

## Горячее изостатическое прессование для аддитивного производства - улучшение свойств материала

Magnus Ahlfors<sup>1,a\*</sup>, Fouzi Bahbou<sup>2,b</sup>, Anders Eklund<sup>3,c</sup>, Ulf Ackelid<sup>2,d</sup> <sup>1</sup>Quintus Technologies

LLC, Lewis center, OH, USA

<sup>2</sup>Arcam AB, Mölndal, Sweden

<sup>3</sup>Quintus Technologies AB, Västerås, Sweden

<sup>a</sup>magnus.ahlfors@quintusteam.com, <sup>b</sup>fouzi.bahbou@arcam.com, <sup>c</sup>anders eklund@quintusteam.com, <sup>d</sup>ulf.ackelid@freemelt.com

**Ключевые слова:** Горячее изостатическое прессование (ГИП), Аддитивное производство, Титан

**Аннотация.** Исследование параметров ГИП для ЕВМ Ti-6Al-4V, было проведено Arcam AB и Quintus Technologies AB, с целью максимально повысить прочность/стойкость материалов, подвергнутых ГИП. Более низкая температура ГИП, равная 800 ° С, и более высокое давление, равное 200 МПа, обеспечивают высочайшую прочность, и достаточны для устранения всех внутренних дефектов. При помощи печати материалом с намеренно вызванной пористостью, в комбинации с оптимизированным ГИП-циклом, можно достичь оптимальной прочности.

### Введение

Горячее изостатическое прессование (HIP) широко используется сегодня для устранения внутренних дефектов в металлических материалах, полученных в результате плавления в порошковом слое. Внутренние дефекты - это в основном дефекты отсутствия плавления, возникающие в процессе печати, и пористость, происходящая от газа, захваченного частицами порошка. Эти дефекты действуют как концентрации напряжений и точки возникновения трещин в материале, что снижает свойства материала. Устраняя эти дефекты в материале, улучшаются пластичность и особенно усталостные свойства [1-5]. На рисунке 1 показано поперечное сечение материала ЕВМ Ti-6Al-4V до и после ГИП, где можно увидеть типичный эффект ГИП с точки зрения устранения дефектов. На рис.2 показаны типичные усталостные данные как напечатанного, так материала ЕВМ Ti-6Al-4V, подвергнутого ГИП, и очевидно, что процесс ГИП дает значительно улучшенные усталостные свойства по сравнению с напечатанным материалом. Данные собраны компанией Arcam.

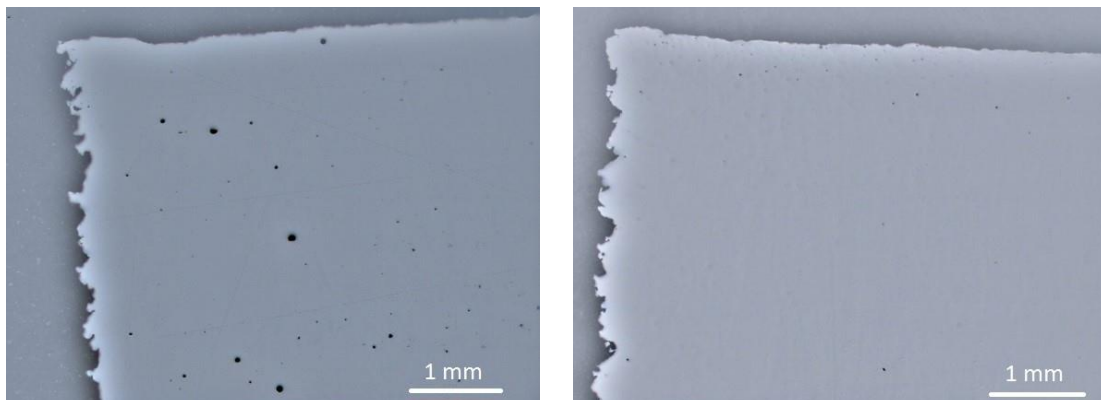


Рисунок 1 - Микрофотографии ЕВМ Ti-6Al-4V до ГИП слева и после ГИП справа.

