

Vilniaus universiteto  
Fizikos fakultetas  
Fotonikos ir nanotechnologijų institutas

Karolis Stravinskas  
SILICIO KARBIDO ĮTAKA LYDINIŲ, SUFORMUOTŲ LAZERINIO METALO 3D  
SPAUSDINIMO BŪDU, SAVYBĖMS

Magistrantūros studijų baigiamasis darbas

Fotonikos ir nanotechnologijų  
studijų programa

Studentas

Karolis Stravinskas

Darbo vadovas

dr. Genrik Mordas

Komisijos pirmininkas

dr. Kazimieras Nomeika

Vilnius 2023

# TURINYS

Įvadas .....	4
Darbo uždaviniai: .....	5
1. Teorinis įvadas .....	6
1.1. Pridėtinė gamyba.....	6
1.2. SLS technologija .....	7
1.3. Pagrindiniai SLS proceso parametrai ir jų įtaka lydinių formavimui .....	10
1.4. Metalų dalelės SLS procese .....	11
1.5. Keramikos dalelės SLS procese .....	13
2. Naudojama įranga ir tyrimo metodika .....	14
2.1. Programinė įranga .....	15
2.2. Mėginių gamybos ir paruošimo įranga.....	16
2.3. Tyrimų įranga.....	18
2.3.1 Lazerinis dalelių dydžių analizatorius.....	18
2.3.2 Skenuojantis elektronų mikroskopas ir Energijos Dispersijos Spektroskopas.....	19
2.3.3 Optinis profilometras.....	22
2.3.4 Tankio matuoklis.....	23
2.3.5 Stiprumo ir takumo ribų testavimo įranga.....	24
2.3.6 Kietumo matuoklis .....	25
3. Silicio karbido ir nerūdijančio plieno lydinių tyrimas .....	26
3.1. Medžiagos miltelių tyrimai .....	27
3.1.1 Dalelių dydžių pasiskirstymas.....	27
3.1.2 Morfologija.....	29
3.2. Lydinių paviršiaus ir mikrostruktūros kokybės tyrimai .....	30
3.2.1 Lydinio paviršiaus tyrimai .....	31
3.2.2 Lydinių mikrostruktūros ir cheminės sudėties tyrimai.....	32

3.3. Lydinių mechaninių savybių tyrimas .....	35
3.4. SiC įtaka metalo lydinio savybėms .....	36
Išvados.....	38
Literatūros sąrašas .....	39
Summary .....	44

## Įvadas

Pridėtinė gamyba iš esmės pakeitė požiūrį, kaip turėtų būti projektuojami, gaminami ir surinkinėjami komponentai ar detalės. Tradicinės metalo gamybos pramonės nusistovėję procesai pasikeitė 1997 m., kai pirmą kartą buvo panaudotas lazerinis 3D spausdinimas [1]. Selektyvus lazerinis sukepinimas (SLS) yra viena sparčiausiai tobulėjančių gamybos technologijų, prisikariama pridėtinės gamybos technologijų grupei. Pridėtinė gamyba, kitaip dar vadinama 3D spausdinimu, yra paremta sluoksnių formavimu pridėdant medžiagą, o ne ją pašalinant, kaip tai atliekama tradiciniuose gamybos būduose [2]. Tai leidžia gaminti itin sudėtingas formas, kurias būtų sunku arba neįmanoma išgauti kitais būdais, mažinti medžiagų ir resursų sunaudojimą bei sukurti tvirtesnius, lengvesnius ir efektyvesnius gaminius, lyginant su tradiciniu būdu gamintais. SLS procesas plačiai naudojamas automobilių, oro, kosmoso ir chemijos pramonėse, kai reikalaujama sparčios ir vienetinės gamybos [3], [4]. Ši technologija turi potencialo būti naudojama dar plačiau, tačiau viena iš pagrindinių problemų siekiant patobulinti SLS procesą yra ribotas šiai technologijai tinkamų medžiagų pasirinkimas. Norint išryškinti šios technologijos universalumą ir padidinti pritaikomumą, būtina naujų medžiagų ar mišinių paieška.

Metalo dalelių naudojimas 3D spausdinimo procese leidžia pagaminti detales, kurios savo mechaninėmis savybėmis pralenkia tradicinės pramonės gaminius. Keramikos medžiagos nėra pritaikytos tiesioginiam lazeriniam sukepinimui, tačiau vis plačiau naudojamos kaip tvirtinamoji medžiaga metalo matricai. Medžiagos pasirinkimas yra vienas svarbiausių parametrų gamyboje – priklausomai nuo to, kur gaminys bus naudojamas, būtina parinkti reikalavimus atitinkančią medžiagą. Iš metalo pagamintos detalės pasižymi kur kas didesniu patvarumu ir jas galima naudoti kaip galutinius gaminius. Dėl savo mechaninių savybių bei atsparumo korozijai 17-4 PH nerūdijantis plienas yra viena dažniausiai naudojamų medžiagų SLS procese. Tačiau 17-4 PH lydiniai, pagaminti SLS, pasižymi šiurkščiu paviršiumi ir trapumu [5]. Metalų ir keramikos kompozitinių mišinių, pasižyminčių šilumos laidumu, žemo plėtimosi koeficientu ir tvirtumu, paieška tampa viena iš aktualiausių tyrimų kryptų aukštųjų technologijų srityje [6]. Kompozituose dažniausiai naudojamos keramikos medžiagos TiC [7], TiB<sub>2</sub> [8], SiC [9], [10], Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [11], [12], ZrO<sub>2</sub> [13], anglies pluoštas [14] ir anglies nanovamzdeliai [15] ir kt. Silicio karbido (SiC) keramikos dalelės dėl mažo tankio, atsparumo mechaniniam nusidėvimui naudojamos kaip tvirtinamoji medžiaga [16]. Tyrimai įrodė, jog SiC puikiai dera su geležies lydiniais, suteikia lydiniai tolygumo, pagerina lazerinės spinduliuotės sugertį [17] ir sumažina šiluminį plėtimąsi. Geležies pagrindu pagamintiems kompozitams, paruoštiems tradiciniais gamybos metodais, reikalingas papildomas apdirbimas, jog pagaminti gaminiai atitiktų keliamus reikalavimus [18]. Šią problemą galima išspręsti naudojant SLS. Būdamas vien iš labiausiai pažengusių pridėtinės gamybos metodų, SLS gali

vienu metu išgauti tiek sudėtingų formų gaminius, tiek ir tolygiai sulydyti metalo bei keramikos mišinius ir taip atitikti galutiniams gaminiams keliamus reikalavimus atsisakant papildomo apdirbimo.

Šiame darbe tiriama 17-4 PH, SiC ir jų kompozitinio miltelių mišinio priklausomybė nuo lazerio energijos tankio. Nustatyta miltelių morfologija ir dalelių dydžių pasiskirstymas. Atliktas 3D spausdinimas taikant SLS technologiją esant skirtingoms energijos tankio reikšmėms, įvertintas lydinių paviršiaus šiurkštumas, tankis, cheminė sudėtis ir mikrostruktūra. Išmatuotos lydinių kietumo ir mechaninės savybės. Pagal gautus rezultatus įvertinta SiC dalelių įtaka 17-4 PH lydinio, atspausdinto SLS technologija, charakteristikoms.

Šio darbo tikslas įvaldyti SLS technologiją, iširti kompozitinio mišinio (94 % 17-4 PH + 6 % SiC) dalelių tinkamumą 3D spausdinimui, įvertinti SiC įtaką 17-4 PH plienui atliekant spausdinimą prie skirtingų energijos tankio reikšmių, ir įvertinti gautų lydinių kokybę.

### **Darbo uždaviniai:**

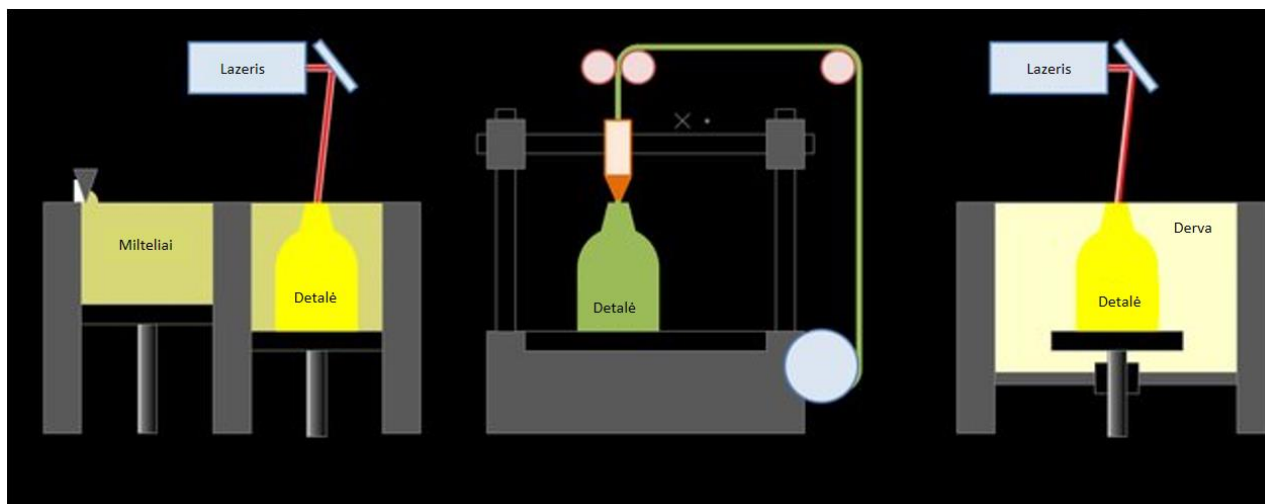
1. SLS technologijos būdu pagaminti mėginius geležies pagrindo (100 % 17-4PH) ir kompozitą (94 % 17-4PH + 6 % SiC) taikant skirtingus energijos tankius.
2. Paruošti 17-4 PH bei SiC mišinį ir ištyrus dalelių mišinio morfologiją ir dydžių pasiskirstymą, nustatyti pritaikomumą SLS procesui.
3. Atlikti SLS būdu atspausdintų mėginių paviršiaus šiurkštumo, tankio, cheminės sudėties ir mikrostruktūros tyrimus.
4. Įvertinti SLS technologija atspausdintų mėginių kietumo, stiprumo ir takumo ribos bei tamprumo modulį.
5. Palyginus iš 17-4 PH ir kompozitinio mišinio pagamintų mėginių savybes įvertinti kokią įtaką kokybinėms lydinio savybėms turi SiC.

# 1. Teorinis įvadas

## 1.1. Pridėtinė gamyba

Pridėtinė gamyba ( angl. *additive manufacturing*, AM), kartais vadinama tiesiogine gamyba (angl. *direct manufacturing*, DM), sparčia gamyba ( angl. *rapid manufacturing*, RM) arba 3D spausdinimu, atrodo gana naujas reiškinys. Tačiau ši technologija egzistuoja jau daugiau nei tris dešimtmečius [19]. Ši technologija leidžia sukurti sudėtingų geometrijų objektus, kuriuos būtų sunku arba neįmanoma pagaminti naudojant tradicinius gamybos metodus. Pridėtinė gamyba – tai trimačio objekto kūrimo iš skaitmeninio modelio procesas, kai medžiaga sluoksnis po sluoksnio pridedama, kol pasiekama norima gaminio forma. Pastaraisiais metais pridėtinė gamyba vystėsi ir tapo tikslesnė, patikimesnė ir kokybiškesnė. Todėl galutinio naudojimo objektų gamyba naudojant pridėtinę gamybą vis dažniau renkama automobilių, aviacijos, medicinos pramonės šakose [20]

Yra keletas skirtingų pridėtinės gamybos technologijų iš kurių populiariausios yra lydžios masės formavimas (angl. *Fused Deposition Modeling*, FDM), stereolitografija (SLA) ir selektyvus lazerinis sukepinimas (SLS) (1 pav.). Kiekvienam metodui naudojama skirtinga medžiaga ir metodas galutiniam produktui pasiekti, tačiau visi vadovaujasi gaminio kūrimu medžiagą formuojant sluoksnis po sluoksnio.



1 pav. 3D spausdinimo technologijos: a) SLS b) FDM c) SLA

Vienas iš pagrindinių AM pranašumų yra galimybė gaminti sudėtingų formų gaminius nepatiriant papildomų sąnaudų padidėjimo. Pavyzdžiui, tradiciniuose gamybos procesuose sukurti detalę su vidinėmis ertmėmis ar įpjovomis gali būti sudėtinga ir reikia atlikti kelis veiksmus (pvz. gręžimas, frezavimas). Naudojant AM, šias funkcijas galima numatyti spausdinimo metu, o tai leidžia sumažinti medžiagos bei laiko sąnaudas. Kitas AM privalumas yra galimybė gaminių turėti čia ir dabar, pašalinamas logistikos faktorius, taip sumažinama CO<sub>2</sub> emisija ir eliminuojami pervežimo kaštai. Vietoje to, kad reikėtų projektuoti, kurti liejimo formas ar parinkinėti skirtingus įrankius ir gaminant dalis, AM leidžia

greitai atlikti spausdinimą ir pritaikyti pagamintus produktus individualiems poreikiams, todėl tai yra idealus pasirinkimas greitam prototipų kūrimui ir mažos apimties gamybai. Pridėtinė gamyba taip pat suteikia daugiau dizaino lankstumo ir galimybių greitai atlikti pakeitimus. Kadangi dalys yra kuriamos tiesiogiai iš skaitmeninio modelio, dizaino pakeitimus galima greitai išbandyti ir įgyvendinti. Be to, AM yra tvaresnis gamybos procesas, nes taikant pridėtinę gamybą susidaro mažiau atliekų nei tradicinėje gamyboje. Tradiciniuose gamybos procesuose didelis atliekų kiekis susidaro medžiagą pjaunant iš luito, taip pat neišvengiamas įrankių nusidėvėjimas. Tuo tarpu AM sunaudojama tik reikiama medžiagos dalis, o likusi naudojama dar kartą.

Nors pridėtinė gamyba turi daug privalumų, ji nėra be trūkumų. Vienas iš svarbiausių iššūkių, su kuriuo susiduria AM, yra naujų medžiagų skirtų būtent 3D spausdinimui kūrimas, kurios pasižymėtų tvirtumu ir patvarumu. Taip pat proceso atkartojamumas kelia daug rūpesčių, kadangi spausdinimo procese yra daug kintamųjų, kurie neleidžia masiškai gaminti dalių. Tačiau tęsiant mokslinius tyrimus ir plėtrą šie iššūkiai gali būti įveikti, o AM gali sukelti revoliuciją gamybos pramonėje.

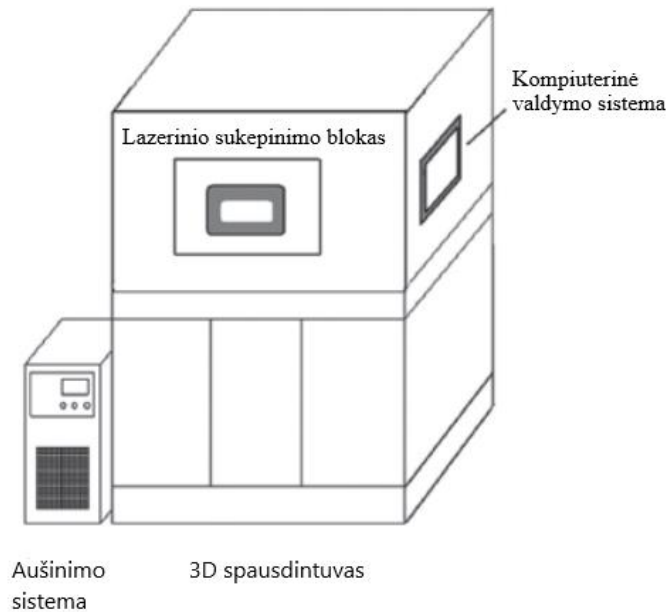
## **1.2. SLS technologija**

Pridėtinėje gamyboje iš pasirinktos medžiagos sluoksnis po sluoksnio formuojami trimačiai objektai, tad taikant selektyvaus lazerinio sukepinimo (SLS) technologiją dalių formavimo sąnaudos yra žymiai mažesnės nei tradiciniu būdu, kai medžiaga yra pašalinama. SLS technologijos 3D spausdinimo sistema susideda iš: kompiuterinio valdymo sistemos, lazerinio sukepinimo bloko ir lazerinio aušinimo sistemos, kaip parodyta (2 pav.).

