Hodnocení mechanických vlastností niklové superslitiny Inconel 718 připravené pokročilou technologií DMLS

Adam Poloch^{1,2}

¹ČVUT v Praze, Fakulta strojní, Ústav materiálového inženýrství, Technická 4, 166 07 Praha 6, Česká republika ²SVÚM a.s., Tovární 2053, 250 88 Čelákovice, Česká republika

Abstrakt

Článek je zaměřen na rozbor mechanických vlastností a mikrostruktury niklové superslitiny Inconel 718, která je připravená pokročilou technologií 3D tisku Direct Laser Metal Sintering (DMLS). Pro možnost komplexního vyhodnocení jsou jednotlivé vzorky připraveny v různých směrech tisku (X, Y, XY, Z). Výsledné mechanické vlastnosti jsou porovnány s konvenčně vyráběným materiálem Inconel 718. Vzorky vyrobené jak konvenčním způsobem, tak pomocí 3D tisku, prošly totožným procesem tepelného zpracování. Pro analyzování mikrostruktury je využitá světelná i elektronová mikroskopie.

Klíčová slova: Inconel 718; 3D tisk, DMLS; mechanické vlastnosti; mikrostruktura

1. Úvod

Technologie 3D tisku je jednou z nejpoužívanějších aditivních technologií současnosti. Jde o proces, při kterém se díl vyrábí přímo z 3D CAD modelu skládáním jednotlivých vrstev materiálu, které jsou nanášeny na sebe. Postupně se tímto způsobem vyrobí celý konečný výrobek. 3D tisk je schopen během krátkého časového období vytvořit funkční součásti, které budou mít srovnatelnou úroveň kvality zpracování, jako díl vyrobený konvenční technologií [1], [2].

Metody, při kterých se materiál přidává (vrství) se všeobecně nazývají Additive Fabrication (AF) a dělí se na tři hlavní skupiny [3]:

- Rapid Prototyping Usnadňuje práci konstruktérům a vývojářům, kteří si jsou schopni během krátkého časového intervalu vytvořit téměř cokoliv a kontrolovat tím například funkčnost sestav.
- Rapid Tooling Převážně pro tvorbu forem, modelů či opravu poškozených nástrojů.
- Rapid Manufacturing Výroba plně funkčních součástí.

Výroba kovových součástí 3D tiskem má několik zásadních výhod oproti konvenční výrobě, díky kterým se do výzkumu a vývoje vynakládá značné úsilí. Hlavní výhodou 3D tisku je variabilita výroby. Otevírá se tím designérům i konstruktérům neomezené tvarové možnosti, které byly konvenční výrobou nemyslitelné. Navíc je možné změnou tvarů značně snížit spotřebu materiálu a hmotnost jednotlivých dílů [3]. Obrázek 1 dokumentuje možnost odlehčení součásti vyráběné konvenčním na levé obrázku způsobem straně v porovnání se součástí tištěnou pomocí 3D tisku (vpravo).

Technologie DMLS je určena pro tisk kovových materiálů, od nerezové oceli, přes titanové, niklové a hliníkové slitiny, po nástrojové oceli. Vyznačuje se vysokou přesností a výbornými mechanickými vlastnostmi tisknutého materiálu srovnatelné s tvářenými či kovanými materiály [4]. V průběhu tisku je možné vyrábět větší množství vzorků různých tvarů a orientací, jak dokumentuje *Obrázek 2.*



Obrázek 1 - Úspora materiálu využitím aditivní technologie [5]



Obrázek 2 - Příklad palety s vytištěnými součástmi technologií DMLS [6]

Jak již bylo uvedeno, aby bylo možné vytisknou požadovanou součást, je potřeba do procesního softwaru importovat 3D CAD model převážně ve formátu _.stl. Samotný tisk následně probíhá dle schématu *z Obrázku 3.* Ze zásobovací platformy s práškem se nanese pomocí keramického ramena prášek na pracovní paletu, kde se rovnoměrně rozprostře v předem určené tloušťce vrstvy. Laser přes řídicí zrcadlo zaměřuje paprsek

^{*} Kontakt na autora: Adam.Poloch@fs.cvut.cz

na přesně uřčená místa dopadu dle řídicího programu a natavuje prášek (výkon 200-400 W), který se speče s předchozí vrstvou. Takto se proces opakuje, dokud není produkt vyroben [7].

