# POLITECHNIKA WARSZAWSKA

INŻYNIERIA MATERIAŁOWA NAUKI INŻYNIERYJNO- TECHNICZNE

# Rozprawa doktorska

mgr inż. Brygida Zimowska

## Zastosowanie metody druku 3D do wytworzenia elementu silnika tłokowego z Inconelu 738LC

Promotor prof. dr hab. inż. Jarosław Mizera

> Promotor pomocniczy dr inż. Kinga Wawer

Konsultacja naukowa dr hab. inż. Ryszard Sitek

WARSZAWA, 2022

Projekt współfinasowany w ramach programu Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego pt. "Doktorat wdrożeniowy", Umowa nr: 13/DW/2017/01/

> Pragnę złożyć serdeczne podziękowania mojemu Promotorowi – Panu Profesorowi Jarosławowi Mizerze za duże zaangażowanie, profesjonalizm, wsparcie i pomoc naukową podczas pisania niniejszej pracy, a także za cierpliwość i wyrozumiałość.

> > Składam również serdeczne wyrazy podziękowania Promotor Pomocniczej – Kindze Wawer za pomoc w badaniach, poświęcony czas oraz wiele cennych wskazówek i sugestii.

> > > Dziękuję Panu Ryszardowi Sitkowi za opiekę oraz wszechstronną pomoc.

# Spis treści

1.	Wstęj	p1							
2.	Silnik	Silniki gazowe Jenbacher4							
3.	Przed	miot badań7							
	3.1 Kon	nora wstępnego spalania- zasada działania7							
	3.1.1	Komora wstępnego spalania- Problemy eksploatacyjne9							
	3.1.2	Komora wstępnego spalania - stosowane materiały13							
	3.2 Nad	stop niklu INC 73815							
	3.2.1	Mikrostruktura15							
	3.2.2	Mechanizmy umocnienia stopu Inconel 73818							
	3.3 Met	ody druku 3D20							
	3.3.1	Zasada działania25							
	3.3.2	Wady i zalety							
	3.3.3	Druk 3D w przemyśle							
	3.3.4	Projektowanie mikrostruktury podczas druku 3D30							
	3.3.5	Bezpośrednie spiekanie laserowe metali (DMLS)31							
	3.3.6	Metody badania drukowanych części33							
	3.4 Drul	kowanie nadstopów niklu							
	3.5 Obro	óbka po procesie druku 3D							
	3.5.1	Obróbka cieplna							
	3.5.2	Wytwarzanie powłok i warstw							
	3.5.3	Prasowanie izostatyczne na gorąco (HIP)							
	3.6 Pods	sumowanie – aktualny stan wiedzy40							
	3.7 Wyr	nagania i potrzeby rynku41							
4.	Celi	zakres pracy							
5.	Badany materiał								
6.	Obróbka po-procesowa								

7.	Metoc	lyka badań			
7.	l Mikr	oskopia świetlna51			
7.2	2 Skan	ingowa mikroskopia elektronowa52			
7.3	3 Dyfr	akcja promieni RTG52			
	7.3.1	Analiza fazowa			
	7.3.2	Badanie tekstury53			
	7.3.3	Badania naprężeń resztkowych53			
7.4	4 Bada	nia mechaniczne54			
	7.4.1	Pomiar twardości			
	7.4.2	Statyczna próba rozciągania54			
7.5	5 Praso	owanie izostatyczne na gorąco (HIP)55			
7.0	6 Bada	nia żaroodporności			
8.	Wynil	ki badań i dyskusja57			
8.1	l Opty	malizacja parametrów wydruku57			
8.2	2 Bada	nia mikrostruktury63			
8.3	3 Bada	nnia tekstury			
8.4	4 Bada	nia naprężeń resztkowych73			
8.4	5 Bada	nia żaroodporności80			
8.0	6 Bada	nia mechaniczne			
9.	Podsu	mowanie			
10.	Wnios	ski i wytyczne technologiczne94			
Spis rysunków					
Spis	Spis tabel				
Literatura					

## Streszczenie

Celem doktoratu było opracowanie wytycznych technologicznych wytwarzania komory spalania wstępnego w spalinowym silniku tłokowym firmy Jenbacher 6 metodą przyrostową ze stopu INC738LC.

Cel ten postawiony przez firmę General Electric wynika z założenia, że dotychczasowy materiał (Nimonic 81) i technologia wytwarzania (odlewanie) tego elementu zastąpi się innym materiałem (INC738LC) i sposobem wytwarzania konkurencyjnym do dotychczasowego (przyrostowym).

Spodziewane korzyści to wydłużenie czasu eksploatacji części silnika poprzez:

- Zmianę sposobu wytwarzania na oszczędniejszy w stosunku do odlewania (obniżenie kosztów i skrócenie czasu wytwarzania)
- Polepszenie właściwości użytkowych, w szczególności:
  - Parametrów wytrzymałościowych w temperaturze podwyższonej
  - Żaroodporności

Aby zrealizować cel pracy zaplanowano do wykonania szereg zabiegów technologicznych prowadzących do otrzymania części silnika o założonych parametrach eksploatacyjnych.

W początkowym etapie realizacji badań dokonano optymalizacji procesu wytwarzania przyrostowego części silnika metodą DMLS. Otrzymany element spełniał wymogi wymiarowe, a powstałe niewielkie różnice w geometrii wynikały z koniczności zastosowania obróbki poprocesowej. Aby osiągnąć założone właściwości eksploatacyjne konieczne było przeprowadzenie następujących obróbek (zabiegów) po procesie drukowania (po-procesowych):

- Obróbki cieplnej,
- Zagęszczenia (ściskania) izostatycznego,
- Naniesienia warstwy żaroodpornej.

Po każdym z tych zabiegów technologicznych przeprowadzono badania właściwości użytkowych obrabianego elementu silnika.

Analiza właściwości użytkowych wskazują, że ich założony poziom uzyskuje się już po zastosowaniu obróbki cieplnej elementu wydrukowanego (odniesione do stanu odlewanego).

Zagęszczenie izostatyczne (HIP) elementu po wydruku i obróbce cieplnej powoduje istotną zmianę w rozkładzie naprężeń resztkowych. Po procesie HIP wartość naprężeń ma korzystny charakter ściskający na poziomie – 500 MPa. Z kolei naniesienie warstwy Ni-Al metodą CVD powoduje istotny wzrost żaroodporności w stosunku do stanu po obróbce cieplnej, a w szczególności do stanu odlewanego.

Uzyskane wyniki badań mechanicznych i żaroodporności materiału drukowanego (INC738LC) z późniejszą obróbką cieplną wskazują na zwiększenie właściwości eksploatacyjnych wytworzonej części w stosunku do materiału referencyjnego (INC738LC - stan odlewany) oraz dotychczas stosowanego (Nimonic 81)

Słowa kluczowe: Inconel 738LC; Nimonic 81; Druk 3D; Bezpośrednie Spiekanie Laserowe Metali (DMLS); komora spalania wstępnego; silnik; odlew; Prasowanie Izostatyczne na gorąco (HIP); Osadzanie chemiczne z fazy gazowej (CVD).

### **Summary**

The aim of the doctorate was to develop guidelines for production of prechamber to combustion piston engine to Jenbacher 6 from Inconel 738LC nickel alloy powder using the DMLS technique.

This goal set by the General Electric company assumes that the existing material (Nimonic 81) and manufacturing technology - casting of this element will be replaced by a material and a production method that is competitive to the current one.

The expected benefits are extending the service life of pre-chamber by:

• Change of the production method to be more economical in relation to casting (lowering costs and shortening the production time)

• Improvement of functional properties, in particular:

- Strength parameters at elevated temperature
- Heat resistance

In order to achieve the aim of the work, a series of technological procedures were planned to be performed, leading to obtaining engine parts with the assumed operating parameters.

At the initial stage of the research implementation, the DMLS method of additive manufacturing of engine parts was optimized. The obtained element met the dimensional requirements, and the resulting slight differences in geometry resulted from the necessity to use post-process treatment. To achieve the assumed operational properties, it was necessary to carry out the following treatments after the printing process (post-processing):

- Heat treatment
- Hot isostatic Pressing
- Applying a heat resistance layer

After each of these technological treatments, tests of the condition and functional properties of the processed engine element were carried out.

The analysis of the functional properties (strength parameters, hardness, residual stresses and heat resistance) show that their improvement is obtained after applying heat treatment of the printed element (related to the cast condition).

The isostatic pressing (HIP) of an element after printing and heat treatment causes a significant change in the distribution of residual stresses. After the HIP process, the stress value has a favourable compressive character at the level of - 500 MPa. In turn, applying the Ni-Al heat resistance layer by CVD method causes a significant increase in heat resistance compared to the condition after heat treatment, in particular to the cast material.

The obtained results of mechanical tests and heat resistance of the printed material (INC738LC) with subsequent heat treatment indicate an increase in the operational properties of the manufactured part compared to the reference material (INC738LC - cast condition) and the one used so far (Nimonic 81)

Key words: Inconel 738LC; Nimonic 81; 3D Printing; Direct Metal Laser Sintering (DMLS); pre-chamber; engine; casting; Hot Isostatic Pressing (HIP); Chemical Vapour Deposition (CVD).

## Wykaz oznaczeń

**AM-** Additive Manufacturing **DMLS-** Direct Metal Sintering **LC-** Low Carbon Gcp- geometrically close-packed **Tcp**- topologically close-packed **CHP-** Combined Heat and Power **RP-** Rapid Prototyping **PBF-** Powder Bed Fusion **DED-** Direct Energy Deposition **SLS-** Selective Laser Sintering **SLM-** Selective Laser Melting **EBM-** Electron Beam Melting **GTA-** Gas Tungsten Arc PA - Plasma Arc **GMA** - Gas Metal Arc **PTA** - Plasma Transferred Arc LB- Laser Beam **EBF-** Electron Beam Freeform CAD- Computer-aided design MRO- Maintenance Repair and Operations **GE-** General Electric

#### 1. **WSTĘP**

Materiałom stosowanym w przemyśle lotniczym oraz energetycznym stawia się duże wymagania zarówno wytrzymałościowe jak również jakościowe. Materiały te muszą charakteryzować się dużą wytrzymałością jak również odpornością na korozję w wysokich temperaturach ~980°C. Z tego względu najczęściej wykorzystywanymi materiałami są stopy na bazie niklu. Jednym z nich jest nadstop niklu Inconel 738. Inconel 738 wykazuje lepsze właściwości wytrzymałości na rozciąganie jak również zrywanie od szeroko wykorzystywanego stopu niklu INC 718 oraz znacznie lepszą odporność korozyjną w środowisku siarkowym. Obecnie produkowane są dwie wersje stopu INC738: wersja o dużej zawartości węgla INC738 (0.15-0.20 %) oraz wersja o niskiej zawartości węgla - Low Carbon INC738LC (0.09-0.13%). Obniżona zawartość wegla poprawia jego właściwości spawalnicze, przy jednoczesnych zachowaniu właściwości wytrzymałościowych. Z roku na rok wzrasta zainteresowanie nowymi technologiami wytwarzania elementów w przemyśle lotniczym. Jedną z nich jest technika przyrostowa, pozwalająca na znacznie szybsze wytworzenie elementów w szczególności o skomplikowanych kształtach. Niejednokrotnie można otrzymać elementy o wyższej wytrzymałości, twardości oraz wyższym module sprężystości. Jednak nie każdy materiał wykazuje dobre właściwości spawalnicze, w związku z tym z niektórymi materiałami jak na przykład ze stopem niklu Inconel 738 mogą wystąpić pewne trudności podczas drukowania. Najczęstszym problemem podczas drukowania elementów ze stopu niklu Inconel 738LC jest pękanie na gorąco, ale można to zminimalizować poprzez modyfikację parametrów wydruku [1, 2]. W celu zwiększenia odporności materiałów w wysokich temperaturach stosuje się żaroodporne powłoki lub warstwy [3]. Do głównych metod nanoszenia powłok lub warstw należą metody CVD oraz PVD. Żaroodporne pokrycia ochronne znajdują szerokie zastosowanie w przemyśle samochodowym, budowlanym, energetyce, biomedycynie, optyce, mikroelektronice, a także w aeronautyce i przemyśle kosmicznym. Zastosowanie powłok lub warstw powoduje zwiększenie trwałości, ograniczenie szybkości zużycia, zwiększenie odporności na działanie wysokich temperatur, zmniejszenie współczynnika przewodności cieplnej, a także ograniczenie procesów utleniania oraz korozji. Na końcowy efekt składa się wiele elementów- zarówno proces przygotowania materiału, parametry procesu wydruku, obróbka cieplna, a także obróbka powierzchniowa.

Celem doktoratu jest opracowanie wytycznych technologicznych wytworzenia komory spalania wstępnego- silnika tłokowego Jenbacher 6 metodą wydruku 3D z proszku nadstopu

niklu Inconel 738 LC. Bezpośrednim odbiorcą rezultatu pracy jest Grupa General Electric (GE) jako producent silników tłokowych, która wykorzysta opracowane wytyczne do wdrożenia na rynek zewnętrzny. Grupa GE nakreśliła cel wdrożenia doktoratu, który obejmować będzie przygotowanie części przeznaczonej do silników tłokowych w oparciu o Additive Manufacturing oraz opracowanie specyfikacji odnośnie do parametrów wydruku i obróbki po-procesowej.

Projekt GE stawia za cel rozwiązanie najistotniejszych problemów związanych z użyciem technologii 3D w produkcji kluczowych komponentów do silników gazowych, co nie zostało do tej pory objęte badaniami na poziomie europejskim. Jest on zgodny z celami i aspiracjami oraz strategią firmy. Prace nad technologiami 3D są dla GE priorytetowe, a wyniki wyżej wymienionego projektu mogą zostać użyte do zastosowań przemysłowych po przejściu procesu weryfikacyjnego wewnątrz firmy.

Firma GE zaczęła używać technik przyrostowych już w latach 90-tych 20 wieku. Z roku na rok wzrasta zainteresowanie tą techniką oraz liczba projektów kwalifikowanych do wykorzystania tej metody do produkcji części silników [4]. Początkowo technikę tę wykorzystywano do produkcji małych elementów, a z czasem również do bardzo skomplikowanych części lub całych grup komponentów minimalizując tym samym liczbę elementów z kilkuset do kilkudziesięciu. Obecnie technologia Additive Manufacturing jest wykorzystywana w 363 firmach, w 12 krajach na świecie w 9 gałęziach przemysłu, co tylko potwierdza, że jest to technologia przyszłości i wiele firm wiąże z nią duże nadzieje [4]. Według badań z 2016 roku, aż 24 % wszystkich firm na świecie uznało rozwój tej technologii jako główny cel na przyszłe lata [5]. Jednak tylko ¼ z nich ma już jakieś doświadczenia związane z tą technologią, a kolejne 12% zamierza je zdobyć w najbliższym czasie [5]. Również w Polsce jest wiele firm, które zainteresowały się techniką 3D i w przyszłości chcą rozwijać się w tej dziedzinie [5]. Jednak wiedza na temat Additive Manufacturing (AM) wciąż jest zbyt mała, dlatego badania wykonane w ramach doktoratu pozwolą na rozwój nie tylko tego produktu, ale także technologii druku 3D w Polsce, co przyczyni się do wzrostu konkurencyjności grupy GE na rynku światowym.

Zakłada się, że rezultatem badań w doktoracie będzie know-how dotyczący innowacji procesowej obejmującej dobór materiału oraz sposób wytwarzania części silnika tłokowego. Opracowane parametry w zakresie wytrzymałości oraz odporności w wysokich temperaturach znacząco poprawiają sprawność funkcjonowania tej części. Zakłada się, że wytworzony element będzie posiadał cechy stanowiące o przewadze nad dotychczasowymi rozwiązaniami, m.in.: przyspieszenie produkcji, wzrost wytrzymałości oraz wzrost żaroodporności. Wyniki

badań będą odpowiedzią na potrzeby odbiorców docelowych związane z dążeniem do obniżania kosztów eksploatacji silników, zapewnieniem ciągłości dostaw oraz zmniejszenie ilości odpadów generowanych w czasie produkcji.

#### 2. SILNIKI GAZOWE JENBACHER

Przedmiotem badań jest komora wstępna, która jest częścią silnika spalinowego stosowanego w turbinach gazowych m.in firmy Jenbacher. Silniki gazowe Jenbacher zapewniają zakres mocy od 200 kW do 10 MW z elastycznością paliwową do zasilania gazem ziemnym lub wieloma innymi gazami. Dostarczają one mocy, ciepła oraz chłodzenia do wielu komercyjnych, a także przemysłowych zastosowań tj. energia odnawialna i przetwarzanie odpadów na energię, energetyka przemysłowa i kogeneracja/CHP (skojarzone wytwarzanie ciepła i energii) oraz przemysł paliwowo-naftowy [6]. Obecnie jest ponad 100 użytkowników tych silników na całym świecie, a ich liczba przekroczyła liczbę 23 000. Firma posiada w swojej ofercie 6 typów silników [6]:

- Type 2
- Type 3
- Type 4
- **Type 6**
- J624
- J920 FleXtra

Pierwszym typem silnikiem jest Jenbacher typ 2, który został wprowadzony na rynek w roku 1976. Jest to silnik, który oferuje dużą wydajność energetyczną i solidną konstrukcję. W tym silniku zastosowano koncepcje stacjonarną, która zapewnia doskonałą trwałość, dodatkowo zastosowane ulepszone komponenty oraz sprawny system sterowania pozwala na osiągnięcie znakomitej niezawodności. Ten typ silnika zapewnia moc do 420 kW [6].

Silnik gazowy Jenbacher 3 jest to silnik o mocy dochodzącej do 1400 kW. Ze względu na wysoki poziom techniczny, jak również wysoki stopień niezawodności silnik ten jest liderem na rynku w swoim zakresie. Wyróżnia go przede wszystkim wydłużony czas pracy pomiędzy serwisami, a także przyjazna w konserwacji konstrukcja oraz niskie zużycie paliwa, które zapewnia maksymalną wydajność.

Silnik typu 4 to lepsza wersja swoich poprzedników, czyli typu 2 i 3. Zapewnia on moc do 1,7 MW. Silnik ten posiada taką samą konstrukcję, kontrolę emisji spalin i oszczędność gazu, ale dodatkowo posiada wysoką gęstość mocy oraz wyjątkową wydajność.

Kolejnym typem silnika oferowanym przez firmę Jenbacher jest silnik typu 6. Przykładami takich instalacji są: BMW w Regensburgu w Niemczech, Coca-Cola Hellenic w Rumunii, Hakha CES w Daejeon w Północnej Korei, a także Serres Vinet Greenhouse w Machecoul we Francji. Jest to pierwszy silnik, w którym zastosowano komorę wstępną- część silnika będąca przedmiotem badań w tym doktoracie. Jej umiejscowienie przedstawiono na rys. 1.



Rys. 1 Umiejscowienie komory wstępnej w silniku Jenbacher Serii 6

Silniki typu 6 wyposażono w funkcje optymalizujące odzysk ciepła, stabilność spalania, poziom emisji spalin i wydajność. Wysoka prędkość obrotowa silnika, dochodząca do 1500 obr./min zapewnia wysoką gęstość mocy przy niskich kosztach instalacji, a zastosowanie komory wstępnego spalania zapewnia wysoką wydajność przy niskiej emisji.

Energia zapłonu świecy zapłonowej ulega wzmocnieniu w komorze spalania wstępnego, co umożliwia stabilne i niezawodne spalanie. Możliwe najniższe wartości emisji NO<sub>x</sub>. Dodatkowo jej centralne umieszczenie pozwala na przedmuchiwanie komory spalania wstępnego, czego efektem są optymalne warunki zapłonu. Natomiast praca w cyklu Millera powoduje spadek temperatury sprężania i zwiększenie marginesu bezpieczeństwa aż do granicy pracy stukowej, co zapewnia lepszą regulację zapłonu i wysoką sprawność.

Obieg Millera jest to specyficzny cykl pracy silnika czterosuwowego. Podczas tego cyklu zawór ssący pozostaje otwarty długo po przekroczeniu poprzez tłok dolnego martwego położenia. W związku z tym część zassanego ładunku jest z powrotem dostarczona do kanału dolotowego, a to zmniejsza wymagania dotyczące pracy silnika. Ostatecznie stopień sprężania jest mniejszy niż stopień rozprężania po zapłonie.

Innym typem silnika oferowanym przez firmę Jenbacher jest silnik typu J624. Jest to pierwszy na świecie dwustopniowy silnik gazowy z turbodoładowaniem. Silnik ten jest szczególnie polecany do dużych projektów wytwarzania energii w obszarze elektrowni wielosilnikowych do niezależnego wytwarzania energii oraz rozwiązań kogeneracyjnych (CHP: Combined Heat and Power). Jego dwustopniowe turbodoładowanie zwiększa gęstość mocy o 10 %. Jest on w stanie wytworzyć moc elektryczną 4,4 MW, przy prędkości obrotowej 1500 obr/min, co czyni go liderem na rynku.

Ostatnim typem silnika oferowanym przez tę firmę jest silnik typu J920 FleXtra. Jest to najnowszy, a zarazem największy silnik z oferty firmy. Zaprojektowano go do obsługi szerokiej gamy rozwiązań dla elektrowni wielosilnikowych. To co wyróżnia ten silnik to mniejszy ślad węglowy przy większej wydajności, jak również wysoka gęstość mocy do 9 kW przy niskich kosztach inwestycyjnych. Silnik ten składa się z trzech modułów, w tym generatora, silnika i modułu turbosprężarki.

#### 3.1 KOMORA WSTĘPNEGO SPALANIA- ZASADA DZIAŁANIA

Przedmiotem badań jest element silnika pracujący w komorze spalania (prechamber)rysunek 1. Jest to niewielki obszar, zwykle w głowicy cylindrów, w którym paliwo zostaje poddane wstępnemu spalaniu, schemat umiejscowienia tego elementu w komorze spalania został przedstawiony na rysunek 2.



Rys. 2 Schemat umiejscowienia komory wstępnej (prechamber)

Następnie paliwo przedostaje się do komory głównej według schematu przedstawionego na rysunku 3, gdzie ulega całkowitemu spalaniu.



Rys. 3 Kierunek wtrysku paliwa

Komora spalania podzielona jest na komorę wstępną i komorę główną. Spalanie rozpoczyna się w małej komorze wstępnej, a następnie rozszerza się do cylindra. Dzięki konstrukcji komory wstępnej proces spalania rozpoczyna się w małej przestrzeni wielkości orzecha włoskiego przylegającej do cylindra, a następnie po zapłonie rozprzestrzenia się na sam cylinder.

Komory spalania razem ze sprężarkami oraz turbinami to jedne z podstawowych zespołów silników. Odpowiadają za:

- przekształcenie energii chemicznej z dostarczonego paliwa na energię mechaniczną, która przyczynia się do wzrostu prędkości przepływu produktów spalania pochodzących ze sprężarki,
- wytworzenie mieszkanki spalin i powietrza, będącej czynnikiem roboczym zasilającym turbiny [7].

Przekształcenie energii jest procesem ciągły, który polega na doprowadzeniu paliwa do strumienia powietrza i jej spalaniu. Następnie powstałe produkty spalania, które posiadają bardzo wysoką temperaturę, ulegają mieszaniu z masą chłodnego powietrza tworząc spaliny potrzebne do pracy turbiny o temp. równej maksymalnej temperaturze jaką mogą wytrzymać turbiny wykonane z dostępnych materiałów, których niejednokrotnie żarowytrzymałość jest ograniczona [7].

Stwierdzono, że zastosowanie konstrukcji komory wstępnego spalania pozwala na osiągnięcie wysokiej jakości stanu ubogiego spalania, co skutecznie poprawia prędkość rozprzestrzeniania się płomienia.

