

УДК 621.762.04: 621.762.2:669.018.44

Канд. техн. наук О. А. Глотка, д-р техн. наук О. В. Овчинников

Запорізький національний технічний університет, м. Запоріжжя

## АНАЛІЗ ВІТЧИЗНЯНИХ ЖАРОМІЦНИХ ПОРОШКІВ НА НІКЕЛЕВІЙ ОСНОВІ, ЯКІ ЗАСТОСОВУЮТЬСЯ В АДИТИВНИХ ТЕХНОЛОГІЯХ

*Серед технологій, що інтенсивно розвиваються на сьогодні, особливе місце посідають адитивні. Показано, що для адитивних технологій перспективними матеріалами є жароміцні матеріали вітчизняного виробництва. Встановлено, що порошки вітчизняного виробництва мають великий фракційний склад, мають на поверхні сателіти, відколи, а також гранули, морфологія поверхні і мікроструктура частинок типова для жароміцних нікелевих сплавів. Таким чином, жароміцний сплав на нікелевій основі ЭП741п може бути застосований в адитивних технологіях.*

**Ключові слова:** адитивні технології, порошок жароміцного матеріалу на нікелевій основі, текучість порошку, морфологія, мікроструктура.

У наші дні адитивні технології використовуються дуже широко: науково-дослідні організації з їх допомогою створюють унікальні матеріали і тканини, промислові гіганти використовують 3D принтери для прискорення прототипування нової продукції, архітектурні та конструкторські бюро знайшли в 3D друку нескінченний будівельний потенціал, у той час як дизайн-студії буквально вдихнули нове життя в дизайнерський бізнес завдяки адитивним машинам [1].

Окремим питанням при впровадженні адитивних технологій є вибір сировини, якого не так уже й багато в асортименті. Різні компанії-виробники АМ-машин (від Additive Manufacturing - «адитивне виробництво») приписують роботу з певним переліком матеріалів, зазвичай поставляються самою цією компанією. У різних машинах використовуються порошки різного фракційного складу, однак усі порошки повинні мати сферичну форму. Виходячи з цього, потрібно підбирати той чи інший фракційний склад порошку для певного виду виробів [2, 3].

Метою цієї роботи було проведення аналізу можливості використання вітчизняних порошків жароміцного матеріалу на нікелевій основі, що виготовляється для порошкової металургії, для адитивних технологій.

### Матеріал і методика досліджень

Для проведення дослідження було обрано порошок (гранули) жароміцного сплаву ЭП 741п (ХН51КВМТЮБ), який застосовується для виробницт-

ва дисків ГТД. Порошок за хімічним складом відповідає ГОСТ 52802-2007 (табл. 1) з розміром фракції від 160 до 40 мкм і має сферичну форму. Цей матеріал був отриманий методом газового розпилення на установці УРЖМ-3 на ДП «УкрНДІспецсталь».

Фракційний склад визначався відповідно до ГОСТ 18318-94. Режим роботи установки: швидкість обертання 300 об / хвилину, частота струшування 180 на хвилину. Сита мали діаметр обичайки 200 мм і глибиною 50 мм. Розмір отворів сит відповідав ГОСТ 6613 в діапазоні від 160 до 40 мкм.

Текучість порошку вимірювали за ГОСТ 20899-98 (прилад Хола), на каліброваній воронці з діаметром отвору 2,5 мм, яка виготовлена з немагнітного корозійно-стійкого матеріалу. Порцію в 50 грамів зважували на електронних вагах з точністю  $\pm 0,05$  г. Фактичне значення плинності визначали на секундомірі з точністю  $\pm 0,2$  с.

Мікроструктуру порошку досліджували на оптичному МІМ-8 і растровому електронному мікроскопі РЕМ-106И. При цьому порошки шліфували, полірували і травили в реактиві Марбле. Дослідження на растровому мікроскопі проводили при прискорювальній напрузі від 20 до 30 кВ, у вторинних електронах. Кількісний рентгеноспектральний мікроаналіз проводили на енергодисперсійній приставці порівняльним аналізом спектрограм, які були отримані від зразка і еталонних матеріалів. Точність детектування елементів спектрометром перебувала на рівні 0,1 % (мас.).

