



Nakładanie warstw techniką addytywną laser – drut przy zastosowaniu różnych atmosfer ochronnych

M. Herzyk ^a, M. Król ^b,

^a Studentka Politechniki Śląskiej, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Politechnika Śląska,
e-mail: herzyk.mag@gmail.com

^b Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Politechnika Śląska
e-mail: mariusz.krol@polsl.pl

Streszczenie: Metody depozycji stali nierdzewnej w atmosferze azotu są kolejnym krokiem w wykorzystaniu techniki WLAM w przemyśle nuklearnym i kosmicznym. W pracy tej poddano ocenie możliwości wykonania metody depozycji stali nierdzewnej w atmosferze azotu, jak również wytworzono struktury ze stali nierdzewnej metodą laser+drut w atmosferze azotu i argonu. Określenie zależności wpływu parametrów procesu jak i obecności gazu na jakość wytworzonych struktur zostało sformułowane poprzez porównanie wyników badań mikrostruktury oraz mikrotwardości.

Abstract: An objective of this project was to design the process for deposition of the stainless steel under atmosphere of nitrogen and to understand the metallurgical implication of such a process. The microstructures of the deposited parts were observed and analysed with using optical microscopy and scanning electron microscopy. The microhardness of built walls was examined by Vickers method (HV 0.2).

Keywords: WLAM, azot, stal nierdzewna, additive manufacturing, mikrostruktura

1. WSTĘP

Wire – laser additive manufacturing (WLAM) jest jedną z nowoczesnych technologii addytywnych (Additive Manufacturing), która polega na budowaniu struktur od podstaw poprzez topienie materiału w postaci drutu przez wiązkę lasera i jego depozycji warstwa po warstwie. Technika ta ma ogromny potencjał zostać ważną alternatywą dla współcześnie stosowanych metod wytwarzania i naprawiania dużych elementów z drogich surowców o złożonej geometrii [1-3]. Obniżenie kosztów, skrócony czas produkcji, zwiększona wydajność, energetyczna efektywność oraz możliwość wytwarzania elementów o pełnej gęstości jak i brak konieczności wykonywania obróbki wykańczającej sprawiają, że technika WLAM ma szansę stać się wiodącą techniką wytwarzania elementów w przyszłości [2-4].

Aktualnie procesy WLAM są przeprowadzane w atmosferze gazu obojętnego – argonu, jednakże niektóre środowiska, jak przemysł nuklearny i kosmiczny wymagają użycia innych gazów. W tych przypadkach azot może zostać użyty jako alternatywa. Azot, jako gaz reaktywny może prowadzić do zmian metalurgicznych materiału oraz może wpływać na zachowanie procesu – pojawianie się plazmy oraz odprysków jak i na porowatość materiału [4-6]. Zmiany te są silnie zależne od rodzaju materiału, wybranego procesu spawalniczego jak również od zawartości azotu i parametrów procesu [5, 6].

Mimo badań naukowych przeprowadzonych w celu zidentyfikowania wpływu azotu zastosowanego jako gaz ochronny [5-7], wciąż jest to temat niewystarczająco poznany w przypadku technik addytywnych, gdzie stosowane jest wielokrotne przejście źródła energii po wyznaczonej ścieżce co może wpływać na przebieg krystalizacji, a co za tym idzie na własności wytworzonych struktur. Dodatkowo, niewiele badań przeprowadzono wykorzystaniem wysokiej zawartości azotu w procesach laserowych.

2. ZAŁOŻENIA PROJEKTU

Celem projektu było określenie wpływu azotu na proces addycyjny drut + laser. Jednym z założeń było zaprojektowanie niskoenergetycznego procesu, z zapewnieniem małego dopływu ciepła do materiału, co starano się uzyskać poprzez zastosowanie stosunkowo małej średnicy płamki lasera i niewielkiej (0,8 mm) średnicy drutu.

Poszczególne kroki obejmowały:

- poznanie zależności parametrów procesów addytywnych opartych na argonie, w celu zapewnienia stabilnego topienia drutu oraz uzyskania wyrobu o kształcie jak najbardziej zbliżonym do wyrobu finalnego;
- zbadanie jak wykorzystanie azotu wpływa na proces WLAM oraz mikrostrukturę wytworzonego elementu;
- wybranie odpowiedniego materiału oraz określenie optymalnych wartości parametrów, dla depozycji w atmosferze azotu;
- pomiar mikrotwardości oraz ocena mikro i makrostruktury wytworzonych ścianek.

