



Szálkisajtolással előállított, 1.4542 típusú korrózióálló acél próbatestek mikroszerkezeti vizsgálata

Microstructural Characterization of 1.4542 Type Stainless Steel Specimens Manufactured by Fused Filament Fabrication

Bognár Adrián,^{1*} Ledniczky György,¹ Kun Krisztián,¹ Zsidai László²

^{1*} Neumann János Egyetem, GAMF Műszaki és Informatikai Kar, Innovatív Járművek és Anyagok Tanszék, Kecskemét, Magyarország, bognar.adrian@nje.hu

² Magyar Agrár- és Élettudományi Egyetem, Szent István Campus, Gépészeti Technológiák Központ, Anyagtudományi és Gépipari Folyamatok Tanszék, Gödöllő, Magyarország

Abstract

The processes of design and manufacturing continue to expand with extraordinary opportunities due to the emergence and development of additive manufacturing technologies. Additive manufacturing processes radically differ from traditional manufacturing methods and require a completely new engineering approach. As a result, new possibilities emerge, allowing the creation of geometries that were previously difficult or impossible to produce using other technologies. Significant application opportunities exist in fields such as medicine and many sectors of industry due to this advancement. The range of materials used in additive manufacturing is constantly improving and expanding, although the most significant results are in the area of industrial applicability, which is the focus of this research. It is important to mention that besides Selective Laser Sintering / Selective Laser Melting (SLS / SLM), Fused Filament Fabrication (FFF) is worth considering for producing metal parts, due to lower costs and the possibility of manufacturing larger parts. The aim of the research is to examine the microstructural and macrostructural characteristics of finished components produced by FFF.

Keywords: additive manufacturing, material extrusion, stainless steel, microstructural characterization.

Összefoglalás

Az additív gyártási eljárások térnyerése és fejlődése további lehetőségeket nyit meg a gyártási folyamatokban. Az additív gyártási eljárások merőben eltérnek a hagyományos gyártási módszerektől és teljesen új mérnöki megközelítést igényelnek. Ennek eredményeként új lehetőségek nyílnak meg, és olyan alakú testek hozhatók létre, amelyeket korábban, más eljárásokkal nehezen vagy egyáltalán nem lehetett előállítani. Az orvostudomány és az ipar számos területén kiemelkedő alkalmazási lehetőségek rejlenek ebben a fejlődésben. Az additív gyártáshoz felhasznált anyagok palettája folyamatosan bővül, ezért jelen kutatás a fém próbatestek előállítására és vizsgálatára koncentrál. Fontos megemlíteni, hogy a fém alkatrészek előállításához érdemes figyelembe venni a szelektív lézeres szinterelés és a szelektív lézeres olvasztás mellett a szálkisajtolásos gyártást is. Ennek oka a kisebb költségek és a nagyobb méretű alkatrészek gyártásának lehetősége. A kutatás célja vizsgálni a szálkisajtolással előállított próbatestek szövetszerkezeti és mikroszerkezeti sajátosságait.

Kulcsszavak: additív gyártás, fémkisajtolás, korrózióálló acél, szövetszerkezet.

1. Bevezetés

A fémtermékek additív gyártása egyre jellemzőbb a járműipari alkatrészek és az orvosi protézisek előállítása területén, köszönhetően a széles körű eljárás- és alapanyag-palettának. Ezek az eljárások jelentős befektetést igényelnek és bonyolult felszerelést, annak érdekében, hogy biztonságosan, minimális egészségügyi kockázat mellett váljon kezelhetővé a fémpor. Az SLS® vagy DMLS márkanevű eljárásokban használt fémporok szemcsemérete 15–50 µm, ami hasonló egészségügyi kockázatot jelent egy gépkezelő számára, mint hegesztés esetén [1, 2]. Többek között ezen okokból, továbbá a jelentős beruházási költségek és a lézerrel kapcsolatos biztonsági kérdések tettek érdemlegessé több kutatási irányt, amelyek új módszereket alkalmaznak a fém alkatrészek additív gvártási előállítására [3].