**Таблиця 1** – Хімічний склад досліджуваного сплаву ЭП 741п (ХН51КВМТЮБ) і по ГОСТ 52802-2007, % (мас.)

	Al	Ti	Cr	Co	Nb	Mo	W	Ni
Дослідний сплав	5,1	1,95	8,65	15,3	2,48	3,64	5,7	Основа
ГОСТ 52802	4,8–5,3	1,6–2	8–10	15–16,5	2,4–2,8	3,5–4,2	5,2–5,9	Основа

## Результати дослідження та їх обговорення

Жароміцний сплав на нікелевій основі ЕП 741п представлений на ринку з великим фракційним складом, який коливається від 400 до 40 мкм і має сферичну форму (рис. 1). Для дослідження були обрані фракції від 160 до 40 мкм, оскільки такі розміри частинок застосовуються в адитивних технологіях [4]. Гранулометричний склад порошку визначали за допомогою ситового методу відповідно до ГОСТ 18318-94.

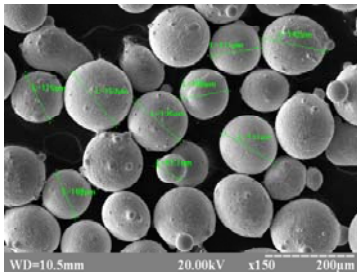


Рис. 1. Форма і розмір частинок порошку сплаву ЕП 741п до розсівання

Основним гранулометричним складом для машин, що працюють за технологією DMT (Direct Metal Tooling), є склад -100 ... +40 мкм. Таким чином, основна частина отриманого порошку може бути використана для такої техніки.

Згідно з інтегральним розподілом часток за розмірами (рис. 2) кількість ліквідного порошку (з фракцією -100 ... +40 мкм) становить 67% (мас.). Внаслідок цього, собівартість цього матеріалу, після поділу на фракції, зростає приблизно на 33%, що порівняно із зарубіжними аналогами навіть після збільшення вартості на 33% матиме значний економічний ефект [5].

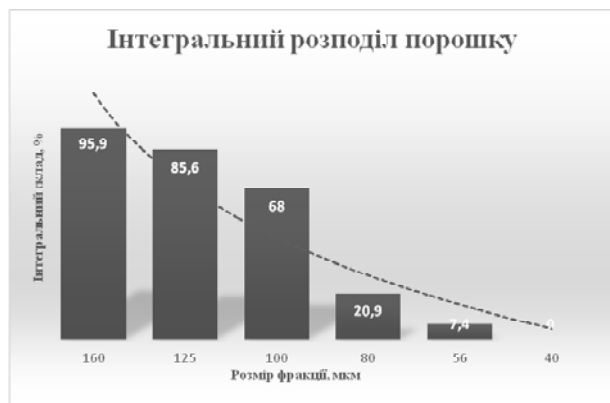


Рис. 2. Графік інтегрального розподілу часток за розмірами

Одним з числових характеристик гранулометричного складу порошку є медіанний розмір за масою  $D_{50}$ , при якому 50% (за масою) частинок мають діаметр більше від  $D_{50}$  і 50% (за масою) частинок мають діаметр менше за  $D_{50}$ . Для знаходження медіанного розміру побудована залежність розміру фракції (мкм) від сумарного відсотка часток (% мас.) у логарифмічних координатах (рис. 3).

За графіком (рис. 3) визначаємо розмір часток у кількості 84,1% (мас.), А також знаходимо розмір часток у кількості порошку 50%. Отримуємо медіанний розмір на рівні 88 мкм, а розмір  $D_{84,1} = 138$  мкм. За цими значеннями розраховуємо величину стандартного відхилення  $\sigma = D_{84,1} / D_{50}$ , вона становить 1,57%. Стандартне відхилення – це міра розкиду можливих результатів щодо середнього показника. Для порошоків ця величина визначає розкид частинок щодо медіанного розміру і характеризує однорідність частинок за розмірами. Згідно з ГОСТ 23402-78, стандартне відхилення для порошкових матеріалів не повинне перевищувати 2%.

