
Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский
научно-исследовательский институт авиационных материалов»,
Государственный научный центр Российской Федерации
(ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ)



Технологическая платформа «Новые полимерные композиционные
материалы и технологии»

Технологическая платформа «Материалы и технологии металлургии»

V Международная конференция «Аддитивные технологии: настоящее и будущее»

Материалы конференции

22 марта 2019 г.

Электронное издание

Москва

2019

УДК 669

ББК 30.37 + 34.2 + 34.4

A28

Редакционная коллегия:

С.В. Неруш, начальник лаборатории «Порошковая металлургия и аддитивное производство»; П.Б. Мазалов, начальник лаборатории «Металлопорошковые композиции и аддитивные технологии синтеза деталей и элементов конструкций»; А.Г. Евгенов, к.т.н., ведущий научный сотрудник; Е.А. Шейн, к.т.н., главный специалист; М.С. Закржевская, инженер 2-й категории.

Аддитивные технологии: настоящее и будущее : материалы А28 V международной конференции (г. Москва, 22 марта 2019 г.), [Электронный ресурс] / ФГУП «ВИАМ». – М. : ВИАМ, 2019. – 448 с. : ил. – ISBN 978-5-905217-40-1. – 1 электрон. опт. диск (CD-ROM). – Систем. требования: Intel от 1,3 ГГц; Windows XP/Vista/7; Adobe Reader; дисковод CD-ROM; 10 Мб. – Загл. с экрана.

Представлены доклады, посвященные развитию технологий аддитивного производства. Основные тематические направления конференции:

- исследования структуры и свойств синтезированных металлических, полимерных, керамических и композиционных материалов;
- внедрение разработок в изделия авиационной и ракетно-космической техники;
- новые подходы и принципы проектирования деталей с применением топологической оптимизации, бионического и генеративного дизайна, а также моделирование аддитивных процессов на микро-, мезо- и макроуровнях;
- стандартизация и разработка нормативной документации для аддитивных технологий;
- разработка и продвижение нового аддитивного оборудования и программного обеспечения.

УДК 669

ББК 30.37 + 34.2 + 34.4

ISBN 978-5-905217-40-1

© ФГУП «ВИАМ», 2019

Организационный комитет

(ФГУП «ВИАМ»)

Председатель:

М.М. Бакрадзе – к.т.н., начальник НИО «Жаропрочные литейные и деформируемые сплавы и стали, защитные покрытия для деталей ГТД».

Заместители председателя:

С.В. Неруш – начальник лаборатории «Порошковая металлургия и аддитивное производство».

П.Б. Мазалов – начальник лаборатории «Металлопорошковые композиции и аддитивные технологии синтеза деталей и элементов конструкций».

Члены организационного комитета:

Д.Е. Каблов – к.т.н., заместитель начальника управления;

А.А. Каныгин – начальник управления;

В.Г. Дворяшин – заместитель начальника управления;

А.Г. Евгенов - к.т.н., ведущий научный сотрудник;

И.Ю. Ширяева - начальник сектора

Л.В. Прохорова - специалист по выставочной деятельности;

А.В. Бабин – ведущий инженер;

Д.С. Трушин - ведущий инженер;

Е.А. Цилин – инженер 2-й категории.

СОДЕРЖАНИЕ

Классификация перспективных теплообменных элементов с развитой поверхностью 9

Афанасьева И.В.

Экструзионный блок с жидкостным охлаждением для печати высокотемпературными полимерами по технологии FDM..... 19

Благинин С.И.; Бойцов Е.П.; Синьков А.В.

Оборудование и технология изготовления профилированных изделий из тугоплавких металлов (W, Mo, Nb) способом 3D-печати 25

Борисенко Д.Н.; Борисенко Е.Б.; Жохов А.А.; Колесников Н.Н.; Прохоров Д.В.; Редькин Б.С.

Опыт применения технологии селективного лазерного сплавления при изготовлении элементов антенно-фидерных устройств космических аппаратов 29

Борщев Ю.П.

Неразрушающий контроль деталей, полученных методом селективного лазерного сплавления..... 39

Генералов А.С.; Крупнина О.А.; Краснов И.С.; Головков А.Н.; Шитиков В.С.

Обработки и синтез порошковых материалов для аддитивного производства в индуктивно-связанной плазме..... 55

Гильмутдинов А.Х.; Нагулин К.Ю.; Цивильский И.В.; Назаров Р.Р.

Исследование влияния трения на структуру и состав приповерхностных слоев СВМПЭ с квазикристаллическим наполнителем Al-Cu-Fe методами рентгеновской дифракции, ИК- и КР-спектроскопии..... 65

Головкова Е.А.; Цетлин М.Б.; Теплов А.А.; Белоусов С.И.; Малахов С.Н.; Стрельцов Д.Р.

Исследование влияния ультразвуковых воздействий на лазерную сварку нержавеющей стали 74

Горунов А.И.; Нюхляев О.А.; Попов Е.С.; Низамов Р.А.; Гильмутдинов А.Х.

Расчетно-экспериментальная отработка ячеистых структур, синтезированных методом селективного лазерного сплавления 80

Яковлев Н.О.; Гриневич Д.В.; Мазалов П.Б.

Об исследовании некоторых технологических свойств коррозионно-стойких материалов, полученных аддитивными технологиями 99

Бибикина Н.Б.; Горбокониин Н.В.; Гришин Ю.А.

Синтезированные материалы на основе интерметаллида Ni_3Al , полученные методом селективного лазерного сплавления 109

Евгенов А.Г.; Аргинбаева Э.Г.; Головлев Н.А.

Влияние технологических параметров на производительность при изготовлении металлических деталей методом прямого лазерного выращивания..... 121

Завалов Ю.Н.; Дубров А.В.; Родин П.С.; Антонов А.Н.; Макарова Е.С.; Стенькин С.В.; Дубров В.Д.

Исследование морфологии частиц Al_2O_3 до и после плазменной обработки 131

Зилеева Д.М.; Назаров Р.Р.; Носков А.И.

Основные проблемы в изготовлении тонкостенных элементов конструкций аэродинамических моделей по технологии селективного лазерного сплавления..... 140

Зиняев В.В.; Балашов С.М.

Исследование свойств керамических изоляторов, изготовленных с применением аддитивных технологий 156

Ивков В.И.; Нефёдова Л.А.; Сычёв М.М.

Структура и свойства медицинских сплавов $Ti-6Al-4V$, полученных методом селективного лазерного сплавления..... 166

Казанцева Н.В.

Получение сферических порошков из перспективного сплава на основе NiAl для аддитивных технологий послойного синтеза..... 176

Капланский Ю. Ю.; Левашов Е.А.; Пацера Е.И.; Сентюрин Ж.А.;
Мартынов Д.А.; Мазалов А.Б.; Самохин А.В.

Исследование процессов образования трещин в изделиях полученных селективным лазерным сплавлением стали 17-4PH 186

Гафуров И.Р.; Кашапов Л.Н.; Кашапов Н.Ф; Кашапов Р.Н.

Топологическая оптимизация и компьютерная поддержка аддитивных технологий с использованием ANSYS 195

Кишов Е.А.; Морозов И.И.

Исследование пластмасс, полученных методом аддитивных технологий 204

Федотов С.А.; Махова Е.В.; Кондратьева Л.А.

Исследование возможности изготовления образцов нанокompозитов на основе сополимеров полиолефинов для FDM печати, полученных методом «in situ» полимеризации с аппретированием нановолокон Nafen (Al₂O₃) 217

Кондрашов С.В.; Пыхтин А.А.; Ларионов С.А.; Петрова Г.Н.; Лонский С.Л.;
Сапего Ю.А.; Бравая Н.М.; Жарков И.В.; Саратовских С.Л.; Панин А.Н.

Спектрометрия лазерно-индуцированной плазмы для многоэлементного анализа состава изделия в процессе его выращивания методом коаксиальной лазерной наплавки 237

Леднев В.Н.; Сдвиженский П.А.; Третьяков Р.С.; Асютин Р.Д.; Гришин М.Я.;
Першин С.М.

Применение аддитивных технологий в нейрохирургии 253

Кравчук А.Д.; Маряхин А.Д.; Потапов А.А.; Панченко В.Я.; Комлев В.С.;
Новиков М.М.; Охлопков В.А.; Дувидзон В.Г.; Латышев Я.А.; Челушкин
Д.М.; Чобулов С.А.; Александров А.П.; Шкарубо А.Н.

Плазменный синтез структурно-градиентных порошковых материалов..... 275

Нагулин К.Ю.; Назаров Р.Р.; Гильмутдинов А.Х.

Эффекты сегрегации химических элементов в жаропрочных никелевых сплавах при их плазменной обработке..... 285

Нагулин К.Ю.; Назаров Р.Р.; Гильмутдинов А.Х.

Создание композитных покрытий с демпфирующими свойствами на авиационных деталях методом аддитивного производства..... 295

Никифоров С.А.; Горунев А.И.; Лещева А.С.; Абанина Д.Д.;
Гильмутдинов А.Х.

Теоретический анализ прочности полимерного слоя, изготавливаемого по аддитивной технологии центробежного нанесения материала..... 301

Паршин Д.А.

Получение металломатричных композиционных материалов с применением аддитивной технологии прямого лазерного выращивания 317

Промахов В.; Жуков А.; Зиатдинов М.; Жуков И.; Шульц Н.; Ковальчук С.;
Корсмик Р.; Климова-Корсмик О.; Туричин Г.

Топологическая оптимизация конструкции двухсредного аппарата 336

Прудник Д.О.

Опыт и перспективы использования отечественной сырьевой базы для производства точных малогабаритных деталей из поликристаллических жаропрочных сплавов МПМ-методом 344

Семенов А.Б.; Логачев И.А.; Евгенов А.Г.; Гусаков М.С.; Первушин А.В.;
Куцбах А.А.; Муранов А.Н.; Семенов Б.И.

Функционализированные термопластичные филаменты для двуматричных ПКМ, изготовленных методом 3D-печати..... 361

Сорокин А.Е.; Ларионов С.А.; Краев И.Д.; Пыхтин А.А.; Беляев А.А.; Кобзев
Д.Е.; Блохин А.Н.

Структура и свойства керамических композиционных материалов $ZrO_2+20\%Al_2O_3$, полученных с применением аддитивных технологий 377

Промахов В.; Жуков А.; Ковальчук С.; Шульц Н.; Грунт Н.

Особенности загрязнения оборотного порошка сплава ВЖ159 кислородом в зависимости от энергетического воздействия..... 388

Шуртаков С.В.; Евгенов А.Г.

Разработка и изготовление гибридного комплекса для прямого лазерного выращивания и механической обработки крупногабаритных деталей..... 400

Шаронова Н.И.; Щербаков С.И.; Рыков Е.В.; Осипов С.Г.

Исследования конструкционных материалов, полученных методом селективного лазерного плавления на отечественном оборудовании MeltMaster^{3D}-550 416

Юдин А.В.; Береговский В.В.; Свистунов Е.И.; Кунавин С.А.

Вертикальная 3D-печать стержней для литья охлаждаемых лопаток 431

Шик Синди; Шапю Кристоф

УДК 532.5:621.69

Классификация перспективных теплообменных элементов с развитой поверхностью

Афанасьева И.В.^{1,2}

irennjj@gmail.com

¹ООО «Ифин», Казань

²Казанский национальный исследовательский технический институт,
Казань

Аннотация:

В данной работе представлен обзор существующих конструктивных особенностей теплообменных аппаратов разного типа. На сегодняшний день известно множество методов оребрения и видов его практической реализации. Предпринята попытка структурировать и классифицировать имеющиеся достижения науки и техники.

Ключевые слова:

теплообменный аппарат, продольное оребрение, шипованные трубы, разрезное спиральное оребрение, спирально-проволочное оребрение.

Введение

Теплообменные аппараты (ТА) имеют широкое распространение не только в промышленной теплоэнергетике, но ряде других отраслей. Аппараты применяются для обеспечения и поддержания заданного температурного режима путем отвода или подвода энергии в отношении рабочей области. В общем виде ТА представляет собой устройство для сообщения энергии от нагретого теплоносителя к более холодному. При этом эффективность ТА зависит от многих факторов, но главных два: во-первых, от коэффициента теплопередачи, который характеризует долю переданной теплоты; во-вторых, от конструктивной особенности рабочей поверхности ТА.

Для улучшения теплообменного оборудования активно развиваются технологии по созданию высокоэффективных и надежных конструкций ТА. Основными методами интенсификации теплообмена являются оребрение, покрывание поверхности шероховатостью, углублениями, выступами различных размеров. В связи с этим, широкую распространенность получили оребренные ТА. Последние отличаются от других типов увеличенной поверхностью теплоотдачи, значит и усиленным теплообменом, а также многочисленной разновидностью внешних форм. Также к ТА применяются требования по безопасности в использовании, простоте устройства и конструкции, удобства в производстве, ремонтпригодности и невысокой стоимости.

В науке и технике на сегодняшний день, без преувеличения, существует огромное количество методов и видов оребрения ТА. Для определения более оптимального варианта теплообменных элементов нет структурированного обзора. В этой связи в данной статье предпринята попытка классификации теплообменных элементов с развитой поверхностью.

Классическое спиральное оребрение ТА

Спиральное оребрение ТА сплошной металлической лентой (Рис.1) является универсальным методом получения теплообменных элементов с поверхностью большой площади. Существует множество вариантов технологических процессов по объединению сплошной ленты и трубы. Очевидными и наиболее распространенными методами являются навивка, оребрение сваркой и прокатка.

Оребрение токами высокой частоты (ТВЧ) на данный момент является самым распространенным методом у производителей ТА в энергетической области. Это связано с двумя основными достоинствами по сравнению с прокаткой и механическим оребрением без сварки: жесткость конструкции и большое пятно контакта в месте привара. Это напрямую обеспечивает более высокий теплоперенос. Тепловая эффективность таких ТА увеличивается за счет конвективного теплообмена. К тому же поток воздуха, проходя в межреберных каналах, претерпевает множественные столкновения, что ведет к турбулизации потока обдува в целом.



Рис. 1 – Оребренный сплошной лентой ТА

В зависимости от способа оребрения отличаются технологические свойства теплообменных элементов.

Изучив материалы исследований различных научных групп [1-6], была выработана авторская классификация существующих перспективных решений. Основным критерием является конструкция ребра и его расположение. Также учитываются разделение на основе факторов, влияющих на эффективность, такие как форма несущей трубы, метод объединения составляющих ТА и условия эксплуатации. Из имеющихся способов оребрения теплообменных элементов следует выделить следующие технологии, заслуживающие отдельного описания:

- продольно-оребранные;
- шипованные трубы;
- разрезное спирально-ленточное оребрение;
- спирально-проволочное оребрение;
- внутреннее оребрение трубы.

Рассмотрим положительные стороны и отрицательные моменты в обозначенных технологиях.

Продольно-оребранные теплообменные аппараты

Продольно-оребранные ТА (Рис. 2) нашли применение в теплообменных системах газового охлаждения и конденсаторах. Производят двумя способами, либо технологией продавливания расплавленного материала через определенную форму, либо креплением U-образных ребер вдоль поверхности трубы. Разнообразие конфигураций продольного оребрения велико, сравнение интенсивностей теплообмена было проведено авторами [1].



Рис. 2 – Продольно-ребренная труба (Heft Engineers Private Limited, www.heftengineers.com)

Можно предположить, что продольное ребрение является неэффективным ТА в силу того, что газовый поток продольно обтекая ребра, постепенно теряет интенсивность. К тому же в таком процессе не происходит перемешивания слоев потока, что ведет к ламинарному движению.

Шипованные трубы

Следующим видом интенсификации теплообмена в ТА является ошипованная поверхность труб (Рис. 3). Технология приваривания шипов заключается в автоматической сварке элементов сопротивлением. Трубы со стальными шипами используются для передачи тепла в нефтехимической промышленности, как правило, в печах и котлах, где поверхность труб испытывает влияние агрессивной среды. Например, в среде с газовыми потоками с примесью сажи, осаждающиеся на поверхности. Поэтому ошипованные ТА требуют частой очистки.

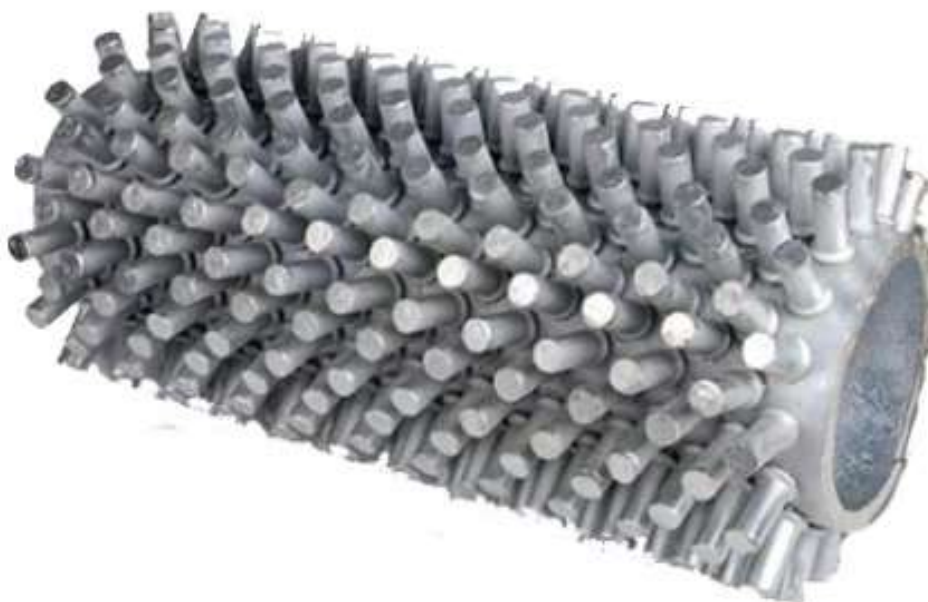


Рис. 3 – Теплообменный аппарат с шипами (LP spa, www.lpspa.it)

Протекание воздушного потока через ошипованную поверхность во многом зависит от расстояния между ребер, высоты и формы [1]. Также можно предположить, что форма шипов предполагает большой диаметр шипов, чтобы конструкция была более устойчива не только к теплехимическому воздействию, но и к технологическим процессам.

Разрезное спирально-ленточное оребрение

Технологической частью производства таких элементов ТА является просечка ребер на определенную глубину в виде «лепестков». Интенсификация теплообмена в таких ТА описывается в [3] так, что воздушный поток, обтекая кромки ребер турбулизируется, препятствуя скоплению пограничных слоев по всей длине ребер. Очевидно, что характер течения газового потока, и качество теплообмена зависит как от глубины просечки и формы «лепестков», так и ширины, шага.



Рис. 4 – Оребрение просечной лентой (TS Industrial Co., Ltd.)

Разрезные ТА (Рис. 4) чаще используются в холодильной технике, в качестве конвективных элементов в паровых и водогрейных котлах. Авторы [4] экспериментально зафиксировали увеличение коэффициента теплопередачи разрезных ТА на 10–30% относительно сплошных ребер.

Спирально-проволочный ТА

По конструкции ребра представляют собой металлические петли, которые спирально фиксируются на основную трубу припоем. В связи с чем, проволочный ТА (Рис. 5) имеет уменьшенную металлоемкость и плотность, и высокую теплоотдачу. Однако из-за высокой проницаемости промежутки ТА могут легко засоряться. Нашли свое применение в системах охлаждения и нагрева газа, воды и топлива [5].



Рис. 5 – Теплообменные элементы с проволочной навивкой [5]

Внутреннее оребрение трубы

Как известно, внутреннее оребрение (Рис. 6) приводит к турбулизации потока за счет соударения течения о преграду. Такой подход позволяет увеличить поверхность теплообмена со стороны теплоносителя с меньшей теплоотдачей, то есть, повысить коэффициент теплопередачи [6]. Однако внутреннее оребрение также повышает сопротивление, что приводит к снижению скорости потока, а значит и теплообмена. Внутреннее оребрение усложняет процесс производства и увеличивает стоимость теплообменных элементов, поэтому развития в промышленности они не получили.

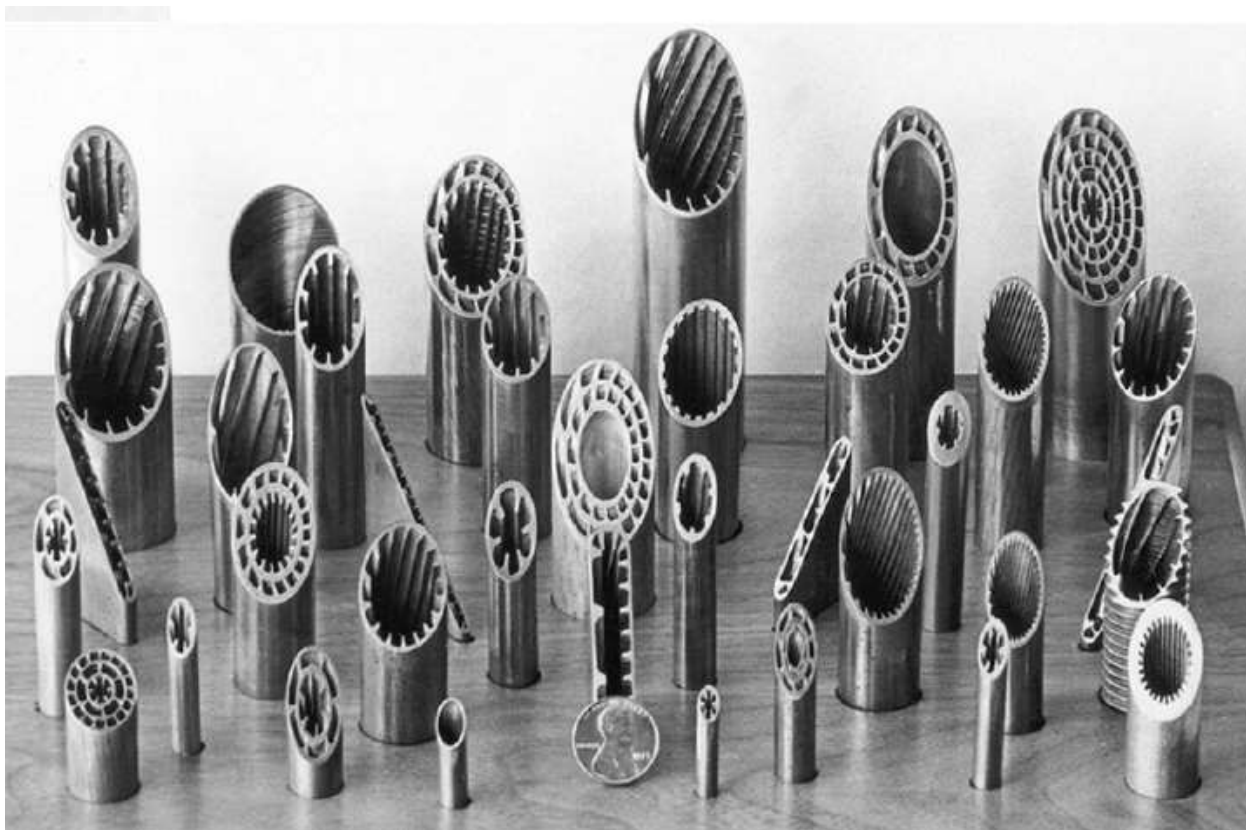


Рис. 6 – Внутренне оребренные трубы. (Noranda Metal Industries, Newtown, Connecticut)

Вывод

Таким образом, для нужд промышленности представлено большое количество вариантов изготовления теплообменных элементов. Приведенная классификация представляет собой краткое описание существующих перспективных методов оребрения ТА. Каждый метод оребрения отличается своей технологией, и наполняет ТА определенными свойствами.

Анализ литературных источников подтвердил, что существующие ныне способы интенсификации теплообмена приводят к уменьшению размеров и массы установок по сравнению с гладкими ТА. Однако сам процесс изготовления таких ТА затрудняется и замедляется за счет дополнительных технологических операций, таких как просечка ленты, привар шипа или U-образного ребра, фиксации спиральной проволоки. От чего и будет зависеть качество эффективности ТА. Поэтому представленные

теплообменные элементы не приобрели популярности, так как промышленность не готова внедрить их для массового производства.

Таким образом, по-прежнему самым эффективным является метод ТВЧ, который подтвердил свою универсальность и качество.

Работа выполнена при поддержке Фонда содействия инноваций (Проект № С1-52304), а также НКО «Инвестиционно-венчурный фонд Республики Татарстан».

Литература

1. Горобец В.Г. Сравнительный анализ теплоотдачи и гидравлического сопротивления пучков труб с оребрением различного типа. Труды Четвертой Российской национальной конференции по теплообмену. Т.6. Дисперсные потоки и пористые среды. Интенсификация теплообмена. - М.: Издательский дом МЭИ. - 2006. - С. 182-186.

2. Любушкин А.А. Ошипованные поверхности водонагревателей. Сравнение эффективности шипов. Международная конференция «Техноконгресс».

3. Письменный Е.Н., Рогачев В.А., Терех А.М., Бурлей В.Д., Разумовский В.Г. Теплообмен плоских поверхностей с сетчато-проволочным оребрением при вынужденной конвекции // Промышленная теплотехника. – 2002. – Т.24, №4. – С.71;78.

4. Терех А.М., Шаповал О.Е., Письменный Е.Н. Среднеповерхностный теплообмен в поперечно-омываемых коридорных пучках труб с разрезным спиральноленточным оребрением // Промышленная теплотехника. – 2001. – Т. 23 – № 1-2 – с. 35–41.

5. Shah R.K., Sekulic D.P. Fundamentals of Heat Exchanger Design, Jon Wiley & Sons, 2003. 941с.

6. Калинин Э.К., Дрейцер Г.А., Копп И.З., Мякочин А.С.. Эффективные поверхности теплообмена. – М.: Энергоатомиздат, 1998. – 408 с.

УДК 681.5+62-503.5

Экструзионный блок с жидкостным охлаждением для печати высокотемпературными полимерами по технологии FDM

Благинин С.И.^{1,2}; Бойцов Е.П.¹; Синьков А.В.^{1,2}, к.т.н.

demilano@mail.ru, diamagnetik@mail.ru, sinkov73@mail.ru

¹ООО «ВОЛТЕХНО», г. Волжский

²ВПИ (филиал) ВолгГТУ

Аннотация:

В настоящее время FDM-устройства позволяют выпускать многие детали и запасные части, которые используются в области аэрокосмонавтики и автомобилестроения. Механические и химические характеристики изготовленных объектов – износостойкость, прочность и малый вес, позволяют им вполне успешно соперничать с металлом.

Ключевые слова:

FDM, экструзионный блок, высокотемпературные полимеры.

Введение

Процесс 3D-печати методом FDM/FFF ставит задачу использования высокотемпературных полимеров [1–3]. Однако требуется устранять периодически возникающие различные дефекты. Подача пластичной массы в работе большей части 3D печатающих устройств осуществляется при температурах 180–260°C. При печати одной детали небольших размеров происходит перегрев и искривление модели, поэтому необходимо охлаждать область печати и охлаждать филамент в канале его подачи непосредственно в печатающее сопло, чтобы он не расплавился и не закупоривал канал. Данная НИОКР представляет устройство со специальной системой охлаждения применимой, как для рабочего высокотемпературного полимера с температурой нагрева сопла свыше 500°C, так и для вновь создаваемых FDM-объектов на рабочем столе.

Модель технического решения

Разработан экструзионный блок (см. рис. 1) печатающего устройства для FDM 3D-печати высокотемпературными полимерами [4], который включает два легкоъемных экструдера с нагревательными элементами, клапаны, которыми производится запираение неактивного сопла во время печати. При этом каналы подачи на печать проходят через радиатор с жидкостным охлаждением и имеют трубчатые керамические вставки, а печатающие сопла выполнены из износостойкого титанового сплава.