Konstrukcja komory wstępnego spalania może skutecznie ułatwić przepływ powietrza w cylindrze, poprawić prędkość i stabilność propagacji płomienia oraz osiągnąć wydajne spalanie ubogie. Zastosowanie konstrukcji komory wstępnego spalania pozwala skutecznie poprawić spalanie i zmniejszyć prawdopodobieństwo stukania. Dzięki temu można osiągnąć takie same rezultaty przy niższej emisyjności NO<sub>x</sub>, co obecnie jest bardzo ważne ze względu na zmiany klimatyczne. Według doniesień IPCC (Intergovernmental Panel and Climat Change) średnia globalna temperatura może wzrosnąć o 6.4 °C już pod koniec tego stulecia [8]. Jest to bardzo poważne zagrożenie, w związku z tym już od wielu lat trwają prace nad rozwiązaniem, które pozwoli na ograniczenie negatywnego wpływu spalin na nasz klimat. Zostały podjęte próby wykorzystania odnawialnych źródeł energii, a także bardziej wydajnych i "bardziej czystych" silników. Według Kleeman et al. [9] zastosowanie biopaliw, energii elektrycznej, a także hybrydyzacji to główne elementy rynku pozwalające na osiągnięcie niskiego zużycia paliwa [10]. Kolejnym aspektem jest możliwość wykorzystania ubogiej mieszkanki paliwowej, bez konieczności zmian geometrii silnika. Umożliwia to zmniejszenie zużycia paliwa,

ograniczenie emisji spalin jak również lepszą efektywność poprzez zmniejszenie strat podczas pompowania [10]. Można to osiągnąć poprzez zastosowanie komory przedwstępnej. Adams [11] przeprowadził badania, które dowiodły, że zastosowanie komory przedwstępnej pozwala wytworzyć turbulencje podczas spalania i zredukować czas spalania ubogiej mieszanki paliwowej. Według Jamrozik [12] zastosowanie komory wstępnego spalania pozwala na wprowadzenie do otworu wlotowego silnika ubogiej mieszanki paliwowej (o współczynniku  $\lambda$  powyżej 2.0,  $\lambda$  - współczynnik charakteryzujący skład mieszanki), która następnie jest przekazana do cylindra, a w tym samym czasie dostarczenie mieszkanki o składzie stechiometrycznym do komory przedwstępnej. Podczas spalania mieszanki w komorze przedwstępnej wytwarzane są duże ilości tlenku węgla (CO) oraz węglanu wodoru (HC). Wraz ze wzrostem ciśnienia, płomień jest wypychany przez tunele do komory spalania. Tym samym płomień jak również gazy emisyjne inicjują proces spalania mieszkanki paliwowej. Dzięki obecności tlenku węgla jak również węglanu wodoru następuje bardzo szybkie spalanie w komorze głównej, co przyczynia się do zmniejszenia emisji NO<sub>x</sub>. Poza korzyściami w postaci zwiększonej efektywności, a także zmniejszonej ilości spalin, na uwagę zasługuje fakt, że przy zastosowaniu mieszkanki o współczynniku  $\lambda$  pomiędzy 1.4, a 2 można zredukować pracę o 22.5% [10].

#### 3.1.1 KOMORA WSTEPNEGO SPALANIA- PROBLEMY EKSPLOATACYJNE

Obecnie komora wstępnego spalania wytwarzana jest metodą formowania maszynowego z nadstopu na osnowie niklu-Nimonic 81. W przypadku wykorzystania tradycyjnych metod wytwarzania jakimi jest formowanie maszynowe musimy się liczyć z wieloma ograniczeniami tj. stopień ich skomplikowania, wyższe koszty wytwarzania, a także duże nakłady finansowe przed rozpoczęciem produkcji ze względu na wysokie koszty zespołów modelowych. Z tego względu znacznie bardziej atrakcyjną dla wielu przedsiębiorców jest możliwość wytwarzania elementów z wykorzystaniem technik przyrostowych [5]. Ze względu na duże ograniczenia maszynownia części- trudności w otrzymaniu zoptymalizowanej geometrii, a także wysokie koszty wytwarzania firma GE zdecydowała się na wykorzystanie druku 3D do produkcji komory wstępnego spalania. Aby dobrze zaprojektować nowy proces wytwarzania należy na początku skupić się na wymaganiach stawianych temu elementowi, warunkom jego pracy, a także przeanalizowaniu problemów dotychczas zaobserwowanych podczas jego eksploatacji.

Podczas pracy w silniku temperatura gazu osiąga nawet 1600 K (1326°C) oraz ciśnienie 0.9 MPa. Jednak w związku z tym, że element podczas pracy jest chłodzony z zewnątrz wodą

to temperatura materiału może osiągać ok. 700° C. Ponieważ element pracuje w wysokich temperaturach oraz w agresywnym środowisku, po kilku tysiącach godzin eksploatacji obserwujemy powolne niszczenie materiału. Na rys 4 przedstawiono stan elementu po różnym czasie eksploatacji. Ze względu na niszczenie materiału, dotychczasowy element nie był w stanie wytrzymać założonych 10 tysięcy godzin, większość elementów osiągała jedynie 6 tysięcy godzin pracy.

Typowe mechanizmy zniszczenia obserwowane na badanym elemencie to:

- erozja utrata materiału wspomagana przepływem płynu rysunek 5a,
- zmęczenie cieplne pęknięcia zmęczeniowe występujące w cienkich odcinkach ścian wlotowych rysunek 5b,
- utlenianie,
- korozja wysokotemperaturowa typu I.



*Rys.4 Stan elementu po różnym czasie eksploatacji, od lewej: nowy, 1000h, 5000h, 8000h, 10000h, 20000h* 



Rys. 5 Stan erozji części wylotowej komory wstępnego spalania a) erozja zewnętrzna b) pęknięcia wewnątrz kanałów wylotowych

**Korozja wysokotemperaturowa -** korozja jest to niezamierzone niszczenie materiałów w wyniku ich chemicznej lub elektrochemicznej reakcji z otaczającym środowiskiem [13]. Mechanizm korozji jest zależny od rodzaju środowiska oraz od typu przewodności elektrycznej na granicy faz materiał-środowisko. Przymiotnik "wysokotemperaturowa" wynika z faktu, że najczęściej proces ten zachodzi bardzo powoli w temperaturze 400-500 °C. Dotkliwość ataków korozji wysokotemperaturowej ze względu na temperaturę przedstawiono na rysunku 6.



Rys. 6 Stopień zaawansowania korozji wysokotemperaturowej w zależności od temperatury [14]

Rodzaje korozji wysokotemperaturowej:

• Typ I

Zwykle zachodzi w wysokich temperaturach (815°C – 980°C), kiedy obserwujemy obecność osadu soli na metalu lub stop jest w stanie ciekłym. W tych warunkach szybkość korozji jest bardzo wysoka od samego początku, a kinetyka procesu jest funkcją liniową- (rysunek 7).



Rys. 7 Korozja niklu z i bez obecności soli Na2SO4 w 1 atm. O2+4% SO2 w 900°C [15]

#### • Typ II

W początkowej fazie proces jest powolny, do momentu osiągnięcia punktu krytycznego, kiedy następuje nagły wzrost szybkości i proces postępuje zgodnie z kinetyką liniową - (rysunek 8). Ten typ korozji zwykle występuje w niskich temperaturach (600° C – 815° C), kiedy temperatura otoczenia jest niższa niż temperatura topnienia osadzonej soli) [15].



*Rys.* 8 Korozja niklu w temperaturze 700 °C, pokrytego osadem Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (2,5 gm/cm<sup>2</sup>) przy 1 atm. O2+4% SO<sub>2</sub> przy różnych całkowitych ciśnieniach gazu [15]

Biorąc pod uwagę wszystkie powyższe elementy rozważań możemy powiedzieć, że materiał na przed - komorę spalania powinien mieć dużą wytrzymałość w wysokich temperaturach oraz odporność na utlenianie. Powinien również charakteryzować się dużą żaroodpornością.

#### 3.1.2 KOMORA WSTĘPNEGO SPALANIA - STOSOWANE MATERIAŁY

Obecnie komora spalania wstępnego wykonywana jest z nadstopu niklu Nimonic 81. Skład chemiczny tego stopu przedstawiono w tabeli 1. Posiada on wysoką zawartość niklu oraz chromu, dzięki czemu ma wysoką wytrzymałość w wysokich temperaturach oraz odporność na utlenianie [16]. Jest on również odporny na działanie osadów powstałych w wyniku spalania paliw (siarczany, chlorki). Nimonic 81 ma szerokie zastosowanie ze względu na swoją wysoką odporność na korozję połączoną z dużą wytrzymałością w podwyższonych temperaturach. Stosowany jest głównie w przemyśle turbin gazowych, do wytwarzania zaworów wydechowych w silnikach tłokowych, a także przy produkcji wymienników ciepła.

Tab. 1 Skład chemiczny stopu niklu Nimonic 81 [17]

	Ni	Cr	Со	Al	Fe	Ti	Inne
Zaw, %	63	≤30	$\leq 2$	0.9	≤1.0	1.8	reszta

Nimonic 81 jest materiałem łatwo spawalnym. Wykazuje również niskie naprężenia równoważne w stosunku do innych nadstopów, a także malejącą tendencję odkształcenia wraz ze wzrostem ciśnienia [18]. Natomiast posiada również pewne wady, jeśli chcemy go poddać obróbce skrawaniem to należy to zrobić w stanie wyżarzonym. Może być obrabiany zarówno na zimno jak i na gorąco, jednak w trakcie obróbki na gorąco atmosfera pieca musi być oczyszczona z gazów, które mogą zawierać siarkę. Stop ten jest bardzo zbliżony, jeśli chodzi o procesy obróbki do stopu Nimonic 80A, jednak posiada znacznie lepszą odporność na zmęczenie w wysokich temperaturach oraz odporność na pełzanie, w związku z tym znalazł zastosowanie w lotnictwie.

Innym stopem szeroko stosowanym w przemyśle jest stop niklu Inconel 738 ze względu na swoje dobre właściwości mechaniczne tj. dobra odporność na pełzanie oraz żaroodporność w wysokich temperaturach i środowisku agresywnych gazów. Inconel 738 składa się z 60% niklu, 16% chromu i 8,5% kobaltu oraz innych metali, takich jak aluminium, tytan lub wolfram. [20] Dokładny skład chemiczny został przedstawiony w tabeli 2. Dzięki dużej zawartości chromu materiał ten charakteryzuje się dobrą odpornością na utlenianie, a duża zawartość niklu zwiększa jego odporność na korozję w warunkach redukujących, wytrzymałość w wysokich temperaturach, a także stabilność metalurgiczną [16,21]. Niestety INC738 ze względu na jego składniki stopowe oraz wysoki udział objętościowy fazy  $\gamma$ ' uznawany jest za materiał trudno spawalny.

									L	1		
	С	Ni	Cr	Со	Мо	Al	В	Ti	Nb	W	Zr	
Zaw.	0.17	61.5	16	8.5	1.75	3.4	0.01	3.4	2	2.6	0.1	

Tab. 2 Skład chemiczny- nominalny stopu Inconel 738 [17]

Pomimo trudności z drukowaniem w pracy podjęto próbę wykorzystania stopu niklu Inconel 738 ze względu na jego lepsze właściwości wytrzymałościowe od Nimonic 81 - granica plastyczności 900 MPa/min, wydłużenie 5.5% (porównanie w tabeli 3) oraz znacznie lepszą odporność na utlenianie w wysokich temperaturach, (porównanie w tabeli 4). W temperaturze 950 °C ta różnica jest niewielka, ale jeśli porówna się zmianę masy w temperaturze 1100 °C to można zauważyć już znaczną różnicę: - Nimonic 81 to ubytek 210 mg/cm<sup>3</sup>, a w przypadku Inconel 738 to jest to ponad połowę mniej, czyli 102 mg/cm<sup>3</sup>.

Tab. 3 Właściwości wytrzymałościowe Nimonic 81/INC738

Właściwość	Nimonic 81	Inconel 738
Gęstość	8.06 g/cm3	8.11 g/cm3
Wytrzymałość na rozciaganie	1050 MPa/min	1100MPa/min
Granica plastyczności	600 MPa/min	900 MPa/min
Wydłużenie	40% min	5.5 % min

Tab. 4 Właściwości utleniające Nimonic 81/ INC738. Zmiana masy mg/cm <sup>3</sup>	1000 godz.
w nieruchomym powietrzu	

	950 C	1100 °C
Nimonic 81	-20	-210
Inconel 738	-16	-102

Obecnie znane są 2 typy stopu Inconel 738: standardowy oraz INC738LC. Inconel 738LC jest to odmiana o obniżonej zawartości węgla, co przyczynia się do poprawy jego właściwości spawalniczych, przy zachowaniu jest właściwości wytrzymałościowych [22]. Właśnie ze względu na wyższą spawalność, do druku 3D wykorzystywany jest stop niklu o obniżonej zawartości węgla INC738LC.

Inconel 738LC tak jak inne nadstopy na osnowie niklu [23-25] jest umacniany poprzez umocnienie roztworowe pierwiastkami (kobalt, chrom, molibden i inne) oraz poprzez utwardzanie wydzieleniowe polegające na tworzeniu fazy  $\Upsilon$  w osnowie  $\Upsilon$  [26].

#### 3.2 NADSTOP NIKLU INC 738

#### 3.2.1 MIKROSTRUKTURA

Na rysunku 12 przedstawiono mikrostrukturę stopu niklu Inconel 738LC. Jeśli chodzi o mikrostrukturę nadstopów to granice ziaren są znacznie bardziej widoczne w przypadku stopów na bazie niklu lub żelaza niż w przypadku stopów na bazie kobaltu. Zmiany w mikrostrukturze tego stopu są wynikiem kombinacji obróbki cieplnej oraz plastycznej. Do najbardziej charakterystycznych zmian w mikrostrukturze możemy zaliczyć obecność faz gcp (geometrically close – packed - geometrycznie ciasno upakowane) tj. faza Y', a także formowanie się innych faz tj. węgliki lub fazy tcp (topologically close-packed- topologicznie gęsto upakowane) [19]. Przykład mikrostruktury stopu Inconel 738 przedstawiono na rysunku 9.



Rys. 9 Mikrostruktura odlewanego Inconel 738 [27]

Mikrostruktura stopu niklu Inconel 738 zawiera:

- Osnowę fazy Y, w której ciągła macierz jest niemagnetyczną fazą niklu zwykle o wysokiej zawartości składników stałych tj. kobalt, żelazo, chrom, molibden, wolfram,
- Fazę Υ' uformowana z aluminium oraz tytanu, który reaguje z niklem tworząc fazę koherentną z osnową austenityczną. Inne składniki tej fazy, szczególnie niob oraz chrom również są zdolne do tworzenia faz Υ '- jest to faza odpowiedzialna za umocnienie wysokotemperaturowe. Prawidłowo utworzona występuje w postaci prostopadłościennej. Przykład mikrostruktury został przedstawiony na rysunku 10.



Rys. 10 Mikrostruktura Inconel 738 z uwidocznioną fazą Y ' [27]

- cienką warstwę fazy Υ´ wzdłuż granic ziaren w stopach kutych lub odlewanych zostaje wytworzona w trakcie obróbki cieplnej lub podczas eksploatacji,
- fazę Y' wydłużone w ziarnach, które mogą powstawać podczas wstępnej obróbki cieplnej lub w trakcie rozszerzonej eksploatacji. Tak jak powyższa faza również mają pozytywny wpływ na odporność na pełzanie materiału,
- węgliki, gdzie węgiel w ilości 0.02 do 0.2 wt. % łączy się z reaktywnymi elementami tj. tytan, tantal, niob, tworząc węgliki metali. Podczas obróbki cieplnej lub eksploatacji węgliki metali mogą ulegać rozpadowi i tworzyć nowe związki tj. M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> i/lub M<sub>6</sub>C, które zwykle gromadzą się na granicach ziaren,

 borki, w których zwykle zawartość boru jest bardzo niska, mogą formować się, kiedy bor zlokalizuje się na granicach ziaren. Możemy wyróżnić wiele faz borków ze względu na typ metalu. Generalnie niewielkie ilości fazy borków mogą pozytywnie wpływać na odporność na pełzanie stopów.

#### **3.2.1.1** <u>FAZA Υ΄</u>

Jeśli ilość rozpuszczonego tytanu oraz aluminium zostaną przekroczone to formowane są wydzielenia, głównie fazy Ni<sub>3</sub>Al, zgodnie z binarnym systemem Ni-Al. W niektórych przypadkach to tytan może zastąpić Al i wtedy tworzy się faza Ni3(Al, Ti) lub faza  $\Upsilon'$ , która jest najbardziej pożądaną fazą. Według literatury [28] faza  $\Upsilon'$  w stopie Inconel 738 składa się z:

$$(Ni_{.922}Co_{.058}Cr_{.017}Mo_{.002}W_{.002})_{3}(Al_{.518}Ti_{.352}Ta_{.046}Nb_{.41}W_{.014}Cr_{.027})$$
(1)

Ta wieloskładnikowa faza Y' ma strukturę regularną, ściennie centrowaną z niewielkim 1% dodatkiem fazy gamma (Y) w matrycy (Ni-Cr-Co austenit). Posiada niemal identyczną strukturę krystaliczną, co w rezultacie daje małe niedopasowanie sieci krystalicznej poprzez elastyczne naprężenia koherencji oraz niski poziom energii powierzchni. Dodatkowo świetne dopasowanie sieci krystalicznej wydzieleń oraz matrycy powoduje szybką odpowiedź materiału na proces starzenia, co prowadzi do szybkiego wzrostu wydzieleń poprzez rozrost dużych kosztem tych małych (prawo Ostwald'a), to czyni wytracenia bardzo stabilnymi w określonej temperaturze. Pseudotrójfazowy schemat dla stopów Ni-Cr-Ti<sub>41</sub> został przedstawiony na rysunku 11 [29]. W zależności od warunków odlewania może dość do segregacji, co skutkuje tworzeniem się eutektycznych "wysp" z grubymi fazami  $\Upsilon$  w strukturze. Skupiska eutektoidalne fazy  $\Upsilon$ - $\Upsilon$  posiadają lameralną strukturę złożoną z cienkich oraz ciągłych płytek  $\Upsilon$ . Sprzyjają one niehomogenicznej deformacji, gdyż w tych rejonach mechanizm deformacji spowodowany jest wspinaniem dyslokacji niż przekazywaniem wtrąceń przez dyslokacje [30].



Rys. 11 Pseudotrójfazowy schemat dla stopów Ni-Cr-Ti<sub>41</sub> [29]

#### 3.2.2 MECHANIZMY UMOCNIENIA STOPU INCONEL 738

Umocnienie materiału to zjawisko polegające na wzroście naprężeń przy zwiększaniu odkształceń po przekroczeniu granicy plastyczności; jest cechą materiałów plastycznych; wykazuje ją większość metali. W wyniku umocnienia materiału wzrasta twardość, wytrzymałość na rozciąganie, granica plastyczności (przy powtórnym obciążeniu), a zmniejsza się udarność, wydłużenie i przewężenie. Tak jak wyżej wspomniano istnieją dwa mechanizmy umocnienia stopu niklu Inconel 738: utwardzenie wydzieleniowe, wzmacnianie roztworu stałego poprzez stapianie z zawartym w stopie kobaltem, chromem, molibdenem i innymi pierwiastkami stopowymi.

Do najbardziej znanych dodatków stopowych umacniających roztworowo możemy zaliczyć pierwiastki, które różnią się średnicą atomową oraz koncentracją w roztworze 1%-13%: kobalt, chrom, molibden, wolfram, tytan oraz aluminium. Zmiana parametrów sieci, w zależności od średnicy atomowej różnych elementów składowych, może skutkować utwardzeniem materiału. W tabeli 5 przedstawiono funkcje poszczególnych pierwiastków stopowych jaką odgrywają w stopie INC738.

Tab. 5 I	Funkcje p	oszczególnych	pierwiastków	stopowych w	odlewanym	stopie INC738
----------	-----------	---------------	--------------	-------------	-----------	---------------

Pierwiastek	Efekt
Nikiel (Ni)	Stabilność fazy
Chrom (Cr)	Odporność na utlenianie oraz korozję w wysokich temperaturach (M <sub>23</sub> C <sub>6</sub> )
Molibden (Mo)	Wzmacnianie roztworu stałego (MC)
Wolfram (W)	Wzmacnianie roztworu stałego (MC)
Aluminium (Al) + Tytan (Ti)	Formowanie fazy Υ´ (Ni3(AlTi)), utwardzanie wydzieleniowe
Kobal (Co)	Podnosi temperaturę rozpuszczania fazy Y' oraz temperatury topienia matrycy bogatej w nikiel
Węgiel (C)	Formowanie różnych węglików tj. MC i M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>
Niob (Nb)	Formowanie węglików MC
Tantal (Ta)	Wzmacnianie roztworu stałego, główny element w węglikach MC
Inne pierwiastki siarka (S), fosfor (P), krzem (Si)	Kruchość na granicy ziaren poprzez ich segregację

Rozpuszczone w roztworze stałym atomy oddziałują na przemieszczające się dyslokacje poprzez mechanizmy:

- blokowania dyslokacji w położeniach wyjściowych,
- ograniczenia poślizgu poprzecznego, co utrudnia pokonywanie przeszkód przez dyslokacje,
- zwiększenia naprężeń tarcia sieci co spowalnia duch dyslokacji.

W konsekwencji powoduje to umocnienie materiału.

Mechanizm umocnienia wydzieleniowego polega na obróbce cieplnej prowadzącej do zwiększenia wytrzymałości mechanicznej oraz granicy plastyczności. W przypadku Inconel 738 polega na wytworzeniu fazy  $\Upsilon'$  w osnowie  $\Upsilon$ . W tabeli 6 przedstawiono typy faz obserwowane w stopie Inconel 738.

Faza główna	Druga faza (węgliki)
Gamma Prime $(\Upsilon')$ - na bazie Ni <sub>3</sub> (Al, Ti)	MC - na bazie tantalu
11)	$M_{23}C_6$ - na bazie chromu

Tab. 6 Mikrostruktura odlewanego Inconel 738 LC

Utwardzenie wydzieleniowe jest to jeden z najefektywniejszych mechanizmów wzmocnienia materiału jednak jest możliwe tylko dla stopów, które spełniają poniższe warunki:

- wykazują małą rozpuszczalność graniczną przy obniżaniu temperatury stopu,
- w osnowie częściowo rozpuszczone są dodatki stopowe,
- w wysokich temperaturach wytwarza z osnową graniczny roztwór stały,
- można uzyskać roztwór przesycony podczas chłodzenia z niewielką szybkością.

W niskiej temperaturze występuje struktura dwufazowa, natomiast w temperaturze podwyższonej jest to roztwór jednofazowy.

#### 3.3 METODY DRUKU 3D

Druk 3D inaczej zwany technika szybkiego prototypowania lub metodą przyrostową to jedna z najpopularniejszych obecnie technik wytwarzania [31]. Termin szybkie prototypowanie (Rapid Prototyping-RP) jest używany w wielu gałęziach przemysłu do opisu procesu szybkiego tworzenia reprezentacji systemu lub części przed jej końcowym wypuszczeniem na rynek [31]. Innymi słowy jest to szybkie wytwarzanie elementu, którego efektem jest prototyp części. Jednak obecnie częściej używaną nazwą jest technika przyrostowa (additive manufacturing) z uwagi na fakt, że często wytworzone w tym procesie elementy są nie tylko prototypem, ale końcowym produktem. Na rysunku 12 przedstawiono podział technik przyrostowych.



Rys. 12 Podział hierarchiczny wszystkich kategorii wytwarzania przyrostowego [32]

Druk 3D to technika wytworzenia elementu 3D na podstawie modelu CAD poprzez naniesienie kolejnych warstw materiału w sposób kontrolowany komputerowo.

Pierwsze przykłady wykorzystania technik przyrostowych można dostrzec już 2300 lat p.n.e., kiedy to Egipscy konstruktorzy wykorzystywali tę technikę podczas budowania piramid w Gizie, układając kolejne warstwy kamienia.

Jeśli jednak chodzi o techniki przyrostowe z wykorzystaniem metalu to pierwszym znaczącym wydarzeniem było opatentowanie w 1971 r. metody wytwarzania części o dowolnej geometrii poprzez nakładanie warstwy proszku na podłoże i utrwalanie jej wiązką laserową przez Pierre'a Ciraud'a [33]. Na przełomie tych 40 lat techniki wytwarzania przyrostowego przeszły wiele zmian, a momentem przełomowym dla przemysłu lotniczego była kwalifikacja (transformacja) z szybkiego prototypowania do szybkiego wytwarzania w lotnictwie. Obecnie techniki przyrostowe są wykorzystywane w wielu dziedzinach tj. lotnictwo, biomedycyna, motoryzacja etc. [34], obszary zastosowań przedstawiono na rysunku 13.