1. Kompiuterinio valdymo sistema su specializuota programine įranga atlieka 3D brėžinių ir duomenų apdorojimą ir proceso kontrolę realiu laiku.

2. Lazerinio sukepinimo bloko sistema užtikrina 3D spausdinimo procesą uždaroje spausdinimo kameroje. Ji susideda iš šių pagrindinių mazgų: spausdinimo platformos, miltelių padavimo platformos, miltelių užnešimo peilio, galvanometrinio tipo lazerinio skenavimo sistemos, miltelių surinkimo saugyklos.

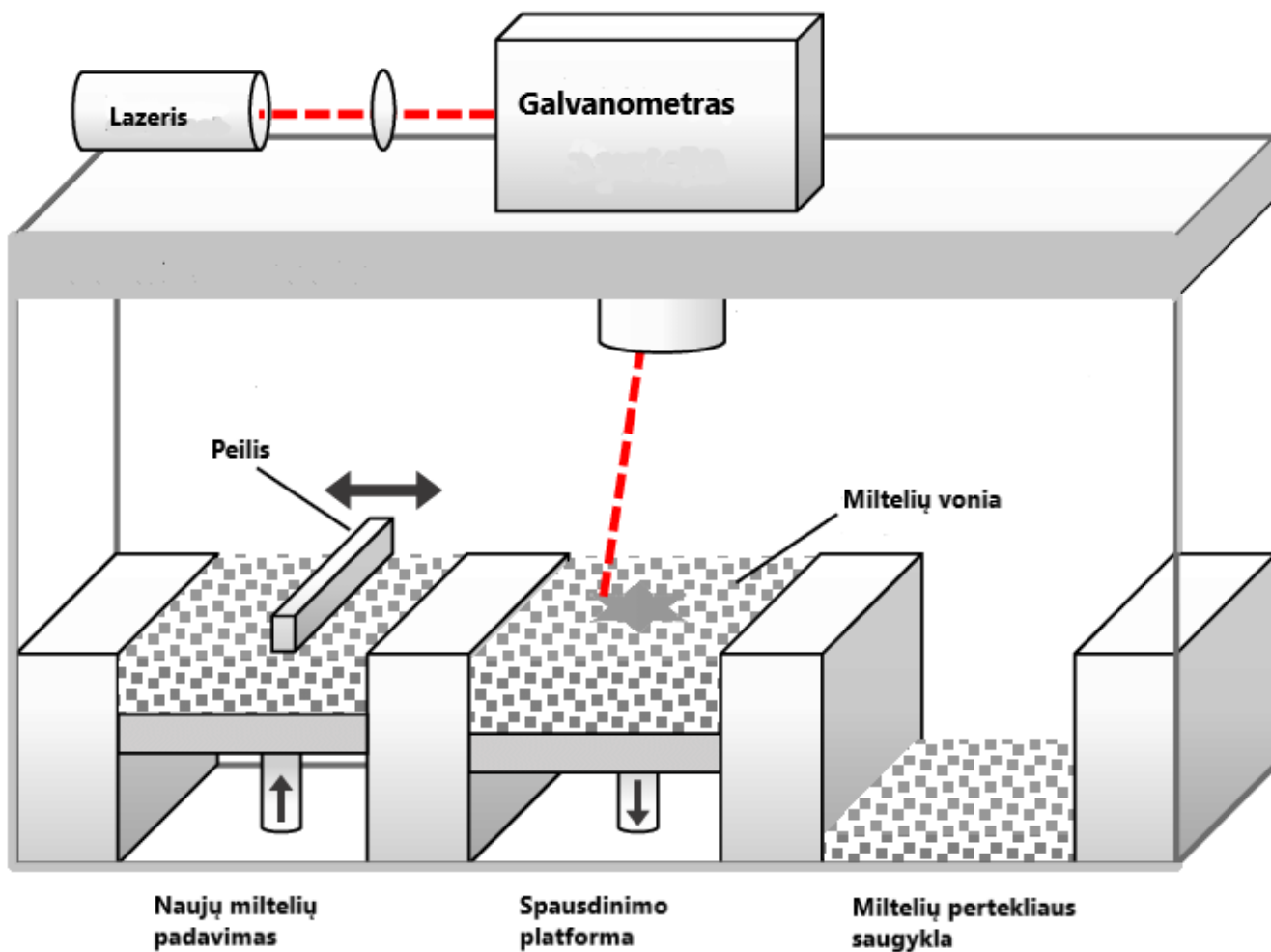
3. Aušinimo sistema yra skirta lazerinės sistemos vėsinimui, stabilaus veikimo užtikrinimui, lazerio apsaugai bei tarnavimo laiko prailginimui. Ją sudaro termostatas, vandens aušintuvas ir išoriniai vamzdynai.



2 pav. Selektivaus lazerinio sukepinimo (SLS) sistema [21]

SLS technologijos veikimo principas parodytas (3 pav.). Pirmiausia ant gamybinės platformos klojamas plonas miltelių sluoksnis, tuomet naudojamas lazeris milteliams sukepinti, kurį valdo galvanometras, atsakingas už skenavimo greitį. Taip suformuojamas kietas medžiagos sluoksnis tik ten, kur yra nurodytas 3D brėžinyje, o nepaveiktoje zonoje milteliai lieka nepakitę. Apdorojus vieną sluoksnį, darbo stalo aukštis sumažinamas vienu sluoksnio storiumi, tada peilis užneša naują sluoksnį ir procesas kartojamas. Visa nepanaudota medžiaga nustumiami į saugyklą, kur ji saugoma iki kito spausdinimo. Sluoksniai tarpusavyje suformuoja vientisą gaminį, kuris po proceso nuimamas nuo spausdinimo platformos ir naudojamas.





3 pav. SLS veikimo principas[22]

SLS technologijos privalumai:

1. Trumpas gamybos ciklas ir maža gaminio kaina. Technologija tinkama naudoti tiek naujų prototipų, tiek sudėtinga geometrija pasižyminčių objektų gamybai [23].
2. Tradicinių gamybos būdų modernizavimas, taikant SLS kartu su tradicinėmis gamybos technologijomis (pvz., hibridinės 3D spausdinimo ir CNC frezavimo sistemos) [24].
3. Pritaikomumas skirtingose pramonės šakose. SLS technologija gali būti naudojama automobilių, kosmoso pramonėje, liejimo formų gamyboje, medicinoje, lazerinių komponentų gamybai bei daugelyje kitų sričių [25].

### 1.3. Pagrindiniai SLS proceso parametrai ir jų įtaka lydinių formavimui

SLS proceso parametrus galima suskirstyti į keturias kategorijas:

- su lazeriu susiję parametrai (lazerio galia, lazerio dėmės dydis, impulso trukmė, impulsų dažnis ir kt.),
- su skenavimu susiję parametrai (skanavimo greitis, atstumas tarp lazerio formuojamų takelių ir kt.),
- su miltelių charakteristikomis susiję parametrai (dalelių forma, dydžių pasiskirstymas, medžiagos cheminė sudėtis ir optinės savybės, miltelių sluoksnio storis, ir kt.),
- su temperatūra susiję parametrai (miltelių sluoksnio temperatūra, miltelių padavimo temperatūra, temperatūros vienodumas ir kt.).

Dauguma šių parametrų yra stipriai priklausomi vienas nuo kito ir yra tarpusavyje susiję. Dalelių forma, dydžių pasiskirstymas įtakoja lazerio sugerties charakteristikas, kaip ir miltelių sluoksnio tankį. Smulkesnės dalelės turi didesnę paviršiaus plotą ir efektyviau sugeria lazerio energiją nei stambesnės. Miltelių sluoksnio temperatūra, lazerio galia, skenavimo greitis ir atstumas tarp lazerio formuojamų takelių turi būti subalansuoti taip, kad būtų užtikrinti optimaliausi parametrai tarp išlydyto metalo plotelio (angl. *melt pool*), matmenų tikslumo, paviršiaus šiurkštumo, spausdinimo greičio ir mechaninių savybių. Miltelių sluoksnio temperatūrą būtina palaikyti pastovią, siekiant užtikrinti pastovią spausdinimo kokybę. Dažniausiai spausdinimas palaikant aukštą spausdinimo temperatūrą ir sukepinant daleles tarpusavyje naudojant didelės galios lazerius, užtikrina efektyvų sluoksnių sukepinimą tarpusavyje. Tačiau parinkus per didelę lazerio galią, vyksta medžiagos virimas, formuojasi paviršiaus nelygumai ir prastėja gaminio mechaninės savybės. Kita vertus, mažos lazerio galios ir žemo sluoksnio temperatūros parametrų rinkinys leidžia pasiekti tikslesnius gaminio matmenis, tačiau dėl ne iki galo išsilydžiusių dalelių mažėja tankis ir didėja broko galimybė. Didelė lazerio galia kartu su žema sluoksnio temperatūra padidina nevienodo susitraukimo tendenciją ir liekamųjų įtempių susidarymą, dėl kurių kenčia spausdinimo kokybė. Tad siekiant kokybiško proceso, būtina įvertinti visus spausdinimo parametrus ir juos pritaikyti pasirinktai medžiagai.

Mokslinėje literatūroje, kurioje nagrinėjama SLS technologijos ypatumai ir proceso parametrų įtaka, yra įprasta skaičiuoti energijos tankio parametras. Tai yra tūrinis dydis, kuris nurodo, kiek energijos yra sunaudota vienam kubiniam milimetrui spausdinamo objekto, naudojant tam tikrą proceso parametrų derinį. Energijos tankis  $E$  yra apskaičiuojamas[26]:

$$E = \frac{P}{v \cdot h \cdot t} \quad (1)$$

Čia:

$E$  – energijos tankis [ $\text{J}/\text{mm}^3$ ];

$P$  – lazerio galia [ $\text{W}$ ];

$v$  – lazerio skenavimo greitis [ $\text{mm}/\text{s}$ ];

$h$  – atstumas tarp lazerio spindulio formuojamų takelių centrų [ $\text{mm}$ ];

$t$  – medžiagos sluoksnio storis [ $\text{mm}$ ].

Teisingai parinkus pagrindinius SLS technologinio proceso valdymo parametrus, medžiagos dalelių sulydymas vyksta tolygiai ir nuosekliai. Tai užtikrina, kad kiekvienas miltelių paviršiaus taškas gauna vienodą energijos kiekį, o tai leidžia formuoti kvazistacionarius sluoksnius aplydymo zonoje[27]. Lazerio pluošto skenavimo metu lazerio spindulys juda paviršiumi, tolygiai šildant miltelius ir pagrindą, išlydydamas metalą tol, kol pasiekiamas pilnas sulydymo gylis [28]. SLS proceso metu yra labai svarbu užtikrinti tolygų sulydymą visame formuojamųjų miltelių sluoksnyje, kad būtų pasiektas reikiamas paviršiaus patvarumas mechaniniam poveikiui. Tolygus lydinys pasiekiamas įkaitinant substrato paviršių, taip suformuojant kontakto taškų tarp miltelių ir substrato užuomazgos.

Tam reikalinga kontakto taškų tarp miltelių ir substrato užuomazgų formavimo, kurios yra susijusios su substrato paviršiaus kaitinimu. Kai skenavimo procesas pasiekia pusiausvyrą (darbinę fazę), sulydymo zona tarp substrato ir miltelių padidėja 20-30 % lyginant su neįkaitintu substratu. Šis padidėjimas sulydymo zonos yra būtinas norint užtikrinti geresnę adheziją tarp pagrindinių sluoksnių ir substrato bei sumažinti deformacijų riziką, tai yra svarbus parametras formuojant patvarias detales[27]

#### **1.4. Metalų dalelės SLS procese**

SLS procese naudojamas platus skirtingų metalų asortimentas. Paprastai bet koks metalas, kurį galima suvirinti, laikomas tinkamu kandidatu SLS procesui. Keletas plieno rūšių, dažniausiai nerūdijantis ar įrankių plienas, titanas ir jo lydiniai, nikelio pagrindo lydiniai, kai kurie aliuminio ir kobalto-chromo lydiniai yra naudojami formuojant gaminius 3D spausdinimo būdu. Metalų dalelių dydis, forma ir sudėtis gali turėti įtakos galutinio spausdinto gaminio savybėms, pvz., stiprumui, ilgaamžiškumui ir atsparumui korozijai. Metalų dalelės yra pagrindinė sudedamoji dalis vystant SLS procesą, todėl būtina gilintis į šią sritį, siekiant progreso technologijos vystyme.

Šiame darbe naudojami 17-4 PH nerūdijantis plienas, taip pat žinomas kaip UNS S17400 arba tiesiog kaip 17-4. „17“ pavadinime nurodo chromo procentą pliene, o „4“ – nikelio procentą. PH nerūdijantys plienai, tokie kaip 17-4, yra unikalūs tuo, kad juos galima sustiprinti terminio apdorojimo būdu, dėl kurio metalo konstrukcijoje susidaro nuosėdos, kurios padidina jo stiprumą. 17-4 PH nerūdijančio plieno mechaninės savybės yra tinkamos papildomam terminiam apdorojimui, taip pat žinomam kaip sendinimas arba grūdinimas, parametrai (temperatūra ir laikas). Stiprumas didėja esant temperatūrai iki didžiausios kietėjimo vertės, o vėliau mažėja. Sukietėjimo pikas pasiekiamas 1 valandą kaitinant 482 °C temperatūroje (terminis apdorojimas, žymimas H900), kai BCC  $\alpha$ -martensito matricoje susidaro nuoseklūs, į kūną orientuoti kubiniai (BCC) vario turtingi klasteriai.

17-4 PH nerūdijančio plieno milteliai, naudojami pridėtinėje gamyboje, paprastai pasižymi 15–45  $\mu\text{m}$  dalelių dydžiu. Milteliai dažnai gaminami dujų purškimo būdu, kai metalas išlydomas ir greitai atšaldomas inertinių dujų srove išpurškiant juos, taip sudarant mažas sferines daleles. Dalelių kokybė vienas svarbiausių faktorių pridėtinėje gamyboje, dalelės turi būti vienodo dydžio ir formos, be priemaišų ir defektų, kurie galėtų turėti įtakos galutinės detalės kokybei.

Cheminė miltelių sudėtis, kurią pagal ASTM standartą turi atitikti 17-4 PH plienas, pateikiama lentelėje kaip ASTM sudėtis (at.%). Anot standarto, miltelių pagrindą sudaro Fe, 15.0-17.5 at.% Cr, 3.0-5.0 at.% Ni, 3.0-5.0 at.% Cu [29].

1 lentelė. Pagal ASTM standartą 17-4 PH plieno cheminė sudėtis

	Cheminis elementas (at.%)									
	Fe	Cr	Ni	Cu	Si	Mn	Nb	C	P	S
<b>ASTM sudėtis</b>	Balansas	15.0-17.5	3.0-5.0	3.0-5.0	<1.0	<1.0	0.15-0.45	<0.07	<0.04	<0.030

Be šių elementų, 17-4 PH taip pat gali turėti nedidelius kiekius kitų elementų, tokių kaip azotas (N), molibdenas (Mo) ir aliuminis (Al). Tikslī sudėtis gali šiek tiek skirtis priklausomai nuo konkrečios rūšies ir naudojamo gamybos proceso. 17-4 PH nerūdijantis plienas pasižymi atsparumu korozijai ir yra naudojamas įvairiose srityse, įskaitant aviaciją, chemijos ir medicinos pramonės. Jis taip pat žinomas dėl savo didelio stiprumo ir kietumo, todėl jis naudingas tais atvejais, kai reikalingas šių savybių derinys.

## 1.5. Keramikos dalelės SLS procese

Keramika yra neorganinės, nemetalinės medžiagos, paprastai skirstomos į kategorijas, atsižvelgiant į jų pobūdį ir pramoninį naudojimą: molis, baltieji dirbiniai, cementas, stiklai, ugniai atsparios medžiagos, abrazyvai ir pažangioji keramika. Pažangioji keramika, dar vadinama „technine“ ar „inžinerine“, dažniausiai yra polikristalinės medžiagos, kurios, skirtingai nei tradicinės keramikos, nėra pagamintos iš natūralių žaliavų. Aukštųjų technologijų sektoriuje keramika turi pasižymėti grynumu, mažu dalelių dydžių pasiskirstymu bei mikrometriniu dalelių dydžiu.

