

ИССЛЕДОВАНИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ИЗДЕЛИЙ АДДИТИВНЫХ ПРОИЗВОДСТВ МЕТОДАМИ НЕЙТРОННОЙ ВИЗУАЛИЗАЦИИ

© 2024 г. М.М. Мурашев^{1,*}, В.Т. Эм^{1,**}, В.П. Глазков^{1,***}, И.В. Шишковский^{2,****},
К.И. Макаренко^{3,4,*****}, Е.А. Сульянова^{1,*****}

¹Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт»,
Россия 123182 Москва, пл. Академика Курчатова, 1

²Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Россия 443011 Самара, ул. Ново-Садовая, 221

³Сколковский институт науки и технологий, Россия 121205 Москва, Большой бульвар, 30, стр.1

⁴Университет науки и технологий МИСИС, Россия 119049 Москва, Ленинский просп., 4

E-mail: *mihail.mmm@inbox.ru; **vtem9@mail.ru; ***vivadin@yandex.ru;

****shishkovsky@gmail.com; *****konstantin.makarenko@skoltech.ru;

*****sulyanova.e@crys.ras.ru

Поступила в редакцию 01.11.2023; после доработки 10.11.2023

Принята к публикации 10.11.2023

Приведены результаты исследований методами нейтронной визуализации на экспериментальных установках исследовательского реактора ИР-8 НИЦ «Курчатовский институт» (НИЦ КИ) металлических образцов, полученных с помощью аддитивных технологий. Показаны преимущества и недостатки методов нейтронной визуализации на монохроматических (станция ДРАКОН) и полихроматических (томограф ПОНИ) нейтронах при изучении внутренней структуры таких образцов.

Ключевые слова: нейтронная томография, неразрушающий контроль, аддитивные технологии, нейтронные методы исследования.

STUDY OF ADDITIVE MANUFACTURING PRODUCTS USING NEUTRON IMAGING

© 2023 г. M. Murashev^{1,*}, V. Em^{1,**}, V. Glazkov^{1,***}, I. Shishkovsky^{2,****},
K. Makarenko^{3,4,*****}, E.A. Sulyanova^{1,*****}

¹National Research Center «Kurchatov Institute», Akademika Kurchatova pl., 1, Moscow 123182 Russia

²P.N. Lebedev Physical Institute of the Russian Academy of Sciences, Novo-Sadovaya st., 221, Samara, 443011 Russia,

³Skolkovo Institute of Science and Technology, Bolshoy Boulevard, 30, p. 1, Moscow 121205 Russia

⁴National University of Science and Technology MISIS, Leninskiy Prospekt, 4, Moscow 119049 Russia

E-mail: *mihail.mmm@inbox.ru; **vtem9@mail.ru; ***vivadin@yandex.ru;

****shishkovsky@gmail.com; *****konstantin.makarenko@skoltech.ru;

*****sulyanova.e@crys.ras.ru

The article presents the results of studies of additively manufactured metal samples using neutron imaging at the IR-8 research reactor of the National Research Center “Kurchatov Institute” (NRC KI). The advantages and disadvantages of neutron imaging using monochromatic (DRAGON station) and polychromatic (PONI tomograph) neutrons when studying internal structure of the samples are demonstrated.

Keywords: neutron imaging, non-destructive testing, additive manufacturing, neutron research methods.

DOI: 10.31857/S0130308224010039

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время аддитивные технологии (АТ) являются одним из наиболее динамично развивающихся направлений современной промышленности. Это объясняется тем, что они позволяют значительно уменьшить материалоемкость, трудоемкость и время изготовления деталей по сравнению с традиционными технологиями, основанными на удалении первичного материала (точение, фрезерование, шлифование, строгание). С помощью АТ можно получить принципиально новые материалы (например, градиентные) или конструкции (например, сетчатые структуры), которые трудно или невозможно получить традиционными методами. АТ изделия создаются путем

послойного (толщина слоя — несколько десятков микрон) наплавления металла до нужной толщины. Поскольку создание АТ материала происходит при больших градиентах температур и высоких скоростях нагрева/охлаждения, в изделиях образуются большие (близкие к пределу текучести материала) остаточные напряжения, которые могут сильно изменить прочностные свойства и геометрические параметры материала, а также привести к образованию трещин [1, 2]. В НИЦ КИ исследование напряженно-деформированного состояния в объемных материалах и изделиях, в том числе полученных методами АТ, проводится неразрушающим методом стрессдифрактометрии на нейтронном дифрактометре СТРЕСС реактора ИР-8 [3].

Металлические порошки, из которых методами АТ изготавливаются детали, имеют высокую удельную поверхность, что обуславливает перенос адсорбированных на поверхности порошинок загрязняющих веществ в объем готового изделия. Неоптимальный выбор скоростного и температурного режима печати приводит к образованию пор в образце. Количество пор и включений во многом определяет итоговые механические свойства готового изделия [4]. По этой причине контроль АТ изделий, в том числе неразрушающими методами, является актуальной задачей. Зачастую для неразрушающего контроля используют метод гамма-томографии [5—9]. Для проникновения сквозь десятки миллиметров материала необходимо использовать гамма-излучение с высокой энергией (>300 кэВ). Однако с увеличением энергии падающего излучения ухудшается пространственное разрешение. Поэтому для исследования габаритных металлических изделий (с размерами от ≈ 20 мм в направлении просвечивания) лучше подходят методы нейтронной визуализации.

Цель настоящей работы — изучить возможности имеющихся на реакторе ИР-8 НИЦ КИ методов нейтронной визуализации (НВ) на монохроматических (станция ДРАКОН) и полихроматических (томограф ПОНИ) нейтронах для исследования дефектов в металлических деталях и объектах, полученных методами АТ. Представлено обсуждение результатов НВ в сравнении с режимами АТ градиентных и сетчатых образцов.

МАТЕРИАЛЫ, РЕЖИМЫ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Методы нейтронной визуализации

Тепловые нейтроны по своей природе имеют высокую проникающую способность для большинства металлических материалов (до 70 мм в стали, до 90 мм в титане, свыше 300 мм в алюминии и т.д.). По этой причине методы нейтронной визуализации за последние 20—30 лет превратились в мощный инструмент неразрушающего контроля металлических объектов и изделий в разных областях науки и производства.