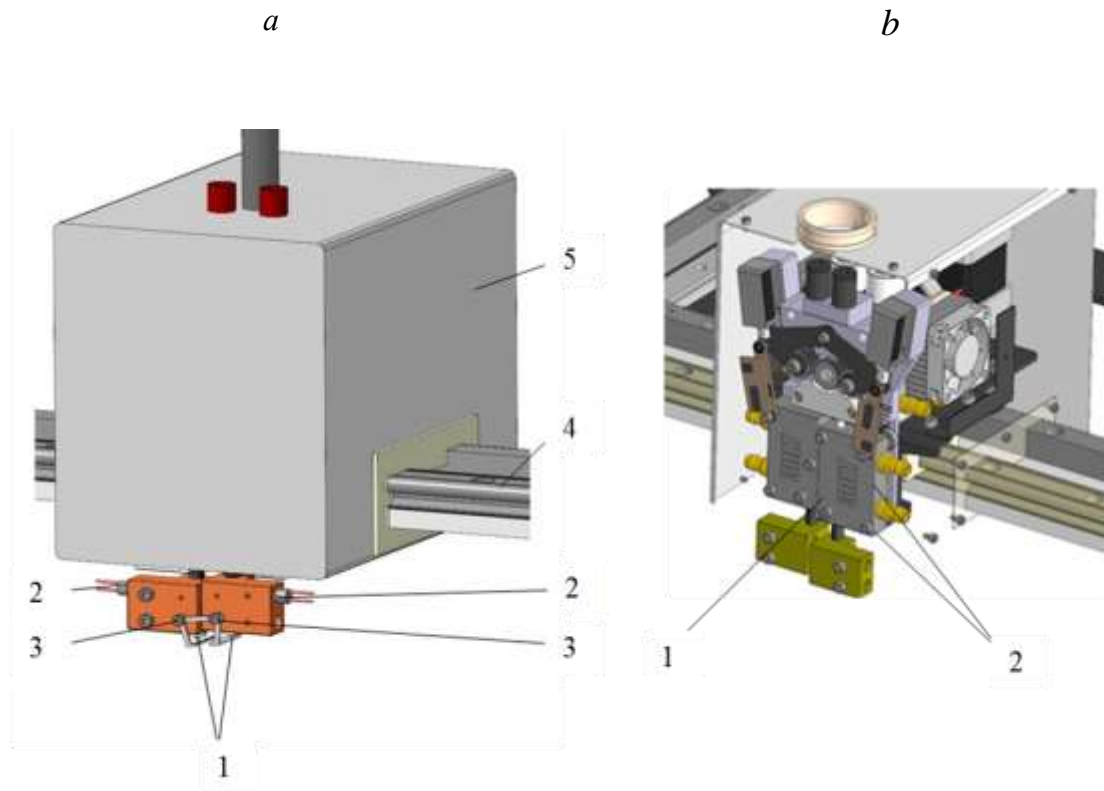


Рис. 1 – Экструзионный блок: *a* – вид в сборе: 1 – сопла, 2 – нагревательные элементы; 3 – клапан; 4 – рельсовая направляющая; 5 – термоизолирующий корпус;
b – вид без передней стенки: 1 – радиатор, 2 – фитинги

Экструзионный блок устанавливается и работает в составе устройства 3D-печати, которое содержит термостатичную камеру (рис. 3). Технические характеристики устройства: экран с сенсорным управлением всеми системами, радиатор с жидкостным охлаждением, изготовление деталей из 2-х видов материалов одновременно, область изготовления модели не менее 300×300×300 мм, применение технических полимеров типа PEEK, Carbon PEEK, PPSU, ULTEM 1010, ULTEM 9085, PEI и др. для изготовления конечных деталей. Печатающие сопла могут разогреваться до температуры 550°C.

Водоблок экструзионного устройства и его узлы (см. рис. 2) включают в себя: сопло 1, нагреватель 2, жидкостный радиатор 3, трубчатая керамическая вставка 5 канала подачи филамента 4.

a

b

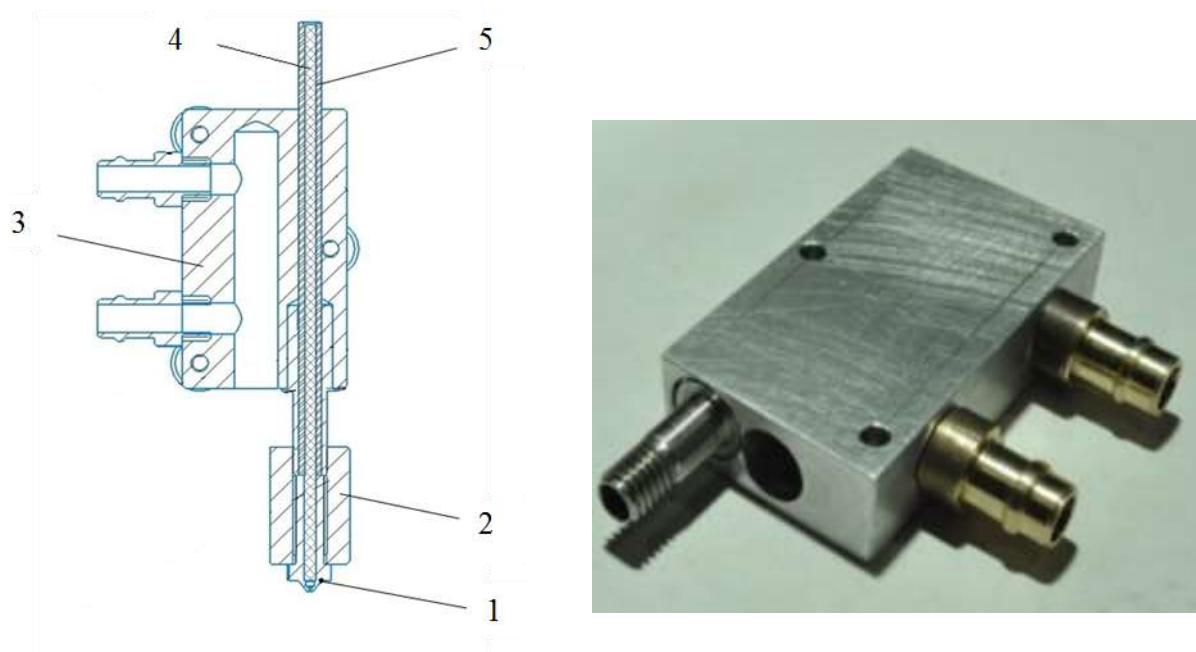


Рис. 2 – Водоблок: *a* – схема; *b* – собранный узел водоблока с фитингами

Наличие радиатора с жидкостным охлаждением позволяет отводить избыточное тепло, поступающее от нагретых сопел экструдеров, и поддерживает постоянную температуру в канале подачи филамента. Полая цилиндрическая керамическая вставка канала подачи филамента, проходящая через радиатор, улучшает термическую изоляцию, позволяет избежать перегрева и расплава филамента, находящегося в это время в канале подачи и закупорку канала. Сопла экструдеров, выполненных из износостойкого титанового сплава, значительно увеличивают их эксплуатационный ресурс. Термоизолирующий корпус, закрывающий жидкостный радиатор и подающий механизм, предохраняет их от внешнего перегрева. Все вместе взятое повышает надежность технологического процесса 3D-печати указанными выше высокотемпературными полимерами.

Общий вид 3D-печатающего устройства представлен на рисунке 3.



Рис. 3 – 3D-принтер 3D LIFE с термостатической камерой и экструзионным блоком с жидкостным охлаждением

Заключение

Авиационные компании-магнаты, ранее они делали основной упор на селективно-лазерное сплавление, это были металлические порошки. В последнее время большое развитие получили технологии FDM. Мировой тренд и перспективность использования высокотемпературных полимеров, таких как PEEK, PEI, PPSU, ULTEM9085 и пр., объясняются изготовлением конечных объектов с высокой прочностью и широким спектром применения в науке, медицине и различных отраслях промышленности [5, 6]. Как следствие показана необходимость конструирования и изготовления 3D-принтеров для печати такими полимерами в связи с тем, что подобные устройства не производятся на территории РФ и в связи с переходом мировой экономики на новый технологический уклад. Создание новых научных, инженерных и технических решений в рассматриваемой предметной области идет в двух разных направлениях: разработка и применение новых материалов для FDM-печати и непосредственная

разработка новых способов и самих устройств FDM. Повышение температуры печатающего экструдера при использовании высокотемпературных полимеров требует разработки принципиально новых инженерных подходов для всего технологического цикла FDM, в т. ч., для материала изготовления экструдерных сопел, системы охлаждения экструзионного блока, каналов подачи филамента на печать и скорости переключения сопел. По этому направлению коллективом разработчиков получено положительное решение на заявку №2019102289.

Литература

1. Каблов Е.Н. Аддитивные технологии – доминанта национальной технологической инициативы, <https://viam.ru/news/2519>
2. Brensons I., Polukoshko S., Silins A., & Mozga, N. (2015). FDM prototype experimental research of processing parameter optimization to achieve higher tensile stress doi:10.4028/www.scientific.net/SSP.220-221.767
3. Stansbury J.W., & Idacavage, M.J. (2016). 3D printing with polymers: Challenges among expanding options and opportunities. *Dental Materials*, 32(1), 54-64. doi:10.1016/j.dental.2015.09.018
4. Благинин С.И., Бойцов Е.П., Синьков А.В. и др. Печатающий блок для 3D-печати высокотемпературными полимерами по технологии FDM Заявка №2019102289. Приоритет от 28.01.2019.
5. Оспенникова О.Г. Международный форум технологического развития «Технопром 2017», 20-22 июня 2017 г., г. Новосибирск, <http://forumtechnoprom.com/page/377>
6. Liao G., Li Z., Cheng Y., Xu D., Zhu D., Jiang S., Zhu Y. (2018). Properties of oriented carbon fiber/polyamide 12 composite parts fabricated by fused deposition modeling. *Materials and Design*, 139, 283-292. doi:10.1016/j.matdes.2017.11.02

УДК 621.365.22: 621.762

Оборудование и технология изготовления профилированных изделий из тугоплавких металлов (W, Mo, Nb) способом 3D-печати

Борисенко Д.Н.¹; Борисенко Е.Б.¹; Жохов А.А.¹;
Колесников Н.Н.¹; Прохоров Д.В.¹; Редькин Б.С.¹

bdn@issp.ac.ru, borisenk@issp.ac.ru, jokhov@issp.ac.ru,
nkolesn@issp.ac.ru, prohorov@issp.ac.ru, redkin@issp.ac.ru

¹*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики твердого тела Российской академии наук (ИФТТ РАН)*

Аннотация:

Показана принципиальная возможность изготовления профилированных изделий из тугоплавких металлов с помощью электрической дуги высокого давления в атмосфере защитных газов. Предлагаемый способ реализуется послойным нанесением металла по типу локальной гарнисажной электродуговой плавки.

Ключевые слова:

порошковая металлургия, гарнисажная плавка, электрическая дуга, тугоплавкие металлы, 3D-печать. Powder metallurgy, skull melting, arc discharge, refractory metals, 3D-printing.

Введение

Развитие принципиально нового направления в проектировании – генеративного дизайна – явилось причиной бурного развития аддитивных технологий, т.к. традиционные технологии (литье, ковка, сварка, обработка металлов резанием и давлением) в настоящее время уже не могут обеспечить потребность современных конструкторских решений.

В середине 1980-х годов в США была разработана технология селективного лазерного спекания, реализующая генеративный дизайн в материале. Этот метод аддитивного производства, заключающийся в послойном спекании мелкодисперсного порошка (диаметром десятки нанометров) с помощью лазера, имеет ряд существенных недостатков: а) большая стоимость исходных порошков, обусловленная высокими требованиями к сферичности, гранулометрическому составу условиям их производства и хранения; б) достаточно высокая пористость получаемого спеченного материала в случае изготовления ответственных деталей, требует дополнительной обработки давлением, что для некоторых металлов и сплавов является неприемлемым.

Методика исследования

В лаборатории физико-химических основ кристаллизации ИФТТ РАН было разработано оригинальное оборудование и технология изготовления профилированных изделий из тугоплавких металлов способом 3D-печати. Предлагаемый способ изготовления профилированных изделий из тугоплавких металлов реализуется послойным нанесением металла по типу локальной гарнисажной электродуговой плавки.

Экспериментальная часть

Были разработаны и опробованы источники питания электрической дуги в среде различных газов: аргон, гелий, водород. С помощью контролируемого пинч-эффекта решена задача генерации и стабилизации плазменного канала дуги высокого давления при произвольном профиле

сканирования электрода. Разработана и запатентована конструкция электрода для дуговой плавки металлов. Особенность конструкции электрода обеспечивает устойчивость плазменного канала дуги за счет того, что сварочный ток, протекающий через соленоид, формирует магнитное поле вокруг дугового канала, которое сжимает плазму в радиальном направлении и стабилизирует ее прямолинейное течение в аксиальном направлении, позволяя вести процесс сварки в контролируемых условиях. Сварочный шов при использовании электрода с соленоидом характеризуется стабильностью ширины дугового канала размером около 2 мм при различной глубине проплавления молибденового порошка от 0,35 до 0,7 мм при увеличении тока дуги от 1 до 10 А, соответственно. В экспериментах по изготовлению тиглей из молибдена было показано, что скорость печати способом локальной гарнисажной электродуговой плавки в десятки раз выше скорости печати методом селективного лазерного спекания.

Следующим этапом была разработка и изготовление оригинального устройства прецизионной подачи порошков в зону плавления для непрерывного ведения процесса наплавки материала. Технический результат достигается за счет того, что прецизионная подача порошков в технологическую зону осуществляется через промежуточную камеру-ресивер, расположенную под углом к корпусу шнека и снабженную спиральным транспортером-ворошителем, осуществляющим подготовку порошков и передающим вращение шнеку малого диаметра, выполняющему роль дозатора порошков, причем скорости вращения шнеков и спирального транспортера осуществляются от разных приводов и синхронизированы, а рабочие поверхности шнекового дозатора выполнены из закаленной конструкционной стали и подвергнуты электрохимической полировке для уменьшения сопротивления движению порошков. С помощью этого устройства в непрерывном цикле был изготовлен молибденовый нагревательный элемент для индукционной печи.

При изучении микроструктуры и свойств полученного материала было обнаружено, что пористость при двукратном проходе ванны расплава практически сводится к нулю. Оставшиеся единичные поры содержат вис커еры микронного размера.

При использовании неплавящегося электрода из графита в экспериментах с использованием сварочной дуги обратной полярности было обнаружено, что на поверхности деталей из молибдена образуется слой карбида молибдена Mo_2C различной шероховатости. Был разработан способ электроэрозионной обработки поверхности, позволяющий получать функциональные покрытия на деталях из молибдена. Способ реализуется за счет применения высоковольтной электрической дуги ($U=2000$ В, $I=0,5-1$ А) высокого давления $\sim 0,1$ МПа в атмосфере водорода с фиксированным зазором между электродами ~ 2 мм и жесткой внешней характеристикой источника тока, причем скважность импульсов варьируется от 1,1 до 10 в зависимости от заданной шероховатости покрытия из карбида молибдена Mo_2C $Ra=0,08-0,4$ мкм.

Выводы и рекомендации

Возможный перечень изделий из тугоплавких металлов, изготовленных при использовании разработанной технологии и оборудования, включает в себя: тигли, формообразователи, нагревательные элементы, фланцы, дюзы, трубопроводы любой сложности, контейнеры, волноводы, корпуса мощных СВЧ транзисторов.

УДК 621.762.629.78

Опыт применения технологии селективного лазерного сплавления при изготовлении элементов антенно-фидерных устройств космических аппаратов

Борщев Ю.П.¹

byp@laspace.ru

¹*Акционерное общество «Научно-производственное объединение им. С.А. Лавочкина» (АО «НПО Лавочкина»).*

Аннотация:

В докладе показан опыт применения технологии селективного лазерного сплавления при изготовлении элементов антенно-фидерных устройств космических аппаратов.

Ключевые слова:

селективное лазерное сплавление, спиральная антенна, волновод.

Введение

Выполнение растущих требований к космической технике таких как: низкий вес изделий, надежность в эксплуатации, конкурентные экономические показатели – традиционными методами проектирования и технологиями изготовления обеспечить невозможно.

В настоящей работе поставлена цель изучить возможность и эффективность применения технологии селективного лазерного сплавления, при проектировании и изготовлении элементов антенно - фидерных устройств космических аппаратов.

Задачи и методы решения

Для достижения указанной цели были поставлены следующие задачи:

- выбор материала для печати по технологии селективного лазерного сплавления;
- разработка и оптимизация новых конструкций изделий и их 3Д-моделей;
- определение параметров сплавления материала и стратегии построения, изготовление прототипов изделий;
- постобработка изготовленных изделий;
- проведение проверки основных радиотехнических параметров.

На решение задачи выбора материала, для изготовления методом 3Д-печати элементов антенно-фидерных устройств, определяющее значение оказали следующие факторы: требования конструкторской документации, плотность материала, механические свойства, возможность импортозамещения, стабильность поставок, стоимость.

Были исследованы технологические свойства порошков, определены параметры 3Д-печати образцов, проведены испытания механических свойств материалов, полученных из следующих порошков: импортные порошки – сталь 316L [8] и алюминиевый сплав, отечественный порошок – алюминиевый сплав [6, 7]. В результате, по совокупности факторов,

предпочтение было отдано отечественному порошку из алюминиевого сплава.

Спроектированы и оптимизированы новые конструкции элементов антенно-фидерных устройств, предназначенных к изготовлению по технологии селективного лазерного сплавления, с учетом ее специфики (учтены технологические припуска для механической обработки, возможные коробления деталей и прочее).

На основе Методики производителя 3Д-принтера SLM 280 HL - компании SLM Solutions, определены параметры 3Д-печати изделий:

- мощность и скорость движения лазерного луча, диаметр пятна лазера;
- форма и количество поддержек;
- время остывания сплавленного слоя порошка;
- расположение детали на рабочем столе;
- стратегия построения детали.

Изготовлены прототипы следующих элементов антенно-фидерных устройств:

Коническая спиральная антенна

По действующей технологии антенна изготавливается из нескольких сборочных единиц: каркас антенны, металлические спирали, наклеиваемые на каркас, коаксиальная линия, в корпусе которой размещен центральный проводник, основание, экран. При этом использование неметаллических материалов в конструкции каркаса и основания антенны ограничивает максимальную температуру эксплуатации, отрицательно влияет на стабильность ее геометрических параметров и увеличивает массу. Изготовление антенны включает значительное количество ручных операций (изготовление каркаса, наклейка спиралей на каркас, пайка, настройка параметров), что определяет большую трудоемкость и стоимость изготовления, а также нестабильность радиотехнических характеристик, рис 1.

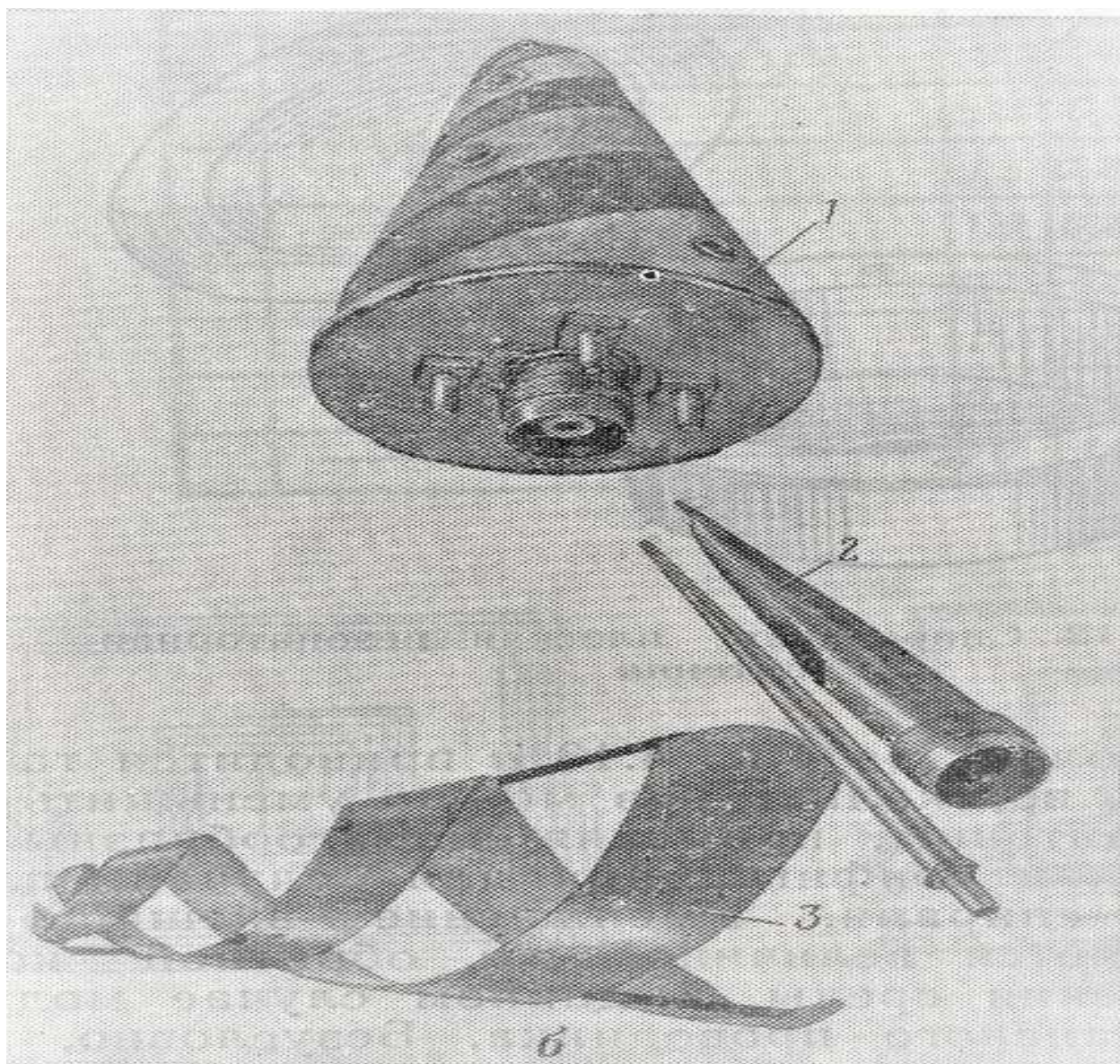


Рис. 1 – Внешний вид конической спиральной антенны (традиционная технология) [9]

Антенна новой (оптимизированной) конструкции, изготовлена по технологии селективного лазерного сплавления, при этом спирали антенны, основание и корпус коаксиальной линии выполнены как единая деталь, из конструкции антенны исключаются неметаллический каркас и основание.



Рис. 2 – Антенна, изготовленная методом 3Д-печати

Волноводные уголки нескольких типоразмеров

Волноводные уголки, изготавливаемые по традиционной технологии, состоят из двух частей, изготавливаемых механическим путем и соединяемых друг с другом крепежными элементами.

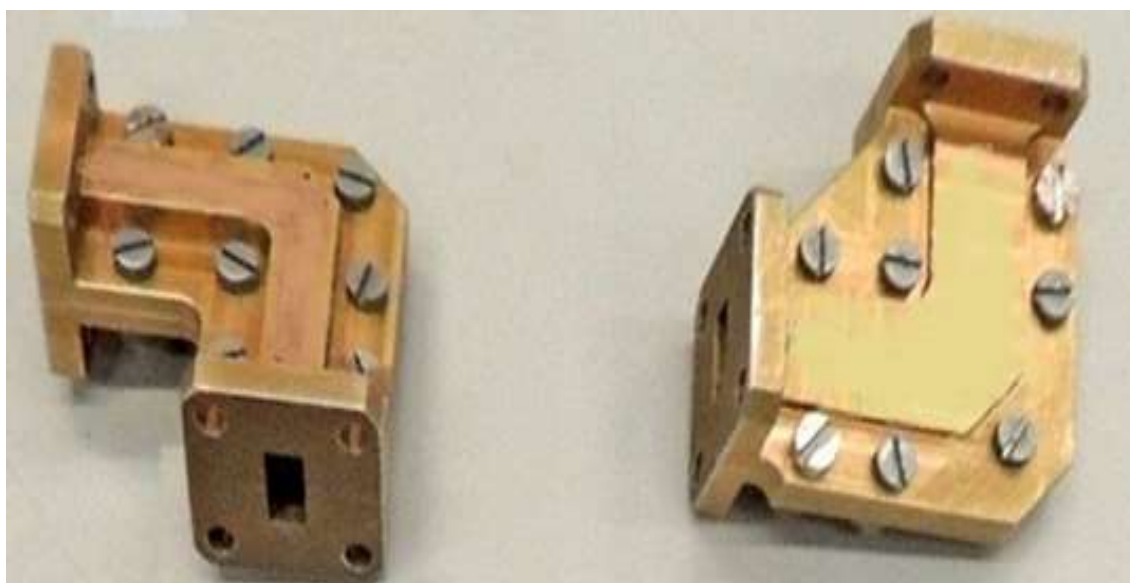


Рис. 3 – Уголки волноводные (традиционная технология)

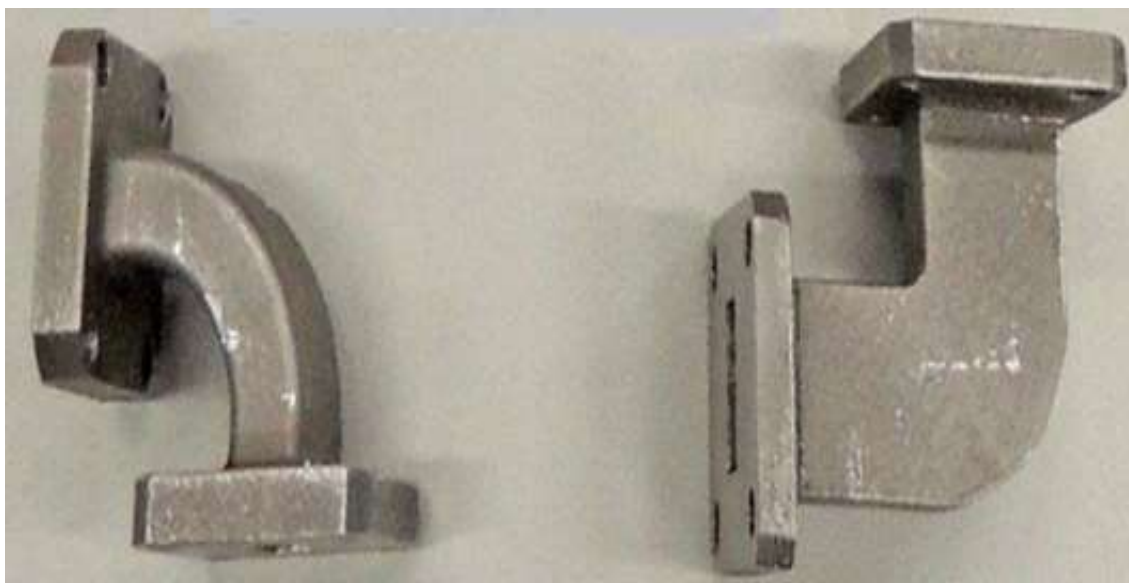


Рис. 4 – Уголки волноводные, изготовленные методом 3Д-печати

Постобработка изготовленных изделий включает в себя:

- термообработку для снятия внутренних напряжений в материале,
- снятие поддержек и обработка внешней поверхности,
- механическая обработка классных поверхностей конструкции и нарезка резьбы.

При этом обработка поверхности внутренних каналов волноводных уголков не производилась, шероховатость после 3Д-печати составляет от 15 до 25 Ra.

Проведены испытания и проверки радиотехнических параметров волноводных уголков (коэффициента стоячей волны и ослабления сигнала) и конической спиральной антенны (коэффициента стоячей волны, диаграммы направленности и коэффициента усиления).

Цель испытаний: определение возможности использования элементов волноводного тракта, изготовленных по технологии селективного лазерного сплавления, при изготовлении антенно-фидерных устройств космических аппаратов.

Сравнительным испытаниям в нормальных условиях, а также после воздействия механических факторов в условиях транспортирования, после воздействия рабочих и циклических температур, подвергались волноводные уголки, выполненные по технологии селективного лазерного сплавления и аналогичные им волноводные уголки, изготовленные по традиционной технологии.