SLS procese naudojamos keramikos dalelės, kurias lengva rasti prekyboje pvz. aliuminio, cirkonio, titano oksidai, aliuminio ir silicio karbidai. Keramikos dalelių, naudojamų pridėtinėje gamyboje, dydis svyruoja 1–200  $\mu\text{m}$ , atsižvelgiant į konkretų pritaikymą ir gamybos procesą.

Keramikos milteliai dažniausiai gaminami pasitelkiant procesą, vadinamą purškiamuoju džioviniu, kurio metu gyna medžiaga maišoma su skirtingais rišikliais, siekiant pagerinti medžiagos savybes, tuomet suformuojama skysta tešla ir išpurškiama per purkštuką, kuris suformuoja lašelius, tuomet jie išdžiovinami ir gaunamos sferinės dalelės skirtos pridėtinei gamybai. 3D spausdinant iš keramikos, galima pagaminti detales, pasižyminčias puikiomis mechaninėmis, šiluminėmis ir cheminėmis savybėmis, todėl jos naudingos aukštų technologijų pramonės reikmėms. Keramika dažnai naudojama tokiose srityse kaip aviacija, medicina ir elektronika, kur svarbu atsparumas aukštai temperatūrai, elektros izoliacija ir biologinis suderinamumas. Tačiau SLS spausdinimas iš keramikos yra sudėtingas, dėl aukštos lydymosi temperatūros ir trapios prigimties, todėl gamybos proceso metu gali atsirasti įtrūkimų arba deformacijų. Norint įveikti šiuos iššūkius ir gaminti aukštos kokybės keramikines detales, gali reikėti specializuotos įrangos, apdorojimo metodų ir išteklių.

Mažo tankio, didelio kietumo ir puikaus atsparumo dilimui SiC dalelės yra plačiai naudojamos kaip sutvirtinančios medžiagos įvairiuose metaluose [30]. SiC dalelių, naudojamų pridėtinėje gamyboje, dydis paprastai svyruoja 1–200  $\mu\text{m}$ . SiC milteliai gaminami karboterminiu redukavimu, kai silicio dioksido ( $\text{SiO}_2$ ) ir anglies (C) mišinys kaitinamas iki aukštos temperatūros, kol susidaro SiC dalelės. Įrodyta, kad SiC dalelės yra ideali plieno armavimo medžiaga dėl gero geležies drėkinimo [17] ir didesnės lazerinės absorbcijos nei plieno[31]. [32]pagamino  $\text{Al}_4\text{SiC}_4$  + SiC hibridinį sustiprintą Al matricos kompozitą su padidintu atsparumu dilimui, kurį sutvirtinę smulkios SiC dalelės. Nepaisant to, atlikta palyginti nedaug tyrimų, susijusių su SiC sustiprintais geležies pagrindo kompozitais, jų įtakos mechaninių savybių, lydinio formavimo ypatumams. Todėl šiame darbe bus tyrinėjama SiC dalelių įtaka 17-4PH plienui formuojant gaminius SLS gamybos būdu.

## 2. Naudojama įranga ir tyrimo metodika

Šiame tiriamajame darbe nagrinėjami iš nerūdijančio plieno (17-4 PH) metalo miltelių ir silicio karbido (SiC) mikrodalelių mišinio atspausdinti gaminiai. Atlikta metalo keramikos kompozito mišinio gamyba, kurio 94% masės sudaro 17-4 PH milteliai, o likę 6% – SiC keramikos dalelės. Pasirengimas 3D spausdinimo procesui prasidėjo nuo skirtingų medžiagų (17-4PH, SiC) miltelių analizės. Atlikta dalelių dydžių pasiskirstymo analizė naudojant lazerinį dalelių dydžių analizatorių. Morfologijos tyrimai atlikti naudojant skenuojantį elektronų mikroskopą (SEM). Dalelių dydžių ir morfologijos analizė reikalinga įvertinti medžiagų tinkamumą 3D spausdinimui, kadangi nuo to priklauso sluoksnio tolygumas ir lydinio kokybė. Toliau sekė mėginių gamyba lazerinio 3D spausdinimo būdu.

Pirma, naudojant 3D projektavimo programinę įrangą nubraižyti tiriamieji objektai ir sugeneruoti į spausdinimui skirtus formatus. Eksperimento metu 3D objektams formuoti buvo taikomi vienodi gamybiniai parametrai rinkiniai, parinkti atlikus literatūros analizę [33]. EOS M280 mašinoje viso proceso metu spausdinama inertinių azoto dujų aplinkoje (deguonies < 0,2%) ir spausdinimo platforma įkaitinama iki 80 °C temperatūros. Proceso metu kintamas parametras yra tūrinis energijos tankis  $E$ , norint gauti skirtingas tankio reikšmes, spausdinimo metu keičiami du pagrindiniai parametrai, tiesiogiai susiję su energijos tankio verte – lazerio skenavimo greitis  $v$  ir lazerio galia  $P$ . Visų spausdinimo procesų metu, išlaikomas vienodas miltelių sluoksnio storis 40  $\mu\text{m}$ , taip pat 100  $\mu\text{m}$  atstumas tarp lazerio formuojamų takelių ir lazerio galia, kuri siekia 164 W. Pasiremiant 1 formule nustatomas pradinis energijos tankis, naudojamas spausdinti 17-4PH metalui, kuriame skenavimo greitis yra lygus 587 mm/s, šiame parametrai rinkinyje energijos tankis lygus 61 J/mm<sup>3</sup>. Toliau naudojantis literatūros šaltiniu [33] pasirenkami dar du spausdinimo parametrai rinkiniai, kuriuose spausdinimo greitis mažinamas iki 531 mm/s ir 485 mm/s, atitinkamai didėjant energijos tankiui 67 J/mm<sup>3</sup> ir 73 J/mm<sup>3</sup>. Šios reikšmės pasirinktos remiantis jau atliktais tyrimais, kai metalo ir keramikos kompozitai buvo spausdinami SLS būdu, šių reikšmių ribose buvo pasiekti geriausi rezultatai. Pagaminti mėginiai buvo atkaitinti krosnyje. Temperatūra didinama palaipsniui nuo kambario temperatūros iki 490 °C per 1 valandą (H900 standartas), vėliau mėginiai laikomi pastovioje temperatūroje dar 5 valandas, palaipsniui aušinami oru. Šis terminis apdorojimas rekomenduojamas norint sumažinti liekamuosius šiluminius įtempimus, sukeltus gamybos proceso metu. Gauti mėginiai tirti naudojant SEM su energijos dispersijos spektroskopu (EDS) įvertinant mėginių cheminę sudėtį ir defektų kiekį, optiniu profilometru išmatuotas paviršiaus šiurkštumas. Tankio, stiprumo ir kietumo matavimai atlikti siekiant įvertinti

mėginių lydinių kokybę. Kiekvienas mėginys buvo matuotas skirtingose vietose penkis kartus, rezultatuose pateikiami penkių matavimų vidurkiai.

Šiam tikslui pasiekti buvo naudota:

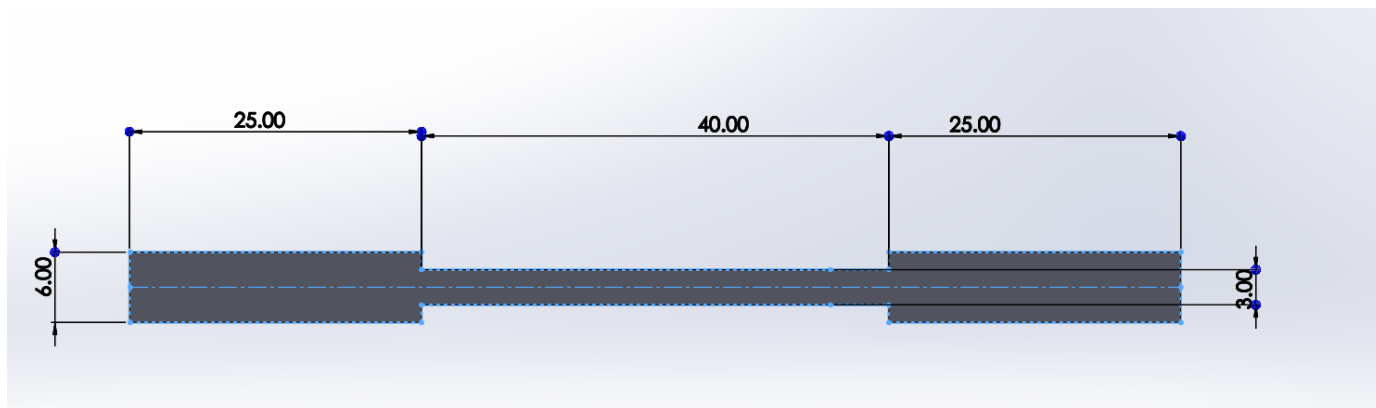
- *SolidWorks 2020* programinė įranga projektuojant mėginius tyrimams.
- EOS EOSINT M 280 metalo 3D spausdinimo mašina gaminant mėginius.
- BK-2308C lazerinis dalelių dydžių analizatorius, siekiant įvertinti medžiagų dalelių dydžių pasiskirstymą.
- SEM–EDS JEOL JSM-6490LV nustatyti dalelių morfologijai, lydinių mikrostruktūros ir cheminės sudėties tyrimams
- SENSO FAR S NEOX 3D optinis profilometras lydinių paviršių kokybei įvertinti
- Tankio matavimui *Radwag AS 520.R2 Plus* elektroninės svarstyklės.
- Stipruminių savybių matavimo įranga *TIRAtest 2300* lydinių mechaninėms savybėms tirti.
- Kietumo matuoklis THBRV–187.5D lydinių kietumui įvertinti

## 2.1. Programinė įranga

*Solidworks 2020* yra 3D kompiuterinio projektavimo (CAD) ir kompiuterinės inžinerijos (CAE) programa, skirta atkartoti ar sukurti gaminių skaitmeninius brėžinius[34]. Ši programinė įranga taip pat naudojama imituoti įvairius gamybos procesus, tokius kaip: frezavimo, tekimo, bei 3D spausdinimo, siekiant įvertinti galimas problemas gamybos proceso metu. Taip pat su šia programa atliekamos gaminių mechaninių savybių simuliacijos, kurios leidžia įsitikinti gaminių patvarumu bei funkcionalumu. Ši programinė įranga leidžia:

- greitai sukurti gaminių 3D modelius ir 2D brėžinius, paruošiant juos sparčiai gamybai;
- sparčiai įvertinti gamybos metu patiriamas sąnaudas bei būsimą pelną;
- pašalinti atsiradusias klaidas, neatitikimus atliekant simuliacijas.

Eksperimentiniams tyrimams pasirinktos dvi skirtingos mėginių geometrijos variacijos – kubai ir kaulo formos mėginiai. Kubai skirti lydinio paviršiaus, vidinės mikrostruktūros tyrimams, o kaulo formos mėginiai mechaninėms savybėms tirti. Brėžiniai sugeneruoti naudojant *SolidWorks 2020* programinę įrangą, jų matmenys milimetrais, kaulo formos mėginiai pateikiami paveiksle (4 pav.). Mėginiai spausdinti be palaikančių struktūrų, siekiant gauti kuo tikslesnes lydinių savybes ir mažinti sunaudojamos medžiagos kiekius.



4 pav. „Solidworks 2020” programoje suprojektuotas tiriamieji objektai

## 2.2. Mėginių gamybos ir paruošimo įranga

Paruošus mėginių 3D brėžinius ir parinkus reikiamus spausdinimo parametrus, sugeneruota informacija patalpinama į lazerinį metalo 3D spausdintuvą. Tyrime naudojamas pramoninis vokiečių kompanijos EOS spausdintuvas EOSINT M 280, skirtas tiek komponentų, tiek prototipų gamybai iš nerūdijančio plieno, aliuminio ar titano (5 pav.).



5 pav. EOS EOSINT M 280 lazerinis 3D spausdintuvas



Šio tipo 3D spausdintuvai plačiai naudojami gaminant detales automobilių, kosmoso pramonėje, taip pat medicinoje gaminant įrankius ar protezus. Naudojamas spausdintuvas taip pat skirtas naudoti laboratoriniuose tyrimuose, šios konfigūracijos sistemoje atviri valdymo parametrai skirti eksperimentuoti su skirtingomis medžiagomis. Šioje spausdinimo mašinoje įmontuotas *IPG Photonics* šviesolaidinis Yb pluošto skaidulinis 1030 nm bangos 200 W galios nuolatinės veiklos lazeris, pasižymintis ( $M^2 < 1,05$ ) pluoštu, valdomas *Scanolab AG* galvanoskeneriu, pasiekia 7 m/s skenavimo greitį. Spausdintuvo gamybos tūris yra 250 mm x 250 mm x 325 mm. Lazerio pluoštas maksimaliai sufokusuotas į 80 μm dydžio dėmę, tačiau reguliuojamas iki 500 μm. Spausdinant reaktyvias medžiagas, tokias kaip titaną, aliuminį, naudojamos argono inertinės dujos, o nerūdijantiems plienams, kobalto-chromo lydiniams pakanka azoto dujų aplinkos. EOS M 280 techninės charakteristikos pateiktos 2 lentelėje.

2 lentelė. EOS EOSINT M 280 lazerinio 3D spausdintuvo techninės charakteristikos [35]

<b>Techninės charakteristikos</b>	
Gamybos erdvė	250 mm x 250 mm x 325 mm
Lazerio tipas	Yb skaidulinis 1060–1100 nm bangos ilgio
Lazerio galia	200 W
Precizinė optika	F-theta lęšis, galvanoskeneris (uždaro grandinė)
Lęšio židinio nuotolis	410 mm
Skenavimo greitis	7 m/s
Fokuso diametras	80–500 μm
Galios sąnaudos	maksimali 8,5 kW/ tipinė 3,2 kW
Azoto generatorius	integruotas
Suspausto oro tiekimas	7,000 hPa; 20 m <sup>3</sup> /h
Argono tiekimas	4,000 hPa; 100 l/min
<b>Gabaritiniai spausdintuvo matmenys</b>	
Sistema	2,200 mm x 1,070 mm x 2,290 mm
Erdvė, reikalinga spausdintuvui	minimali 4,8 m x 3,6 m x 2,9 m
Spausdintuvo svoris	apie 1,250 kg
<b>Duomenų apdorojimas</b>	
Programinė įranga	<i>EOS RP Tools; EOS PSW; Magic</i>

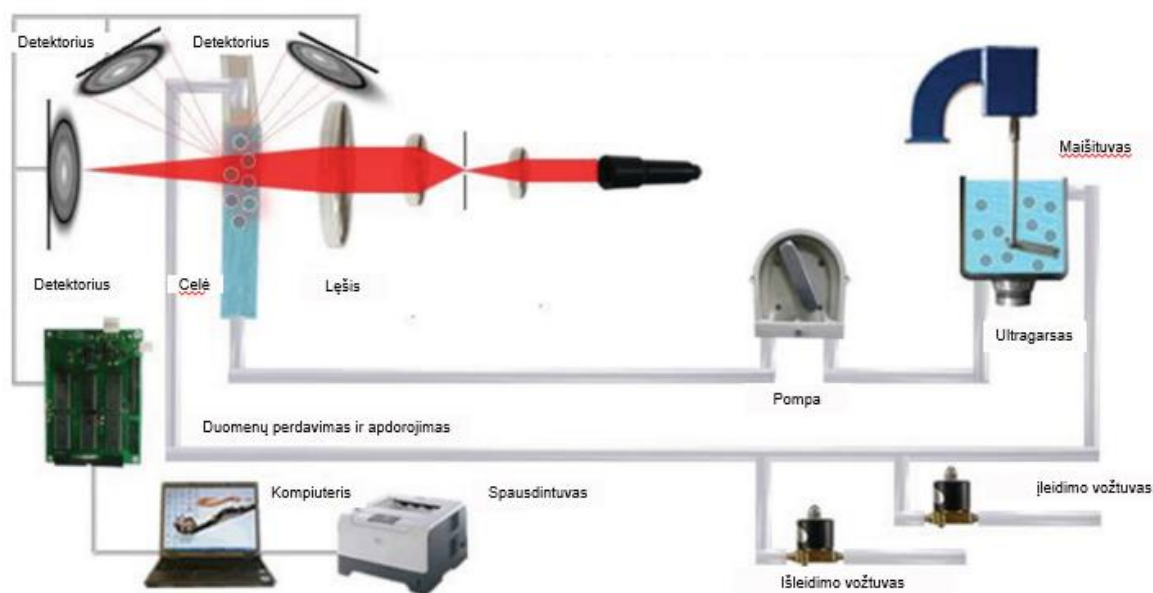
CAD sąsaja	STL
Tinklas	Vietinis skaitmeninis tinklas

## 2.3. Tyrimų įranga

### 2.3.1 Lazerinis dalelių dydžių analizatorius

Laboratorinis dalelių dydžio analizatorius BK-2308C yra aukštos kokybės prietaisas, skirtas dalelių dydžio analizei (7 pav.). Šis prietaisas atlieka matavimus  $M_i$  sklaidos principu, kuris užtikrina tikslius ir patikimus rezultatus[36]. Įrenginyje taikomos dviejų ir kelių spektrų aptikimo sistemos, kurios užtikrina aukštą matavimo tikslumą, o šoninės šviesos sklaidos aptikimo technologija užtikrina gerą jautrumą mažų dalelių matavimui.