1.1. Fémes anyagok additív gyártása

Az ISO 52900-1 terminológiai szabványban meghatározott, hétféle additív gyártási eljárás közül az anyagkisajtolás (angolul: material extrusion) egyik változata a huzalolvasztásos gyártás (angol kereskedelmi nevén: fused filament fabrication, FFF). A szálkisajtolásos fémnyomtatás első lépéseként zöld darabok előállítása történik. Ezek az alkatrészek még nem estek át a kötőanyag-eltávolítási és szinterelési folyamaton. Alak- és mérethűséget tekintve megfelelők, azonban felületi érdességük és sűrűségük nem olyan jól szabályozott, mint a lézeres eljárásoknál. A zöld darabok a kötőanyag-eltávolítási folyamat után igénylik a legnagyobb odafigyelést, ugyanis ebben a stádiumban jellegzetes színükből adódóan barna darabnak nevezzük őket. Ezek a darabok porózusak, törékenyek, nincs bennük az összetartást segítő kötőanyag. A megelőző szakirodalmi áttekintések alapján elmondható, hogy emiatt a folyamatnak vannak korlátai is, ugyanis a próbatestek szilárdsága miatt a belső részeknek van egy minimális kitöltési igénye [1, 3].

Az FFF egyszerűen végezhető folyamat, továbbá csekély befektetést igényel más additív gyártási eljárásokhoz képest. További előnye, hogy bonyolult darabok gyártása esetén nem szükséges elvezető csatornákat kialakítani, hogy a fel nem használt port elvezessük a munkatérből **[4, 5, 6]**.

Az 1. ábra a szálkisajtoláson alapuló fém alkatrészek előállításának folyamatát mutatja.



 ábra. A szálkisajtolás alapú fémnyomtatás folyamata

1.2. Utókezelési eljárások

Ahogyan a korábbi bekezdésben említettük, az így előállított zöld darabok további kezeléseket igényelnek, hogy a tömör anyagból készültekkel közel azonos tulajdonságú próbatesteket kapjunk [1, 3].

A kezelések során először a kötőanyag eltávolítása történik. Az így létrejött barna darabokat nagy hőmérsékleten kell szinterelni. Amennyiben indokolt a mechanikai tulajdonságok növelése, további eljárások, például hőkezelés vagy meleg izosztatikus sajtolás is végezhető a darabokon [4, 5].

A kötőanyag-eltávolítási eljárások között három fő eljárás ismeretes:

- oldószeres: triklór-etán vagy -heptán használata;
- termikus: 60–600 °C hőmérséklet-tartomány alkalmazása;
- katalitikus: salétromsav vagy oxálsav használata 110–150 °C között [7].

A kötőanyag-mentesítés után létrejött barna darabok a nagy hőmérsékletű szinterelés után elérik a kész állapotot, eközben a zöld darabhoz képest 10–20% zsugorodáson mennek keresztül. Ennek kompenzálására a tervezéskor nagy hangsúlyt kell fektetni a megfelelő skálázási beállításokra. X, Y, Z irányban különböző mértékben kell növelni a próbatestek méreteit. Az ehhez szükséges értékeket a hozaganyag gyártója határozza meg [8].

Szinterelés során hatféle anyagtranszport-mechanizmust különböztetünk meg:

- felületi diffúzió;
- rácsdiffúzió;

3

- szemcsehatári diffúzió;
- párolgás és kondenzáció;
- viszkózus áramlás;
- képlékeny alakváltozási áramlás [9].

A szinterelési folyamat után a munkadarabok porozitása 10–20% között várható az alkalmazott hőmérséklettől függően. Szinterelés során nitrogén, argon és hidrogén is alkalmazható védőgázként. A szinterelést több tényező befolyásolja:

- fűtési sebesség;
- szinterelési hőmérséklet;
- szinterelési folyamat ideje;
- kemence atmoszférája [10].

2. A kísérlet módszertana

A nyomtatás BASF Ultrafuse 17-4PH márkanevű szállal (angolul: filament) történt. Ez a hozaganyagféle a fémnyomtatással foglalkozó irodalmakban az egyik leggyakoribb hozaganyag, valójában nem más, mint 1.4542 típusú rozsdamentes acél anyagú porból és kötőanyagból kisajtolással előállított kompozit szál. A nyomtatási hozaganyag feldolgozási körülményeire vonatkozó legfontosabb jellemzők az **1. táblázat**ban láthatók.