3. MATERIAŁY I METODYKA BADAŃ

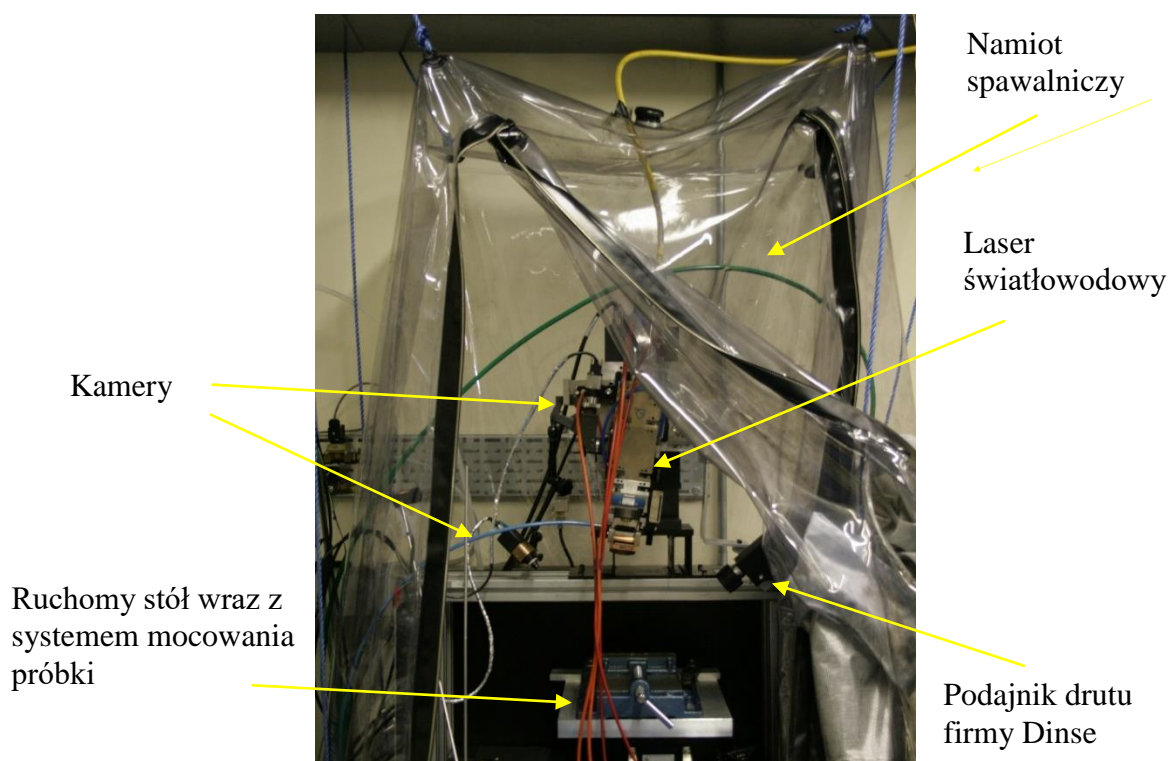
W projekcie wykorzystano drut spawalniczy ze stali nierdzewnej austenitycznej 308LSi o średnicy 0,8mm i składzie chemicznym przedstawionym w tablicy 1.

Tablica 1. Stężenie masowe poszczególnych pierwiastków stali nierdzewnej 308LSi [8]

Table 1. Chemical composition of the wire feedstock [8]

Stężenie masowe pierwiastków stali nierdzewnej 308LSi [%]								
C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	Cu	S	P
< 0,03	0,65 ÷ 1	1 – 2,5	19,5 - 22	< 0,75	9 - 11	< 0,75	< 0,03	< 0,03

