

Структура та гранулометричні характеристики порошків жароміцних нікелевих сплавів

Дурягіна З. А., доктор технічних наук, професор кафедри, zduriagina@ukr.net,
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2585-3849>

Лемішка І. А., кандидат технічних наук, доцент кафедри, mzihor@ukr.net,
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3231-0519>

Пряхін В. Є., аспірант, volodymyr.priakhin.asp.2025@lpnu.ua,
ORCID: <https://orcid.org/0009-0007-0555-5100>

Андрейків А. В., аспірант, andrii.v.andreikiv@lpnu.ua,
ORCID: <https://orcid.org/0009-0004-5293-8380>

Бойко Ю .І., аспірант, yurii.i.boiko@lpnu.ua, ORCID: <https://orcid.org/0009-0003-4608-6567>

Національний університет «Львівська політехніка», Львів, Україна

Проведено дослідження мікроструктури та гранулометричних характеристик сферичних порошків жароміцних нікелевих сплавів. Металографічні дослідження виконували на скануючому електронному мікроскопі Thermo Scientific Apreo 2C (Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, USA), а елементний аналіз на рентгенівському спектрометрі CEP-01 «ElvaxLight». Визначення гранулометричних характеристик порошків проводилося з використанням програмного забезпечення аналізу зображень ImageJ. Насипну густину та текучість порошків встановлено відповідно до ДСТУ/ISO 3923-2:2016 та ДСТУ/ISO 4490:2016.

Вивчено морфологію поверхні сферичних частинок порошку сплавів марок ХН50ВМТЮБ та ХН60ВТ двох різних фракцій: 50...200 мкм та ≤ 63 мкм. Показано, що досліджувані фракції порошку характеризуються сферичною формою частинок з добре розвинутою регулярною дендритною мікроструктурою поверхні.

За результатами гранулометричного аналізу побудовано гістограми розподілу частинок порошку за розмірами, з яких видно, що для фракції (50...200 мкм) сплаву ХН50ВМТЮБ домінують частинки із середнім діаметром 136 мкм з полідисперсністю 4,1 %, а для фракції ≤ 63 мкм – із середнім діаметром 45,6 мкм з полідисперсністю – 7,6 %.

Показано, що у фракції (50...200 мкм) сплаву ХН60ВТ домінують частинки із середнім діаметром 124 мкм з полідисперсністю 4,9 %, а для фракції ≤ 63 мкм – 29,7 мкм з полідисперсністю – 8,3 %.

Результати визначення насипної густини та текучості сферичних порошків жароміцних нікелевих сплавів ХН50ВМТЮБ та ХН60ВТ показали, що зменшення розміру частинок супроводжується підвищенням їх полідисперсності та насипної густини. Показано, що високодисперсні фракції (≤ 63 мкм) характеризуються зниженням текучості внаслідок посилення адгезії між частинками. Виявлена закономірність свідчить, що зростання дисперсності забезпечує щільніше пакування порошку, однак обмежує його

реологічні характеристики, що необхідно враховувати при формуванні вихідної сировини для адитивних технологій.

Ключові слова: порошки, жароміцні сплави, мікроструктура, гранулометричний склад, насипна густина.

В останні роки виготовлення, відновлення або ремонт виробів критичного призначення часто здійснюється технологіями адитивного виробництва. Це, передусім, пов'язано з наявністю порошків вітчизняного виробництва з алюмінієвих, титанових, а відтепер і жароміцних нікелевих та хромонікелевих сплавів марок ХН50ВМТЮБ (далі ЕП648), ХН60ВТ (далі ВЖ98) [1, 2]. Відомо, що саме ці сплави поєднують високу теплостійкість, жароміцність та задовільну стійкість до газової корозії [3].

Розглянемо два основних підходи при виготовленні деталей методом лазерного 3D-друку: спікання попередньо нанесеного та оплавленого порошку або безпосереднє пошарове нанесення розплавленого порошку на підкладку [4]. Незалежно від обраного підходу, якість виробів буде залежати від технологічного процесу отримання порошкових сплавів, їх однорідності за розмірами та формою, стабільності елементного та фазового складу [5]. При цьому важливо зменшити кількість поверхневих дефектів на часточках порошку та сформувати суміші відповідного фракційного складу [6, 7].