Rys. 13 Obszary zastosowań AM [34]

Druk 3D to nie tylko jedna technologia, ale grupa technologii. Wyróżniamy dwie podstawowe grupy: Powder Bed Fusion (PBF) and Direct Energy Deposition (DED). Schemat wytwarzania przedstawiono na rysunku 14. W każdej z tych grup znajdziemy wiele metod:

#### > PBF

- Bezpośrednie Laserowe Spiekanie Metalu -Direct Metal Laser Sintering (DMLS)
- Selektywne Spiekanie Laserowe -Selective Laser Sintering (SLS)
- Selektywne Topienie Laserowe-Selective Laser Melting (SLM)
- Topienie Wiązki Elektronów- Electron Beam Melting (EBM)

#### > DED

- Łuk wolframowy- Gas Tungsten Arc (GTA)
- Łuk plazmowy Plasma Arc (PA)
- Łuk metalu Gas Metal Arc (GMA)
- Łuk niesiony przez plazme Plasma Transferred Arc (PTA)
- Wiązka Laserowa- Laser Beam (LB)
- Swobodna wiązka elektronów- Electron Beam Freeform (EBF)



Rys. 14 Schemat dwóch podstawowych typów technik przyrostowych PBF, DED [35]

AM	Powder bed fusion		Directed Energy desposition	
Technika	Selective	Electron	Laser	Wire arc
	laser melting	beam	engineered	Additive
		melting	net shaping	manufacturing
Parametry	-Moc lasera	-Moc	-Moc lasera	-średnica
	-Szybkość	wiązki	-Szybkość	drutu
	skanowania	elektronów	podawania	-szybkość
	-Odległość	-Szybkość	proszku	podawania
	warstw	skanowania	-Szybkość	drutu
	-Grubość	-Odległość	skanowania	-szybkość
	warstw	warstw	-Odległość	procesu
		-Grubość	warstw	-moc łuku
		warstw	-Grubość	
		-Temp.	warstw	
		wstępna		
Typowa moc	100-600	500-3000	1000-3000	1000-5000
wyjścia (W)				
Rozmiar plamki	0.04-0.5	0.4-1	1-3	1-10
wiązki				
Wielkość obszaru	~ 0.1	~ 0.1	~ 0.1	~ 1
topienia				
Różnice	$10^{3}$ - $10^{4}$	$10^2 - 10^3$	$10^2 - 10^4$	10-200
temperatur				
Tempo	$10^{5}$ - $10^{7}$	$10^3 - 10^5$	$10^{3}$ - $10^{4}$	$10^2 - 10^3$
schładzania				
Cechy	-wysoka	-komora	-możliwość	-szybkość
charakterystyczne	precyzja	próżniowa	druku z	procesu
	-szerokie	- małe	wielu	<ul> <li>możliwość</li> </ul>
	zastosowanie	naprężenia	materiałów	wytworzenia
		szczątkowe	-możliwość	dużych
			wytworzenia	elementów
			dużych	
			elementów	
Referencie	[36]	[37]	[38]	[39]

Tab. 10 Charakterystyka różnych technik przyrostowych [35]

W technologii PBF warstwa równomiernie rozłożonego proszku jest nanoszona na platformę, na którą oddziałuje wiązka elektronów lub lasera. Energia lasera lub wiązki laserowej topi i jednocześnie łączyć poszczególne ziarna proszku w określonych przez projekt lokalizacjach. Kiedy dana warstwa jest gotowa, system przechodzi do kolejnej warstwy, aż do mementu wytworzenia całego elementu. W technologii PBF platforma jest zablokowana w kierunku x i y, a ruch odbywa się tylko wzdłuż osi z.

W metodzie DED proszek lub drut jest wprowadzany do zbiornika synchronizowanego ze źródłem energii, którym tak jak w przypadku PBF jest wiązka elektronów lub laser. Również tak jak w technologii PBF, energia lasera lub wiązki laserowej topi i jednocześnie łączy materiał, jednak tym razem miejsce osadzania nie jest nieruchomy w osi x, y. Oznacza to, że nie tylko powierzchnia wydruku się porusza, ale również źródło energii może się przemieszczać. Kolejną różnicą jest fakt, że w przypadku DED element może być drukowany w wielu kierunkach, a nie tak jak w przypadku PBF tylko w kierunku xy.

Podsumowując obie metody - PBF oraz DED wytwarzają elementy dowolnego kształtu poprzez topienie, a następnie łączenie cząstek. Różnice dotyczą pierwotnej formy materiału oraz sposobu tworzenia kolejnych warstw.

#### 3.3.1 ZASADA DZIAŁANIA

Druk 3D to wieloetapowy proces, który rozpoczyna się od zaprojektowania części, wykonania jej modelu CAD, ustaleniu parametrów wydruku oraz przygotowaniu drukarki 3D do procesu drukowania, następnie oczyszczeniu elementu wydrukowanego (odcięcie od stolika, usunięcie podpór), a na samym końcu obróbki po procesowej. Cały proces składa się z 8 etapów, przedstawionych na rysunku 15. Obecnie jest wiele technik druku 3D, jednak wszystkie z nich opierają się na tej samej zasadzie budowania elementu z cienkich warstw.



Rys. 15 Proces druku 3D, od modelu CAD do gotowego elementu

#### 3.3.2 WADY I ZALETY

Techniki przyrostowe są obecnie uznawane za technikę, która zmieniła sposób wytwarzania części i zapoczątkowała nowy biznes [31]. Największa zaletą jest szybkość procesu. Można w bardzo krótkim czasie zmienić projekt w gotowy element, bez konieczności procesowania. Jednocześnie proces wytwarzania elementu zostaje zminimalizowany do kilku etapów, a wytworzone elementy mogą mieć bardzo skomplikowaną budowę.

Kolejną bardzo istotną sprawą jest możliwość bardzo szybkiego modyfikowania projektu bez konieczności modyfikacji poszczególnych etapów procesu, wystarczy zmienić tylko projekt, a pozostałe etapy mogą pozostać bez zmian. Dzięki takiemu podejściu jesteśmy w stanie zminimalizować koszty, a także liczbę osób zaangażowanych w wytworzenie części. Nie można zapomnieć również o fakcie, że dzięki drukowi 3D można zastąpić wiele elementów, jednym, co wpływa również na uproszczenie całego procesu wytwarzania, nie jest konieczne stosowanie żadnych połączeń, co przyczynia się do łatwiejszego montażu, serwisu, a także wytrzymałości danego elementu. W rezultacie techniki przyrostowe mają dużą przewagę nad tradycyjnymi metodami. Na rysunku 16 przedstawiono główne zalety procesu SLM, jednej a technik druku 3D.



*Rys.* 16 *Główne zalety procesu SLM z odniesieniem do technologii tradycyjnej* [40]

Mówiąc o zaletach, nie sposób nie wspomnieć również o wadach tego procesu. Do największych wad tego procesu możemy zaliczyć brak wiedzy oraz doświadczenia odnośnie do samego procesu, parametrów wydruku, a także technik obróbki i weryfikacji efektów procesu, w wielu przypadkach nie istnieją określone procedury praz normy zarówno do procesu drukowania jak również do weryfikacji otrzymanych elementów. Kolejną wadą są ograniczenia w produkcji masowej, a także limity dotyczące prędkości drukowania oraz wielkości drukowanych elementów. W tabeli 11 przedstawiono zestawienie wad i zalet druku 3D.

Zalety	Wady
1. Ekonomiczne w przypadku małych i średnich elementów	1. Brak certyfikatów oraz standardów dotyczących
2. Ograniczenie wagi komponentów	procesu oraz materiałów
3. Możliwość wytwarzania elementów o skomplikowanej geometrii	<ol> <li>Brak świadomości przedsiębiorców odnośnie do możliwości wydruku części</li> </ol>
<ol> <li>Elementy mogą być wytwarzane bez koniczności użycia dodatkowych narzędzi, matryc, form</li> </ol>	<ol> <li>Niezawodność procesu AM do masowej produkcji</li> <li>Ograniczenia szybkości procesu oraz rozmiarów</li> </ol>
5. Wymagany minimalny montaż części	elementów drukowanych 5. Nie opłacalne przy produkcji
6. Potencja do ograniczenia długości łańcucha dostaw	dużych elementów ze względu na czas wytwarzania
7. Niskie straty materiału	
8. Zredukowanie czasu do pojawienia się elementu na rynku.	

Tab. 11 Wady i zalety druku 3D [41, 42, 43, 44]

#### 3.3.2.1 ROLA DRUKU 3D W ZRÓWNOWAŻONYM ROZWOJU ŚRODOWISKA

We współczesnym procesie produkcji wykorzystywane są ogromne ilości energii, które równocześnie są źródłem odpadów, a także zanieczyszczeń [45]. W związku z tym potrzebne są ograniczenia ilości emisji szkodliwych substancji, aby zatrzymać proces zmian klimatycznych. W związku z rosnąca świadomością społeczeństwa o postępujących zmianach klimatycznych, wielu klientów poszukuje firm, które wprowadziły dobre praktyki, chroniące nasze środowisko. Jedną z takich firm jest firma GE. Zrównoważona produkcja to taka, która minimalizuje straty, oszczędza surowiec, ogranicza zużycie prądu, papieru, paliwa oraz innych zasobów [45]. W wielu aspektach druk 3D jest bardziej przyjazny środowisku od wielu konwencjonalnych metod wytwarzania [46] - szczegóły przedstawiono na rysunku 17. Pozwala on na zredukowanie ilości błędów w procesie wytwarzania, dzięki czemu nie ma konieczności powtarzania procesu produkcji. Ogranicza ilość potrzebnego materiału, a także czas wytworzenia danego elementu [47]. Nie ma konieczności stosowania dodatkowej obróbki maszynowej, a także wsparcia w obsłudze drukarki 3D (cały proces jest monitorowany przez zaawansowane systemy informatyczne, które ograniczają ilość osób potrzebną do monitorowania procesu). Kolejną bardzo ważną rzeczą jest minimalizowanie zużycie tworzyw sztucznych, ponieważ eliminujemy konieczność wykorzystywania form, narzędzi itp., używamy tylko materiału potrzebnego do stworzenia końcowego materiału, a pozostały po procesie proszek, po odpowiedniej obróbce możemy wykorzystać ponownie. Wytwarzanie
przyrostowe w dużym stopniu opiera się na paliwach kopalnych, co ma pozytywny wpływ na środowisko [48,49]. Dodatkowo wiele firm korzysta już z druku 3D, przechodząc na materiały pochodzące z recyklingu [50,51]. Na rysunku 18 przedstawiono proces druku 3D z uwzględnieniem zrównoważonego środowiska. Ostatnie badania potwierdzają tezę, że druk 3D pozwala na w pełni użyteczną architekturę przy jednoczesnym dbaniu o środowisko. Podsumowując efektywne wykorzystanie energii oraz krótszy łańcuch dostaw generują mniejszy ślad węglowy.



Rys. 17 Zrównoważony ekosystem druku 3D [45]



Rys. 18 Schemat procesu druku 3D z uwzględnieniem zrównoważonego środowiska [45]

W ostatnich latach druk 3D w przemyśle przeżywa duży rozwój. Materiałami najczęściej wykorzystywanymi są: stal nierdzewna, stal narzędziowa, nikiel, tytan, aluminium oraz ich stopy [52]. Do innych metali wykorzystywanych w przemyśle do zastosowań specjalnych możemy zaliczyć: srebro, złoto, platynę [53]. Jednak największy wzrost zainteresowania w ostatnim czasie przeżywają stopy niklu ze względu na swoje znakomite właściwości w podwyższonych temperaturach.

W ostatnich latach liderem w wykorzystaniu technologii przyrostowej do produkcji części lotniczych jest firma General Electric. W 2016 roku firma wydzieliła część biznesu poświęconą tylko drukowi 3D: GE Additive i jednocześnie przejęła dwie firmy związane z branżą: Concept Laser oraz Arcam [55, 56] Pierwszym produktem tej firmy były dysze paliwowe wykonane z tytanu. Jak podano elementy wykonane techniką przyrostową posiadały wiele zalet nad tymi wykonanymi konwencjonalnymi metodami: 5-krotnie większa trwałość, 25% lżejsza konstrukcja, a także ułatwiona konsolidacja części. Kolejnym dużym osiągnięciem było wykonanie silnika do samolotu Cessna Denali, w który dzięki zastosowaniu druku 3D udało się zminimalizować liczbę elementów z 855 do 12 [57,58,59]. Najczęściej druk 3D wykorzystywany jest do produkcji elementów silnika tj. łopatki turbiny, kompresory, dysze paliwa oraz systemy rurowe [60, 61]. Jednak największym sukcesem firmy GE jest wytworzony całkowicie przy pomocy techniki DMLS silnik turbiny odrzutowej. Silnik, który powstał w 2020 roku w procesie drukowania 3D firmy GE, przeszedł już liczne testy, a turbina osiągnęła 33 000 obr./min. GE nie jest jedyną firmą, która wykorzystuje druk 3D.

Firma Airbus zaprojektowała zoptymalizowany uchwyt zawiasu gondoli wykorzystywany m.in. w samolocie Airbus A320. Nowy projekt zapewnia zmniejszenie masy o ok 10%, co w rezultacie obniżyło masę samolotu o 10 kg. Taki spadek masy pozwala zmniejszyć emisję węgla o ok. 40 % [62]. Równocześnie zmiany w produkcji zawiasów drzwi wyjściowych spowodowały zmniejszenie masy o ok 33% przy umiarkowanym spadku sztywności [63]. Kolejnym przykładem samolotu, w którym wykorzystanie technik przyrostowych pomogło w zredukowaniu masy całkowitej jest samolot A350XWB oraz A380 [64,65,66]. Niemiecka firma zajmująca się produkcją silników lotniczych MTU Aero Engines, również inwestuje w techniki przyrostowe i coraz częściej wykorzystuje je do produkcji swoich komponentów. Z wykorzystaniem metody spiekania laserowego zoptymalizowano przepływ powietrza oraz składową zawirowania paliwa, osiągnięto to poprzez zintegrowanie systemu chłodzenia z kanałem paliwowym [66]. Ogólnie poprawiono efektywność paliwową, dzięki czemu całkowity koszt został zredukowany o 40-50%. Inną firmą, która wykorzystuje technikę selektywnego spiekania laserowego (SLM) jest Turbomycin - francuskie przedsiębiorstwo produkujące silniki do helikopterów. Wydrukowano dyszę wtrysku paliwa do silnika Arrano oraz zawirowywacz spalania do silnika Ardiden-3 [67]. Innym przykładem jest blok zaworów siłownika do silnika A380 wydrukowany przez firmę Liebherr - Aerospace [68]. Obudowa czujnika T25 oraz dyszy paliwowej w silniku GE LEAP to najczęściej drukowany element w przemyśle lotniczym. Wynika to z faktu, że dysza wydrukowana w 3D pozwoliła na połączenie 20 części w jedną i zredukowanie masy o 25% w stosunku do tradycyjnie wykonanego elementu. Dodatkowo obudowa czujnika T25 była pierwszym komponentem AM certyfikowanym przez Federalną Administrację Lotnictwa USA (FAA) i dzięki temu znajduje się w wielu samolotach komercyjnych.

W przemyśle dużą rolę technika przyrostowa odgrywa również w konserwacji oraz naprawie części - Maintenance Repair and Operations (MRO). Jest to część biznesu, która generuje ogromne koszty, dlatego firmy poszukują nowych rozwiązań. Jednym z rozwiązań jest zastosowanie technik przyrostowych. Dostawcy MRO stanowią 40-50 % całkowitego przychodu przemysłu lotniczego, szczególnie rynek części zamiennych, który generuje większe zyski niż początkowa sprzedać części [69]. Druk 3D oferuje znaczące skrócenie czasu projektowania i realizacji, co jest bardzo korzystne dla dostawców MRO. Szacuje się, że obecnie na inwestycję w druku 3D przewidziano 50 bilionów dolarów na całym świecie [70].

## 3.3.4 **PROJEKTOWANIE MIKROSTRUKTURY PODCZAS DRUKU 3D**

Dokładne zrozumienie zmian mikrostruktury podczas druku 3D stwarza znakomite możliwości do tworzenia nowych materiałów metalicznych z pożądaną mikrostrukturą [35]. Poprzez dostosowanie właściwości materiału do zastosowania możemy tworzyć bardziej wydajne struktury. Dzięki czemu w procesie druku 3D mogą powstawać strukturalne, funkcjonalne, inteligentne, zintegrowane komponenty [71].

Aby ułatwić proces drukowania z materiałów trudno spawalnych, a także zwiększyć ich potencjał stosuje się drobne modyfikacje składu chemicznego [72]. Stwarza to możliwości do tworzenia nowych materiałów. Podczas projektowani nowych stopów możemy zastosować dwa podejścia: (1) Modyfikacja komercyjnie dostępnych stopów na potrzeby druku 3D, (2) stworzenie zupełnie nowych stopów. Jednym z przykładów jest Inconel 738, w przypadku, którego zastosowano redukcję zawartości węgla i w ten sposób powstał Inconel 738 LC, który

pozwala na zastosowanie technik przyrostowych. W tabeli 12 podano przykłady innych stopów, które zmodyfikowano, aby dostosować je do druku 3D.

Stop	Projekt	Mechanizm projektowania	Ref.
Al7075	Dodatek	Zmniejszenie wrażliwości na pękanie poprzez	[73]
	Si	formowanie nowych eutektyk o niskiej temp.	
		topnienia oraz rozdrobnienie ziarna	
Ti6Al4V	Dodatek	Zwiększenie dystrybucji składników	[74]
	Mo	rozpuszczonych, ustabilizowanie fazy B, oraz	
		zwiększenie szybkości krzepnięcia.	
Czysty	Dodatek	Rozszerzenie obszarów przechłodzenia oraz	[75]
	Cu	propagowanie zarodkowania heterogenicznego	
Ti	Dodatek	Zredukowanie tekstury poprzez reakcje	[76]
	La	perytektyczną oraz pobudzenie formowania	
		mikrostruktury równoosiowej	
CoCrFeNi	Dodatek	Zredukowanie rozrywania na gorąco dzięki	[77]
	Al	zmniejszeniu lokalnych naprężeń szczątkowych	
		poprzez formowanie nowych faz	
ABD-	Nowy	Zmniejszenie zakresu zamarzania oraz poprawa	[78]
850AM	design	odporności na pękanie podczas obróbki.	

Tab. 12 Przykłady stopów zmodyfikowanych do zastosowania w druku 3D [35, 73-78]

#### 3.3.5 **BEZPOŚREDNIE SPIEKANIE LASEROWE METALI (DMLS)**

Direct Metal Laser Sintering (DMLS) - Bezpośrednie Spiekanie Laserowe Metali to najnowsza technologia przyrostowa oparta na spiekaniu laserowym. Została opracowana przy współpracy Rapid Product Innovations (formerly Electrolux Rapid Development, Rusko, Finlandia) oraz EOS GmbH (Monachium, Niemcy) [79]. Proces polega na wytworzeniu obiektu 3D warstwa po warstwie poprzez osadzanie cienkich warstw proszku na platformie do druku [80] Według schematu przedstawionego na rysunku 19 wiązka lasera o dużej mocy skanuje warstwę proszku według projektu utworzonego przez projektanta, po zeskanowaniu każdej warstwy, dzięki laserowemu skanowaniu optycznemu wiązka lasera scala proszki w dokładnych pozycjach. W tym samym czasie następuje obniżenie platformy do druku o założoną grubość warstwy, a następnie nóż drukarki nanosi kolejną warstw proszku i tak kolejno warstwa po warstwa do otrzymania końcowego elementu. Proces bezpośredniego spiekania laserowego wykorzystuje spiekanie w fazie stałej/ciekłej w celu wiązania ze sobą cząstek metali. Proces ten dzięki dużej dowolności co do materiału, a także drukowanego kształtu ma duży potencjał do wytwarzania części, które nie mogą być wykonane żadna inną konwencjonalną metodą [81]. Do największych zalet DMLS zaliczamy dużą swobodę, nie wymaga specjalnej obróbki części po wydruku, jest przyjazny środowisku ze względu na zmniejszenie odpadów, a także niski poziom emisyjności, dodatkowo jest to tańszy proces ze względu na brak konieczności stosowania struktur podporowych [82]. Mechanizm spiekania w procesie DMLS zapewnia duże zagęszczenie proszku, który zależy od parametrów procesu drukowania. Do tych parametrów zaliczamy: moc lasera, szybkość skanowania, grubość warstwy oraz odległość pomiędzy kolejnymi warstwami spiekania. Dodatkowo duży wpływ na gęstość wydruku mają parametry samego materiału - proszku tj.: skład chemiczny, wielkość cząstek oraz rozkład cząstek. Wpływ różnych parametrów przedstawiono na rysunku 20.



Rys.19 Schemat procesu Direct Metal Laser Sintering (DMLS) [83]



Rys. 20 Wykres wpływu różnych parametrów na mikrostrukturę drukowaną [35]

#### 3.3.6 METODY BADANIA DRUKOWANYCH CZĘŚCI

Wszystkie części maszyn, zanim zostaną dopuszczone do eksploatacji, muszą zostać poddane badaniom weryfikującym. Badania te są przeprowadzane na próbkach według określonych wytycznych, ich przebieg oraz kształt i wymiary próbek są określone w specjalistycznych normach. Do najczęściej stosowanych norm zaliczamy normy ASTM (American Society for Testing and Materials) [84].

W związku z tym, że techniki przyrostowe są stosunkowo krótko stosowane w przemyśle, to jeszcze nie zostały opracowane wszystkie normy dotyczące badania drukowanych części. Wiąże się to z konicznością zastosowania podejścia stosowanego do konwencjonalnych materiałów. Tak jak w przypadku części wytworzonych konwencjonalnymi metodami przeprowadzamy wiele testów w zależności od wymagań danym elementom: pomiary gęstości, odporność na utlenianie, odporność na pełzanie, odporność na zmęczenie, twardość, statyczna próba rozciągania. Badanie wytrzymałości na rozciąganie jest podstawowym testem stosowanym w inżynierii, a przede wszystkim w inżynierii materiałowej, który ma szerokie zastosowanie w różnych metodach produkcji: formowanie wtryskowe, obróbka skrawaniem, czy właśnie druk 3D. Test ten pozwala określić jakość oraz reakcje materiału na obciążenia. W związku z tym jest bardzo przydatny w pracach badawczo rozwojowych dotyczących nowych materiałów czy technik wytwarzania.

Najczęściej stosowaną normą do badania materiałów metalowych jest ASTM E8/E8M – 09 Standardowe metody testowe do badania rozciągania materiałów metalowych. Norma ta szczegółowo określa wymagania dot. rozciągania próbek, które przedstawiono na rysunku 21. W przypadku materiałów metalowych drukowanych w 3D istnieje kilka dedykowanych norm ASTM, które dotyczą oczekiwanych właściwości mechanicznych dla zastosowań spiekania proszkowego, niestety jednak nie istnieje dedykowana norma do Inconel 738, należy więc korzystać z normy przygotowanej dla podobnego stopu jakim jest Inconel 718: ASTM F3055-14A.



Rys. 21 Wymagania dot. rozciągania próbek wg. ASTM E8/E8M – 09

W przypadku elementów drukowanych 3D w kwalifikacji bardzo ważną role ogrywają również badania wizualne. W pierwszej kolejności dokonuje się przeglądu, czy widoczne są na powierzchni jakieś pęknięcia, pory. Następnie przeprowadza się bardziej szczegółowe pomiary zaczynając od skanu 3D, który umożliwia porównanie części zaprojektowanej z częścią faktyczną, otrzymaną w procesie wydruku, przykładowa analiza została przedstawiona na rysunku 22. Dodatkowo można przeprowadzić również badania penetracyjne, które ujawnią wszelkie wady materiału w prosty i szybki sposób. Następnie warto wykonać bardziej szczegółowe badania wykorzystując techniki tomografii komputerowej lub skaningowej mikroskopii elektronowej. Takie badania pozwalają określić, jak wygląda mikrostruktura materiału, czy występują pory, czy wszystkie ziarna proszku zostały przetopione, a co najważniejsze, czy nie występują mikropęknięcia w całej objętości materiału.



*Rys. 22 Skan 3D drukowanego elementu z zaznaczonymi odchyleniami wymiarów od projektu* 

Obecnie nad normami dotyczącymi technik przyrostowych pracują dwie grupy:

- ISO/TC261 zorganizowaną przez ISO (International Organisation for Standardization), w skład której wchodzi 25 członków naukowych z całego świata,
- ASTM F42 zorganizowaną przez ASTM (American Society for Testing and Materials) w skład której wchodzi 140 członków naukowych oraz ponad 30 tys. wolontariuszy z ponad 140 krajów.

W 2020 roku podjęto decyzję o połączeniu tych dwóch grup i o wspólnym opracowaniu norm dotyczących technik przyrostowych. Na rysunku 23 szczegóły strategii przyjętej przez komisję w celu opracowania norm dla druku 3D.