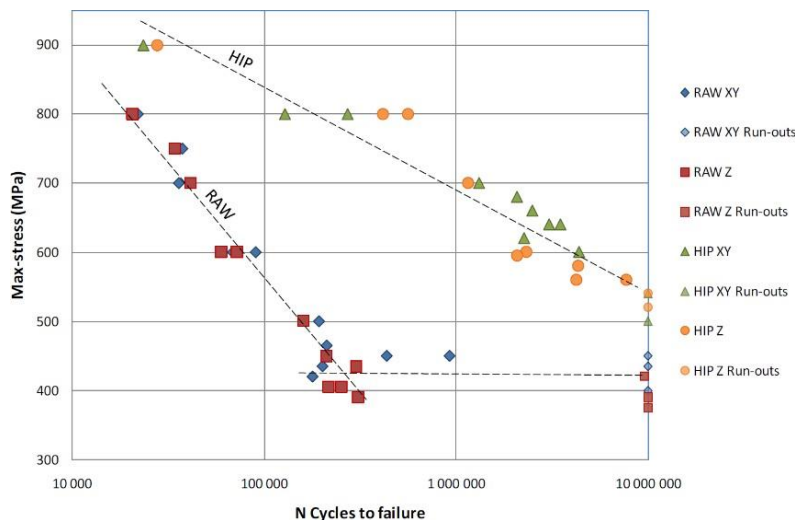


Рис. 2 - Усталостные данные для EBM Ti-6Al-4V, любезно предоставлено Arcam.

Скорость затвердевания в процессе EBM очень высока, и составляет порядка  $10^3 - 10^5$  K/s [6]. Чрезвычайно быстрое отверждение создает очень тонкую микроструктуру, которая придает материалу высокую прочность. Любая обычная термообработка при повышенной температуре в течение значительно долгого времени, такая как ГИП, будет огрублять микроструктуру из-за термодинамических движущих сил. Это огрубление микроструктуры приведет к снижению прочности материала, что не является предпочтительным. За последние годы развитие оборудования, применяющего метод печати EBM, сделало отпечатанные микроструктуры еще более тонкими, что делает эту проблему еще более значимой для современных машин EBM. На Рис. 3 а) и б) показаны микроструктура отпечатанного материала по сравнению с микроструктурой отпечатанного с помощью EBM Ti-6Al-4V после ГИП. Огрубление микроструктуры после ГИП очевидно. На Рис. 3 а) и с) показано различие между микроструктурами, созданными более старой машиной Arcam s12 по сравнению с более новой Arcam Q10.

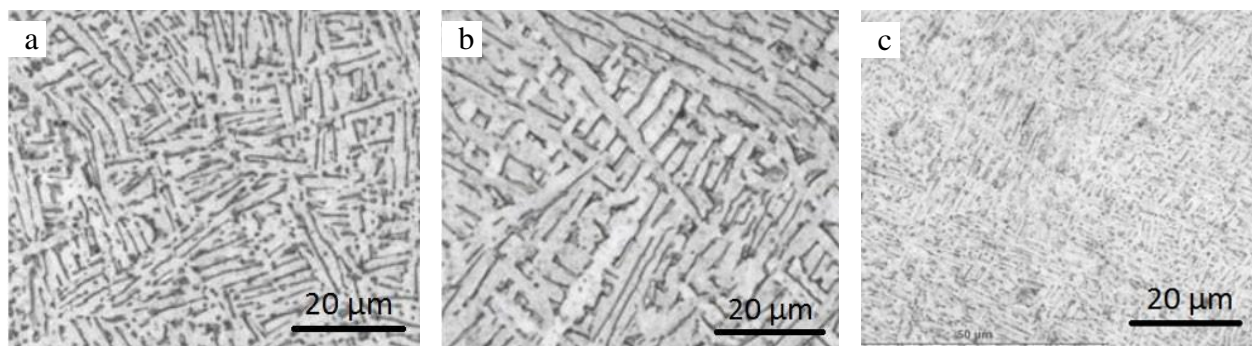


Рисунок 3 - Микроструктуры EBM Ti-6Al-4V а) Напечатано с помощью Arcam s12 б) После ГИП (920 ° C, 1000 бар, 2 часа) с Arcam s12 в) Напечатано с помощью Arcam Q10

Для Ti-6Al-4V, полученного селективным лазерным плавлением (SLM), наблюдается такое же укрупнение микроструктуры и, следовательно, снижение прочности. Как сообщает Leuders [1], предел прочности на растяжение Ti-6Al-4V после селективного лазерного плавления (СЛП) уменьшается при любом типе процесса в условиях повышенной температуры, включая ГИП, как показано на рисунке. 4.