Ключовою проблемою, що виникає під час пошарового нарощування в процесі адитивного виробництва є наявність пор у друкованих виробах, які важко усунути [8]. Це викликає зниження механічних властивостей кінцевого продукту. Оскільки здатність порошку до спікання пов'язана із щільністю упакування частинок, то під час формування шарів важливо забезпечити кореляцію між співвідношенням об'ємів частинок порошку різного фракційного складу, мікрорельєфом та рівнем дефектності їх поверхні [9].

Досліджували сферичні порошки хромонікелевих сплавів ЕП648, ВЖ98 двох діапазонів фракційного складу: 50...200 мкм та ≤ 63 мкм. Металографічні дослідження проводили на скануючому електронному мікроскопі Thermo Scientific Apreo 2C (Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, USA). Зображення для аналізу мікроструктури були отримані у режимі електронного зворотного розсіювання (BSE). Елементний склад порошкових сплавів визначали на зразках, підготовлених для металографічних досліджень, методом рентгенофлуоресцентного аналізу (RFLA) на рентгенівському спектрометрі СЕР-01 «ElvaxLight» та розшифровували за допомогою програмного забезпечення ElvaX 4.4. Визначення гранулометричних характеристик порошків проводилося за допомогою програмного забезпечення для аналізу зображень ImageJ [10].

На основі результатів металографії було встановлено, що досліджувані фракції порошку характеризуються сферичною формою частинок (рис. 1 а, в). На поверхні частинок спостерігається добре розвинена регулярна дендритна мікроструктура (рис. 1 б, г). Утворення поверхневих дендритів під час плазмового розпилення зумовлено скерованим охолодженням та особливостями перебігу процесу твердіння.

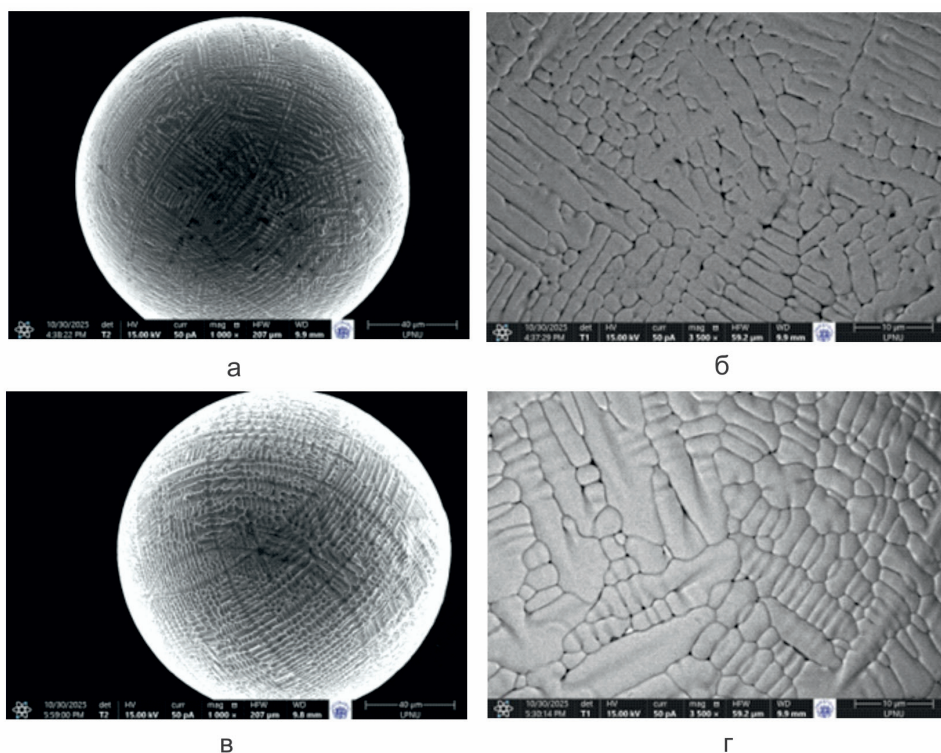


Рис. 1. Мікроструктура поверхні сферичних частинок порошків жароміцних сплавів: а, б – ЕР648; в, г – ВЖ98.

