW Technology, Ltd, con la denominazione commerciale di A205), avente dimensione media di circa 50 μm (D10 pari a 20 μm , e D90 a 63 μm).

La composizione nominale della polvere è riportata in Tabella 1, mentre in Figura 1 è riportata una micrografia SEM, che mostra una geometria prevalentemente sferica, non esenta da irregolarità e presenza di satelliti.

Sono stati realizzati dei provini, prismatici (8mmx8mmx10mm) per l'ottimizzazione dei parametri, mentre dei provini di forma allungata per le caratterizzazioni microstrutturali e meccaniche.

Le prove di L-PBF sono state eseguite con il sistema AM400 di Renishaw, operante con un laser in fibra pulsato di 400W di potenza, ed equipaggiato con un dispositivo per la riduzione del volume di stampa. Come piattaforma di stampa è stata utilizzata una piastra in AlSi10Mg.

Per lo studio del processo, sono stati presi in considerazione la potenza del fascio laser e il tempo di esposizione, mentre gli altri parametri di processo sono stati mantenuti costanti, su valori tipicamente utilizzati per le leghe di alluminio, come riportato in Tabella 2. Per la stampa si è inoltre utilizzata una strategia Meander, ed un angolo di rotazione di 67° della direzione di stampa tra uno strato ed il successivo. Il contenuto di O_2 nell'atmosfera di processo è stato mantenuto al di sotto di 100 ppm.

Tab.1 - Composizione chimica nominale (% in peso) della polvere di AlCu- TiB_2 . / Nominal chemical composition (weight.%) of the AlCu- TiB_2 powder.

Si	Mg	Cu	Ag	B	Ti	Fe	Mn	Ni	Pb	Al
0.1	0.29	4.7	0.7	1.46	3.51	0.02	<0.05	<0.05	<0.05	Bal.

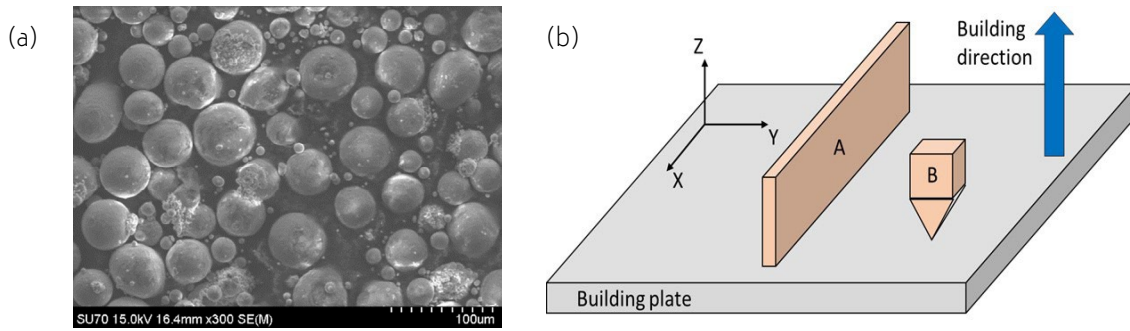


Fig.1 - a) Micrografia SEM della polvere di AlCu-TiB₂, b) Schema indicativo della morfologia e orientamento rispetto alla piastra di costruzione dei provini realizzati mediante L-PBM / a) SEM micrograph of the AlCu-TiB₂ powder, b) Sketch of L-PBM specimen shape and their orientation with respect to the building plate

Tab.2 - Composizione chimica nominale (% in peso) della polvere di AlCu-TiB₂. / Nominal chemical composition (weight.%) of the AlCu-TiB₂ powder.

Parametri variabili	Potenza [W]	250-300
	Tempo di esposizione [μs]	20-40-60-80
Parametri costanti	Strategia di scansione	Meander
	Hatch distance [μm]	90
	Point distance [μm]	90
	Laser spot size [μm]	65
	Atmosfera	Ar
	Spessore del layer [μm]	30
	Temperatura della piattaforma [°C]	30

La densità dei provini realizzati è stata misurata tramite il principio di Archimede, utilizzando una bilancia digitale di precisione, attrezzata allo scopo. Come densità di riferimento si è considerato il valore di 2.85 g/cm³, riportato della scheda tecnica della polvere. Per quanto riguarda gli aspetti microstrutturali, le indagini sono state condotte con un FEG- SEM (SU70, by Hitachi), dotato di spettrometro EDX e sistema EBSD ((Ultradry EDX detector, Quasor detector e Pathfinder analysis system, Thermo Fisher). Le analisi XRD sono state eseguite con il diffrattometro Panalytical X'Pert Pro, operante con la radiazione Cu K α , nell'intervallo angolare 2theta di 20°-120°. Per queste analisi, i campioni sono stati sezionati lungo il piano X-Z, contenente direzione di costruzione, inglobati in resina conduttiva, preparati con lappatura alle carte e ai panni diamantati, ed infine lucidati con silice colloidale. Le analisi TEM ad alta risoluzione sono state condotte con il sistema FEI Titan3 G2 60-300, con tensione di ac-