BK-2308C gali naudoti tiek sausąjį, tiek šlapiąjį matavimo metodą. Sausasis metodas naudoja oro srautą dalelėms gabenti, o šlapiasis metodas naudoja dispersinę terpę iš distiliuoto vandens, kad tiriamoji medžiaga būtų tolygiai paskirstyta. Kai dalelės patenka į jutiklio zoną, jos apšviečiamos lazeriu, kurio galia yra 3 mW. Jutiklio zonoje yra matuojama išsklaidyta šviesa, kuri yra susijusi su dalelių dydžiu. BK-2308C gali matuoti dalelių dydžius nuo 0,01  $\mu\text{m}$  iki 1200  $\mu\text{m}$  naudojant šlapiąjį metodą ir nuo 0,1  $\mu\text{m}$  iki 1200  $\mu\text{m}$  naudojant sausąjį metodą.



6 pav. Dalelių dydžių analizatoriaus principinė schema

Dalelių dydžių analizatorius susideda iš maišytuvo, kuriame dalelės atskiriamos viena nuo kitos, lazerio, lęšių sistemos, permatomos celės, pro kurią keliauja matuojamos mikrodalelės, detektorių sistemos, skysčių ar oro valdymo sistemos ir kompiuterio, kuris fiksuoja gautus duomenis (6 pav.).

Didesnio dydžio dalelės sklaido šviesą daugiau nei mažos dalelės [36]. Tada išsklaidyta šviesa patenka į detektorių sistemą. Priklausomai nuo kiekvienam detektoriumi tenkančios šviesos intensyvumo, signalas yra paverčiamas į elektrinį. Šis elektrinis signalas, naudojant matematinius algoritmus, yra konvertuojamas į dalelių dydžių pasiskirstymą.

Priklausomai nuo šviesos bangos ilgio ( $\lambda$ ) ir dalelių skersmens ( $d$ ) elektrinių signalų konversija vyksta pagal šiuos matematinius modelius:

1. kai  $d > 4\lambda$ , šviesos išsklaidymas yra aprašomas Fraunhoferio modeliu,
2. kai  $d \sim \lambda$ , šviesos išsklaidymas yra aprašomas Mi modeliu,
3. kai  $d < 0,1 \lambda$ , šviesos išsklaidymas yra aprašomas Reilėjaus modeliu .

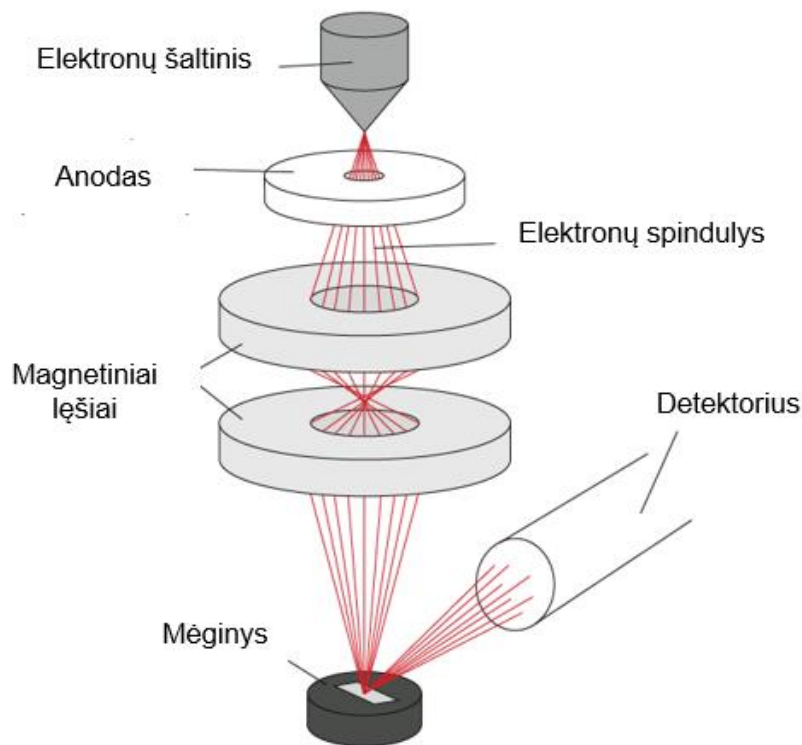


7 pav. BK-2308C lazerinis dalelių dydžių analizatorius

### **2.3.2 Skenuojantis elektronų mikroskopas ir Energijos Dispersijos Spektroskopas**

Skenuojančiojo elektroninio mikroskopo (SEM) JEOL JSM-6490LV veikimas pagrįstas sufokusuoto elektronų pluoštelio vakuume ir paviršiaus sąveika (9 pav.). Toks mikroskopas didina iki 800 000 kartų. Mikroskope atvaizdą kuria greitųjų elektronų srautas, kurį fokusuoja ir nukreipia

elektroninis lęšis. Pagrindiniai signalai, kuriuos fiksuoja detektorius, yra atsispindėję elektronai ir antriniai elektronai, t.y. tie, kuriuos įgreitinti skenuojantieji elektronai išplėšia iš paviršiaus.



8 pav. Skenuojančio elektroninio mikroskopo principinė schema

Svarbiausia SEM dalis yra skenavimo pluoštelis, kurio valdymas atliekamas lokalizuotu magnetiniu lauku. Pluoštelis turi zonuoti bandinį, sklisdamas lygiagrečiai mikroskopo ašiai, o vingiuotas sklaidimas link bandinio pasiekiamas dukart pakreipiant.

SEM turi daug privalumų, tokių kaip lankstus tiriamo objekto pasirinkimas ir didelis objekto ryškio gylis, tačiau yra ir trūkumų, pvz., lygiagretus duomenų kaupimas ir informacijos perdavimo greičio nusileidimas pagrindiniam elektroninių mikroskopų konkurentui – elektronų pralaidumo mikroskopui (angl. *Transmission Electron Microscope*, TEM). Pagrindiniai informacijos nešėjai SEM yra neelastinę sklaidą patyrę antriniai elektronai ir atgal sklaidyti elektronai. SEM turi tokią pat apšvietimo sistemą kaip TEM, taip pat centrinės dalies elementus, tokius kaip bandinio laikiklis, ir vaizdo kūrimo sistemą. Visų elektronų mikroskopų problema yra bandinių elektrinis įsikrovimas.

Energijos dispersinė spektroskopija (EDS) identifikuoja medžiagos elementų sudėtį naudojant skaidančių elektronų mikroskopo vaizdą elementams, kurių atominis skaičius yra didesnis nei boro.

Didžioji dalis elementų aptinkami, jeigu jų koncentracija siekia 0,1 %. SEM ir EDS panaudojimas kartu leidžia ištirti kiekvienos dalelės cheminę sudėtį, nepaisant jos formos ir dydžio, taip galima atsikirti tinkamas daleles 3D spausdinimui.

EDS yra technika, naudojama kartu su SEM norint išanalizuoti mėginio cheminę sudėtį. Ji veikia aptikdama charakteringus rentgeno spindulius, kurie išskiriami, kai mėginys yra bombarduojamas fokusuoto elektronų spindulio, turinčio didelę energiją. EDS sistemoje rentgeno spinduliai yra aptinkami kietos kūno detektoriumi, o tada, naudojant kristalą, jie yra surūšiuojami pagal savo energiją. Gautas spektras suteikia informaciją apie elementus, esančius mėginyje, jų santykinį gausumą ir net cheminę būseną.

Vienas pagrindinių EDS privalumų yra galimybė analizuoti mėginius *in situ*, tai reiškia, kad mėginys gali būti tiesiogiai analizuojamas SEM realiu laiku, be papildomo mėginio paruošimo. Tai padaro EDS greitu ir patogiu būdu gauti cheminę informaciją apie mėginį. Tačiau EDS taip pat turi tam tikrų apribojimų. Pavyzdžiui, ne visada įmanoma išskirti elementus, turinčius panašias rentgeno spindulio energijas, ir ne visada įmanoma nustatyti esamų elementų cheminę būseną.



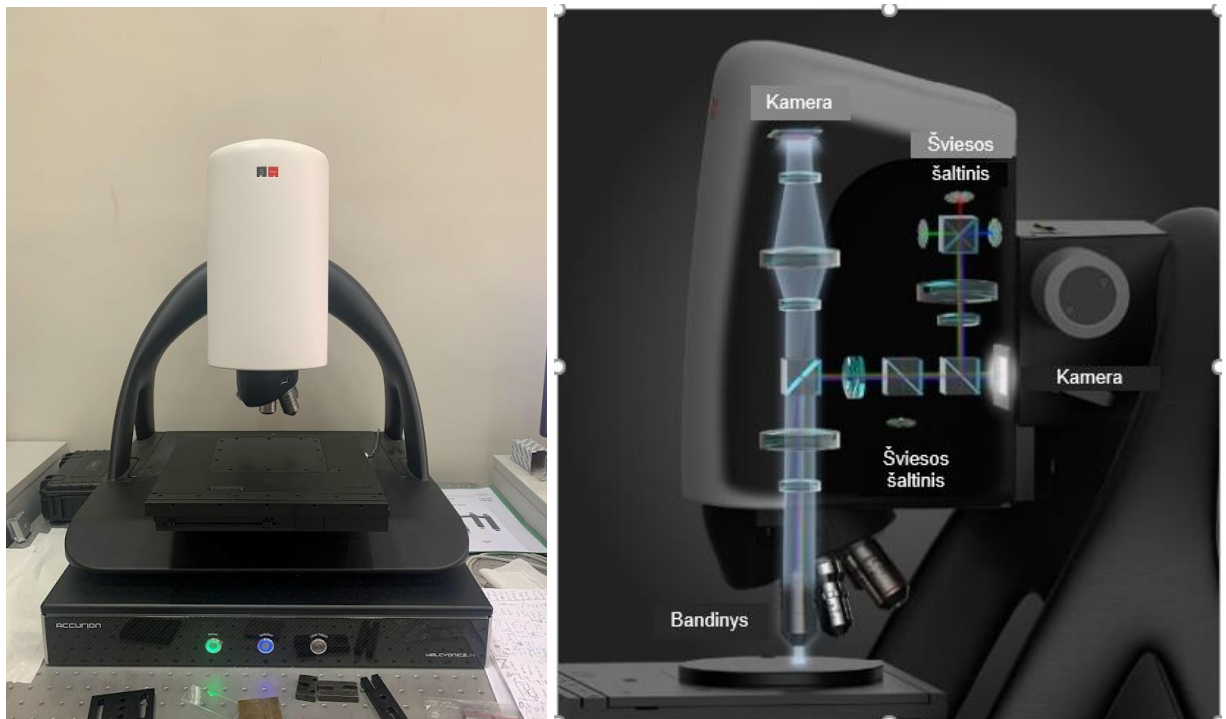
9 pav. JEOL JSM-6490LV skenuojantis elektroninis mikroskopas

### 2.3.3 Optinis profilometras

3D optinis profilometras SENSOFAR S NEOX naudojamas mėginių viršutinio paviršiaus šiurkštumui matuoti pagal ISO 25718 ir ISO 4287 standartus. Prietaisas naudoja vienu metu interferometrines mikroskopiją, konfokalinę mikroskopiją ir židinio pokyčius, kas leidžia įvertinti kietų paviršių topografiją. Optiniame profilometre sudėta 5 ašių sistema, daugybė konfokalinių ir interferometrinių lęšių, Z ašies pjezo skaitytuvas ir žiedinė lemputė kartu su pažangia analizės programine įranga.

SENSOFAR S NEOX 3D optinio profilometro veikimo principas (10 pav.) grindžiamas bekontakčiu paviršiaus matavimu, naudojant linijinį ir lazerinį skenavimą. Matuojant paviršių, šviesos šaltinis nukreipiamas į mėginio paviršių, o jutiklis registruoja, kaip šviesos signalas grįžta atgal į prietaisą. Remiantis šiuo signalu, prietaisas suskaičiuoja paviršiaus aukštį ir formą. Ši technologija leidžia matuoti paviršiaus mikrostruktūras ir struktūras, kurios gali siekti keliasdešimt nanometrų dydį.

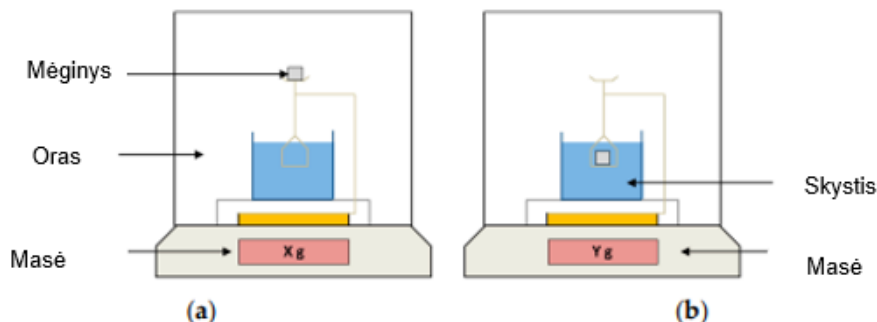
SENSOFAR S NEOX taip pat naudoja linijinio matavimo metodą, kurio metu paviršiaus struktūros yra nuskaitomos eilute po eilutės. Šis metodas leidžia gauti aukštesnę raišką ir tiksliau matuoti paviršių. Gauti duomenys yra sujungiami ir analizuojami programinėje įrangoje, kuri leidžia generuoti 3D paviršiaus žemėlapius ir atlikti įvairias statistines analizes. Tai leidžia gauti detalų ir tikslų paviršiaus charakteristikų aprašymą, pavyzdžiui, aukštį, plotą, tūrį ir kitus paviršiaus savybių parametrus.



10 pav. 3D optinis profilometras SENSOFAR S NEOX (kairėje) ir jo principinė veikimo schema (dešinėje)

### 2.3.4 Tankio matuoklis

Tankio matavimams naudojamos *Radwag AS 520.R2 Plus* elektroninės svarstyklės, kurių tikslumas siekia 0.1 mg (12 pav.). Archimedo metodas naudojamas matuoti SLS būdu pagamintų detalių santykiniam tankiui. Matavimai susideda iš vieno mėginio svėrimo dviejose skirtingose aplinkose (11 pav.).



11 pav. Tankio matavimo principinė schema

Paprastai, atskaitos aplinka yra oras. Antroji aplinka skystis: distiliuotas vanduo, acetonas ar etanolis. [37] parodė, kad šio antrojo skysčio pasirinkimas turėjo įtakos 316 L plieno dalių tankio matavimams, pagamintiems SLS[38]. Nors dažnai naudojamas distiliuotas vanduo,[39] jis nėra visada tinkamas, nes mėginio paviršiuje gali susidaryti oro burbuliukai. Šis reiškinys pastebimas tinklelio (angl. *lattice*) struktūrose, kur oro burbuliukai neleidžia vandeniui visiškai patekti į tinklo vidų, nes vandens paviršinė įtampa per didelė [40]. Todėl tyrimui nuspręsta naudoti 96% etanolį.



12 pav. „Radwag AS 520.R2 Plus“ elektroninės svarstyklės

### 2.3.5 Stiprumo ir takumo ribų testavimo įranga

Stiprumo ir takumo ribai bei tamprumo moduliui nustatyti naudojama *TIRAtest 2300* testavimo įranga (13 pav.). Testai atlikti statiškai spaudžiant atspausdintus mėginius pagal EN ISO 6892–1:2016 standartą. *TIRAtest 2300* mėginiai tiriami ant 1000x500 mm staliuko, didžiausia spaudimo jėga siekia 100 kN. Atliekant bandymą, medžiagos mėginys išspaudžiamas į rankenas arba tvirtinimo detales ir apkrova veikiama pastoviu greičiu arba pagal tam tikrą apkrovos modelį. Mėginiui deformuojantis arba lūžtant, apkrova ir deformacija išmatuojama ir registruojama, taip nustatant medžiagos mechanines savybes.