Fig. 1. Surface microstructure of spherical particles of heat-resistant alloy powders: а, б – EP648; в, г – VZh98.

Порошкові нікелеві сплави характеризуються схильністю до мікросегрегації легувальних елементів (Al, Ti, Nb, W, Mo), що спричиняє локальні відхилення від рівноважного стану під час кристалізації. Внаслідок цього на поверхні краплі формуються дендритні кристали, головні осі яких ростуть у напрямку відведення тепла — від поверхні часточки в середину.

На початковій стадії охолодження кристалізація відбувається в результаті часткового розвитку дифузії у розплаві. При цьому утворюється γ -твердий розчин дендритної будови, де осі дендритів збагачені легувальними елементами (Ni, Co), що підвищують температуру початку твердіння. Міждендритні області при цьому збагачуються елементами (Al, Ti), що знижують температуру фазового перетворення. Після повного затвердіння частинки порошкового сплаву дендритна структура зберігається на її поверхні.

Результати оцінювання відповідності елементного складу порошкових сплавів, одержаних відцентровим плазмовим розпиленням електрода з монолітних сплавів, що обертається, наведено в таблиці (табл. 1).

Одержані результати підтвердили повну відповідність елементного складу досліджуваних порошкових сплавів маркам монолітних сплавів ЕР648 та ВЖ98, відповідно.

Таблиця 1

Елементний аналіз сферичних порошків жароміцних нікелевих сплавів

Table 1

Elemental analysis of spherical powders of heat-resistant nickel alloys

Сплав	Спектр	Розподіл елементів, %						
		Al	Ti	Cr	Ni	Nb	Mo	W
ЕП648	1	1,11	1,23	34,46	56,36	1,27	3,15	2,42
	2	1,39	1,30	40,57	50,29	1,40	3,04	2,01
	3	1,40	0,90	36,25	55,10	0,86	2,92	2,57
	Загальний	1,30	1,14	37,09	53,92	1,18	3,04	2,33
ВЖ98	1	–	0,98	28,80	60,09	–	–	10,13
	2	0,36	0,71	26,65	61,35	–	–	10,92
	3	0,39	0,57	26,24	61,20	–	–	11,60
	Загальний	0,38	0,76	27,23	60,88	–	–	10,88

Таким чином, забезпечення високої якості друкованого виробу, виготовленого з порошків жароміцних сплавів, вимагає багатофакторного аналізу, який контролює дотримання умов технологічного процесу [11]. Оптимізація включає такі аспекти, як вибір параметрів технологічного процесу, вхідний контроль якості сировини та аналіз фізико-хімічних властивостей отриманого порошку на всіх етапах виробництва. При цьому для кінцевого продукту важливо забезпечити формування відповідної мікроструктури у вигляді однорідних сферичних частинок порошку, які рівномірно розподілені по всьому об'єму матеріалу з мінімально можливою поруватістю [12]. Крім цього було проведено дослідження гранулометричного складу порошків жароміцних нікелевих сплавів різного фракційного складу. Отримані результати представлені на рисунку 2 та в таблиці 2.

Таблиця 2

Полідисперсність частинок порошків жароміцних нікелевих сплавів

Table 2

Polydispersity of particles of powders of heat-resistant nickel alloys

Фракція, мкм	Полідисперсність, %	
	ЕП648	ВЖ98
50...200	4,1	4,9
≤ 63	7,6	8,3

Як видно з представлених гістограм розподілу частинок порошку сплаву ЕП648, для фракції 50...200 мкм домінують частинки із середнім діаметром 136 мкм, а для фракції ≤ 63 мкм – із середнім діаметром 45,6 мкм. Слід зазначити, що для сплаву ВЖ98 фракція 50...200 мкм характеризується домінуючими частинками із середнім діаметром 124 мкм, а для фракції ≤ 63 мкм – 29,7 мкм відповідно.