celerazione di 300kV. Le micrografie sono state raccolte in campo scuro utilizzando due diversi rivelatori (annular dark field (ADF) e high angle annular dark field (HAADF)), mentre le analisi composizionali sono state eseguite tramite EDX, utilizzando il detector FEI Super-X detector (Chemi-STEM technology). Per tali analisi, sono state ricavate sezioni sottili lungo il piano x-z, dapprima assottigliate meccanicamente fino a circa 50 – 80 μm e poi ulteriormente assottigliate, fino a perforazione tramite Plasma Ion Polishing, utilizzando il sistema Gatan - PIPS II, con fascio di Ar e porta campioni raffreddato con azoto liquido. Le prove meccaniche sono state eseguite su provini ad osso di cane di dimensioni ridotte, ricavate dai campioni allungati mediante elettroerosione, con una macchina di prova universale MTS Alliance RT/100, operando in accordo alla norma E8/E8M-11 ASTM. Preliminarmente le superfici dei provini sono state lucidate mediante carta abrasiva 600grit. Le prove sono state condotte con una

velocità di spostamento della traversa pari a 0.5 mm/min (3.3 10⁻⁴ s⁻¹), a temperatura ambiente, in triplice copia.

RISULTATI E DISCUSSIONE

Processabilità della lega.

Per valutare in maniera sintetica l'effetto dei due parametri di processo variati nella campagna sperimentale, ovvero

$$\Psi = \frac{P \cdot t_{exp}}{d_p \cdot d_h \cdot s} \quad [1]$$

dove P è la potenza del fascio laser, t_{exp} il tempo di esposizione, d_p è la point distance, d_h è l' hatch spacing, ed s è lo spessore del layer.

Variando i parametri descritti in tabella 2, è stato possibile individuare una finestra ottimale di valori, che ha consentito di raggiungere elevate densità relative (oltre il 99%), come riassunto nel grafico di Figura 2-a: valori ottimali di densità si sono ottenuti per densità di energia tra 60 e 85 J/mm³; con presenza di difetti molto limitata e di geometria tondeggiante associabile all' intrappolamento di gas (figura 2-b).

Per valori di densità di energia inferiori a 60 J/mm³, si osserva la presenza di difetti di forma irregolare e di dimensioni superiori rispetto ai pori sferici (figura 2-c). Questi difetti dipendono dall' apporto energetico troppo basso, per cui sono tipicamente associati ad una mancanza di fu-

Potenza e tempo di esposizione del fascio laser, un parametro frequentemente utilizzato è la densità di energia, Ψ , che, per un sistema operante in condizioni pulsate può essere ricavata dalla formula seguente [15]:

sione [16-17]. Al contrario, per valori di densità di energia superiori a 85 J/mm³, ovvero oltre la finestra ottimale, si assiste ad una diminuzione dei valori di densità, associata a maggior presenza di porosità da gas; infatti, ad alte energie, si assiste ad un progressivo aumento della tendenza alla vaporizzazione di una parte del materiale allo stato liquido, che può quindi dar luogo a tale tipologia di difetti. Un andamento simile è stato riscontrato per molte leghe realizzate mediante L-PBF [18-20].

La condizione ottimale individuata nella presente sperimentazione è associata ad una densità di energia pari a 82 J/mm³, corrispondente alle condizioni di processo P=250 W; t_{exp} =80 μ s. Tale valore di densità di energia è in linea con i valori ottenuti su altre leghe di alluminio contenenti quantitativi analoghi di TiB₂ [21-22], ma risulta maggiore dei valori in genere utilizzati per le leghe Al-Si.

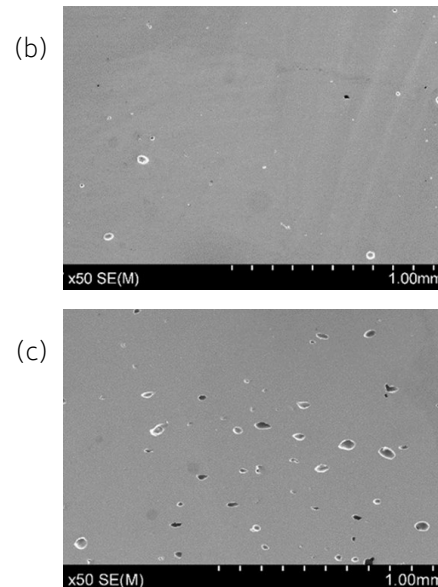
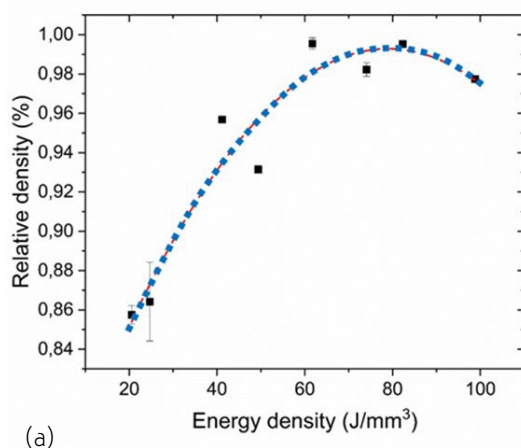