Результаты испытаний волноводных уголков сечением изогнутых в Н плоскости приведены на рис. 5 и 6

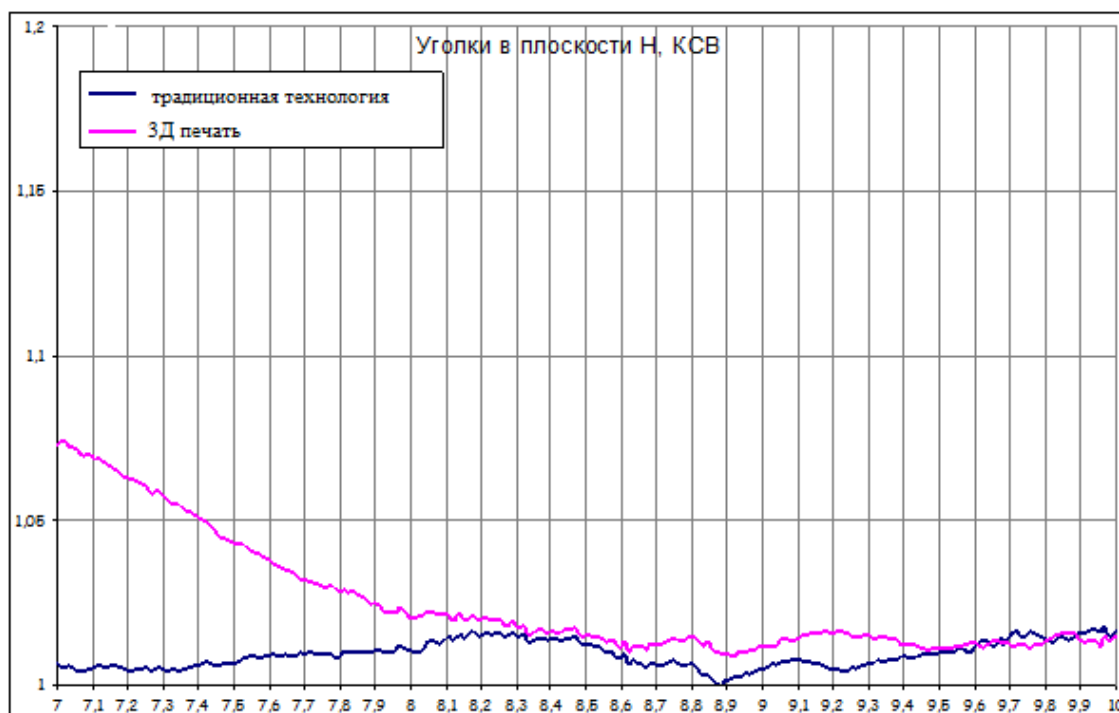


Рис. 5 – Частотная зависимость КСВ уголков, изогнутых в Н плоскости

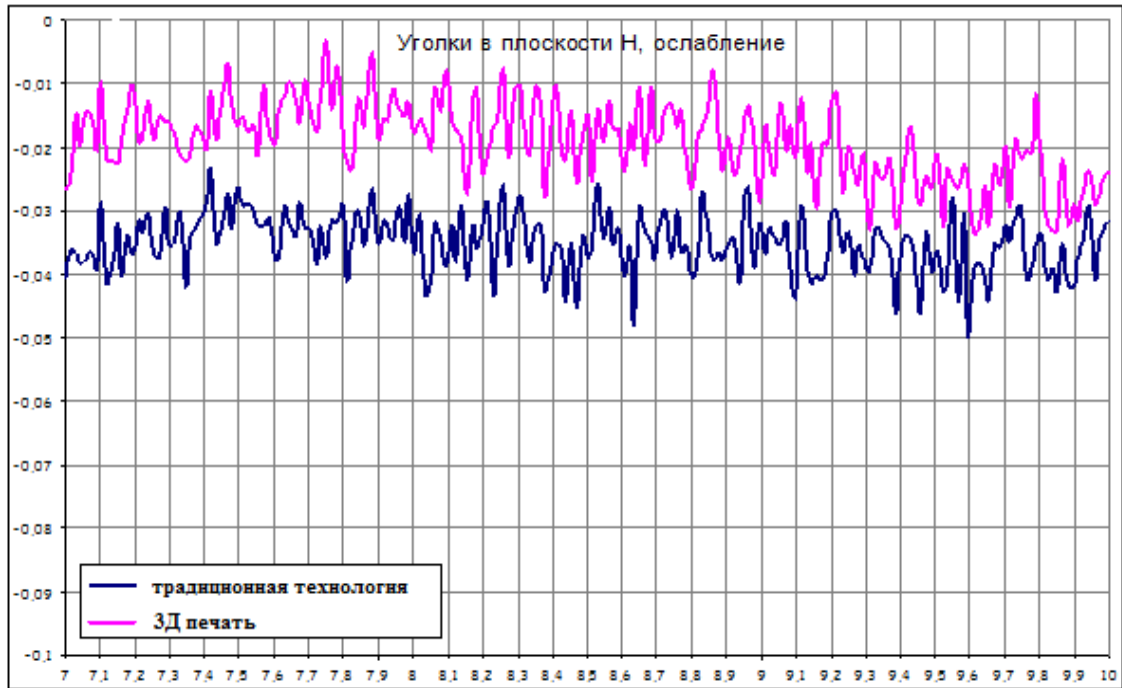


Рис. 6 – Частотная зависимость ослабления уголков, изогнутых в H плоскости

Результаты проверки радиотехнических параметров конической спиральной антенны приведены на рис. 7 и 8.

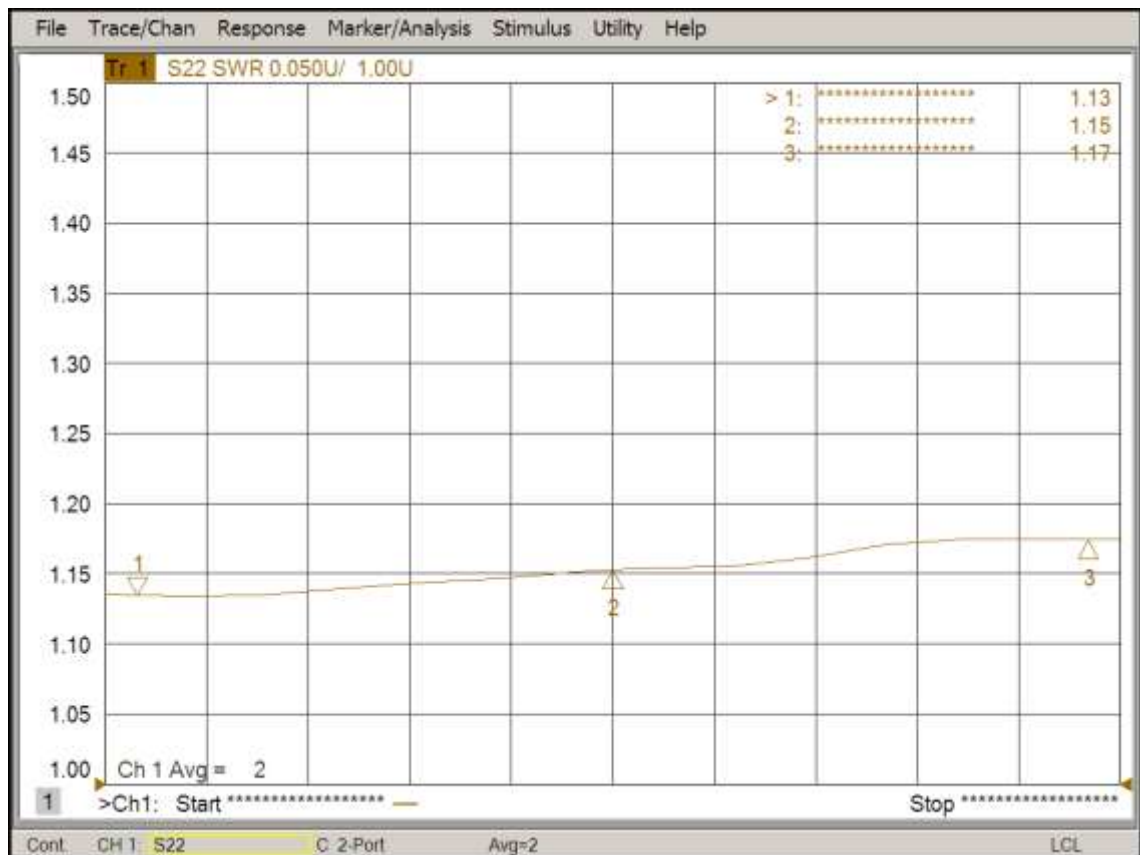


Рис. 7 – Частотная характеристика коэффициента стоячей волны

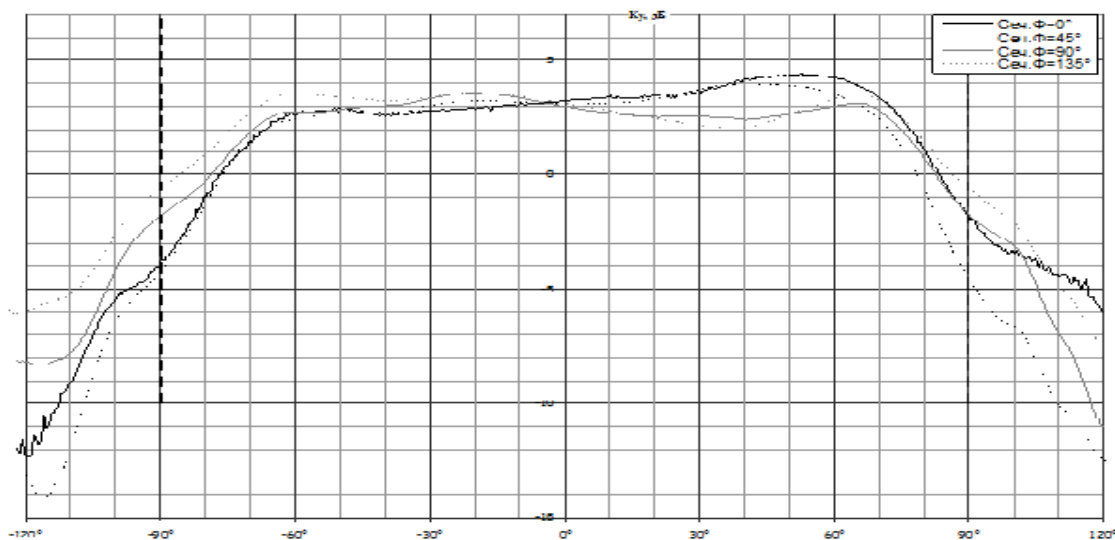


Рис. 8 – Диаграмма направленности

Выводы и рекомендации

Волноводные уголки, выполненные по технологии селективного лазерного сплавления, не уступают по радиотехническим параметрам уголкам, изготовленным по традиционным технологиям. Планируется проведение работ по оценке влияния шероховатости внутренних каналов волноводных уголков на радиотехнические параметры.

Проведенные испытания конической спиральной антенны на соответствие расчетным параметрам, показали приемлемые значения.

Внедрение технологии селективного лазерного сплавления позволяет обеспечить:

- снижение, более чем на 50% цикла, трудоемкости и стоимости изготовления элементов;
- снижение массы волноводных уголков до 50 %, антенны до 30%;
- значительное повышение температуры эксплуатации антенны;
- повышение качества изделий за счет стабильности геометрии конструкции и уменьшения влияния человеческого фактора в процессе изготовления изделий.

Для внедрения в производство космических аппаратов деталей, изготовленных по технологии селективного лазерного сплавления из

отечественного порошка необходимо провести работы по сертификации материала и по подтверждению технических характеристик изделий в условиях, имитирующих условия эксплуатации (доводочные испытания).

Литература:

1. Технологии аддитивного производства. М. изд. «ТЕХНОСФЕРА», 2016. Я. Гибсон, Д. Розен, Б. Стакер, пер. с англ. под ред. д.ф.-м.н., профессора И.В. Шишковского.
2. Каблов Е.Н. Аддитивные технологии - доминанта национальной технологической инициативы // Интеллект и технологии. 2015. №2 (11).
3. Неруш С.В. [Электронный ресурс]. - http://itp-forum.ru/conf2015/documents/Section_presentations/1_%D0%9D%D0%B5%D1%80%D1%83%D1%88_%D0%92%D0%98%D0%90%D0%9C.pdf.
4. Wohlers Report 2015 3D Printing an Additive Manufacturing State of the Industry Annual Worldwide Progress Report. 2015. Доступно: <http://goo.gl/5ac1d8>.
5. Зленко М.А., Нагайцев М.В., Довбыш В.М. Аддитивные технологии в машиностроении. Пособие для инженеров. — М.: ГНЦ РФ ФГУП «НАМИ» 2015. — 220 с
6. Ананьев А.И., Борщев Ю.П. и другие. Инновационные технологии – в космическую отрасль, Вестник НПО имени С.А. Лавочкина. 2017 № 4 (38).
7. Ананьев А.И., Борщев Ю.П. и другие. Микропористость сплава AlSi10Mg, полученного методом селективного лазерного сплавления. Технология машиностроения 2017 № 12.
8. Ананьев А.И., Борщев Ю.П. и другие. Исследование микроструктуры и свойств хромоникелевой стали 316 L, полученной методом селективного лазерного сплавления. Вестник НПО имени С.А. Лавочкина 2017 №3 (37).
9. Пригода Б.А. Котунько В.С. Антенны летательных аппаратов, Воениздат, М., 1979, стр.89, рис.4.11.

УДК 620.179.1

Неразрушающий контроль деталей, полученных методом селективного лазерного сплавления

Генералов А.С.¹, к.т.н.; Крупнина О.А.¹; Краснов И.С.¹;

Головков А.Н.¹; Шитиков В.С.¹

GeneralovAS.86@mail.ru

¹*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)*

Аннотация:

В докладе рассмотрены основные дефекты и методы неразрушающего контроля деталей, полученных по технологии селективного лазерного сплавления (СЛС). Показаны возможности и ограничения методов НК, реализуемых в ФГУП «ВИАМ», а также результаты проведенных исследований. Обозначены основные направления дальнейших исследований и разработок.

Ключевые слова:

аддитивные технологии, селективное лазерное сплавление, неразрушающий контроль, цифровая рентгенография, рентгеновская компьютерная томография, ультразвуковой контроль, капиллярный контроль, вихретоковый контроль.

Введение

Суть аддитивных технологий (АТ) заключается в соединении материалов для создания объектов из данных 3D-модели слой за слоем. Этим они отличаются от обычных субтрактивных технологий производства, подразумевающих получение конечного изделия путем удаления материала заготовки.

АТ классифицируют по используемым материалам, по источнику и методу подвода энергии для соединения частиц металлопорошковых композиций, по способу формирования слоя построения.

Для каждой категории характерен уникальный набор несплошностей или дефектов материала, отличающихся от тех, что появляются в процессе производства по традиционным технологиям, такими как сварка, штамповка или литье. Специалистам неразрушающего контроля (НК) необходимо знать о типах и особенностях несплошностей, которые могут возникать в процессе аддитивного производства (АП).

Сегодня, в частности, для производства изделий в авиационно-космической и в других отраслях промышленности широко используется технология селективного лазерного сплавления (СЛС), для которой типичными являются следующие дефекты [1]:

- 1) Внутренняя полость: несплошность, образованная задержанным газом, выделяющимся при кристаллизации, вследствие усадочных процессов или воздействия примесей и включений;
- 2) Пора: газовая или усадочная полость сферической или неправильной формы;
- 3) Несплавление: несплошности и пустоты в материале, содержащие внутри частицы порошка;
- 4) Трещина: нарушение сплошности, вызванное локальным разрывом в результате действия внутренних напряжений;
- 5) Включение: инородное вещество в основном металле изделия.

Причинами образования дефектов могут служить как нарушения режимов технологического процесса производства, так и другие.

Очевидно, что для обеспечения высокой надежности получаемых деталей, необходимо применять методы НК, для оценки их качества [2].

Какие методы НК наиболее адаптивны для изделий, изготовленных по АТ? Для обнаружения внутренних несплошностей, естественно, следует обратиться к традиционным рентгеновским и акустическим (ультразвуковым) методам, позволяющим обнаружить объемные, не выходящие на поверхность макродефекты. Для поверхностных дефектов, таких как смещение слоя, трещины, несплавления и пористость выходящие на поверхность детали, следует применять капиллярный и вихретоковый методы НК.

В настоящем докладе рассмотрены реализуемые в ФГУП «ВИАМ» методы НК, применяемые для деталей, полученных по АТ, их возможности, и полученные результаты.

Радиационный НК

Радиационный неразрушающий контроль (РК) традиционно широко применяют при контроле сварных и литых изделий. Несмотря на то, что металлические детали АП по своей сути являются многослойными сварными швами, для них характерен уникальный набор несплошностей или дефектов материала [3]. Специфика изделий АП накладывает определенные ограничения на информативность результатов РК по следующим причинам:

I. Изделия АП имеют сложную пространственную конфигурацию с резким изменением геометрии.

Обнаружение несплошностей при РК основано на ослаблении излучения материалом объекта контроля (ОК). Известно, что изменение радиационной толщины участка или зоны ОК, просвечиваемых за одну экспозицию, должно составлять не более 10% для пленочной радиографии. В таком случае, для большинства изделий АП, количество экспозиций на один

ОК может составлять несколько десятков. Частично эта проблема решается благодаря применению цифровой рентгенографии. Широкий динамический диапазон цифровых детекторов позволяет за одну экспозицию получать пригодный к расшифровке снимок ОК с существенным перепадом толщин (более 100%).

II. Изделия АП имеют высокую шероховатость поверхности.

Величина шероховатости сильно осложняет процесс расшифровки рентгенограмм, поскольку проекционное изображение шероховатой поверхности маскирует или имитирует изображения дефектов (рисунок 1).

III. Средний размер характерных для изделий АП несплошностей составляет сотые и десятые доли миллиметра.

Дефекты слоя, несплавления и микропористость создают крайне низкий радиационный контраст, что существенно осложняет их обнаружение при проекционной рентгенографии.

Несмотря на указанные ограничения, применение цифровой рентгенографии позволяет оценивать полноту удаления порошка из каналов, наличие включений и макронесплошностей, нарушений геометрии и т. д.

Рентгеновская компьютерная томография (РКТ) является одним из наиболее информативных и перспективных методов радиационного НК. Преимуществом трехмерного анализа в сравнении с двумерной проекционной радиографией, является возможность не только подтвердить наличие несплошностей, но также и локализовать их в объеме исследуемого объекта. РКТ является мощным инструментом при исследовании и НК деталей и изделий АП [4].

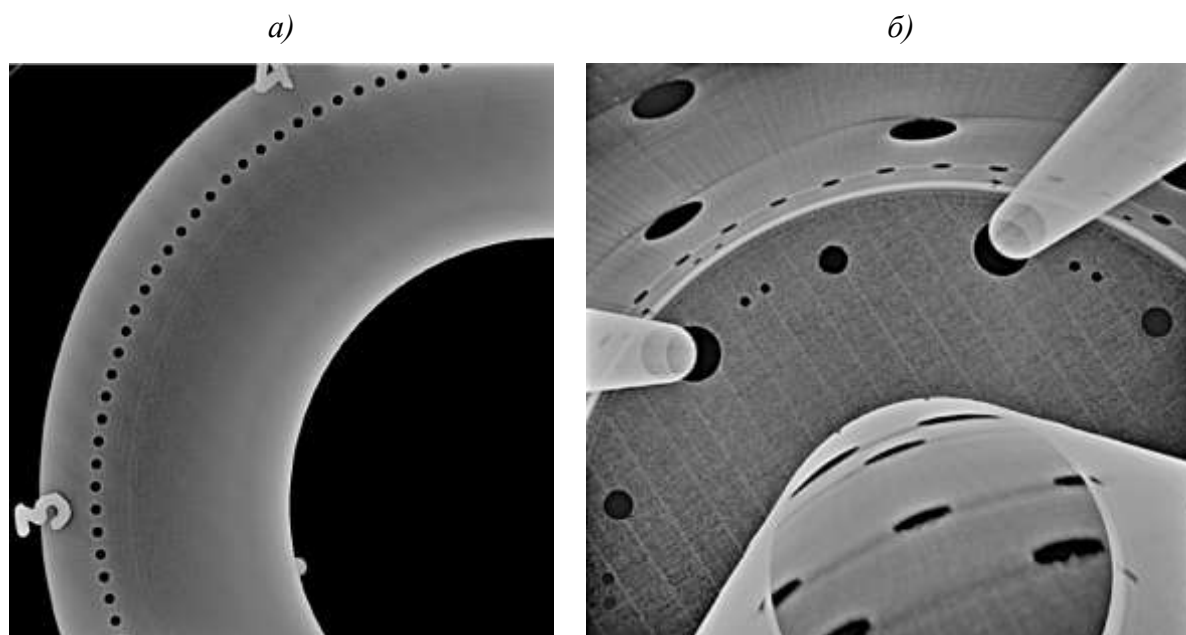


Рис. 1 – Цифровые рентгенограммы заготовок деталей, полученных методом АТ с высокой шероховатостью поверхности (*а* – заготовка детали фронтное устройство двигателя МГТД-125Э из сплава ВЖ159; *б* – заготовка детали жаровая труба двигателя МГТД-10 из сплава ВЖ159)

Как и любая технология, РКТ имеет свои особенности, обуславливающие наличие определенных погрешностей и ограничений. Основная задача томографии – восстановить внутреннюю структуру объекта по полученным проекционным данным. При решении такого рода задачи возникают трудности как технического, так и сугубо математического характера. Строго говоря, задача восстановления структуры (функции в пространстве) по ее отображению (проекционному изображению) является чисто математической, более того, относится к классу некорректно поставленных обратных задач. Это означает, что значение восстановленных данных имеет сильную зависимость от малейших изменений в отображении. Эти малые отклонения есть ничто иное, как шумы различной природы, которые способны породить артефакты в процессе реконструкции, что приводит к снижению точности и увеличению расхождения истинной величины от восстановленной.

Основными характеристиками РКТ, ограничивающими область ее применения при решении конкретных задач, являются пространственное и контрастное разрешение, а также отношение сигнала к шуму.

Особое внимание следует уделить понятию разрешающей способности томографической системы. По результатам проведения РКТ, информация о внутренней структуре ОК представляется в виде трехмерного массива, составленного из объемных элементов – вокселей (англ. voxel – volumetric pixel). В российской практике, пространственное разрешение томографических данных принято приравнивать к размеру вокселя, что не является корректным. Фактически, разрешение системы необходимо рассматривать с точки зрения функции передачи модуляции (англ. *MTF – modulation-transfer function*) или частотно-контрастной характеристики системы (ЧКХ), которую можно определить в соответствии с *ASTM E1441* [5]. ЧКХ характеризует способность системы передавать контраст объекта при изображении структур различной частоты.

Данная характеристика, помимо возможности обнаружения дефектов малых размеров, накладывает ограничения на точность измерения обнаруженной несплошности, если один из ее размеров меньше величины нерезкости. На рисунке 2 представлено сравнение данных РКТ и растровой электронной микроскопии (РЭМ). На томограмме объекта обнаружена несплошность с раскрытием 70 мкм. Однако, при верификации методом РЭМ, установлено, что раскрытие данного дефекта составляет лишь 9 мкм. Очевидно, что детектируемый элемент внутренней структуры не может быть отображен меньше размера вокселя. Несмотря на то, что размер вокселя томограммы объекта, представленного на рисунке 2, составил 28 мкм, нерезкость проекционных снимков составила 57 мкм, что в конечном итоге привело к полученному результату. Настоящий пример показывает, что для корректного количественного анализа низкоконтрастных дефектов или

несплошностей малых размеров необходима разработка методики оценки или корректировки томографических данных, учитывающая ЧКХ системы.

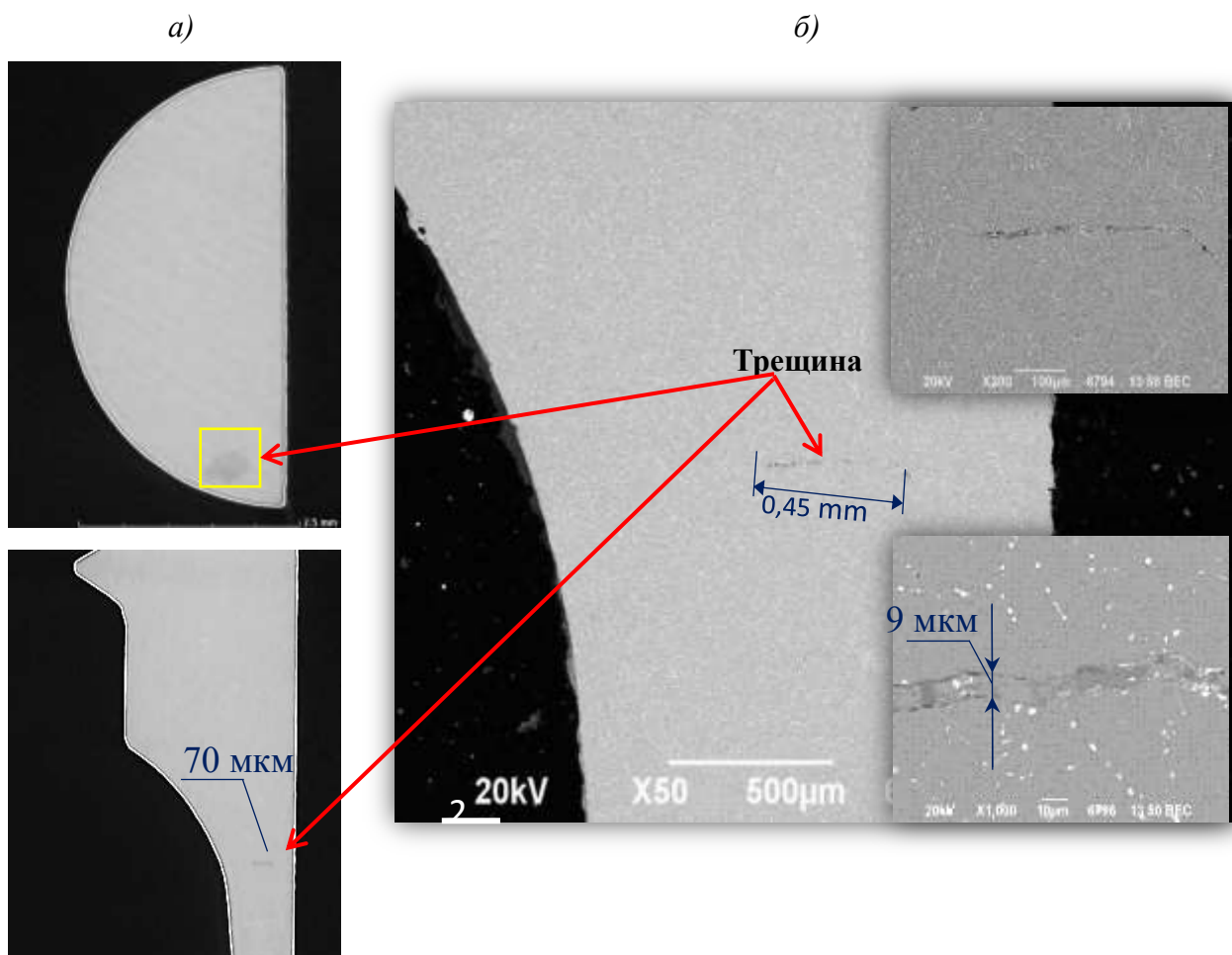


Рис. 2 – Верификация трещины, обнаруженной по результатам РКТ на образце, синтезированном методом СЛС, методом РЭМ (*а* – томографические срезы образца, содержащего несплошность; *б* – результаты исследования образца методом РЭМ)

Помимо ограничений, обусловленных разрешающей способностью томографической системой, при контроле деталей и изделий из сплавов с высоким коэффициентом ослабления излучения (сплавы на основе Fe, Ni, Co и т. д.) и сложной геометрией, основными мешающими факторами становятся артефакты и шумы. Методика получения качественной томограммы для таких деталей является сложной комплексной задачей, которая на настоящей момент разрешима только по результатам практических исследований.

Несмотря на существующие ограничения, ряд задач по неразрушающему контролю и обработке технологии синтеза деталей АП, выполнимы только с применением РКТ. К таким задачам можно отнести контроль геометрии и размеров изделий со сложной внутренней конфигурацией и каналами, обнаружение несплошностей в объектах или участках ОК, являющихся неконтролепригодными с точки зрения традиционных методов НК, а также визуализация распределения несплошностей при обработке режимов синтеза.

РКТ является необходимым инструментом на стадии обработки режимов синтеза изделий АП. Достоверное обнаружение несплавлений, микропористости, трещин с малым раскрытием, возможно в случае, когда характеристики томографической системы и методика исследований позволяют достичь требуемых контрастного и пространственного разрешения.

Ультразвуковой НК

Ультразвуковой неразрушающий контроль (УЗК) является одним из ведущих методов контроля и диагностики деталей и изделий. Для повышения производительности, исключения человеческого фактора, повышения достоверности контроля [6], и получения объективного документа о результатах контроля применяются ультразвуковые автоматизированные иммерсионные системы.

Иммерсионный автоматизированный УЗК отличается от контактного тем, что ультразвуковые колебания вводятся в объект контроля через толстый слой иммерсионной жидкости. В процессе контроля применяются фокусированные преобразователи, которые позволяют перемещать по глубине объекта исследований фокальную зону, обладающую наименьшим объемом импульса, но при этом обладающую наибольшей интенсивностью, что дает возможность повысить чувствительность контроля.