*Rys. 23 Trzypoziomowe podejście do opracowania wspólnej normy między ISO/TC261 i ASTM F42 [85]* 

Celem tej nowej organizacji jest opracowanie kompletnych norm dotyczących wszystkich aspektów technik przyrostowych. Na rysunku 24 przedstawiono szczegóły dotychczas opracowanych norm.



```
Brak własnych maszyn? "Kup scenariusz"
ISO/ASTM 52901:2017 wymagania dotyczące zakupionych gotowych części wytworzonych technikami przyrostowymi
```

```
    Zasady kwalifikacji
Kwalifikacja operatorów maszyn: cf. ISO/ASTM 52942:2020 (lotnictwo) oraz ISO/ASTM 52926 seria 1-5
```

Rys.24 Wybrane standardy przedstawione z perspektywy w odniesieniu do ogólnego łańcucha procesów AM [85]

#### 3.4 DRUKOWANIE NADSTOPÓW NIKLU

Proces drukowania INC738LC jest bardzo trudny ze względu na:

• jego skład chemiczny. Całkowita zawartość aluminium oraz tytanu w stopie osiąga wartość ~6.8 wt%, tym samym przekraczając graniczną wartość 4 wt%, po której następuje zwiększenie podatności na pękanie starzeniowe [86],

• powstawanie pęknięć podczas drukowania metodą DMLS ze względu na wewnętrzne naprężenia termiczne wywołane szybkim chłodzeniem materiału podczas DMLS, co zostało również potwierdzone w innych publikacja naukowych Kunze et al., [87], Cloots et al. [88], and Wang et al. [89].

Materiał ten wymaga obróbki po-procesowej tj. obróbki cieplnej [90,91], a w niektórych przypadkach również HIP (ściskanie izostatyczne na gorąco) [40] w celu zmniejszenie naprężeń wewnętrznych, a także zwiększenia gęstości materiału.

Na rysunku 25 przedstawiono wykres podziału stopów niklu ze względu na spawalność. Jak wynika z wykresu Inconel 738 ze względu na dużą zawartość tytanu oraz aluminium jest materiałem trudno spawalnym.



Rys. 25 Wykres podziału stopów niklu ze względu na spawalność [55]

## 3.5.1 OBRÓBKA CIEPLNA

Głównym mechanizmem umacniania Inconel 738LC jest umocnienie wydzieleniowe (umocnienie przez starzenie). Warunkiem koniecznym do zastosowania umocnienia wydzieleniowego jest, aby stop posiadał strukturę jednofazową w stanie stałym w wysokiej temperaturze, natomiast w niskiej temperaturze strukturę dwufazową. Dodatkowo przy zastosowaniu niezbyt dużych prędkości chłodzenia możliwe jest uzyskanie roztworu przesyconego [13]. Obróbka cieplna prowadząca do umocnienia wydzieleniowego stopu INC738LC składa się z 3 etapów:

- Rozpuszczanie (otrzymanie roztworu stałego) w tym etapie stop jest nagrzewany do zakresu roztworu α, następnie utrzymuje się tę temperaturę w celu rozpuszczenia cząstek wydzieleń oraz ujednorodnienia roztworu. Zwykle materiał nagrzewany jest do temperatury nieznacznie niższej od temperatury solidusu w celu zwiększenia szybkości ujednorodnienia.
- Przesycanie oziębienie stopu z odpowiednią szybkością, aby uzyskać roztwór przesycony.
- 3) Starzenie wytrzymanie stopu w temperaturze otoczenia (starzenie naturalne lub samorzutne) lub w podwyższonej temperaturze (starzenie przyspieszone), dzięki czemu dochodzi do utworzenia wydzieleń w przesyconym roztworze. Zazwyczaj początkowo wydzielają się fazy przejściowe, inaczej zwane również fazami metastabilnymi, które zostają przekształcone w fazę stabilną poprzez oddziaływanie wysokiej temperatury lub poprzez długi czas starzenia.

Optymalną obróbkę cieplną, po której stop Inconel 738 LC osiąga najlepsze właściwości składa się z następujących etapów:

• I etap Przesycanie: Podgrzewanie w próżni do 1120 °C ± 15 °C, wygrzewanie przez 1-2h.

Chłodzenie w atmosferze argonu do 800°C z krokiem 20-70 °C /min, a następnie z dowolną prędkością do temperatury pokojowej

• II etap Starzenie - Podgrzewanie w próżni lub w powietrzu do 850 °C  $\pm$  15 °C, wygrzewanie od 4 do 24h.

Chłodzenie w atmosferze argonu lub na powietrzu do temperatury pokojowej.

Taka obróbka cieplna zapewnia bimodalny rozkład wydzieleń  $\Upsilon'$  występujących zarówno w formie kulistej o średniej średnicy 0.1 µm oraz prostopadłościennej ze średnią długością ścian 0.45 µm.

#### 3.5.2 WYTWARZANIE POWŁOK I WARSTW

Techniki przyrostowe pozwalają na osiągniecie bardzo dobrych właściwości materiału, pomimo tego inżynierowej nadal starają się poprawić właściwości wytwarzanych w ten sposób części. Obecnie obserwujemy duży postęp w zakresie wytwarzania i zwiększania trwałości eksploatacyjnej wielu elementów konstrukcyjnych, jest on możliwy również dzięki wykorzystaniu technik nanoszenia cienkich powłok, często z twardych, odpornych na zużycie ceramik. W związku z zapotrzebowaniem na nowoczesne metody modyfikacji i ochrony powierzchni materiałów powstało wiele rodzajów powłok oraz technologii ich nanoszenia. Własności użytkowe wielu elementów nie zależą tylko od właściwości fizykochemicznych oraz wytrzymałościowych całego elementu, ale często od właściwości i struktury warstw powierzchniowych. Dzięki zastosowaniu wytrzymałej warstwy powierzchniowej, możemy wykorzystać tańszy materiał na rdzeń elementu, co pozwala znacząco zmniejszyć koszty [94]. Spośród wielu technik nanoszenia powłok, istotną rolę w praktyce przemysłowej odgrywają:

- Metody fizycznego osadzania powłok z fazy gazowej PVD (j. ang.: *physical vapour deposition*),
- Metody chemicznego osadzania powłok z fazy gazowej CVD (j. ang.: chemical vapour deposition),
- Metody hybrydowe, które wykorzystują wybrane cechy poszczególnych metod m.in.
   CVD i PVD, a także konwencjonalnej obróbki cieplno-chemicznej.

## 3.5.3 PRASOWANIE IZOSTATYCZNE NA GORĄCO (HIP)

Proces HIP (ang. Hot Isostatic Pressing) - prasowanie izostatyczne na gorąco to proces technologiczny polegający na ściskaniu materiału w atmosferze ochronnej gazu (helu lub argonu) pod działaniem ciśnienia izostatycznego do 200 MPa oraz wysokiej temperatury do 2000° C. Proces HIP opiera się na prawie Pascala. Pozwala na usunięcie wewnętrznej porowatości w materiałach metalowych, a także zagęszczenie proszków metalicznych, polimerowych, ceramicznych i kompozytowych w stanie stałym.

#### 3.6 PODSUMOWANIE – AKTUALNY STAN WIEDZY

Zajmując się tematyką związaną z technikami przyrostowymi można powiedzieć, że zauważalny rozwój badań nastąpił w 2017 roku, kiedy to zanotowano znaczny wzrost publikacji związanych z tą tematyką, ponad tysiąc zrecenzowanych artykułów w Science Direct po wyszukaniu hasła "additive manufacturing". W większości były to jednak ogólne analizy procesu drukowania jak w przypadku artykułu S.S. Babu et al. [95], gdzie omówiono możliwości innowacji oraz wyzwań dla superstopów na bazie niklu.

Można również znaleźć badania, które dotyczą prac nad nowymi stopami, które mogą być wykorzystane w technikach przyrodniczych jak te prowadzone przez chiński zespół Qun Yu [96]. Głownie skupili się oni na zbadaniu wpływu Cr na właściwości stopu i możliwości ich wykorzystania w technikach AM.

Dostępne są również liczne doniesienia o badaniach związanych z badaniami nadstopów na bazie niklu jak np. Inconel 718. Jedną z istotnych publikacji jest praca Dongyun Zhang et al. w której porównują oni mikrostrukturę oraz właściwości mechaniczne stopu Inconel 718 wytworzonych metodą SLM oraz stopu odlewanego [97]. Z ich badań wynika, że materiał wytworzony metodą SLM po odpowiedniej obróbce cieplnej osiąga lepsze właściwości od materiału odlewanego.

Jednym z najważniejszych artykułów dotyczących druku 3D stopu Inconel 738 jest publikacja Stefana Kleszczyńskiego [98] z 2013 roku nt. wpływu błędów procesu topienia laserowego na właściwości mechaniczne, która w znacznym stopniu pozwoliła na ustalenie parametrów procesu drukowania. Kolejnymi publikacjami, które pomogły w procesie ustalania parametrów wydruku były wyniki badań Pavel'a Hanzl'a et al. [99], którzy opublikowali swoje wnioski w 2014 roku nt. wpływu parametrów procesu na właściwości mechaniczne elementów SLM.

Pierwsze prace dotyczące wytwarzania części z Inconel 738 metodami przyrostowymi zostały opublikowane w 2019: T. Guraya et. al. [100] podzielili się oni swoimi spostrzeżeniami nt. mikrostruktury Inconel 738LC formowanego w procesie SLM. Według nich najlepsze wyniki osiągnęli przy kombinacja parametrów: P=270 W, v=1050 mm/s, h=90 µm, t=40 µm i  $\sigma=70$  µm.

Natomiast A. Ramakrishnan oraz G.P. Dinda [101] w swoich badaniach zajęli się analizą technologii DMD. Jak wynika z tych badań mikrostruktura powstałego materiału to dendryty kolumnowe, które rosną epitaksjalnie. Formacja pęknięć spowodowana jest wystąpieniem filmu cieczy wzdłuż granicy ziaren. Powoduje to spadek plastyczności oraz wzrost naprężeń na

granicy ziaren co powoduje pękanie materiału. Dodatkowo zaobserwowano, że znaczny wpływ na podatność na pęknie ma obecność wytraceń  $\Upsilon$  '.

Zespołem, który zajął się zagadnieniem analizy powstawania pęknięć w drukowanym stopie INC738LC jest zespół Xiaoqiang Zhang et al. [102]. Dzięki ich badaniom możemy dowiedzieć się, że pęknięcia są zwykle zorientowane w centralnej części próbek i propagują w górę wzdłuż granicy ziaren. Podczas procesu LMD występuję utlenianie granic ziaren, powstają tlenki aluminium, co w konsekwencji zwiększa propagację pęknięć, z tego względu warto zadbać o atmosferę ochronną podczas procesu LMD.

W pracy H. Wang et al. [103] naukowcy z Uniwersytetu z Shenzhen na przykładzie łopatki do turbiny wytworzonej metodą SLM starali się zniwelować do minimum wady występujące w drukowanym stopie Inconel 738. Z ich badań wynika, że największy wpływ ma moc lasera oraz szybkość skanowania, a także obróbka po procesowa: zastosowanie HIP oraz 2-etapowej obróbki cieplnej.

Najnowsze doniesienia naukowe z 2021 roku dotyczą nowych strategii drukowania, jak również możliwości drukowania hybrydowego ze stopu Inconel 738 oraz Inconel 718.

Obecny stan badań związanych z technikami przyrostowymi obejmuje głównie przegląd technik, badania nad możliwościami modyfikacji procesu w celu uzyskania lepszych wyników, a także wykorzystania nowych materiałów metalowych. Jednak wciąż jest niewiele publikacji nt. drukowania ze stopu Inconel 738LC.

## 3.7 WYMAGANIA I POTRZEBY RYNKU

Rezultatem prowadzonych w doktoracie badań będzie innowacja procesowa dotycząca opracowania wytycznych technologicznych wytwarzania części do silnika tłokowego metodą wydruku 3D. W ramach pracy zostanie podjęta próba wytworzenia części do silnika tłokowego metodą wydruku 3D - ustalenie parametrów procesu wydruku, opracowanie warunków obróbki cieplnej, a także próba nałożenia warstwy ochronnej metodą dyfuzyjną. Celem badań jest połączenie wielu technik inżynierskich, tak aby otrzymać jak najlepszy materiał do zastosowań w warunkach wysokiej temperatury jakie panują w układach spalania silników tłokowych. Sam proces wydruku jest bardzo skomplikowany i uzależniony od wielu parametrów tj. rodzaj materiału, rodzaj proszków, typ maszyny i wiele innych. W czasie realizacji badań zamierza się wykorzystać materiał trudno spawalnymi jakim bez wątpienia jest Inconel 738LC. Stanowi to duże wyzwanie, ale z własnych badań wstępnych wynika, że może zakończyć się powodzeniem.

## 4. CEL I ZAKRES PRACY

Celem badań jest opracowanie wytycznych technologicznych wykonania elementu silnika tłokowego (komora spalania wstępnego) metodą wydruku 3D z nadstopu Inconel 738LC (INC738LC). Postawione do realizacji zadanie jest odpowiedzią na potrzeby firmy GE oraz reakcją na światowy trend wdrażania nowych technologii w obszarze technik przyrostowych. Planuje się wykonanie części przed - komory spalania z nadstopu Inconel 738LC, aby otrzymać jak najlepszy produkt do zastosowań w warunkach wysokiej temperatury jakie panują w układach spalania silników tłokowych.

Zakres prac obejmuje:

- ustalenie parametrów procesu wydruku dla INC738LC,
- wytworzenie części do silnika tłokowego metodą druku 3D,
- opracowanie warunków po-procesowej obróbki cieplnej,
- przeprowadzenie procesu izostatycznego ściskania,
- wytworzenie żaroodpornej warstwy ochronnej na bazie faz międzymetalicznych z układu Ni-Al.

Schemat zaplanowanych eksperymentów zestawiono na rysunku 26.

Planuje się wykonanie następujących badań:

- Badania mikrostrukturalne,
  - Mikrostruktura,
  - Pomiar gęstości,
- Badanie tekstury,
- Wyznaczenie naprężeń resztkowych,
- Badania właściwości mechanicznych,
  - Pomiar twardości,
  - Wyznaczenie parametrów wytrzymałościowych,
- Badania żaroodporność.



*Rys. 26 Schemat zaplanowanych do wykonania prac eksperymentalnych i prac badawczych* 

### 5. BADANY MATERIAŁ

Przedmiotem badań był stop Inconel 738LC. Jego skład chemiczny został podany w tabeli 13, dla porównanie w tabeli podano również skład nadstopu wytwarzanego metodą konwencjonalną. Do badań wykorzystano proszek komercyjny z firmy Höganäs Germany GmbH.

Uzyskane wyniki badań na materiale drukowanym ze stopu INC738LC odniesiono do właściwości użytkowych tego stopu w stanie odlewanym – stan referencyjny. Odniesienie to wynika z decyzji firmy GE o zastąpieniu dotychczas stosowanego materiału (Nimonic81) przez nadstop INC738LC- patrz rozdział 3.1.2.

Charakterystyka Chemiczna [udział masowy w %]				
	INC738L	.C proszek	INC konwenc	738LC jonalny
Pierwiastek	Min	Max	Min	Max
Cr	15.7	16.3	15.7	16.3
Со	8.0	9.0	8.0	9.0
Al	3.2	3.7	3.2	3.7
Ti	3.2	3.7	3.2	3.7
W	2.4	2.8	2.4	2.8
Мо	1.5	2.0	1.5	2.0
Та	1.5	2.0	1.5	2.0
Nb	0.6	1.1	0.6	1.1
С	0.06	0.13	0.15	0.2
Zr	0.015	0.08	0.05	0.15
В	0.007	0.012	0.005	0.015
Fe		0.50		0.50
Mn		0.20		0.20
Ν		0.020		
0		0.030		
Р		0.015		
S		0.015		0.015
Si		0.10		0.30
Ni	res	szta	re	eszta

Tab. 13 Charakterystyka chemiczna INC738LC

Proszek przed rozpoczęciem druku 3D został poddany analizie wielkości cząstek. Pomiary wykonano przy użyciu analizatora cząstek metodą rozpraszania laserowego LD-950 wg PN-EN 24497, ISO 4497. Wyniki rozkładu wielkości cząstek proszku przedstawiono na rysunku 27. Przeprowadzone pomiary pokazały, że średnia wielkość cząstek dla 100g proszku to ok. 26 µm. Dodatkowo z analizy wynika, że zakres wielkości cząstek mieści się między 22,8 µm a 34,3µm, a ok. 75% cząstek ma średnicę 29,9 µm.



Rys.27 Wykres rozkładu wielkości cząstek proszku INC738LC użytego do badań

W trakcie procesu wydruku sterowano trzema parametrami: moc lasera, prędkość skanowania wiązki lasera oraz odległość między kolejnymi warstwami [112]. Zaprojektowano własny DOE (Design of Experiment) oparty na maksymalnych wartościach wymienionych parametrów dla drukarki 3D EOS M100. Wykorzystano minimalną, maksymalną oraz pośrednią wartość parametrów, a następnie utworzono ich losowe kombinacje. Cały proces drukowania wykonano przy użyciu drukarki EOS M100 na Wydziale Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej. W procesie wykorzystano technikę podwójnego spiekania. Wstępne spiekanie przeprowadzono z niewielką mocą lasera 75 W, a następnie spiekanie właściwe z różnymi parametrami mocy 20÷150 W, prędkości 100÷1100mm/s oraz odległości między kolejnymi warstwami 20÷60µm. Próbki zostały wyselekcjonowanie w zbudowanym na potrzeby tego projektu DOE. Wszystkie parametry zostały przedstawione w tabeli 14. W celu łatwiejszej identyfikacji próbek dla wszystkich parametrów została obliczona objętościowa gęstość energii ze wzoru [117]:

$$\mathbf{E} = \frac{P}{\nu * h * t} \left[ \frac{J}{mm^3} \right] \tag{3}$$

$$\forall = \frac{1000 * pd}{et} \left[\frac{mm}{s}\right]$$
 (4)

gdzie:

v= szybkość skanowania [mm/s],

P= moc lasera [W],

t= grubość warstwy [mm],

h= odległość między liniami skanowania,

et= czas naświetlania [µs],

pd= odległość między punktami skanowania [µm].

Następnie proszek wykorzystano do wydrukowania serii próbek. Kształt oraz wymiary zastosowanych próbek przedstawiono na rysunku 28. Część próbek została wyeliminowana już na samym początku procesu wydruku ze względu na skrajne wartości objętościowej gęstości energii (w tabeli 14 zostały oznaczone na żółto). Natomiast kolejna grupa parametrów została wyeliminowana już w trakcie samego procesu wydruku ze względu na powstawanie porów na powierzchni materiału co groziło uszkodzeniem noża drukarki i nie pozwalało na wydrukowanie próbek przy założonych parametrach - te próbki w tabeli 14 oznaczono kolorem czerwonym. W pierwszej części badań skupiono się na opracowaniu parametrów druku 3D, przy których INC738LC wykazuje najlepsze właściwości. Ten etap posłużył do opracowania parametrów wydruku, dla których w późniejszej części badań przeprowadzono analizę wpływu obróbki po-procesowej na właściwości materiału drukowanego INC738LC, a w końcowym etapie pozwoliło na wydrukowanie finalnego elementu według projektu CAD przedstawionego na rysunku 29.

v [mm/s]	P [W]	h [μm]	$\mathbb{E}\left[\frac{J}{mm^3}\right]$
1100	20	60	15.2
1100	20	40	22.7
600	20	60	27.8
600	20	40	41.7
1100	20	20	45.5
1100	85	60	64.4
600	20	20	83.3
1100	85	40	96.6
1100	150	60	113.6
850	120	60	117.6
600	85	60	118.1
100	20	60	166.7
1100	150	40	170.5
600	85	40	177.1
350	50	40	178.6
1100	85	20	193.2
600	150	60	208.3
100	20	40	250.0
600	150	40	312.5
1100	150	20	340.9
600	85	20	354.2
400	60	20	375.0
100	20	20	500.0
600	150	20	625.0
100	85	60	708.3
100	85	40	1062.5
100	150	60	1250.0
100	150	40	1875.0
100	85	20	2125.0
100	150	20	3750.0

Tab. 14 Wartości parametrów druku w DOE



Rys.28 Kształt próbki do badań



Rys.29 Model CAD drukowanego elementu

# 6. OBRÓBKA PO-PROCESOWA

Materiał drukowany wymaga obróbki po-procesowej tj. obróbka cieplna [113,114], a także HIP (ściskanie izostatyczne na gorąco) [115] w celu poprawy jego jakości - zwiększenie gęstości materiału. Wydrukowane próbki poddano kilku-etapowej obróbce cieplnej, która polegała na:

• I etap- Rekrystalizacja: Podgrzewanie w próżni do 400 °C  $\pm$  25 °C z krokiem 10 °C /min, wygrzewanie przez 1-2h. Następnie podgrzewanie do 1050 °C  $\pm$ 10 °C z krokiem 30-40 °C /min, wygrzewanie przez 0.5-2h. Dalsze podgrzewanie do 1200 °C  $\pm$  10 °C z krokiem 5 °C /min, wygrzewanie przez 3-3.5h.

Chłodzenie w atmosferze argonu do 1100 °C z krokiem 15-40 °C /min, a następnie z dowolnym krokiem do temperatury pokojowej.

II etap- Przesycanie: Podgrzewanie w próżni do 1120 °C ± 15 °C, wygrzewanie przez 1-2h.

Chłodzenie w atmosferze argonu do 800°C z krokiem 20-70 °C /min, a następnie z dowolnym krokiem do temperatury pokojowej.

• III etap- Starzenie: Podgrzewanie w próżni do 850 °C  $\pm$  15 °C, wygrzewanie od 4 do 24h.

Chłodzenie w atmosferze argonu do temperatury pokojowej.

Próbki poddano również procesowi HIP (ściskanie izostatyczne na gorąco) według norm obowiązujących w GE:

- ściskanie pod ciśnieniem 100 MPa, w temperaturze 1200 °C przez 3-5 godzin.
- Wolne chłodzenie w autoklawie do 650 °C, a następnie z dowolną prędkością do temperatury pokojowej.

Po procesie ściskania izostatycznego na gorąco ponownie wykonano obróbkę cieplną (przesycanie + starzenie). W etapie końcowym wytworzono warstwę ochronną bogatą w fazę międzymetaliczną NiAl metodą CVD. Proces aluminiowania realizowano w atmosferze gazowej AlCl<sub>3</sub> i H<sub>2</sub> w temperaturze 1040°C. Warstwy wytworzono w Laboratorium Badań dla Przemysłu Lotniczego Politechniki Rzeszowskiej przy wykorzystaniu aparatu BPXPR0325S firmy IonBond (rysunek 30).



Rys. 30 Schemat procesu nakładania warstwy metodą CVD [116]

#### 7. METODYKA BADAŃ

W badaniach wykorzystano techniki mikroskopii świetlnej. Badania te pozwoliły na obserwację mikrostruktury oraz pomiar gęstości porów z wykorzystaniem metody analizy obrazu. Wykorzystano również skaningową mikroskopię elektronową, która pozwoliła na identyfikację fazy Y'. Wykonano również pomiar naprężeń resztkowych metodą dyfrakcji rentgenowskiej, a także badania tekstury. Przeprowadzono badania wytrzymałości na rozciąganie w celu zweryfikowania, czy element posiada odpowiednie właściwości do pracy w podwyższonej temperaturze.

Obserwacje mikrostruktury przeprowadzono przy użyciu mikroskopu świetlnego Keyence VHX 5000. Dodatkowo przeprowadzono obserwacje fazy Y' przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego FEI Nova NanoSEM 450 (STEM). Nałożona w końcowym etapie warstwę ochronną zweryfikowano przy pomocy badania EDS (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer) przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego firmy Zeiss.

W celu analizy właściwości mechanicznych materiału wykonano pomiar twardości metodą Vickersa HV1 przy obciążeniu 1kg według normy: PN-EN ISO 6507-1. Dla każdej próbki wykonano po 3 pomiary w równych odległościach wynoszących 3 mm. Do pomiaru twardości tego materiału użyto siły 9,807 N.

Wykonana została również próba statycznego rozciągania w temperaturze pokojowej, a także w podwyższonej równej 650°C przy użyciu maszyny wytrzymałościowej Zwick Roell 005 - 5 kN.