Метод нейтронной визуализации, в частности метод нейтронной радиографии, основан на просвечивании исследуемого объекта коллимированным нейтронным пучком. Прошедшие через образец нейтроны, ослабленные поглощением и рассеиванием, регистрируются детектором, расположенным в плоскости, перпендикулярной направлению просвечивания [10], формируя теневое изображение объекта (рис. 1). За счет разной степени ослабления интенсивности нейтронного пучка при прохождении через образец, имеющий неоднородное распределение химического состава и/или плотности, можно получить информацию о его внутренней структуре. Помимо

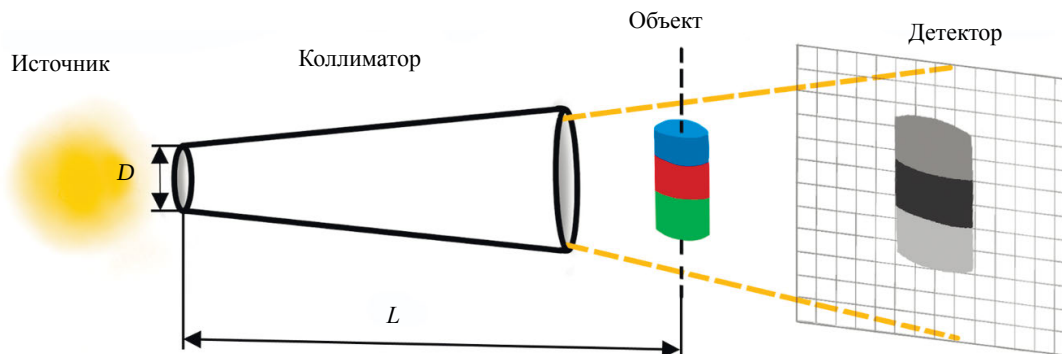


Рис. 1. Принцип метода нейтронной радиографии: D — апертура, ограничивающая размер источника нейтронов; L — расстояние от апертуры до объекта. Коэффициент коллимации L/D является определяющей характеристикой приборов нейтронной визуализации, от которого напрямую зависит пространственное разрешение.

высокой проникающей способности нейтроны имеют нелинейную зависимость полного сечения взаимодействия от номера элемента в периодической таблице Менделеева. Это позволяет визуализировать контраст даже между материалами, в состав которых входят элементы с разницей атомных номеров, равной 1, что затруднительно в рентгеновском методе.

Метод нейтронной радиографии имеет ограниченное применение, поскольку информация представляется в двумерном виде, и зачастую невозможно определить расположение ослабляющих центров внутри объекта. Для трехмерного представления картины ослабления нейтронов внутри образца применяют метод нейтронной томографии, который заключается в преобразовании массива двумерных радиографических изображений, полученных при вращении объекта вокруг своей оси от 0 до 180° с равным шагом. Математическая реконструкция с использованием обратного преобразования Радона [11] позволяет создать массив томографических слоев объекта. Каждый пиксель полученных томографических изображений несет информацию о степени ослабления нейтронов в данной точке. Чем светлее пиксель, тем сильнее ослабление.

Ослабление нейтронного излучения определяется полным сечением взаимодействия нейтрона с веществом, которое состоит из сечения когерентного и некогерентного рассеяния, а также сечения поглощения [10]. Для поликристаллических образцов с изменением длины волны падающих на образец нейтронов изменяется сечение упругого когерентного рассеяния, тем самым изменяется и полное сечение взаимодействия. При $\lambda \leq 2d_{hkl}$ (λ — длина волны нейтронов; d_{hkl} — межплоскостное расстояние; h, k, l — миллеровские индексы плоскости), когда для кристаллической плоскости (hkl) выполняется условие Вульфа—Брэгга $\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta$ (θ — брэгговский угол рассеяния), происходит рассеивание нейтронов, тем самым они отклоняются от траектории прямого пучка и не попадают на детектор. При $\lambda > 2d_{hkl}$ нейтроны не рассеиваются и проходят через материал, поэтому при $\lambda = 2d_{hkl}$ происходит скачкообразное изменение сечения рассеяния (брэгговский скачок). Зависимость полного сечения взаимодействия от длины волны нейтронов имеет пилообразную форму. Положение брэгговских скачков определяется межплоскостным расстоянием $2d_{hkl}$ отражающих плоскостей и зависит от кристаллической структуры материала. Для различных кристаллических структур в поликристаллическом образце можно подобрать длину волны нейтронов таким образом, чтобы получить контраст между ними, даже при одинаковом химическом составе [12]. Наибольший интерес представляют собой изделия из сплавов с преобладающим сечением когерентного рассеяния нейтронов, например из стали. Это открывает широкий круг возможностей для визуализации текстуры [13] и распределения фаз в стальных образцах [14—18]. Методика дифракционно-контрастной визуализации реализована на станции ДРАКОН.

Установки нейтронной визуализации на реакторе ИР-8 НИЦ КИ

На исследовательском реакторе ИР-8 запущены два прибора нейтронной визуализации — станция ДРАКОН и нейтронный томограф ПОНИ.

Станция ДРАКОН [19] (рис. 2) предназначена для визуализации макроструктуры объектов методами нейтронной радиографии и томографии на монохроматических нейтронах с субмиллиметровым пространственным разрешением. Прибор расположен на горизонтальном экспериментальном канале № 8. В устройство станции входит блок двухкристального монохроматора, что позволяет проводить эксперименты на монохроматических нейтронах с изменением длины волны падающего на образец нейтронного излучения в диапазоне 1,8 — 5 Å.

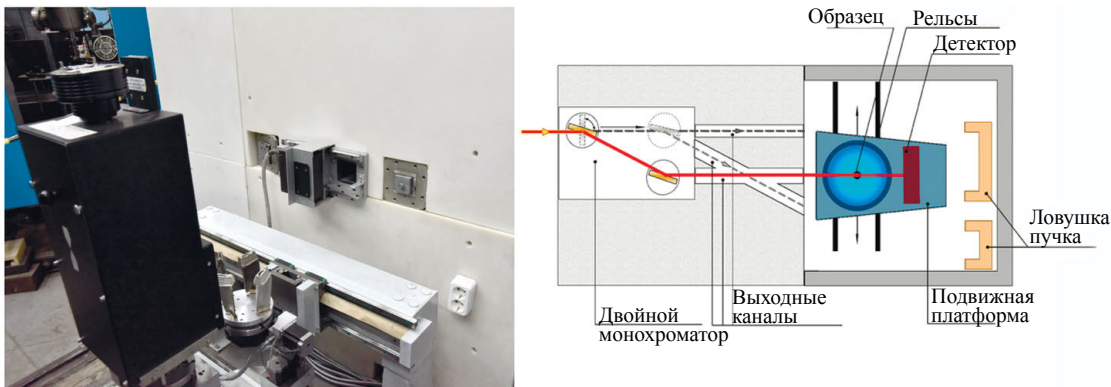


Рис. 2. Станция ДРАКОН.