Основным преимуществом ультразвукового метода, по сравнению с РКТ, является высокая производительность, однако специфика деталей АП накладывает существенные ограничения в применимости метода. Главное из них – форма детали. АТ позволяют изготавливать детали сложной конфигурации, с множеством стенок, внутренних каналов, отверстий. Для ввода ультразвуковых колебаний в ОК необходим свободный доступ к поверхности изделия, что для большинства деталей со сложной внутренней структурой не реализуемо. Вследствие этого, целесообразным является проведение контроля с внешних поверхностей простой формы, например цилиндрических или конических, что в свою очередь приводит к уменьшению объема проконтролированного материала. Следует отметить, что современное оборудование для автоматизированного иммерсионного УЗК, например ScanMaster LS500-LP со специализированным 3D-модулем, позволяет создавать программы сканирования поверхностей любой формы, что, тем не менее, не позволяет проводить контроль 100% объема материала ОК. В то же время большинство поверхностей сложной формы в деталях АП не подвергаются обработке, что подводит ко второй проблеме применимости метода – шероховатости поверхности.

При УЗК, шероховатость поверхности напрямую влияет на максимально достижимую чувствительность контроля, а также на величины неконтролируемых зон около поверхностей ввода и донной поверхности. В то же время, для деталей с малыми толщинами стенки (1–2 мм), возможным способом контроля является применение поверхностных волн [7], которые очень чувствительны к изменению толщины ОК. В силу специфики процесса синтеза, стенки могут иметь шероховатость, сравнимую с толщиной, из-за чего в большинстве случаев для тонкостенных деталей ультразвуковой контроль не применим.

Также, применение УЗК для деталей и изделий АП ограничивает сильная анизотропия свойств и структура материала, близкая к литейной, до

термообработки и горячего изостатического прессования. Вследствие этого, рекомендуется проводить УЗК после указанных технологических операций, если они предусмотрены техпроцессом.

Несмотря на существующие недостатки, применение УЗК позволяет надежно выявлять в деталях, полученных по АТ, типичные дефекты – несплавления, включения, трещины. Максимальная чувствительность контроля в зависимости от характеристик детали эквивалентна выявлению плоскодонного отражателя диаметром до 0,8 мм.

Капиллярный НК

Капиллярный метод НК наиболее распространен в производстве ответственных изделий и предназначен для обнаружения поверхностных дефектов типа несплошности материала, не видимых или слабо видимых невооруженным глазом. Высокая чувствительность метода дает возможность находить трещины с шириной раскрытия у выхода на поверхность не более 0,001 мм, глубиной не более 0,01 мм и длиной более 0,1 мм.

Сущность метода заключается в том, что при контроле на деталь наносят специальную смачивающую жидкость (проникающую жидкость, индикаторный пенетрант), которая под действием капиллярных сил заполняет полости поверхностных дефектов. Дефекты выявляют, обнаруживая, жидкость, оставшуюся в их полостях после удаления ее с поверхности при помощи нанесенного проявителя. Он поглощает жидкость, образуя индикаторный рисунок, а также создает фон, улучшающий видимость рисунка. Индикаторные рисунки, образующиеся при контроле, обладают способностью люминесцировать в ультрафиолетовых лучах, либо имеют окраску, вызываемую избирательным поглощением (отражением) части падающих на них световых лучей, поэтому рисунок обнаружить легче, чем сам дефект, и тем легче, чем шире индикаторная линия и выше ее контраст с фоном.

Наличие рисунка не только свидетельствует о существовании дефекта, но также указывает место его нахождения, форму или протяженность по поверхности детали.

Для повышения качества и технического уровня контроля новых изделий, изготовленных с применением АТ, необходимо применение современных дефектоскопических материалов [8], обладающих минимальной коррозионной активностью и отработка технологий НК, учитывающих особенности образования дефектов деталей в конструкциях и деталях сложной конфигурации.

Основным показателем качества контроля является чувствительность. В капиллярном НК под чувствительностью понимают минимальный размер выявляемого дефекта. Чувствительность контроля главным образом зависит от качества и чувствительности дефектоскопических материалов, чистоты обработки контролируемой поверхности, условий контроля.

Уровень чувствительности дефектоскопических материалов выбирается для каждого ОК отдельно, в зависимости от требований технологической документации на него с учетом чистоты обработки контролируемой поверхности.

В соответствии с ОСТ 1 90282 «Качество продукции. Неразрушающий контроль. Капиллярные методы» чувствительность наборов дефектоскопических материалов характеризуется четырьмя уровнями:

- I уровень чувствительности – особо высокий (мин. ширина раскрытия дефекта менее 1 мкм);
- II уровень чувствительности – высокий (мин. ширина раскрытия дефекта 1–2 мкм);
- II средний уровень чувствительности (мин. ширина раскрытия дефекта 3–5 мкм);
- III и IV уровень чувствительности – пониженный (мин. ширина раскрытия дефекта 10 мкм и более).

Особенностью деталей изготавливаемых с применением АП является высокая шероховатость поверхности, что делает невозможным проведение капиллярного контроля с применением набора с I уровнем чувствительности из-за образования избыточного фона на контролируемой поверхности и маскировке дефектов (Рисунок 3).

Для исследования поверхности деталей с повышенной шероховатостью на предмет выявления дефектов типа поверхностных несплошностей материала наиболее приемлем набор дефектоскопических материалов со II (средним) уровнем чувствительности по ОСТ 1 90282, обеспечивающим выявление дефектов с минимальной шириной раскрытия 3–5 мкм и более. Данный набор позволяет выявлять все поверхностные несплошности, которые могут возникать при производстве деталей с использованием аддитивных технологий: поверхностные поры, трещины, несплавления и др. (Рисунок 4).

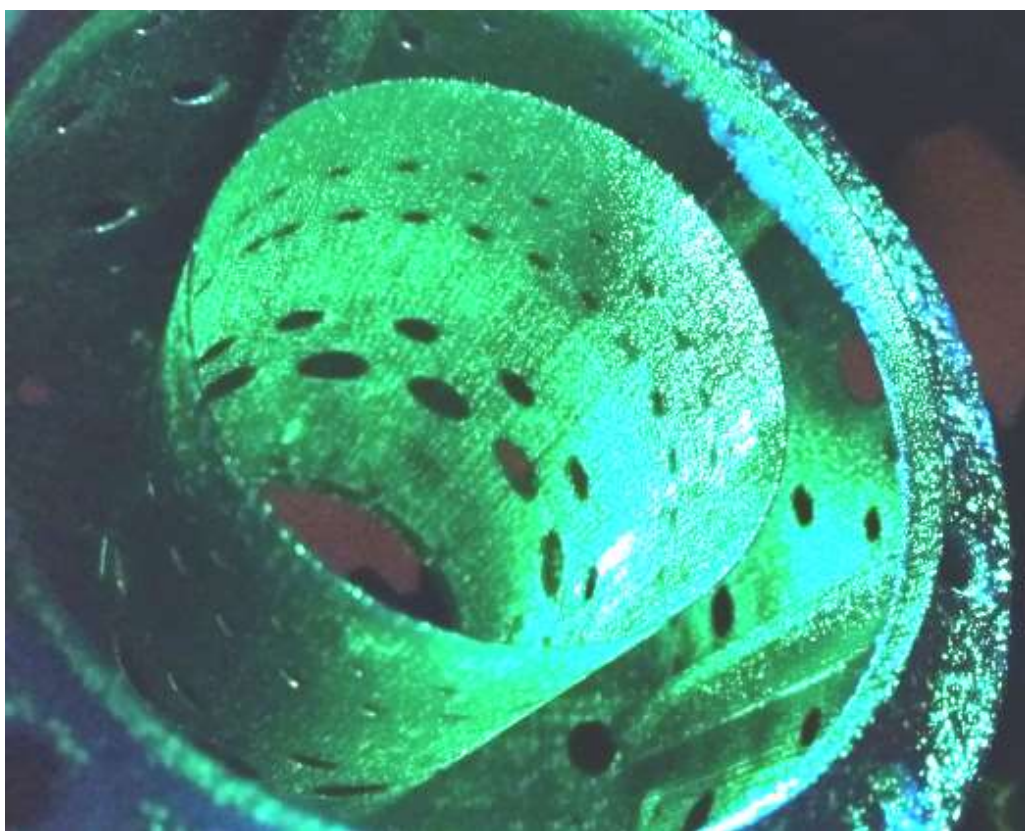


Рис. 3 – Результаты контроля жаровой трубы набором дефектоскопических материалов с I уровнем чувствительности

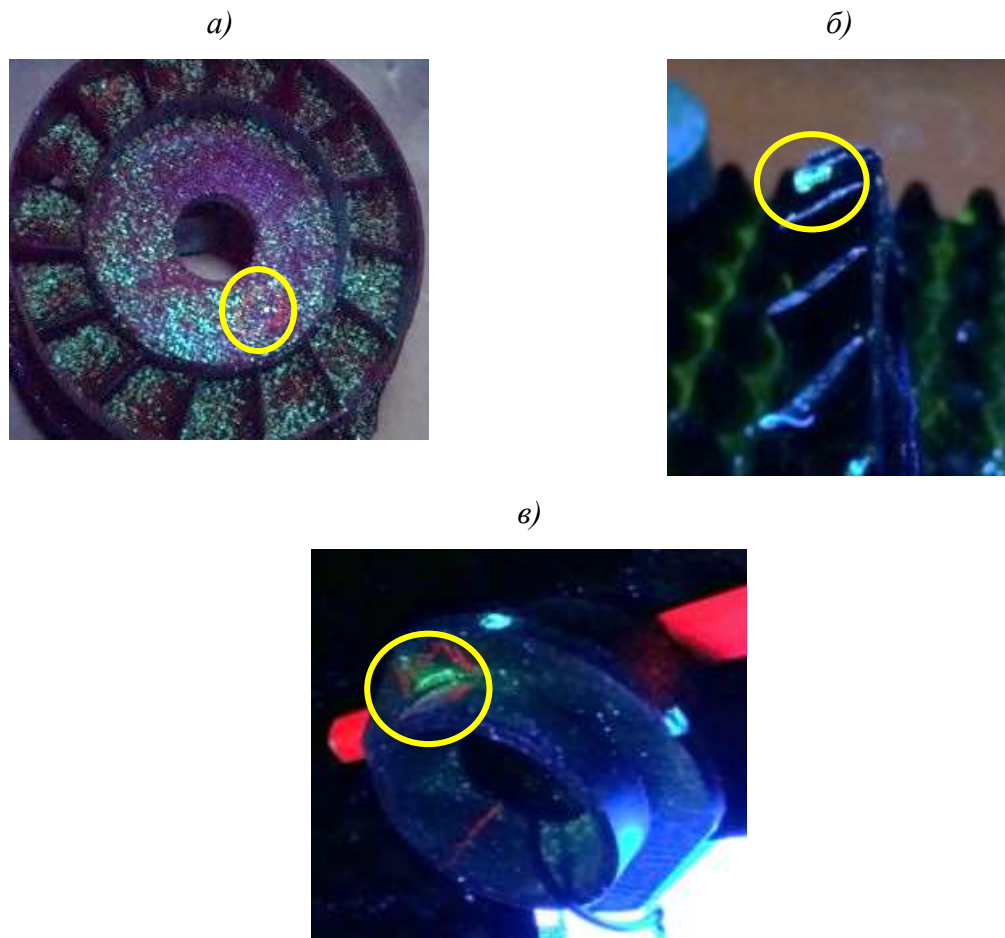


Рис. 4 – Дефекты, обнаруженные при капиллярном контроле деталей изготовленных АТ с применением набора дефектоскопических материалов ЛЮМ 35-С (а - дефект типа пора, б - дефект типа несплавление, в - дефект типа трещина)

Вихретоковый НК

Также, для контроля деталей изготовленных с помощью АТ возможно применение вихретокового метода контроля [9]. В основе данного метода НК лежит зависимость величины и распределения вихревых токов в ОК от его геометрических, электромагнитных (и связанных с ними) параметров, а также наличия несплошностей в материале ОК.

Вихретоковый метод контроля позволяет обнаруживать дефекты в виде трещин и непропаев, контролировать структурное состояние материала после операций термической или механической обработки, проводить оценку физико-механических свойств и напряженно-деформированного состояния.

Для деталей, выполненных с помощью АТ, характерна сложная

геометрия, что затрудняет применение вихретокового метода для дефектоскопии. Частично эта проблема может быть решена использованием матричных вихретоковых преобразователей или автоматизацией контроля. Также применение вихретокового метода может быть оправдано для контроля внутренних стенок и отверстий детали на наличие непропаев и трещин в случае, если контроль другими методами неэффективен.

Многие важные свойства материала детали связаны с его удельной электрической проводимостью, что позволяет, измеряя проводимость вихретоковым методом, производить косвенную оценку интересующих свойств ОК. Например, возможен контроль качества термообработки детали или контроль поверхности на наличие прижогов после механической обработки.

Заключение

Первоочередной задачей обеспечения безопасности эксплуатации изделий, изготовленных по АТ, является разработка и утверждение перечня методов и адаптированных для деталей АП методик и процедур НК, включающих в себя различные комбинации методов, для обеспечения 100% контроля детали.

На текущий момент, технологии АП только начали развиваться, а вместе с развитием и совершенствованием технологий производства деталей, должны совершенствоваться и методы НК. Для адаптации существующих и разработки новых методик НК, необходимо проведение теоретических и экспериментальных исследований, создание комплектов образцов, содержащих характерные для этой технологии реальные дефекты, образцов с искусственными дефектами, обеспечивающих настройку оборудования на оптимальный режим контроля.

Литература

1. Алёшин Н.П., Мурашов В.В., Щипаков Н.А. и др. Классификация дефектов металлических материалов, синтезированных методом селективного лазерного сплавления, и возможности методов неразрушающего контроля для их обнаружения // Дефектоскопия. 2016. №1. С. 48–55.
2. J.M. Waller, B.H. Parker, K.L. Hodges, E.R. Burke, J.L. Walker, and E.R. Generazio, NASA Technical Memorandum-NASA/TM—2014–218560-Nondestructive Evaluation of Additive Manufacturing State-of-the-Discipline Report Prepared for (Hampton, 2014).
3. M. Waller, B.H. Parker, K.L. Hodges, E.R. Burke, J.L. Walker, and E.R. Generazio, NASA Technical Memorandum-NASA/TM—2014–218560-Nondestructive Evaluation of Additive Manufacturing State-of-the-Discipline Report Prepared for (Hampton, 2014).
4. Thompson Adam, Maskery Ian, Leach Richard K. X-ray computed tomography for additive manufacturing: a review // Measurement Science and Technology, 27 (7). 072001/1-072001/17. ISSN 1361-6501. 2016.
5. ASTM E1441 — Guide for Computed Tomography (CT) Imaging.
6. Ложкова Д.С. Оценка достоверности автоматизированного ультразвукового контроля полуфабрикатов основных деталей ГТД из титанового сплава с использованием математического моделирования // Контроль. Диагностика, 2017. №12. С.54-63. DOI: 10.14489/td.2017.12.pp.054–063.
7. Алёшин Н.П., Григорьев М.В., Щипаков Н.А. и др. О возможности применения поверхностных и головных ультразвуковых волн при неразрушающем контроле качества изделий аддитивного производства // Дефектоскопия. 2017. №12. С. 16–23.
8. Куличкова С.И., Головков А.Н., Кудинов И.И., Лаптев А.С. Современные дефектоскопические материалы, оборудование и

автоматизация процесса капиллярного неразрушающего контроля //Контроль. Диагностика, 2019 №2. С. 52–57.

9. Du Wei, Bai Qian, Wang Yibo, Zhang Bi. Eddy current detection of subsurface defects for additive/subtractive hybrid manufacturing // The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2017. DOI:10.1007/s00170-017-1354-2.

УДК 669

Обработки и синтез порошковых материалов для аддитивного производства в индуктивно-связанной плазме

Гильмутдинов А.Х.¹, д.ф.-м.н.; Нагулин К.Ю.¹, д.т.н.;
Цивильский И.В.¹, к.т.н.; Назаров Р.Р.¹

albert.gilmutdinov@kai.ru; knagulin@mail.ru; icivv@mail.ru;
nazarov.ramis@ya.ru

¹*Казанский национальный исследовательский технический университет им. А.Н. Туполева – КАИ*

Аннотация:

Статья посвящена актуальной на сегодняшний день проблеме повышения качества порошковых материалов и создания новых порошковых композиций для аддитивного производства с применением индуктивно-связанной плазмы.

Ключевые слова:

индуктивно-связанная плазма, сфероидизация порошков, математическое моделирование.

Введение

Одной из ключевых составляющих аддитивного производства (АП) являются исходные порошковые материалы, используемые при построении изделия. Их физико-химические свойства, морфология и гранулометрический состав в большинстве случаев определяют характеристики конечного изделия. Так сложилось, что многие годы основными поставщиками высококачественных порошковых материалов для АП были зарубежные компании. С активным развитием и внедрением АП в отечественной промышленности возникла насущная необходимость организации производства требуемых порошковых материалов в России. Производимые отечественной промышленностью порошковые материалы не всегда удовлетворяют жестким требованиям АП к морфологии, пористости, гранулометрическому составу и ассортименту порошковых материалов. Благодаря усилиям ФГУП ВИАМ ассортимент сертифицированных отечественных порошковых материалов непрерывно расширяется и постепенно происходит замещение импортных порошков отечественными аналогами. Однако, существующие технологии массового производства отечественных порошковых материалов, такие как газовая атомизация, не всегда способны обеспечить соответствие порошков требованиям АП, особенно по морфологии частиц и пористости. Также открытым остается вопрос синтеза структурно-градиентных порошков, применение которых позволит создавать изделия с уникальными свойствами.

Для повышения качества порошковых материалов, синтезированных традиционными методами, наиболее применяют обработку порошка в индуктивно-связанной плазме (ИСП). Благодаря высокой температуре плазменного факела, его химической чистоте и возможности реализации различных газофазных физико-химических реакций, этот метод наиболее оптимален для модификации порошковых материалов [1].

Методы исследования

Процессы, протекающие в ИСП плазматроне, достаточно сложные и динамичные во времени, поэтому для лучшего понимания этих процессов, а также для предсказания результатов плазменной обработки порошковых материалов была разработана полная математическая модель плазмохимического реактора, учитывающая динамику газопорошковых потоков, нагрев плазма и частиц, фазовые превращения частиц по мере их прохождения через реактор [2].

Результаты расчетов экспериментально верифицировались на лабораторной установке для плазменной обработки порошков с применением методов оптической диагностики [3]. Контроль параметров исходной шихты и конечного порошкового продукта осуществлялся методами оптической (микроскоп Axio Imager фирмы Carl Zeis) и электронной (рабочая станция Auriga CrossBeam фирмы Carl Zeiss) микроскопии, фракционный состав исследовался с использованием лазерного дифракционного анализатора Mastersizer 3000 (Malvern). Элементный химический поверхности и среза частиц порошка определяли с применением приставки к электронному микроскопу для локального рентгеноспектрального энергодисперсионного микроанализа INCA X-Max (Oxford, Великобритания). Треки частиц порошка в плазматроне при различных режимах его работы визуализировали с использованием скоростной видеокамеры НХ-4 Memrecam (Nac, США) с пространственным разрешением 1280×960 пикселей и скоростью до 6000 к/с. Плазменную обработку порошка проводили в атмосфере аргона (99,998% чистоты). В качестве исходных материалов применяли коммерческие порошки, полученные методами пневматической атомизации, размола и восстановления.

Экспериментальная часть

С целью лучшего понимания физико-химических процессов в технологической индуктивно-связанной плазме разработана самосогласованная трёхмерная нестационарная модель плазмохимического

реактора на основе индуктивно-связанной плазмы для сфероидизации и химического синтеза порошковых материалов для аддитивного производства, которая учитывает динамику, обмен энергией и фазовые переходы частиц металлического порошка.

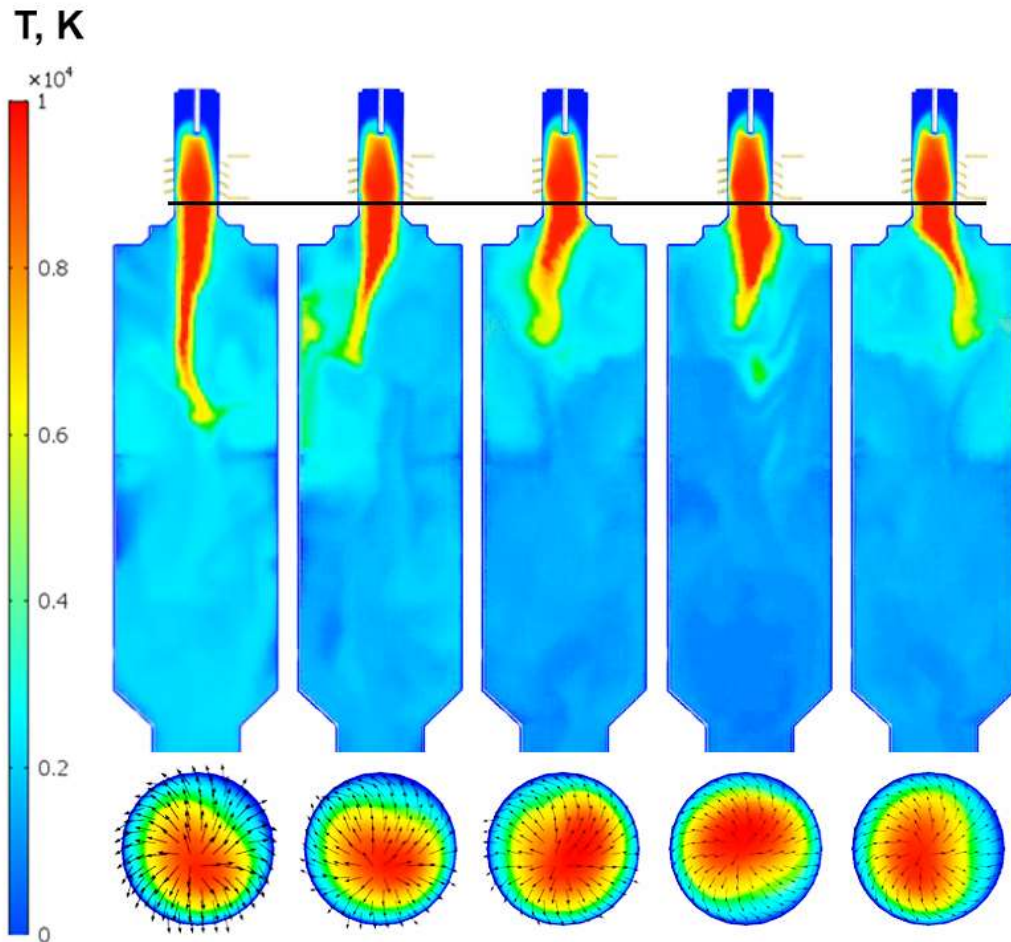


Рис. 1 – Температура плазмы в продольном (вверху) и поперечном срезях (внизу). Линия поперечного разреза показана сплошным черным цветом. Время между кадрами – 25 мс. Стрелками показано направление течения газа в поперечном срезе

Модель сформулирована в приближении квазинейтральности (среднее по объему число электронов равно числу ионов), и включает в себя влияние как тангенциальной, так и осевой составляющих электрического тока в индукторе, позволяя вычислять тангенциальную составляющую силы Лоренца в плазме. Именно сила Лоренца приводит к вращению плазменного сгустка вокруг своей оси даже в отсутствие изначальной закрутки потока охлаждающего газа (Рис. 1). Период вращения – около 130 миллисекунд.

Электромагнитные силы приводят не только к закручиванию плазмы, но и существенно влияют на траектории впрыснутого порошкового материала (Рис. 2). Для оптимизации системы впрыска частиц порошка в плазмотрон был смоделирован ряд случаев при различном местоположении центральной трубки.

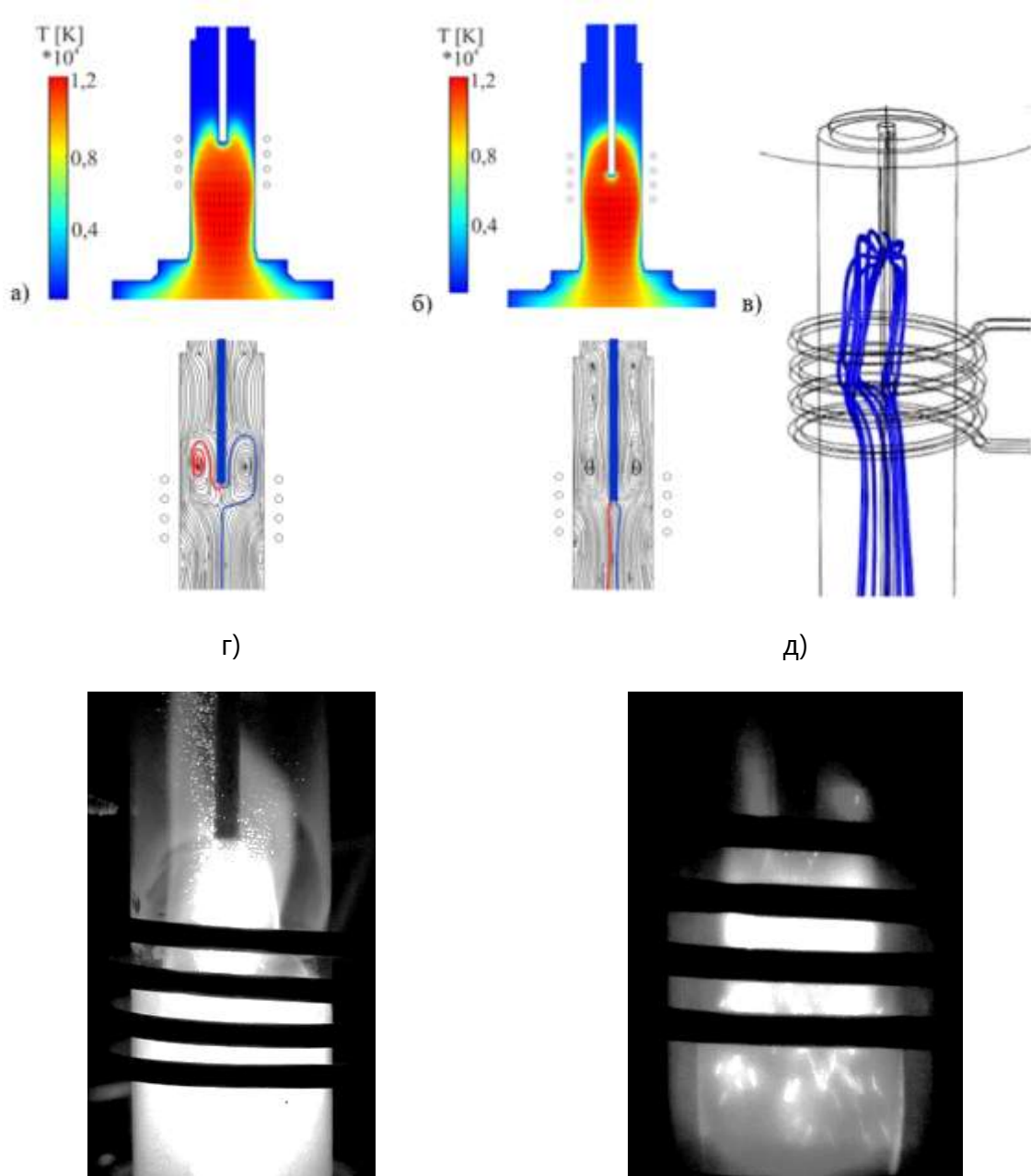


Рис. 2 – Усредненные за период вращения температуры (вверху) и линии тока (внизу) в продольном срезе при смещении центральной трубки на 1 (а) и 2 витка индуктора (б). в) Трехмерные траектории частиц порошка в момент времени 7 с после поджига плазмы. Изображение плазменного факела и порошковой струи для случаев расположения трубки питателя выше (г) и ниже (д) верхней границы индуктора

Вихри, создаваемые силой Лоренца, могут задерживать некоторые частицы порошка (Рис. 2а, красная траектория) и тем самым не позволяют им достигнуть конденсационной камеры.

Рециркуляция частиц в вихрях, вызванных силой Лоренца, происходит в области локализации плазмы – поэтому часть гранул будет испаряться и осаждаться на стенках горелки, что может приводить к нежелательным потерям порошкового материала. Сила Лоренца сжимает плазму в области расположения катушки индуктора и максимальна в ее центре (посередине) – поэтому целесообразно вводить центральную трубку ниже верхней границы индуктора (Рис. 2 б). В этом случае вихри не препятствуют прохождению порошка сквозь плазму, но на центральную трубочку оказывается гораздо более интенсивное температурное воздействие.