Próbki zostały również poddane badaniom naprężeń resztkowych i tekstury przy użyciu dyfraktometru rentgenowskiego firmy Bruker D8 Discover stosując filtrowane promieniowanie Co Kα. Na podstawie zmierzonych figur biegunowych dla każdej próbki obliczono funkcje rozkładu orientacji (FRO) i dokonano ilościowej oceny udziałów głównych składowych tekstury.

Badania żaroodporności wykonano stosując tzw. metodę niemiecką, która polega na utlenianiu próbek metalu przez 120h w 1100°C.

Gotowy element został zeskanowany przy użyciu skanera 3D Blue Light Scanner STEINBICHLER COMET L3D 8 i porównany z modelem CAD elementu, w celu potwierdzenia poprawności wymiarowych.

50

## 7.1 MIKROSKOPIA ŚWIETLNA

Obserwacje przeprowadzono na zgładach metalograficznych. Zainkludowane w żywicy przewodzącej próbki wyszlifowano na papierach ściernych o ziarnie od 180 do 1200 µm. Następnie zgłady zostały wypolerowane zawiesiną diamentową. Przygotowane w ten sposób zgłady zostały wykorzystane do wykonania obserwacji mikrostruktury. Analizę porowatości przeprowadzono na próbkach w stanie nietrawionym. Na podstawie zdjęć mikrostruktury obliczono stosunek objętości porów do całkowitej objętości materiału wg wzoru:

$$P = \frac{v_p}{v_p + v_s} \tag{5}$$

gdzie:

v<sub>p</sub> - objętość właściwa porów,

v<sub>s</sub> - objętość właściwa materiału stałego.

W celu ujawnienia mikrostruktury materiału drukowanego zastosowano trawienie w roztworze, którego skład podano w tabeli 15. Natomiast w celu obserwacji mikrostruktury po obróbce cieplnej próbki zastosowano wytrawienie w roztworze Kalling's (skład w tabeli 16). W kolejnym etapie próbki po obróbce cieplnej zostały ponownie wypolerowane i wytrawione 50 % roztworem kwasu molibdenowego w celu identyfikacji fazy Υ'.

Roztwór	Substancja	ilość	
	HC1 35%	150 ml	
brak nazwy	HNO3 65%	100 ml	
	CH3COOH 99.5%	100 ml	

Tab. 15 Skład roztworu do trawienia drukowanego INC738LC (wytworzony na Politechnice Warszawskiej)

### Tab. 16 Skład roztworu Kallings'a

Roztwór	Substancja	ilość
	CuCl2	5 g
Kalling's	kwas chlorowodorowy	100 ml
	Etanol	100 ml

Badania mikroskopowe wykonano przy pomocy mikroskopu świetlnego Leica DM4000 M LED/6000 M. Obserwacje odbyły się w jasnym polu widzenia, w celu jak najlepszego zobrazowania mikrostruktury. W czasie obserwacji korzystano z kilku powiększeń, jednak ostatecznie do analizy użyto zdjęć wykonanych przy jednakowym powiększeniu (500x).

## 7.2 SKANINGOWA MIKROSKOPIA ELEKTRONOWA

Badania przeprowadzono na trawionych roztworem kwasu molibdenowego zgładach metalograficznych przy pomocy skaningowego mikroskopu elektronowego firmy FEI Nova NanoSEM 450 oraz Zeiss. Skaningowy mikroskop elektronowy pozwala na uzyskanie obrazów o rozdzielczości 0.1- 0.05 nm, czyli ponad cztery tysiące razy lepszą od tej możliwej do uzyskania za pomocą typowego mikroskopu świetlnego. W trakcie badania wiązka elektronowa skanuje wybrany obszar linia po linii, rejestrując sygnały emitowane przez próbkę. Jest to jedno z dokładniejszych badan, które przydatne jest do obserwacji bardzo małych elementów mikrostruktury tj. faza Υ ', czy składu chemicznego badanego materiału dzięki analizie EDS. Obserwacje mikrostruktury prowadzone przy napięciu przyspieszającym wiązkę elektronów 20 kV w modzie SE (secondary electrons). Analizę składu chemicznego w mikroobszarach wykonano metodą EDS (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer) przy napięciu przyspieszającym wiązkę elektronów 20 kV.

## 7.3 DYFRAKCJA PROMIENI RTG

#### 7.3.1 ANALIZA FAZOWA

Zapisy dyfrakcyjne wykonano w temperaturze pokojowej na dyfraktometrze rentgenowskim firmy Bruker D8 Advance przy użyciu filtrowanego promieniowania Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 0.154$  nm) i w konfiguracji wiązki równoległej. Pomiary prowadzono w układzie ( $\omega$ -2 $\theta$ ), przy czym kąt  $\omega$  między kierunkiem padania wiązki, a powierzchnią próbki był stały podczas pomiaru i wynosił 2°. Dyfraktogramy XRD rejestrowano odpowiednio w zakresie 2 $\Theta$  od 20° do 100°, przy wielkości kroku 0,05° i czasie akwizycji wynoszącym 5 sekund. Następnie analizę otrzymanego widma przeprowadzono przy użyciu oprogramowania Bruker EVA i bazy danych PDF-2. Analiza została wykonana dla wytworzonej warstwy ochronnej A1 – Ni.

#### 7.3.2 **BADANIE TEKSTURY**

Ilościowa analiza tekstury została wykonana na podstawie trzech niekompletnych figur biegunowych (111), (200), (311). Pomiarów dokonano za pomocą dyfraktometru rentgenowskiego firmy Bruker D8 Discover stosując filtrowane promieniowanie Co Kα. Na podstawie zmierzonych figur biegunowych dla każdej próbki obliczono funkcje rozkładu orientacji (FRO) i dokonano ilościowej oceny udziałów głównych składowych tekstury.

Analiza tekstury została wykonana dla trzech próbek:

- materiał INC738LC odlewany wytwarzany metodą konwencjonalną przez odlewanie precyzyjne,
- próbka po druku 3D,
- próbka po druku 3D, obróbce cieplnej i z wytworzoną warstwą ochronną Al Ni.

#### 7.3.3 BADANIA NAPREŻEŃ RESZTKOWYCH

Pomiary naprężeń resztkowych zostały wykonane metodą  $\sin^2 \psi$  w Instytucie Lotnictwa przy wykorzystaniu aparatu Bruker D8 Discovery. W przypadku technologii przyrostowych, główną przyczyną powstania naprężeń resztkowych jest oddziaływanie wiązki laserowej na materiał.

W zależności od szybkości zmian (w funkcji odległości w próbce) naprężeń resztkowych, wyróżniamy ich trzy składowe:

III ij II ij I 
$$\sigma_{ij} = \sigma_{ij} + \sigma + \sigma$$
 (6)

Człony po prawej stronie noszą nazwy odpowiednio naprężeń I, II i III rzędu. Naprężenia I rzędu reprezentują człon stały w badanej, dużej części próbki, a często w całej próbce (ich wartość nie zależy od położenia w materiale). Naprężenia II rzędu to człon zmieniający się od ziarna do ziarna, natomiast naprężenia III rzędu to człon zmieniający się wewnątrz poszczególnych ziaren.

W przypadku materiałów drukowanych mamy do czynienia głownie z naprężęniami III rzędu.

## 7.4.1 POMIAR TWARDOŚCI

Pomiary twardości wykonano metodą Vickersa przy użyciu twardościomierza Zwick Zhu zgodnie z normą PN-86/H-04360. Użyto obciążenia 1 kG (9,81 N), a czas działania siły obciążającej wgłębnik wynosił 10 sekund. Pomiar został wykonany w trzech różnych miejscach. Schemat pomiaru przedstawiono na rysunku 31.



Rys. 31 Schemat badania twardości metodą Vickers'a

## 7.4.2 STATYCZNA PRÓBA ROZCIĄGANIA

Statyczna próbę rozciągania przeprowadzono w dwóch temperaturach: pokojowej oraz podwyższonej 650°C w celu sprawdzenia właściwości materiału w temperaturze zbliżonej do temperatury pracy elementu. Badania rozpoznawcze (wstępne) przeprowadzono w temperaturze pokojowej na próbkach przedstawionych na rysunku 32. Próbki rozciągano przy użyciu maszyny wytrzymałościowej MTS 858, zastosowano obciążenie 25 kN. Natomiast docelowe badania w podwyższonej temperaturze 650°C przeprowadzono na próbkach

znormalizowanych, spełniających wymagania przedsiębiorcy (firmy GE) i temperaturze zbliżonej do temperatury pracy komory wstępnego spalania w silniku (rysunek 33).



*Rys.32 Wymiary próbki użytej do badań wytrzymałości na rozciąganie w temperaturze pokojowej* 



*Rys.33 Wymiary próbki użytej do badań wytrzymałości na rozciąganie w temperaturze* 650 °*C* 

# 7.5 PRASOWANIE IZOSTATYCZNE NA GORĄCO (HIP)

Proces HIP (ang. Hot Isostatic Pressing) został przeprowadzony w Instytucie Ceramiki i Materiałów Budowlanych w Warszawie według norm obowiązujących w firmie GE tzn. ściskanie pod ciśnieniem 100 MPa, w temperaturze 1200 °C przez 3-5 godzin. Następnie wolne chłodzenie w autoklawie do 650 °C i później z dowolną prędkością do temperatury pokojowej. Na rysunku 34 przedstawiono wykres zarejestrowany podczas procesu ściskania izostatycznego (ciśnienie: 100 MPa, temperatura 1200 °C).



Rys. 34 Wykres procesu HIP

# 7.6 BADANIA ŻAROODPORNOŚCI

Badanie żaroodporności przeprowadzono zgodnie z tzw. metodą niemiecką, która polega na utlenianiu próbek metalu przez 120h, poprzez wykonanie pięciu 24 godzinnych cykli. Próbki wkładano do pieca nagrzanego do temperatury 1100°C i chłodzono w temperaturze otoczenia (wyjmowano z pieca nagrzanego do temperatury 1100°C). Szybkość korozji wyznaczono na podstawie ubytku/przyrostu masy metalu po zakończeniu każdego cyklu utleniania. Średnią szybkość procesu korozji, V, obliczono według następującego wzoru:

$$V = (G_0 - G_k) / 120 \cdot A$$
 (7)

gdzie:

G<sub>0</sub> i G<sub>k</sub> – masa próbki przed i po utlenieniu [g],

A – powierzchnia próbki [m<sup>2</sup>].

Według wyżej wymienionej normy należy przyjąć, że granica żaroodporności materiału, czyli maksymalna temperatura, w której dany materiał może pracować odpowiada szybkości utleniania nie przekraczającej 1 gm<sup>-2</sup>h<sup>-1</sup>.

# 8.1 OPTYMALIZACJA PARAMETRÓW WYDRUKU

W pierwszej części badań skupiono się na opracowaniu wstępnych parametrów druku 3D dla których nadstop niklu INC738LC posiada najmniejszą ilość wad, a także wysoką twardość.

# **BADANIA MIKROSTRUKTURALNE**

Przeprowadzono obserwację próbek nietrawionych w celu ujawnienia wad materiału tj. pory, pęknięcia, nieroztopione ziarna proszku. Na tej podstawie, została wyselekcjonowana z nich grupa próbek do dalszych badań. Na rysunku 35 przedstawiono obrazy próbek drukowanych przy różnych parametrach.





Rys. 35 Obrazy INC738LC drukowanego przy różnych parametrach (powiększenie x100)

Przeprowadzona analiza ujawniła, że najczęstszym defektem obserwowanym w próbkach drukowanych były: nieroztopione ziarna proszku, pęknięcia na powierzchni i wewnątrz próbki oraz pory. Zauważono, że ilość wad maleje wraz ze wzrostem mocy lasera. Największą ilość porów oraz mikropęknięć zaobserwowano przy mocy lasera 85 W, a materiał praktycznie bez wad otrzymano dla największej mocy lasera tzn. 150W.

Następnie w celu dodatkowej weryfikacji przeprowadzono obserwacje mikrostruktury czterech próbek drukowanych przy różnych parametrach w stanie trawionym przed i po obróbce cieplnej. Zdjęcia przedstawiono na rysunku 36.

a) Moc lasera: 85 W, prędkość skanowania: 1100 mm, odległość między warstwami skanowania: 60 µm



 b) Moc lasera: 120 W, szybkość skanowania: 850mm, odległość między warstwami skanowania: 60 μm



*c)* Moc lasera: 150 W, szybkość skanowania: 1100mm, odległość między warstwami skanowania: 60 μm



*d) Moc lasera: 50 W, szybkość skanowania: 350 mm, odległość między warstwami skanowania: 40 μm* 



Rys. 36 Obraz mikrostruktury próbek przed i po obróbce cieplnej

Na obrazach bezpośrednio po druku 3D ujawniono charakterystyczne warstwy (jeziorka), natomiast mikrostruktura po obróbce cieplnej charakteryzuje się kierunkowością ziaren. To badanie potwierdziło obserwacje przeprowadzone w stanie nietrawionym. Również mikrostruktura po trawieniu ujawniła pewne wady materiału jak: mikropęknięcia, pory, nieprzetopione ziarna proszku. Najmniejszą ilość wad posiada materiał drukowany przy mocy lasera: 150 W, szybkość skanowania: 1100 mm/s oraz odległość między warstwami skanowania: 60 µm.

#### **TWARDOŚĆ**

Pomiary twardości przeprowadzone na serii próbek drukowanych przy zastosowaniu różnej mocy lasera przedstawiono na rysunku 37. Otrzymane wyniki twardości wskazują na wprost proporcjonalną zależność twardości materiału od mocy lasera.



Rys. 37 Wykres zależności twardości od mocy lasera

## POMIARY GESTOŚCI

Pomiar porowatości przeprowadzono dla czterech wybranych próbek o różnych wartości mocy lasera w stanie nietrawionym. Rysunek 38 przedstawia wykres zależności porowatości materiału od zastosowanej mocy lasera.



Rys. 38 Zależność porowatości od mocy lasera

Otrzymane wyniki wykazały, że najmniejszą ilość porów otrzymano po zastosowaniu objętościowej gęstości energii ok 100 J/mm<sup>3</sup>. Jest to zgodne z tym co zaobserwowali naukowcy w Uniwersytety w Essen - mianowicie przy energii 100 J/mm<sup>3</sup> znacznie spada porowatość, a rośnie wytrzymałość na rozciąganie materiału [98]. Przy energii 113 J/mm<sup>3</sup> wyznaczono porowatość na poziomie 0.01%. Natomiast największą porowatość - ok 1.63% obserwujemy dla próbki drukowanej przy niskiej wartości energii tj. 65 J/mm<sup>3</sup>- rysunek 38.

## **PODSUMOWANIE OPTYMALIZACJI**

Na podstawie przeprowadzonych badań wyznaczono parametry wydruku przy których przewiduje się uzyskanie najlepszych właściwości drukowanego materiału. Do dalszych badań wykorzystano, więc następujące parametry druku:

- v=1100 mm/s,
- P=150 W,
- h=60 μm

Posłużą one do wytworzenia badanego elementu (przed komory spalania) oraz próbek do charakterystyki jego właściwości.

#### **OCENA WYDRUKU**

Po procesie drukowania finalnego elementu wykonano jego skan 3D w celu oceny jakości wydruku. Na rysunku 39 przedstawiono wyniki analizy.



*Rys.* 39 Skan 3D wydrukowanej komory spalania wstępnego o wymiarach rzeczywistych (1:1) w porównaniu do modelu CAD

Z porównania skanu wydrukowanego elementu do modelu CAD wynika, że podczas druku 3D wytworzono element o bardzo zbliżonej geometrii do modelu CAD. Największe różnicę zaobserwowano w górnej części elementu (-1.667 mm), gdzie znajdowały się podpory i należało je usunąć poprzez cięcie laserowe. W podstawie elementu wydruk okazał się bardzo dokładny. Przeważająca część elementu wykazuje dokładne dopasowanie do modelu CAD (rysunek 39). W związku z tym możemy wnioskować, że wydruk 3D okazał się bardzo precyzyjny, a powstałe różnice w geometrii elementu wynikają z konieczności zastosowania wykańczającej obróbki mechanicznej.

## 8.2 BADANIA MIKROSTRUKTURY

W dalszej części badań przy użyciu mikroskopu świetlnego została wykonana analiza mikrostruktury dla próbek po druku 3D po różnej obróbce po-procesowej. Obrazy mikrostruktury przedstawiono na rysunkach 40-43.
Dodatkowo przeprowadzono obserwacje mikrostruktury przy użyciu skaningowej mikroskopii elektronowej w celu ujawnieni fazy  $\Upsilon$  ', zdjęcia mikrostruktury widoczne są na rysunkach 44-47.

#### MATERIAŁ PO WYDRUKU

Na rysunku 40 przedstawiono mikrostrukturę nadstopu niklu INC738LC w płaszczyźnie druku XZ.



Rys. 40 Obraz mikrostruktury materiału po druku 3D

Składa się z charakterystycznych warstw (jeziorek). Zastosowane parametry druku 3D doprowadziły do wytworzenia drobnokrystalicznej, spójnej mikrostruktury, w której jeziorka nachodzą na siebie. Nie obserwowano mikropęknięć oraz pustych przestrzeni między jeziorkami przetopionego materiału. Widoczna głębokość jeziorek przetopionego materiału przewyższa grubość jednej warstwy użytego proszku i wynosi ok. 50 μm.

## STAN PO OBRÓBCE PO-PROCESOWEJ

Na rysunkach 41-43 przedstawiono obraz mikrostruktury stopu niklu INC738LC po druku 3D w płaszczyźnie XZ oraz różnej obróbce po-procesowej. We wszystkich przypadkach badana próbka charakteryzuje się strukturą kierunkową, nie zawiera mikropęknięć, porów ani rozwarstwień. Mikrostrukturę próbki nadstopu niklu INC738LC po obróbkach cieplnych i końcowej obróbce cieplno-chemicznej przedstawiono na rysunku 43. Nie stwierdzono wpływu procesu nanoszenia warstwy na mikrostrukturę nadstopu niklu INC738LC.



*Rys.41 Mikrostruktura próbki po druku 3D w płaszczyźnie XZ, obróbce cieplnej (przesycanie i starzenie)* 



Rys. 42 Mikrostruktura próbki po druku 3D w płaszczyźnie XZ, obróbce cieplnej (przesycanie i starzenie) oraz HIP



*Rys. 43 Mikrostruktura próbki po druku 3D w płaszczyźnie XZ, obróbce cieplnej (przesycanie i starzenie) oraz HIP i po procesie CVD* 

Mikrostrukturę próbek nadstopu niklu INC738LC po druku 3D w płaszczyźnie XZ i zastosowanej obróbce po-procesowej z ujawnioną fazą  $\Upsilon$  ' przedstawiono na rysunkach 44-47.



Rys. 44 Mikrostruktura próbki nadstopu niklu INC738LC po druku 3D w płaszczyźnie $X\!Z+obróbka$ cieplna



Rys. 45 Mikrostruktura próbki nadstopu niklu INC738LC po druku 3D w płaszczyźnie XZ + obróbka cieplna + CVD



Rys. 46 Mikrostruktura próbki nadstopu niklu INC738LC po druku 3D w płaszczyźnie XZ + obróbka cieplna +HIP



*Rys.* 47 Mikrostruktura próbki nadstopu niklu INC738LC po druku 3D w płaszczyźnie XZ + obróbka cieplna +HIP+ CVD

W przypadku mikrostruktury materiału po druku 3D oraz obróbce cieplnej widoczna faza  $\Upsilon$  ' ma sześcienny kształt, co może świadczyć o bardzo dobrej wytrzymałości materiału. Na zdjęciach widoczna jest również drobna faza wtórna  $\Upsilon$  '. Jak można zaobserwować na zdjęciach mikrostruktury przedstawionych na rysunkach 44-47 faza  $\Upsilon$  ' po procesie HIP oraz nałożeniu warstwy uległa rozrostowi. Dodatkowo część fazy uległa rozpuszczeniu. Nie jest już widoczne uszeregowanie fazy  $\Upsilon$  ', co wpływa na właściwości wytrzymałościowe materiału.

#### 8.3 BADANIA TEKSTURY

Ilościowa analiza tekstury została wykonana na podstawie trzech niekompletnych figur biegunowych (111), (200), (311). Pomiarów dokonano za pomocą dyfraktometru rentgenowskiego firmy Bruker D8 Discover stosując filtrowane promieniowanie Co K<sub> $\alpha$ </sub>. Na podstawie zmierzonych figur biegunowych dla każdej próbki obliczono funkcje rozkładu orientacji (FRO) i dokonano ilościowej oceny udziałów głównych składowych tekstury.

Analiza tekstury została wykonana dla trzech próbek (w ich środkowej części) na przekrojach równoległych do ściany wlewka (stan po odlewaniu) i do osi lasera (stan po drukowaniu 3D) na podstawie rejestracji pików od Ni.

Próbki oznaczono jako:

- ref materiał referencyjny (po odlewaniu),
- 3D stan po drukowaniu SLM,
- OC HIP CVD stan po drukowaniu, izostatycznym zagęszczaniu i nałożeniu warstwy stopu Al-Ni.

Wyniki badań przedstawiono w formie eksperymentalnych, niekompletnych figur biegunowych (CPF), obliczeniowych figur biegunowych po symetryzacji (RPF), a także funkcje rozkładu orientacji (FRO) wraz z wyliczonymi udziałami poszczególnych składowych tekstury.

#### **MATERIAŁ ODLEWANY**

Na rysunkach 48-49 przedstawiono otrzymane figury biegunowe (CPF) oraz figury obliczeniowe po symetryzacji (RPF) dla próbki ref (materiał referencyjny- materiał odlewany).



Rys. 48 Eksperymentalne, niekompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) dla ref.



Rys. 49 Kompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) dla próbki ref.

W przypadku stanu wyjściowego materiał posiada duże ziarna, w związku z tym uniemożliwia to wyznaczenie funkcji rozkładu.

#### MATERIAŁ PO DRUKU 3D

Na rysunkach 50-52 przedstawiono eksperymentalne figury biegunowe (CPF), figury obliczeniowe po symetryzacji (RPF), a także funkcje rozkładu orientacji (FRO) wraz z wyznaczonymi udziałami poszczególnych składowych – tabela 18.



*Rys. 50 Eksperymentalne, niekompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) próbka po druku 3D* 



Rys. 51 Kompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) próbka po druku 3D



Rys. 52 Funkcja rozkładu orientacji próbki po druku 3D

Na podstawie przeprowadzonych badań można stwierdzić, że w próbce po druku 3D powstała silna tekstura krystaliczna zajmująca <sup>3</sup>⁄<sub>4</sub> badanej objętości materiału - dominuje składowa (0 1 1) <1 0 0> zajmująca prawie połowę objętości materiału - tabela 18.

Oznaczenie składowej {hkl} <uvw></uvw>	Udział objętościowy składowej [%]
(0 1 1) <1 0 0>	49.0
(0 0 1) <1 -1 0>	27.0
Tło	24.0

Tab. 18 Udział objętościowy składowych tekstury dla próbki po druku 3D

# MATERIAŁ DRUKOWANY PO OBRÓBCE PO-PROCESOWEJ ORAZ Z NANIESIONĄ WARSTWĄ OCHRONNĄ

Badania tekstury wykonano dla próbki drukowanej po obróbce cieplnej oraz HIP z wytworzoną warstwą ochronna Ni-Al. Na rysunkach 53-55 przedstawiono eksperymentalne figury biegunowe (CPF), figury obliczeniowe po symetryzacji (RPF), a także funkcje rozkładu orientacji (FRO) wraz z wyznaczonymi udziałami poszczególnych składowych – tabela 19.



Rysunek 53 Eksperymentalne, niekompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) dla próbki OC HIP CVD



Rys. 54 Kompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) dla próbki OC HIP CVD



Rys. 55 Funkcja rozkładu orientacji dla próbki OC HIP CVD

Na podstawie przeprowadzonych badań można stwierdzić, że w próbce drukowanej po obróbce cieplnej i procesie nanoszenia warstwy ochronnej powstała silna tekstura krystaliczna zajmująca około 70% badanej objętości. Dominująca składowa tekstury jest rozmyta pomiędzy  $(0\ 0\ 1) < 1\ 0\ 0>$ , a  $(0\ 1\ 3) < 1\ 0\ 0>$ .

Oznaczenie składowej {hkl} <uvw></uvw>	Udział objętościowy składowej [%]
(0 1 3) <1 0 0>	19.0
(0 1 1) <1 0 0>	25.0
(1 0 1) <5 2 -5>	25.0
Tło	31.0

Tab.19 Udział objętościowy głównych składowych tekstury w próbce OC HIP CVD

Przeprowadzona analiza tekstury wskazuje, że zarówno w materiale referencyjnym (materiał odlewany) jak i po druku 3D wykształciła się silna tekstura krystalograficzna.