Fig.2 - Evoluzione della densità relativa in fusione della densità di energia Ψ (a), e micrografie SEM relative a due campioni prodotti con densità di energia di 42 J/mm³ (b) e 82 J/mm³ (c) / Evolution of the relative density as function of energy density Ψ (a), SEM micrographs of the samples, produced at 42 J/mm³ (b) and 82 J/mm³ (c)

Caratterizzazione microstrutturale.

Micrografie rappresentative della microstruttura della lega AlCu-TiB₂ nelle condizioni as-built sono presentate in figura 3. In sezione x-z, è possibile notare il materiale si presenti pressochè omogeneo, formato da piccoli grani equiassici, di dimensioni inferiori ai 2 µm, e uniforme dispersione di particelle di rinforzo. Si possono intravedere i bordi delle pozze fuse, individuabili nelle zone in cui si affiancano grani fini, nucleatisi all'interno della singola zona fusa in solidificazione, e grani più grandi appartenenti agli strati precedenti e coinvolti nella zona termicamente alterata della pozza in solidificazione. Per facilitarne l'individuazione, tali bordi sono stati schematizzati nell'inserito di figura 3-a. La forma appare semiellittica, con larghezza maggiore rispetto alla profondità; questa geometria è rappresentativa del profilo del cordone di saldatura in modalità di conduzione che si verifica quando la densità di potenza è inferiore a 10⁶ W/cm² [18]. Rapporti di forma larghezza/profondità maggiori di 1 indicano che il meccanismo prevalentemente è la fusione del materiale, senza significativi contributi di vaporizzazione sotto l'effetto del fascio laser. Questo risultato conferma che le condizioni di processo selezionate non inducono la formazione di key-hole, generalmente ottenibile solo con densità di potenza superiori a 10⁶-10⁷ W/cm².

L'osservazione attraverso segnale BSE consente di mettere inoltre in evidenza le particelle di TiB₂ (che appaiono più chiare della matrice) e degli elementi di lega ad alto

numero atomico (Ag, Cu). Le prime appaiono uniformemente distribuite; in particolare, non si osserva alcuna disposizione preferenziale rispetto alla sezione del melt pool (evidenziati nel riquadro di figura 3-a); ciò suggerisce che le alte velocità di raffreddamento promuovono l'intrappolamento delle particelle di rinforzo nel fronte di solidificazione, evitando pericolosi accumuli o segregazioni. La micrografia a più alti ingrandimenti, suggerisce inoltre la presenza di accumuli di elementi ad alto numero atomico (Cu e Ag) ai bordi dei grani equiassici, sia in forma soluta (aloni più chiari) che in forma di particelle (sagome ben definite).

Le analisi XRD, i cui risultati sono presentati in figura 4, hanno consentito di verificare che sia nelle polveri di partenza che nei campioni as-built, sono presenti, oltre alla matrice di alluminio avente struttura cubica a facce centrate (face centered cubic, FCC), anche particelle di TiB₂, con struttura esagonale compatta (hexagonal close packed, HCP) e, in minor misura, di Al₂Cu Al₂Cu, avente struttura tetragonale (body-centered tetragonal, BCT). Non solo la tipologia delle fasi presenti appare identica, ma anche le intensità relative dei picchi delle varie fasi, in particolare della matrice di alluminio sono pressochè identiche: ciò suggerisce l'assenza di una texture significativa nei campioni di AlCu-TiB₂ prodotti mediante L-PBF con laser pulsato; viceversa, texture anche importanti sono spesso state osservate in altre leghe di alluminio prodotte con tecnica analoga [15].