На сегодняшний день станция ДРАКОН является единственным на территории России и стран СНГ и одним из одиннадцати в мире прибором на монохроматических нейтронах.

На станции имеются три выходных нейтронных пучка: монохроматический нейтронный пучок с фиксированной длиной волны тепловых нейтронов $\lambda \sim 1 \text{ \AA}$; монохроматический нейтронный пучок с возможностью изменения длины волны в диапазоне $\lambda = 1,8 — 5 \text{ \AA}$; полихроматический нейтронный пучок высокой интенсивности.

Размер нейтронных пучков на выходе составляет $75 \times 75 \text{ мм}$ (монохроматические пучки) и $50 \times 50 \text{ мм}$ (полихроматический пучок). Регистрация радиографических проекций производится позиционно-чувствительным детектором, состоящим из сцинтилляционного экрана на основе смеси ZnS(Ag) и ^6LiF толщиной 200 мкм , зеркала, объектива и ПЗС-матрицы с разрешением 2048×2048 пикселей и динамическим диапазоном 16 бит. Пространственное разрешение в зависимости от размера исследуемого объекта — от 200 мкм .

В 2021 году на реакторе ИР-8 был запущен нейтронный томограф ПОНИ, предназначенный для проведения экспериментов по нейтронной визуализации высокого разрешения с использованием полихроматического пучка нейтронов. Прибор расположен на касательном горизонтальном экспериментальном канале 7б. Нейтронный пучок формируется бериллием, расположенным в полости канала вблизи активной зоны реактора. Использование касательного канала позволило уменьшить вклад фона от гамма-квантов и быстрых нейтронов.

Размер нейтронного пучка на выходе составляет $120 \times 120 \text{ мм}$. Регистрация радиографических проекций производится детектором, аналогичным детектору станции ДРАКОН, за исключением более тонкого сцинтилляционного экрана толщиной 100 мкм .

Высокая степень коллимации нейтронного пучка ($L/D = 600$) позволяет получать радиографические изображения с пространственным разрешением до 40 мкм . На сегодняшний день пространственное разрешение ограничено детекторной системой и составляет $\approx 180 \text{ мкм}$. Тем не менее высокая коллимация пучка значительно уменьшает вклад размера образца в пространственное разрешение. Таким образом, для объектов с максимальным размером до 100 мм в направлении падающего нейтронного пучка пространственное разрешение составляет до 200 мкм , что в случае с металлическими образцами недостижимо для рентгеновских и гамма томографов.

Образцы

В данной работе приведены результаты исследований четырех образцов, полученных с помощью АТ во Всероссийском научно-исследовательском институте авиационных материалов (ВИАМ) — НИЦ «Курчатовский институт» и Сколковском институте науки и технологий.

Образец с сетчатой структурой (рис. 3) размером $65 \times 20 \times 20 \text{ мм}$ изготовлен в ВИАМ методом селективного лазерного плавления (СЛП) из нержавеющей аустенитной стали марки CL20es.

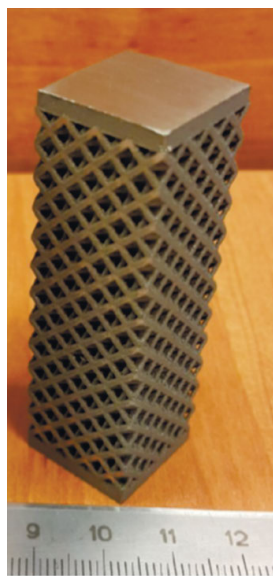


Рис. 3. Образец с сетчатой структурой из сплава марки CL20es.

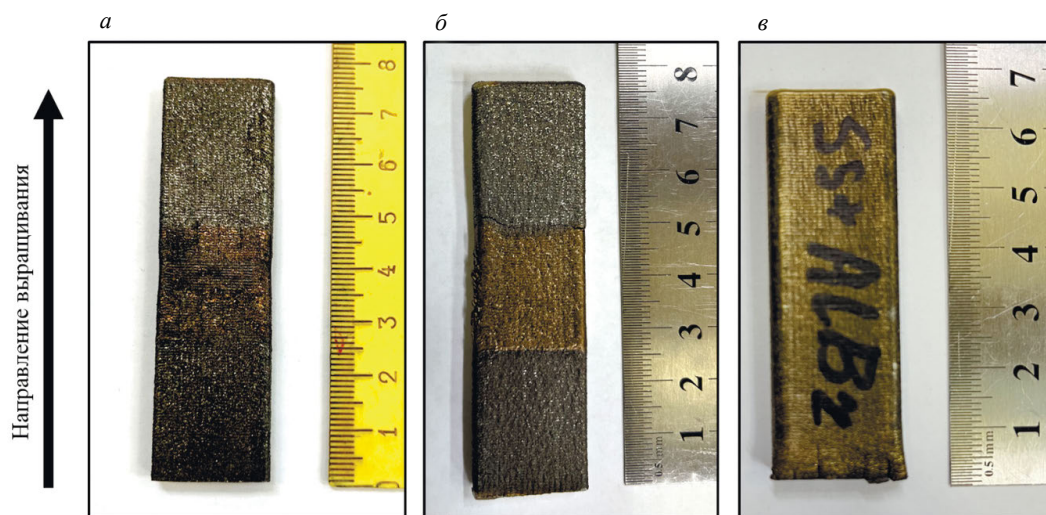


Рис. 4. Образцы из функционально-градиентных материалов, полученные методом прямого лазерного выращивания, стрелкой обозначено направление выращивания.

Три других образца изготовлены технологией прямого лазерного выращивания (ПЛВ). Образец А (рис. 4а) с размерами 75×20×6 мм имеет переход от нержавеющей стали 316L аустенитно-ферритного типа с возвратом к ней через 3 переходные области, состоящие из смеси алюминиевой бронзы (БрАЖ9,5-1) и нержавеющей стали 316L в соотношении: 25 и 75; 50 и 50; 25 и 75 %. Образец Б (рис. 4б) с размерами 75×20×6 мм имеет переход от чистой 316L с возвратом к ней через переходную область, состоящую из чередующихся слоев алюминиевой бронзы и стали. Образец В (рис. 4в) с размерами 61×21×6 мм имеет чередование слоев SS316L и алюминиевой бронзы. Толщина одного слоя при печати всех образцов составляла 250 мкм.

Материалы

В качестве исходного материала для изготовления методом СЛП образца с сетчатой структурой (см. рис. 3) использована металлопорошковая композиция стали марки CL20es фракции 10—63 мкм со средним размером частиц 36 мкм. Химический состав стали марки CL20es приведен в табл. 1.