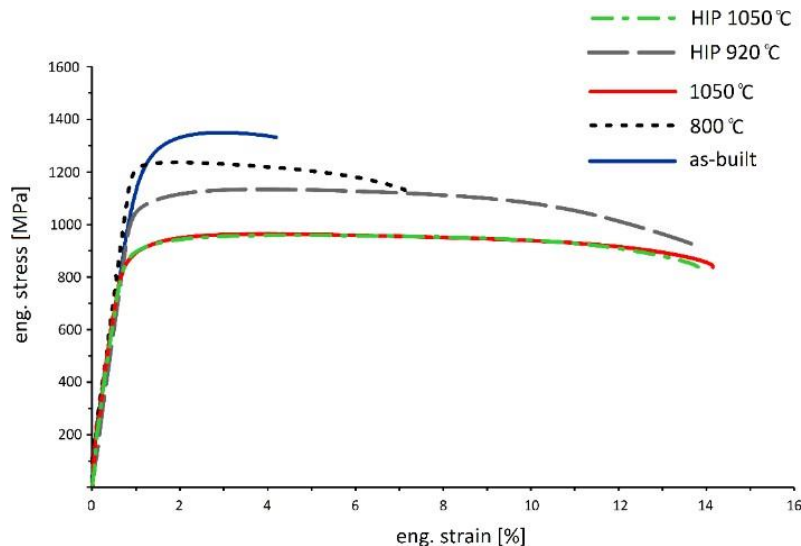


Рисунок 4 - Данные испытаний на растяжение Ti-6Al-4V после СЛП в различных условиях [1]

Стандарт ASTM для Ti-6Al-4V подвергнутого плавлению в порошковом слое, F2924-14, определяет температуру ГИП между 895 и 955 ° C, минимальное давление 100 МПа и минимальное время выдержки 2 часа. Широко используемые параметры ГИП для аддитивного производства Ti-6Al-4V составляют 920 ° C, 100 МПа и время выдержки 2 часа, что соответствует стандартной спецификации. Однако эти параметры ГИП были разработаны для литого Ti-6Al-4V до того, как существовали сегодняшние коммерческие процессы аддитивного производства, таким образом, неоспорно, что такие параметры ГИП являются оптимальными для материала для аддитивного производства.

Исходя из этого, Arcam и Quintus Technologies провели исследование параметров ГИП для ЕВМ Ti-6Al-4V с целью оценить, можно ли использовать другие параметры ГИП для устранения всех дефектов, и сумели оказать небольшое влияние на качество напечатанной микроструктуры. Подход этого исследования заключается в оценке более низких температур ГИП.

### Экспериментальная часть

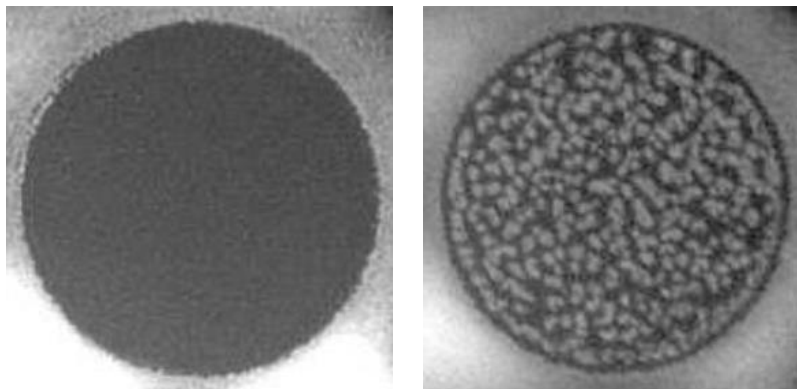
Исследование параметров ГИП состояло из 6 различных обработок ГИП согласно Таблице 1 вместе с напечатанным материалом в качестве справочного материала. Образцы для исследования представляли собой стержни диаметром 15 мм, напечатанные со стандартными параметрами печати ЕВМ и порошком, для оценки каждого условия использовали по 10 образцов.

Таблица 1 - 6 различных методов обработки ГИП, использованных в исследовании

Вариант	Температура [°C]	Давление [МПа]	Время выдержки [часов]	Скорость охлаждения [К/мин]
1	920	100	2	~ 30
2	920	100	2	~ 1500
3	880	100	2	~ 30
4	840	100	2	~ 30
5	800	100	2	~ 30
6	800	200	2	~ 30

Результаты различных вариантов ГИП оценивали по плотности, анализу внутренних дефектов и данным на растяжение в направлениях  $x$  и  $z$ . Плотность измерялась с помощью гелиевой пикнометрии и по принципу Архимеда, который здесь называется проникновением воды. Внутренние дефекты в материале были оценены с помощью оптической микроскопии, данные о растяжении получены при стандартном испытании на растяжение.

В качестве продолжения исследования, материала был напечатан с преднамеренной внутренней пористостью, и был также подвергнут ГИП и проанализирован. Преднамеренно вызванные дефекты были получены при печати с большей смещенной линией до 0,4 мм вместо стандартных 0,2 мм. На рисунке 5 показана макроструктура материала, напечатанного со стандартным смещением линии 0,2 мм и смещением линии 0,4 мм; наблюдается большая разница в количестве дефектов.