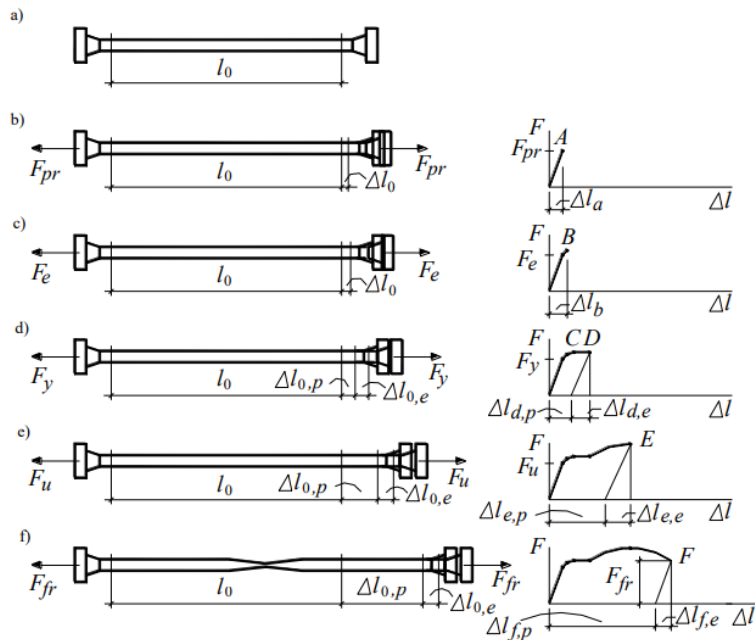


13 pav. „TIRAtest 2300“ testavimo įranga

Mechaninių savybių registravimo žingsniai pateikti (14 pav.). Iki proporcingumo ribos bandinys deformuojasi proporcingai ir tampriai. Nukrovus bandinį, pailgėjimas išnyksta. Iki tamprumo ribos bandinys deformuojasi tik tampriai, ir pailgėjimas taip pat išnyksta po apkrovimo. Nuo takumo ribos prasideda plastinių deformacijų kaupimosi procesas, kuris baigiasi taške *D*. Dalis bandinio pailgėjimo išnyksta, dalis pasilieka. Nuo taško *D* bandinys deformuojasi tampriai plastiškai. Ties tašku *E* baigiasi tolydinis bandinio deformavimasis ir pradeda formotis kaklelis. Kaklelio skerspjuvio plotas mažėja



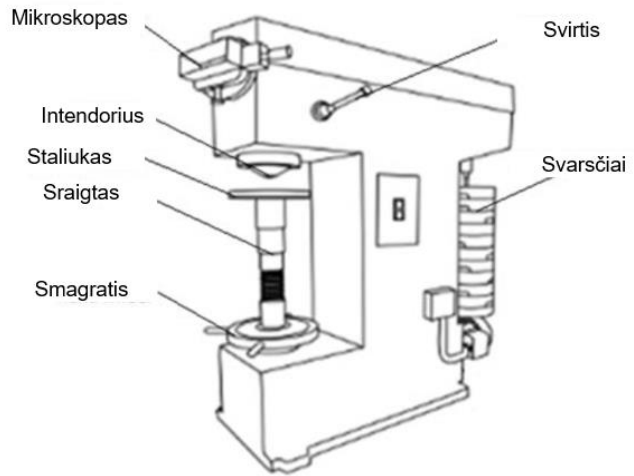
greičiau negu mažėja apkrova, todėl taške  $F$ , įtempimams kaklelyje pasiekus ribinį didumą, bandinys nutrūksta.



14 pav. Mechaninių savybių registravimo principinė schema

### 2.3.6 Kietumo matuoklis

Kietumo bandymai buvo atlikti naudojant THBRV–187.5D prietaisą (15 pav.). Bandymai buvo atlikti naudojant Rokvelio (HRB) skalę su rutulio formos įdubimu, esant 1000 N apkrovai. Medžiagos kietumas nustatomas paviršių veikiant nustatyta jėga tam tikros formos ir dydžio antgaliu – indentoriumi, pagamintu iš kietesnės medžiagos, nei matuojamoji. Indentorius gaminamas iš grūdintojo plieno, deimanto, safyro, kietlydinio ir turi rutuliuko, kūgio, piramidės ar adatos formą. Reikiamas antgalis įtvirtinamas smagračio laikiklyje, o reikiami svarsčiai pakabinami ant pakabos. Ant staliuko dedama matuojamoji detalė ar bandinys. Sukant smagratį pagal laikrodžio rodyklę, sraigtas kyla aukštyn, kelia staliuką su bandiniu ir prispaudžia jį prie rutuliuko arba deimantinio kūgio. Sukant toliau smagratį, spyruoklė susispaudžia, o antgalis ima smigti į tiriamąją medžiagą. Apskaičiuojamas vidutinis įspaudimo gylis, kuris atsiranda ant paviršiaus po apkrovos pašalinimo.



15 pav. Kietumo matuoklis „THBRV–187.5D“ (kairėje) ir jo principinė veikimo schema (dešinėje)

### 3. Silicio karbido ir nerūdijančio plieno lydinių tyrimas

Šiame tiriamajame darbe nagrinėjami iš nerūdijančio plieno (17-4 PH) metalo miltelių ir 6 % silicio karbido (SiC) mikrodalelių mišinio atspausdinti mėginiai. Atlikta medžiagos analizė, nustatant dalelių dydžių pasiskirstymą bei morfologiją. Toliau sekė mėginių gamyba bei jų kokybės tyrimai, įvertinant lydinio mikrostruktūrą, paviršiaus šiurkštumą bei tankį. Toliau atliktas mechaninių savybių tyrimas, nustatytos stiprumo ir takumo ribos bei tamprumo modelis, įvertintas lydinio kietumas.

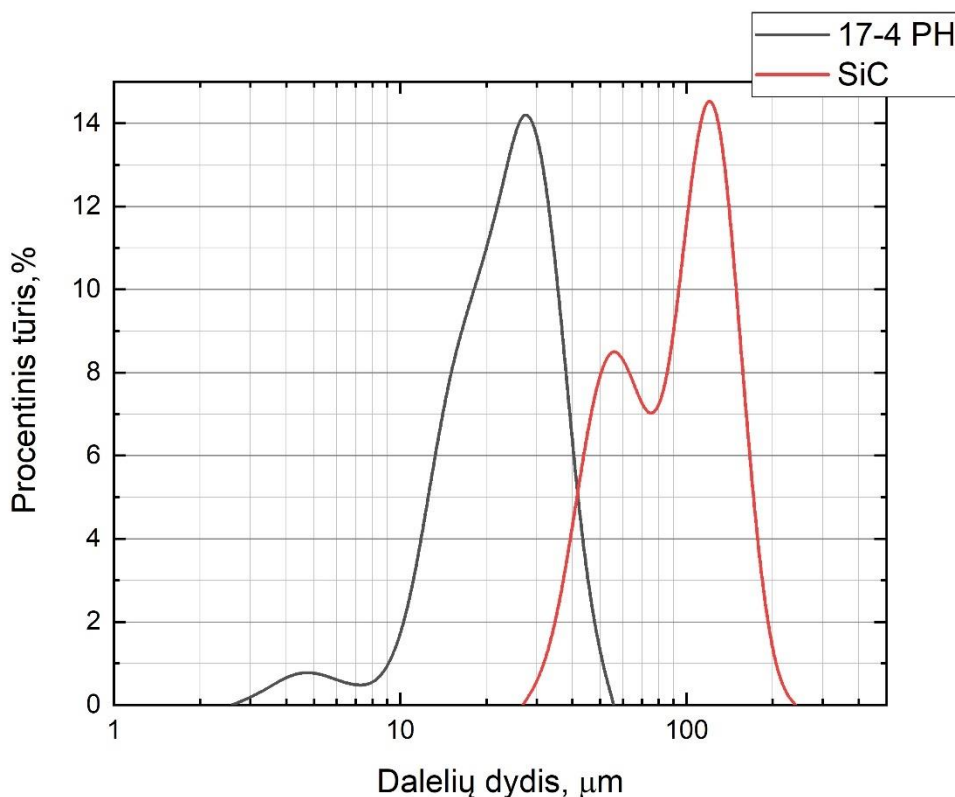


16 pav. Tyrimo metu 17-4 PH medžiagos spausdintų mėginių nuotrauka

## 3.1. Medžiagos miltelių tyrimai

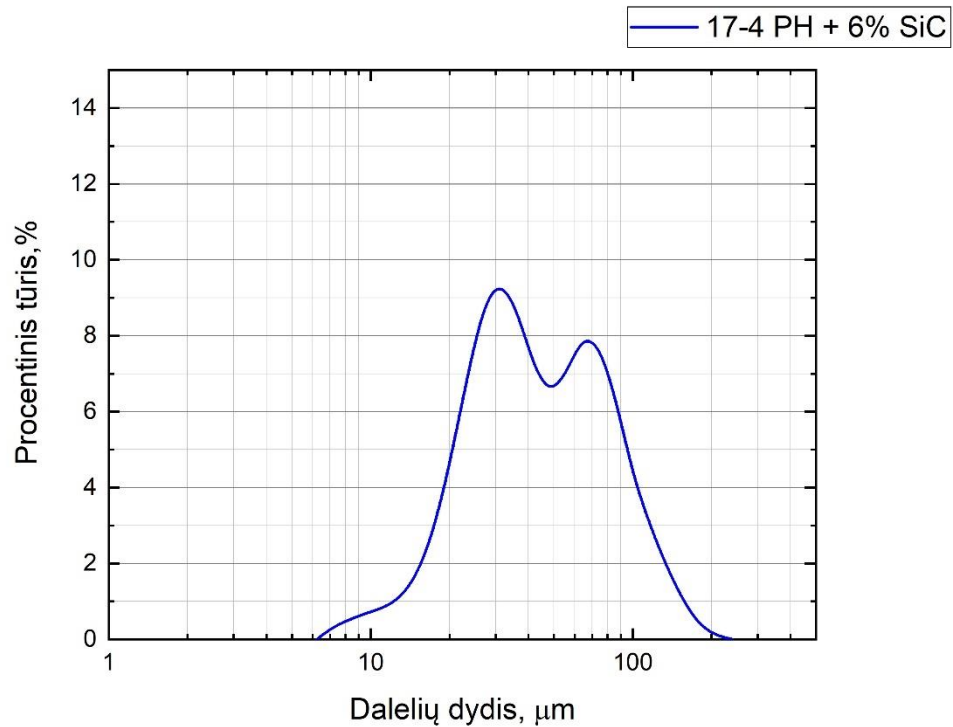
### 3.1.1 Dalelių dydžių pasiskirstymas

Dalelių dydžių pasiskirstymui nustatyti buvo atlikti 17-4PH ir SiC ir jų mišinio miltelių spektrų matavimai lazeriniu dalelių dydžių analizatoriumi. Atskirų dalelių spektrai pavaizduoti (17 pav.).



17 pav. 17-4 PH ir SiC miltelių dalelių dydžių pasiskirstymas

Atlikti tyrimai parodė, jog 17-4 PH milteliai yra polidispersiniai ir turi siaurą monodispersinį diapazoną nuo 7 iki 50  $\mu\text{m}$ , kumuliatyvinio pasiskirstymo D50 riba yra 22  $\mu\text{m}$ . Silicio karbido dalelės išsiskiria dideliu dalelių dydžiu diapazonu (dalelės didesnės nei 80  $\mu\text{m}$ ), tačiau pasiskirsto į du monodispersinius diapazonus: pirmąjį nuo 28 iki 55  $\mu\text{m}$  (D50 = 35  $\mu\text{m}$ ) ir antrąjį nuo 65 iki 133  $\mu\text{m}$  (D50 = 90  $\mu\text{m}$ ). Iš šių rezultatų galime daryti prielaidą, jog SiC dalelių spausdinimo procesas taps sunkiai kontroliuojamas. Mažesnės dalelės, esančios pirmajame diapazone, turi mažesnę masę, taigi ir mažesnę šiluminę talpą, todėl veikiamos lazerio spinduliuotės lydosi greičiau nei didelės dalelės. Todėl tik SiC dalelių naudoti SLS procese nėra galimybės. Tačiau SiC gali būti naudojamas kaip priedas įmaišant į 17-4 PH metalo miltelius. Tokio mišinio dalelių spektras pateiktas (18 pav.).

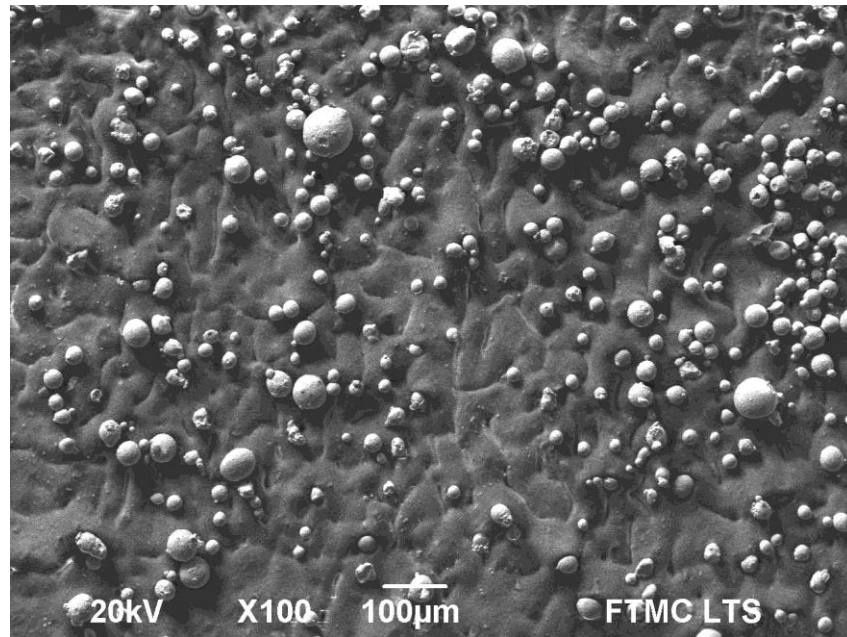


18 pav. 17-4 PH ir 6% SiC miltelių mišinio dalelių dydžių pasiskirstymas

17-4PH metalo ir SiC keramikos dalelių mišinys pasižymi plačiu dalelių dydžių diapazonu, kuris prasideda nuo 7  $\mu\text{m}$  ir baigiasi 200  $\mu\text{m}$ . Pastebima, jog nėra didelių išsišokimų ir pats mišinys tolygus. Išskirtini du monodispersiniai diapazonai: pirmasis nuo 12 iki 31  $\mu\text{m}$  ( $D_{50} = 22 \mu\text{m}$ ) ir antrasis nuo 48 iki 65  $\mu\text{m}$  ( $D_{50} = 55 \mu\text{m}$ ). Iš šių rezultatų galima teigti, jog esant 6 % SiC dalelių koncentracijai kompozitiniame mišinyje yra pasiekiamas tolygus dalelių pasiskirstymas, kuris užtikrina šio mišinio tinkamumą naudoti SLS proceso metu.

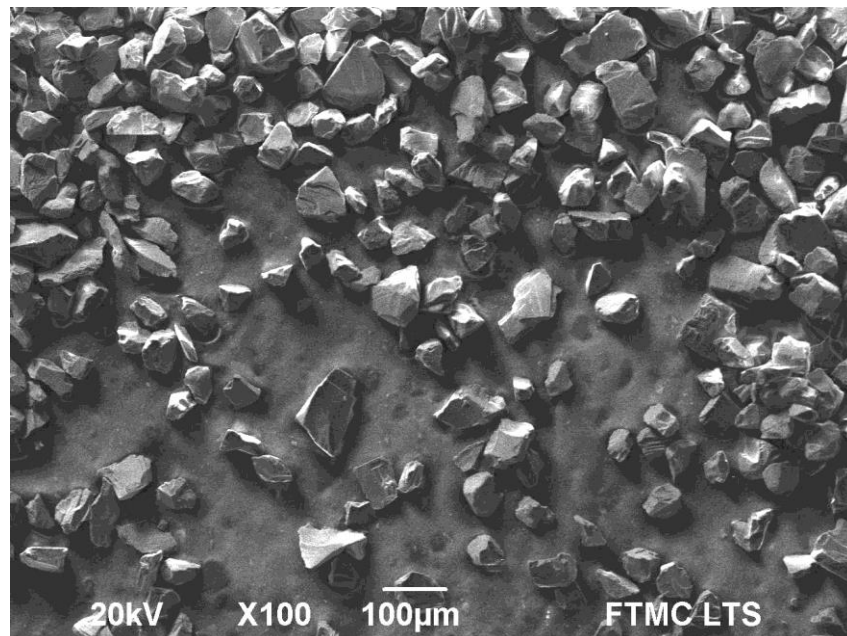
### 3.1.2 Morfologija

Dalelių morfologijai (sferiškumui) nustatyti buvo atliktos kiekvienos medžiagos 17-4 PH metalo ir SiC ir jų kompozito miltelių SEM nuotraukos.