W materiale referencyjnym stwierdzono obecność silnej składowej zbliżonej do (111) <-2 -7 9>. Po drukowaniu (próbki oznaczone jako 3D) wykształciła silna tekstura krystaliczna typu Goss (0 1 1) <1 0 0> zajmująca prawie połowę objętości materiału oraz obrócona sześcienna (0 0 1) <1 -1 0> zajmująca 27% badanej objętości materiału. Obydwie składowe są charakterystyczne dla struktur odlewniczych i zrekrystalizowanych.

Materiał drukowany poddany końcowym zabiegom technologicznym (obróbce cieplnej, izostatycznym zagęszczaniu oraz obróbce powierzchniowej) nadal wykazuje silną

teksturę krystalograficzna, ale nieco odmienną od tej po drukowaniu. Ziarna o uprzywilejowanej orientacji zajmują podobną objętość (prawie 70 %) jednak rozproszone są wokół trzech składowych: Goss (0 1 1) <1 0 0> zajmującej dwukrotnie mniejszą objętość materiału w stosunku do stanu po drukowaniu, składową (1 0 1) <5 2 -5> i (0 1 3) <1 0 0> (każda po mniej więcej 20 % objętości). W przybliżeniu można przyjąć, że końcowa tekstura skupiona jest wokół orientacji (0 1 1) <u v w>, która zajmuje prawie <sup>3</sup>/<sub>4</sub> objętości materiału i charakteryzuje materiały zrekrystalizowane.

Analiza przeprowadzonej tekstury w materiale odlewanym i drukowanym (bez i po obróbce post-procesowej) wskazuje na silną obecność tekstury krystalograficznej w każdym przypadku. Silnie wykształcona tekstura (jedna składowa) typu (111) <u v w> dominuje w stanie odlanym. Po drukowaniu stwierdzono obecność składowych typu Goss i Sześciennej, które zajmują <sup>3</sup>/<sub>4</sub> objętości materiału. Obróbka post-procesowa materiału drukowanego doprowadziła do przebudowy tekstury. Podobną objętość materiału jak po drukowaniu zajmują składowe rozproszone wokół orientacji (0 1 1) <u v w>.

## 8.4 BADANIA NAPRĘŻEŃ RESZTKOWYCH

Pomiary naprężeń resztkowych przeprowadzono dla trzech próbek drukowanych z nadstopu INC38LC:

- próbka po druku 3D,
- próbka drukowana po obróbce cieplnej,
- próbka drukowana po obróbce cieplnej oraz procesie HIP.

W pierwszym kroku przeprowadzono analizę składu fazowego dla wszystkich próbek. Poza identyfikacją składników fazowych materiału badanego w kolejnych krokach, pomiar ten umożliwił wytypowanie rodzaju promieniowania rentgenowskiego jak również refleksu dyfrakcyjnego najodpowiedniejszego do realizacji pomiaru naprężeń. Pomiary składu fazowego zrealizowane zostały za pomocą promieniowania  $K_{\alpha_1}$  miedziowej lampy rentgenowskiej. Długość fali promieniowania wynosiła  $\lambda = 1.54$ Å. Ponadto na ścieżce wiązki padającej zastosowano soczewki ogniskujące promieniowanie rentgenowskie o długości 70 mm i średnicy 7 mm oraz filtr niklowy o grubości 0.02mm. Pomiar naprężeń zrealizowany został z wykorzystaniem promieniowania lampy miedziowej Cu oraz pików:

- dla hkl=133, 2θ=138.547° krotność płaszczyzn: 24,
- dla hkl=420,  $2\theta$ =147.307° krotność płaszczyzn: 24.

Zdecydowano zrealizować pomiar naprężeń w trzech punktach na powierzchni próbki ich rozkład przedstawiono w tabeli 20.

	<ul><li>Po druku 3D</li><li>Po obróbce cieplnej</li></ul>		Po obróbce cieplnej + HIP		
nr punktu ↓	x [mm]	y [mm]	x [mm]	y [mm]	
1	-17.5	0	-12.5	0	
2	0	0	0	0	
3	17.5	0	12.5	0	

Tab.20 Rozłożenie punktów pomiarowych

## MATERIAŁ PO DRUKU 3D

W wyniku przeprowadzenia analizy Rietvelda zidentyfikowano następujące fazy w materiale po druku 3D- tabela 21. Wynikowy dyfraktogram przedstawiono na wykresie- rysunek 56.

próbka	Faza	nr karty	struktura	stałe sieci z	stałe sieci po
	udział %	ICDD		karty ICDD	analizie [Å]
				[Å]	
	Cr <sub>0.5</sub> Ni <sub>0.5</sub>	04-004-	sześcienna	$a_0 = 3.591$	$a_0 = 3.585$
	77.8%	8469	FCC		
			Fm-3m		
D			225		
E E	Ni	01-077-	sześcienna	$a_0 = 3.581$	a <sub>0</sub> =3.582
ruk	22.2%	9326	FCC		
p c			Fm-3m		
P			225		

Tab. 21 Wyniki analizy fazowej



Rys. 56 Dyfraktogram wraz ze wskaźnikowaniem dla próbki po druku 3D

W próbce po druku 3D zaobserwowano dwie fazy o strukturze regularnej ścienne centrowanej: Cr<sub>0.5</sub>Ni<sub>0.5</sub> i Ni, o zbliżonych wartościach stałych sieciowych.

Wyniki pomiaru naprężeń dla próbki po druku 3D zamieszczono w tabeli 22.

nr punktu		1		2		3	
$\rightarrow$							
	hkl	σ[MPa]	Δσ	σ [MPa]	Δσ	σ [MPa]	Δσ
	refleksu		[MPa]		[MPa]		[MPa]
$\varphi = 0$	133	498.2	97.4	503.8	41.0	608.5	71.0
kierunek osiowy	042	426.9	138.9	565.1	36.0	724.6	48.5
450	133	359.3	54.3	326.9	47.6	384.8	42.5
$\phi = 45^{\circ}$	042	-	-	374.8	42.0	342.7	57.8
$\phi = 90^{\circ}$	133	-	-	61.7	44.0	105.5	39.2
obwodowy	042	-	-	276.5	55.6	133.5	41.9

Tab. 22 Wyniki pomiaru naprężeń dla próbki po druku 3D

#### MATERIAŁ DRUKOWANY PO OBRÓBCE CIEPLNEJ

W wyniku przeprowadzenia analizy Rietvelda zidentyfikowano następujące fazy w materiale drukowanym po obróbce cieplej - tabela 23. Wynikowy dyfraktogram przedstawiono na wykresie- rysunek 57.

próbka	Faza	nr karty	struktura	stałe sieci z	stałe sieci po
	udział %	ICDD		karty ICDD	analizie [Å]
				[Å]	
. 57	Cr <sub>0.5</sub> Ni <sub>0.5</sub>	04-004-	sześcienna	$a_0=3.591$	$a_0 = 3.585$
lne	(p1)	8469	FCC		
iep	85.9%		Fm-3m		
e c			225		
pc	Cr <sub>0.24</sub> Ni <sub>2.9</sub>	04-016-	sześcienna	$a_0=3.5861$	a <sub>0</sub> =3.582
brć	<sub>6</sub> Al <sub>0.8</sub> (p2)	6835	BBC		
0 0	14.1%		Pm-3m		
P.			221		

Tab. 23 Wyniki analizy fazowej



*Rys. 57 Dyfraktogram wraz ze wskaźnikowaniem dla próbki drukowanej po obróbce cieplnej* 

Z analizy próbki po obróbce cieplnej wynika, że obróbka cieplna spowodowała pojawienie się dodatkowej fazy o strukturze regularnej przestrzennie centrowanej (Cr<sub>0.24</sub>Ni<sub>2.96</sub> Al<sub>0.8</sub>, p2). Analiza Rietvelda potwierdziła również w tej próbce występowania fazy Cr<sub>0.5</sub>Ni<sub>0.5</sub>, p1, zaś nie wykazała istnienia fazy Ni. W przypadku badania tej próbki pojawiły się refleksy prawdopodobnie od fazy o strukturze tetragonalnej lub heksagonalnej jednak intensywność tych refleksów była niewystarczająca by możliwym było przeprowadzenie analizy Rietvelda uwzględniających te fazy.

nr punktu $\rightarrow$		1		2		3	
	hkl refleksu	σ [MPa]	Δσ [MPa]	σ [MPa]	Δσ [MPa]	σ [MPa]	Δσ [MPa]
$\varphi = 0$	133	11.2	22.2	10.3	13.7	16.0	30.3
kierunek osiowy	042	4.7	22.8	-9.1	29.9	-10.2	28.4
450	133	-6.8	7.0	-4.4	21.0	-12.5	13.8
$\phi = 45^{\circ}$	042	5.4	8.7	1.5	10.0	-0.2	13.4
$\varphi = 90^{\circ}$	133	-55.4	33.0	-45.7	27.5	-36.4	21.9
kıerunek obwodowy	042	-8.5	16.8	-9.1	29.9	-10.2	28.4

Tab. 24 Wyniki pomiaru naprężeń dla próbki drukowanej po obróbce cieplnej

# MATERIAŁ DRUKOWANY PO OBRÓBCE CIEPLNEJ ORAZ HIP

W wyniku przeprowadzenia analizy Rietvelda zidentyfikowano następujące fazy w materiale drukowanym po obróbce cieplej oraz HIP - tabela 25. Wynikowy dyfraktogram przedstawiono na wykresie- rysunek 58.

próbka	Faza	nr karty	struktura	stałe sieci z	stałe sieci po
	udział %	ICDD		karty ICDD	analizie [Å]
				[Å]	
	Cr <sub>0.5</sub> Ni <sub>0.5</sub>	04-004-	sześcienna	$a_0 = 3.591$	a <sub>0</sub> =3.591
	(p1)	8469	FCC		
Ь	27.5%		Fm-3m		
IH			225		
+	Ni	01-077-	sześcienna	$a_0 = 3.5805$	a <sub>0</sub> =3.576
ne	67%	9326	FCC		
ep			Fm-3m		
e Ci			225		
bce	Cr <sub>0.24</sub> Ni <sub>2.9</sub>	04-016-	sześcienna	a <sub>0</sub> =3.5861	a <sub>0</sub> =3.584
brć	6 Alo.8	6835	BBC		
0 0	14.1%		Pm-3m		
P(			221		

Tab. 25 Wyniki analizy fazowej



Rys.58 Dyfraktogram wraz ze wskaźnikowaniem dla próbki drukowanej po obróbce cieplnej oraz HIP

Analiza fazowa dla próbki po obróbce cieplnej oraz HIP wykazała zmianę proporcji między fazami Cr<sub>0.5</sub>Ni<sub>0.5</sub> i Ni jak również wystąpił pewien niewielki udział procentowy fazy obecnej również w próbce po obróbce cieplnej, tj. Cr<sub>0.24</sub>Ni<sub>2.96</sub> Al<sub>0.8</sub>.

Wyniki naprężeń przeprowadzono na podstawie 2 najbardziej odległych pików (133) oraz (042). W przypadku badania materiału drukowanego po obróbce cieplnej oraz HIP ze względu na błąd pomiaru w kierunku osiowym tylko wyniki analizy piku (133) możemy uznać za miarodajne. Wyniki zamieszono w tabeli 26.

nr punktu →		1		2		3	
	hkl refleksu	σ [MPa]	Δσ [MPa]	σ [MPa]	Δσ [MPa]	σ [MPa]	Δσ [MPa]
	133	-425.9	45.7	-551.3	83.8	-494.8	72.2
10 - 4 F 9	133	-469.4	63.3	-634.6	71.1	-472.0	68.4
$\phi = 45^{\circ}$	042	-682.4	48.0	-647.3	91.9	-713.7	102.3
$\phi = 90^{\circ}$	133	-372.5	133.7	-664.0	196.1	-571.9	128.2
kierunek obwodowy	042	-456.2	124.4	-711.1	266.0	-796.3	142.9

Tab.26 Wyniki pomiaru naprężeń dla próbki drukowanej po obróbce cieplnej + HIP

Zapis dyfrakcyjny dla próbek stopu niklu INC738LC wytworzony techniką DMLS oraz po dodatkowych obróbkach cieplnych przedstawiono na rysunku 59. Próbki wytworzone techniką druku 3D posiadały bardzo zbliżony skład fazowy w porównaniu do próbek poddanych dodatkowej obróbce cieplnej (przesycania i starzenia). Różnice w składzie fazowym obserwowano dla próbek stopu niklu INC738LC poddanych obróbce cieplnej oraz HIP wykazuje odmienne proporcję między fazami  $Cr_{0.5}Ni_{0.5}$  i Ni (rysunek 59)



*Rys. 59 Dyfraktogramy uzyskane dla próbek po druku 3D, po druku oraz obróbce cieplnej, po druku 3D, obróbce cieplnej oraz HIP* 

Na podstawie otrzymanych wyników można zauważyć symetryczny rozkład naprężeń w badanych próbkach. W pierwszej próbce po druku 3D naprężenia mają wartość dodatnią ok. 500 MPa w kierunku osiowym (naprężenia rozciągające). Następnie po przeprowadzeniu obróbki cieplnej wartość naprężeń wciąż jest dodatnia i wynosi ok. 10 MPa, a zastosowanie procesu HIP spowodowało wytworzenie naprężeń ściskających o wartości zbliżonej do początkowej wartości naprężeń w materiale po druku 3D ~ -500 MPa. Oznacza to, że w wyniku przeprowadzonej obróbki cieplnej wartość naprężeń szczątkowych zredukowała się do poziomu bliskiego zera, a po HIP poziom korzystnych naprężeń ściskających osiągnął wartość około ~ 500 MPa.

#### 8.5 <u>BADANIA ŻAROODPORNOŚCI</u>

## MIKROSTRUKTURA, SKŁAD CHAMICZNY I FAZOWY WARSTWY WYTWORZONEJ METODĄ CVD NA PODŁOŻU STOPU NIKLU INC738LC

Przekrój poprzeczny warstwy wytworzonej metodą chemicznego osadzania z fazy gazowej na podłożu stopu niklu INC738LC przedstawiono na rysunku 60. Warstwa charakteryzuje się złożoną budową, dobrze przylega do podłoża a jej całkowita grubość wynosi ok 25 µm.



Rys. 60 Obraz SEM warstwy ochronnej Ni-Al

Mapy przedstawiające rozmieszczenie pierwiastków na przekroju poprzecznym warstwy przedstawiono na rysunku 61. Wynika z nich, że zewnętrzna część warstwy zbudowana jest głównie z niklu i aluminium oraz drobnych wydzieleń chromu. Mała zawartość chromu spowodowana jest małą rozpuszczalnością tego pierwiastka w fazie międzymetalicznej NiAl [128]. Środkową strefę warstwy tworzą liczne wydzielenia bogate w aluminium i tlen. Analiza składu chemicznego wykonana w mikroobszarach wykazała, że mikroobszary te zawierają aluminium (~42% mas), tlenu (~38% mas) oraz tytanu (~ 3.5% mas). Prawdopodobnie są to cząstki tlenku aluminium α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, które pochodzą z procesu piaskowania powierzchni próbek i nie zostały usunięte w wyniku mycia w płuczce ultradźwiękowej w alkoholu etylowym. Brak stechiometrycznego składu chemicznego dla cząstek tlenu i aluminium może wynikać z analizowanych mikroobszarów W zewnętrznej strefie podłoża widoczne są skupiska chromu.



Rys. 61 Mapa pierwiastków w powłoce aluminiowej

Zapisy dyfrakcyjne uzyskane z powierzchni warstwy wytworzonej w procesie CVD na podłożu stopu niklu INC738LC przedstawiono na rysunkach 62 i 63. Na podstawie otrzymanych wyników można stwierdzić, że zidentyfikowane fazy to: Al<sub>0,96</sub>Ni<sub>1,04</sub> (faza zidentyfikowana na podstawie karty materiałowej PDF 00-044-1186), Ni<sub>0,89</sub>Al (identyfikowana na podstawie, Al<sub>0,9</sub>Ni<sub>1,1</sub> (identyfikowana na podstawie karty materiałowej PDF 00-044-1186). Fazy międzymetaliczne tworzące warstwę chociaż posiadają niestechiometryczne składy chemiczne, to są bogate w aluminium i można uznać, że jest to faza NiAl charakteryzująca się najlepszą odpornością na utlenianie spośród wszystkich faz międzymetalicznych występujących w układzie Ni-Al. Obecne piki dyfrakcyjne w wielu przypadkach są niesymetryczne, mogą być spowodowane mikrostrukturą wytworzonych próbek oraz dyfuzyjnego charakteru otrzymanej warstwy.



*Rys. 62 Dyfraktogram rentgenowski uzyskany z powierzchni warstwy wytworzonej metodą CVD na podłożu stopu niklu INC738LC* 



Rys. 63 Powiększony fragment analizy fazowej badanej próbki wskazujący na współistnienie faz o różnej stechiometrii z układu Ni-Al

# WYNIKI ANALIZY ŻAROODPORNOŚCI

Badania żaroodporności wykonano dla trzech różnych procesów:

- w stanie wyjściowym (materiał referencyjny),
- wytworzony techniką DMLS i poddany obróbce cieplnej przesycania i starzenia,
- wytworzony techniką DMLS i poddany obróbce cieplnej przesycania i starzenia + HIP
   + obróbka cieplna + obróbka cieplno-chemiczna.

Na rysunku 64 przedstawiono wykres zmian masy dla poszczególnych próbek w zależności od czasu utleniania. Stwierdzono, że największą odporność na utlenianie wykazały próbki wytworzone techniką DMLS i poddane obróbce cieplnej przesycania i starzenia + HIP z wytworzoną warstwą ochronną Ni-Al. Na badanych próbkach nie zaobserwowano ubytku masy, a wręcz przeciwnie - nastąpił przyrost masy spowodowany narastaniem zgorzeliny zawierającej tlenek aluminium na powierzchni fazy międzymetalicznej.

Na podstawie dokonanych pomiarów przyrostu/ubytku masy stwierdzono, że próbki stopu niklu INC738LC posiadały największy ubytek masy- ok. 12 g/mm<sup>2</sup> nieco mniejszy ubytek masy posiadały próbki po druku 3D oraz obróbce cieplnej- na poziomie 1 g/mm<sup>2</sup>. Najlepiej, zgodnie z założeniami zachowuje się materiał po obróbce cieplnej (przesycania i starzenia), HIP z wytworzoną warstwą ochronną - na poziomie -0.9 g/mm<sup>2</sup>.



Rys. 64 Wykres zmian masy od czasu wygrzewania

Na rysunku 65 przedstawiono dwa obrazy SEM analizy powierzchni materiału referencyjnego po wygrzewaniu. Badanie składu chemicznego wykonano w dwóch mikroobszarach (spectrum 1, spectrum 2). W pierwszym z nich- spectrum 1 zgodnie z rysunkiem 66 dominuje aluminium (~18% mas), tlen (~35% mas), nikiel (~28% mas), kobalt (~5% mas) oraz chrom (9% mas). W drugim obszarze dominuje tlen (~33% mas), nikiel (~14% mas), tantal (~11% mas), chrom (~10% mas), tytan (~10% mas).



*Rys. 65 Obraz SEM powierzchni materiału referencyjnego po wygrzewaniu w 1100 C przez 120h* 



*Rys.* 66 Spektrogramy uzyskane z powierzchni próbki – materiał referencyjny po wygrzewaniu w 1100 C przez 120h w badanych obszarach

Badanie udziału pierwiastków przeprowadzono w dwóch obszarach (spectrum1, spectrum 2) – rysunek 67. W pierwszym obszarze (rysunek 68) dominuje tlen (~34% mas), aluminium (~18% mas) oraz nikiel (~25% mas). W drugim badanym obszarze dominuje nikiel (~55% mas) oraz chrom (~15% mas). Na powierzchni materiału występują miejsca nieutlenione, co może

być spowodowane odpadnięciem zgorzeliny tlenkowej, jednak większość powierzchni materiału wykazuje odporność na korozję wysokotemperaturową.

![](_page_93_Picture_1.jpeg)

Rys. 67 Obraz SEM materiału druk 3D+OC po wygrzewaniu w 1100 C przez 120h

![](_page_93_Figure_3.jpeg)

*Rys.* 68 Spektrogramy uzyskane z powierzchni próbki druk 3D +OC po wygrzewaniu w 1100 °C przez 120h

Dla materiału drukowanego po obróbce cieplnej + HIP + warstwa ochronna Ni-Al również zweryfikowano skład chemiczny w dwóch punktach pomiarowych (spectrum 1, spectrum 2) - rysunek 69. W pierwszym z nich zgodnie z analizą rozkładu pierwiastków - rysunek 70 dominuje nikiel (~52% mas) oraz aluminium (~20% mas). W drugim natomiast aluminium (~51% mas) oraz tlen (~44% mas).

Jak wynika z analizy na powierzchni występuje zwarta warstwa Ni-Al. 90 % powierzchni pokrywa warstwa tlenków aluminium- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, dodatkowo poprawia odporność na utlenianie stopu INC738LC w wysokiej temperaturze.

![](_page_94_Picture_1.jpeg)

*Rys. 69 Obraz SEM materiału druk 3D+OC+HIP+CVD po wygrzewaniu w 1100 C przez 120h* 

![](_page_94_Figure_3.jpeg)

*Rys.* 70 Spektrogramy uzyskane z powierzchni próbki druk 3D+OC+HIP+CVD po wygrzewaniu w 1100 °C przez 120h

#### 8.6 BADANIA MECHANICZNE

#### **POMIARY TWARDOŚCI**

Pomiary twardości przeprowadzono na czterech próbkach w różnym stanie:

- materiał INC738LC odlewany wytwarzany metodą konwencjonalną przez odlewanie precyzyjne (materiał referencyjny),
- próbka po druku 3D,
- próbka po druku 3D + obróbka cieplna,
- próbka po druku 3D + obróbka cieplna z wytworzoną warstwą ochronną,
- próbka po druku 3D + obróbka cieplna + HIP,
- próbka po druku 3D + obróbka cieplna +HIP z wytworzoną warstwą ochronną.

Zestawienie otrzymanych wyników przedstawiono na rysunku 71.

![](_page_95_Figure_10.jpeg)

Rys. 71 Średnie wartości twardości próbek

Jak wynika z wykresu największą twardość posiada materiał po druku 3D oraz obróbce cieplnej. Warto jednak zauważyć, że już materiał po druku 3D osiągnął twardość materiału odlewanego ~380 HV1. Świadczyć to może o bardzo dobrej jakości materiału drukowanego. Potwierdzają to zdjęcia mikrostruktury - materiał jest bez wad, a jego porowatość jest bardzo niska. Dodatkowo analizując wyniki twardości możemy spodziewać się, że jeśli druk 3D jest

prawidłowo przeprowadzony to nie ma konieczności przeprowadzania kosztownej obróbki poprocesowej. Wystarczy przeprowadzić obróbkę cieplną i to powinno wystarczyć do osiągnięcia wysokiej jakości materiału. Jeśli chodzi o wpływ warstwy ochronnej to jak można zauważyć na podstawie wykresu (rysunek 71) warstwa ochronna ma pozytywny wpływ na twardość INC738LC.

## PARAMETRY WYTRZYMAŁOŚCIOWE

Statyczną próbę rozciągania w temperaturze pokojowej przeprowadzono dla trzech próbek dla każdego materiału:

- materiał INC738LC odlewany wytwarzany metodą konwencjonalną przez odlewanie precyzyjne (materiał referencyjny),
- próbka po druku 3D,
- próbka po druku 3D + obróbka cieplna + HIP,
- próbka po druku 3D + obróbka cieplna +HIP z wytworzoną warstwą ochronną.

W tabeli 27 zamieszczono średnie wartości z przeprowadzonych prób, a w celu lepszej czytelności wyników wartości te zostały również przedstawione na rysunku 72.