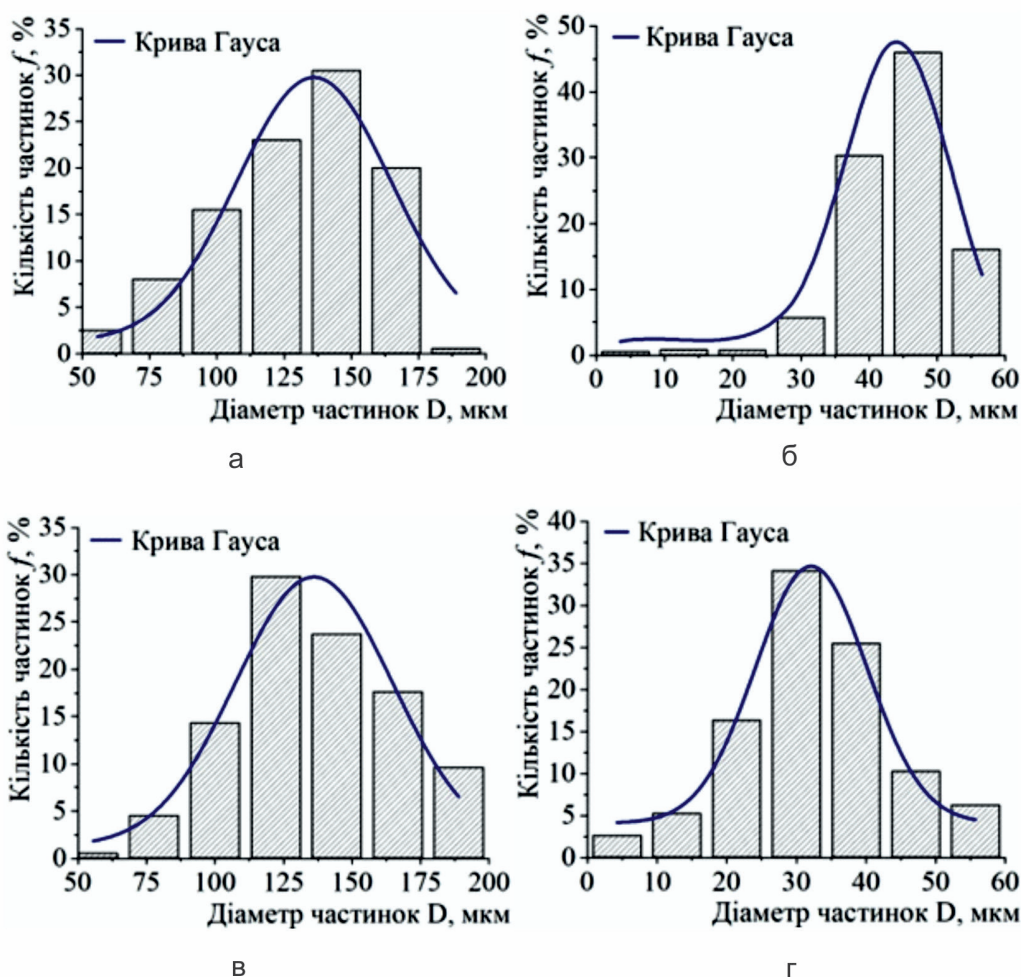


Рис. 2. Гістограми розподілу сферичних частинок порошків жароміцних нікелевих сплавів ЕП648 (а, б) та ВЖ98 (в, г) різного фракційного складу: а, в – 50...200 мкм; б, г – ≤ 63 мкм.

Fig. 2. Histograms of the distribution of spherical particles of powders of heat-resistant nickel alloys EP648 (а, б) and VZh98 (в, г) of different fractional composition: а, в – 50...200 μm ; б, г – ≤ 63 μm .