*Рисунок 5 - дефекты, проанализированные LayerQam.*

*Слева - печать со смещением линии 0,2 мм, справа - печать со смещением линии 0,4 мм.*

### **Результаты**

На рисунке 6 представлены результаты измерений плотности. Как видно, все варианты ГИП дают плотность  $\sim 100\%$ . Материал, напечатанный со стандартными параметрами, также показывает  $\sim 100\%$  плотность. В материале все еще есть пористость, но относительно небольшое количество, как показано на рисунке 1, так что никакого влияния на изменение плотности не видно. Для материала, напечатанного с большим смещением линии, плотность значительно ниже, чем у стандартного печатного материала с пористостью до 8% для материала, напечатанного со смещением линии 0,4 мм. Однако эти образцы также полностью уплотнены до  $\sim 100\%$  плотности с помощью ГИП, несмотря на низкую начальную плотность. Контур пористых печатных образцов был построен со стандартными параметрами печати для достижения газонепроницаемой поверхности образцов. Газонепроницаемая наружная поверхность детали, подлежащей ГИП, требуется для обеспечения полного уплотнения в процессе ГИП без какой-либо герметизации детали.

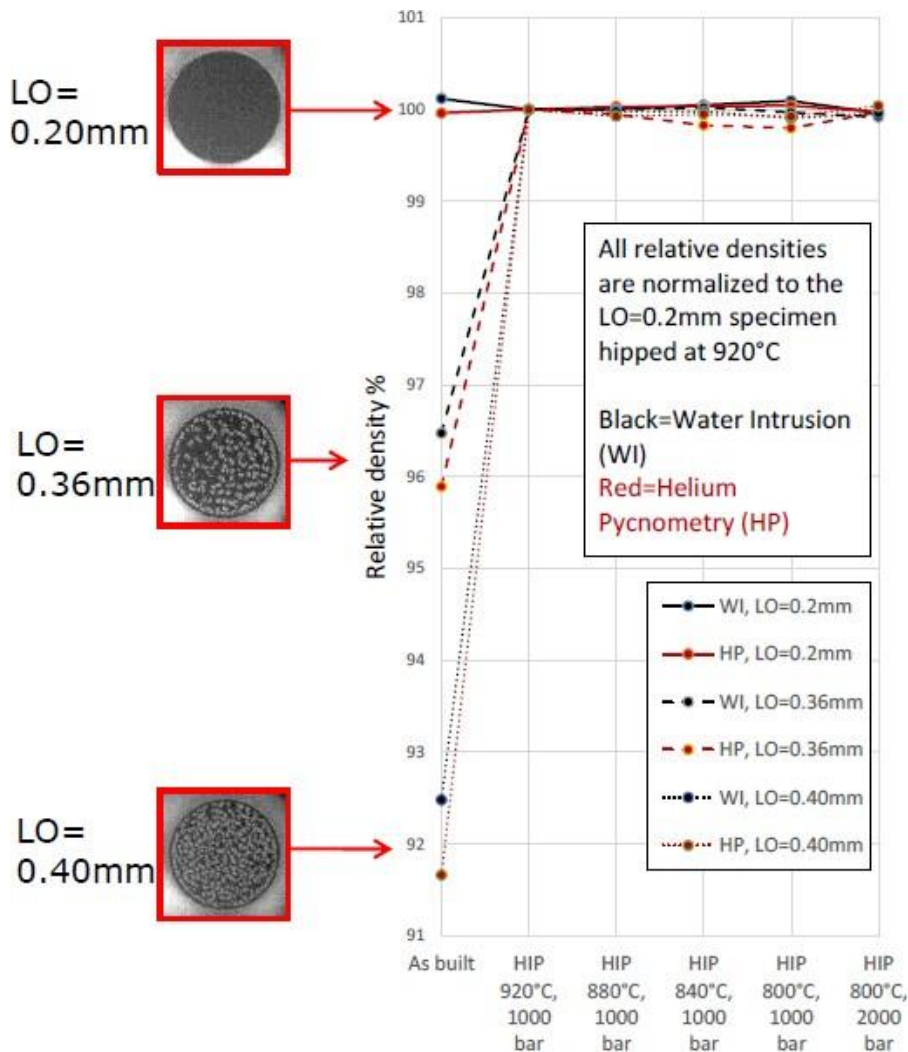
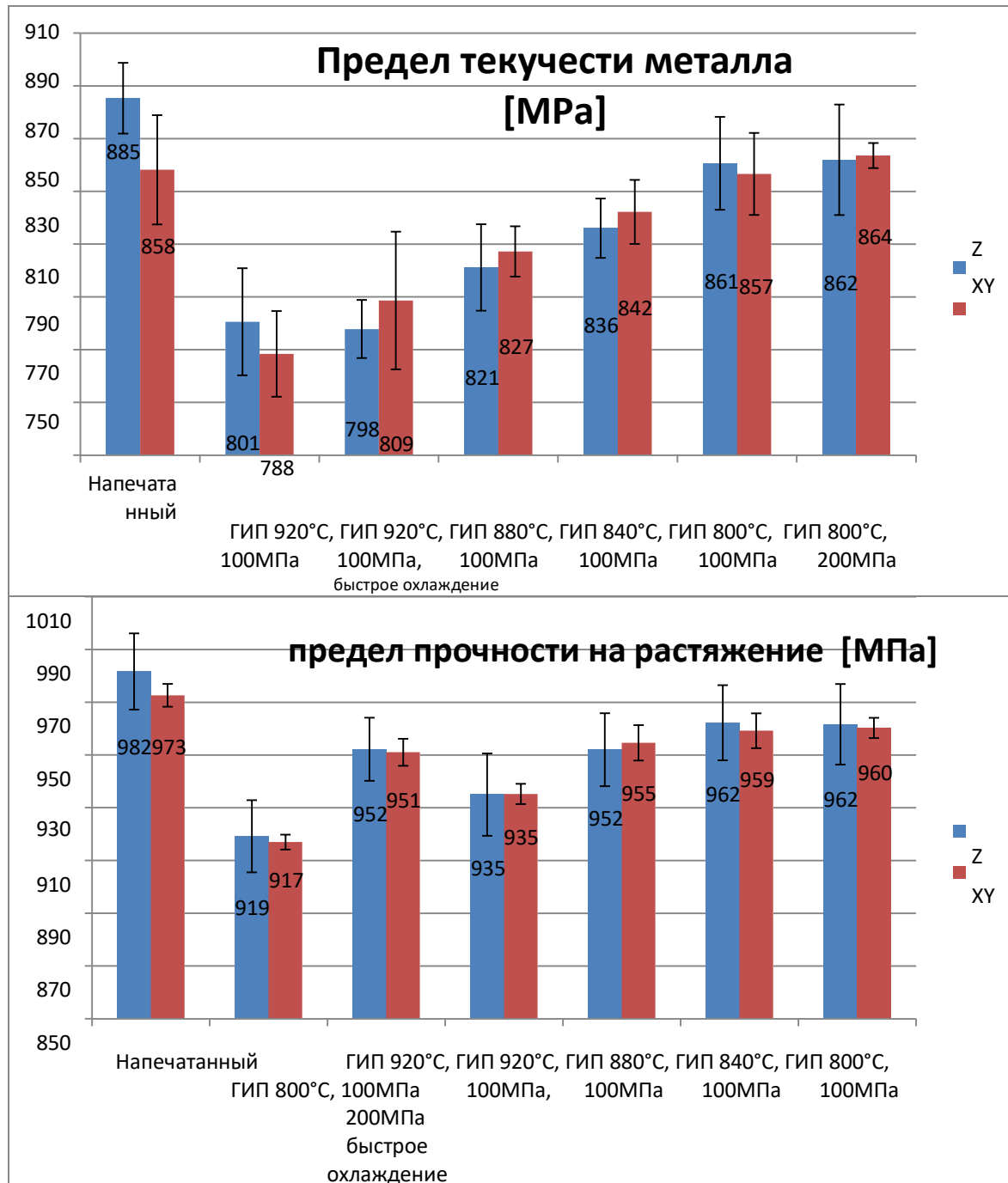


Рисунок 6 – Результаты измерения плотности

Результаты оценки дефектов с помощью оптической микроскопии показали, что варианты 1, 2, 3 и 6, подвергнутые ГИП, дали полное устранение дефектов. Варианты № 4 и 5, подвергнутые ГИП при температуре 840 и 800 ° С и давлении 100 МПа, показали некоторые небольшие оставшиеся дефекты, которые не были устранены с помощью ГИП. Измерения плотности на рисунке 6 имеют тенденцию показывать тот же результат. Результаты испытаний на растяжение материала, напечатанного со стандартными параметрами, показаны на Рисунке 7. Результаты показывают, что при переходе к более низким температурам ГИП наблюдается значительное увеличение прочности. Циклы ГИП при температуре 800 °С дают лучшую прочность, а пластичность не имеет значительной зависимости от различных вариантов ГИП.