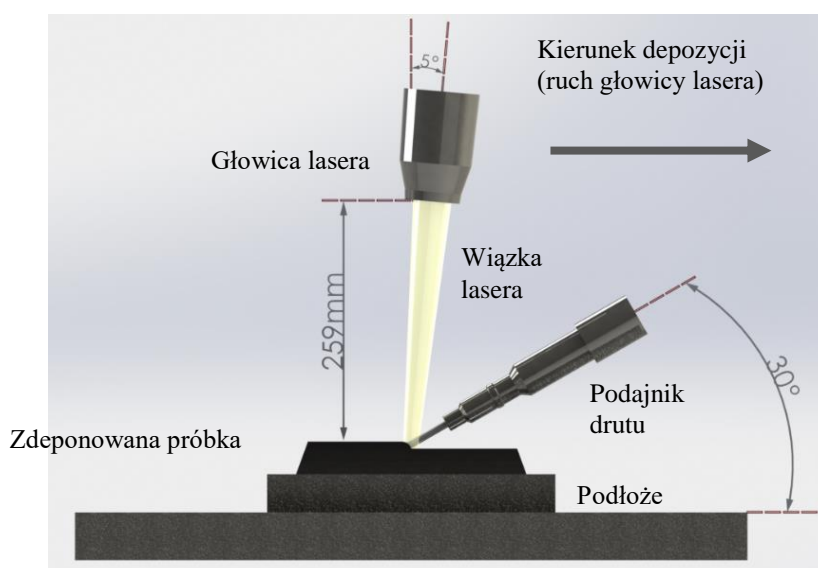
Proces depozycji został przeprowadzony za pomocą lasera światłowodowego o mocy 3kW. Stanowisko robocze zostało zaprezentowane na rysunku 1.



Rysunek 1. Zdjęcie stanowiska procesu WLAM

Figure 1. Photograph of the WLAM setup

Uzyskanie małej średnicy plamki lasera (~ 6 mm), było możliwe dzięki umieszczeniu próbki w odległości 259 mm od głowicy lasera. Metalowy drut podawany był pod kątem 30° do powierzchni górnej próbki, a końcówka drutu umieszczona została tuż przy krawędzi plamki lasera, co zapewniło równomierne topienie materiału i gładką depozycję. Powyższe techniczne założenia zostały przedstawione schematycznie na rysunku 2.



Rysunek 2. Schemat przedstawiający techniczne założenia procesu depozycji

Figure 2. Experimental setup

Podczas wstępnych prac przeprowadzono serię próbnych depozycji stali nierdzewnej 308LSi w atmosferze argonu. Następnie po obserwacji kształtu napawanej warstwy oraz gładkości jej powierzchni ustalono parametry dla tego procesu (tablica 2).

Tablica 2. Parametry procesu depozycji stali nierdzewnej 308LSi

Table 2. Process parameters for the multi-layer WLAM experiment

Parametr procesu	Wartość
Prędkość podawania drutu	0,6 m/min
Wielkość plamki lasera	∅ 6 mm
Prędkość posuwu substratu	6 mm/s
Moc lasera	1400 - 2800 W

Kolejnym krokiem była depozycja wielowarstwowych ścian ze stali nierdzewnej 308LSi w dwóch różnych atmosferach – 100% argonu i 100% azotu. Wytworzone próbki poddano następnie odpowiedniemu dla przyszłych badań wypreparowaniu, które obejmowało szlifowanie, polerowanie oraz trawienie w roztworze Kalling's numer 2 przez 5-10 sekund. Obserwacje mikrostruktury przeprowadzono z użyciem mikroskopu optycznego oraz skaningowego. Analiza danych uzyskanych za pomocą detektora EDS (Dispersive X-ray Spectrometer) pozwoliła ustalić wpływ parametrów procesu na skład chemiczny uzyskanych próbek. Wytworzone ścianki poddano badaniom mikrotwardości przy użyciu nacisku 200 gram przez 15 sekund.

4. WYNIKI BADAŃ

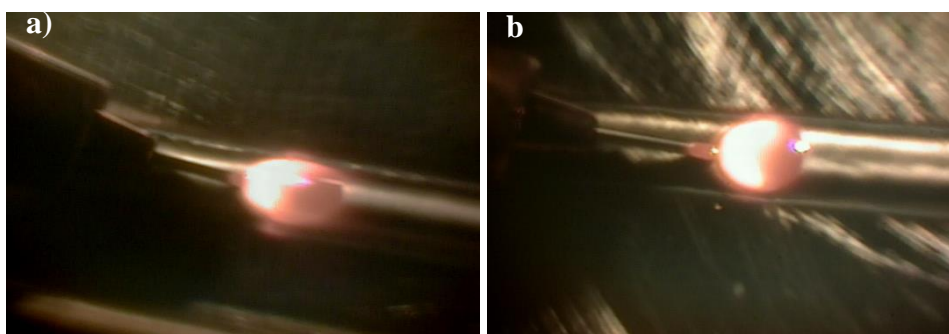
Rysunek 3 przedstawia pojedyncze warstwy napawane w atmosferze argonu przy różnych wartościach parametrów procesu. W wyniku niewystarczającego topienia drutu spowodowanego zbyt dużą prędkością posuwu stołu roboczego niektóre z napawanych warstw były nieciągłe (rys 3, próba 1, 3 i 4). Niewłaściwie dobrana wartość prędkości podawania materiału i zbyt wysoka pozycja końcówki drutu w odniesieniu do podłoża roboczego przyczyniły się do kapania drutu (rys 3, próba 2). Najlepsze rezultaty uzyskane zostały przy wartościach parametrów przedstawionych w tabeli 2, napawany drut cechowały się jednorodnością i ciągłością struktury oraz gładkim licem (rys 3, próba 6).