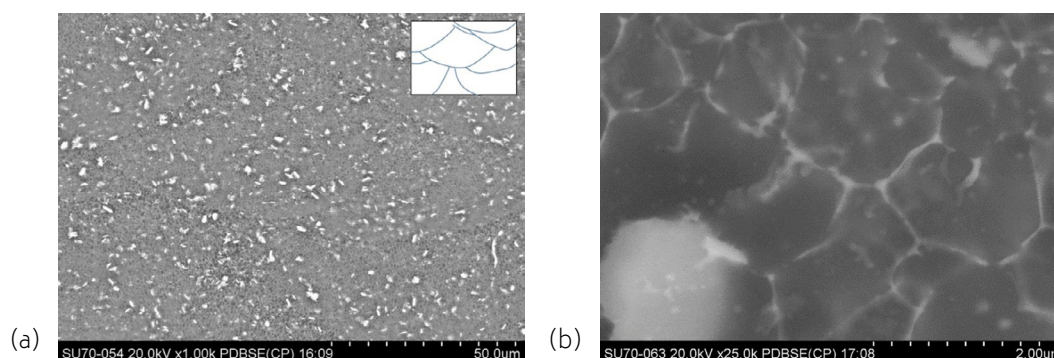


Fig.3 - Micrografie SEM a vari ingrandimenti, ottenute mediante detector BSE. Nell'inserito: schematizzazione dei bordi di melt pool identificabili. / SEM analyses on the as built material: micrographs at different magnifications, obtained with BSE detector. Inset: schematics of melt pool boundaries in the micrograph

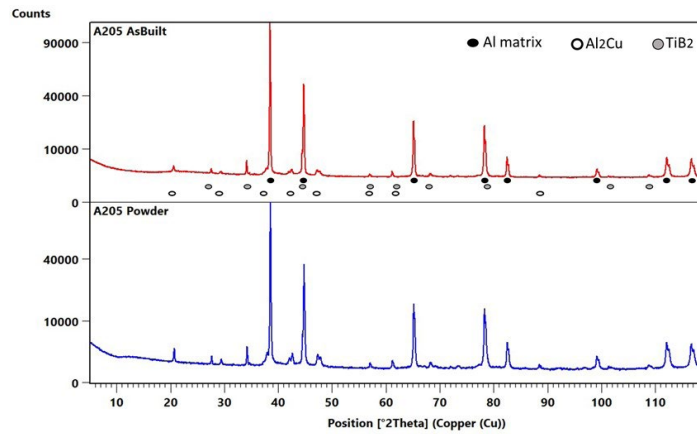


Fig.4 - Spettri XRD del campione as-built e della polvere originaria. / XRD spectrum of the as-built specimen and the starting powder.

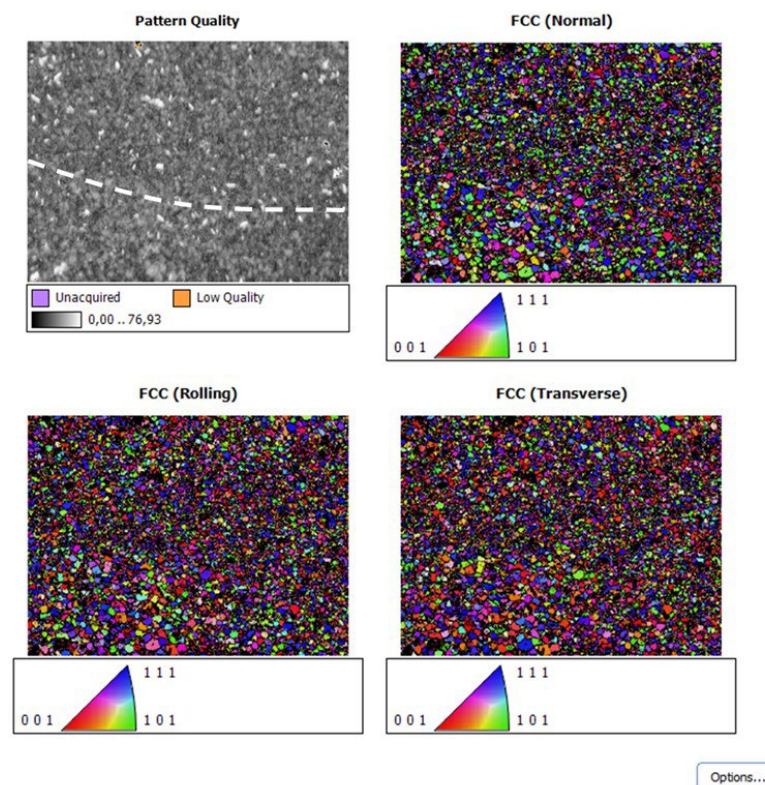


Fig.5 - Analisi EBSD eseguite al confine di un melt pool; mappa di qualità (con linea bianca tratteggiata ad evidenziare il confine del melt pool) e OIM, Orientation Image Maps relative alla matrice di alluminio, nelle tre direzioni del sistema di riferimento sistema. / EBSD analyses results in a region across a melt pool boundary; pattern quality map (with white dashed line highlighting melt pool boundary) and OIM of the aluminum matrix, related to three reference directions.