Pracovní komora (pohled do ní na *Obrázku 4)* je v průběhu tisku plněna inertním plynem, který zabraňuje nežádoucímu procesu oxidace částic použitého prášku [7].



Obrázek 3 - Schématické znázornění tisku metodou DMLS [3]



Obrázek 4 - Pohled do pracovní komory v průběhu tisku [8]

Mezi hojně využívané materiály pro 3D tisk patří Inconel 718. Jedná se o tuhý roztok γ krystalizující v krychlové plošně středěné mřížce. Jeho teplotního využití je od hlubokého podchlazení -253 °C do 700 °C [9].

Vhodným tepelným zpracováním dosahuje pevnosti v tahu až 1700 MPa. V kombinaci s dobrými únavovými vlastnostmi a odolností proti tečení je v průmyslu značně rozšířen. Využívá se pro množství komponent do pohonů letadel, vesmírných raket, na oběžná kola turbín, případně pro kryogenní nádrže [9].

Článek je zaměřen na vyhodnocení mechanických vlastností a mikrostruktury tištěného Inconelu 718 a následným porovnáním s konvenčně vyráběným. Pro analyzování mikrostruktury je využitá světelná i elektronová mikroskopie (SEM).

2. Experimentální část

2.1 Výroba zkušebních vzorků

V rámci probíhajícího projektu se o výrobu vzorků stará pan doc. Zetek ze Západočeské univerzity. Jednotlivé tištěné vzorky jsou připravovány s přídavky na obrábění pomocí stroje značky EOS M 290 (*Obrázek 5)*, který disponuje laserem o výkonu 400 W.



Obrázek 5 - 3D tiskárna EOS M 290

Pro posouzení vlivu směru tisku na mechanické vlastnosti jsou vzorky pro zkoušku tahem tištěny v různých směrech. Na *Obrázku 6* je schématické znázornění poloh jednotlivých směru při pohledu shora na rovinu tisku, kdy číslo 90 značí tisk součásti do směru osy Z.



Obrázek 6 - Jednotlivé možnosti orientace tisku

Po vytištění se vzorky tepelně zpracují (viz. následující kapitola) a obrábí na normalizované rozměry. Společně s tištěnými vzorky se podrobují stejnému tepelnému zpracování a opracování i vzorky konvenčně vyráběné válcováním. Finální podoba zkušebního vzorku je na *Obrázku* 7



Obrázek 7 - Zkušební vzorek pro zkoušku tahem

2.2 Tepelné zpracování

Tepelné zpracování probíhá dle normy ASM 5664 [10]. Schématické znázornění je na *Obrázku 8*. Vzorky se nejprve zahřejí na teplotu 1065 °C, kde po dobu jedné hodiny probíhá rozpouštěcí žíhání a následně se pomalu ochlazují na vzduchu nebo v ochranné atmosféře argonu. Po žíhání následuje dvoustupňové stárnutí. První stupeň probíhá na teplotě 760 °C po dobu 10 hodin, poté se rychlostí 50 °C/hodina ochlazuje na teplotu 650 °C, při které probíhá druhý stupeň stárnutí s výdrží 8 hodin. Po uplynutí požadované doby se vzorky znovu pozvolna ochlazují na vzduchu nebo v ochranné atmosféře argonu.



Obrázek 8 - Schématické znázornění procesu tepelného zpracování

2.3 Zkouška tahem za pokojové teploty

Zkouška tahem za pokojové teploty je provedená dle normy ČSN EN ISO 6892-1 [11] na stroji Instron 1185 s elektromechanickým pohonem. Rychlost zatěžování vzorků je 2,5 mm/min. Zkušební vzorky mají kruhový průřez s nominálním průměrem 8 mm a délkou činné části 40 mm. Individuálně se před provedením zkoušky každý vzorek přeměří. Pro záznam deformací se využívá videoextenzometr s počítačovým ovládáním a ukládáním dat.