Rysunek 3. Zdjęcie pojedynczych deponowanych warstw stali nierdzewnej 308LSi

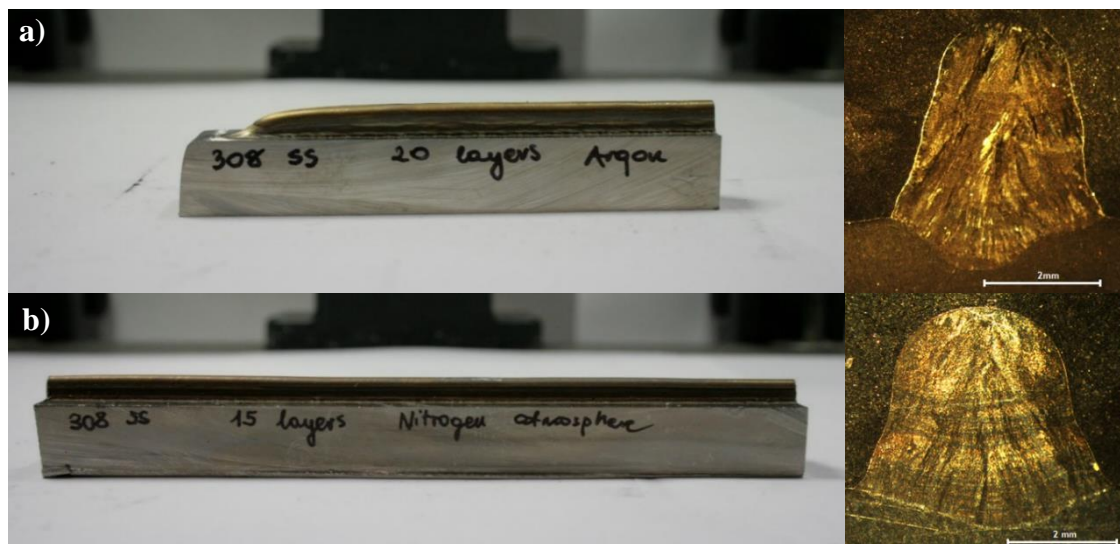
Figure 3. Tracks deposited during trial experiments

Rysunek 4 przedstawia ujęcia z kamery monitorującej przebieg procesu nakładania warstw stali nierdzewnej. Podczas żadnych z przeprowadzanych prób depozycji nie zaobserwowano obecności plazmy, nawet przy najwyższych zastosowanych wartościach mocy lasera. Zarówno przy użyciu argonu jak i azotu jako gazu ochronnego, proces był stabilny i przeprowadzony w zakresie spawania kondukcyjnego. Nie zauważono znacznych różnic w samym procesie podczas nakładania warstw w atmosferze azotu i argonu, w obu przypadkach wpływ gazu na wiązkę lasera był podobny, co potwierdza wyniki uzyskane przez Elmer *et al.*, (2015) [7]. Wszystkie obserwacje wskazują, że depozycja metodą laser + drut w atmosferze azotu możliwa bez żadnych zaburzeń procesu.



Rysunek 4. Ujęcia z zapisu kamery monitorującej deponowanie warstw stali nierdzewnej 308LSi; a) w atmosferze argonu; b) w atmosferze azotu

Figure 4. Video captures from laser deposition of SS wire; a) in argon atmosphere; b) in nitrogen atmosphere