	E [GPa]	Rp [MPa]	Rm [MPa]	A [%]				
Materiał	240	654	723	9				
odlewany XY								
Materiał	276	678	713	4				
odlewany XZ								
Druk 3D	219	897	1184	22				
Druk 3D +	199	920	1292	13				
obróbka								
cieplna								
Druk 3D +	201	752	1203	25				
obróbka								
cieplna + HIP								

Tab. 27 Średnie wartości wytrzymałości materiału w temperaturze pokojowej

![](_page_97_Figure_0.jpeg)

*Rys. 72 Wykres wytrzymałości INC738LC w temperaturze pokojowej dla próbek w różnym stanie a) wykres słupkowy b) krzywe rozciągania* 

Tak jak w przypadku twardości największą wartość granicy plastyczności oraz wytrzymałości na rozciąganie otrzymano dla materiału po druku 3D oraz obróbce cieplnej. Jednak już materiał po druku 3D osiągnął wyższą wytrzymałość oraz lepszą plastyczność od materiału referencyjnego (materiał odlewany). Wytrzymałość na rozciąganie materiału drukowanego wynosiła Rm= 1184 MPa, natomiast materiał odlewany Rm= 714 MPa. Analizując te wartości wyraźnie widać, że najlepsze właściwości wykazuje materiał po druku 3D oraz obróbce cieplnej (Rp= 920 MPa, Rm= 1292 MPa). Zastosowanie HIP negatywnie wpłynęło na wytrzymałość materiału w temperaturze pokojowej. Świadczy to o braku koniczności przeprowadzania procesu HIP, który może być kosztowny oraz czasochłonny.

Dodatkowo, ze względu na warunki pracy badanego elementu przeprowadzono statyczną próbę rozciągania w podwyższonej temperaturze równej 650° C, testy przeprowadzono dla dwóch próbek dla każdego stanu:

- materiał INC738LC odlewany wytwarzany metodą konwencjonalną przez odlewanie precyzyjne (materiał referencyjny),
- próbka po druku 3D,
- próbka po druku 3D + obróbka cieplna z wytworzoną warstwą ochronną,
- próbka po druku 3D + obróbka cieplna + HIP,
- próbka po druku 3D + obróbka cieplna +HIP z wytworzoną warstwą ochronną.

W tabeli 28 zamieszczono średnie wartości z przeprowadzonych prób, a w celu lepszej prezentacji wyników wartości te zostały również przedstawione w postaci wykresu na rysunku 73.

Tab.	28	Średnie	wartości	wvtrzvmał	ości i	materiału	w tem	peraturze	650	$^{\circ}C$
		~			0.000.			p e		$\sim$

	Rp [MPa]	Rm [MPa]	A [%]
Materiał referencyjny	684	899	5
Druk 3D	848	1077	24
Druk 3D + NiAl	827	1116	30
Druk 3D + obróbka cieplna +	746	1055	31
HIP			
Druk 3D + obróbka cieplna +	785	1124	27
HIP + NiAl			

![](_page_98_Figure_9.jpeg)

![](_page_99_Figure_0.jpeg)

*Rys. 73 Wykres wytrzymałości materiałów w temperaturze 650 °C dla próbek w różnym stanie a) wykres słupkowy b) krzywe rozciągania* 

Analizując wyniki rozciągania w podwyższonej temperaturze można stwierdzić, że materiał drukowany osiąga podobne właściwości w stosunku do tego po przeprowadzonych obróbkach po-procesowych (Rp ~ 800 MPa, Rm ~1100 MPa). Porównując z materiałem referencyjnym, materiał drukowany osiąga wyższe wartości wytrzymałości oraz plastyczności.

#### 9. PODSUMOWANIE

Celem doktoratu było opracowanie wytycznych technologicznych wytwarzania komory spalania wstępnego w spalinowym silniku tłokowym firmy Jenbacher 6 metodą przyrostową ze stopu INC738LC.

Cel ten postawiony przez firmę General Electric wynika z założenia, że dotychczasowy materiał (Nimonic 81) i technologia wytwarzania (odlewanie) tego elementu zastąpi się innym materiałem (INC738LC) i sposobem wytwarzania konkurencyjnym do dotychczasowego (przyrostowym).

Spodziewane korzyści to wydłużenie czasu eksploatacji części silnika poprzez:

- Zmianę sposobu wytwarzania na oszczędniejszy w stosunku do odlewania (obniżenie kosztów i skrócenie czasu wytwarzania)
- Polepszenie właściwości użytkowych, w szczególności:
  - Parametrów wytrzymałościowych w temperaturze podwyższonej
  - Żaroodporności

Aby zrealizować cel pracy zaplanowano do wykonania szereg zabiegów technologicznych prowadzących do otrzymania części silnika o założonych parametrach eksploatacyjnych.

W początkowym etapie realizacji badań dokonano optymalizacji procesu wytwarzania przyrostowego części silnika metodą DMLS. Otrzymany element spełniał wymogi wymiarowe, a powstałe niewielkie różnice w geometrii wynikały z koniczności zastosowania obróbki poprocesowej. Aby osiągnąć założone właściwości eksploatacyjne konieczne było przeprowadzenie następujących obróbek (zabiegów) po procesie drukowania (po-procesowych):

- Obróbki cieplnej,
- Zagęszczenia (ściskania) izostatycznego,
- Naniesienia warstwy żaroodpornej.

Po każdym z tych zabiegów technologicznych przeprowadzono badania właściwości użytkowych obrabianego elementu silnika. W tabeli 29 zestawiono otrzymane parametry eksploatacyjne (ze względów materiałowych lub/i technicznych nie wyznaczono wszystkich parametrów).

Parametr	Twardość HV1	Granica plastyczności		Wytrzymałość		Naprężenia resztkowe	Żaroodporność
	11 V I	Rp [MPa]		Rm [MPa]		[MPa]	$1100^{\circ}C)$
Ston		20°C	650°	20°C	650°C		g/mm <sup>2</sup>
Stan			С				
odlewany	~ 380	~ 650	~ 680	~ 720	~ 900	-	12
drukowany 3D	~ 380	~ 900	~ 850	~ 1200	~ 1100	+ 500	
drukowany	~ 430	~ 920	~ 830	~ 1300	~ 1100	+ 10	1
po obróbce							
cieplnej (3D							
+0C)	410	750	750	1200	1100	500	
drukowany,	~410	$\sim /50$	$\sim /50$	$\sim 1200$	~ 1100	- 500	-
zageszczony							
(3D + OC +							
HIP)							
drukowany,	~ 430	-	~ 790	-	~ 1100	-	-0.9
obrabiany							
cieplnie,							
zagęszczony							
z warstwą							
Ni-Al							

Tab. 29 Właściwości eksploatacyjne części silnika wytwarzanej metodą odlewania oraz przyrostową z późniejszą obróbka po-procesową

Analiza właściwości użytkowych przedstawionych w tabeli 29 (parametry wytrzymałościowe, twardość, naprężenia resztkowe i żaroodporności) wskazują, że ich założony poziom uzyskuje się już po zastosowaniu obróbki cieplnej elementu wydrukowanego (odniesione do stanu odlewanego).

Zagęszczenie izostatyczne (HIP) elementu po wydruku i obróbce cieplnej powoduje istotną zmianę w rozkładzie naprężeń resztkowych. Po procesie HIP wartość naprężeń ma korzystny charakter ściskający na poziomie – 500 MPa. Z kolei naniesienie warstwy Ni-Al metodą CVD powoduje istotny wzrost żaroodporności w stosunku do stanu po obróbce cieplnej, a w szczególności do stanu odlewanego.

Uzyskane wyniki badań mechanicznych i żaroodporności materiału drukowanego (INC738LC) z późniejszą obróbką cieplną wskazują na zwiększenie właściwości eksploatacyjnych wytworzonej części w stosunku do materiału referencyjnego (INC738LC - stan odlewany) oraz dotychczas stosowanego (Nimonic 81 – rozdział 3.1.2- tabela 3)

## 10. WNIOSKI I WYTYCZNE TECHNOLOGICZNE

Zrealizowane w pracy zadania badawcze mające na celu wytworzenie elementu silnika tłokowego (komora spalania wstępnego) metodą wydruku 3D z nadstopu Inconel 738LC z późniejszą obróbką po-procesową pozwoliły na sformułowanie następujących wniosków:

- Przy odpowiednim doborze proszku do druku, warunków oraz parametrów drukowania metodą DMLS możliwe jest uzyskania materiału o założonych właściwościach.
- Drukowany element z nadstopu INC738LC posiada nie tylko właściwości porównywalne do INC738LC w stanie odlewanym, ale charakteryzuje się lepszymi właściwościami w stosunku do materiału obecnie stosowanego Nimonic 81.
- Wydruk 3D jest precyzyjny, a powstałe różnice w geometrii elementu wynikają jedynie z konieczności zastosowania obróbki po-procesowej.
- Największy wpływ na właściwości materiału podczas wydruku ma moc lasera (im większa moc lasera tym wyższe wskaźniki wytrzymałościowe wytwarzanego elementu).
- Każdy z zastosowanych procesów technologicznych wytwarzania materiału (odlewanie, drukowanie, drukowanie z obróbką post-procesową) prowadzi do silnego steksturowania krystalograficznego materiału.
- Obróbka cieplna przeprowadzona w celu umocnienia wydzieleniowego wydrukowanego elementu zapewnia już uzyskanie jego wysokich parametrów eksploatacyjnych.
- Poddanie drukowanej części zagęszczaniu izostatycznemu sprzyja powstawaniu korzystnych ściskających naprężeń resztkowych.
- Warstwa bogata w fazę międzymetaliczną NiAl pozytywnie wpływa na żaroodporność materiału.
- Przeprowadzone badania wykazują, że dotychczas stosowany materiał (Nimonic 81) do wytwarzania komory spalania wstępnego może być z powodzeniem zastąpiony przez stop INC738LC.

Celem badań powadzonych w doktoracie było opracowanie wytycznych technologicznych wykonania elementu silnika tłokowego (komora spalania wstępnego) metodą wydruku 3D z nadstopu Inconel 738 LC. Postawiony cel jest odpowiedzią na potrzeby firmy General Electricwykonanie części silnika o podwyższonych właściwościach eksploatacyjnych pracującej w warunkach wysokiej temperatury.

Na podstawie przeprowadzonych badań i analiz można sformułować następujące wytyczne do wytwarzania elementu silnika tłokowego metodą przyrostową DMLS z nadstopu Inconel 738LC:

- Odpowiedni dobór materiału wyjściowego (proszek stopu INC738LC o średniej wielkości cząstek 30 μm) oraz parametrów drukowania (v=1100 mm/s, P=150 W, h=60μm) pozwala na wytworzenie założonej części silnika spalinowego metodą przyrostową DMLS.
- Zastosowanie obróbki cieplnej wydrukowanego elementu, po której stop Inconel 738LC osiąga najlepsze właściwości, zapewnia już uzyskanie odpowiednich właściwości eksploatacyjnych (Przesycanie: podgrzewanie w próżni do 1120 °C, wygrzewanie przez 1-2 h, chłodzenie w atmosferze argonu do 800°C, a następnie z dowolną prędkością do temperatury pokojowej oraz Starzenie: podgrzewanie w próżni lub w powietrzu do 850 °C, wygrzewanie od 4 do 24 h i chłodzenie w atmosferze argonu lub na powietrzu do temperatury pokojowej).
- Izostatyczne zagęszczanie wykonanej części w podwyższonej temperaturze nie wpływa znacząca na zmianę jej właściwości użytkowych (zmienia jedynie stan naprężeń resztkowych).
- Naniesienie warstwy ochronnej zawierającej fazę NiAl istotnie podnosi żaroodporność wytworzonego elementu. Nie należy wykluczać, że koszt naniesienia tej warstwy będzie opłacalny ze względu na znaczne wydłużenie czasu eksploatacji wytworzonej części. Wymaga to jednak dodatkowej analizy, która nie była rozważana w tej pracy.

# SPIS RYSUNKÓW

Rys. 1 Umiejscowienie komory wstępnej w silniku Jenbacher Serii 6
Rys. 2 Schemat umiejscowienia komory wstępnej (prechamber)7
Rys. 3 Kierunek wtrysku paliwa
Rys.4 Stan elementu po różnym czasie eksploatacji, od lewej: nowy, 1000h, 5000h, 8000h, 10000h, 20000h
Rys. 5 Stan erozji części wylotowej komory wstępnego spalania a) erozja zewnętrzna b) pęknięcia wewnątrz kanałów wylotowych
Rys. 6 Stopień zaawansowania korozji wysokotemperaturowej w zależności od temperatury [14]
Rys. 7 Korozja niklu z i bez obecności soli Na2SO4 w 1 atm. O2+4% SO2 w 900°C [15] . 
Rys. 8 Korozja niklu w temperaturze 700 °C, pokrytego osadem Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (2,5 gm/cm <sup>2</sup> ) przy 1 atm. O2+4% SO <sub>2</sub> przy różnych całkowitych ciśnieniach gazu [15]
Rys. 9 Mikrostruktura odlewanego Inconel 738 [27]15
Rys. 10 Mikrostruktura Inconel 738 z uwidocznioną fazą Y ' [27] 16
Rys. 11 Pseudotrójfazowy schemat dla stopów Ni-Cr-Ti <sub>41</sub> [29]18
Rys. 12 Podział hierarchiczny wszystkich kategorii wytwarzania przyrostowego [32] 21
Rys. 13 Obszary zastosowań AM [34]22
Rys. 14 Schemat dwóch podstawowych typów technik przyrostowych PBF, DED [35]23
Rys. 15 Proces druku 3D, od modelu CAD do gotowego elementu
Rys. 16 Główne zalety procesu SLM z odniesieniem do technologii tradycyjnej [40] 26
Rys. 17 Zrównoważony ekosystem druku 3D [45]28
Rys. 18 Schemat procesu druku 3D z uwzględnieniem zrównoważonego środowiska [45].
Rys.19 Schemat procesu Direct Metal Laser Sintering (DMLS) [83]
Rys. 20 Wykres wpływu różnych parametrów na mikrostrukturę drukowaną [35]
Rys. 21 Wymagania dot. rozciągania próbek wg. ASTM E8/E8M – 09

Rys. 22 Skan 3D drukowanego elementu z zaznaczonymi odchyleniami wymiarów od projektu
Rys. 23 Trzypoziomowe podejście do opracowania wspólnej normy między ISO/TC261 i ASTM F42 [85]
Rys.24 Wybrane standardy przedstawione z perspektywy w odniesieniu do ogólnego łańcucha procesów AM [85]
Rys. 25 Wykres podziału stopów niklu ze względu na spawalność [55]
Rys. 26 Schemat zaplanowanych do wykonania prac eksperymentalnych i prac badawczych
Rys.27 Wykres rozkładu wielkości cząstek proszku INC738LC użytego do badań 45
Rys.28 Kształt próbki do badań
Rys.29 Model CAD drukowanego elementu
Rys. 30 Schemat procesu nakładania warstwy metodą CVD [116]
Rys. 31 Schemat badania twardości metodą Vickers'a
Rys.32 Wymiary próbki użytej do badań wytrzymałości na rozciąganie w temperaturze pokojowej
Rys.33 Wymiary próbki użytej do badań wytrzymałości na rozciąganie w temperaturze
650°C
Rys. 34 Wykres procesu HIP
Rys. 35 Obrazy INC738LC drukowanego przy różnych parametrach (powiększenie x100) 
Rys. 36 Obraz mikrostruktury próbek przed i po obróbce cieplnej
Rys. 37 Wykres zależności twardości od mocy lasera
Rys. 38 Zależność porowatości od mocy lasera
Rys. 39 Skan 3D wydrukowanej komory spalania wstępnego o wymiarach rzeczywistych (1:1) w porównaniu do modelu CAD
Rys. 40 Obraz mikrostruktury materiału po druku 3D
Rys.41 Mikrostruktura próbki po druku 3D w płaszczyźnie XZ, obróbce cieplnej
(przesycanie i starzenie)

Rys. 42 Mikrostruktura probki po druku 3D w płaszczyznie XZ, obrobce cieplnej
(przesycanie i starzenie) oraz HIP
Rys. 43 Mikrostruktura próbki po druku 3D w płaszczyźnie XZ, obróbce cieplnej
(przesycanie i starzenie) oraz HIP i po procesie CVD
Rys. 44 Mikrostruktura próbki nadstopu niklu INC738LC po druku 3D w płaszczyźnie XZ
+ obróbka cieplna
Rys. 45 Mikrostruktura próbki nadstopu niklu INC738LC po druku 3D w płaszczyźnie XZ
+ obróbka cieplna + CVD
Rys. 46 Mikrostruktura próbki nadstopu niklu INC738LC po druku 3D w płaszczyźnie XZ
+ obróbka cieplna +HIP
Rys. 47 Mikrostruktura próbki nadstopu niklu INC738LC po druku 3D w płaszczyźnie XZ
+ obróbka cieplna +HIP+ CVD
Rys. 48 Eksperymentalne, niekompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) dla ref.
Rys. 49 Kompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) dla próbki ref69
Rys. 50 Eksperymentalne, niekompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) próbka
po druku 3D
Rys. 51 Kompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) próbka po druku 3D 70
Rys. 51 Kompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) próbka po druku 3D 70 Rys. 52 Funkcja rozkładu orientacji próbki po druku 3D
Rys. 51 Kompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) próbka po druku 3D 70 Rys. 52 Funkcja rozkładu orientacji próbki po druku 3D 70 Rysunek 53 Eksperymentalne, niekompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) dla
Rys. 51 Kompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) próbka po druku 3D 70 Rys. 52 Funkcja rozkładu orientacji próbki po druku 3D 70 Rysunek 53 Eksperymentalne, niekompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) dla próbki OC HIP CVD
Rys. 51 Kompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) próbka po druku 3D 70 Rys. 52 Funkcja rozkładu orientacji próbki po druku 3D 70 Rysunek 53 Eksperymentalne, niekompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) dla próbki OC HIP CVD 71 Rys. 54 Kompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) dla próbki OC HIP CVD. 71
Rys. 51 Kompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) próbka po druku 3D 70 Rys. 52 Funkcja rozkładu orientacji próbki po druku 3D 70 Rysunek 53 Eksperymentalne, niekompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) dla próbki OC HIP CVD 71 Rys. 54 Kompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) dla próbki OC HIP CVD . 71 Rys. 55 Funkcja rozkładu orientacji dla próbki OC HIP CVD 72
Rys. 51 Kompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) próbka po druku 3D 70 Rys. 52 Funkcja rozkładu orientacji próbki po druku 3D
Rys. 51 Kompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) próbka po druku 3D 70 Rys. 52 Funkcja rozkładu orientacji próbki po druku 3D
Rys. 51 Kompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) próbka po druku 3D
Rys. 51 Kompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) próbka po druku 3D
Rys. 51 Kompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) próbka po druku 3D       70         Rys. 52 Funkcja rozkładu orientacji próbki po druku 3D       70         Rysunek 53 Eksperymentalne, niekompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) dla       70         róbki OC HIP CVD       71         Rys. 54 Kompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) dla próbki OC HIP CVD.       71         Rys. 55 Funkcja rozkładu orientacji dla próbki OC HIP CVD       72         Rys. 56 Dyfraktogram wraz ze wskaźnikowaniem dla próbki po druku 3D       75         Rys. 57 Dyfraktogram wraz ze wskaźnikowaniem dla próbki drukowanej po obróbce cieplnej       76         Rys.58 Dyfraktogram wraz ze wskaźnikowaniem dla próbki drukowanej po obróbce cieplnej       76         Rys.59 Dyfraktogram wraz ze wskaźnikowaniem dla próbki drukowanej po obróbce cieplnej oraz HIP       78
Rys. 51 Kompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) próbka po druku 3D       70         Rys. 52 Funkcja rozkładu orientacji próbki po druku 3D       70         Rysunek 53 Eksperymentalne, niekompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) dla       70         Rys. 54 Kompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) dla próbki OC HIP CVD       71         Rys. 54 Kompletne figury biegunowe (111), (200) oraz (311) dla próbki OC HIP CVD.       71         Rys. 55 Funkcja rozkładu orientacji dla próbki OC HIP CVD       72         Rys. 56 Dyfraktogram wraz ze wskaźnikowaniem dla próbki po druku 3D       75         Rys. 57 Dyfraktogram wraz ze wskaźnikowaniem dla próbki drukowanej po obróbce       76         Rys.58 Dyfraktogram wraz ze wskaźnikowaniem dla próbki drukowanej po obróbce       78         Rys. 59 Dyfraktogram wraz ze wskaźnikowaniem dla próbki drukowanej po obróbce       78         Rys. 59 Dyfraktogram wraz ze wskaźnikowaniem dla próbki drukowanej po obróbce       78         Rys. 59 Dyfraktogram wraz ze wskaźnikowaniem dla próbki drukowanej po obróbce       78         Rys. 59 Dyfraktogramy uzyskane dla próbek po druku 3D, po druku oraz obróbce cieplnej, po druku 3D, obróbce cieplnej oraz HIP       79

Rys. 60 Obraz SEM warstwy ochronnej Ni-Al	80
Rys. 61 Mapa pierwiastków w powłoce aluminiowej	81
Rys. 62 Dyfraktogram rentgenowski uzyskany z powierzchni warstwy wytworzonej meto CVD na podłożu stopu niklu INC738LC	dą 81
Rys. 63 Powiększony fragment analizy fazowej badanej próbki wskazujący współistnienie faz o różnej stechiometrii z układu Ni-Al	na 82
Rys. 64 Wykres zmian masy od czasu wygrzewania	83
Rys. 65 Obraz SEM powierzchni materiału referencyjnego po wygrzewaniu w 1100 C prz 120h	ez 84
Rys. 66 Spektrogramy uzyskane z powierzchni próbki – materiał referencyjny j wygrzewaniu w 1100 C przez 120h w badanych obszarach	ро 84
Rys. 67 Obraz SEM materiału druk 3D+OC po wygrzewaniu w 1100 C przez 120h 8	85
Rys. 68 Spektrogramy uzyskane z powierzchni próbki druk 3D +OC po wygrzewan w 1100°C przez 120h	niu 85
Rys. 69 Obraz SEM materiału druk 3D+OC+HIP+CVD po wygrzewaniu w 1100 C prz 120h	ez 86
Rys. 70 Spektrogramy uzyskane z powierzchni próbki druk 3D+OC+HIP+CVD p wygrzewaniu w 1100°C przez 120h	ро 86
Rys. 71 Średnie wartości twardości próbek	87
Rys. 72 Wykres wytrzymałości INC738LC w temperaturze pokojowej dla próbek w różny stanie a) wykres słupkowy b) krzywe rozciągania	′m 89
Rys. 73 Wykres wytrzymałości materiałów w temperaturze 650°C dla próbek w różny stanie a) wykres słupkowy b) krzywe rozciagania	′m 91
## SPIS TABEL

Tab. 1 Skład chemiczny stopu niklu Nimonic 81 [17]	3
Tab. 2 Skład chemiczny- nominalny stopu Inconel 738 [17]	4
Tab. 3 Właściwości wytrzymałościowe Nimonic 81/INC738	4
Tab. 4 Właściwości utleniające Nimonic 81/ INC738. Zmiana masy mg/cm <sup>3</sup> 1000 godz	z.
w nieruchomym powietrzu 1	4
Tab. 5 Funkcje poszczególnych pierwiastków stopowych w odlewanym stopie INC738 1	9
Tab. 6 Mikrostruktura odlewanego Inconel 738 LC 1	9
Tab. 10 Charakterystyka różnych technik przyrostowych [35] 2	24
Tab. 11 Wady i zalety druku 3D [41, 42, 43, 44]2	27
Tab. 12 Przykłady stopów zmodyfikowanych do zastosowania w druku 3D [35, 73-78]. 3	1
Tab. 13 Charakterystyka chemiczna INC738LC 4	4
Tab. 14 Wartości parametrów druku w DOE4	7
Tab. 15 Skład roztworu do trawienia drukowanego INC738LC (wytworzony n	ıa
Politechnice Warszawskiej)	1
Tab. 16 Skład roztworu Kallings'a	1
Tab. 18 Udział objętościowy składowych tekstury dla próbki po druku 3D7	'1
Tab.19 Udział objętościowy głównych składowych tekstury w próbce OC HIP CVD 7	'2
Tab.20 Rozłożenie punktów pomiarowych7	'4
Tab. 21 Wyniki analizy fazowej7	'4
Tab. 22 Wyniki pomiaru naprężeń dla próbki po druku 3D7	'5
Tab. 23 Wyniki analizy fazowej7	'6
Tab. 24 Wyniki pomiaru naprężeń dla próbki drukowanej po obróbce cieplnej7	'7
Tab. 25 Wyniki analizy fazowej7	7
Tab.26 Wyniki pomiaru naprężeń dla próbki drukowanej po obróbce cieplnej + HIP7	'8
Tab. 27 Średnie wartości wytrzymałości materiału w temperaturze pokojowej	8
Tab. 28 Średnie wartości wytrzymałości materiału w temperaturze 650 °C	0