1. táblázat. A BASF Ultarfuse 17-4PH hozaganyag adatlapja szerint ajánlott feldolgozási beállítások [8]

Ajánlott nyomtatási beállítások				
Fúvóka hőmérséklete	230–250 °C			
Nyomtatótálca hőmér- séklete	90–100 °C			
Fúvóka átmérője	≥0,4 mm			
Nyomtatási sebesség	15–50 m/s			
Hűtés	nem			
Próbatestek skálázása	X és Y irányban: 119% Z irányban: 122%			

A próbatestek előállításához CraftBot Flow Idex XL típusú, szálkisajtolással működő 3D-s nyomtatót használtunk.

2.1. A megváltoztatott gyártási paraméterek

A kísérlet során a fémfröccsöntésnél is alkalmazott próbatestek nyomtatása történt eltérő beállításokkal [11].

Minden darab 100% kitöltéssel, lapjára fektetve készült. Változóként három paramétert választottunk ki a CraftWare szeletelő szoftverben, amelyek a megelőző szakirodalmi eredmények alapján hatással lehetnek a mechanikai tulajdonságokra, illetve a nyomtatási időre:

- rétegvastagság (mm);

- nyomtatási sebesség (mm/s);
- kitöltési orientáció (°) [12, 13, 14].

A nyomtatási sebesség alapvetően a nyomtatófej mozgási sebességére, ezáltal a nyomtatás idejére van hatással. Lehetséges azonban, hogy a rétegek közti adhézió mértékét is befolyásolja, így akár a szakítószilárdság is változhat **[15, 16, 17]**.

Az előkísérletek során bebizonyosodott, hogy a nyomtatási sebességet csökkenteni kell, így ennek értékeit szűkebb tartományból választottuk ki.

2. tá	áblázat.	A	próbatest	ek	gyárt	ásához	haszn	ált
		ny	omtatási	ра	ramét	erek		

Kísérlet száma	Réteg-vas- tagság (mm)	Nyomtatási sebesség (mm/s)	Kitöltési orientáció (°)
#1	0,2	25	45
#2	0,3	15	45
#3	0,4	35	45

A legyártott zöld darabot a 2. ábra mutatja.	



2. ábra. A legyártott próbatest zöld darabja

2.2. Kötőanyag-eltávolítás és szinterelés

A különböző fémporból és kötőanyagrendszerből felépülő anyagok eltérő kötőanyag-eltávolítási és szinterelési módszereket és atmoszférát igényelnek. Jelen kísérletben ez a művelet a BASF hivatalos ajánlásának megfelelő és akkreditált tevékenységet folytató szervezet, az Elnik System GmbH ajánlásai szerint történt [18].

A kötőanyag-eltávolítás ciklusában először előfűtés történik 120 °C-ra kis hevítési sebességgel, kezdetben 5, majd 1 és 0,5 °C/perc sebességgel. Amint a berendezés eléri a 120 °C-ot, 45 perc hőn tartás következik. Ezután indul be a saváramlás, ami a falvastagságtól függően 1 óra/mm ideig tart. A sav áramlása 3,4 ml/perc. Amikor a sav áramlása befejeződik, 120 °C-on 90 percig történik a hőn tartás, hogy a kemence megtisztuljon, és előkészíthető legyen a nyitási folyamatra.

A kötőanyag-eltávolítási ciklust a **3. ábra** mutatja. A kötőanyag-eltávolítás CD 3045 típusú (**4. ábra**) kemencében történt, mely a BASF által szabadalmaztatott, Catamold kötőanyagrendszer eltávolításához igazodik.



3. ábra. A kötőanyag-eltávolítás diagramja



4. ábra. CD 3045 típusú kötőanyag-eltávolító kemence [18]



5. ábra. A szinterelés diagramja



6. ábra. MIM 3045 típusú szinterelőkemence [18]



7. ábra. Az elkészült kísérleti próbatest [11]

A kötőanyag eltávolítása után egy másik berendezésben zajlik a szinterelés. A szinterelési ciklus (5. ábra) először egy újbóli kötőanyag-eltávolítási szakasszal kezdődik. Először 450 °C-ra 5 °C/perc hevítéssel felfűtés történik, majd 150 percig hőn tartás következik. A következő lépcső 600 °C-on van, ennek eléréséhez 3°C/perc sebességgel hevítés, majd 60 percnyi hőn tartás következik. A szinterelési lépcső 1380 °C-on van, ezt 5 °C/perc hevítési sebességgel éri el a berendezés, majd a folyamat újabb 180 percnyi hőn tartással zárul. Végül a nyitást követően a kemence szabadon kihúl szobahőmérsékletig.