Результаты моделирования были экспериментально верифицированы – высокоскоростная визуализация изображения плазменного факела со стороны оси плазматрона подтвердила сам факт и значение частоты вращения плазмы. Видеорегистрация с фронтальной стороны плазматрона при различной глубине погружения трубки питателя, через которую подается исходный материал в плазму подтвердили наличие вихревой зоны (рис. 2 г), в которой частицы порошка движутся вверх против течения плазмообразующего газа. При большей глубине погружения трубки питателя (рис. 2 д) порошок проходит напрямую через высокотемпературную зону и далее поступает в конденсационную камеру.

Были проведены эксперименты по обработке в ИСП порошков металлов и сплавов, полученных методом пневматической атомизации (жаропрочный сплав на никелевой основе Инконель 718), методом восстановления (порошок титана ПТОМ-1), керамических порошков диоксида циркония, оксида алюминия после размола. На рис.3 приведены изображения частиц исходного порошка Инконель 718(а) и их поперечного

сечения в шлифе (б), полученные на сканирующем электронном микроскопе (СЕМ).

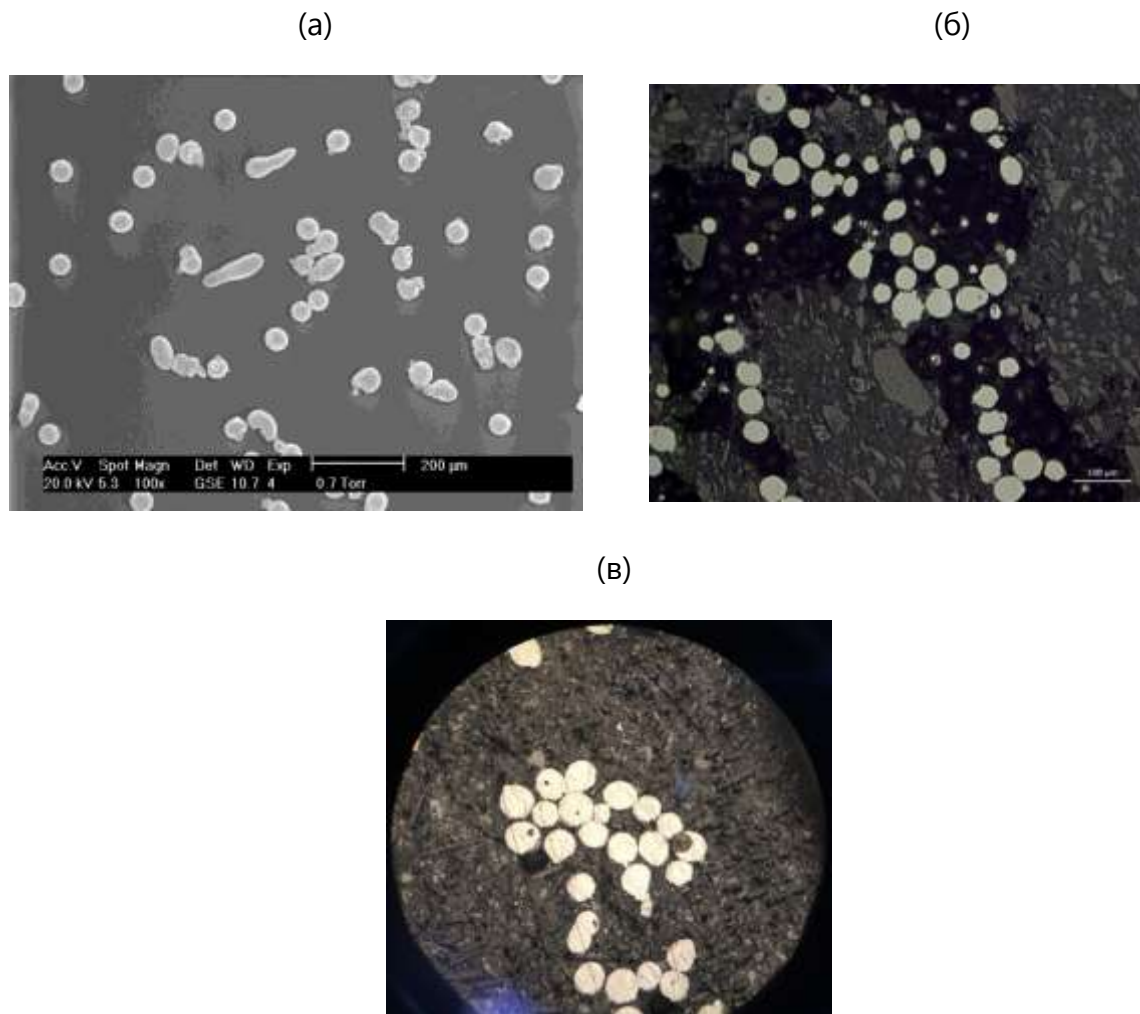
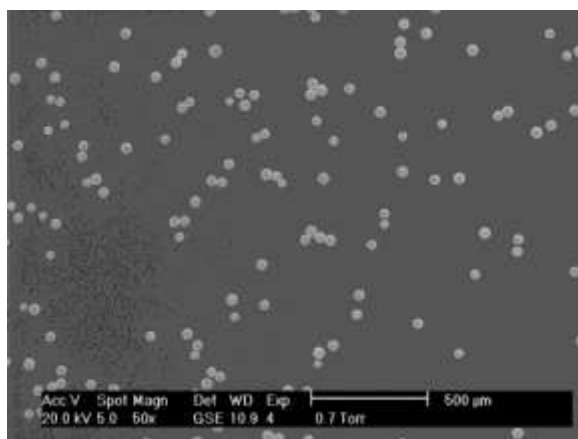


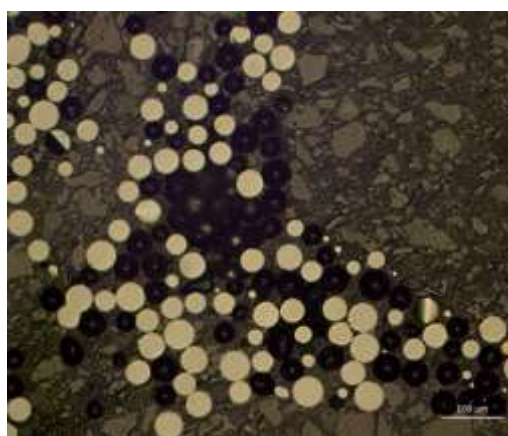
Рис. 3 – Изображения частиц исходного порошка Инконель 718 (а) и их поперечного сечения в шлифе (б), полученные на сканирующем электронном и оптическом микроскопе. Изображение шлифа частиц с газовыми порами, полученное в оптическом микроскопе (в)

Видно, что присутствуют частицы удлиненной формы, а также с сателлитами, характерными для метода газовой атомизации. В процессе распыления внутри частиц порошка могут формироваться газовые поры (рис.3 в), которые впоследствии переходят в структуру выращиваемого 3D-машиной изделия [4]. Поэтому дегазация порошка также является актуальной задачей.

(а)



(б)



(в)

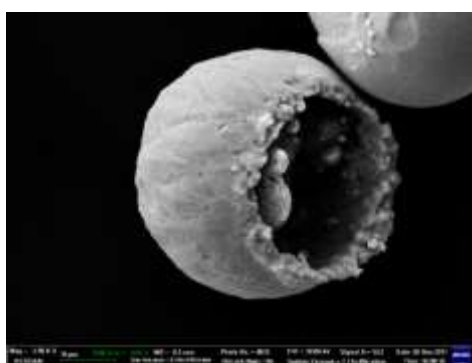


Рис. 4 – Изображения частиц обработанного в плазме порошка Инконель 718 (а) и их поперечного сечения в шлифе (б), полученные на сканирующем электронном и оптическом микроскопе. Изображение частицы с открытой в плазме газовой порой (в)

После обработки такого порошка в плазме (рис.4 а, б) его частицы приобретают преимущественно сферичную форму. В процессе нагрева частицы в плазменном факеле давление газа во внутренней полости повышается, и пора вскрывается (рис.4 в). Проходя далее через горячую зону потока плазмы, дегазированная частица расплавляется и приобретает сферичную форму.

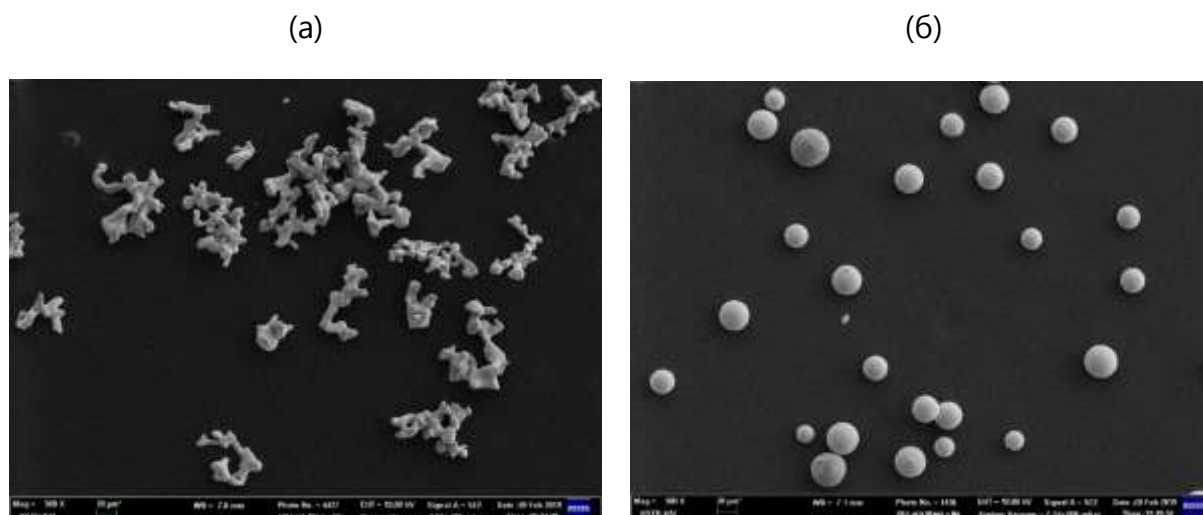


Рис. 5 – Изображения частиц порошка титана, полученные на электронном микроскопе, до (а) и после (б) их обработки в ИСП

Рассмотрим далее процесс сфероидизации в ИСП порошка титана ПТОМ-1 (ОАО Полема, Россия). Порошок титана, полученный методом восстановления, имеет форму крайне далекую от сферичности (рис.5 а) и поэтому не может быть использован в аддитивных технологиях. После обработки порошка в ИСП частицы приобретают сферичную форму и такой порошок может использоваться как в технологии прямого нанесения металла (DMD), так и для селективного лазерного спекания (SLM).

Выводы и рекомендации

Результаты проведенных исследований показали, что обработка порошков в потоке ИСП позволяет не только существенно повысить их качество, но и создавать структурно-градиентные порошковые материалы. Установлено, что в ИСП возможна высококачественная сфероидизация порошков как металлических сплавов, так и тугоплавкой керамики. Для повышения эффективности плазменной обработки необходимо проводить численную оптимизацию плазмохимического реактора с применением разработанной в лаборатории математической модели.

Рекомендована плазменная обработка коммерческих порошков низшей и средней ценовой категории перед их использованием для аддитивного

производства. Это не только повысит качество конечного продукта, но и предотвратит повреждение аддитивной машины.

Благодарности

Исследования выполнены при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (государственный контракт №14.Z50.31.0023 и 9.3236.2017/4.6) и Российского фонда фундаментальных исследований совместно с Академией наук Республики Татарстан (договор №18-42-160015\18)

Литература

1. Boulos M. Thermal Plasma Processing // IEEE Transactions on Plasma Science 1991, V.19, N.6, P.1078-1089.
2. Voronov M.V. Force-based analysis of vortices in atmospheric pressure ICPs / Voronov M.V., Tzivilsky I.V., Nazarov R., Nagulin K.Yu., Gilmutdinov A.Kh. // Plasma Sources Sci. Technol. - 2018, V.27, P.125005 DOI: 10.1088/1361-6595/aaef1c
3. Nagulin, K. Yu. Three-dimensional modeling and schlieren visualization of pure Ar plasma flow in inductively coupled plasma torches / K. Yu. Nagulin, D. Sh. Akhmetshin a, A. Kh. Gilmutdinov and R. A. Ibragimov // J. Anal. At. Spectrom. – 2015.- V.30.- P.360-367.
4. Zhong C. A comparative study of Inconel 718 formed by High Deposition Rate Laser Metal Deposition with GA powder and PREP powder / C. Zhong, J. Chen, S. Linnenbrink, A. Gasser, S. Sui, R. Poprawe // Materials and Design, 2016, V.107, P.386–392.

УДК 691.175.2

Исследование влияния трения на структуру и состав приповерхностных слоев СВМПЭ с квазикристаллическим наполнителем Al-Cu-Fe методами рентгеновской дифракции, ИК- и КР-спектроскопии

Головкова Е.А.¹; Цетлин М.Б.¹, к.ф.-м.н.; Теплов А.А.¹, к.ф.-м.н.; Белоусов С.И.¹, к.х.н.; Малахов С.Н.¹, к. х. н.; Стрельцов Д.Р.¹, к.ф.-м.н.

eagolovkova@gmail.com; mbtsetlin@mail.ru; ateplo@mail.ru;
serbell@gmail.com; s.malakhov@mail.ru; streltsov.dmitry@gmail.com.

¹НИИ «Курчатовский институт»

Аннотация:

Приготовлены композитные образцы на основе сверхвысокомолекулярного полиэтилена (СВМПЭ) с квазикристаллическим наполнителем Al-Cu-Fe разной концентрации. Методами рентгеновской дифракции, инфракрасной спектроскопии (ИКС) и спектроскопии комбинационного рассеяния (СКР) исследовали изменения, происходящие в приповерхностных слоях композитных материалов, подвергнутых трибологическим испытаниям.

Ключевые слова:

композит, полимер, квазикристалл, структура, рентгеновская дифракция, инфракрасная спектроскопия, спектроскопия комбинационного рассеяния.

Введение

Композитные материалы на основе полимеров вызывают интерес благодаря высокой химической стойкости, хорошим прочностным характеристикам, легкости, низкому коэффициенту трения и высокой износостойкости, свойственных полимерам [1]

Одним из наиболее перспективных материалов для использования в качестве матрицы полимерных композитов является сверхвысокомолекулярный полиэтилен (СВМПЭ), обладающий уникальным сочетанием высоких физико-химических и механических характеристик [2, 3]. В частности, этот полимер имеет очень низкий коэффициент трения, поэтому композиты на основе СВМПЭ представляют значительный интерес для триботехнических применений.

В последнее время появились работы, в которых в качестве наполнителей антифрикционных полимеров используются порошки квазикристаллических сплавов на основе алюминия. К числу их свойств, ценных для практических применений, относятся низкие значения поверхностной энергии, смачиваемости и коэффициента трения [4]. Высокая хрупкость, сохраняющаяся до нескольких сотен градусов Цельсия, препятствует широкому применению квазикристаллов в виде компактного материала. Перспективность применения квазикристаллов связывается с покрытиями и пленками, преципитационным упрочнением сталей и приготовлением композитов с дисперсными квазикристаллическими наполнителями [5, 6]. Введение порошка квазикристаллического сплава Al–Cu–Fe в различные полимеры [7-10], значительно повышает их износостойкость при более низкой абразивности по сравнению с другими наполнителями. Коэффициент трения при этом либо незначительно меняется, либо, как в случае матрицы из полиамида, значительно снижается [9]. Износостойкость особенно сильно (на три порядка) повышается в случае матрицы из политетрафторэтилена [10].

Ранее нами были получены композиты на основе СВМПЭ с различным содержанием квазикристаллического наполнителя Al-Cu-Fe со средним размером частиц 6 мкм и значительной долей частиц субмикронного размера и проведены трибологические исследования композитов [11].

Целью данной работы являлось исследование воздействия трения на степень кристалличности полимерной матрицы и изменений, происходящих в приповерхностных слоях композитных материалов, подвергнутых трибологическим испытаниям.

Экспериментальная часть

В качестве матрицы композитов использовали сверхвысокомолекулярный полиэтилен марки 21606-000.

Приготовление квазикристаллических порошков и их диагностика описана в [11]. Порошки представляли собой однофазный квазикристалл, кривая распределения частиц по размерам имела максимум при 6 мкм.

Исследовали образцы композитов СВМПЭ с 0, 0.1, 1 и 10 об.% квазикристаллического наполнителя. Их вырезали из тех же заготовок, что и образцы, исследованные в [11], но бóльшей площади (~1 см²). Для исследований влияния воздействия трением образцы натирали вращающимся стальным диском с нагрузкой ~20Н до получения ровной притертой поверхности. Процесс занимал от 10 до 30мин в зависимости от концентрации наполнителя и неровности поверхности образца.

Рентгенодифракционные исследования проведены по схеме Брэгга-Брентано на дифрактометре Bruker AXS D8 Advances с использованием Cu K_α излучения в интервале углов 2θ 7-35°. Степень кристалличности полимерной матрицы рассчитывали по следующей формуле:

$$K = \frac{I_k}{I_k + I_a} \times 100\%,$$

где I_k – сумма интегральных интенсивностей кристаллических пиков полимера, I_a – интегральная интенсивность аморфного гало. Интегральные

интенсивности определялись при интегрировании функции Гаусса, которой описывался каждый пик и аморфное гало в программе Fityk 1.3.1.

ИК-спектры получали на приборе Thermo Scientific Nicolet iS5 с использованием НПВО-приставки iD5 ATR (алмаз, разрешение 4 см^{-1} , 32 скана) в диапазоне $525\text{-}4000 \text{ см}^{-1}$.

Исследования методом спектроскопии комбинационного рассеяния были проведены на базе измерительного комплекса Интегра Спектра (НТ-МДТ, Россия). Спектры рассеяния света в диапазоне рамановских сдвигов $300\text{-}1800 \text{ см}^{-1}$ регистрировали охлаждаемой ПЗС-камерой при возбуждении аргоновым лазером с длиной волны 488 нм.

Результаты и их обсуждение

На рис. 1 показана типичная дифрактограмма композита с квазикристаллическим наполнителем на основе СВМПЭ. На ней видны линии только СВМПЭ и квазикристалла. При изменении концентрации квазикристалла в композите интенсивности линий на дифрактограммах менялись пропорционально объемным долям входящих фаз.

По дифрактограммам были рассчитаны степени кристалличности для каждой концентрации до и после трибологических испытаний. На рис. 2 видно, что степень кристалличности уменьшается с увеличением концентрации квазикристаллического наполнителя и при каждой концентрации имеется тенденция к повышению степени кристалличности в результате воздействия трения.

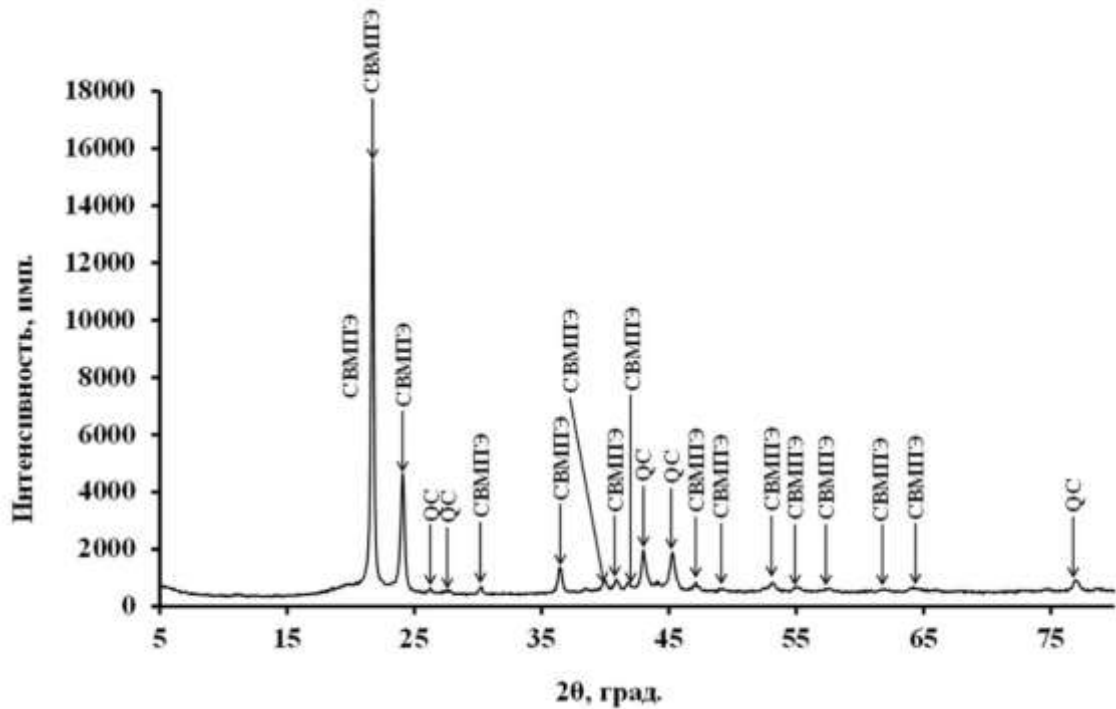


Рис. 1 – Дифрактограмма при симметричной съемке образца композита на основе с 1 об. % квазикристалла. Аморфное гало расположено в области 15-29 градусов

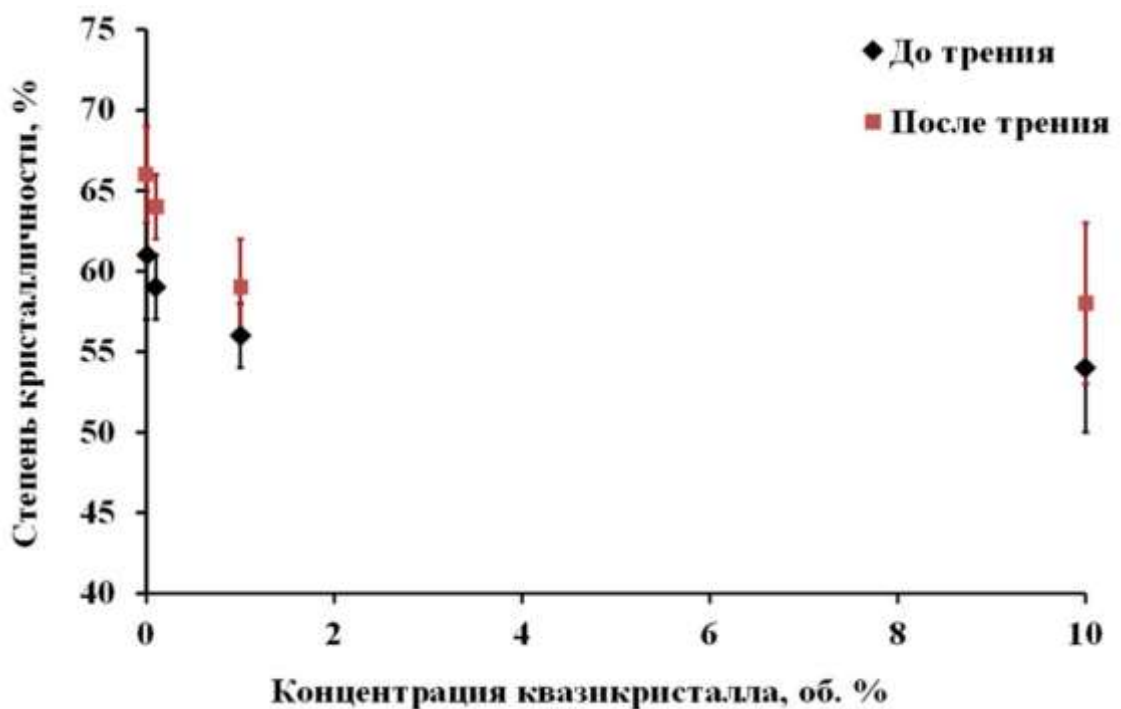


Рис. 2 – Зависимость степени кристалличности композитов от концентрации квазикристаллического наполнителя при симметричной съемке до и после трения

На рис. 3 приведены ИК-спектры композита СВМПЭ с концентрацией квазикристаллического наполнителя 10 об.% образцов, подвергавшихся и не подвергавшихся воздействию трения, а на рис. 4 – спектры комбинационного рассеяния. Из рисунка 3 видно, что после трибологического воздействия в ИК-спектре образца появляется ряд новых полос поглощения – сравнительно узкий пик при 1710 см^{-1} и широкие пики при 1650 см^{-1} и 1560 см^{-1} . КР-спектроскопия дополняет результаты ИК-спектроскопии: только под воздействием трения вырастают не широкие пики в области $1500\text{--}1760\text{ см}^{-1}$, а выделяется узкий пик при 1550 см^{-1} , при этом отношение интенсивностей полос в КР-спектре при 1550 и 1290 см^{-1} значительно увеличивается после трибологического воздействия (рис. 4).

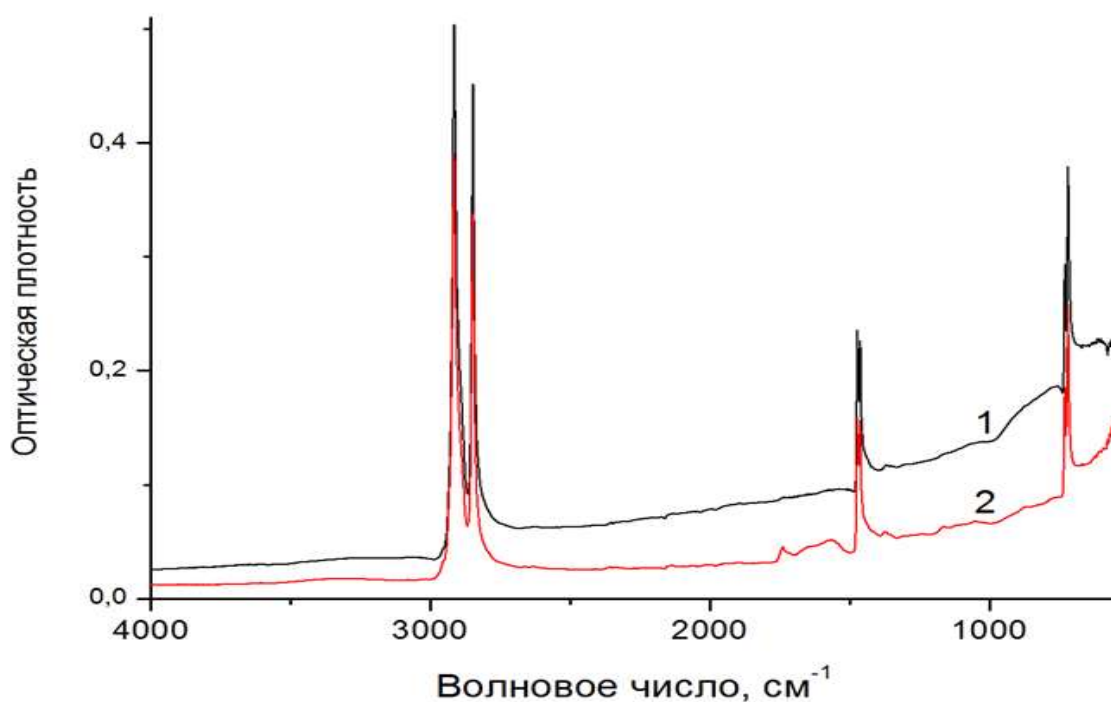


Рис. 3 – ИК-спектры поглощения композита СВМПЭ с концентрацией квазикристаллического наполнителя 10 об.% до (кривая 1) и после трения (кривая 2)

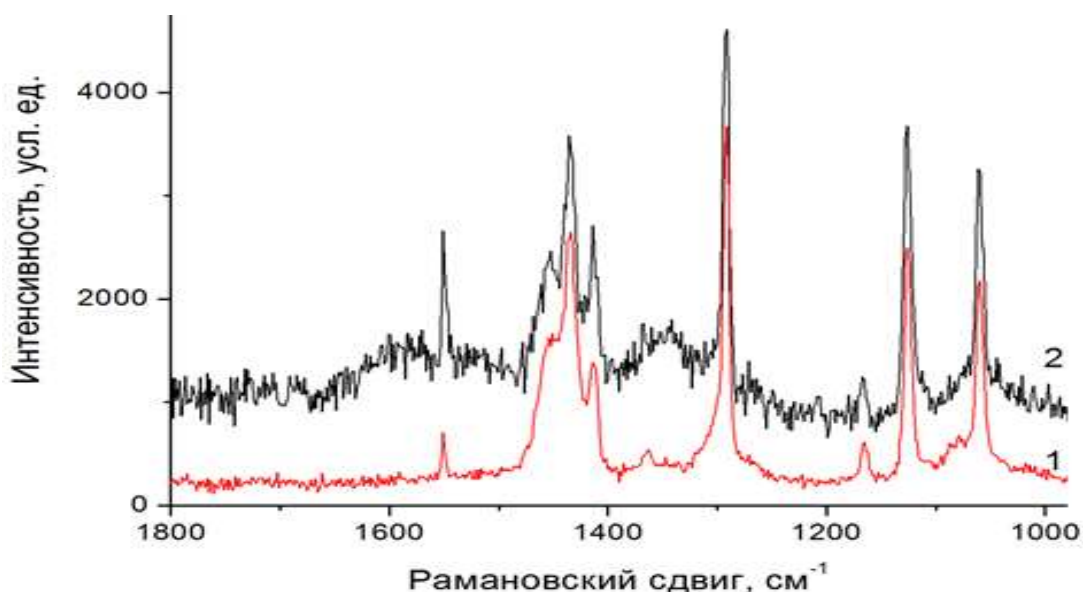


Рис. 4 – КР-спектры композита СВМПЭ с концентрацией квазикристаллического наполнителя 10 об.% до (кривая 1) и после трения (кривая 2)

Исследование образцов СВМПЭ с различной концентрацией наполнителя и различной степенью воздействия трением позволило выявить следующие закономерности:

1) При малом воздействии трения в ИК-спектрах композита проявляется полоса поглощения при 1710 см^{-1} , при более сильном воздействии вырастают широкие пики в области $1500\text{--}1760\text{ см}^{-1}$, а пик 1710 см^{-1} становится на их

фоне почти не заметным.