Per confermare quanto osservato attraverso le analisi XRD, sono state eseguite analisi EBSD. I risultati di un'analisi rappresentativa, condotta in una regione ai bordi di una pozza di fusione sono riportati in figura 5. Nella mappa

del pattern quality è delineato con una linea tratteggiata la posizione del bordo della pozza fusa: tale confine è individuabile solo grazie alla presenza dei grani accresciuti della zona termicamente alterata: non è possibile apprezz-

zare alcuna differenza in termini di orientazione o forma dei grani in tutta l'area. La mancanza di una orientazione preferenziale o di fenomeni di crescita epitassiale, anche localizzati, è messa in evidenza dalle tre altre figure, che rappresentano l'orientazione dei singoli grani rispetto alla direzione normale alla superficie del campione (Normal direction), e a due direzioni ortogonali contenute nel piano del campione (Rolling direction e Transverse direction), secondo la legenda cromatica riportata; indipendentemente dalla direzione presa come riferimento, le orientazioni dei grani appaiono assolutamente casuali, senza alcuna predominanza di un'orientazione (ovvero di un particolare colore). Inoltre, è stato possibile individuare anche grani di fase TiB_2 , (grani che appaiono bianchi nella Pattern quality map, ma non sono presenti nelle mappe OIM, riferite alla sola matrice di alluminio). Anche queste ultime non presentano alcuna orientazione preferenziale. La particolare microstruttura osservata, in termini di equiassicità e affinamento del grano può essere attribuita all'effetto della presenza delle particelle di TiB_2 , che favoriscono la nucleazione di grani all'interno del liquido, come ampiamente verificato nella pratica di fonderia [23] ma anche in processi additive quando nanoparticelle sono aggiunte alle polveri di processo [21, 24, 25]. Per meglio chiarire invece la presenza della fase Al_2Cu ed in particolare la distribuzione degli elementi di fase all'interno dei campioni, si è reso necessario effettuare analisi al microscopio elettronico in trasmissione ad alta risoluz-

zione, abbinata ad analisi EDX.

I risultati di tali investigazioni sono riportate nelle figure 6 e 7.

L'osservazione ad alta risoluzione ha consentito di verificare che TiB_2 è presente con due distinte popolazioni: una popolazione micrometrica con a bastoncino, già osservata al microscopio elettronico a scansione, ma anche una popolazione nanometrica, di forma prismatica, presente sia all'interno dei grani, che in prossimità dei bordi grano, ove frequentemente sono stati osservati piccoli accumuli. Oltre alle particelle prismatiche di TiB_2 , è stato possibile osservare una folta presenza di altre particelle nanometriche, più tondeggianti, che l'analisi EDX ha messo in evidenza essere particelle di Al_2Cu , con associate piccole quantità di Mg ed Ag, ed occasionali particelle di ossido. È stato quindi possibile confermare la presenza di Al_2Cu , osservato attraverso le analisi XRD ma impossibile da identificare al SEM.

Inoltre, le mappe EDX effettuate al TEM, hanno consentito di evidenziare la presenza di Cu non solo come Al_2Cu , ma anche come alligante sia al centro dei grani, che in maggior quantità, segregato ai bordi grano. Tale risultato consente di ipotizzare che almeno potenzialmente sia possibile eseguire trattamenti di rafforzamento per precipitazione senza effettuare una preventiva solubilizzazione del materiale.

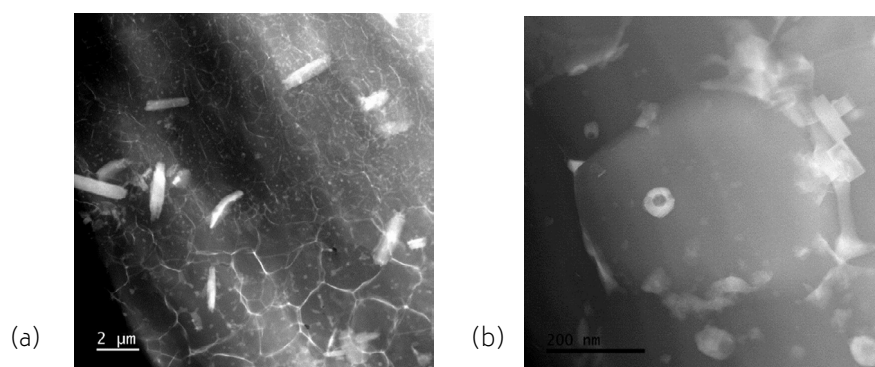


Fig.6 - Micrografie TEM ottenute: a) in una zona di transizione tra due melt pools b) dettaglio di un grano, con presenza di varie particelle nanometriche tra cui varie, aggregate, di TiB_2 / Micrographs showing of a) a melt pool boundary region, b) cluster of nanometric TiB_2 particles, and other nanoparticles

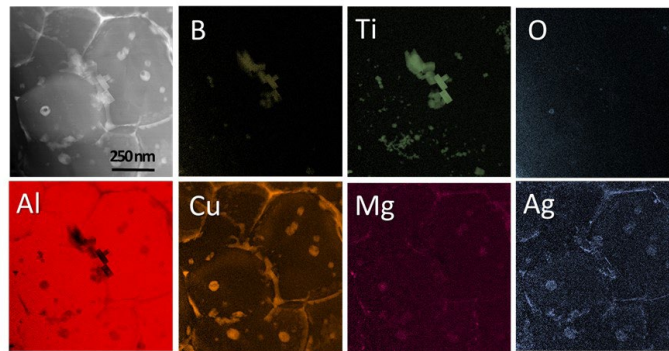


Fig.7 - Mappe EDX ottenute su campione as-built, per osservare la distribuzione degli elementi e la composizione delle nanoparticelle presenti. / EDX maps performed on as built specimen, to assess element distribution and nanometric phase composition.