Таблица 1

Химический состав стали марки CL20es

Элемент	Fe	Cr	Ni	Mo	Mn
Содержание, %	Основа	16,5—18,5	10,0—13,0	2,0—2,5	0—2,0
Элемент	Si	P	C	S	
Содержание, %	0—1,0	0—0,045	0—0,030	0—0,030	

Таблица 2

Химический состав алюминиевой бронзы

Элемент	Cu	Al	Fe	Zn	Pb	Sn	Si	Sb
Содержание, %	Основа	9,5	1,0	0,05	0,02	0,05	0,1	0,05

В качестве материалов для образцов, изготовленных технологией ПЛВ, как было сказано ранее, использованы порошки нержавеющей стали марки 316L [21] (фракция 50—150 мкм) производства фирмы Höganäs (Бельгия) и алюминиевой бронзы Пр-БрАЖ9,5-1 (фракция 25—45 мкм) производства АО «Полема» (Тула). Химический состав алюминиевой бронзы приведен в табл. 2.

Режимы 3D-печати

СЛП выполнялось на установке Concept Laser M2 Cusing по разработанному оптимальному режиму сплавления (толщина слоя 30 мкм, объемная плотность энергии лазерного луча 83 Дж/мм³), обеспечивающему минимальную остаточную пористость. Образцы с размерами 20×20×70 мм выращены на базовой плите из стали 316L путем послойного наплавления горизонтальных слоев порошка металла. После изготовления образцы с помощью отрезного круга отделены от базовой плиты и поддерживающих конструкций.

ПЛВ производилось на установке InssTek MX-1000 (Южная Корея) в режиме direct metal tooling (DMT) [22]. Этот режим позволяет осуществлять in-situ видеоконтроль процесса и корректировать параметры на лету в проблемных местах (на краях детали, при повороте траектории сканирования и т.п.). Иттербиевый волоконный лазер производства IPG Photonics (США, РФ) мощностью 1 кВт, работающий в непрерывном режиме, использован в качестве источника лазерного излучения. Полное описание режимов обработки, соответствующих каждому материалу, приведено в [22]. Данные режимы были оптимизированы в ходе ранее проведенных экспериментов [21, 22].

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Сетчатая структура позволяет достичь высоких механических свойств изделия, но при этом затрудняет его контроль. Образец с сетчатой структурой (см. рис. 3) исследовался на станции ДРАКОН. Были получены 360 радиографических изображений объекта при его повороте от 0 до 180° с шагом 0,5°, время экспозиции — 120 с, общее время эксперимента составило ≈ 13,5 ч. Длина волны нейтронного излучения составляла ≈ 1 Å, что соответствовало наименьшему ослаблению нейтронов образцом. По полученным томографическим изображениям образца (рис. 5) удалось обнаружить его внутренние дефекты, а именно несколько рядов более тонких перегородок внутри объекта. Дефекты связаны с технологией производства и могут привести к ухудшению механических свойств изделия. Других внутренних дефектов (пор, трещин, включений) размерами от 200 мкм обнаружено не было.

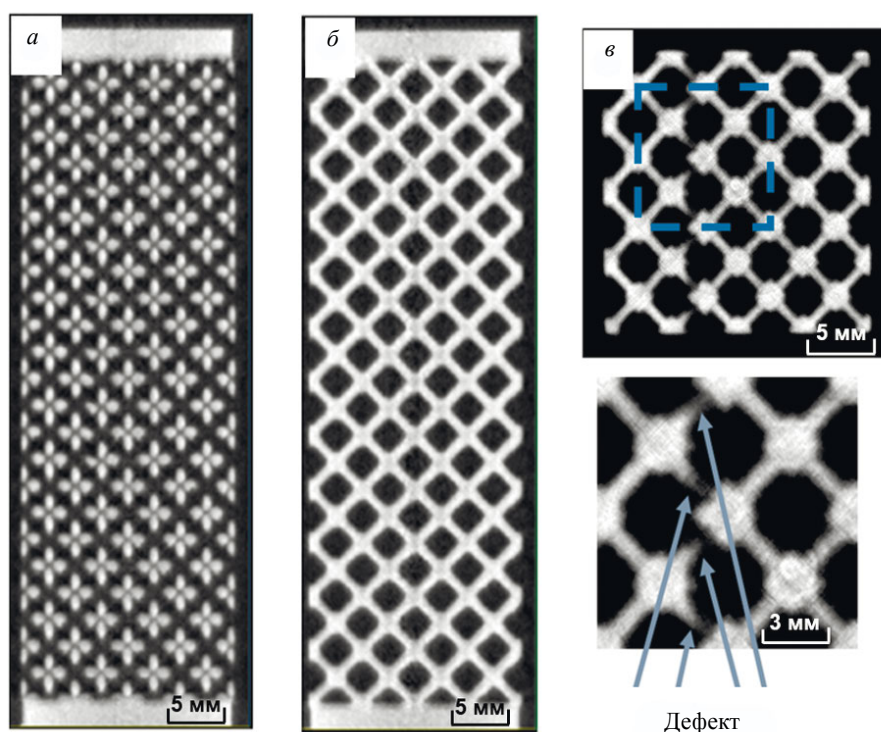


Рис. 5. Томографические изображения образца с сетчатой структурой из сплава марки CL20es в трех взаимно перпендикулярных проекциях (а—в). Дефекты печати отмечены стрелками.

На нейтронном томографе «ПОНИ» исследовали 3 образца из функционально-градиентных материалов, полученных методом ПЛВ в Сколковском институте науки и технологий.

Для каждого образца получены 360 радиографических изображений при повороте от 0 до 180° с шагом 0,5°, время экспозиции — 240 с. Общее время эксперимента составило ≈24 ч.

Образец А дополнительно исследовался на станции ДРАКОН с использованием монохроматического нейтронного излучения. Идея эксперимента заключалась в определении длины волны нейтронного излучения, при которой на радиографическом изображении наблюдался бы наилучший контраст между областями с разным составом, и последующей томографической съемке при этой длине волны. Изменяя длину волны нейтронов в диапазоне $\lambda = 1,8\text{--}4,5 \text{ \AA}$ с шагом 0,01 $\text{\AA}$ (время экспозиции на один кадр — 120 с), определили, что наилучший контраст наблюдается при длине волны $\lambda \approx 2,74 \text{ \AA}$. Затем на этой длине волны провели томографическую съемку: были получены 360 радиографических изображений при повороте образца от 0 до 180° с шагом 0,5°, время экспозиции — 200 с, общее время эксперимента составило ≈ 20 ч.