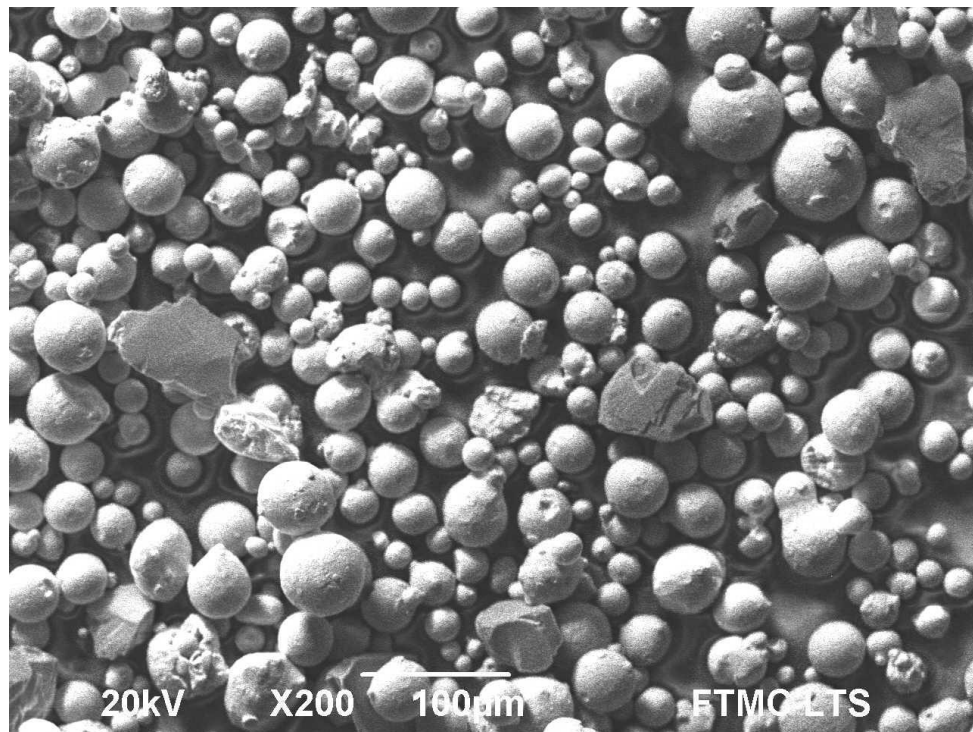
19 pav. 17-4PH SEM nuotrauka

Iš paveikslo (19 pav.) galima pastebėti, kad 17-4 PH tiriamosios medžiagos dalelės pasižymi sferiška struktūra su lygiu paviršiumi. Dalelių dydis svyruoja nuo maždaug 7 iki 50 µm. Taip pat pastebima nedaug tarpusavyje sulipusių dalelių (aglomeratų).



20 pav. SiC SEM nuotrauka

Iš SiC miltelių nuotraukų (20 pav.) galima matyti, kad dalelės pasižymi kristaline forma, turi pastebimai aštresnes briaunas ir pasižymi mažesniu sferiškumu, nei metalo dalelės. Didelis kiekis didelių dalelių (virš 80  $\mu\text{m}$ ), dalelių dydis svyruoja nuo 35 iki 180  $\mu\text{m}$ .



21 pav. 17-4 PH + 6% SiC SEM nuotrauka

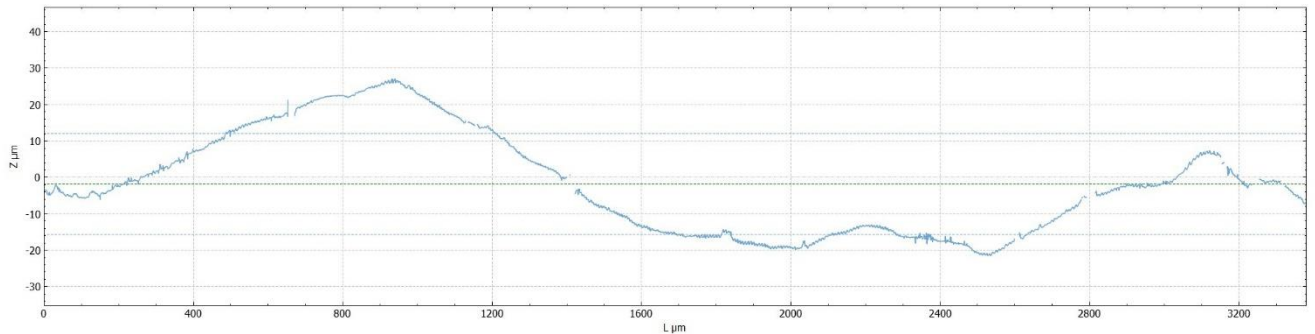
Kompozitinio metalo 17-4 PH ir 6% SiC keramikos mišinio dalelių nuotraukoje (21 pav.) pastebima, jog pagrindė daugiausia metalo miltelių, tad keramikos priemaišos neturės įtakos spausdinimo procesui. SEM nuotrauka leidžia įvertinti, ir tai, jog tolygiai pasiskirsčiusios SiC dalelės. Dėl šios priežasties spausdinimo metu parametrų rinkiniai naudojami tokie patys tiek 17-4 PH miltelių lydymui, tiek ir 17-4 PH ir 6% SiC kompozitui.

### 3.2. Lydinių paviršiaus ir mikrostruktūros kokybės tyrimai

Lydinių paviršiaus ir mikrostruktūros tyrimams atlikti pasirinkta gaminti stačiakampio formos 20x20x10 mm matmenų mėginius. Bandiniai gaminti dviejų skirtingų cheminių sudėčių, vieni pasirinkti gryno metalo 17-4 PH, o kiti metalo kompozito, į kurį įmaišyta 6% SiC dalelių.

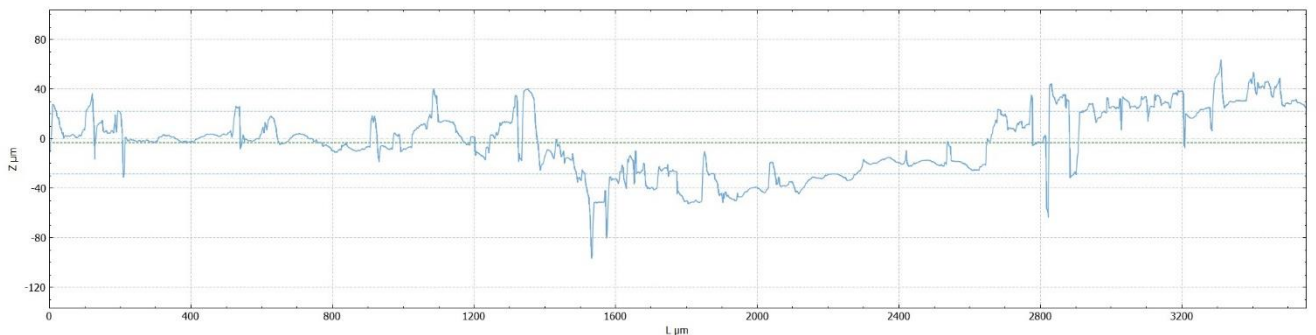
### 3.2.1 Lydinio paviršiaus tyrimai

Lydinio paviršiaus tyrimai atlikti įvertinant šiurkštumo parametą  $Ra$  – vidutinio aritmetinio profilio nuokrypio ( $\mu\text{m}$ ) matavimu. Atlikus abiejų tiriamųjų medžiagų esant skirtingiems energijos tankiams spausdinimą, ir įvertinus gautų mėginių paviršiaus šiurkštumą buvo pastebėta, jog geriausi 17-4 PH lydinio šiurkštumo rezultatai gauti prie  $61 \text{ J/mm}^3$  energijos tankio (22 pav.). Vidutinis šio bandinio šiurkštumas siekia  $12 \mu\text{m}$ .



22 pav. SLS būdu atspausdintų 17-4 PH lydinio paviršius, išmatuotas optiniu profilometru

Toliau sekė kompozitinio mišinio analizė, kuriame pastebėta, jog prie  $67 \text{ J/mm}^3$  pasiekiamas  $8 \mu\text{m}$  šiurkštumas (23 pav.). Iš šių rezultatų galima teigti, jog SiC dalelės padeda stabilizuoti lydinio formavimo procesą, taip gaunamas lygesnis lydinys.



23 pav. SLS būdu atspausdintų 17-4 PH + 6% SiC lydinio paviršius, išmatuotas optiniu profilometru

Žemiau esančioje 3 lentelėje, pateikiama visų bandinių paviršiaus šiurkštumo matavimų rezultatai. Pastebima, jog 17-4 PH lydinys didinant energijos tankį destabilizuojasi ir paviršius tampa vis šiurkštesnis, o kompozitinis 17-4PH + 6% SiC lydinys išlaiko stabilumą, nors šiurkštumo parametrai prastėja.

3 lentelė. SLS būdu atspausdintų mėginių paviršiaus šiurkštumo  $Ra$  vertės ( $\mu\text{m}$ )

<b>Energijos tankis, J/mm<sup>3</sup></b>	61	67	73
<b>Lydinys</b>			
<b>17-4 PH</b>	12	16	26
<b>17-4 PH + 6% SiC</b>	10	8	16

### 3.2.2 Lydinių mikrostruktūros ir cheminės sudėties tyrimai

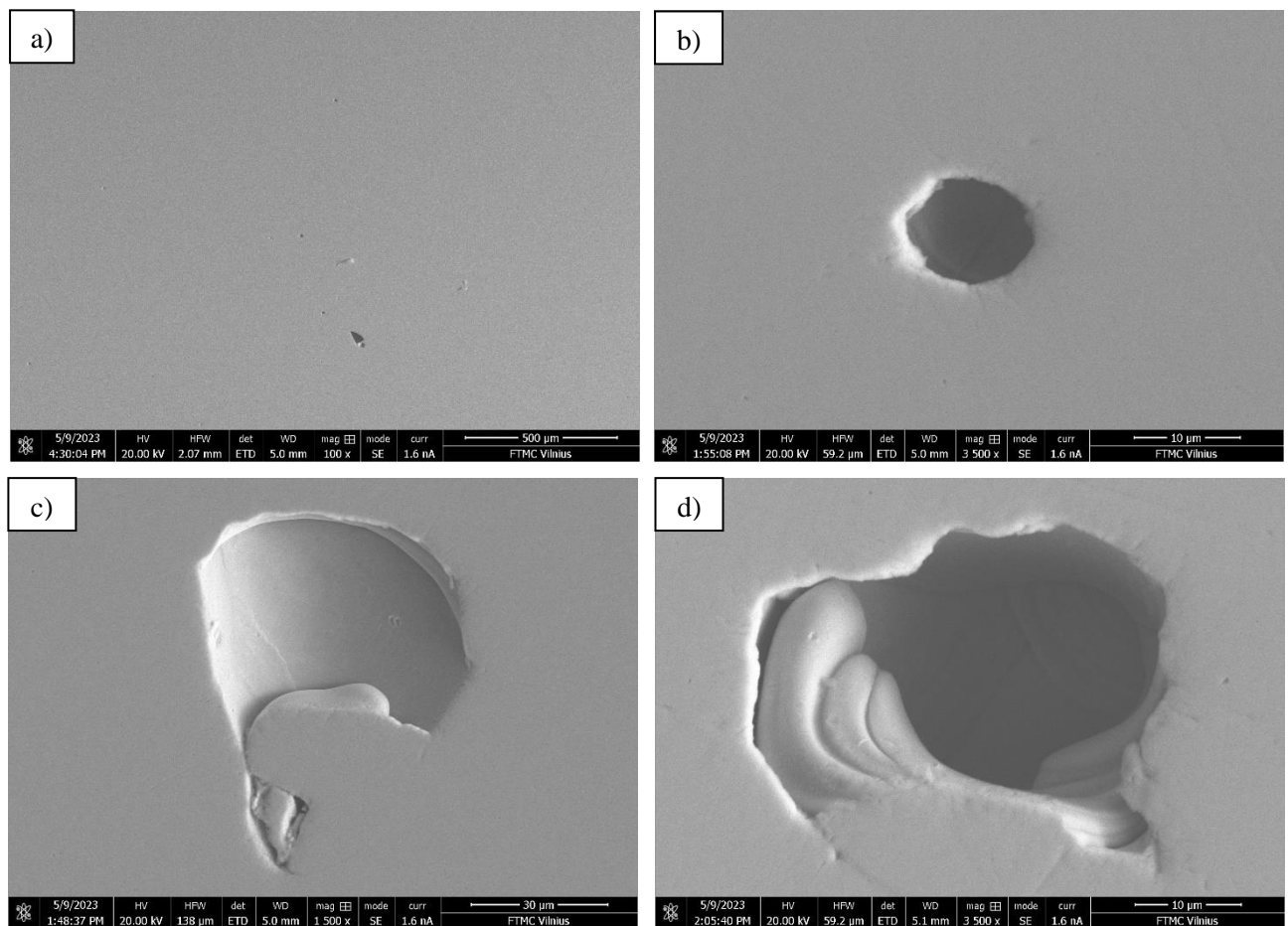
SiC kiekio poveikis SLS atspausdintų mėginių tankiui ir poringumui pateikiamas 4 lentelėje. Iš gautų rezultatų galima pastebėti, jog kompozitinis mišinys pasižymi mažesniu tankiu, kuris priklausomai nuo naudojamo energijos tankio mažėja 5-7% lyginant su grynu 17-4 PH lydiniu. Mėginių tankis sumažėja nuo 7.8 iki 7.3 g/cm<sup>3</sup>, tam įtakos turi SiC dalelės, kurių tankis 3.2 g/cm<sup>3</sup>.

4 lentelė. SLS būdu atspausdintų mėginių tankis  $R_o$  vertės (g/cm<sup>3</sup>)

<b>Energijos tankis, J/mm<sup>3</sup></b>	61	67	73
<b>Lydinys</b>			
<b>17-4 PH</b>	7.7	7.8	7.8
<b>17-4 PH + 6% SiC</b>	7.3	7.3	7.5

Horizontaliai perpjautų SLS pagamintų mėginių mikrostruktūros tyrimai atliekami juos ištiriant skenuojančiu elektronų mikroskopu. 17-4 PH mėginys, spausdintas esant 61 J/mm<sup>3</sup> energijos tankiui, pateikiamas (24 pav.). Iš pateiktų nuotraukų pastebima, jog lydinyje pasitaiko netolygiai išsidėsčiusių defektų. Tam įtakos gali turėti skirtingas dalelių dydis, lazerio skenavimo netolygumas ar net dujų garavimas iš formuojamų takelių. Tačiau mechaninėms savybėms tam įtakos neturėtų turėti. Atlikta EDS analizė, pateikiama 5 lentelėje, parodo, jog lydinys atitinka ASTM standartą.