2) Относительная интенсивность полос поглощения в области $1500\text{--}1760\text{ см}^{-1}$, появляющихся в результате трения, растет не только с увеличением степени воздействия трением, но и с ростом концентрации квазикристалла (в области от 0 до 50 об. %).

Наблюдаемые полосы поглощения в области $1500\text{--}1760\text{ см}^{-1}$, могут быть обусловлены возникновением связей $\text{C}=\text{O}$ в различном окружении [12]. Возрастание интенсивности этих полос по мере увеличения степени воздействия трением и роста концентрации квазикристаллического

наполнителя объясняются, по-видимому, трибохимическими процессами (обрыв цепей, отрыв одних групп и присоединение других), сопровождаемыми механо- и термоокислительной деструкцией СВМПЭ-матрицы [13, 14] с участием частиц наполнителя.

Заключение

Установлено, что при увеличении концентрации наполнителя степень кристалличности понижается как до, так и после трения, причем при каждой концентрации имеется тенденция к повышению степени кристалличности в результате воздействия трения.

При исследовании образцов, подвергавшихся воздействию трения, методом ИК-спектроскопии, наблюдали появление полос поглощения в области $1500\text{--}1760\text{ см}^{-1}$, которые могут быть связаны с возникновением связей $\text{C}=\text{O}$ в различном окружении. Интенсивность этих полос возрастает по мере увеличения концентрации квазикристаллического наполнителя и степени воздействия трением. В случае КР-спектроскопии воздействие трением приводит к появлению узкого пика при 1550 см^{-1} .

Работа выполнена при поддержке НИЦ «Курчатовский институт» (Приказ № 2683 от 25.10.2018г.).

Литература

1. Песецкий С.С., Богданович С.П., Мышкин Н.К.//Трение и износ. 2007. Т. 28. № 5. С. 500.
2. Лунькова А.А., Калошкин С.Д., Горшенков М.В.//Наука и образование (электронный журнал). 2012. № 10. <http://www.technomag.edu.ru/doc/479228.html>
3. Selyutin G.E., Gavrillov Yu.Yu., Voskresenskaya E.N., Zakharov V.A., Nikitin V.E., Poluboyarov V.A.// Chemistry for Sustainable Development. 2010. №

4. Dubois J.M. // Conf. New Horizons in Quasicrystals, Singapore; World Scientific, 1997. P. 208.
5. Lutz D. // The Industrial Physicist. 1996. V. 2. № 4. P. 26.
6. Brown M. // Technical Insights Futuretech. 1999 (April 5). № 233.
7. Bloom P.D., Baikerikar K.G., Anderegg J.W., Sheares V.V. // Mater. Sci. Eng. A. 2003. V. 360. P. 46.
8. Bloom P.D., Baikerikar K.G., Anderegg J.W., Sheares V.V. // Proc. Symp. Mater. Res. Soc. 2001. V. 643. P. K16.3.1.
9. Liu Y., Bloom P.D., Sheares V.V., Otaigbe J.U. Proc. Symp. Mater. Res. Soc. 2002. V. 702. P. 339.
10. Цетлин М.Б.; Теплов А.А.; Белоусов С.И.; Чвалун С.Н.; Головкова Е.А.; Крашенинников С.В.; Голубев Е.К.; Пичкур Е.Б.; Дмитрияков П.В.; Бузин А.И. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2018. № 3. С. 83.
11. Цетлин М.Б.; Теплов А.А.; Белоусов С.И.; Чвалун С.Н.; Головкова Е.А.; Крашенинников С.В.; Голубев Е.К.; Пресняков М.Ю., Орехов А.С., Васильев А.Л. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2015. № 10. С. 77.
12. Беллами Л. Инфракрасные спектры сложных молекул, Изд-во иностр. лит // Москва. – 1963.
13. Costa L., Luda M. P., Trossarelli L. // Polymer degradation and stability. – 1997. – V. 55. – №. 3. – P. 329–338.
14. Costa L., Luda M. P., Trossarelli L. // Polymer Degradation and Stability. – 1997. – V. 58. – №. 1-2. – P. 41–54.

УДК 544.032.6

Исследование влияния ультразвуковых воздействий на лазерную сварку нержавеющей стали

Горунов А.И.¹; Нюхляев О.А.¹; Попов Е.С.¹;
Низамов Р.А.¹; Гильмутдинов А.Х.¹

gorunow.andrej@yandex.ru

¹*Казанский национальный исследовательский технический университет им. А.Н. Туполева-КАИ (КНИТУ-КАИ)*

Аннотация:

В работе представлены результаты исследования сварных швов нержавеющей стали, полученным методом лазерной акустической сварки. Сравнительный анализ поперечных сечений сварных швов показал, что дополнительное воздействие акустическими колебаниями на ванну расплава в процессе лазерной сварки приводит к снижению пористости при частоте ультразвуковых колебаний 22 кГц. Исследования сварных швов, полученных при частоте колебаний 80 кГц, методом оптической микроскопии и рентгеновской компьютерной томографии показали отсутствие дефектов.

Ключевые слова:

нержавеющая сталь, лазерная сварка, акустические колебания, рентгеновская томография, структура.

Введение

На сегодняшний день лазерные технологии находят широкое применение практически во всех отраслях машиностроительного комплекса. Связано это с тем, что металлические изделия, свариваемые с помощью лазера, обладают повышенными прочностными характеристиками по сравнению с изделиями, получаемыми методами аргодуговой сварки. Однако, в образцах сваренных лазером может обнаруживаться разнотернистость, пористость и химическая неоднородность, а как известно эти факторы в значительной степени оказывают влияние на механические свойства металлов. Сегодня эти дефекты устраняются методами термической обработки. Однако, эти дополнительные операции удорожают и усложняют процесс изготовления неразъемного соединения и он становится достаточно длительным по времени, что ставит под сомнение преимущества лазерной сварки. В данной связи необходимо развивать новые сварки, которые позволят получать готовые изделия с гомогенной структурой и стабильными свойствами без привлечения дополнительных технологических операций. В настоящей работе решение данной проблемы заключается в улучшении качества сварного шва, за счет воздействия на него акустическими колебаниями непосредственно в процессе лазерной сварки.

Методика исследования

Сварка производилась с помощью волоконного лазера мощностью до 20 кВт, с длиной волны излучения 1064 нм. Для проведения лазерной сварки было разработано специальное прижимное устройство, которое осуществляло плотное прижимание свариваемых частей образцов друг к другу.

Таблица 1

Химический состав 12X18H10T

| Химический элемент | Si | Cu | Mn | Ni | Ti | P | Cr | S |
|--------------------|-----|------|-----|----------|---------|-------|-----------|-------|
| % | 0.8 | 0.30 | 2.0 | 9.0-11.0 | 0.6-0.8 | 0.035 | 17.0-19.0 | 0.020 |

После сварки проводили подготовку поверхности образцов шлифование, грубое и тонкое полирование. Осуществляли химическое травление микрошлифов в подготовленном реактиве HF – 15 см³, HNO₃ – 35 см³, H₂O – 200 см³, глицерин – 100 см³. Анализ структуры поверхности металлографических образцов производили при помощи универсального инвертированного микроскопа «Axiovert-200M». В процессе лазерной сварки варьировали такие параметры процесса, как скорость перемещения лазера относительно поверхности образцов, мощность излучения, расход защитного газа, смещение фокусного расстояния, скорость подачи присадочной проволоки и частота ультразвуковых колебаний. Изменение фокусного расстояния позволяло получать изменение площади лазерного сфокусированного пучка. Соответственно менялось значение плотности энергии пучка приходящееся на квадратный сантиметр площади. Данный параметр оказывает значительное влияние на степень провара. Скорость подачи проволоки позволяла варьировать параметры наплавляемого валика на сварном шве. Расход защитного газа был фиксирован и составил 25 л/мин.

Результаты исследования и их обсуждение

На рисунке 1 представлены рентгеновские снимки сварных швов полученных лазерной и лазерно-акустической сваркой образцов из нержавеющей стали 12х18н10т. На рисунке можно видеть, что увеличение частоты ультразвукового воздействия ведет к снижению пористости в шве.

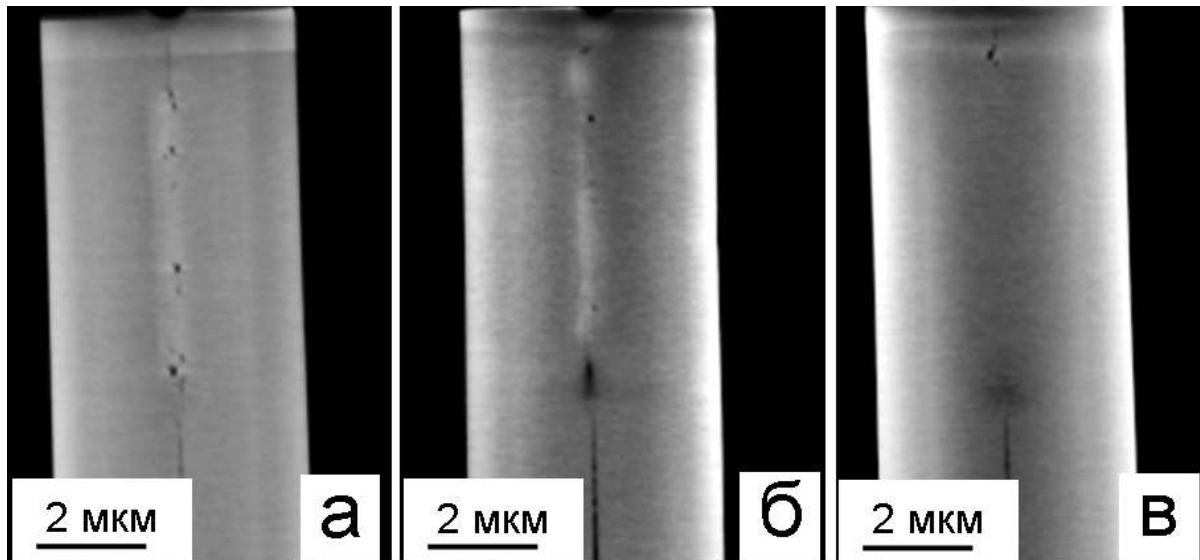


Рис. 1 – Томографические изображения сварных швов полученных лазерной сваркой без применения ультразвуковых колебаний (а), с воздействием ультразвуковыми колебаниями частотой 22 кГц (б), с частотой колебаний 80 кГц

На рисунке 2 можно видеть, что поры в сварном шве, полученном методом лазерной сварки могут возникать в любом месте, однако преимущественное скопление пор обнаруживается в области, прилегающей к основному металлу, на краю шва. Природа образования этих пор связана с растворенными газами в основном металле, и их формирование происходит в процессе кристаллизации металла.

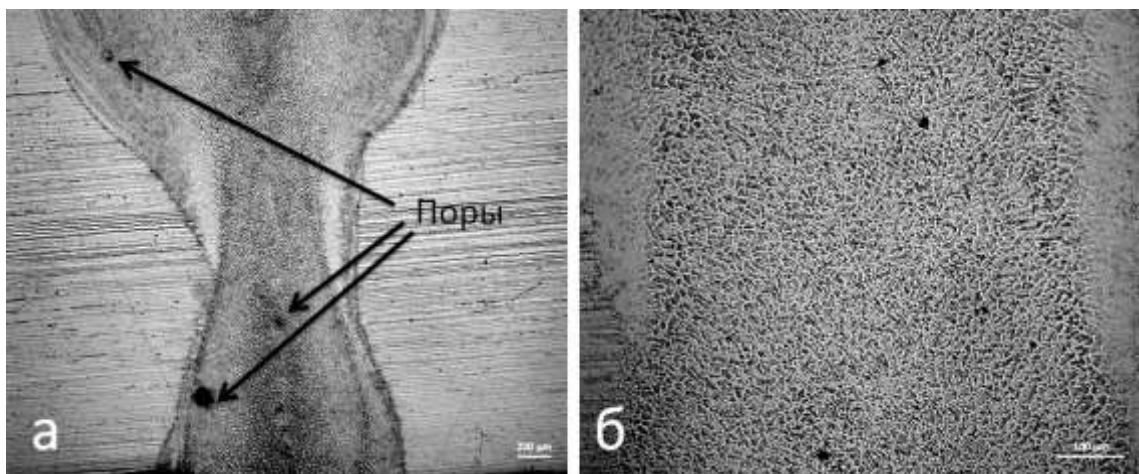


Рис. 2 – Сварной шов, полученный лазерной сваркой

На рисунке 3 показано поперечное сечение шва полученного методом лазерно-акустической сварки при частоте ультразвукового воздействия 22

кГц. При этом поры обнаруживаются исключительно в корне шва. Можно предположить, что формирование пор в корне шва связано с недостаточной защитой ванны расплава в этой области.

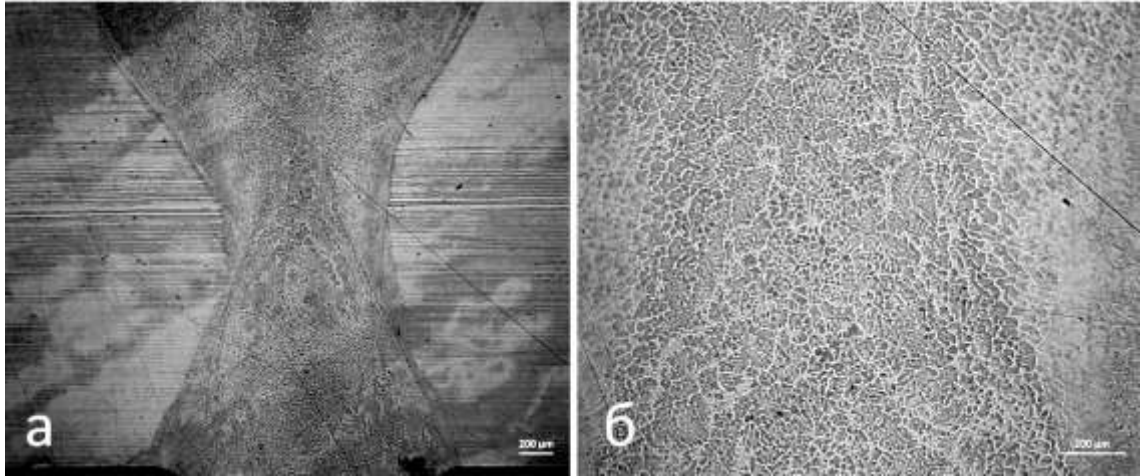


Рис. 3 – Сварной шов, полученный лазерно-акустической сваркой при частоте акустических колебаний 22 кГц

На рисунке 4 представлено поперечное сечение сварного шва полученного лазерно-акустической сваркой при частоте акустических колебаний 80 кГц.

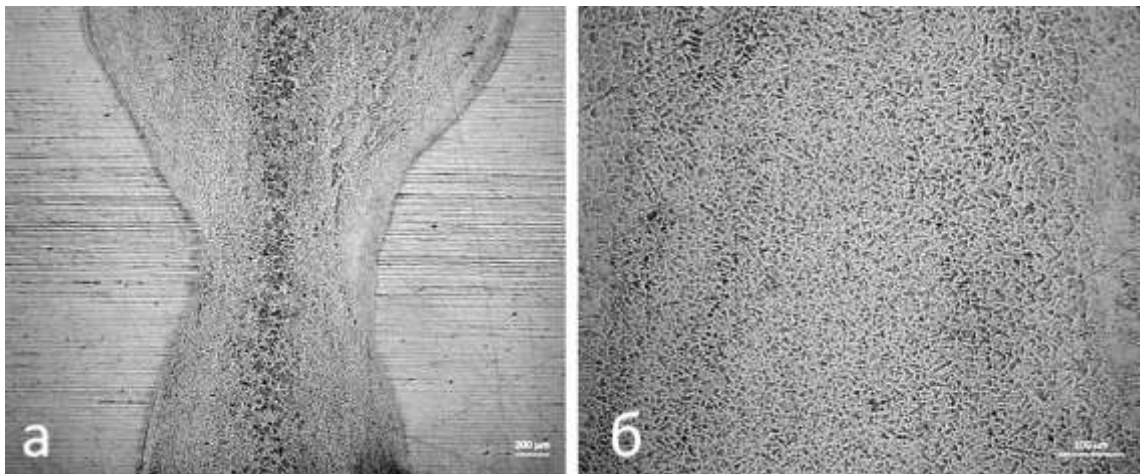


Рис. 4 – Сварной шов, полученный лазерно-акустической сваркой при частоте акустических колебаний 80 кГц

Из рисунка 4 можно видеть, что дополнительное воздействие акустическими колебаниями на частоте 80кГц позволяет подавить образование пор в процессе кристаллизации ванны расплава.

Выводы

Установлено, что при лазерно-акустической сварке с применением частоты ультразвуковых колебаний 80 кГц возможно подавление образования пор в сварных швах. Показано, что метод лазерно-акустической сварки является перспективным методом получения неразъемных соединений из нержавеющей сталей.

Литература

1. Григорьянц А.Г., Третьяков Р.С., Ставертий А.Я. Установка для выращивания деталей путём послойного нанесения порошка. Технология машиностроения. 2015, №10. С. 25–29.
2. Григорьянц А.Г. Основы лазерной обработки материалов. М.: Машиностроение, 1989.
3. Григорьянц А. Г., Мисюров А. И., Шиганов И. Н., Якушин Б. Ф., Пересторонин А. В. Перспективы использования лазерного излучения для повышения технологической прочности при сварке криогенных сталей // Сварочное производство №6, С. 14–20.
4. Григорьянц А.Г., Шиганов И.Н., Мисюров А.И. Технологические процессы лазерной обработки. М.: Изд. МГТУ им Н.Э. Баумана, 2008. – 652 с.
5. G.S. Bruno Lebon, Iakovos Tzanakis, Koullis Pericleous, Dmitry Eskin Experimental and numerical investigation of acoustic pressures in different Liquids // Ultrasonics - Sonochemistry 42 (2018) 411–421.

УДК 539.3-620.1

**Расчетно-экспериментальная отработка ячеистых структур,
синтезированных методом селективного лазерного сплавления**

Яковлев Н.О.¹, к.т.н.; Гриневич Д.В.¹, к.т.н.; Мазалов П.Б.¹

lab30@viam.ru, viam.lab6@mail.ru

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)

Аннотация:

В работе рассмотрены особенности, возникающие при моделировании и испытании ячеистых структур, синтезированных по технологии селективного лазерного сплавления. Рассмотрены испытания на сжатие и растяжение конструкций ячеистой структуры на примерах образцов с элементарной ячейкой периодичности «звездчатый октаэдр» («octet-truss») и гранецентрированной дублированной с вертикальными стержнями (f2scz), синтезированных методом селективного лазерного сплавления порошка нержавеющей стали и сплава ВЖ159. Проведено моделирование элементарных ячеек с применением объемной и балочной моделей.

Ключевые слова:

ячеистые конструкции, аддитивное производство, моделирование, метод конечных элементов.

Введение

Идея ячеистых структур взята из природы, когда в объекте вещество распределяется ячейками с некой периодичностью, стороны этих ячеек образуют несущий силовой каркас. Это встречается и у растений, и у животных, в том числе у человека. Самый яркий пример – это костная ткань. Костная структура великолепно оптимизирована для восприятия силовой нагрузки и при этом достаточно легка, что особенно важно для птиц. Аналогичный способ можно использовать при создании технических конструкций. И если традиционными способами изготовления деталей это было бы или невозможно, или практически невозможно. То в настоящее время, например, с помощью технологии селективного лазерного сплавления возможно создание подобных силовых конструкций, с помощью аддитивных технологий, применяя последовательное послойное наплавление порошка исходного материала. Форма ячейки подобных структур может иметь произвольную форму. Наиболее простыми являются ячейки, полученные по кристаллографической аналогии, имеющие достаточно простую форму построения и при этом оптимизированные к вертикальному послойному синтезированию. Это кубические секции с различным сочетанием вертикальных, центральных и диагональных стержней, соединяющие противоположные углы. В данной работе рассматривались образцы с формой ячейки - звездчатый октаэдр и один вариант формы ячейки гранецентрированной дублированной с вертикальными стержнями.

Поверхность стержней представляет собой довольно неровную поверхность, с дефектами и кавернами. Из-за неравномерности спекания верхних слоев при анализе стержней вынуждено рассматривают эффективный диаметр вместо фактического, который зависит от совершенствования технологии изготовления.

Для использования сетчатых структур в проектировании необходима их расчетно-экспериментальная отработка, позволяющая получить

подтвержденные данные об особенностях деформирования конструкции [1–4].

Расчетно-экспериментальная отработка включает в себя построение верифицированной математической модели. Подобную модель можно построить на основе результатов испытаний элементов конструкций или элементарных образцов, состоящих из ограниченного количества ячеек периодичности. Далее модель элементарного образца может быть расширена на модель реальных элементов конструкций и деталей. С ее помощью оптимизируется форма элементарной ячейки периодичности (ЭЯП) и заполняемость деталей конструкции. Для проектирования важна размерность получаемой задачи. Размноженная элементарная ячейка многократно увеличивает размерность будущих задач расчета прочности сетчатых конструкций, поэтому приоритет для дальнейшего использования стоит перед моделями меньшей размерности, например, состоящих из балочных элементов или представляющих аппроксимацию в виде сплошной среды [5–6]. В данной работе рассматривается применимость балочной модели для оценки напряженно-деформированного состояния сетчатой конструкции в форме призматического образца при сжатии для расчетного построения диаграммы деформирования.

Материалы и методы

В качестве объекта исследования в данной работе рассматриваются призматические образцы ячеистой конструкции с различной формой ЭЯП, синтезированные методом селективного лазерного сплавления, из порошка нержавеющей стали CL20ES и сплава ВЖ159. Модуль упругости данной стали, полученной по традиционной технологии, составляет ~ 200 ГПа, плотность – $7\,900$ кг/м³, предел прочности при растяжении – 570 МПа, предел текучести – 470 МПа. Характеристики ВЖ159 следующие: модуль упругости составляет ~ 200 ГПа, плотность – $7\,900$ кг/м³, предел прочности при растяжении – 1200 МПа, предел текучести – 740 МПа.

Сечение ячеистой части образцов составляло 20×20 мм², высота – 60 мм. Для равномерного приложения нагрузки торцы образцов на сжатие

изготавливались монолитными, толщиной по 2 мм. Образцы на растяжение имели захватные части.

В качестве формы ЭЯП были выбраны звездчатый октаэдр «звездчатый октаэдр» («octet-truss») и гранецентрированной дублированной с вертикальными стержнями (f2ccz) (рис. 1), как одни из наиболее универсальных к воспринимаемой внешней нагрузке [3] и достаточно широко используемых. Размер ячейки периодичности составлял $5 \times 5 \times 5$ мм, диаметр стержня ячейки ~ 1 мм.

В связи с отсутствием в настоящее время стандартов в области механических испытаний изделий, полученных методами аддитивного производства, испытания на сжатие образца сетчатой конструкции проводили по методике из ГОСТ 25.503 для сжатия и ГОСТ 1497 для растяжения. Моделирование напряженно-деформированного состояния элементарной ячейки периодичности и образца сетчатой конструкции проводили с помощью метода конечных элементов (МКЭ).

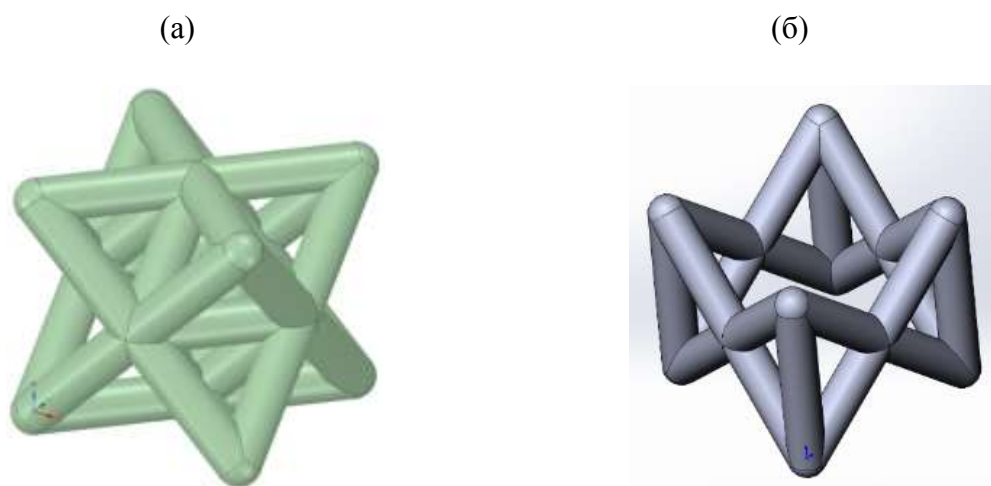


Рис. 1 – Формы элементарной ячейки периодичности: «octet-truss» – звездчатый октаэдр (а) и «f2ccz» гранецентрированная дублированная с вертикальными стержнями (б)

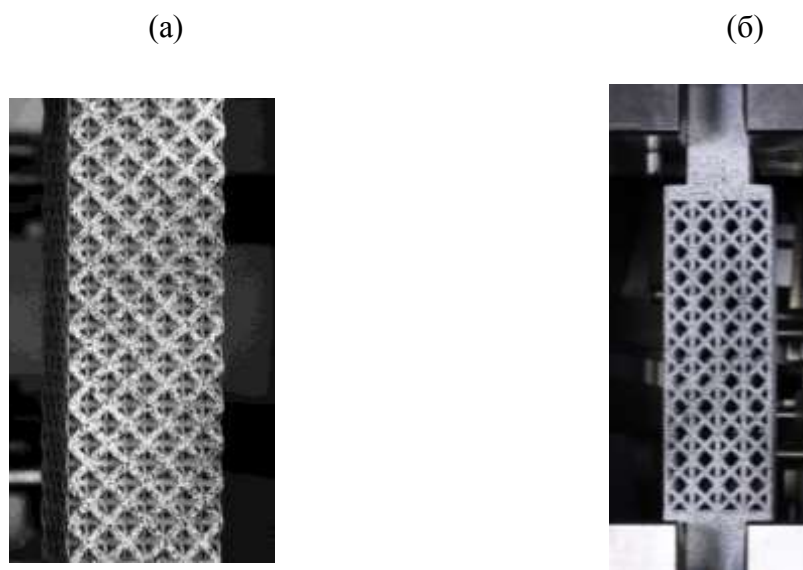


Рис. 2 – Образцы сетчатых конструкций с ЭАП:
«octet-truss» – звездчатый октаэдр (а) и «f2ccz» (б)

Поверхность стержней представляет собой довольно неровную поверхность, с дефектами и кавернами (рисунок 3). Из-за неравномерности спекания верхних слоев при анализе стержней вынуждено рассматривают эффективный диаметр вместо фактического, который зависит от совершенствования технологии изготовления.