Значення насипної густини та текучості порошків було встановлено згідно ДСТУ ISO 3923-2:2016 та ДСТУ ISO 4490:2016 відповідно [13, 14]. Проби для досліджень відбирали та готували згідно ДСТУ 3794-98 [15]. Одержані результати представлені в таблиці 3.

На основі отриманих результатів встановлено, що зменшення розміру частинок порошків сплавів ЕП648 і ВЖ98 супроводжується зростанням полідисперсності та насипної густини. Показано, що високодисперсні фракції (≤ 63 мкм) характеризуються гіршою текучістю через посилення адгезії між частинками. Встановлено закономірність, за якої збільшення дисперсності сприяє ущільненню порошку, проте негативно впливає на його реологічні властивості, що слід враховувати при підготовці матеріалу для адитивного виробництва.

Таблиця 3

Результати визначення насипної густини та текучості сферичних частинок порошків жароміцних нікелевих сплавів

Table 3

Results of determination of bulk density and fluidity of spherical particles of heat-resistant nickel alloy powders

Сплав	Розмір фракції, мкм	Насипна густина, г/см ³	Текучість порошку, с
ЕП648	50...200	3,35	66,58
	≤63	4,2	70,68
ВЖ98	50...200	3,78	68,56
	≤63	4,43	73,66

Відомості про фінансування дослідження.

Робота виконана в рамках проекту Міністерства освіти і науки України № 0125U001884 «Оптимізація мікроструктури та функціональних властивостей виробів критичного призначення з порошкових сплавів для адитивного виробництва».

Література

1. DebRoy T., Wei H. L., Zuback J. S., Mukherjee T., Elmer J. W., Milewski J. O., Zhang W. Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties // Progress in Materials Science. – 2018. – Vol. 92. – P. 112-224. – <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001>.
2. Gao W., Zhang Y., Ramanujan D., Ramani K., Chen Y., Williams C. B., Zavattieri P. D. The status, challenges, and future of additive manufacturing in engineering // Computer-Aided Design. – 2015. – Vol. 69. – P. 65-89. – <https://doi.org/10.1016/j.cad.2015.04.001>.
3. Karunaratne M. S. A., Kyaw S., Jones A., Morrell R., Thomson R. C. Modelling the coefficient of thermal expansion in Ni-based superalloys and bond coatings // Journal of Materials Science. – 2016. – Vol. 51, No. 8. – P. 4213-4226. – <https://doi.org/10.1007/s10853-015-9554-3>.
4. Herzog D., Seyda V., Wycisk E., Emmelmann C. Additive manufacturing of metals // Acta Materialia. – 2016. – Vol. 117. – P. 371-392. – <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.07.019>.
5. Hegab H. A., Elbestawi M. A. Design for additive manufacturing of composite materials and potential alloys: A review // Manufacturing Review. – 2016. – Vol. 3. – P. 1-17. – <https://doi.org/10.1051/mfreview/2016010>.
6. Liu F., Heiner M., Gilbert D. Hybrid modelling of biological systems: Current progress and future prospects // Briefings in Bioinformatics. – 2022. – Vol. 23, No. 3. – Bbac081. – <https://doi.org/10.1093/bib/bbac081>.
7. Lu M., Shen Z.-J. M. A review of robust operations management under model uncertainty // Production and Operations Management. – 2021. – Vol. 30, No. 6. – P. 1927-1943. – <https://doi.org/10.1111/poms.13239>.