Caratterizzazione meccanica

Per avere conferma della qualità dei provini ottenuti, si è provveduto anche ad una caratterizzazione meccanica su provini in scala ridotta. Un esempio dei risultati ottenuti è riportato in figura 8; sono stati ottenuti valori significativi sia di snervamento, che di carico a rottura ed allungamento a rottura (rispettivamente 317.8 ± 9.3 MPa, 391 ± 7.3 MPa and 12.5 ± 0.8 %). L'osservazione della forma della curva di trazione tuttavia evidenzia alcuni aspetti inattesi: infatti la curva presenta un punto di snervamento superiore, seguito da un plateau di deformazione a valori di carico quasi costanti, per poi proseguire, solo dopo il 3% circa di deformazione totale con un tratto di deformazione plastica con incrudimento. Inoltre la parte iniziale del tratto plastico appare caratterizzata da continue e frequenti oscillazioni del carico, comunemente identificate come effetto Portevin - Le Chatelier, ed osservate anche da altri autori [27]. Un comportamento simile è stato osservato anche in leghe di Al contenenti Sc, prodotte mediante

L-PBF [26]. Confrontando i risultati ottenuti con quelli di altre leghe prodotte per L-PBF [15], è possibile ipotizzare che tale comportamento sia associato all'interazione del moto delle dislocazioni con le nanoparticelle presenti nel materiale e con la presenza non omogenea di soluto, in particolare accumulato in prossimità dei bordi grano, che possono agire da punti di ancoraggio temporaneo delle dislocazioni, con conseguente aumento e diminuzione alternati del carico durante le prime fasi della deformazione plastica, fintanto che il moltiplicarsi delle dislocazioni e la loro interazione diretta non diviene predominante, con l'effetto macroscopico di un andamento più regolare della curva di trazione. Le già buone proprietà meccaniche osservate potrebbero quindi essere ulteriormente migliorate con opportuni trattamenti termici, che favoriscano l'evoluzione delle concentrazioni di soluto e delle nanoparticelle verso dimensioni e arrangiamenti più efficaci ai fini del rafforzamento della lega.

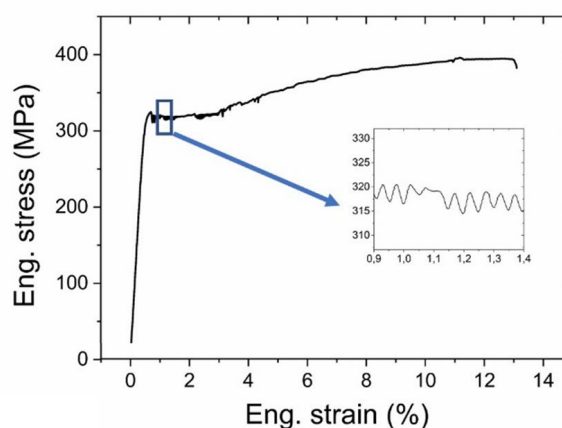


Fig.8 - Curva di trazione relativa ad un campione prodotto mediante SLM, nella condizione as-built. / Engineering stress-strain curve of the SLMed samples in the as-built condition.

CONCLUSIONI

È stato possibile ottenere mediante Selective Laser Melting campioni con elevata densità e buone proprietà meccaniche di una lega di alluminio AlCu rinforzata con particelle di TiB₂. Una prima campagna di ottimizzazione dei parametri di processo, effettuata su potenza del fascio e tempo di esposizione, ha consentito di individuare una finestra ottimale per il processo sufficientemente ampia, nella quale sono stati ottenuti campioni con densità elevata. All'interno di questa finestra, nelle condizioni ottimali di processo, è stato possibile raggiungere una densità del 99.5%.

Un'approfondita analisi microstrutturale è stata eseguita nella condizione ottimizzata, mediante HR-SEM abbinato ad analisi EBSD, ed analisi HR-TEM. La microstruttura rilevata si presenta uniforme, caratterizzata da grani fini ed equiassici, senza la presenza di crescita epitassiale, sovente riscontrata in metalli costruiti mediante processi di additive manufacturing. Le analisi ad alta risoluzione hanno inoltre consentito di analizzare la distribuzione e composizione delle seconde fasi presenti. Attenzione particolare è stata dedicata alla fase rinforzante TiB₂, già

presente nelle polveri iniziali. Nei materiali processati mediante additive una doppia popolazione di tali particelle è stata osservata, una con dimensioni micrometriche ed una con dimensioni nanometriche. Non sono stati osservati effetti di segregazione di tali particelle a bordo grano, indicazione che le alte velocità di raffreddamento ne hanno promosso l'engulfment durante il processo di solidificazione. Viceversa, concentrazioni aumentate di Cu, Ag e Mg, presenti in lega sono state osservate in prossimità dei bordi grano e delle interfacce con la fase rinforzante. Tali segregazioni suggeriscono la possibilità di ulteriormente incrementare le proprietà meccaniche del materiale attraverso opportuni trattamenti termici.