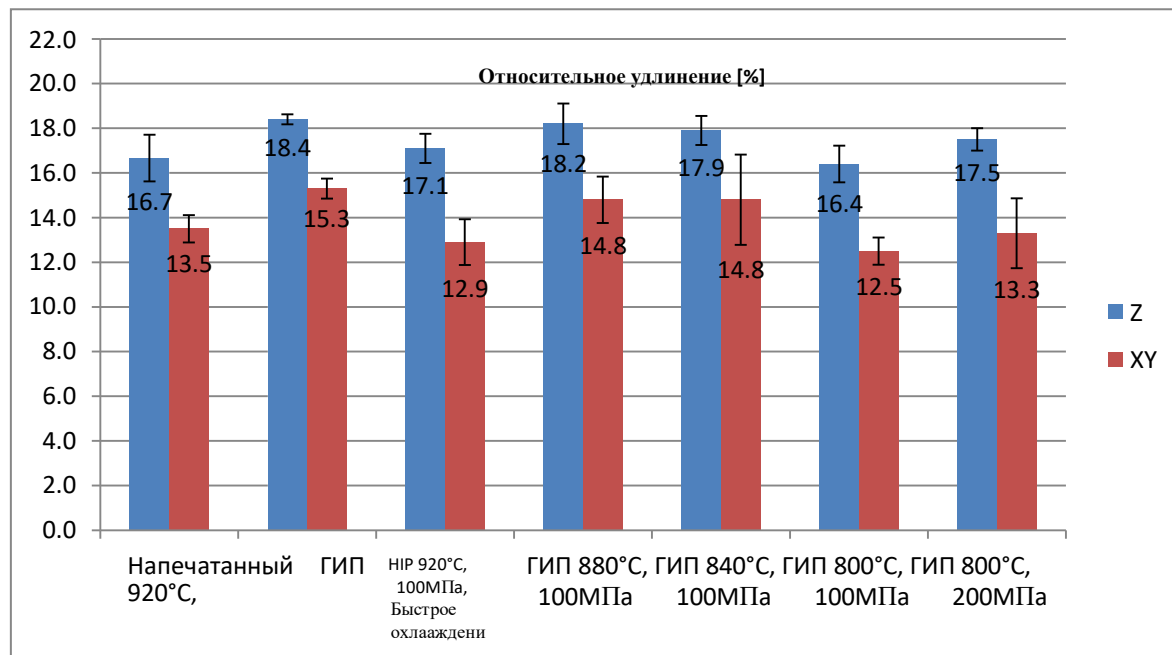
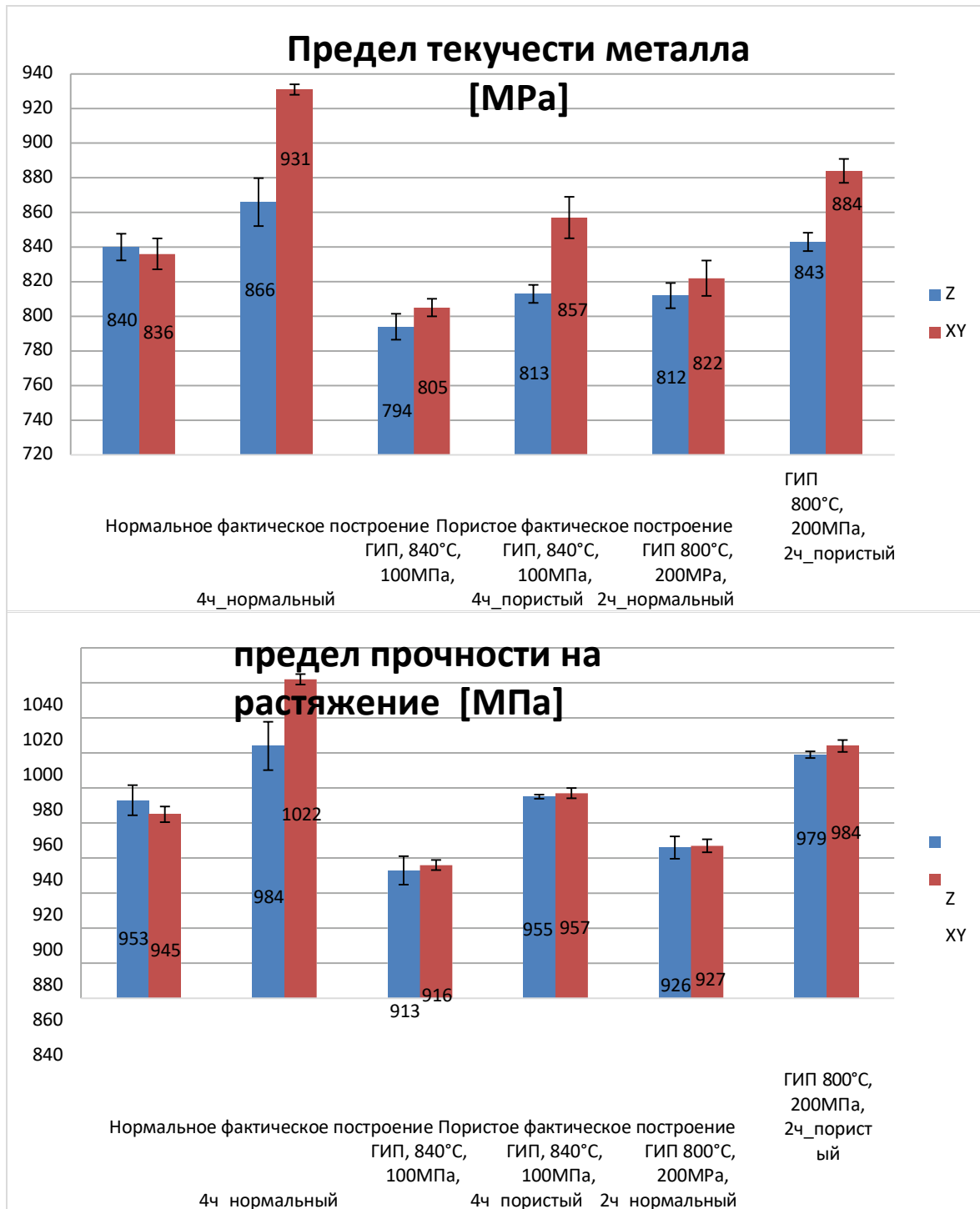