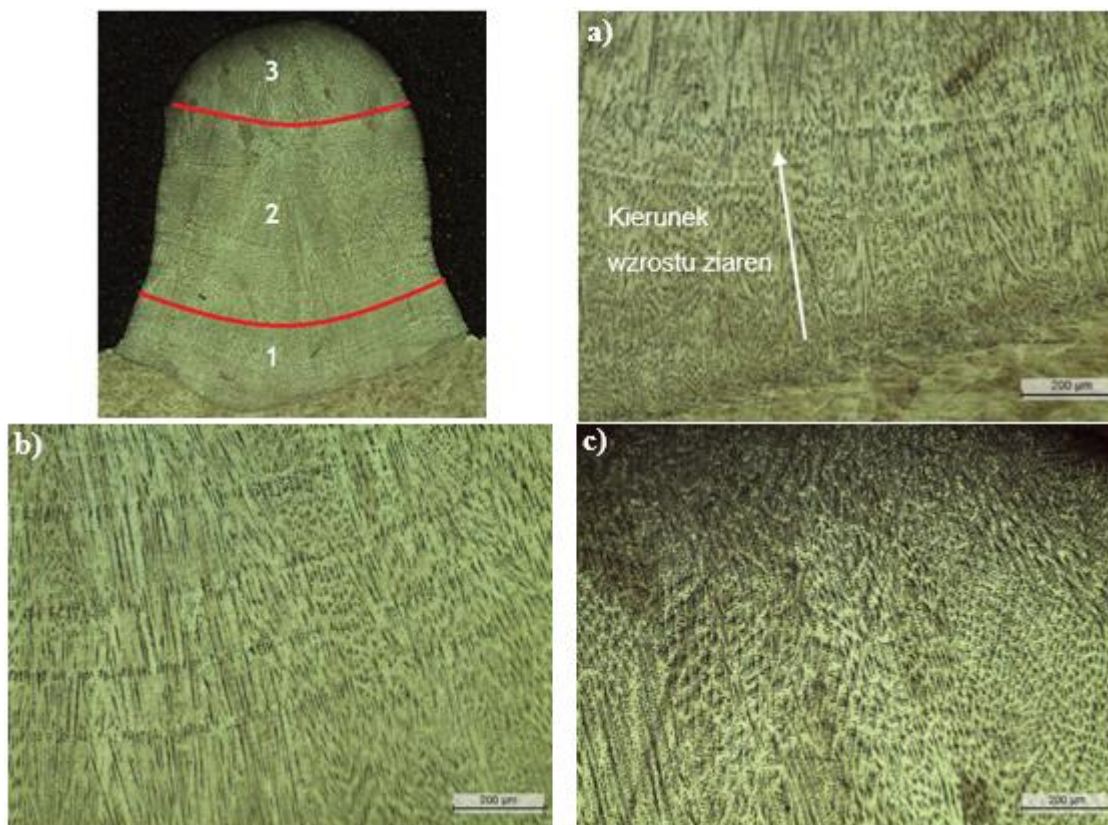


Rysunek 5. Zdjęcia wytworzonych struktur (lewa) oraz makrofotografie ich przekrojów (prawa); a) 20 warstw nałożonych w atmosferze argonu; b) 15 warstw w atmosferze azotu

Figure 5. Photos of examples of successfully deposited 308LSi SS walls (left) and macrophotographs of their cross-section (right); a) 20 layers deposited in argon atmosphere; b) 15 layers deposited in nitrogen atmosphere

Na rysunku 5 zaprezentowano przykłady prawidłowo wykonanych struktur ze stali nierdzewnej, wytworzonych w atmosferze azotu i argonu. Uzyskane elementy miały długość od 130 do 180 mm, kształt zbliżony do wyrobu finalnego oraz gładką powierzchnię. Obserwacje mikroskopowe wykazały silne łączenie pomiędzy poszczególnymi warstwami oraz pomiędzy pierwszą warstwą, a substratem. Próbkę uzyskane w atmosferze azotu i argonu nie różniły się znacząco w rozmiarze względem siebie. Każda z nałożonych warstw miała wysokość $\sim 0,32$ mm, zaś szerokość wytworzonych struktur wynosiła 2,6 mm w przypadku argonu i 3,2 mm dla azotu.

Analiza mikrostruktury została przeprowadzona w trzech, widocznie rozróżnialnych obszarach przekroju próbki: strefa połączenia wytworzonej ścianki z substratem, część środkowa oraz górna (rysunek 6). W każdej z sekcji możliwa jest do zaobserwowania inna mikrostruktura w związku z różną wartością szybkości chłodzenia. Poszczególne warstwy zbudowanej ścianki były trudne do rozróżnienia. Wytworzone próbki miały złożoną mikrostrukturę, powstałą w wyniku zmian gradientu temperatury i szybkości chłodzenia. Nie zaobserwowano znacznych różnic pomiędzy mikrostrukturą próbek wytworzonych w atmosferze azotu i argonu.