Радиографические изображения, полученные в ходе каждого эксперимента, обработаны с помощью программы ImageJ [20] с поправкой на фон детектора и профиль нейтронного пучка. Томографическая реконструкция проведена в программном комплексе Octopus Reconstruction. Размер одного вокселя составлял 65 мкм.

На полученных томографических изображениях образца А видно большое количество трещин (рис. 6), большая часть которых направлена вдоль направления выращивания. Такие продольные трещины располагаются в двух переходных областях (25 % алюминиевой бронзы и 75 % аустенитной стали), имеют выход на поверхность, большинство пересекают всю область вдоль направления выращивания. Размер трещин составляет ≈180 — 300 мкм, глубина — ≈2,5 — 3 мм при толщине образца 6 мм. На рис. 7 показаны поры, локализованные вблизи границы между областями аустенитной стали и смеси бронзы и аустенитной стали (25 и 75 %). Размер пор составляет от 180 до 350 мкм. Поры размерами менее 180 мкм не были визуализированы из-за ограничений в пространственном разрешении. Наличие трещин и пор говорит о неоптимальном выборе скоростного и температурного режимов изготовления образца либо о недостатке стратегии выращивания. Установление причин образования трещин вдоль направления выращивания требует дополнительных исследований. Можно предположить их связь с эпитаксиальным ростом зерна, обнаруженным в ходе проведенных ранее экспериментов.

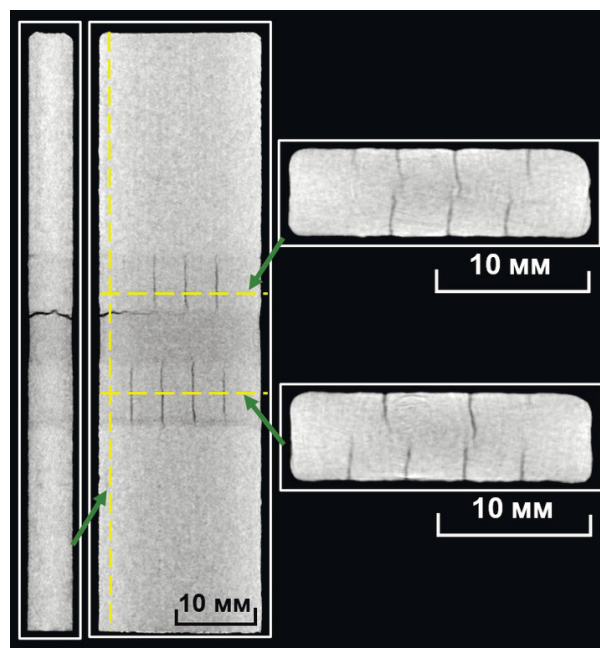


Рис. 6. Томографические изображения образца А в трех взаимно перпендикулярных проекциях. Пунктирными линиями показаны направления срезов.

На массиве радиографических изображений, полученных при различных длинах волн на станции ДРАКОН, в образце А обнаружено изменение контраста между областями с разным составом. Но даже изображение с наилучшим контрастом при длине волны $\lambda \approx 2,74 \text{ \AA}$ незначительно отли-

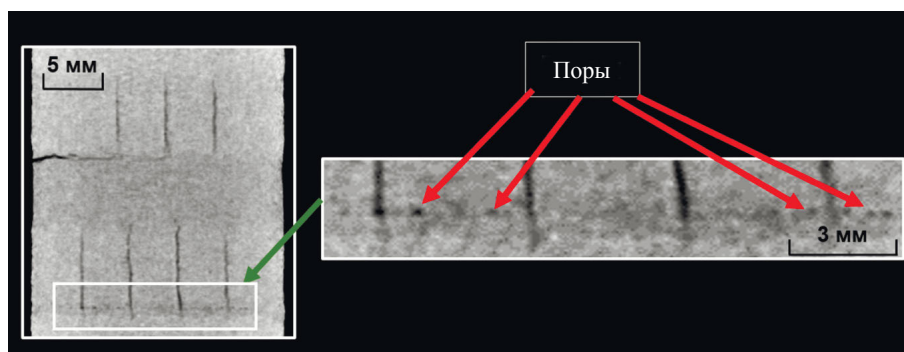


Рис. 7. Томографическое изображение образца А. В выделенной области видны поры вдоль одного слоя печати.

чается от изображения, полученного на полихроматическом нейтронном пучке. Тем не менее эксперимент по нейтронной томографии проведен при длине волны нейтронов $\lambda \approx 2,74 \text{ \AA}$.

На рис. 8 показано сравнение томографических изображений, полученных на монохроматическом (а—з) и полихроматическом (д—з) нейтронных пучках. На изображениях д—з образец выглядит однородным (за исключением внутренних дефектов), а на изображениях а—з образец имеет неоднородную зернистую структуру. Это говорит о том, что в процессе производства изделия образуются крупные зерна (кристаллиты), которые хорошо видны в областях, состоящих из чистой аустенитной стали (рис. 8б). При уменьшении концентрации аустенитной стали до 75 % (рис. 8в) количество крупных зерен уменьшается, а в области с отношением алюминиевой бронзы и аустенитной стали 50/50 (рис. 8з) крупные кристаллиты не наблюдаются (при пространственном разрешении станции $\approx 200 \text{ мкм}$). Можно сделать вывод, что при печати однокомпонентным порошком (аустенитная сталь) при выбранном температурном и скоростном режиме образуются крупные кристаллиты. При этом добавление второго компонента (алюминиевой бронзы) препятствует их образованию.