8. Körner C. Modeling and simulation of microstructure evolution for additive manufacturing of metals: A critical review // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2020. – Vol. 51, No. 12. – P. 4979-4997. – <https://doi.org/10.1007/s11661-020-05946-3>.
9. Deshmukhe M., Singh R., Kumar R. A review on fabrication of Inconel alloys using different additive manufacturing techniques: Microstructure and mechanical properties // *AIP Conference Proceedings*. – 2024. – Vol. 3024. – Art. 050005. – <https://doi.org/10.1063/5.0183436>.
10. Schneider C. A., Rasband W. S., Eliceiri K. W. NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis // *Nature Methods*. – 2012. – Vol. 9, No. 7. – P. 671-675. – <https://doi.org/10.1038/nmeth.2089>.
11. Kuntoğlu M., Gupta M. K., Sarikaya M., Pimenov D. Y. A state of the art on surface morphology of selective laser melting components: Effects of processing parameters // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. – 2023. – Vol. 125. – P. 2039-2060. – <https://doi.org/10.1007/s00170-023-11534-7>.
12. Wang J. C., Chen X., Zhang G., Li C. Review of additive manufacturing methods for high-performance ceramics // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. – 2019. – Vol. 104. – P. 1-25. – <https://doi.org/10.1007/s00170-019-03669-3>.
13. Порошки металеві. Визначення насипної щільності. Частина 2. Метод волюмометра Скотта : ДСТУ ISO 3923-2:2016. – [Чинний від 2016-07-01]. – К.: Держстандарт України, 2016. – 13 с. – (Національні стандарти України).
14. Порошки металеві. Визначення плинності за допомогою каліброваної лійки (приладу Холла) : ДСТУ ISO 4490:2016. – [Чинний від 2016-07-01]. – К.: Держстандарт України, 2016. – 15 с.
15. Порошки, які використовуються в порошковій металургії. Відбір проб: ДСТУ 3794-98. – К.: Держстандарт України, 2000. – 11 с.

References

1. DebRoy, T., Wei, H. L., Zuback, J. S., Mukherjee, T., Elmer, J. W., Milewski, J. O., & Zhang, W. (2018). Additive manufacturing of metallic components: Process, structure and properties. *Progress in Materials Science*, 92, 112-224. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001>
2. Gao, W., Zhang, Y., Ramanujan, D., Ramani, K., Chen, Y., Williams, C. B., & Zavattieri, P. D. (2015). The status, challenges, and future of additive manufacturing in engineering. *Computer-Aided Design*, 69, 65-89. <https://doi.org/10.1016/j.cad.2015.04.001>
3. Karunaratne, M. S. A., Kyaw, S., Jones, A., Morrell, R., & Thomson, R. C. (2016). Modelling the coefficient of thermal expansion in Ni-based superalloys and bond coatings. *Journal of Materials Science*, 51(8), 4213-4226. <https://doi.org/10.1007/s10853-015-9554-3>
4. Herzog, D., Seyda, V., Wycisk, E., & Emmelmann, C. (2016). Additive manufacturing of metals. *Acta Materialia*, 117, 371-392. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.07.019>
5. Hegab, H. A., & Elbestawi, M. A. (2016). Design for additive manufacturing of composite materials and potential alloys: A review. *Manufacturing Review*, 3, 1-17. <https://doi.org/10.1051/mfreview/2016010>

6. Liu, F., Heiner, M., & Gilbert, D. (2022). Hybrid modelling of biological systems: Current progress and future prospects. *Briefings in Bioinformatics*, 23(3), bbac081. <https://doi.org/10.1093/bib/bbac081>
7. Lu, M., & Shen, Z.-J. M. (2021). A review of robust operations management under model uncertainty. *Production and Operations Management*, 30(6), 1927-1943. <https://doi.org/10.1111/poms.13239>
8. Körner, C. (2020). Modeling and simulation of microstructure evolution for additive manufacturing of metals: A critical review. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 51(12), 4979-4997. <https://doi.org/10.1007/s11661-020-05946-3>
9. Deshmukhe, M., Singh, R., & Kumar, R. (2024). A review on fabrication of Inconel alloys using different additive manufacturing techniques: Microstructure and mechanical properties. *AIP Conference Proceedings*, 3024, 050005. <https://doi.org/10.1063/5.0183436>
10. Schneider, C. A., Rasband, W. S., & Eliceiri, K. W. (2012). NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis. *Nature Methods*, 9(7), 671-675. <https://doi.org/10.1038/nmeth.2089>
11. Kuntoğlu, M., Gupta, M. K., Sarikaya, M., & Pimenov, D. Y. (2023). A state of the art on surface morphology of selective laser melting components: Effects of processing parameters. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 125, 2039-2060. <https://doi.org/10.1007/s00170-023-11534-7>
12. Wang, J. C., Chen, X., Zhang, G., & Li, C. (2019). Review of additive manufacturing methods for high-performance ceramics. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 104, 1-25. <https://doi.org/10.1007/s00170-019-03669-3>
13. Derzhstandart Ukrainy. (2016). *DSTU ISO 3923-2:2016. Metal powders. Determination of apparent density. Part 2. Scott volumeter method* (13 p.) [in Ukrainian].
14. Derzhstandart Ukrainy. (2016). *DSTU ISO 4490:2016. Metal powders. Determination of flow rate using a calibrated funnel (Hall apparatus)* (15 p.) [in Ukrainian].
15. Derzhstandart Ukrainy. (2000). *DSTU 3794-98. Metal powders used in powder metallurgy. Sampling* (11 p.) [in Ukrainian].