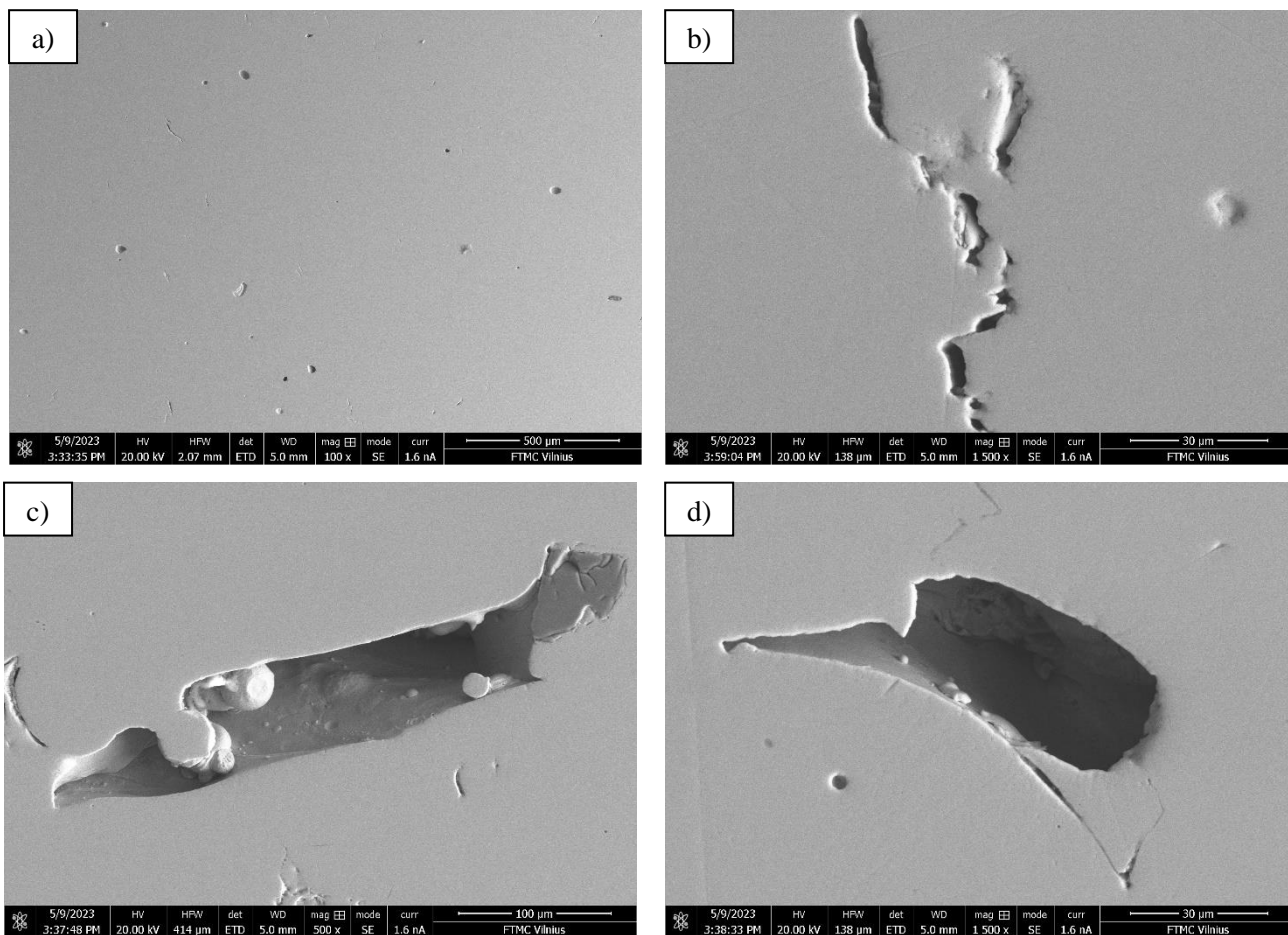


24 pav. SLS būdu atspausdintų 17-4 PH mikrostruktūros SEM nuotraukos esant 100x didinimui (a) 3500x (b) 1500x (c) ir didinimui 3500x (d)

5 lentelė. SEM EDS matavimu nustatyta 17-4 PH plieno cheminė sudėtis

	Cheminis elementas (at.%)									
	Fe	Cr	Ni	Cu	Si	Mn	Nb	C	P	S
<b>17-4PH</b>	Balansas	16.4	4.1	3.1	0.75	0.24	0.3	<0.07	<0.04	<0.030

SLS procesu pagaminti mėginiai iš kompozitinio 17-4 PH + 6 % SiC mišinio ištirti naudojant SEM. (25 pav.) pateikiamas horizontalus pjūvis mėginio, atspausdinto esant  $67 \text{ J/mm}^3$  energijos tankiui. Pastebima, jog lydinio poringumas padidėja su SiC medžiagos pridėjimu, atsiranda medžiagos tarpų ir siaurų plyšių. Šie defektai gali susidaryti nespėjant pasišalinti inertinėms dujoms dalelių lydymosi ploto (angl. *melt pool*) kietėjimo metu [23 fe+sic]. Šie įtrūkimai gali turėti įtakos lydinio mechaninėms savybėms dėl atsiradusių liekamųjų įtempių ir sumažėjusio patvarumo.

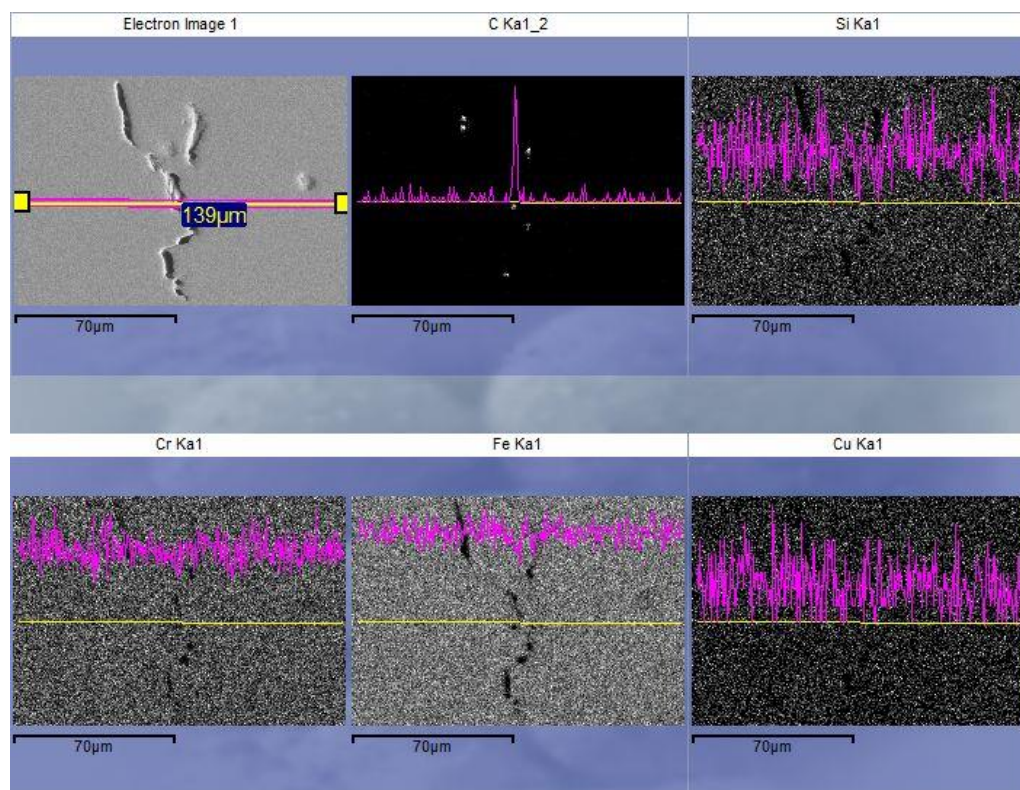


25 pav. SLS būdu atspausdintų 17-4 PH + 6% SiC mikrostruktūros SEM nuotraukos esant 100x didinimui (a) 1500x (b) 500 x (c) ir 1500x didinimui (d)

Atlikus EDS analizę pastebėta, jog bandiniuose su SiC aptikta 1.7 % silicio medžiagos. Cheminė analizė pateikiama 6 lentelėje. Verta pastebėti, jog naudojant EDS analizę sunku įvertinti anglies kiekį lydinyje, todėl (26 pav.) pateikiama spektrinė analizė, kurioje matomi didesni anglies pikai ties plyšiais.

6 lentelė. SEM EDS matavimu nustatyta 17-4 PH plieno cheminė sudėtis

	Cheminis elementas (at.%)									
	Fe	Cr	Ni	Cu	Si	Mn	Nb	C	P	S
<b>17-4PH +6%SiC</b>	Balansas	16.2	4.1	3.0	1.7	0.3	0.3	>0.07	<0.04	<0.030



26 pav. SLS būdu atspausdintų 17-4 PH + 6% SiC mikrostruktūros SEM EDS spektrinė analizė

### 3.3. Lydinių mechaninių savybių tyrimas

7 lentelė. Lydinių mechaninės savybės

Medžiaga	Takumo riba, MPa	Stiprumo riba, MPa	Tamprumo modulis, GPa	Santykinis pailgėjimas, %	Kietumas, HRB
17-4 PH (61 J/mm <sup>3</sup> )	<b>935.6 ± 4.3</b>	<b>988.0 ± 2.7</b>	<b>197.0 ± 1.8</b>	2.9 ± 0.3	96.7 ± 0.8
17-4 PH (67 J/mm <sup>3</sup> )	911.0 ± 5.3	955.0 ± 5.8	195.0 ± 1.1	<b>4.0 ± 0.5</b>	<b>98.1 ± 0.7</b>
17-4 PH (73 J/mm <sup>3</sup> )	919.0 ± 4.8	960.8 ± 3.0	192.0 ± 2.0	3.0 ± 0.3	89.5 ± 0.3
17-4 PH + 6% SiC (61 J/mm <sup>3</sup> )	590.8 ± 2.2	741.0 ± 2.1	155.2 ± 0.7	12.2 ± 0.4	89.5 ± 0.4
17-4 PH + 6% SiC (67 J/mm <sup>3</sup> )	<b>618.1 ± 0.2</b>	<b>766.0 ± 4</b>	<b>167.0 ± 0.6</b>	<b>12.5 ± 0.3</b>	<b>92.0 ± 0.8</b>

17-4 PH + 6% SiC (73 J/mm <sup>3</sup> )	614.0 ± 6.5	753.8 ± 7.8	165.0 ± 1.5	10.7 ± 0.6	89.8 ± 1.6
---	-------------	-------------	-------------	------------	------------

7 lentelėje pateikiami rezultatai, gauti atlikus 17-4 PH ir 17-4 PH + 6% SiC miltelių 3D spausdinimo būdu suformuotų lydinių stipruminių savybių matavimus. Geriausi rezultatai lentelėje paryškinti.

Kaip matome, plieno lydinių stiprumo riba svyravo nuo 988 iki 955 MPa. Stipriausias lydinys buvo pagamintas spausdinant 61 J/mm<sup>3</sup>, kurio mikrostrukūros tyrimai parodė mažiausią kiekį defektų. Tuo tarpu 17-4 PH + 6% SiC lydinio didžiausia stiprumo riba pasiekta naudojant 67 J/mm<sup>3</sup> energijos tankį, gauta 766 MPa reikšmė, o žemiausia stiprumo riba gauta spausdinant 61 J/mm<sup>3</sup>, pasiektas 741 MPa stiprumas.

17-4 PH didžiausia tamprumo modulio vertė (197 GPa) priklauso 61 J/mm<sup>3</sup> energijos tankio lydiniai, kuris pasižymėjo mažiausiu santykinu pailgėjimu (2.9 %) bei didžiausia takumo riba (935.6 %). 17-4 PH + 6% SiC lydinys pasižymi net 4 kartus didesniu santykinu pailgėjimu (12.5%) lydant 67 J/mm<sup>3</sup> energijos tankiu, tačiau tamprumo modulio (167 Gpa) ir takumo riba (618.1 Mpa) yra žemesnių reikšmių nei 17-4PH lydinio.

Didžiausią lydinio kietumą 17-4PH (98.1 HRB) pasiekia mėginys, spausdintas esant 67 J/mm<sup>3</sup> energijos tankiui, mažiausias – 73 J/mm<sup>3</sup> (89.5 HRB). Galima teigti, jog tam įtakos turi per didelis energijos tankis, lydinys pradeda virti ir taip susidaro defektai. 17-4 PH + 6% SiC kompozitinio lydinio, spausdinto esant 67 J/mm<sup>3</sup> energijos tankiui, kietumas yra 92 HRB.

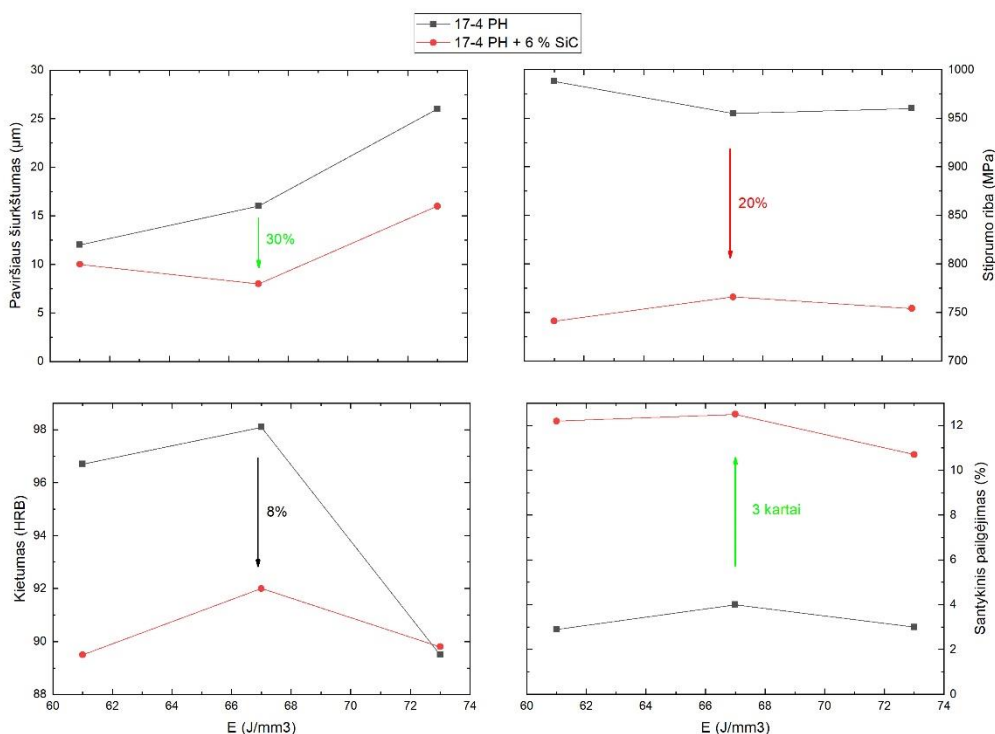
### 3.4. SiC įtaka metalo lydinio savybėms

SLS spausdinimo metu tinkamų parametrų parinkimas skirtingoms medžiagoms užtikrina lydinio kokybę. Žemiau esančiame paveiksle (27 pav.) pateikiama 17-4 PH nerūdijančio plieno ir kompozitinio mišinio 17-4 PH + 6 % SiC lydinių, spausdintų esant trims skirtingiems energijos tankiams (61, 67, 73 J/mm<sup>3</sup>), analizė.

Nustatyta, jog kompozitinis lydinys pasižymi tolygesniu paviršiumi lyginant su 17-4 PH. 17-4 PH lydinio šiurkštumas svyruoja nuo 12 iki 26 μm priklausomai nuo energijos tankio. Pridėjus SiC, lydinio šiurkštumas sumažėja 30 % ir svyruoja nuo 8 iki 16 μm. Atliktų mechaninių savybių tyrimų rezultatai parodė, jog kompozitinės medžiagos stiprumo riba nukrito 20 % ir siekia 766 MPa, kai 17-4 PH medžiagos 988 MPa. Panašūs rezultatai gauti tyrinėjant aliuminį. Atlikti eksperimentai su AlSi10Mg lydinio parodė, jog į miltelių mišinį pridėjus 10 % SiC dalelių, ir atspausdinus kompozitinį lydinį esant

104.16 J/mm<sup>3</sup> energijos tankiui, pasiekta 450 MPa stiprumo ribą [6]. Tuo tarpu spausdinant iš AlSi10Mg lydinio be SiC didžiausios stiprumo ribos vertė 460 MPa [41].

17-4 PH + 6 % SiC mišinio kietumas sumažėjo 8 % iki 92 HRB, kai metalinio lydinio pasiekia 98 HRB. Tačiau santykinio pailgėjimo rezultatai parodė, jog kompozitinis mišinys lūžio metu pailgėja 3 kartus daugiau lyginant su nerūdijančio plieno santykinio pailgėjimu. Rezultatai parodė, jog 17-4 PH + 6 % SiC yra kur kas minkštesnis ir tolygesnis lydinys, pasižymintis plienui būdingu atsparumu korozijai ir cheminiu stabilumu, kurį suteikia keramikos priedai [42]. Nustatytos skirtingos santykinio pailgėjimo reikšmės parodo, jog veikiant tai pačiai apkrovai, 17-4 PH pasiekia savo kritinį pailgėjimą ir lūžta, o kompozitinė medžiaga ir toliau atlaiko apkrovas ir vibracijas. Šios savybės leidžia tiriamąjį kompozitinį lydinį naudoti sistemose, kuriose galimos momentinės ar dinaminės lanksčios apkrovos, pvz., lėktuvų važiuoklėse pakilimo metu, o automobilių – posūkio metu.