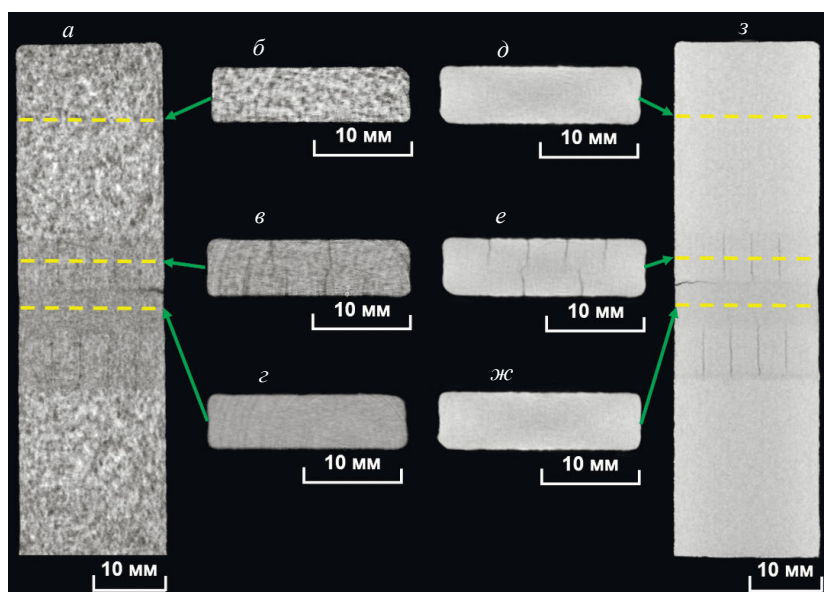


Рис. 8. Сравнение томографических изображений образца А, полученных на монохроматическом (а—з) и полихроматическом (д—з) нейтронном пучке. Дополнительные томографические срезы: б, д — чистая аустенитная сталь; в, е — 25 % алюминиевой бронзы и 75 % аустенитной стали; ж, жс — 50 % алюминиевой бронзы и 50 % аустенитной стали.

Использование монохроматического и полихроматического нейтронного излучения позволило получить взаимодополняющую информацию. На томографических изображениях, полученных на

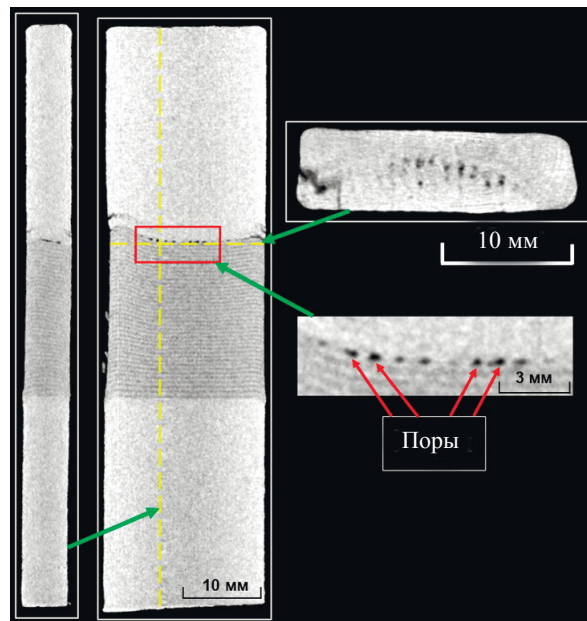


Рис. 9. Томографические изображения образца Б в трех взаимно перпендикулярных проекциях. Пунктирной линией показаны направления среза, в выделенной области отмечены обнаруженные поры.

полихроматическом нейтронном пучке, хорошо видны внутренние дефекты (поры, трещины). На изображениях, полученных на монохроматическом пучке, видны особенности, связанные с дифракционными эффектами (крупные кристаллиты), но ухудшается контраст между дефектами и материалом образца, что затрудняет определение пор и трещин.

На томографических изображениях образца Б (рис. 9) четко виден контраст между слоями из алюминиевой бронзы и стали. При удалении от подложки в зоне чередования материала слои перестают накладываться параллельно. Последний слой в области чередования имеет разницу по высоте от края образца до его центра ≈ 2 мм. При этом геометрия слоев внутри и снаружи образца разная. Помимо этого, на границе области чередования слоев и области, состоящей из чистой аустенитной стали, как и в предыдущем образце, наблюдается наличие большого количества пор, которые достигают $\approx 1,2$ мм вдоль слоев печати и ≈ 250 мкм — поперек. Поры расположены в глубине образца и не выходят наружу.

Наличие пор указывает на чрезмерно высокую скорость печати при недостаточном тепловложении в материал.

На рис. 10 показаны томографические изображения образца В. На изображениях видно чередование слоев разного состава. Внутренние дефекты не обнаружены (за исключением трещин, появившихся в процессе удаления образца с подложки). Геометрия слоев сохраняется на всем протяжении печати образца как снаружи, так и внутри.

На основе полученных результатов следует сделать заключение, что стратегия резкого перехода [21, 22] в технологии ПЛВ является неэффективной. Она приводит к образованию макро- и микроскопических дефектов в случае объединения больших (порядка нескольких десятков миллиметров) зон материалов с существенно отличающимися физикомеханическими характеристиками (например, коэффициент термического расширения), таких как сталь и бронза, в т.ч. имеющих нестабильный провал смешиваемости [23]. Зона градиентного перехода является местом наибольшей концентрации дефектов ввиду резкого изменения модуля упругости и коэффициента линейного температурного расширения при переходе от одного материала к другому [21]. Следует отметить, что трещинообразование преимущественно происходит не в первой зоне градиентного перехода, более близкой к подложке, а во второй. Это свидетельствует о существенном влиянии термической истории на качество формирования изделия и об отличии схем печати «сталь поверх бронзы» и «бронза поверх стали». Использование техники чередующихся слоев [21, 22] позволяет достичь хорошего перемешивания материалов, что увеличивает однородность изделия и предотвращает формирование внутренних дефектов. Однако в таком случае в образце не формируются макроскопические зоны из разных материалов, имеющих существен-

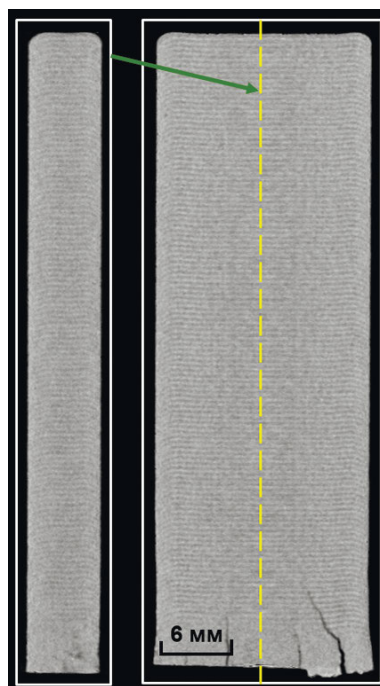


Рис. 10. Томографические изображения образца В в двух взаимно перпендикулярных проекциях, пунктирной линией показано направление среза.

но отличающиеся физикомеханические характеристики. Подобные сплавы с чередующимися слоями имеют как свой собственный спектр применений, так и могут быть использованы в качестве переходных зон в функционально-градиентных материалах [23].

ВЫВОДЫ

Продемонстрированы возможности экспериментальных установок на реакторе ИР-8 НИЦ «Курчатовский институт» для исследований методами нейтронной визуализации внутренних дефектов размерами от 200 мкм в металлических изделиях, полученных с помощью аддитивных технологий.