2.4 Zkouška tvrdosti dle Vickerse

Měření tvrdosti probíhá na přístroji Vickers HTM 7307 dle normy ČSN EN ISO 6507-1 [12]. Jednotlivé vtisky jsou odečítány individuálně pomocí okuláru. Diamantové vnikací tělísko je vtlačováno silou 294,2 N, což odpovídá zatížení HV 30.

2.5 Hodnocení mikrostruktury a morfologie

Pro hodnocení mikrostruktury je použit světelný mikroskop ZEISS OBSERVER Z1m s automaticky posuvným stolkem. Dále je mikrostruktura hodnocena pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu ZEISS EVO MA 10.

3. Výsledky a diskuze

3.1 Výsledky zkoušky tahem za pokojové teploty

Výsledky zkoušky tahem jsou shrnuty v *Tabulce 1*. Uvedeny jsou průměrné hodnoty minimálně ze tří měření.

Tabulka 1. Souhrn výsledků ze zkoušky tahem

	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A [%]	Z [%]
Х	1275	1476	15,6	25,6
Y	1265	1448	16,4	27,3
XY	1289	1480	16,2	24,7
KONV.	927	1274	29,5	50,5

Grafické znázornění pak přehledně vyjadřuje jednotlivé rozdíl. Z *Obrázku 9* vyplývá, že ve srovnání s konvenčně připraveným Inconelem 718 vykazují tištěné vzorky vyšší mez kluzu i mez pevnosti. V souladu s tím jsou zjištěny nižší tažnosti. Z pohledu dostupné směrové orientace tištěných vzorků lze konstatovat, že nemá vliv na dosažené pevnostní a tvárné charakteristiky Inconelu 718 připraveného technologií DMLS.



Obrázek 9 - Graf porovnávající pevnostní a tvárné charakteristiky konvenčně vyráběného a tištěného Inconelu 718

Článek [13] udává hodnoty meze kluzu, pevnosti i tažnosti pro Inconel 718 připravovaný odlišnou technologií 3D tisku, zvanou Selective Laser Melting. V porovnání s uvedenými výsledky v článku dosahuje technologie DMLS vyšších pevnostních charakteristik v řádech desítek MPa. Je nutno podotknout, že vzorky z daného článku prošly tepelným zpracováním při nižších teplotách, nelze tedy výsledky této práce plně porovnávat. Pro technologii DMLS a tepelné zpracování uvedené v *kapitole 2.2* dosud nebyly pevnostní a tvárné charakteristiky v dostupné literatuře publikovány.

3.2 Výsledky zkoušky dle Vickerse

Pro každý směr a každou rovinu byla provedena tři měření, průměrné hodnoty jsou shrnuty v *Tabulce 2*. Zkratka *Rov* znamená, že je měření provedeno do roviny rovnoběžné s rovinou tisku, což je na *Obrázku 6* znázorněno číslem 90 a *Kol* znamená kolmo na rovinu tisku (označení 0). U konvenčních vzorků se jedná o rovinu rovnoběžnou se směrem válcování, respektive kolmou.

Tabulka 2. Výsledné hodnoty zkoušky tvrdosti dle Vickerse HV 30

Tvrdost dle Vickerse	HV 30		
X_Rov	463		
X_Kol	467		
Y_Rov	481		
Y_Kol	474		
Z_Rov	467		
Z_Kol	457		
XY_Rov	472		
XY_Kol	474		
KONV_Rov	394		
KONV_Kol	437		

V souladu s výsledky zkoušky tahem dosahují vzorky konvenčně vyráběné tvrdosti nižší o desítky HV v porovnání s tištěnými. Z *Obrázku 10* je patrný značný rozdíl mezi tvrdostmi v navzájem kolmých směrech konvenčně vyráběného Inconelu 718. Naopak, orientace tisku ani použitá rovina nemají markantní vliv na tvrdost Inconelu 718 tištěného technologií DMLS.

3.3 Chemické složení

Chemické složení tištěného Inconelu 718 naměřené na laboratorním jiskrovém spektrometru SPECTROMAXx je v *Tabulce 3*. Pro porovnání jsou do tabulky zaneseny i údaje přímo od dodavatele prášku. Naměřené hodnoty jsou u všech kontrolovaných prvků v rozmezí Min-Max určeném dodavatelem.