Rysunek 6. Przekrój wytworzonej próbki z zaznaczonymi trzema strefami (powiększenie 200x); a) mikrostruktura strefy połączenia z substratem; b) środkowa część; c) górna część próbki

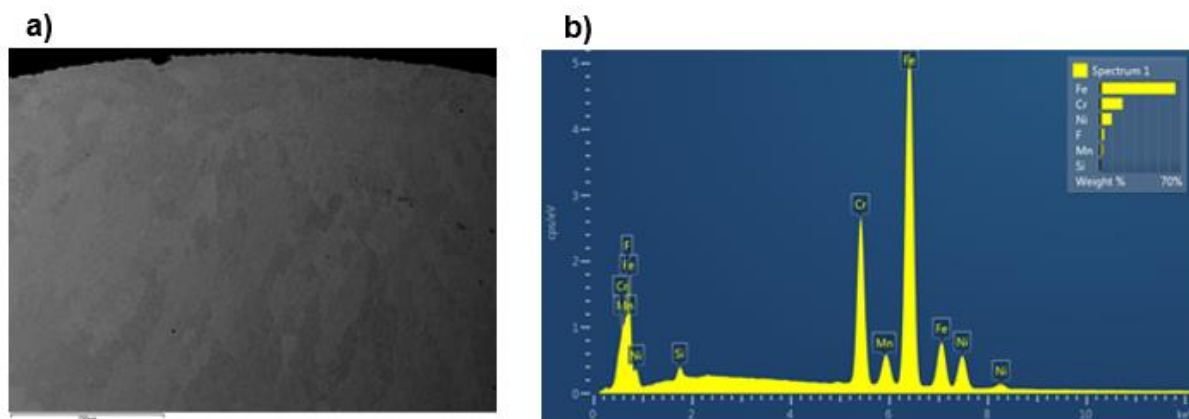
Figure 1. Manufactured part with three different zones marked (x200); a) microstructure of fusion zone; b) middle part; c) top part

Na rysunku 6a przedstawiono strefę połączenia deponowanych warstw z podłożem. W strefie tej zaobserwować można znaczną różnicę w wielkości ziaren. Wynika to z tego, że kiedy pierwsza warstwa została nałożona, substrat absorbował duże dawki ciepła, powodując szybkie chłodzenie i zastyganie nanoszonej warstwy. W miejscu połączenia występują drobne, klatkowe dendryty. Wraz ze zwiększaniem ilości warstw, mogą zostać zaobserwowane drobne kolumnowe dendryty. Kierunek wzrostu ziaren nie był jednakowy i zależny był od kierunku i wartości szybkości chłodzenia.

Linie widoczne na rysunku 6b, nie są granicami deponowanych warstw, lecz miejscami gdzie wystąpiła rekrytalizacja. Drobne kolumnowe dendryty zostały utworzone, poprzez ciągle ogrzewanie i chłodzenie góry próbki, w związku z wielokrotnymi przejściami lasera.

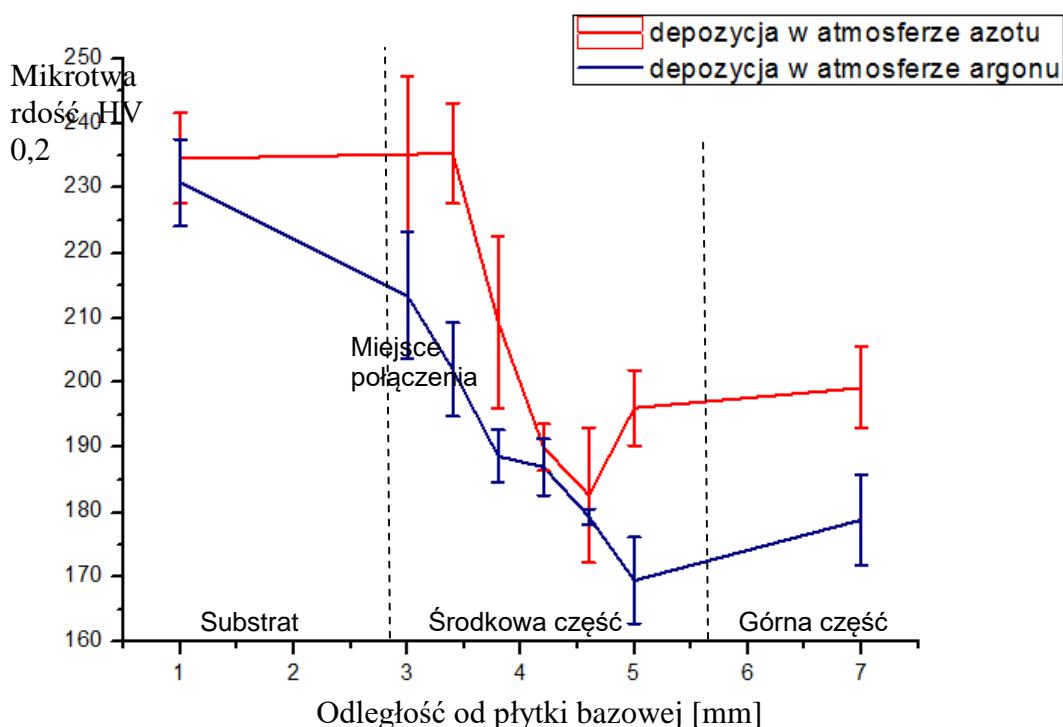
Jak pokazano na rysunku 6c w górnej części próbki, obecne są różnej wielkości ziarna z różnymi kierunkami wzrostu. Jest to spowodowane inną wartością szybkości chłodzenia niż w części środkowej próbki. Ciepło było rozprawdane do otoczenia poprzez radiację, i miała większą wartość niż przy wcześniejszych przejściach lasera, ze względu na większą powierzchnię odprowadzenia ciepła. Zauważyć można jednak, że w górnej części próbki dominują drobne ziarna ferrytyczne (lathy ferrite).