Рисунок 7 - Данные на растяжение для стандартного печатного материала

Результаты испытаний на растяжение материала, напечатанного с преднамеренными дефектами, показаны на рисунке 8 вместе с данными стандартного печатного материала. Первое интересное наблюдение, которое можно сделать, состоит в том, что прочность пористого печатного материала выше, чем стандартного печатного материала, даже если он содержит ~ 8% пористости. Однако пластичность пористого печатного материала значительно снижается при ~ 8% пористости. После ГИП значения прочности уменьшаются, но для пористого печатного материала всегда выше по сравнению со стандартным печатным материалом. Для пористого печатного материала после ГИП с оптимизированными параметрами при 800 ° С прочность выше, чем для печатного материала со стандартными параметрами. Кроме того, очень низкая пластичность в пористом материале после печати полностью восстанавливается процессом ГИП, в результате чего получается материал с более высокой прочностью, чем материал после печати и такой же пластичностью.





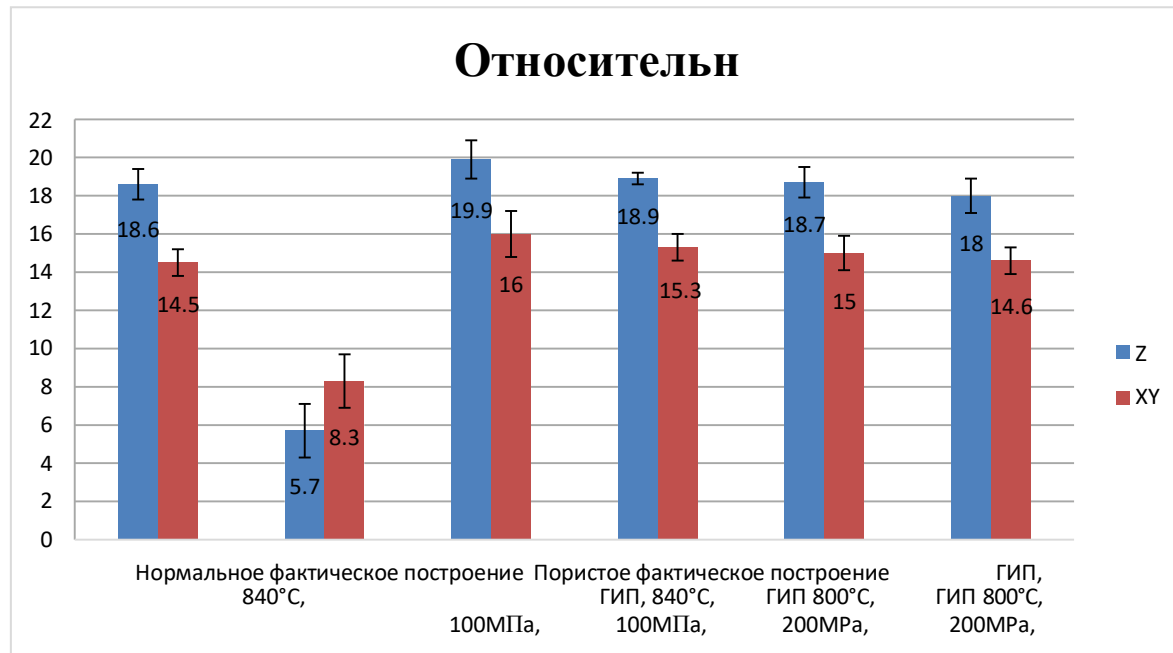


Рисунок 8 - Данные на растяжение для стандартного и пористого печатного материала

Интересным вопросом является то, почему материал, напечатанный с пористостью ~ 8%, имеет более высокую прочность на разрыв, чем практически полностью плотный материал, напечатанный со стандартными параметрами? Объяснение этому может быть увеличенным смещением линии на 0,4 мм, что приводит к меньшему размеру расплавоборника в процессе печати, поэтому слои будут меньше переплавляться. Это уменьшенное переплавление материала приводит к еще более тонкой микроструктуре после печати, которая дает более высокую прочность. Меньший расплавоборник и меньшее переплавление также уменьшают потери алюминия из-за испарения  $t_0$  во время процесса печати, что является положительным с точки зрения прочности.

### Выводы

Вывод из этого исследования заключается в том, что изготовленный из Ti-6Al-4V методом ЕВМ, подвергнутый ГИП при температурой, равной 800 ° С, может получить полную плотность материала, если давление ГИП увеличено со 100 до 200 МПа при неизменном времени выдержки 2 часа. Эти параметры ГИП дают значительно более высокую прочность по сравнению со стандартными параметрами ГИП 920 ° С, 100 МПа и 2 часа из-за уменьшенного округления тонкой микроструктуры.