Показано, что использование монохроматических и полихроматических нейтронных пучков позволяет получить взаимодополняющую информацию о внутренней структуре изделий. Для технологии ПЛВ экспериментально продемонстрированы недостатки метода непосредственного присоединения применительно к функционально-градиентным материалам. Они выражаются в интенсивном формировании макро- и микроскопических дефектов в зоне градиентного перехода, проявляющихся тем интенсивнее, чем более удалена данная зона от подложки.

Метод чередующихся слоев продемонстрировал бездефектную печать. В образцах, изготовленных путем резкого перехода, отмечено формирование вертикальных трещин, сонаправленных с направлением печати изделия. Данное явление требует проведения дополнительных исследований.

Работа выполнена на оборудовании УНУ НИК ИР-8. В части интерпретации результатов исследования образца с сетчатой структурой работа выполнена в рамках государственного задания НИЦ «Курчатовский институт».

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Mercelis P., Kruth J.P. Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting // *Rapid Prototyping Journal*. 2006. No. 12. P. 254—265.
2. Patterson A.E., Messimer S.L., Farrington P.A. Overhanging features and the SLM/DMLS residual stresses problem: Review and future research need // *Technologies*. 2017. V. 5. No. 2. P. 15—36.
3. Карпов И.Д., Эм В.Т., Сумин В.В. Измерение остаточных напряжений в международном стандартном образце VAMAS на дифрактометре СТРЕСС реактора ИР-8 // *Дефектоскопия*. 2019. №. 4. С. 61—66.

4. Савченко Н.Л., Воронцов А.В., Утяганова В.Р., Елисеев А.А., Рубцов В.Е., Колубаев Е.А. Особенности структурно-фазового состояния сплава Ti-6Al-4V при формировании изделий с использованием электронно-лучевой проволоочной аддитивной технологии // *Обработка металлов. Технология, оборудование, инструменты*. 2018. Т. 20. № 3. С. 60—71.
5. Du Plessis A., Roux S., Waller J., Sperling P., Achilles N., Beerlink A., Métayer J., Sinico M., Probst G., Dewulf W., Bittner F., Endres H., Willner M., Drégelyi-Kiss A., Zikmund T., Laznovsky J., Kaiser J., Pinter P., Dietrich S., Lopez E., Fitzek O., Konrad P. Laboratory X-ray tomography for metal additive manufacturing: Round robin test // *Additive Manufacturing*. 2019. V. 30. P. 100837.
6. Petró S., Pagani L., Moroni G., Scott P.J. Conformance and nonconformance in segmentation-free X-ray computed tomography geometric inspection // *Precision Engineering*. 2021. V. 72. P. 25—40.
7. Xiangxi Gao, Chunhu Tao, Shengchuan Wu, Bingqing Chen, Sujun Wu. X-ray imaging of defect population and the effect on high cycle fatigue life of laser additive manufactured Ti6Al4V alloys // *International Journal of Fatigue*. 2022. V. 162. P. 106979.
8. Zhang Keqiang, Meng Qiaoyu, Zhang Xueqin, Qu Zhaoliang, He Rujie. Quantitative characterization of defects in stereolithographic additive manufactured ceramic using X-ray computed tomography // *Journal of Materials Science & Technology*. 2022. V. 118. P. 144—157.
9. Du Plessis A., Yadroitsev I., Yadroitsava I., Le Roux S.G. X-ray microcomputed tomography in additive manufacturing: a review of the current technology and applications // *3D Printing and Additive Manufacturing*. 2018. V. 5. No. 3. P. 227—247.
10. Тюфяков Н.Д., Штань А.С. Основы нейтронной радиографии. М.: Атомиздат, 1975. С. 256.
11. Anderson I.S., McGreevy R.L., Bilheux H.Z. Neutron imaging and applications. Berlin, Germany: Springer US, 2009. P. 987.
12. Мурашев М.М., Глазков В.П., Эм В.Т. Визуализация дифракционного контраста между ферритной и мартенситной фазами стали методом нейтронной радиографии // *Приборы и техника эксперимента*. 2021. № 3. С. 147—151.
13. Vicente Alvarez M.A., Laliena V., Malamud F., Campo J., Santisteban J. A novel method to obtain integral parameters of the orientation distribution function of textured polycrystals from wavelength-resolved neutron transmission spectra // *Journal of Applied Crystallography*. 2021. V. 54. No. 3. P. 903—913.
14. Van Tran K., Woracek R., Kardjilov N., Markötter H., Abou-Ras D., Pupilampu S., Förster C., Penumadu D., Dahlberg C.F., Banhart J., Manke I. Torsion of a rectangular bar: Complex phase distribution in 304L steel revealed by neutron tomography // *Materials & Design*. 2022. V. 222. P. 111037.
15. Woracek R., Penumadu D., Kardjilov N., Hilger A., Boin M., Banhart J., Manke I. Neutron Bragg edge tomography for phase mapping // *Physics Procedia*. 2015. V. 69. P. 227—236.
16. Allman B.E., McMahon P.J., Nugent K.A., Paganin D., Jacobson D.L., Arif M., Werner S.A. Phase radiography with neutrons // *Nature*. 2000. V. 408. No. 6809. P. 158—159.
17. Lehmann E.H., Frei G., Vontobel P., Josic L., Kardjilov N., Hilger A., Kockelmann W., Steuwer A. The energy-selective option in neutron imaging // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*. 2009. V. 603. No. 3. P. 429—438.
18. Schulz M., Böni P., Calzada E., Mühlbauer M., Schillinger B. Energy-dependent neutron imaging with a double crystal monochromator at the ANTARES facility at FRM II // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*. 2009. V. 605. No. 1—2. P. 33—35.
19. Соменков В.А., Глазков В.П., Эм В.Т., Гуреев А.И., Мурашев М.М., Садыков Р.А., Аксенов С.Н., Трунов Д.Н., Столяров А.А., Алексеев А.А., Кравчук Л.В. Установка для комплексной радиационной диагностики «Дракон» // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*. 2019. № 9. С. 93—99.
20. Image Processing and Analysis in Java. URL: <https://imagej.nih.gov/ij/index.html> (дата обращения 24.04.2023).
21. Makarenko K., Dubinin O., Shornikov P., Shishkovsky I. Specific aspects of the transitional layer forming in the aluminium bronze — stainless steel functionally graded structures after laser metal deposition // *Procedia CIRP*. 2020. V. 94. P. 346—351.
22. Makarenko K.I., Konev S.D., Dubinin O.N., Shishkovsky I.V. Mechanical characteristics of laser-deposited sandwich structures and quasi-homogeneous alloys of Fe-Cu system // *Materials & Design*. 2022. V. 224. P. 111313.
23. Makarenko K., Dubinin O., Shishkovsky I. Direct Energy Deposition of Cu-Fe System Functionally Graded Materials: Miscibility Aspects, Cracking Sources, and Methods of Assisted Manufacturing / Chapter in book: *Advanced Additive Manufacturing*. Published in 2022 by IntechOpen (London, UK).

