

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 sono molto influenzati dall'avvento della manifattura additiva; si è già dimostrato che la manifattura additiva in alluminio con proprietà intermedie come l'SLM (Se-

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.

In Fig. 2 si riporta una curva di creep rappresentativa, nel grafico deformazione-tempo la curva presenta la tipica forma sigmoidale con un primario ben definito, una zona con la minima velocità di deformazione ed un terziario che non si

Utilizzando l'approccio parametrico di Larson-Miller, basato sull'equazione Eq.1:

$$LMP = F(20\log t_r + T)$$

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- , 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 manifatturi additivi 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 manifatturi additivi e prodotta mediante manifatturi additivi, sia del tutto in linea con il comportamento delle leghe convenzionali equivalenti;

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:

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

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-built 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:

$$(3)$$

$$Z = \frac{U}{\dot{\epsilon}_m} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right)$$

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.

Lavori pregressi nell'ambito di [1] e [2],
hanno studiato la microstruttura della
lega AlSi10Mg, dimostrando che i grani
colonnari, di cui si discute la maggior
parte della letteratura, si formano alle condizioni as-
built. All'interno di ogni grano la microstruttura è costituita da celle
allungate nella direzione di costruzione, ciascuna delle
quali è formata da un insieme di sotto-celle. Osservando
una sezione metallografica alla direzione di costruzione
(vedi Fig. 1) la microstruttura sembra consistere in cellule

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 sovraraffinamento 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, e uniformemente 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 σ_H e σ_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 ne...

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

$$(5)$$

$$(6)$$

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 α circondate da zone eutettiche α -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, Kocourek, J, Kocourek, D (2018) Changes in microstructure and mechanical properties of additively manufactured AlSi10Mg alloy at elevated temperatures. *Mater. Char.* 137: 119-126
- [7] Spiganti, M, Schiavini, S (2002) Evaluation of the creep properties on an Al-17Si-1Mg-0.7Cu alloy. *Mater. Lett.* 56: 103-107
- [8] Spiganti, M, Schiavini, S (2004) Analysis of the creep response of an Al-17Si-4Cu-0.55Mg alloy. *Mater. Sci. Eng. A387*: 702-707
- [9] Uzan, M, Goksel, 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, J (2000) *Properties of Aluminum alloys*. ASM International, Ohio
- [11] Spiganti, M, Gioiello, C (2018) A new model for the description of creep behaviour of aluminium-based composites reinforced with nanosized particles. *Composites A112*: 346-355
- [12]

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