Можно также сделать вывод, что печать с большим смещением линии вызывает большую пористость материала во время процесса печати, но также дает более высокую прочность из-за меньшего количества энергии, вводимой в материал. В результате оптимизированные параметры ГИП для аддитивного производства в сочетании с оптимизированными параметрами печати для ГИП позволят получить материал, который прочнее, чем напечатанный стандартный материал, но с тем же уровнем пластичности. Можно предположить, что материал, подвергнутый ГИП, также будет иметь уже хорошо известное значительное увеличение усталостных свойств по сравнению с напечатанным материалом.

Окончательный вывод из этого исследования заключается в том, что ГИП, термообработка и другие процессы должны быть исследованы для материала аддитивного производства, чтобы достичь оптимальных свойств, и эти последующие

обработки не могут быть просто скопированы с, например, литейной промышленности, потому что аддитивное производство отличается от традиционных производственных процессов. Другим важным моментом является то, что при использовании ГИП, процесс печати может быть скорректирован для ГИП для достижения оптимальных свойств материала.

В случае последующего процесса ГИП, нет необходимости достигать 99.9 % теоретической плотности в напечатанной детали, т.к. уплотнённость после ГИП будет та же, даже при изначальной плотности 92%.

### **Использованная литература**

- [1] S. Leuders, On the mechanical performance of structures manufactured by Selective Laser Melting: Damage initiation and propagation, University of Paderborn, Germany, as presented at AMPM2014, MPIF, USA
- [2] N. Hrabe et al., Fatigue properties of a titanium alloy (Ti-6Al-4V) fabricated via electron beam melting (EBM): Effects of internal defects and residual stress, International Journal of Fatigue Volume 94, Jan 2017. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2016.04.022>
- [3] A. Kirchner et al., Mechanical Properties of Ti-6Al-4V Additively Manufactured by Electron Beam Melting, EuroPM2015, Reims, France
- [4] J. J Lewandowski M. Seifi, Metal Additive Manufacturing: A Review of Mechanical Properties, Annual Review of Materials Research, July 2016
- [5] J. Haan et al, Effect of Subsequent Hot Isostatic Pressing on Mechanical Properties of ASTM F75 Alloy Produced by Selective Laser Melting, EuroPM2014, Salzburg, Austria
- [6] S. Al-Bermani, M. Blackmore, W. Zhang, I. Todd, The origin of microstructural diversity, texture, and mechanical properties in electron beam melted Ti-6Al-4V, Metallurgical and Materials Transactions A 41 (2010) 3422–3434. <https://doi.org/10.1007/s11661-010-0397-x>