A **6. ábrá**n egy MIM3045 típusú szinterelőkemence a **7. ábrá**n látható. A kötőanyag-eltávolítás és szinterelési folyamat utáni kész próbatest.

3. Vizsgálati eredmények és kiértékelések

A következő képalkotási technikák különféle előnyöket kínálnak, lehetővé téve a próbatestek szerkezetének és összetételének részletes elemzését. Az elektronmikroszkóp nagy felbontású képeket készít, finom részleteket fedve fel közel nanométeres szinten. A konfokális mikroszkóp háromdimenziós szerkezetek vizualizálását teszi lehetővé optikai szakaszolási képességgel. A fénymikroszkóp átfogóbb képet ad a mintákról, lehetővé téve a nagyobb léptékű jellemzők és az általános morfológia megfigyelését. Ezek a képalkotási módszerek jó betekintést nyújtanak a minták mikroszerkezeti jellemzőibe. A felvételek szakítóvizsgálaton átesett próbatestekről készültek, ezekre a vizsgálatokra jelen kutatás nem tér ki.

3.1. Az elektronmikroszkópi képek kiértékelése

A mikroszerkezet-vizsgálati képek Zeiss Sigma 300 VP típusú pásztázó elektronmikroszkóppal készültek szekunderelektron- (SE-) detektorral, ami kis energiájú elektronokat is képes észlelni, így megállapítható vele a felület alakja, morfológiája. További segítséget nyújt a visszaszórt elektron- (BSD-) detektor, amely képes a periódusos rendszer különböző elemeit azonosítani rendszámérzékenyen. A **8–10. ábrá**n látható képek az elszakított próbatestek töretfelületéről készültek.



 ábra. Az #1-es kísérletben gyártott szakítópróbatest töretfelülete SE-detektorral készített képeken



9. ábra. #2-es kísérlet SEM-felvétele SE-detektorral

Mindegyik vizsgált kísérleti minta esetén jelentős porozitás figyelhető meg a töretfelületeken. A porozitás többek közt függ a szinterelés körülményeitől is. Érdekes jelenség, hogy a #3-as kísérlet mintáján kisebb nagyítás mellett a rétegek felülete erősen szemcsés, viszont 2000× nagyításnál kevésbé tűnik porózusnak, mint a másik két minta esetében. A felvételek alapján megállapítható, hogy az összeolvadás mértéke a rétegvastagság csökkentésével növelhető.

3.2. Polírozott csiszolatok vizsgálata fénymikroszkóppal

A kísérletekből beágyazott csiszolatok készültek. A mintákat polírozás után Zeiss Axio Imager M.2m típusú mikroszkóppal elemeztük. A mikroszkópi vizsgálattal összehasonlítható a csiszolat a töretfelülettel, különös tekintettel a SEM-felvételeken látható porozitásra és anyagfolytonossági hibákra.

A polírozás után felvételek készültek a mintákról. A **11–13. ábrá**k 25, 50 és 100× nagyítású képeken mutatják az egyes kísérletek mintáit.

Az #1-es kísérlet esetében az első rétegeknél figyelhetők meg nagyobb anyagfolytonossági hiányok, melyek a zöld termékre, ezáltal a nyomtatásra vezethetők vissza. A próbatest keresztmetszetének belső részében ugyan többnyire jól egyesültek a rétegek szinterelés után, a külső rétegen (héjon) továbbra is megfigyelhető a rétegződés.

A #2-es kísérlet mintájáról hasonló mondható el, annyi különbséggel, hogy a furat mentén a fejből vett minta keresztmetszetében jobban láthatók az egyes rétegek, illetve gyengébb a rétegek egyesülése.