RINGRAZIAMENTI

Gli autori ringraziano Nicola Bennato ed Enrico Bassani per il supporto tecnico nella realizzazione dei campioni e nella loro caratterizzazione. Le analisi HR-TEM sono state realizzate attraverso il programma di Short Term Mobility del CNR e finanziate attraverso il progetto Fact-Maps (grant agreement No 823717), nell'ambito di Horizon 2020 research and innovation program, – ESTEEM3.

BIBLIOGRAFIA

- [1] J. Zhang, B. Song, Q. Wei, D. Bourell, Y. Shi, A review of selective laser melting of aluminum alloys: Processing, microstructure, property and developing trends, *J. Mater. Sci. Technol.* 35 (2019) 270–284. doi:10.1016/j.jmst.2018.09.004.
- [2] Di Sabatino, M., Arnberg, L. Castability of aluminium alloys. *Trans Indian Inst Met* 62, 321–325 (2009). <https://doi.org/10.1007/s12666-009-0049-2>.
- [3] H. Zhang, H. Zhu, T. Qi, Z. Hu, X. Zeng, Selective laser melting of high strength Al–Cu–Mg alloys: Processing, microstructure and mechanical properties, *Mater. Sci. Eng. A.* 656 (2016) 47–54. doi:10.1016/j.msea.2015.12.101.
- [4] X. Nie, H. Zhang, H. Zhu, Z. Hu, L. Ke, X. Zeng, Analysis of processing parameters and characteristics of selective laser melted high strength Al-Cu-Mg alloys: From single tracks to cubic samples, *J. Mater. Process. Tech.* 256 (2018) 69–77. doi:10.1016/j.jmatprotec.2018.01.030.
- [5] A. Aversa, G. Marchese, A. Saboori, E. Bassini, D. Manfredi, S. Biamino, D. Ugués, P. Fino, M. Lombardi, New aluminum alloys specifically designed for laser powder bed fusion: A review, *Materials (Basel)*. 12 (2019). doi:10.3390/ma12071007.
- [6] R. Casati, M. Coduri, M. Riccio, A. Rizzi, M. Vedani, Development of a high strength Al–Zn–Si–Mg–Cu alloy for selective laser melting, *J. Alloys Compd.* 801 (2019) 243–253. doi:10.1016/j.jallcom.2019.06.123.
- [7] J.H. Martin, B.D. Yahata, J.M. Hundley, J.A. Mayer, T.A. Schaedler, T.M. Pollock, 3D printing of high-strength aluminium alloys, *Nat. Publ. Gr.* (2017). doi:10.1038/nature23894.
- [8] H. Zhang, H. Zhu, X. Nie, J. Yin, Z. Hu, X. Zeng, Effect of Zirconium addition on crack, microstructure and mechanical behavior of selective laser melted Al-Cu-Mg alloy, *Scr. Mater.* 134 (2017) 6–10. doi:10.1016/j.scriptamat.2017.02.036.
- [9] A.B. Spierings, K. Dawson, T. Heeling, P.J. Uggowitzer, R. Schäublin, F. Palm, K. Wegener, Microstructural features of Sc- and Zr-modified Al-Mg alloys processed by selective laser melting, *JMADE*. 115 (2017) 52–63. doi:10.1016/j.matdes.2016.11.040.
- [10] P. Wang, C. Gammer, F. Brenne, T. Niendorf, J. Eckert, S. Scudino, A heat treatable TiB₂/Al-3.5Cu-1.5Mg-1Si composite fabricated by selective laser melting: Microstructure, heat treatment and mechanical properties, *Compos. Part B Eng.* 147 (2018) 162–168. doi:10.1016/j.compositesb.2018.04.026.
- [11] <https://www.cabiran.com/cwsd.php?Z3AuPTQ0MQ/NDA/ZWlmYm1rb3BjRWl-YHoicXd1.pdf>
- [12] <https://www.aeromet.co.uk/a20x>
- [13] Xi L, Gu D, Guo S, Wang R, Ding K, Prashanth KG, Grain refinement in laser manufactured Al-based composites with TiB₂ ceramic, *J. Mater Res Technol* 2020, 9-3, 2611-2622.