## Інтегральний розподіл частинок порошку за розміром

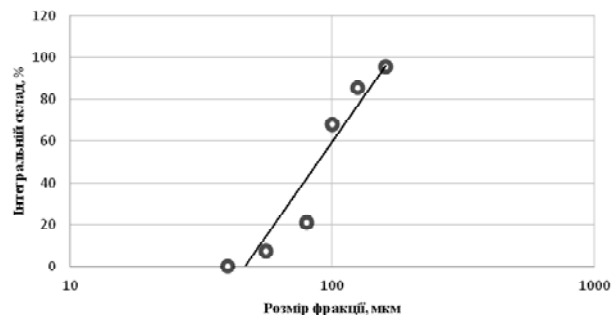


Рис. 3. Графік інтегрального розподілу часток за розміром у логарифмічних координатах

Важливою технологічною властивістю для порошкових матеріалів, що застосовуються в адитивних технологіях, є текучість. Ця характеристика повинна знаходитися на високому рівні, щоб забезпечувати проходження порошку по технологічних каналах АМ-машин. Одним із жароміцних сплавів на нікелевій основі, що широко застосовується за кордоном для адитивних технологій є сплав Інконель 718. Текучість через лійку з діаметром отвору 2,5 мм для нього не повинна перевищувати 18с/50г [6]. Подібні характеристики текучості повинні мати й вітчизняні сплави на нікелевій основі ВКНА-1ВР-ВІ (ТУ 1-595-16-1513-2015) і ВЖЛ12У-ВІ (ТУ 1-595-16-1515-2015), які використовуються в адитивних технологіях. Так, для сплаву ЕП 741п текучість не перевищувала встановлені показники і перебувала на рівні 15,7с/50г для фракції з розміром менше 100мкм. Такі показники текучості обумовлені сферичною формою порошку і високою питомою щільністю матеріалу.

Однак показники текучості всіх вище розглянутих матеріалів перебували на нижньому дозволеному рівні, що пояснюється наявністю на поверхні великої кількості дефектів, що і призводить до зменшення цього показника. Позбутися поверхневих дефектів порошку можливо із застосуванням методу відцентрового розпилення. На відміну від газового розпилення, відцентрове дає можливість отримувати порошки правильної сферичної форми з мінімальною кількістю дефектів.

У результаті проведення порівняльних досліджень гранул вітчизняного порошку сплаву ЕП 741п і зарубіж-

ного, промислової серії встановлено, що гранули мають сферичну форму з наявністю на поверхні сателітів, відколів, гранул, які мають аморфну оболонку і витягнуту овальну форму. При цьому на порошок зарубіжного виробництва наявна така сама кількість дефектів порівняно зі сплавом вітчизняного виробництва (рис. 4).

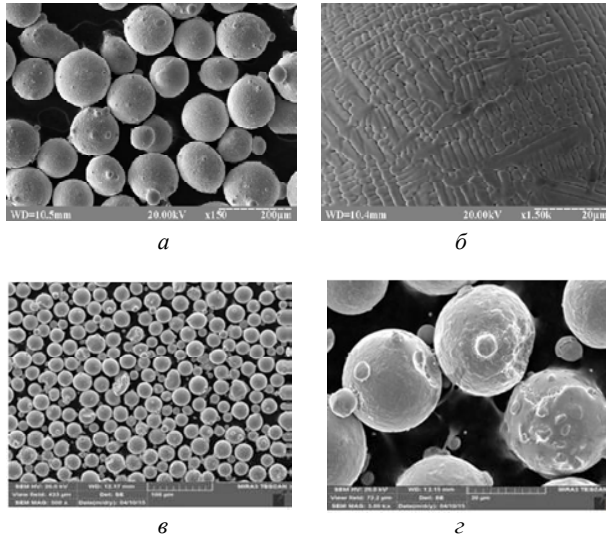


Рис. 4. Морфологія поверхні сплаву ЕП 741п (а, б) і сплаву Інконель 718 (в, г)