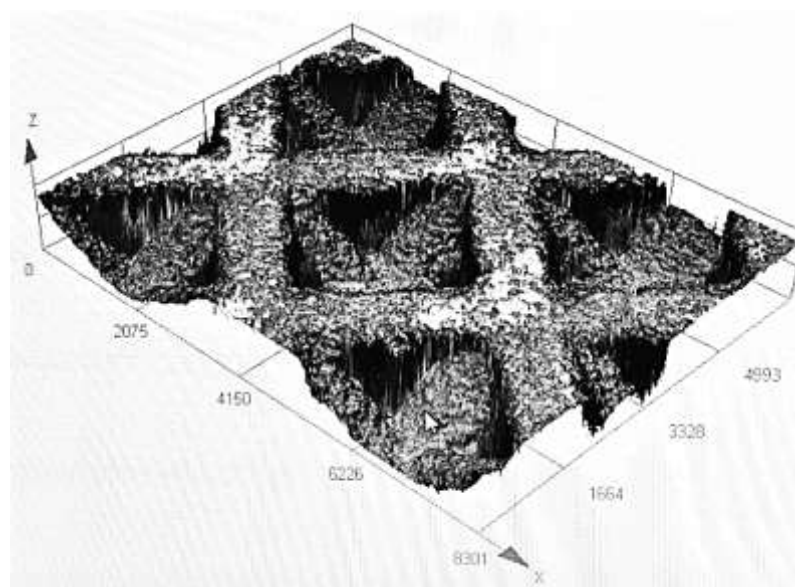


Рис. 3 – Поверхность элементарной ячейки периодичности образца сетчатой конструкции

Моделирование элементарной ячейки периодичности

Наиболее точно форму конструкции может описать объемная модель. Ее основной недостаток – это размерность получаемой задачи. Вычислительные возможности позволяют комфортно работать только с моделью нескольких элементарных ячеек периодичности. В то же время фермообразную структуру можно описать балочными элементами, существенно снижающими размерность задачи. Для оценки двух вариантов был проведен сравнительный анализ балочной и объемной модели одной элементарной ячейки периодичности.

На рисунке 4 приведена конечно-элементная (КЭ) объемная модель одной четверти элементарной ячейки периодичности. В силу симметрии рассчитывалась четверть ячейки. Модель состояла из 30 000 тетраэдральных элементов второго порядка. Нижняя грань была закреплена жестко, к верхней приложена сила. Критическая сила, при которой наблюдается потеря устойчивости модели элементарной ячейки периодичности при распространении в ней пластики, составила 3 440 Н.

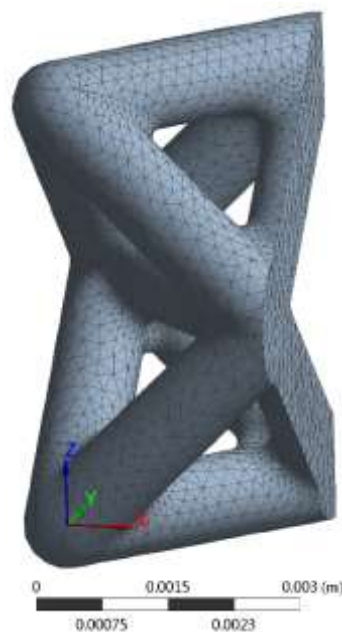


Рис. 4 – КЭ объемная модель одной четверти элементарной ячейки периодичности

Балочная модель элементарной ячейки периодичности показана на рисунке 5. Звездчатый октаэдр содержит 36 граней, при разбивке по 10 элементов на грань с общим количеством балочных элементов в 360. С точки зрения количества уравнений, размерность такой балочной модели будет приблизительно в 40 раз меньше размерности модели полной объемной ячейки. При расчетной схеме аналогичной объемной модели была получена критическая сила потери устойчивости ячейки в 3 240 Н, что на ~ 6 % меньше результата для объемной модели.

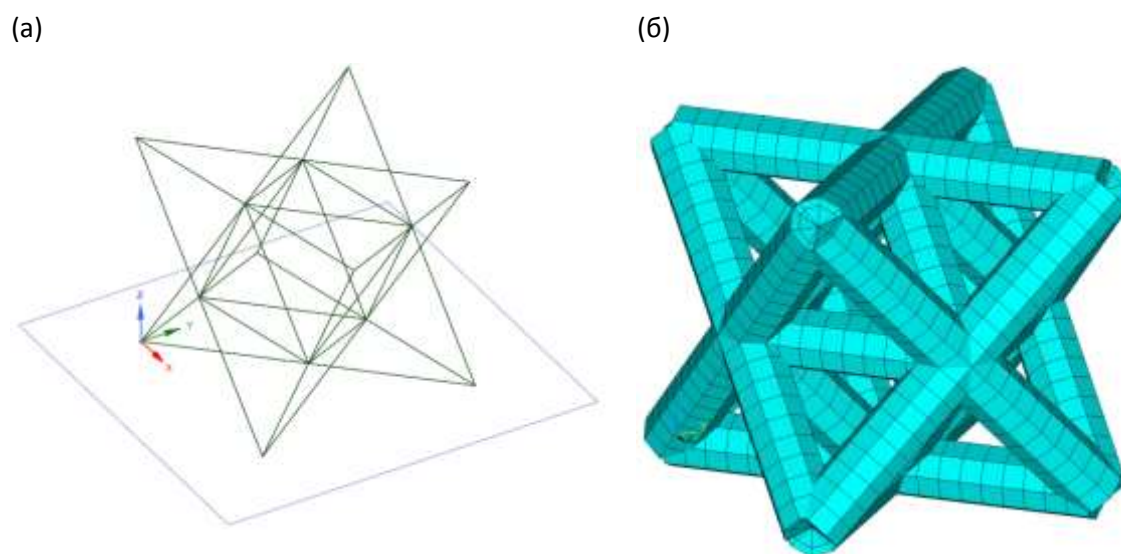


Рис. 5 – Балочная КЭ модель элементарной ячейки периодичности без отображения сечения (а) и с объемной визуализацией стержней (б)

Рассматривая элементарную ячейку периодичности как упругий элемент получим следующие коэффициенты упругости:

- для объемной модели $C_{3D_0} = 174 \text{ Н/м}$,
- для балочной модели $C_{1D_0} = 106 \text{ Н/м}$.

Как видно, объемная модель получилась в ~1,6 раза жестче балочной. При этом выше не только коэффициент упругости модели элементарной ячейки периодичности, но и на ~6% больше значение критической силы. Столь существенное различие по жесткости объясняется соединением стержней ячейки в узловых точках – стержни октаэдра, пересекаясь в узлах, создают жесткую конструкцию, в то время как в балочной модели

пересечение происходит только в самом узле. Аналогично в реальном образце соединение с утолщением в узлах может существенно повлиять на конечный результат (рис. 6). Причем итоговый результат может отличаться и от объемной модели, учитывая особенности аддитивного технологического процесса [8]. В связи с этим, необходима корректировка балочной модели, причем универсальная, позволяющая верифицировать модель по результатам испытаний с учетом особенностей аддитивного технологического процесса.



Рис. 6 – Узел элементарной ячейки периодичности:
пунктирные линии – контуры стержней, сплошная линия – контур узла

В качестве корректировки жесткости балочной модели возможно использовать несколько вариантов:

- жесткие связи в угловых точках, повторяющие соединение объемных стержней (рис. 7а);
- балочные элементы, аналогичные стержням модели (рис. 7б);
- равномерное распределение жесткость по модели за счет изменения модуля упругости материала модели.

Результаты расчета коэффициентов упругости с использованием различного типа корректировки жесткости балочной модели приведены в таблицах 3–4.

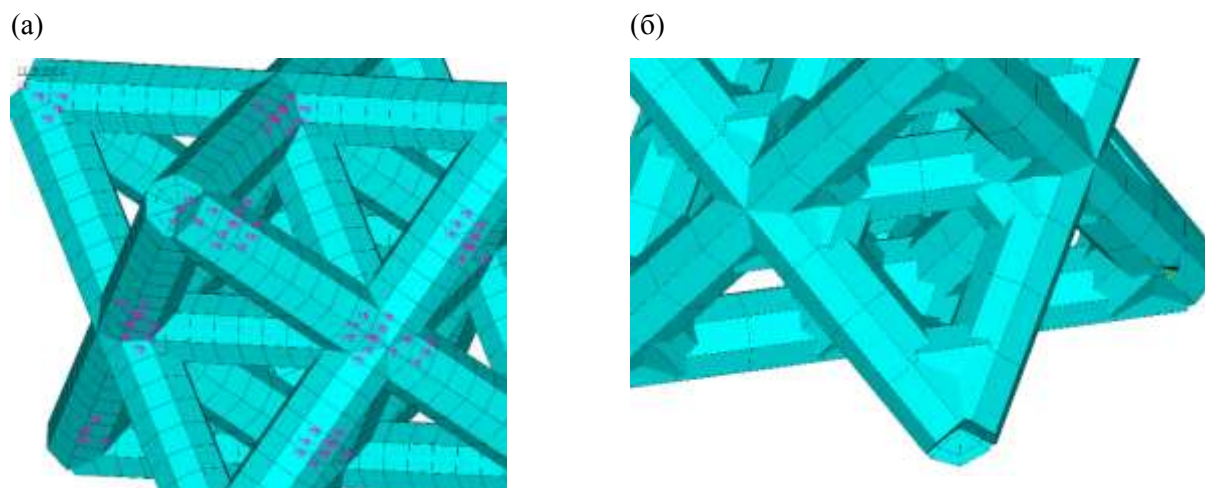


Рис. 7 – Балочная КЭ модель элементарной ячейки периодичности с дополнительными узловыми связями (а) и с дополнительными узловыми элементами (б)

Таблица 3

Коэффициенты упругости балочных моделей элементарной ячейки периодичности с жесткими элементами различного радиуса

| № | Радиус дополнительного узлового элемента | | Коэффициент упругости ячейки, Н/м | |
|---|--|------|-----------------------------------|-------------------------|
| | часть длины грани октаэдра | мм | жесткие связи | дополнительные элементы |
| 1 | 1/4 | 0,88 | 268 | 160 |
| 2 | 1/6 | 0,59 | 184 | 140 |
| 3 | 1/10 | 0,35 | 147 | 128 |
| 4 | 1/20 | 0,18 | 128 | 113 |

Таблица 4

Коэффициенты упругости балочных моделей элементарной ячейки периодичности с равномерно распределенной дополнительной жесткостью

| № | Модуль упругости, ГПа | Коэффициент упругости, Н/м |
|---|-----------------------|----------------------------|
| 1 | 500 | 280 |
| 2 | 400 | 224 |
| 3 | 300 | 168 |
| 4 | 200 | 112 |

Видно, что наиболее близкий результат к жесткости объемной модели элементарной ячейки периодичности равной 174 Н/м дает балочная модель с корректировкой жесткости за счет использования жесткой связи. Для жесткого элемента с радиусом $1/6$ длины грани октаэдра жесткость получается равной 184 Н/м. Во всех случаях окончательную корректировку моделей следует проводить по результатам натурных испытаний образцов. Следует также отметить, что жесткость модели одной ячейки будет выше по сравнению с жесткостью образца из-за влияния краевого эффекта, при этом на масштабной модели влияние граничных условий будет меньше.

Сжатие образцов

Натурные испытания на сжатие проводились на образцах сетчатой конструкции, состоящих из $4 \times 4 \times 12$ ячеек. Образец и визуализация его математической модели приведены на рисунке 8. При испытании записывалась диаграмма сжатия в координатах «нагрузка-перемещение».

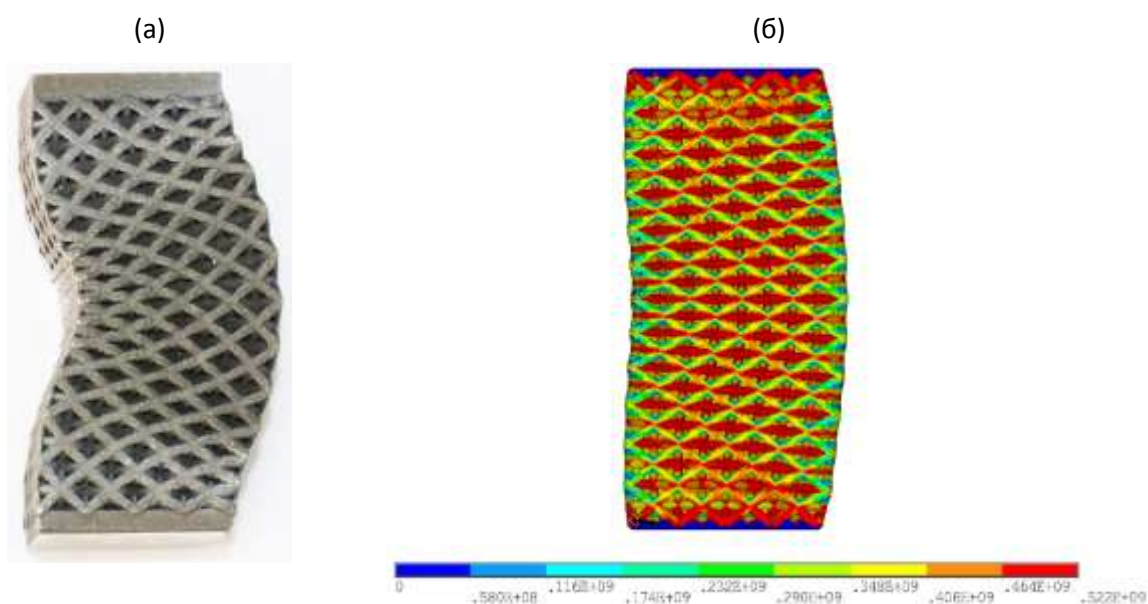


Рис. 8 – Вид деформированного образца после испытания на сжатие (а), модель образца с эквивалентными напряжениями по Мизесу в момент потери устойчивости (б)

На рисунке 9 приведено распределение эквивалентных напряжений по Мизесу в КЭ модели образца в момент начала потери устойчивости, когда внешняя сила равна критическому значению. Место с наибольшим

значением напряжения находится в центральной точке образца. А на рисунке 10 показан образец после натуральных испытаний на сжатие, а также модели образцов при проведении вычислительного эксперимента с различным типом корректировки жесткости модели. Деформированные модели даны в масштабе реального образца, но демонстрируют начало потери устойчивости модели, в то время как реальный образец показан уже после завершения испытаний.

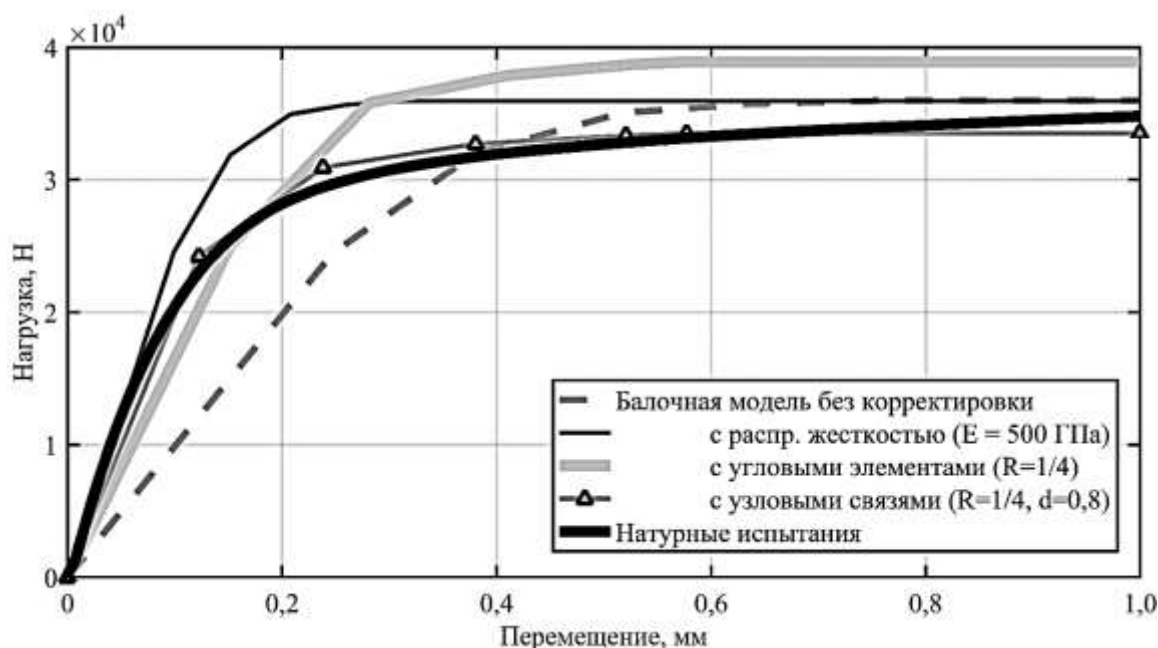


Рис. 9 – График деформации образца при испытаниях и моделей, скорректированных различными методами

В вычислительном эксперименте для модели с равномерно распределенными свойствами места с наибольшими возникающими напряжениями находятся в центре образца и вблизи от его монолитных торцов, что соответствует натурному эксперименту. Однако, следует отметить, что у образцов при натуральных испытаниях начало потери устойчивости наблюдалось и в нецентральных ячейках, в зависимости от случайных несовершенств конструкции.

На рисунке 9 приведены диаграммы деформирования, полученные по модели образца с дополнительными узловыми жесткими связями радиуса 0,88 мм (1/4 длины грани отктаэдра). Результаты представлены для разного

значения диаметра стержней, составляющих конструкцию сетчатого образца. Видно, что данная модель получается перезакрепленной, а значению критической силы соответствует результат для стержня меньшего диаметра, чем в натурном образце. Кроме того, на реальном образце со стержнями диаметром ~ 1 мм, но с концентраторами напряжений в виде поверхностных дефектов (рис. 5) может быть получен такой же результат, что и на математической модели с идеальным сечением, но меньшего диаметра. Подобная задача рассматривается в работе [9], где авторы проводят подробный сравнительный анализ аналитических и численных моделей с испытаниями образцов, изготовленных методами аддитивного производства (с решеткой типа «алмаз», для различного размера ячейки периодичности из полимерного материала). В исследовании авторы вводят понятие эффективной (фактической) толщины стержня, которая воспринимает нагрузку в образце и получается меньше проектной в силу дефектов и неоднородности верхних слоев стержней, получаемых в процессе изготовления. Разница между данными толщинами в зависимости от размеров достигала 15–40% (чем тоньше стержни, тем разница была выше, чем толще – ниже). В среднем для толщин размером 1 мм расхождение составляло 20%. В нашей работе получен схожий результат. Данный вопрос в дальнейшем требует более подробного исследования.

На рисунке 9 приведены диаграммы деформирования, полученные с применением исходной балочной модели и рассмотренных вариантов корректировки ее жесткости. Как видно наиболее точно диаграмму деформирования, полученную при натуральных испытаниях на сжатие образца сетчатой конструкции, воспроизводит балочная модель с жесткими связями в угловых точках. На основе полученных результатах можно сделать вывод о возможности использования балочных моделей для оценки механических свойств конструкций с деталями сетчатого строения. Полученные скорректированные балочные модели позволяют получить вполне

удовлетворительный оценочный результат несущей способности сетчатой конструкции. Так же они обладают достаточной размерностью, что позволяет решать задачи по моделированию сетчатых конструкций.

От типа ячейки зависит и характер разрушения ячеистой конструкции. Если для образца с ячейкой в форме октаэдра, относительно равномерно воспринимающего нагрузку, происходит равномерное сжатие и деформация образца, то для данной ячейки уже наблюдается срез по вертикальным балкам под 45° в проекции на боковые стороны образца.

На рисунке 10 представлена последовательность деформирования при сжатии образца с гранецентрированной элементарной ячейкой f2ccz, а на рисунке 11 изображена диаграмма деформирования, на которой представлено перемещение верхнего торца образца в зависимости от прикладываемой нагрузки.

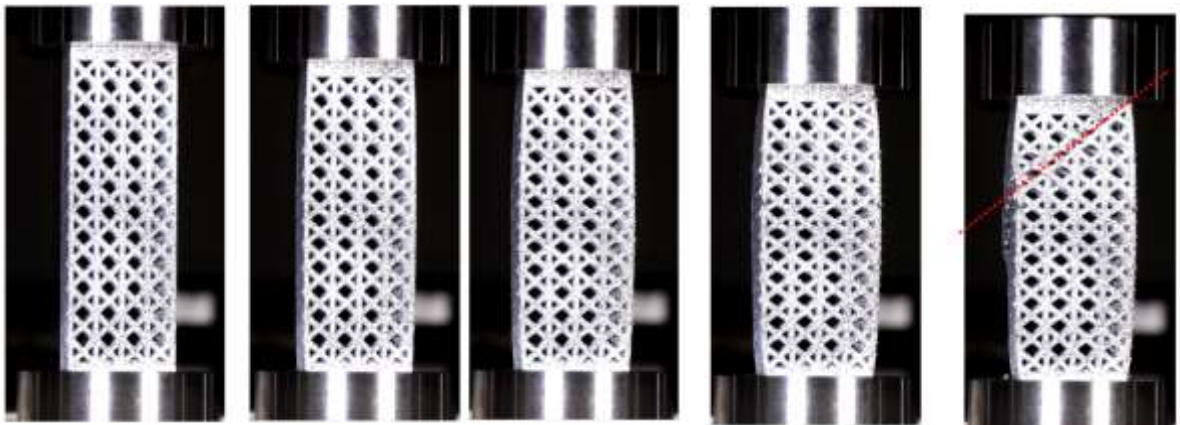


Рис. 10 – Последовательная деформация образца с ЭЯП формы f2ccz при сжатии

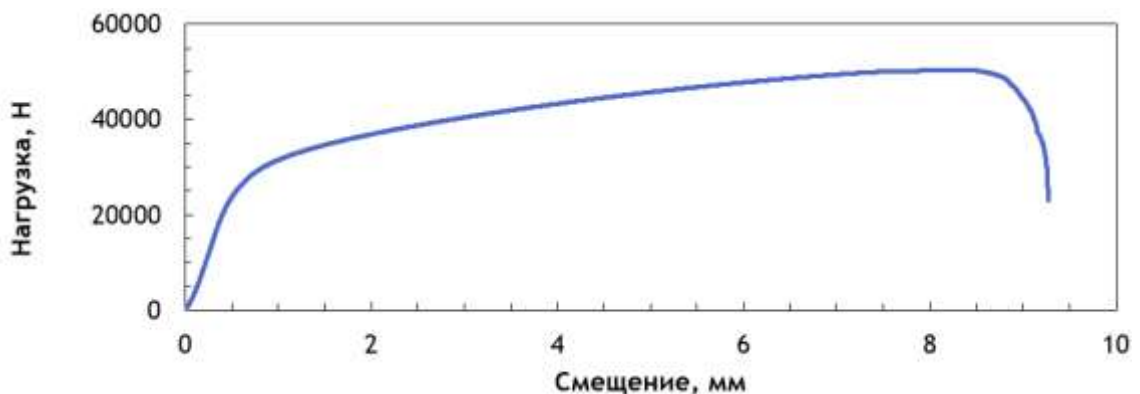


Рис. 11 – Кривая деформирования образца с ЭЯП формы f2ccz при сжатии

Согласно расчету, максимальные деформации при сжатии образца с данным типом ячейки возникают в крайних стержнях рядом с основаниями (рисунок 12а), из-за краевого эффекта, следующие критические стержни расположены как раз под 45° в проекции на боковые стороны образца, что приводит к срезу структуры. Разрушенный образец представлен на рисунке 13.

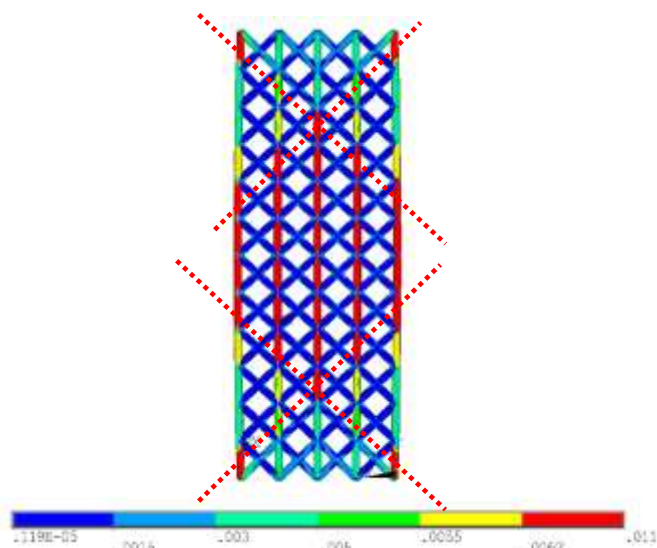


Рис. 12 – Рассчитанные эквивалентные по Мизесу деформации образца с ЭЯП f2ccz

(а)

(б)



Рис. 13 – Продеформированный образец ВЖ159(а), полиамид(б)

Исследование полей перемещения и деформации в сетчатом образце возможно с помощью метода Корреляции Цифровых Изображений (КЦИ). Но его использование затруднено из-за малых размеров исследуемых внешних поверхностей, на которую наносят спеклы. Форма стержней также неравномерна и объемна. В результате затруднительно получить четкую картину полей деформации по всем участкам образцов. Пример снятия информации о деформировании образца приведен на рисунке 14а, там приведены перемещение точек образца в горизонтальном, сравнительные рассчитанные поля горизонтальных перемещений приведены на рисунке 14б.

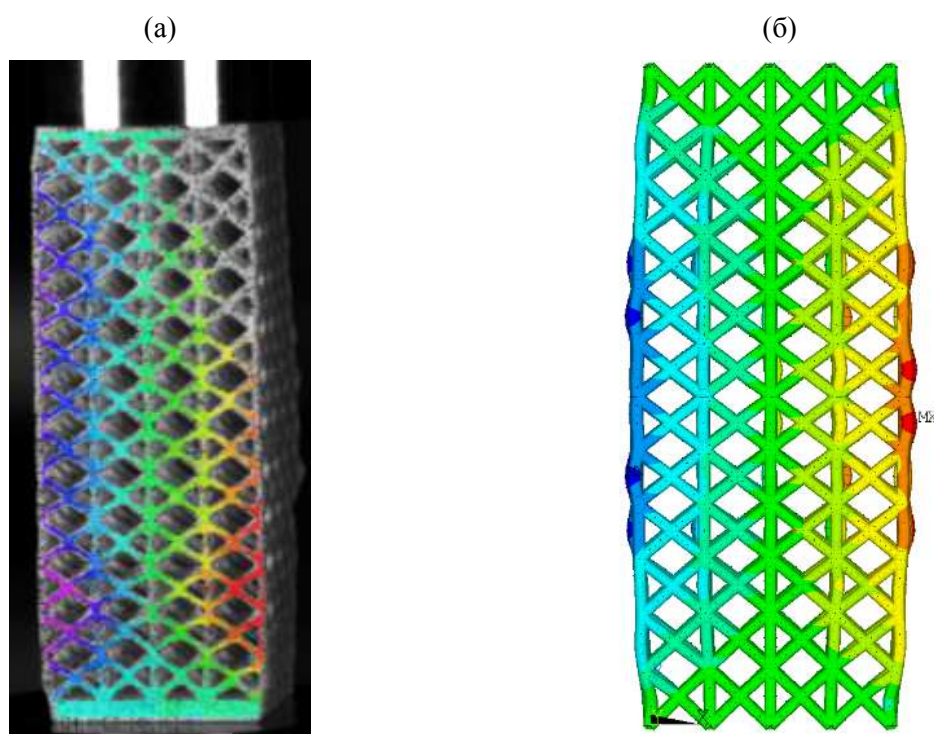


Рис. 14 – Перемещение точек образца в горизонтальном направлении образца с ЭЯП f2scz: полученные методом КЦИ(а), рассчитанные методом МКЭ(б)

Было получено достаточно точное соответствие между ними. Максимальные перемещения образца, полученные с помощью метода КЦИ, составляют 0,86 мм, а рассчитанное значение 0,835 мм. Но стоит отметить сложные условия работы анализирующей системы с подобной ячеистой структурой, многие участки образца остались не проанализированными, особенно в местах наибольших деформаций в краевых стержнях.