Tab. 29	Właściwości	eksploatacyjne	części	silnika	wytwarzanej	metodą	odlewania	oraz
przyrosto	wą z późniejs	zą obróbka po-r	oroceso	wą			•••••	93

## LITERATURA

- B. Mikułowski; "Stopy żaroodporne I żarowytrzymałe- nadstopy"; Wydawnictwo AGH; Kraków 1997
- J. L. Everhart; "Engineering properties of nickel and nickel alloys."; Plenym Press; New York- London, 1971
- L.A. Dobrzański, M. Staszuk, PVD and CVD gradient coatings on sintered carbides and sialon tool ceramics, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering 43/2 (2010) 552- 576.
- S. Singamneni, Y.LV, A. Hewitt et al., "Additive Manufacturing for the Aircraft Industry: A Review.", Journal of Aeronautics & Aerospace Engineering, 2019,8:1, DOI: 10.4172/2329-6542.1000214
- 5. A Global EY Report 2019
- 6. https://www.innio.com/en
- Szczeciński S., Balicki W., et al., "Lotnicze zespoły napędowe cz. 3.", WAT, Warszawa, 2016
- S. Solomon, et al., Contribution of WorkingGroup I to the Fourth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change, in Summary for Policymakers, IPCC, Editor, 2007, Cambridge University Press: Climate Change 2007, United Kingdom and New York, NY, USA
- M.J. Kleeman et al., PM2. 5 co-benefits of climate change legislation part 2: California governor's executive order S-3-05 applied to the transportation sector, Clim. Change 117 (1-2) (2013) 399-414.
- Alvarez C., Couto G., Roso V., Thiriet A., Valle R., "A review of prechamber ignition systems as lean combustion technology for SI engines", Applied Thermal Engineering, 2017
- T.G. Adams, Torch Ignition for combustion control of lean mixtures, SAE Technical Paper, 1979.
- 12. A. Jamrozik, Lean combustion by a pre-chamber charge stratification in a stationary spark ignited engine, J. Mech. Sci. Technol. 29 (5) (2015) 2269–2278.
- 13. Blicharski M., Inżynieria Materiałowa, Wyd. WNT, Warszawa2003, 2012.
- 14. E. Kosieniak et al., Corrosion Failures in Gas Turbine Hot Components, Journal of failure analysis and prevention, 2012-06, Vol.12 (3), p.330-337, DOI: 10.1007/s11668-012-9571-3

- Z.J. Lin, ... Y.C. Zhou, High-temperature corrosion mechanism of layered ternary ceramics, Developments in High Temperature Corrosion and Protection of Materials, 2008
- Donachie M., Donachie S., "Supperalloys, A technical Guide", ASM International, 2002.
- 17. Davis J.R., et. al., "ASM Speciality Handbook: Nickel, Cobal and Their Alloys", ASM International, 2000.
- S. Rayapati, V. G. Satya, Thermal and structural analyses of an internal combustion engine piston with suitable different super alloys, Materials today: proceedings, 2020, Vol.22, p.2950-2956, DOI: 10.1016/j.matpr.2020.03.429
- Juraj Belan; GCP and TCP Phases Presented in Nickel-base Superalloys; Materials Today: Proceedings, Volume 3, Issue 4, 2016, Pages 936-941 <u>https://doi.org/10.1016/j.matpr.2016.03.024</u>
- 20. Egbewande A.T., Zhang H.R., Sidhu R.K., Ojo O.A., Improvement in Laser Weldability of INCONEL 738 Superalloy through Microstructural Modification, The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International, 2009, <u>https://doi.org/10.1007/s11661-009-9962-6</u>
- El-Awadi, G.A, Abdel-Samad, S., Elshazly, Ezzat S., Hot corrosion behavior of Ni based Inconel 617 and Inconel 738superalloys, Applied surface science, 2016-08-15, Vol.378, p.224-230, <u>https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2016.03.181</u>
- 22. Alloy IN-738 Technical Data, The International Nickel Company, INC., One, New York Plaza, New York, N.Y. 10004.
- 23. J.S. Zuback, P. Moradifar, Z. Khayat, N. Alem, T.A. Palmer, Impact of chemical composition on precipitate morphology in an additively manufactured nickel base superalloy, J. Alloy. Comp. 798 (2019) 446e457.
- T. Wang, Z.P. Wang, Y. Sun, Z. Li, Y. Zhang, L.X. Hu, Dynamic softening behavior and microstructure evolution of nickel base superalloy, Acta Metall. Sin. 54 (2018) 83e92.
- 25. H.J. Zhang, C. Li, Y.C. Liu, Q.Y. Guo, Y. Huang, H.J. Li, J.X. Yu, Effect of hot deformation on g00 and d phase precipitation of Inconel 718 alloy during deformation & isothermal treatment, J. Alloy. Comp. 716 (2017) 65e72.
- 26. J.- C Zhao; "Phase precipitation and time-temperature-transformation diagram of Hastelloy X"; 2000

- N. El-Bagoury, M. Waly, A. Nofal, Effect of various heat treatment conditions on microstructure of cast polycrystalline IN738LC alloy, Materials Science and Engineering A 487 (2008) 152–161, doi:10.1016/j.msea.2007.10.004
- 28. Garosshen, T.J. and Mccarthy, G.P., Met Trans. A, Vol. 16A, 1985, p. 1313.
- 29. Standard Aerospace Ltd., Private Communication.
- 30. RebeccadM. and Ebert, L.J., Scripta. Met Vol. 17, 1983, p. 1983.
- 31. Gibson I., Rosen D., Stucker B., "Additive Manufacturing Technologies 3D Printing, Rapid Prototyping, and Direct Digital Manufacturing", Springer Science Business Media New York 2010, 2015, DOI 10.1007/978-1-4939-2113-3
- 32. The 7 categories of Additive Manufacturing, Loughbrgh. Univ. -Addit. Manuf. Res. Gr.Available online: <u>https://www.lboro.ac.uk/research/amrg/about/</u>the7categoriesofadditivemanufacturin g/(accessed on 21 March 2019)
- 33. Pierre Ciraud, DE2263777A1: Method and device for manufacturing any articles from any meltable material, 1971.
- 34. C. Yu, L. Zhang, W. Zhao, S. Zhang, A blockchain-based service composition architecture in cloud manufacturing, Int. J. Comput. Integr. Manuf. 33 (7) (2020) 701–715, https://doi.org/10.1080/0951192X.2019.1571234.
- 35. Liu Z., Zhao D., Wang P., et. At., Additive manufacturing of metals: Microstructure evolution and multistage control, Journal of Materials, Science & Technology, April 2021.
- 36. P.A. Hooper, Addit. Manuf. 22 (2018) 548-559.
- S.S. Al-Bermani, M.L. Blackmore, W. Zhang, I. Todd, Metall. Mater. Trans. A 41 (2010) 3422–3434.
- M.L. Griffith, M.T. Ensz, J.D. Puskar, C.V. Robino, J.A. Brooks, J.A. Philliber, J.E. Smugeresky, W.H. Hofmeister, MRS Proc 625 (2000) 9.
- N. Shamsaei, A. Yadollahi, L. Bian, S.M. Thompson, Addit. Manuf. 8 (2015) 12– 35.
- 40. https://przemyslprzyszlosci.gov.pl/specjalistyczny-druk-3d-w-technologii-slm-zuzyciem-stali-stopow-a-nawet-zlota-i-srebra/
- 41. Coykendall, J.; Cotteleer, M.; Holdowsky, J.; Mahto, M. 3D Opportunity in Aerospace and Defense: Additive Manufacturing Takes Flight; Deloitte University Press: New York, NY, USA, 2014; Volume 1, pp. 1–28.

- 42. Ford, S.; Despeisse, M. Additive manufacturing and sustainability: An exploratory study of the advantages and challenges. J. Clean. Prod. 2016, 137, 1573–1587
- 43. INSIGHT\_08, Additive Manufacturing—Applications in Aerospace. Aerosp. Inst. Technol. Available online: https://www.ati.org.uk/resource/insight\_08-additivemanufacturing/insight08-additive-m anufacturing/ (accessed on 17 September 2018).
- 44. Uriondo, A.; Esperon-Miguez, M.; Perinpanayagam, S. The present and future of additive manufacturing in the aerospace sector: A review of important aspects. Part G J. Aerosp. Eng. 2015, 229, 2132–2147.
- 45. Javaid M., Haleem A., Singh R.P., Suman R., Rab S., Role of additive manufacturing applications towards environmental sustainability, Advanced Industrial and Engineering Polymer Research, June 2021.
- 46. S. Ford and M. Despeisse, J. Clean. Prod., Additive manufacturing and sustainability: an exploratory study of the advantages and challenges, 137 (2016 Nov 20), pp. 1573-1587
- 47. K. Ott, H. Pascher and W. Sihn, Improving sustainability and cost efficiency for spare part allocation strategies by utilisation of additive manufacturing technologies, Proc. Manuf., 33 (2019 Jan 1), pp. 123-130
- 48. S. Mohd Yusuf, S. Cutler and N. Gao, The impact of metal additive manufacturing on the aerospace industry, Metals, 9 (12) (2019 Dec), p. 1286
- S.H. Ghaffar, J. Corker and M. Fan, Additive manufacturing technology and its implementation in construction as an eco-innovative solution, Autom. ConStruct., 93 (2018 Sep 1), 1-1
- S. Meteyer, X. Xu, N. Perry and Y.F. Zhao, Energy and material flow analysis of binder-jetting additive manufacturing processes, Proc. Cirp, 15 (2014 Jan 1), pp. 19-25
- 51. D. Chen, S. Heyer, S. Ibbotson, K. Salonitis, J.G. Steingrímsson and S. Thiede, Direct digital manufacturing: definition, evolution, and sustainability implications, J. Clean. Prod., 107 (2015 Nov 16), pp. 615-625
- Bourell, D.; Kruth, J.P.; Leu, M.; Levy, G.; Rosen, D.; Beese, A.M.; Clare, A. Materials for additive manufacturing., CIRP Ann. Manuf. Technol. 2017, 66, 659– 681.
- Frazier, W.E. Metal additive manufacturing: A Review. J. Mater. Eng. Perform. 2014, 23, 1917–1928

- 54. W. Tillmann, C. Schaak, J. Nellesen, M. Schaper, M.E. Aydinoz, K.P. Hoyer, Hot isostatic pressing of IN718 components manufactured by selective laser melting, Addit. Manuf. 13 (2017) 93e102.
- 55. GE Agrees to Purchase Controlling Shares of Arcam AB, GE Addit. Available online: https://www.genewsroom.com/press-releases/ge-agrees-purchasecontrolling-shares-arcam-ab (accessed on 17 March 2019)
- 56. Kellner, T.; Bovalino, Y. Laser Metalz: Bionic Design Is The Next Frontier For 3D Printing, GE Reports. Available online: https://www.ge.com/reports/laser-metalzbionic-design-next-frontier-3d-printin g/ (accessed on 30 March 2019)
- 57. Cessna Denali-Overview, Cessna-Textron Aviat. Available online: https://cessna.txtav.com/en/turboprop/de nali (accessed on 30 March 2019).
- 58. Sheynin, D.; Bovalino, Y.M. This Is What A 3D Printed Jet Engine Looks Like, GE Reports. Available online: https://www.ge.com/reports/treat-avgeeks-inside-lookges-3d-printed-aircraft-engine/ (accessed on 15 April 2019). Metals 2019, 9, 1286 29 of 35
- 59. Dusen, M.V. GE's 3D-Printed Airplane Engine Will Run This Year, GE Reports. Available online: https://www.ge.com/reports/mad-props-3d-printed-airplaneengine-will-run-year/ (accessed on 21 February 2019).
- 60. Guo N, Leu MC (2013) Additive manufacturing: Technology, applications and research needs. Front Mech Eng 8: 215-243.
- 61. Catts T (2013) GE turns to 3D printers for plane parts. Bloomberg Businessweek
- Tomlin M, Meyer J (2011) Topology optimization of an additive layer manufactured (ALM) aerospace part.
- 63. Muir M (2013) Multidisciplinary optimisation of a business jet main exit door hinge for production by additive manufacturing 2: 1.
- 64. Bovalino YM, Kellner T (2017) Laser metalz: Bionic design is the next frontier for 3D printing. GE Reports.
- 65. EOS (2015) Aerospace: MTU manufacturing of engine components for the airbus A320neo with eos technology.
- 66. EOS (2015) Industrial 3D printing of engine components 2: 1
- 67. Metal-AM (2015) Turbomeca uses metal additive manufacturing for helicopter engine components.
- 68. Roca JB, Vaishnav P, Fuchs ERH, Morgan MG (2016) Policy needed for additive manufacturing. Nat Mater 15: 815-818.

- 69. Strube, G.; Eloot, K.; Griessmann, N.; Dhawan, R.; Ramaswamy, S. Trends in the commercial aerospace industry. In Supply Chain Integration Challenges in Commercial Aerospace: A Comprehensive Perspective on the Aviation Value Chain; Springer International Publishing: Cham, France, 2017; pp. 141–159
- 70. Richter K, Witt N (2017) Introduction: Supply chain integration challenges in the commercial aviation industry. Springer pp: 1-15.
- 71. S. Tammas-Williams and I. Todd, Scr. Mater., 135 (2017), pp. 105-110
- 72. Y.T. Tang, C. Panwisawas, J.N. Ghoussoub, Y. Gong, J.W.G. Clark, A.A.N. Németh, D.G. McCartney and R.C. Reed, Acta Mater, 202 (2021), pp. 417-436
- 73. M.L. Montero-Sistiaga, R. Mertens, B. Vrancken, X. Wang, B. Van Hooreweder, J.P. Kruth and J. Van Humbeeck, J. Mater. Process. Technol., 238 (2016), pp. 437-445
- 74. B. Vrancken, L. Thijs, J.P. Kruth and J. Van Humbeeck, Acta Mater, 68 (2014), pp. 150-158
- 75. D. Zhang, D. Qiu, M.A. Gibson, Y. Zheng, H.L. Fraser, D.H. StJohn and M.A. Easton, Nature, 576 (2019), pp. 91-95
- 76. P. Barriobero-Vila, J. Gussone, A. Stark, N. Schell, J. Haubrich and G. Requena, Nat. Commun., 9 (2018), p. 3426
- 77. Z. Sun, X. Tan, C. Wang, M. Descoins, D. Mangelinck, S.B. Tor, E.A. Jägle, S. Zaefferer and D. Raabe, Acta Mater, 204 (2021), Article 116505
- 78. Y.T. Tang, C. Panwisawas, J.N. Ghoussoub, Y. Gong, J.W.G. Clark, A.A.N. Németh, D.G. McCartney and R.C. Reed, Acta Mater, 202 (2021), pp. 417-436
- 79. Sahoo S. An approach toward multiscale modeling of direct metal laser sintering process, Metal Powder Report, vol. 74 no 2, pages 72-76, March/April 2019, <u>https://doi.org/10.1016/j.mprp.2019.01.005</u>
- 80. D.D. Gu, W. Meiners, K. Wissenbach and R. Poprawe, Int. Mater. Rev., 57 (3) (2012), pp. 133-164
- 81. J. Nandy, H. Sarangi and S. Sahoo, Adv. Manuf., 6 (2018), pp. 107-117
- J. Nandy, H. Sarangi and S. Sahoo, IOP Conf. Series Mater. Sci. Eng., 178 (2017), pp. 1-8
- 83. https://drukarki3d.pl/technologie/technologiadmls/?\_sm\_vck=QHGLLsWFWRMSHR2NnfsWFtPkJPKn5HRS6L73tNrWVGLLsS FVrKGQ
- 84. A. Mikulska, J. Kotliński, "Badanie drukowanych części maszyn", Radom, 2019.

- 85. <u>https://www.metal-am.com/articles/metal-additive-manufacturingwhy-standards-</u>lay-the-foundation-for-continued-industry-growth/
- 86. J.N. DuPont, J.C. Lippold, S.D. Kiser, Welding Metallurgy and Weldability of Nickel-Base Alloys, John Wiley & Sons, Inc., 2009, pp. 235e241.
- Kunze, K., Etter, T., Grässlin, J., Shklover, V., Texture, anisotropy in microstructure and mechanical properties of IN738LC alloy processed by selective laser melting (SLM), Materials Science and Engineering, 2014: A. 620. https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.10.003.
- 88. M. Cloots, P.J. Uggowitzer, K. Wegener, Investigations on the microstructure and crack formation of IN738LC samples processed by selective laser melting using Gaussian and doughnut profiles, Mater. Des. 89 (2016) 770e784.
- X.Q. Wang, L.N. Carter, B. Pang, M.M. Attallah, M.H. Loretto, Microstructure and yield strength of SLM-fabricated CM247LC Ni-Superalloy, Acta Mater. 128 (2017) 87e95
- 90. P. Wangyao, G. Lothongkum, V. Krongtong, W. Homkrajai, N. Chuankrerkkul, Microstructural restoration by hip and heat treatment processes in cast nickel based superalloy, IN-738, Chiang Mai J. Sci. 36 (3) (2009) 287e295.
- 91. E. Chlebus, K. Gruber, B. Kuznicka, J. Kurzac, T. Kurzynowski, Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of Inconel 718 processed by selective laser melting, Mater. Sci. Eng. A 639 (2015) 647e655.
- 92. Catchpole-Smith, Sam & Aboulkhair, Nesma & Parry, L. & Tuck, Christopher & Ashcroft, Ian & Clare, Adam. (2017). Fractal Scan Strategies for Selective Laser Melting of 'Unweldable' Nickel Superalloys. Additive Manufacturing. 15. 113–122. 10.1016/j.addma.2017.02.002.
- 93. Scendo M.: Działanie wybranych inhibitorów korozji miedzi w wodnych roztworach chlorków, Wyd. Akademii Świętokrzyskiej, Kielce 2006.
- 94. Dobrzański L.A., Dobrzańska-Danikiewicz A., Obróbka powierzchni materiałów inżynierskich, Gliwice 2001
- 95. S. S Babu et al., Additive Manufacturing of Nickel Superalloys: Opportunities for Innovation and Challenges Related to Qualification, Metallurgical and materials transactions. A, Physical metallurgy and materials science, 2018-06-01, Vol.49 (9), p.3764-3780, DOI: 10.1007/s11661-018-4702-4

- 96. Y. Qun et at., New Ni-based superalloys designed for laser additive manufacturing, Journal of Alloys and Compounds Volume 861, 25 April 2021, 157979, DOI: 10.1016/j.jallcom.2020.157979
- 97. Z. Dongyun et al., Comparison of microstructures and mechanical properties of Inconel 718 alloy processed by selective laser melting and casting, Materials science & engineering. A, Structural materials: properties, microstructure and processing, 2018-05-02, Vol.724, p.357-367, DOI: 10.1016/j.msea.2018.03.073
- 98. S. Kleszczyński et al., Einfluss von Prozessfehlern au die mechanisch-technologischen Eigenschaften strahlgeschmolzener Bauteile, Conference: Fachmesse und Anwendertagung für Rapid-Technologie: Tagungsband 2013
- 99. P. Hanzl et al., The Influence of Processing Parameters on the Mechanical Properties of SLM Parts, Procedia engineering, 2015, Vol.100 (January), p.1405-1413, DOI: 10.1016/j.proeng.2015.01.510
- T. Guraya et al., Microstructure formed during selective laser melting of IN738LC in keyhole mode, Journal of alloys and compounds, 2019-07-05, Vol.792, p.151-160, DOI: 10.1016/j.jallcom.2019.03.419
- 101. A. Ramakrishnan, G.P. Dinda, Direct laser metal deposition of Inconel 738, Materials science & engineering. A, Structural materials: properties, microstructure and processing, 2019-01-07, Vol.740-741, p.1-13, DOI: 10.1016/j.msea.2018.10.020
- 102. Z. Xiaoqiang et al., Cracking mechanism and susceptibility of laser melting deposited Inconel 738 superalloy, Materials & design, 2019-12-05, Vol.183, p.108105, DOI: 10.1016/j.matdes.2019.108105
- 103. H. Wang et al., Selective laser melting of the hard-to-weld IN738LC superalloy: Efforts to mitigate defects and the resultant microstructural and mechanical properties, Journal of alloys and compounds, 2019-10-30, Vol.807, p.151662, DOI: 10.1016/j.jallcom.2019.151662
- 104. B.G. Wendler, Functional coatings by PVD or CVD methods, Institute for Sustainable Technologies – National Research Institute (ITeE – PIB), Łódź, Radom, 2011.
- 105. L.A. Dobrzański, Materiały inżynierskie i projektowanie materiałowe. Podstawy nauki o materiałach i metaloznawstwo, Wydanie II zmienione i uzupełnione, WNT, Warszawa, 2006.

- 106. L.A. Dobrzański, D. Pakuła, Structure and Properties of the Wear Resistant Coatings Obtained in the PVD and CVD Processes on Tool Ceramics, Materials Science Forum 513 (2006) 119-133.
- 107. L.A. Dobrzański, J. Mikuła, Structure and properties of PVD and CVD coated Al2O3+TiC mixed oxide tool ceramics for dry on high speed cutting processes, Journal of Materials Processing Technology 164-165 (2005) 822-831.
- 108. L.A. Dobrzański, M. Staszuk, K. Gołombek, A. Śliwa, M. Pancielejko, Structure and properties PVD and CVD coatings deposited onto edges of sintered cutting tools, Archives of Metallurgy and Materials 55/1 (2010) 187-193
- 109. L.A. Dobrzański, S. Skrzypek, D. Pakuła, J. Mikuła, A. Křiž, Influence of the PVD and CVD technologies on the residual macro-stresses and functional properties of the coated tool ceramics, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering 35/2 (2009) 162-168.
- 110. Henryk Woźnica, Metaloznawstwo, Warszawa: Wydawnictwa Szkolne i Pedagogiczne, 1979, ISBN 83-02-00382-4, OCLC 749546010.
- 111. J. WOJCIECHOWSKI (red.), Wielka encyklopedia PWN, Warszawa, Wydawnictwo Naukowe PWN, 2002
- 112. Perevoshchikova N., Heilmaier M, et al., Optimisation of Selective Laser Melting parameters for the Ni-based superalloy IN-738 LC using Doehlert's design, Rapid Prototyping Journal · July 2017, https://doi.org/10.1108/RPJ-04-2016-0063]
- 113. P. Wangyao, G. Lothongkum, V. Krongtong, W. Homkrajai, N. Chuankrerkkul, Microstructural restoration by hip and heat treatment processes in cast nickel based superalloy, IN-738, Chiang Mai J. Sci. 36 (3) (2009) 287e295.
- 114. E. Chlebus, K. Gruber, B. Kuznicka, J. Kurzac, T. Kurzynowski, Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of Inconel 718 processed by selective laser melting, Mater. Sci. Eng. A 639 (2015) 647e655.
- 115. W. Tillmann, C. Schaak, J. Nellesen, M. Schaper, M.E. Aydinoz, K.P. Hoyer, Hot isostatic pressing of IN718 components manufactured by selective laser melting, Addit. Manuf. 13 (2017) 93e102.
- 116. J.Romanowska et al., Zirconium Modified Aluminide Coatings Obtained by the CVD and PVD Methods, Open Journal of Metal, 2013, 3, 92-99, http://dx.doi.org/10.4236/ojmetal.2013.34014
- 117. Mathia T., Pawlus P., Wieczorowski M., Recent trends in surface metrology, 2011Wear 271, s.494–508, https://doi.org/10.1016/j.wear.2010.06.001

- 118. J. DuPont; "Welding metallurgy and weldability of nickel- bas alloys"; John Wiley & Sons; Inc. 2009
- 119. C. Stewart; "Nickel- Based Super Alloys"; INSG Insight No. 20; 2013
- 120. J. Głownia; Morphology of  $\gamma$ '- precipitates in single crystals of nickel alloys at creep temperatures"; Vienna, 1981.
- 121. D. Coutsouradis; "High Temperature Alloys for Gas Turbines"; London 1978
- 122. S. Mrowec; "Nowoczesne tworzywa żaroodporne"; WNT; Warszawa 1968
- 123. C.T. Sims; "Superalloys 1984"; 1984
- 124. J. L. Walter; "Alloying"; ASM International; Ohio, 1988.
- 125. "Theory of Alloy Phases; American Society for Metals; Cleveland, 1956
- 126. C. L. Lewis; "The analysis of nickel."; Pergamon Press; London 1966
- 127. S.J. Rosenberg; "nickel and its alloys."; 1968
- 128. W.H. Tian, C.S. Han, M. Nemoto, Precipitation of a-Cr in B2-ordered NiAl, In termetallics 7 (1999)