10. ábra. #3-as kísérlet SEM-felvétele SE detektorral



11. ábra. Az #1-es próbatest mikroszerkezeti képe polírozott állapotban



12. ábra. A #2-es próbatest mikroszerkezeti képe polírozott állapotban



13. ábra. A #3-as próbatest mikroszerkezeti képe polírozott állapotban

A #3-as kísérletnél szintén látható az első rétegek hiányossága, és a furat mentén vett mintánál is láthatók a rétegek mellett nagyobb anyagfolytonossági hiányosságok.

Kisebb és nagyobb nagyítás mellett is jól látható, hogy minden próbatestben jelentős porozitás jellemző.

3.3. Maratott csiszolatok vizsgálata konfokális mikroszkóppal

A konfokális mikroszkóp optikai képalkotással virtuális síkot készít. Nagyon jó minőségű képek alkotására képes, finom részletekkel és nagyobb kontraszttal, mint a hagyományos mikroszkópok. Ezenkívül a képalkotó technika lehetővé teszi a vizsgált tárgy virtuális háromdimenziós képeinek



14. ábra. Az #1-es próbatest mikroszerkezeti képe maratott állapotban



15. ábra. A #2-es próbatest mikroszerkezeti képe maratott állapotban



16. ábra. A #3-as próbatest mikroszerkezeti képe maratott állapotban

rekonstrukcióját. A mikroszkópi képek Olympus OLS5000-SAF konfokális mikroszkóppal készültek. A konfokális mikroszkóppal készített felvételeket a 14–16. ábra mutatja.

A felvételeken látható sárgásbarna színárnyalatot a pórusokban visszamaradt marószer felületre kerülése okozza. A polírozott csiszolatok maratása (mivel a minta anyaga korrózióálló acél) királyvízzel történt, melynek összetétele:

- 10 ml salétromsav;
- 20 ml sósav;
- 30 ml desztillált víz.

A mintákra pipettával adagolva vihető fel a maratószer, amelyet 1 percig kell rajtuk hagyni, majd vizes öblítés után alkohollal tisztítható és szárítható a felület.

A fenti ábrákon látható szövetszerkezetek kisebb alaki eltérésekkel azonosak. Minden kísérleti minta esetében megfigyelhető a fénymikroszkóppal is észlelt porozitás.

4. Következtetések

A kutatásban bemutatott mikroszkópi csiszolatok egy kiterjedtebb kutatás részeredményeihez tartoznak. A felvételeken jól látható, hogy az előállított próbatesteknek jelentős a porozitása. Megfigyelhető továbbá, hogy a feldolgozási paraméterek jelentős hatást gyakorolnak a kialakuló mikro- és makroszerkezetre. Az elektronmikroszkópi felvételeken jól megfigyelhetők ezek az üregek és pórusok. A mikro- és makroszerkezeti hibák jelentősen csökkentik az additív gyártással előállított termék anyagának elérhető mechanikai tulajdonságait, ezért kiemelt fontosságú a minél jobb és homogénebb terméket eredményező nyomtatási stratégia és paraméterek meghatározása. A kutatás során feltárt hibák lehetőséget teremtenek további vizsgálatok folytatására, mint például a kötőanyag csökkentésének hatékonysága és a szinterelési paraméterek hatásának részletes elemzése.

Szakirodalmi hivatkozások

 Henry T. C., Morales M. A., Cole D. P., Shumeyko C. M., Riddick J. C.: *Mechanical behavior of 17-4 PH stainless steel processed by atomic diffusion additive manufacturing*. International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 114/7–8. (2021) 2103–2114. https://doi.org/10.1007/S00170-021-06785-1/FIG-

URES/13

- [2] Nurhudan A. I., Supriadi S., Whulanza Y., Saragih A. S.: Additive manufacturing of metallic based on extrusion process: A review. Journal of Manufacturing Processes, 66. (2021) 228–237. https://doi.org/10.1016/[.]MAPRO.2021.04.018
- [3] Zhang Y., Roch A.: Fused filament fabrication and sintering of 17-4PH stainless steel. Manufacturing Letters, 33. (2022) 29–32. https://doi.org/10.1016/[.MFGLET.2022.06.004
- [4] Kedziora S., Decker T., Museyibov E., Morbach J., Hohmann S., Huwer A., Wahl M.: Strength Properties of 316L and 17-4 PH Stainless Steel Produced with Additive Manufacturing. Materials, 15. 15/18. 6278.