- [14] J. Fiocchi, A. Tuissi, P. Bassani, C.A. Biffi, Low temperature annealing dedicated to AlSi10Mg selective laser melting products, *Journal of Alloys and Compounds*, DOI information: 10.1016/j.jallcom.2016.12.019. 695 (2017) 3402-3409.
- [15] C.A. Biffi, J. Fiocchi, P. Bassani, A. Tuissi, Continuous wave vs pulsed wave laser emission in selective laser melting of AlSi10Mg parts with industrial optimized process parameters: Microstructure and mechanical behaviour, *Addit. Manuf.* 24 (2018) 639-646. doi:10.1016/j.addma.2018.10.021.
- [16] Zhang, B., Li, Y. & Bai, Q. Defect Formation Mechanisms in Selective Laser Melting: A Review. *Chin. J. Mech. Eng.* 30, 515-527 (2017). <https://doi.org/10.1007/s10033-017-0121-5>
- [17] Wayne E. King, Holly D. Barth, Victor M. Castillo, Gilbert F. Gallegos, John W. Gibbs, Douglas E. Hahn, Chandrika Kamath, Alexander M. Rubenchik, Observation of keyhole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing, *Journal of Materials Processing Technology*, Volume 214, Issue 12, 2014, Pages 2915-2925, <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2014.06.005>.
- [18] Fiocchi, J., Biffi, C.A., Tuissi, A., Selective laser melting of high-strength primary AlSi9Cu3 alloy: Processability, microstructure, and mechanical properties, *Mater Des* 191, 108581 (2019)
- [19] Biffi, C.A., Fiocchi, J., Valenza F. Bassani P, Tuissi, A., Selective Laser Melting of NiTi Shape Memory Alloy: Processability, Microstructure, and Superelasticity, *Shape Memory and Superelasticity*, 2020, 6(3), pp. 342-353.
- [20] CA Biffi, AG Demir, M Coduri, B Previtali, A Tuissi, Laves phases in selective laser melted TiCr1.78 alloys for hydrogen storage, *Materials Letters*, 2018, doi: 10.1016/j.matlet.2018.05.028
- [21] Zhou SY, Su Y, Wang H, Enz J, Ebel T, Yan M, Selective laser melting additive manufacturing of 7xxx series Al-Zn-Mg-Cu alloy: cracking elimination by co-incorporation of Si and TiB₂, *Additive Manufacturing* 36 (2020) 101458.
- [22] X.P. Li, G. Ji, Z. Chen, A. Addad, Y. Wu, H.W. Wang, J. Vleugels, J. Van Humbeeck, J.P. Kruth. Selective laser melting of nano-TiB₂ decorated AlSi10Mg alloy with high fracture strength and ductility. *Acta Mater.* 29 (2017) 183-193
- [23] H. Choi, W.-H. Cho, H. Konishi, S. Kou, X. Li. Nanoparticle-induced superior hot tearing resistance of A206 alloy. *Metall. Mater. Trans.* 44A, (2013) 1897-1907.
- [24] X. Zhon, Z. An, Z. Shen, W. Liu, C. Yao. Particle control in selective laser melting in-situ oxide dispersion strengthened method. *OP Conf. Ser. Mater Sci. Eng.* 167 (2017) 012048
- [25] P. Yuan, D. Gu, D. Dai. Particulate migration behavior and its mechanism during selective laser melting of TiC reinforced Al matrix nanocomposites. *Mater. Design* 82 (2015) 46-55.
- [26] Jia Q, Rometsch P, Cao S, Zhang K, Wu X. Towards a high strength aluminium alloy development methodology for selective laser melting. *Mater Des* 2019;174:107775.
- [27] Mair P, Kaserer L, Braun J, Weinberger N, Letofsky-Papst I, Leichtfried G. Microstructure and mechanical properties of a TiB₂-modified Al-Cu alloy processed by laser powder-bed fusion. *Mater Sci Eng A* 2021;799. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140209>.

Processability, microstructure and mechanical properties of AlCu-TiB₂ alloy produced by Selective Laser Melting

The present work explores the microstructure and the mechanical properties of a TiB₂ reinforced AlCu alloy, a composite material developer for advanced applications. The material was processed by Selective Laser Melting, by using a Pulsed Laser source. Optimization of process parameters led to a maximum density of 99.5%. The microstructure of specimens produced with optimized conditions was deeply characterized. Fine and equiaxed grains were found, without any epitaxial growth, that was observed in many additive manufactured metals. TiB₂, that were present as micrometric and nanometric particles, were found evenly dispersed in the matrix; the high cooling rates experienced by the material during the process favored their engulfment during solidification. On the other side, Cu, Ag and Mg segregations were observed at grain boundary and at interfaces with TiB₂ particles.

KEYWORDS: SELECTIVE LASER MELTING; AL-CU-TiB₂ ALLOY; PROCESSABILITY; MICROSTRUCTURE; TEM; EBSD

TORNA ALL'INDICE >