Морфологія поверхні частинок сплаву ЕП 741п характеризується дендритною будовою (рис.4б), така будова утворюється за рахунок концентраційного переохолодження частинок [8]. На межі рідкої і твердої фаз рідина містить надмірну кількість розчиненого елемента. Завдяки наявності концентраційного градієнта в розплаві перед фронтом кристалізації існує зона, в якій температура нижча від точки кристалізації. Якщо глибина

переохолодження велика, то визначальну роль відіграє дендритне зростання. Цей механізм кристалізації частинок обумовлює ефект об'ємної мікроліквації, яку можна визначити, як зміна концентрації елементів у межах просторової області, малої порівняно з об'ємом частинки. Використовуючи метод рентгеноспектрального мікроаналізу, було визначено, що осі дендритів (рис. 5а, точка 1), які кристалізуються в першу чергу, збагачені розчиненими елементами з низькою температурою плавлення (титан, алюміній), тоді як концентрація цих елементів у междендритних зонах підвищена (табл. 2). Разом з тим, у центрах дендритів (рис. 5а, точка 2) спостерігається підвищена концентрація тугоплавких елементів (вольфрам, молібден, ніобій), що пояснюється їх кристалізацією при підвищених температурах. Такі елементи як хром, залізо і кобальт є нейтральними і їх топографія розподілу не повинна залежати від кристалізації дендритів. Так, виходячи з табл. 2, можна зробити висновок, що концентрація хрому і заліза практично не залежить від місця визначення, але кобальт має градієнт близько 0,5 % (мас.). Це нетипово для сплавів на нікелевій основі, однак таке зустрічається [9].

Мікроструктура досліджуваного жароміцного сплаву на нікелевій основі ЕП 741п типова для цієї групи (див. рис. 5). Так, структура складається з  $\gamma$  - твердого розчину на нікелевій основі,  $\gamma'$  - фази (типу  $Ni_3(Ti,Al)$ , первинних карбідів ( $TiC, NbC$ ), вторинних (типу  $M_{23}C_6, M_2C$ , в утворенні яких беруть участь Cr, W, Mo іноді Ti, Nb). Оскільки матеріал не проходив термічне оброблення, то кількість надлишкових фаз у ньому мінімальна. Таким чином, мікроструктура відповідає матеріалам цієї групи сплавів, що дуже важливо, оскільки готовий виріб буде успадковувати ці характеристики, адже пошарове нанесення матеріалу виконується в масштабах, порівнянних з розмірами частинок матеріалу.

Таблиця 2 – Середній вміст елементів у центрах дендритів і міждендритних зонах, %(мас.)

Область дослідження	Al	Ti	Cr	Fe	Co	Nb	Mo	W	Ni
Центр дендрита	1,82	1,73	8,31	0,05	14,47	2,14	2,75	3,72	Основа
Між дендритами	2,12	2,25	8,43	0,06	13,95	1,92	2,34	3,36	Основа



Рис. 5. Мікроструктура порошкового сплаву ЕП 741п (а –  $\times 500$ ; б –  $\times 1500$ )

## Висновки

1. Показано, що для адитивних технологій перспективними матеріалами є жароміцні матеріали вітчизняного виробництва.

2. Встановлено, що порошки вітчизняного виробництва мають великий фракційний склад і можуть застосовуватися тільки після розсіювання, кількість ліквідної фракції в порошок може доходити до 67 %, при  $D_{50} = 88$  мкм, плинності 15,7с/50 г.

3. Встановлено, що при цьому методі отримання порошоків на поверхні утворюються сателіти, відколи, а також гранули, які мають аморфну оболонку і витягнуту овальну форму, що призводить до зниження показників текучості порошку, значення якої знаходиться на нижній межі допустимих показників. Для збільшення технологічного показника рекомендується застосовувати відцентрове розпилення матеріалів.

4. Виходячи з результатів проведених досліджень, можна стверджувати, що жароміцний сплав на нікелевій основі ЕП741п, виготовлений на ДП «УкрНДІспецсталь», може бути застосований в адитивних технологіях як під час ремонту, так і виробництва нових виробів в авіадвигунобудуванні.