Obserwacje za pomocą mikroskopu elektronowego skaningowego (SEM) przeprowadzono w celu wykrycia w strukturze możliwych azotków. Niewystarczająca ilość energii dostarczonej w procesie, nie zapewnia dysocjacji $N_2 - N$. W związku z tym, jak wynika z analizy składu przy braku obecności reaktywnego N_2 , nie obserwuje się pojawiania azotków w metalu. Na rysunku 7 przedstawiono spektrum otrzymane poprzez wykorzystanie detektora EDS. Wyniki potwierdzają wypełnienie założeń projektu o utrzymaniu niskiej wartości ciepła dostarczonego, co uchroniło przed dyfuzją azotu, będącego gazem ochronnym, do materiału.



Rysunek 7. Wyniki analizy EDS; a) miejsce poddane analizie chemicznej – próbka deponowana w atmosferze azotu; b) uzyskane spektrum

Figure 7. EDS analysis a) Section of the wall deposited in N atmosphere used for chemical analyse; b) results from spectral analysis with N used as shielding gas



Rysunek 8. Wyniki pomiarów mikrotwardości

Figure 8. Microhardness tests results

Graficzne przedstawienie wyników badań mikrotwardości wraz z dewiacją standardową dla wytworzonych struktur zostały zaprezentowane na rysunku 8, zaś wartości mikrotwardości zebrano w tabeli 3.

Tablica 3. Porównanie wyników mikrotwardości struktur wytworzonych w atmosferze argonu i azotu. Wyniki dla HV 0,2.

Table 1. Comparison of hardness measurements of the walls deposited in the argon and nitrogen atmosphere. Results for HV 0.2.

Próbka	Średnia	Dewiacja standardowa	Najniższa wartość	Najwyższa wartość
Atmosfera azotu	210,3	8,25	182,7	235,3
Atmosfera argonu	193,7	5,86	169,5	230

Struktury deponowane w atmosferze azotu wykazały nieznacznie wyższą mikrotwardość, niż te wytworzone w atmosferze argonu. W próbkach napawanych w azocie, zauważyć można tendencję opisaną przez Xu *et al.*, (2017) [9] do wyższej twardości na początku próbki, tuż za miejscem połączenia z substratem. Jest to wynik różny—od otrzymanego dla próbki wytworzonej w atmosferze argonu, gdzie spadek wartości mikrotwardości w pierwszej strefie został również zaobserwowany i potwierdzony w literaturze [7, 10, 11].

W środkowych częściach próbek, wartość mikrotwardości spada, w związku ze spadkiem szybkości chłodzenia i gradientu temperatury. Ciepło zostało skumulowane, jako że chłodzenie odbywało się wyłącznie poprzez radiację i konwekcję deponowanych warstw. Trend do wzrostu mikrotwardości w górnych częściach obu próbek, może zostać wyjaśniony przez zmiany w procesie chłodzenia. Brak kolejnych napawanych warstw (kolejnych przejść lasera),

wzrost wielkości powierzchni mającej kontakt z otoczeniem, sprawia że zwiększa się szybkość chłodzenia, implikując szybszą krystalizację i powstawanie mniejszych ziaren. W próbkach deponowanych w atmosferze argonu, większy rozmiar ziaren został zaobserwowany w górnej części ścianki, co może wyjaśnić niższą wartość twardości w odniesieniu do próbek wytworzonych w azocie. Większy rozmiar ziarna może być wytłumaczony poprzez różnicę w przewodności cieplnej użytych gazów. W podwyższonych temperaturach argon ma przewodność cieplną równą 30,6 mW/mK, zaś azot 44 mW/mK, więc ciepło jest odprowadzane szybciej ze struktur wytwarzanych w azocie [12].