REFERENCES

1. Mercelis P., Kruth J.P. Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting // *Rapid prototyping journal*. 2006. No. 12. P. 254—265.

2. Patterson A.E., Messimer S.L., Farrington P.A. Overhanging features and the SLM/DMLS residual stresses problem: Review and future research need // *Technologies*. 2017. V. 5. No. 2. P. 15—36.
3. Karpov I.D., Em V.T., Sumin V.V. Measuring Residual Stresses in Vamas International Calibration Block with the Stress Diffractometer of Ir-8 Reactor // *Russian Journal of Nondestructive Testing*. 2019. V. 55. P. 328—333.
4. Savchenko N.L., Vorontsov A.V., Utyaganova V.R., Eliseev A.A., Rubtsov V.E., Kolubaev E.A. Features of the structural-phase state of the alloy Ti-6Al-4V in the formation of products using wire-feed electron beam additive manufacturing // *OBRABOTKA METALLOV-METAL WORKING AND MATERIAL SCIENCE*. 2018. V. 20. №. 4. P. 60—71.
5. Du Plessis A., Roux S., Waller J., Sperling P., Achilles N., Beerlink A., Métayer J., Sinico M., Probst G., Dewulf W., Bittner F., Endres H., Willner M., Drégelyi-Kiss A., Zikmund T., Laznovsky J., Kaiser J., Pinter P., Dietrich S., Lopez E., Fitzek O., Konrad P. Laboratory X-ray tomography for metal additive manufacturing: Round robin test // *Additive Manufacturing*. 2019. V. 30. P. 100837.
6. Petrò S., Pagani L., Moroni G., Scott P.J. Conformance and nonconformance in segmentation-free X-ray computed tomography geometric inspection // *Precision Engineering*. 2021. V. 72. P. 25—40.
7. Xiangxi Gao, Chunhu Tao, Shengchuan Wu, Bingqing Chen, Sujun Wu. X-ray imaging of defect population and the effect on high cycle fatigue life of laser additive manufactured Ti6Al4V alloys // *International Journal of Fatigue*. 2022. V. 162. P. 106979.
8. Keqiang Zhang, Qiaoyu Meng, Xueqin Zhang, Zhaoliang Qu, Rujie He. Quantitative characterization of defects in stereolithographic additive manufactured ceramic using X-ray computed tomography // *Journal of Materials Science & Technology*. 2022. V. 118. P. 144—157.
9. Du Plessis A., Yadroitsev I., Yadroitsava I., Le Roux S.G. X-ray microcomputed tomography in additive manufacturing: a review of the current technology and applications // *3D Printing and Additive Manufacturing*. 2018. V. 5. No. 3. P. 227—247.
10. Tufyakov N.D., Shtan A.S. Basics of neutron radiography. Atomizdat, 1975, P. 256.
11. Anderson I.S., McGreevy R.L., Bilheux H.Z. Neutron imaging and applications // Berlin, Germany: Springer US, 2009. P. 987.
12. Murashev M.M., Glazkov V.P., Em V.T. Visualization of the Diffraction Contrast between the Ferrite and Martensitic Phases of Steel by the Method of Neutron Radiography // *Instruments and Experimental Techniques*. 2021. V. 64. №. 3. P. 491—495.
13. Vicente Alvarez M.A., Laliena V., Malamud F., Campo J., Santisteban J. A novel method to obtain integral parameters of the orientation distribution function of textured polycrystals from wavelength-resolved neutron transmission spectra // *Journal of Applied Crystallography*. 2021. V. 54. No. 3. P. 903—913.
14. Van Tran K., Woracek R., Kardjilov N., Markötter H., Abou-Ras D., Pupilampu S., Förster C., Penumadu D., Dahlberg C.F., Banhart J., Manke I. Torsion of a rectangular bar: Complex phase distribution in 304L steel revealed by neutron tomography // *Materials & Design*. 2022. V. 222. P. 111037.
15. Woracek R., Penumadu D., Kardjilov N., Hilger A., Boin M., Banhart J., Manke I. Neutron Bragg edge tomography for phase mapping // *Physics Procedia*. 2015. V. 69. P. 227—236.
16. Allman B.E., McMahon P.J., Nugent K.A., Paganin D., Jacobson D.L., Arif M., Werner S.A. Phase radiography with neutrons // *Nature*. 2000. V. 408. No. 6809. P. 158—159.
17. Lehmann E.H., Frei G., Vontobel P., Josic L., Kardjilov N., Hilger A., Kockelmann W., Steuwer A. The energy-selective option in neutron imaging // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*. 2009. V. 603. No. 3. P. 429—438.
18. Schulz M., Böni P., Calzada E., Mühlbauer M., Schillinger B. Energy-dependent neutron imaging with a double crystal monochromator at the ANTARES facility at FRM II // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*. 2009. V. 605. No. 1—2. P. 33—35.
19. Somenkov V.A., Glazkov V.P., Em V.T., Gureev A.I., Murashev M.M., Sadykov R.A., Axenov S.N., Trunov D.N., Stolyarov A.A., Alexeev A.A., Kravchuk L.V. On the Complex Radiation Diagnostics Facility “Dragon” // *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*. 2019. V. 13. P. 870—876.
20. Image Processing and Analysis in Java. URL: <https://imagej.nih.gov/ij/index.html> (date of the application 24.04.2023).
21. Makarenko K., Dubinin O., Shornikov P., Shishkovsky I. Specific aspects of the transitional layer forming in the aluminium bronze — stainless steel functionally graded structures after laser metal deposition // *Procedia CIRP*. 2020. V. 94. P. 346—351.
22. Makarenko K.I., Konev S.D., Dubinin O.N., Shishkovsky I.V. Mechanical characteristics of laser-deposited sandwich structures and quasi-homogeneous alloys of Fe-Cu system // *Materials & Design*. 2022. V. 224. P. 111313.
23. Makarenko K., Dubinin O., Shishkovsky I. Direct Energy Deposition of Cu-Fe System Functionally Graded Materials: Miscibility Aspects, Cracking Sources, and Methods of Assisted Manufacturing // Chapter in book: *Advanced Additive Manufacturing*. Published in 2022 by IntechOpen (London, UK).