https://doi.org/10.3390/MA15186278

- [5] Vaschetto S., Filipe J., Fernandes P., Selema A., Ibrahim M. N., Sergeant P.: Metal Additive Manufacturing for Electrical Machines: Technology Review and Latest Advancements. Energies 15/3. (2022) 1076.
 - https://doi.org/10.3390/EN15031076
- [6] Cho Y. H., Park S. Y., Kim J. Y., Lee K. A.: 17-4PH stainless steel with excellent strength elongation combination developed via material extrusion additive manufacturing. Journal of Materials Research and Technology, 24. (2023) 3284–3299.
- [7] Molaei R., Fatemi A., Phan N.: Multiaxial fatigue of LB-PBF additive manufactured 17–4 PH stainless steel including the effects of surface roughness and HIP treatment and comparisons with the wrought alloy. International Journal of Fatigue, 137. (2020) 105646.

https://doi.org/10.1016/J.IJFATIGUE.2020.105646

- [8] Techinical Datasheet 17-4 PH https://forward-am.com/wp-content/uploads/2021/02/Ultrafuse_17-4PH_TDS_EN_ v1.1,pdf (letöltve: 2024. március 13.)
- [9] Pellegrini A., Lavecchia F., Guerra M. G., Galantucci L. M.: Influence of aging treatments on 17–4 PH stainless steel parts realized using material extrusion additive manufacturing technologies. International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 126/1–2. (2023) 163–178. https://doi.org/10.1007/S00170-023-11136-3/TA-BLES/6
- [10] Nurhudan A. I., Supriadi S., Whulanza Y., Saragih A. S.: Additive manufacturing of metallic based on extrusion process: A review. Journal of Manufacturing Processes, 66. (2021) 228–237. https://doi.org/10.1016/[.]MAPRO.2021.04.018

[11] Sidambe A. T., Figueroa I. A., Hamilton H. G.,

Todd I.: *Taguchi optimization of MIM titanium sintering.* International Journal of Powder Metallurgy, 47/6. (2011)

https://openurl.ebsco.com/EPDB%3Agcd%3A6%3A13675718/detailv2?sid=ebsco%3Aplink

- [12] Singh G., Missiaen J. M., Bouvard D., Chaix J. M.: Additive manufacturing of 17–4 PH steel using metal injection molding feedstock: Analysis of 3D extrusion printing, debinding and sintering. Additive Manufacturing, 47. (2021) 102287. https://doi.org/10.1016/[.ADDMA.2021.102287
- [13] Spiller S., Kolstad S. O., Razavi, N.: Fabrication and characterization of 316L stainless steel components printed with material extrusion additive manufacturing. Procedia Structural Integrity, 42. (2022) 1239–1248.

https://doi.org/10.1016/J.PROSTR.2022.12.158

- [14] Chemkhi M., Djouda J. M., Bouaziz M. A., Kauffmann J., Hild, F., Retraint, D.: Effects of Mechanical Post-Treatments on Additive Manufactured 17-4PH Stainless Steel Produced by Bound Powder Extrusion. Procedia CIRP, 104. (2021). 957–961. https://doi.org/10.1016/[.PROCIR.2021.11.161
- [15] Liu B., Wang Y., Lin Z., & Zhang T.: Creating metal parts by Fused Deposition Modeling and Sintering. Materials Letters, 263. (2020) 127252. https://doi.org/10.1016/J.MATLET.2019.127252
- [16] Maj P., Adamczyk-Cieslak B., Lewczuk M., Mizera J., Kut S., Mrugala T.: Formability, Microstructure and Mechanical Properties of Flow-Formed 17-4 PH Stainless Steel. Journal of Materials Engineering and Performance, 27/12. (2018) 6435–6442. https://doi.org/10.1007/S11665-018-3724-9/TA-BLES/4
- [17] Sadaf M., Bragaglia M., Nanni, F.: A simple route for additive manufacturing of 316L stainless steel via Fused Filament Fabrication. Journal of Manufacturing Processes, 67. (2021) 141–150. https://doi.org/10.1016/J.JMAPRO.2021.04.055

[18] https://elnik.com/products/ (letöltve: 2024.03.13.)