Tabulka 3. Chemické složení tištěného Inconelu 718



Obrázek 10 - Grafické znázornění výsledků zkoušky tvrdosti

3.4 Hodnocení mikrostruktury

Mikrostruktura konvenčního a tištěného Inconelu 718 je výrazně liší. Na snímcích ze světelného mikroskopu je matrice konvenčního materiálu složena z γ -fáze a jemně vyprecipitovaných karbidů a karbonitridů (*Obrázek 11*).



Obrázek 11 - Mikrostruktura válcovaného Inconelu 718 (200x)

	%	Ni	Cr	Nb	Мо	Ti	Со	Al	Mn	Si	Cu	С
3D tištěný	Min	50	17	4,75	2,8	0,65	-	0,20	-	-	-	-
[14]	Max	55	21	5,5	3,3	1,15	1	0,80	0,35	0,35	0,3	0,08
Naměřeno		53,9	18,40	5,23	3,3	1,14	0,13	0,57	0,05	0,08	0,01	0,07

U 3D tištěného Inconelu 718 je mikrostruktura silně závislá na orientaci sledované roviny. Při pohledu do roviny tisku (*Obrázek 12*) lze vidět řádkovitost větších zrn, jejichž okolí je vyplněno velmi jemnou strukturou. Řádkovitost je způsobena pohybem laseru, který materiál spéká vrstvu po vrstvě.



Obrázek 12 - Pohled na mikrostrukturu v rovině tisku (100x)

Na *Obrázku 13* je řez rovinou tisku. V průběhu tisku laser natavuje nejen vrchní vrstvu prášku, ale jeho tepelný výkon se dostává i do nižších vrstev materiálu. Tím se prášek propéká a spojuje. Proto jsou zrna orientovaná směrem dolů.



Obrázek 13 - Pohled na mikrostruktu kolmo k rovině tisku (100x)

Pro lepší představu o mikrostruktuře a orientaci zrn tištěného Inconelu 718 slouží *Obrázek 14*, na kterém je znázorněn 3D pohled na strukturu.



Obrázek 14 - 3D směrová orientace zrn tištěného Inconelu 718

Dle snímků z SEM (*Obrázek 15*) je jednoznačné, že hranice zrn jsou vyplněny různými fázemi, které se vytvořily v průběhu tisku či tepelného zpracování. Určením jednotlivých fází se zabývá stávající výzkum. Dle dostupné literatury [15] by se mohlo jednat o fáze γ' , δ , případně fáze Lavesovy.



Obrázek 15 - Snímek tištěného Inconelu 718 se zaplněnými hranicemi zrn

4. Závěr

Inconel 718 tištěný technologií DMLS dosahuje po uvedeném tepelném zpracování následující mechanické vlastností:

- Mez kluzu 1275 MPa
- Mez pevnosti 1470 MPa
- Tažnost 16,4 %
- Kontrakce 25,8 %
- Tvrdost 470 HV30

Tištěné vzorky mají lepší pevnostní i tvárné charakteristiky než vzorky konvenčně vyráběné podrobené stejnému tepelnému zpracování.

Při porovnání dostupných směrových orientací není viditelný výrazný rozdíl ve výsledných hodnotách.

V článku jsou uvedeny pouze dílčí výsledky rozsáhlého projektu, který se zabývá mimo jiné únavovými, korozními či zkouškami tečení tištěného Inconelu 718.

Poděkování

SVÚM a.s. a další partneři projektu děkují Technologické Agentuře ČR za poskytnutí finančních prostředku pro realizaci projektu Epsilon TH02010303.

Seznam zkratek a symbolů

DMLS Direct	Metal Lase	· Sintering
-------------	------------	-------------

- 3D Trojrozměrný
- CAD Počítačem podporované navrhování
- SEM Rastrovací elektronová mikroskopie
- γ Tuhý roztok gama
- $R_{p0.2}$ Mez kluzu (MPa)
- R_m Mez pevnosti (MPa)
- A Tažnost (%)
- Z Kontrakce (%)
- Rov Rovnoběžně na rovinu tisku
- *Kol* Kolmo k rovině tisku
- *HV* Tvrdost dle Vickerse

Literatura

 DUDA, Thomas a L. Venkat RAGHAVAN. 3D Metal Printing Technology. *IFAC-PapersOnLine* [online]. 2016, 49(29), 103-110 [cit. 2019-01-03]. DOI: 10.1016/j.ifacol.2016.11.111. ISSN 24058963. Dostupné z: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S240589631

6325496

[2] PIQUÉ, Alberto, ed. a Pere SERRA, ed. Laser Printing of Functional Materials: 3D Microfabrication, *Electronics and Biomedicine*. Weinheim, Německo: Wiley-VCH, 2018. ISBN 978-3-527-34212-9.