27 pav. Iš 17-4 PH ir 17-4 PH + 6 % SiC mišinio SLS atspausdintų mėginių savybių palyginimas

## Išvados

1. Paruošto miltelių mišinio pagrindą sudaro sferinės 17-4 PH dalelės, dalelių dydžių pasiskirstymui būdingi monodispersiniai diapazonai, kuriuose  $D_{50}=22\ \mu\text{m}$  ir  $55\ \mu\text{m}$ , o kristalinės SiC dalelės mišinyje pasiskirsčiusios tolygiai, tad mišinys yra tinkamas naudojimui SLS.
2. Sėkmingai pagaminus 100 % 17-4PH ir 94 % 17-4PH + 6 % SiC mėginius SLS būdu, nustatyta jog energijos tankio reikšmės, užtikrinančios tolygų lydinio formavimą, yra nuo 61 iki 73 J/mm<sup>3</sup>.
3. Atlikta SLS atspausdintų mėginių paviršiaus šiurkštumo, tankio, cheminės sudėties ir mikrostruktūros analizė parodė, jog 17-4 PH lydinys, atspausdintas 61 J/mm<sup>3</sup> energijos tankiu, pasižymi geriausiomis charakteristikomis, o kompozito mišinys – 67 J/mm<sup>3</sup> energijos tankiu.
4. Įvertinus SLS technologija atspausdintų mėginių mechanines savybes nustatyta jog kompozitinio lydinio mėginys pasižymi geriausiomis charakteristikomis (stiprumo riba – 766 MPa , tamprumo moduliui – 167 GPa,, santykinu pailgėjimu – 12.5 %, kietumu – 92 HRB) atliekant spausdinimą prie 67 J/mm<sup>3</sup> energijos tankio.
5. Lydinyje esantis SiC sumažina paviršiaus šiurkštumą nuo 12 iki 8  $\mu\text{m}$ , padidina santykinį pailgėjimą nuo 4 iki 12.5 %, stiprumo riba ir kietumas sumažėja nuo 988 iki 766 MPa ir nuo 98 iki 92 HRB atitinkamai. Rekomenduojama tiriamąjį kompozitinį lydinį naudoti sistemose, kuriose galimos momentinės ar dinaminės lanksčios apkrovos.

## Literatūros sąrašas

- [1] “Powder Bed Fusion | Additive Manufacturing Research Group | Loughborough University.” <https://www.lboro.ac.uk/research/amrg/about/the7categoriesofadditivemanufacturing/powderbedfusion/> (accessed Jun. 06, 2022).
- [2] R. Leal *et al.*, “Additive manufacturing tooling for the automotive industry,” *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 92, no. 5–8, 2017, doi: 10.1007/s00170-017-0239-8.
- [3] B. Blakey-Milner *et al.*, “Metal additive manufacturing in aerospace: A review,” *Mater Des*, vol. 209, 2021, doi: 10.1016/j.matdes.2021.110008.
- [4] M. Walczak and M. Szala, “Effect of shot peening on the surface properties, corrosion and wear performance of 17-4PH steel produced by DMLS additive manufacturing,” *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, vol. 21, no. 4, 2021, doi: 10.1007/s43452-021-00306-3.
- [5] D. Zhang *et al.*, “SiC reinforced AlSi10Mg composites fabricated by selective laser melting,” *J Alloys Compd*, vol. 894, Feb. 2022, doi: 10.1016/j.jallcom.2021.162365.
- [6] L. Xinwei *et al.*, “Microstructure, solidification behavior and mechanical properties of Al-Si-Mg-Ti/TiC fabricated by selective laser melting,” *Addit Manuf*, vol. 34, p. 101326, Aug. 2020, doi: 10.1016/J.ADDMA.2020.101326.
- [7] Y. K. Xiao *et al.*, “Effect of nano-TiB<sub>2</sub> particles on the anisotropy in an AlSi10Mg alloy processed by selective laser melting,” *J Alloys Compd*, vol. 798, pp. 644–655, Aug. 2019, doi: 10.1016/J.JALLCOM.2019.05.279.
- [8] M. Wang, B. Song, Q. Wei, and Y. Shi, “Improved mechanical properties of AlSi7Mg/nano-SiCp composites fabricated by selective laser melting,” *J Alloys Compd*, vol. 810, p. 151926, Nov. 2019, doi: 10.1016/J.JALLCOM.2019.151926.
- [9] M. J. Shen, X. J. Wang, T. Ying, K. Wu, and W. J. Song, “Characteristics and mechanical properties of magnesium matrix composites reinforced with micron/submicron/nano SiC particles,” *J Alloys Compd*, vol. 686, pp. 831–840, Nov. 2016, doi: 10.1016/J.JALLCOM.2016.06.232.

- [10] A. M. Sadoun and A. Fathy, "Experimental study on tribological properties of Cu–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite hybridized by graphene nanoplatelets," *Ceram Int*, vol. 45, no. 18, pp. 24784–24792, Dec. 2019, doi: 10.1016/J.CERAMINT.2019.08.220.
- [11] A. M. Sadoun, I. M. R. Najjar, M. S. Abd-Elwahed, and A. Meselhy, "Experimental study on properties of Al–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite hybridized by graphene nanosheets," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 9, no. 6, pp. 14708–14717, Nov. 2020, doi: 10.1016/J.JMRT.2020.10.011.
- [12] A. M. Sadoun, A. Fathy, A. Abu-Oqail, H. T. Elmetwaly, and A. Wagih, "Structural, mechanical and tribological properties of Cu–ZrO<sub>2</sub>/GNPs hybrid nanocomposites," *Ceram Int*, vol. 46, no. 6, pp. 7586–7594, Apr. 2020, doi: 10.1016/J.CERAMINT.2019.11.258.
- [13] H. Dong, Z. Tang, P. Li, B. Wu, X. Hao, and C. Ma, "Friction stir spot welding of 5052 aluminum alloy to carbon fiber reinforced polyether ether ketone composites," *Mater Des*, vol. 201, p. 109495, Mar. 2021, doi: 10.1016/J.MATDES.2021.109495.
- [14] W. Zhou, T. Yamaguchi, K. Kikuchi, N. Nomura, and A. Kawasaki, "Effectively enhanced load transfer by interfacial reactions in multi-walled carbon nanotube reinforced Al matrix composites," *Acta Mater*, vol. 125, pp. 369–376, Feb. 2017, doi: 10.1016/J.ACTAMAT.2016.12.022.
- [15] B. Song, S. Dong, and C. Coddet, "Rapid in situ fabrication of Fe/SiC bulk nanocomposites by selective laser melting directly from a mixed powder of micro-sized Fe and SiC," *Scr Mater*, vol. 75, pp. 90–93, Mar. 2014, doi: 10.1016/J.SCRIPTAMAT.2013.11.031.
- [16] B. Song *et al.*, "Microstructure and tensile behavior of hybrid nano-micro SiC reinforced iron matrix composites produced by selective laser melting," *J Alloys Compd*, vol. 579, pp. 415–421, Dec. 2013, doi: 10.1016/J.JALLCOM.2013.06.087.
- [17] K. S. L. Narayana, M. M. Benal, and H. K. Shivanand, "Effect of graphite on aluminium matrix composites fabricated by stir casting route – A review," *Mater Today Proc*, vol. 45, pp. 327–331, Jan. 2021, doi: 10.1016/J.MATPR.2020.11.051.
- [18] N. Knofius, M. C. Van Der Heijden, and W. H. M. Zijm, "Selecting parts for additive manufacturing in service logistics," *Journal of Manufacturing Technology Management*, vol. 27, no. 7, pp. 915–931, 2016, doi: 10.1108/JMTM-02-2016-0025/FULL/PDF.



- [19] J. Holmström, M. Holweg, S. H. Khajavi, and J. Partanen, “The direct digital manufacturing (r)evolution: definition of a research agenda,” *Operations Management Research*, vol. 9, no. 1–2, 2016, doi: 10.1007/s12063-016-0106-z.
- [20] “SLS,” in *Selective Laser Sintering Additive Manufacturing Technology*, Elsevier, 2021, pp. i–iii. doi: 10.1016/b978-0-08-102993-0.00008-4.
- [21] “On Inline Process Control for Selective Laser Sintering.” [https://www.researchgate.net/publication/329625918\\_On\\_Inline\\_Process\\_Control\\_for\\_Selective\\_Laser\\_Sintering](https://www.researchgate.net/publication/329625918_On_Inline_Process_Control_for_Selective_Laser_Sintering) (accessed Jun. 13, 2022).
- [22] “3d Printing: Know its Advantages and Disadvantages - Ink Toner Store Blog.” <https://blog.inktonerstore.com/3d-printing-know-its-advantages-and-disadvantages/> (accessed Jun. 13, 2022).
- [23] M. Attaran, “The rise of 3-D printing: The advantages of additive manufacturing over traditional manufacturing,” *Bus Horiz*, vol. 60, no. 5, 2017, doi: 10.1016/j.bushor.2017.05.011.
- [24] M. Gao, L. Li, Q. Wang, Z. Ma, X. Li, and Z. Liu, “Integration of Additive Manufacturing in Casting: Advances, Challenges, and Prospects,” *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing - Green Technology*, vol. 9, no. 1. 2022. doi: 10.1007/s40684-021-00323-w.
- [25] H. Gu, H. Gong, D. Pal, K. Rafi, T. Starr, and B. Stucker, “Influences of Energy Density on Porosity and Microstructure of Selective Laser Melted 17-4PH Stainless Steel”.
- [26] V. Markovič, O. Černašėjus, and V. prokopovič, “ANALYSIS OF LASER SINTERING TECHNOLOGY / LAZERINĖS MILTELIŲ SUKEPINIMO TECHNOLOGIJOS ANALIZĖ,” *Mokslas - Lietuvos ateitis*, vol. 5, no. 6, pp. 676–679, Dec. 2013, doi: 10.3846/mla.2013.113.
- [27] H. Ali, H. Ghadbeigi, and K. Mumtaz, “Effect of scanning strategies on residual stress and mechanical properties of Selective Laser Melted Ti6Al4V,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 712, pp. 175–187, Jan. 2018, doi: 10.1016/J.MSEA.2017.11.103.
- [28] “Precipitation hardening stainless steel powder (17-4 PH), chemical composition according to ASTM A564/A564M-13 UNS S17400 / SUS 630 With an appropriate approval\* 17-4 PH can be used for production of functional parts or medical instruments. CHEMICAL COMPOSITION Component Indicative value (Weight in %) C.”

- [29] M. Wang, B. Song, Q. Wei, and Y. Shi, “Improved mechanical properties of AlSi7Mg/nano-SiCp composites fabricated by selective laser melting,” *J Alloys Compd*, vol. 810, p. 151926, Nov. 2019, doi: 10.1016/J.JALLCOM.2019.151926.
- [30] A. Simchi and D. Godlinski, “Effect of SiC particles on the laser sintering of Al–7Si–0.3Mg alloy,” *Scr Mater*, vol. 59, no. 2, pp. 199–202, Jul. 2008, doi: 10.1016/J.SCRIPTAMAT.2008.03.007.
- [31] F. Chang, D. Gu, D. Dai, and P. Yuan, “Selective laser melting of in-situ Al<sub>4</sub>SiC<sub>4</sub> + SiC hybrid reinforced Al matrix composites: Influence of starting SiC particle size,” *Surf Coat Technol*, vol. 272, pp. 15–24, Jun. 2015, doi: 10.1016/J.SURFCOAT.2015.04.029.
- [32] Y. Zou, C. Tan, Z. Qiu, W. Ma, M. Kuang, and D. Zeng, “Additively manufactured SiC-reinforced stainless steel with excellent strength and wear resistance,” *Addit Manuf*, vol. 41, May 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.101971.
- [33] “SOLIDWORKS.” <https://www.solidworks.com/> (accessed Jun. 13, 2022).
- [34] “EOS EOSINT M 280 review - Industrial 3D printer.” <https://www.aniwaa.com/product/3d-printers/eos-eosint-m-280/> (accessed May 20, 2023).
- [35] D. L. Clark, D. A. Geeson, and D. Matthew Wayne, “‘Particle Size Distribution Analysis’ in: The Plutonium Handbook 2nd edition; edited by Thermal Ionization Cavity Source for Mass Spectrometry View project Thermal Analysis, Evolved Gas Analysis, and Differential Scanning Calorimetry of Plutonium Compounds View project.” [Online]. Available: <https://www.researchgate.net/publication/337228378>
- [36] C. Arvieu, C. Galy, E. Le Guen, and E. Lacoste, “Relative Density of SLM-Produced Aluminum Alloy Parts: Interpretation of Results,” *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, vol. 4, no. 3, 2020, doi: 10.3390/JMMP4030083.
- [37] T. de Terris *et al.*, “Optimization and comparison of porosity rate measurement methods of Selective Laser Melted metallic parts,” *Addit Manuf*, vol. 28, pp. 802–813, Aug. 2019, doi: 10.1016/J.ADDMA.2019.05.035.
- [38] G. Casalino, S. L. Campanelli, N. Contuzzi, and A. D. Ludovico, “Experimental investigation and statistical optimisation of the selective laser melting process of a maraging steel,” *Opt Laser Technol*, vol. 65, pp. 151–158, Jan. 2015, doi: 10.1016/J.OPTLASTEC.2014.07.021.

- [39] A. F. Obaton *et al.*, “Investigation of new volumetric non-destructive techniques to characterise additive manufacturing parts,” *Welding in the World*, vol. 62, no. 5, pp. 1049–1057, Sep. 2018, doi: 10.1007/S40194-018-0593-7/FIGURES/16.
- [40] “EOS Aluminium AlSi10Mg Material Data Sheet Metal Solutions”.
- [41] S. R. Kulkarni, V. K. Velisoju, F. Tavares, A. Dikhtiarenko, J. Gascon, and P. Castaño, “Silicon carbide in catalysis: from inert bed filler to catalytic support and multifunctional material,” *Catal Rev Sci Eng*, vol. 65, no. 1, 2023, doi: 10.1080/01614940.2022.2025670.

## INFLUENCE OF SILICON CARBIDE ON ALLOYS FORMED BY LASER METAL 3D PRINTING

### Summary

The purpose of this work is to master the SLS technology, investigate the suitability of a particle composite mixture (94% 17-4 PH + 6% SiC) for 3D printing, to evaluate the influence of SiC on 17-4 PH stainless steel during printing at different energy density values, and to evaluate the quality of the obtained alloys.

17-4 PH stainless steel is one of the most commonly used materials in the SLS process due to its mechanical properties and corrosion resistance. Despite these advantages, the alloy has a rough surface and is known for its brittleness. Ceramic materials are not suitable for direct laser sintering, but are increasingly being used as a fastening material for a metal matrix. The search for metal-ceramic composite mixtures with thermal conductivity, low expansion coefficient and strength is becoming one of the most important research directions in the field of high technology.

17-4 PH metal material and metal-ceramic composite mixture of which 94% of the mass consists of 17-4 PH powder and the remaining 6% - SiC ceramic particles are used for the study. During the experiment, an EOS M280 laser printing machine is used to form 3D objects. During all printing processes, the powder layer thickness of 40  $\mu\text{m}$  is maintained, as well as the hatching distance of 100  $\mu\text{m}$  and the laser power, which reaches 164 W. The laser scanning speed is changed, obtaining different energy densities, which are selected as 61, 67 and 73 J/  $\text{mm}^3$ . The obtained samples were analysed by using SEM EDS, optical profilometer, as well as performing density, strength and hardness measurements.

It was found that the surface of the composite alloy has a more uniform surface, the roughness is reduced by 30% and ranges from 8 to 16  $\mu\text{m}$ , and of the 17-4 PH material from 12 to 26  $\mu\text{m}$  depending on the energy density. The mechanical property measurement results showed that the strength limit of the composite material dropped by 20% and reached 766 MPa, while for the 17-4 PH material it was 988 MPa. The hardness of the 17-4 PH + 6% SiC mixture decreased by 8% to 92 HRB, while for the metal alloy it reached 98 HRB. However, the results of the relative elongation showed that value of relative elongation for the composite mixture is 8.5% higher than 17-4 PH.