## Список літератури

1. Что такое аддитивные технологии? [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://make-3d.ru/articles/chto-eto-takoe-additivnye-technologii/>
2. Литунов С. Н. Обзор и анализ аддитивных технологий. Часть 1 / С. Н. Литунов, В. С. Слободенюк, Д. В. Мельников / Омский научный вестник. – 2016. – № 1 (145). – С. 12–17.
3. Лян Ван Влияние комбинированного магнитного и электрического поля на распределение частиц WC при ла-

зерной инъекционной наплавке/ Ван Лян, Ху Юн, Шиуинг Сонг/ Автоматическая сварка. – 2016. – № 4. – С. 26–34.

4. Довбыш В. М. Аддитивные технологии и изделия из металла [Электронный ресурс] / Довбыш В. М., Забеднов П. В., Зленко М. А. – Режим доступа: [http://nami.ru/uploads/docs/centr\\_technology\\_docs/55a62fc89524bAT\\_metall.pdf](http://nami.ru/uploads/docs/centr_technology_docs/55a62fc89524bAT_metall.pdf)
5. Богуславский И. В. Аддитивные технологии в ПАО «ОАК» / И. В. Богуславский // III международный форум «NDEXPO-2016» – «Высокие технологии для устойчивого развития». – Москва 5–7 апреля 2016 г. – С. 87–96.
6. Исследования и разработка экспериментальных аддитивных технологий для изготовления и ремонта сложнопрофильных деталей газотурбинных двигателей с использованием металлических порошков жаропрочного сплава на никелевой основе : Отчет НИР (промежуточный) / ФГУП «ВИАМ» ; руководитель А. Г. Евгенов ; №115011270127. – Москва, 2015. – 318 с.
7. Грязнов Ю. М. Физико-механические свойства и структура сплава inconel 718, полученного по технологии послыйного лазерного сплавления / Ю. М. Грязнов, С. В. Шотин, В. Н. Чувильдеев / Физика твердого тела. Вестник Нижегородского университета им. Н.И. Лобачевского. – 2014. – № 4(1). – С. 46–51.
8. Гессингер Х. Г. Порошковая металлургия жаропрочных сплавов / Гессингер Х. Г. [пер. с англ. В. С. Казанский]. – Челябинск : «Металлургия», 1988. – 320 с.
9. Глотка О. А. Розробка та аналіз структурно-фазового стану Ni-W та Fe-W стопів на основі важкотопкого W-Ni-Fe брухту для легування спеціальних матеріалів у газотурбобудуванні : дис. ... кандидата тех. наук : 05.16.01 / Глотка Олександр Анатолійович. – Запорозжє, 2011. – 166 с.

Одержано 16.12.2016

### **Глотка А.А., Овчинников А.В. Анализ отечественных жаропрочных порошков на никелевой основе, которые применяются в аддитивных технологиях**

*Среди технологий, которые интенсивно развиваются в данное время, особенное место занимают аддитивные. Показано, что для аддитивных технологий перспективными материалами есть жаропрочный материалы отечественного производства. Установлено, что порошки отечественного производства имеют большой фракционный состав, имеют на поверхности сателиты, сколы, а также гранулы, морфология поверхности и микроструктура частичек типична для жаропрочных сплавов на никелевой основе. Таким образом, жаропрочный сплав на никелевой основе ЭП741п может быть применен в аддитивных технологиях.*

**Ключевые слова:** аддитивные технологии, порошок жаропрочного материала на никелевой основе, текучесть порошка, морфология, микроструктура.

### **Glotka A., Ovchinnikov A. Analysis of domestic heat-resistant nickel-based powders which are applied in additive technologies**

*Among the technologies that are rapidly developing at this time, are additive ones. It is shown that for additive technologies, promising materials are heat-resistant materials of domestic production. It was found that powders of domestic production have large fractional composition with satellites on the surface, chips and granules. Surface morphology and microstructure of particles are typical for high-temperature nickel-based alloys. Thus, high-temperature nickel-based alloy ЭП 741p can be applied in additive technologies.*

**Key words:** additive technologies, high-temperature powder nickel-based material, powder fluidity, morphology, microstructure.