- [3] *Additive Fabrication* [online]. b.r. [cit. 2019-01-03]. Dostupné z: https://www.custompartnet.com/
- [4] The Types Of 3D Printing. *AllAbout3Dprinting.com* [online]. b.r. [cit. 2019-01-04]. Dostupné z: http://allabout3dprinting.com/types-of-3d-printing
- [5] DMLS Leads to More Sustainably Manufactured Metal Parts. In: Engineering.com [online]. b.r. [cit. 2019-01-03]. Dostupné z: https://www.engineering.com/3DPrinting/3DPrintingArt icles/ArticleID/7095/DMLS-Leads-to-More-Sustainably-Manufactured-Metal-Parts.aspx?e_src=relart
- [6] DMLS Direct Metal Laser Sintering. GPI Prototype and Manufacturing Services [online]. b.r. [cit. 2019-03-02]. Dostupné z: https://gpiprototype.com/dmls-direct-metallaser-sintering
- Jak vyrobit plně funkční kovové díly přímo z 3D CAD dat. *Technickýportál.cz* [online]. 2006 [cit. 2019-03-02]. Dostupné z: https://www.technickytydenik.cz/rubriky/archiv/jakvyrobit-plne-funkcni-kovove-dily-primo-z-3d-caddat_13953.html
- [8] EOS M100. EOS [online]. b.r. [cit. 2019-03-02]. Dostupné z: https://www.eos.info/eos-m-100
- Inconel 718. In: Special Metals Corporation [online]. b.r. [cit. 2019-03-09]. Dostupné z: http://www.specialmetals.com/assets/smc/documents/all oys/inconel/inconel-alloy-718.pdf
- [10] Nickel Alloy, Corrosion and Heat Resistant, Bars, Forgings, and Rings 52.5Ni - 19Cr - 3.0Mo - 5.1Cb (Nb)
 - 0.90Ti - 0.50Al - 18Fe Consumable Electrode or Vacuum Induction Melted 1950 °F (1066 °C) Solution Heat Treated, Precipitation Hardenable: AMS5664F. 7. SAE International, 2017.
- [11] ČSN EN ISO 6892-1: Kovové materiály Zkoušení tahem: Část 1: Zkušební metoda za pokojové teploty. Brusel: Evropský výbor pro technickou normalizaci, 2016.
- [12] ČSN EN ISO 6507-1: Kovové materiály Zkouška tvrdosti podle Vickerse: Část 1: Zkušební metoda. Brusel: Evropský výbor pro technickou normalizaci, 2018.
- [13] DENG, Dunyong, Ru Lin PENG, Håkan BRODIN a Johan MOVERARE. Microstructure and mechanical properties of Inconel 718 produced by selective laser melting: Sample orientation dependence and effects of post heat treatments. *Materials Science and Engineering:* A [online]. 2018, 713, 294-306 [cit. 2019-03-19]. DOI: 10.1016/j.msea.2017.12.043. ISSN 09215093. Dostupné z:

https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S092150931 7316416

- [14] EOS Materials Metal Technical Data. In: EOS [online].
 b.r. [cit. 2019-03-02]. Dostupné z: https://cdn0.scrvt.com/eos/caf948a1836f247e/f00bc2ba2 a4c/EOS_materials_table_metal_en_WEB.pdf
- [15] CAO, G.H., T.Y. SUN, C.H. WANG, Xing LI, M. LIU, Z.X. ZHANG, P.F. HU a RUSSELL. Investigations of γ', γ" and δ precipitates in heat-treated Inconel 718 alloy fabricated by selective laser melting. *Materials Characterization* [online]. 2018, 136 [cit. 2019-03-19]. DOI: 10.1016/j.matchar.2018.01.006. ISSN 10445803.