Одержано 13.11.25

Structure and particle size characteristics of heat-resistant nickel alloy powders

Z. A. Duriagina, Doctor of Technical Sciences, Professor at the Department, zduriagina@ukr.net, ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2585-3849>

I. A. Lemishka, Candidate of Technical Sciences, Associate Professor at the Department, mzihor@ukr.net, ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3231-0519>

V. Ye. Priakhin, Postgraduate Student, andrii.v.andreikiv@lpnu.ua, ORCID: <https://orcid.org/0009-0004-5293-8380>

A. V. Andreikiv, Postgraduate Student, andrii.v.andreikiv@lpnu.ua,
ORCID: <https://orcid.org/0009-0004-5293-8380>

Yu. I. Boiko, Postgraduate Student, yurii.i.boiko@lpnu.ua,
ORCID: <https://orcid.org/0009-0003-4608-6567>

Lviv Polytechnic National University, Lviv, Ukraine

Summary

The microstructure and granulometric characteristics of spherical powders of heat-resistant nickel alloys were studied. Metallographic examinations were conducted using a Thermo Scientific Apreo 2C scanning electron microscope (Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, USA), and elemental composition was analyzed using a SER-01 «ElvaxLight» X-ray spectrometer. Granulometric characteristics of the powders were evaluated using ImageJ image analysis software. Bulk density and flowability measurements were carried out in accordance with DSTU/ISO 3923-2:2016 and DSTU/ISO 4490:2016 standards.

The surface morphology of spherical powder particles of CrNi50WMoTiAlNb and CrNi60WTi alloys was investigated for two particle size fractions: 50...200 μm and $\leq 63 \mu\text{m}$. It was demonstrated that the studied powder fractions consist of spherical particles with well-developed, regular dendritic surface microstructures.

Granulometric analysis results were used to construct particle size distribution histograms. For the 50...200 μm fraction of CrNi50WMoTiAlNb, particles with a mean diameter of 136 μm and a polydispersity of 4.1% predominated, while for the $\leq 63 \mu\text{m}$ fraction, the mean diameter was 45.6 μm with a polydispersity of 7.6%. For CrNi60WTi, the 50...200 μm fraction was dominated by particles with a mean diameter of 124 μm and a polydispersity of 4.9 %, whereas the $\leq 63 \mu\text{m}$ fraction had a mean diameter of 29.7 μm and a polydispersity of 8.3 %.

Measurements of bulk density and flowability for the spherical powders of CrNi50WMoTiAlNb and CrNi60WTi indicated that decreasing particle size leads to increased polydispersity and bulk density. Fine powders ($\leq 63 \mu\text{m}$) exhibited reduced flowability due to enhanced interparticle adhesion. These results suggest that higher polydispersity ensures denser powder packing but limits powder rheological performance, which is a critical factor when preparing feedstock materials for additive manufacturing processes.

Keywords: powders, heat-resistant nickel alloys, microstructure, particle size distribution, bulk density.