5. PODSUMOWANIE I WNIOSKI

- Depozycja metodą laser-drut w atmosferze azotu jest możliwa dla parametrów depozycji w standardowej atmosferze argonu. Nie stwierdzono znacznych różnic w przypadku dynamiki procesu oraz metalurgicznych zmian w materiale. Wyniki projektu potwierdzają realność adaptacji wykorzystania azotu w przemyśle kosmicznym i nuklearnym.
- Odpowiednie dopasowanie parametrów procesu pozwala na zmniejszenie prawdopodobieństwa formowania się niepożądanych azotków w materiale.
- Mikrostruktura uzyskanych próbek zależy od zmiennych parametrów procesu. Proces depozycji należy dokładnie zaprojektować, poprzez odpowiedni dobór wartości mocy lasera, szybkości nakładania warstw oraz składu chemicznego gazu ochronnego.
- Badania mikrotwardości ujawniły wyższą twardość struktur wytworzonych w atmosferze azotu (210,3 HV0.2) niż w atmosferze argonu (193,7 HV0.2).

PODZIĘKOWANIA

Podziękowania dla doktora Wojciecha Sudera z Welding Engineering and Laser Processing Centre (Cranfield University, UK) za pomoc w badaniach i udostępnienie aparatury WLAM.

LITERATURA

1. D. Ding, Z. Pan, D. Cuiuri, H. Li, Wire-feed additive manufacturing of metal components: technologies, developments and future interests, *International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 81/1-4 (2015) 465-481.
2. W.E. Frazier, Metal additive manufacturing: a review, *Journal of Materials Engineering and Performance* 23/6 (2014) 1917-1928.
3. T.A. Medrano Tellez, (2010) Fibre laser metal deposition with wire: parameters study and temperature control. University of Nottingham.
4. A. Heralić, (2012) Monitoring and control of robotized laser metal-wire deposition. Chalmers University of Technology.
5. B. Zorc, Automatic TIG welding of austenitic stainless steels in nitrogen and nitrogen-based gas mixtures, *Revista de Metalurgia* 47/1 (2011) 29-37.
6. M. Keskitalo, K. Mäntyjärvi, J. Sundqvist, I. Eriksson, A.F.H. Kaplan, The influence of shielding gas on the properties of laser welded stainless steel, in Kaplan, A. F. H. and Engström, H. (eds) *The 14th Nordic Laser Materials Processing Conference NOLAMP*. Gothenburg, Sweden, (2013)155-161.
7. J.W. Elmer, J. Vaja, H.D. Carlton, R. Pong, The Effect of Ar and N₂ shielding gas on

- laser weld porosity in steel, stainless steels, and nickel, *Welding Journal* 94/10 (2015) 313-325.
8. T.E. Abioye, A. Medrano-Tellez, P.K. Farayibi, P.K. Oke, Laser metal deposition of multi-track walls of 308LSi stainless steel, *Materials and Manufacturing Processes* 32/14 (2017) 1660-1666.
 9. X. Xu, G. Mi, Y. Luo, P. Jiang, X. Shao, C. Wang, Morphologies, microstructures, and mechanical properties of samples produced using laser metal deposition with 316L stainless steel wire, *Optics and Lasers in Engineering* 94 (2017) 1-11.
 10. K. Li, D. Li, D. Liu, G. Pei, L. Sun, Applied Surface Science Microstructure evolution and mechanical properties of multiple-layer laser cladding coating of 308L stainless steel, *Applied Surface Science* 340 (2015) 340 143-150.
 11. N.I.S. Hussein, J. Segal, D.G. McCartney, I.R. Pashby, Microstructure formation in Waspaloy multilayer builds following direct metal deposition with laser and wire, *Materials Science and Engineering A* 497 497 (2008) 260-269.
 12. T. Hoshino, K. Mito, A. Nagashima, M. Miyata, Determination of the thermal conductivity of argon and nitrogen over a wide temperature range through data evaluation and shock-tube experiments, *International Journal of Thermophysics* 7/3 (1986) 647-662.