Растяжение образцов

Растяжение проводилось на образцах с захватными частями по методике из ГОСТ 1497. Анализ деформаций точек проводился методом КЦИ. Напряжения при растяжении распределяются равномерно по образцу, с максимумами в вертикальных стержнях и в узлах ячеек. Разрушение происходит в наименьшем сечении – в данном случае это место стыковки законченных рядов ячеек

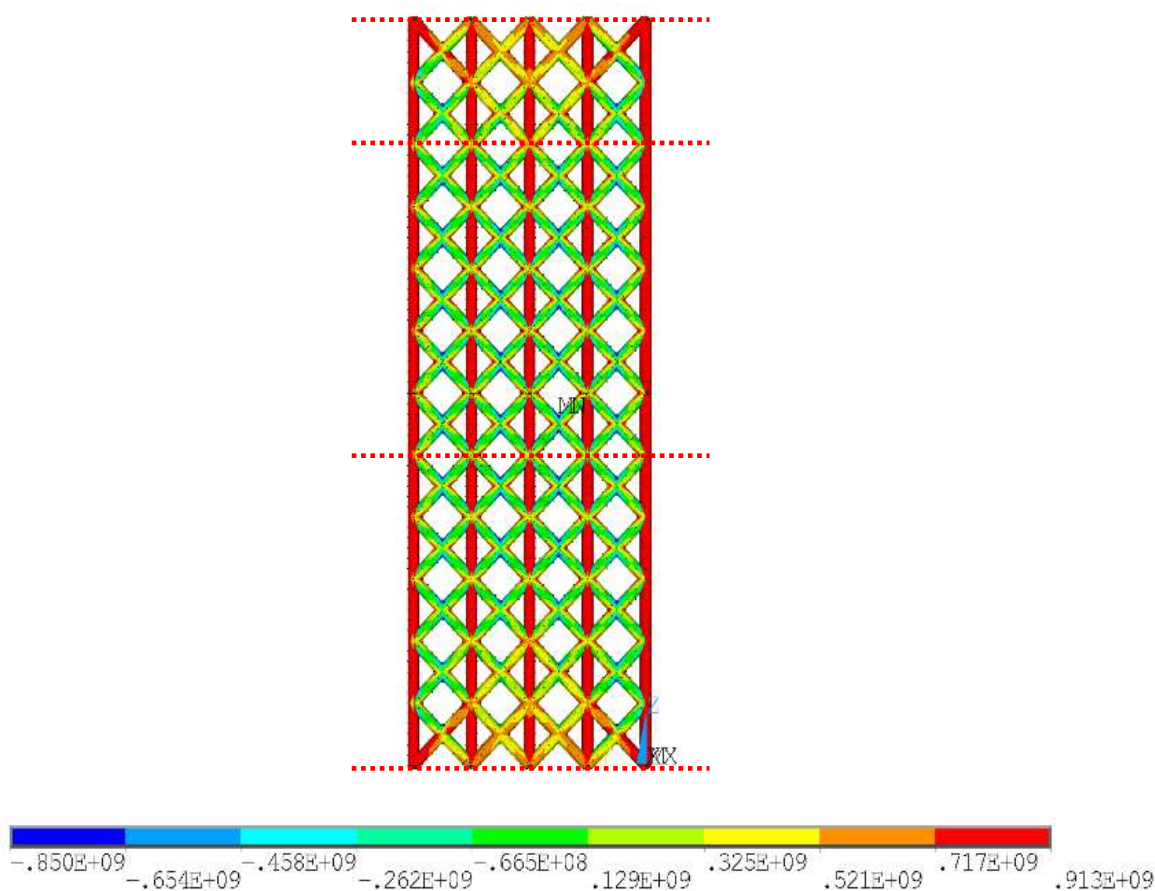


Рис. 14 – Расчетные продольные напряжения в образце из ВЖ159 с ЭЯП f2ccz

Как видно из рисунка 15 поперечное сечение образца с ЭЯП f2ccz в месте стыковки рядов ячеек составляет $31,3 \text{ мм}^2$, в то время как, например, в центре ряда ячеек – $64,1 \text{ мм}^2$.

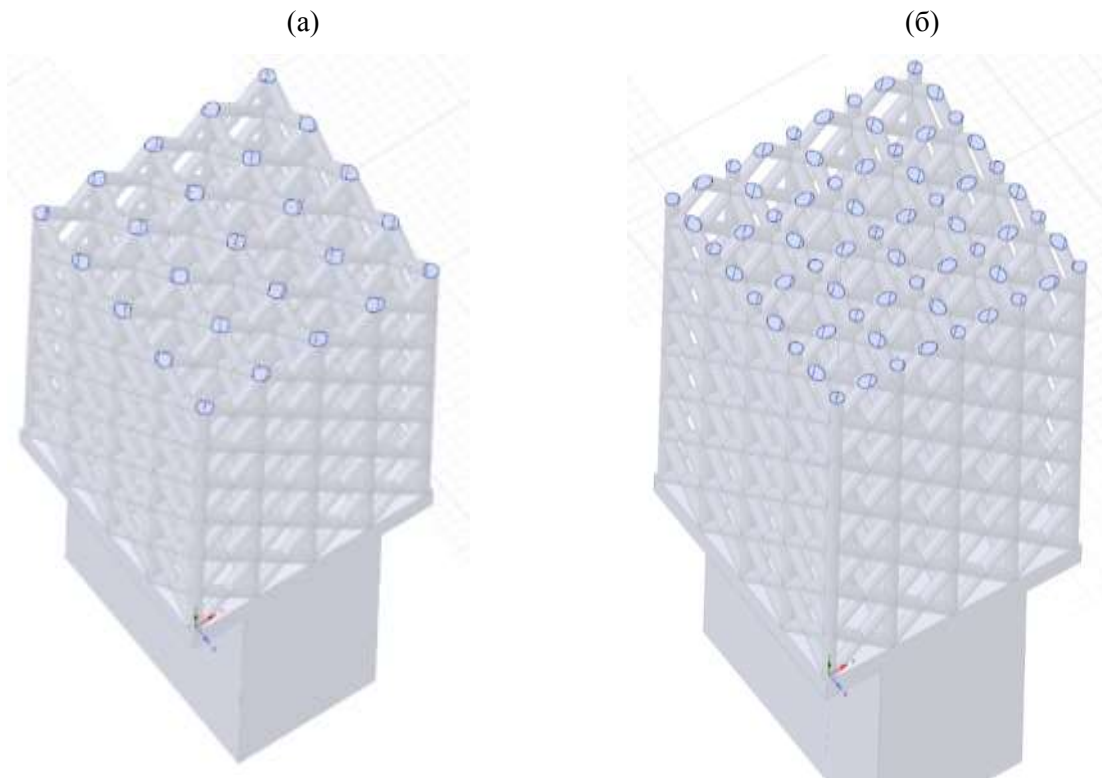
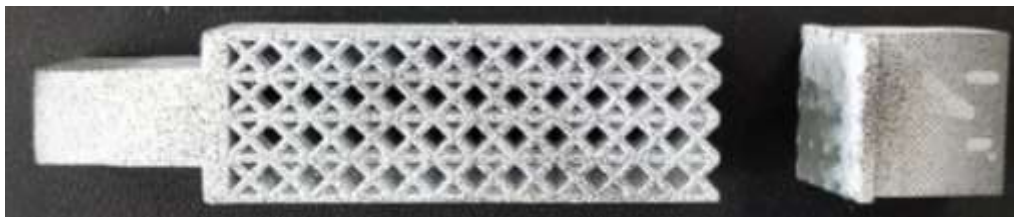


Рис. 15 – Поперечные сечение образца с ЭЯП f2ccz: между рядами ячеек (а), в центре ряда ячеек (б)

а)



б)

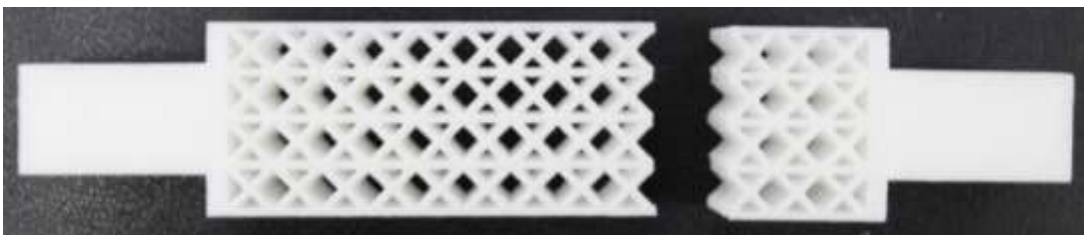


Рис. 16 – Разрушенный образец с ЭЯП f2ccz: ВЖ159(а), полиамид(б)

На рисунке 16 приведен разрушенный при растяжении образец с ячейкой f2ccz. Разрушение произошло в менее прочном соединении ячеистой структуры с захватной частью.

Результаты и заключения

По результатам моделирования сетчатых конструкций, полученных методом селективного лазерного сплавления, можно сделать вывод о возможности использования балочной модели для получения диаграмм деформирования при сжатии и оценки физико-механических свойств образцов сетчатой конструкции.

Объемные модели имеют существенную размерность (модель испытываемого образца с грубой сеткой уже будет содержать порядка миллиона элементов) и их использование крайне затруднительно на моделях деталей со значительным объемом сетчатых частей. Таким образом, для инженерных приложений возникает необходимость применения упрощенных моделей с меньшей размерностью. Такой моделью является балочная модель образца сетчатого конструкции с дополнительными узловыми жесткими связями, которая позволяет с высокой точностью получать расчетным путем диаграммы деформирования при сжатии.

Использование метода корреляции цифровых изображений позволяет более подробно верифицировать математическую модель, так как мы получаем поля (хоть частично и неполные) распределения деформаций, а не только данные от экстензометра в виде кривой деформирования.

Литература

1. Ashby M., Evans A., Fleck N., Gibson L., Hutchinson J., Wadley H., and Delale F., Metal Foams: A Design Guide // Applied Mechanics Reviews. 2001. Vol. 54. No. 6. P. B105.
2. Сухов Д.И., Мазалов П.Б., Неруш С.В., Ходырев Н.А. Влияние параметров селективного лазерного сплавления на образование пористости в синтезированном материале коррозионностойкой стали // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2017. № 8 (56). С. 4.

3. Ashby M. F. The properties of foams and lattices // Philosophical Transactions. Series A: Mathematical, Physical, and Engineering Sciences. 2006. Vol. 364. No. 1838. PP. 15–30.

4. Зленко М.А., Попович А.А., Мутылина И.Н. Аддитивные технологии в машиностроении. СПб.: Изд-во политехнического ун-та, 2013. 222 с.

5. Deshpande V.S., Fleck N.A., Ashby M.F., Effective properties of the octet-truss lattice material // Journal of the Mechanics and Physics of Solids. 2001. Vol. 49. No. 8. PP. 1747–1769.

6. Dakshnamoorthy V., Taylor R. M. Automated lattice optimization of hinge fitting with displacement constraint // Solid Freeform Fabrication 2016: Proceedings of the 26th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium – An Additive Manufacturing Conference. 2016. PP. 2123–2138.

7. Nguyen D.S., Vignat F. A Method to Generate Lattice Structure for Additive Manufacturing // International Conference on Industrial Engineering and Engineering Management (IEEM): Conference IEEE–2016, Bali, 2016. PP. 966–970. doi: 10.1109/IEEM.2016.7798021.

8. Сухов Д.И., Неруш С.В., Беляков С.В., Мазалов П.Б. Исследование параметров шероховатости поверхностного слоя и точности изготовления изделий аддитивного производства // Известия высших учебных заведений. Сер.: Машиностроение. 2017. №9 (690). С. 73–84.

9. Neff C., Hopkinson N., Crane N.B. Selective Laser Sintering of Diamond Lattice Structures: Experimental Results and FEA Model Comparison // Solid Freeform Fabrication 2015: Proceedings of the 25th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium – An Additive Manufacturing Conference. 2015. PP. 1104–1117.

УДК 620.179.52:621.791.317.8

**Об исследовании некоторых технологических свойств
коррозионно-стойких материалов, полученных аддитивными
технологиями**

Бибикина Н.Б.¹; Горбоконин Н.В.¹; Гришин Ю.А.¹

yu.smirnov@vniitf.ru

¹ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ им. академ. Е.И. Забабахина»

Аннотация:

Представлены полученные в ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ им. академ. Е.И. Забабахина» результаты исследований и сопоставления технологических свойств: паяемости и обрабатываемости резанием коррозионностойких материалов, изготовленных аддитивными технологиями и традиционными способами.

Результаты экспериментов свидетельствуют о хорошей паяемости и нормальной обрабатываемости резанием образцов из материалов, полученных аддитивным способом.

Ключевые слова:

аддитивные технологии, коррозионностойкие материалы, пайка, обрабатываемость резанием.

Введение

Применение в промышленности материалов, получаемых по аддитивным технологиям, является перспективным и находит все большее распространение [1, 2]. В то же время, их использование в качестве конструкционных материалов подразумевает соответствие их физико-механических, технологических, эксплуатационных и др. свойств аналогичным характеристикам материалов, получаемых традиционными способами (прокат, литье и др.). Подтверждение соответствия свойств данных материалов требует проведения комплексных экспериментальных исследований с оценкой показателей, разносторонне характеризующих процесс 3D печати (направление печати, дисперсность порошка и т.д.).

Коррозионностойкие стали (типа 12X18H10T по ГОСТ 5632-2014) применяются для изготовления ответственных деталей, работающих, в т. ч., в агрессивных и специальных средах. Обработка резанием является самым распространенным способом изготовления деталей, и, хотя аддитивные технологии направлены на получение деталей “в размер”, для достижения качества и точности в ряде случаев требуется механическая обработка (доработка) резанием. Стали типа 12X18H10T характеризуются низкой обрабатываемостью резанием, сопровождаемой интенсивным износом инструмента, трудно достижимым качеством обработанных поверхностей и т.д. Это обусловлено, в первую очередь, вязкостью материала, большими силами резания и значительным разогревом при механической обработке точением, фрезерованием и подобными процессами. Пайка является одним из наиболее распространенных технологичных способов получения неразъемных соединений элементов конструкций, когда возможности изготовления цельной однородной детали ограничены рабочей зоной оборудования, его функциональностью и другими факторами.

В данной работе проведена оценка соответствия исследуемых материалов, полученных аддитивными технологиями и традиционными

способами, в части обработки резанием и качества пайки, для возможных перспективных применений в ответственных составных конструкциях из коррозионностойких сталей.

Методика исследований

Обрабатываемость резанием оценивали измерением и сопоставлением сил резания (P , кг), а также качеством получаемой поверхности (Ra) при радиальном точении двух заготовок $\varnothing 34 \times 30$ мм. Первая заготовка (усл. № 1) была получена методом селективного лазерного спекания, в качестве второй заготовки (усл. № 2) использовали стандартный пруток из стали 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632-2014. Усилия резания определяли экспериментально по данным, полученным с применением универсальных контроллеров серии «Adam» при точении заготовок отрезным токарным резцом с наклеенными на него тензорезисторными датчиками (рисунок 1), собранными в схему полного моста. Резец градуировался до и после проведения опытов с помощью динамометра серии «ДОСМ».



Рис. 1 – Экспериментальный резец

Экспериментальные данные, полученные в автоматическом режиме, переводили в усилия резания с помощью коэффициента преобразования измерительного канала с учетом градуировочного графика (по усредненным значениям до и после опытов). Режимы резания: n (частота вращения шпинделя) – 70 об/мин; S (подача резца) – 0,05 мм/об, глубина врезания – 1,5 мм (на радиус). Проводили по три опыта на каждой заготовке, по полученным результатам определяли среднее арифметическое значение силы резания (P_{cp} , кг). Далее определяли шероховатость поверхности проточенных кольцевых канавок (не менее трех измерений на каждой канавке) с применением прибора для определения шероховатости контактным методом. По полученным результатам определяли среднее арифметическое значение шероховатости поверхности (Ra_{cp}). Критерием оценки обрабатываемости резанием заготовки из материала, полученного по аддитивной технологии, являлось сопоставление значений P_{cp} и Ra_{cp} с соответствующими данными экспериментов на заготовке из стали 12X18H10T по ГОСТ 5632-2014.

Для исследований паяемости материалов изготавливали образцы в виде пластин с габаритными размерами 10×52×2 мм. Четыре образца получили методом селективного лазерного спекания и четыре образца сравнения изготовили резанием из сортового проката стали 12X18H10T ГОСТ 5632-2014. В качестве припоя применяли фольгу толщиной 0,15 мм и проволоку диаметром 1 мм из меди марки М1 ГОСТ 859-78. Для улучшения растекания припоя, на два образца каждого способа изготовления наносили гальваническое покрытие типа ХимН6. Пайку выполняли в вакууме, при нагреве до 1150°C, с выдержкой в течение 5 мин, охлаждение с печью. Далее по ГОСТ 28830-90 определяли прочность паяного соединения при сдвиге и сопоставляли полученные результаты.

Результаты исследований

Исследованный элементный состав материалов всех образцов, изготовленных методом селективного лазерного спекания, соответствовал ГОСТ 5632-2014. Среднее значение твердости у материала, полученного по аддитивной технологии, было выше аналогичной характеристики сортового материала на ~ 35%.

При точении заготовок резец работал в «тяжелом, нагруженном» режиме, характерном для механической обработки резанием материала подобного класса сталей. Износ режущей пластины визуально не выявлен, тогда как градуировочная кривая резца после проведения опытов сместилась вниз, пропорционально относительно кривой градуировки резца до опытов (рисунок 2).

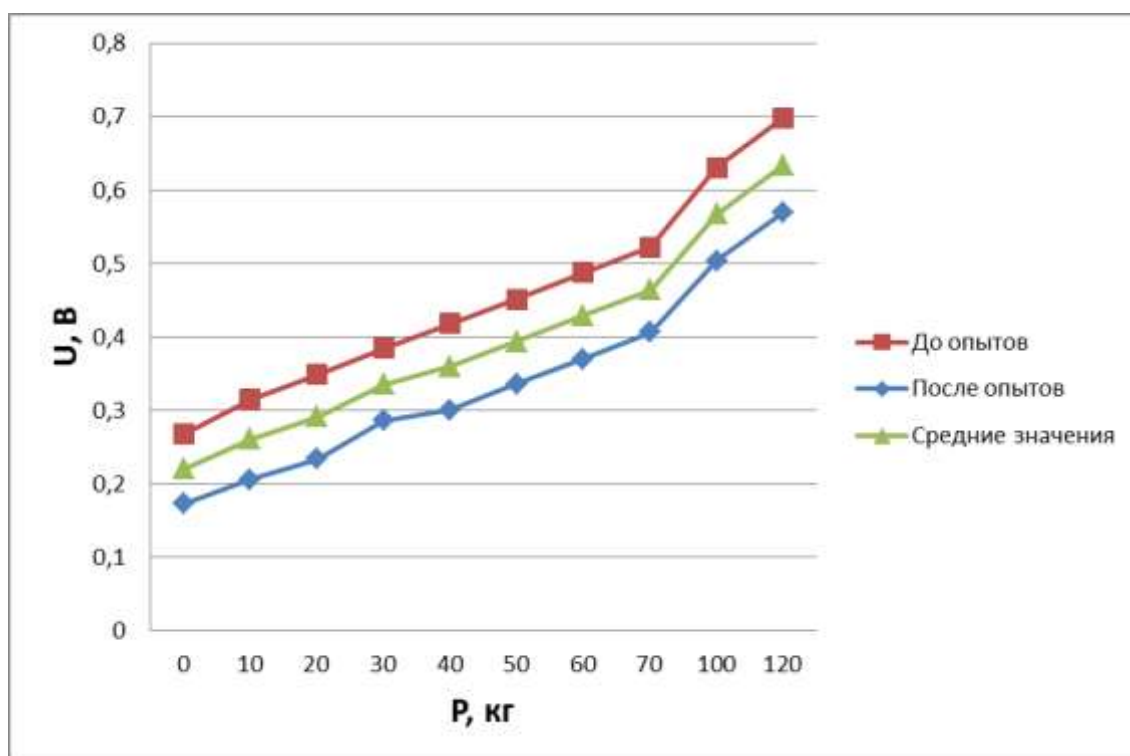


Рис. 2 – Градуировочные графики

Экспериментальные значения сил резания сведены в таблицу 1.

Таблица 1

Силы резания, кг

| № заготовки | P | P _{ср} | Δ, % |
|-------------|---------------------|-----------------|------|
| 1 | 75,2; 72,7; 71,0 | 72,8 | 40 |
| 2 | 116,8; 121,9; 125,8 | 121,5 | |

Как следует из данных таблицы 1, усредненное значение силы резания при точении заготовки из материала, полученного по аддитивной технологии, на 40% ниже значения силы резания, полученного при точении заготовки из сортового проката.

Полученные результаты можно объяснить тем, что структура сортового материала более вязкая, чем у материала, полученного по аддитивной технологии. При точении заготовки № 2 резец визуально более «давил», чем резал, соответственно для преодоления сил сопротивления деформированию материала, резцу требовалось производить большую работу. Структуре материала заготовки № 1 присущи признаки пористого тела с равномерной твердостью, что для резания металлов, в ряде случаев, более благоприятно. Последующее исследование качества поверхностей, проточенных канавок косвенно подтвердило данное предположение.

В таблице 2 представлены средние значения шероховатостей поверхностей канавок.

Таблица 2

Шероховатость поверхностей

| № заготовки | Ra _{min} | Ra _{max} | Ra _{ср} |
|-------------|-------------------|-------------------|------------------|
| 1 | 0,747 | 1,243 | 0,984 |
| 2 | 0,494 | 1,238 | 0,832 |

Измеренные значения Ra поверхностей канавок, полученных при точении сортового материала, несколько выше (7-8 класс), чем у канавок на заготовке № 1 (7 класс), но, в целом, сопоставимы. При этом у канавок на

заготовке из материала, полученного по аддитивной технологии, на отдельных участках отмечена чешуйчатость, характерная для твердого, пористого материала (типа чугуна), рисунок 3 а.

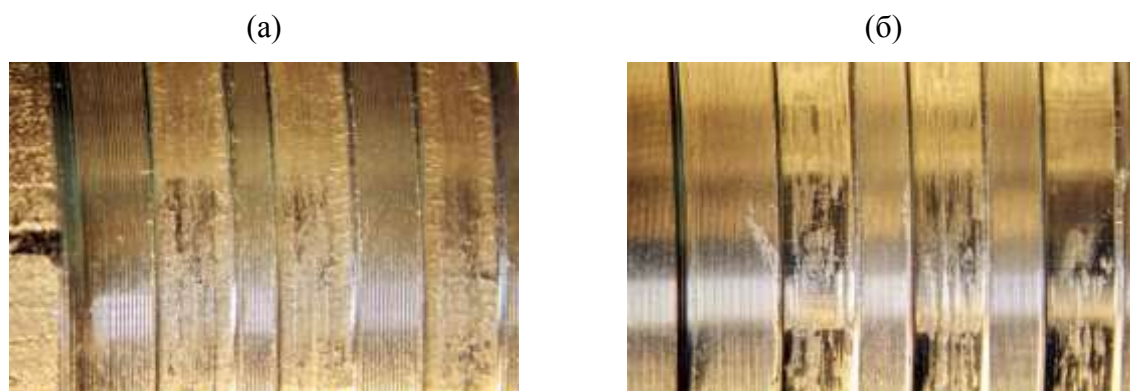


Рис. 3 – Внешний вид канавок

У канавок на заготовке № 2 на отдельных участках присутствуют затиры, характерные для вязкого сплава (типа никель), рисунок 3 б.

В целом, по результатам опытов обрабатываемость резанием заготовки из материала, полученного по аддитивной технологии, следует признать нормальной и отметить необходимость проведения более глубоких исследований (по видам обработки резанием, стойкости инструмента и др.) для подтверждения полученных оценочных результатов, набора статистических данных, определения оптимальных режимов резания и т.д.

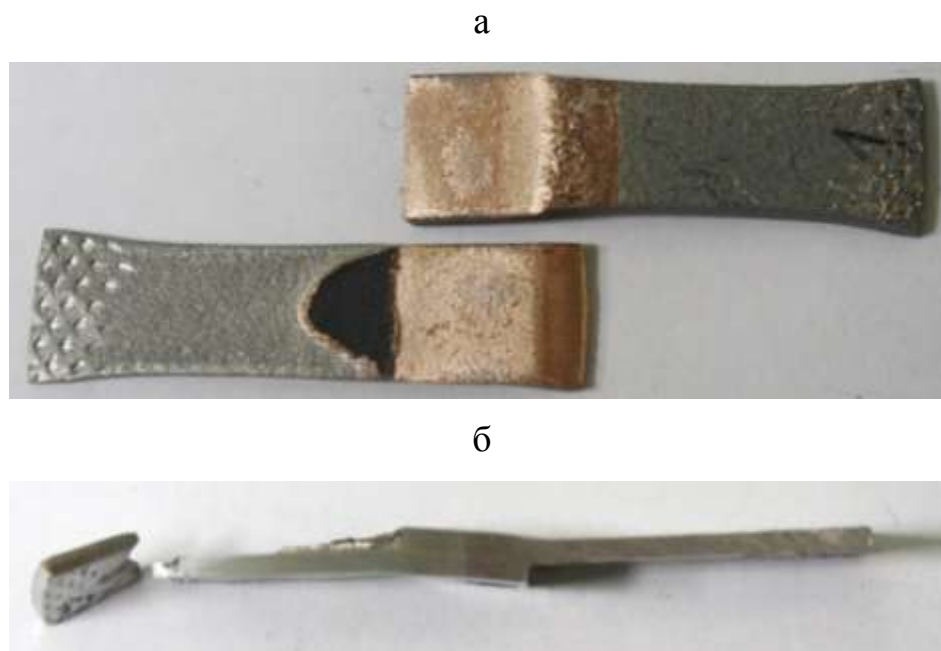
Внешний вид образцов, изготовленных по аддитивной технологии, после пайки представлен на рисунке 4. Визуальным осмотром не выявлено наружных дефектов на всех поверхностях паяных образцов.



а – образец без покрытия, б – с никелевым покрытием

Рис. 4 – Внешний вид паяных соединений

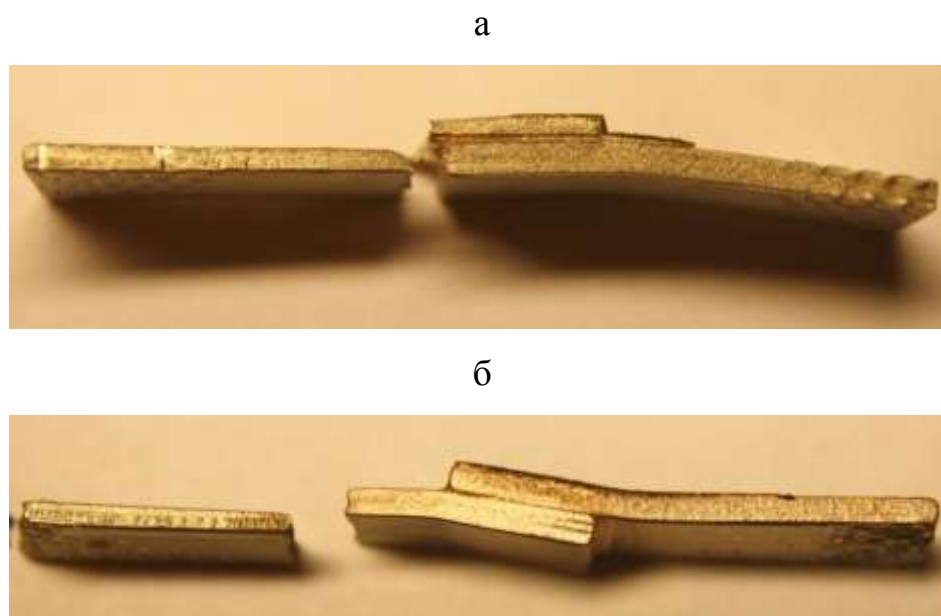
При испытаниях на прочность разрушение у образца сравнения (сортовой прокат) без покрытия произошло по паяному шву, с покрытием – по основному металлу (рисунок 5).



а – образец без покрытия, б – образец с покрытием

Рис. 5 – Разрушенные образцы сравнения

Образцы, изготовленные по аддитивной технологии, разрушились по основному металлу (рисунок 6).



а – образец без покрытия, б – образец с покрытием

Рис. 6 – Разрушенные образцы, изготовленные аддитивным способом

Результаты испытаний паяных соединений при сдвиге представлены в таблице 3.

Таблица 3

Разрушающее напряжение паяных соединений при сдвиге

| Образец | | Разрушающее напряжение, МПа |
|-----------------------|--------------|-----------------------------|
| Аддитивная технология | Без покрытия | 102 (по основному металлу) |
| | С покрытием | 112 (по основному металлу) |
| Сортовой прокат | Без покрытия | 76 (по шву) |
| | С покрытием | 87 (по основному металлу) |

Полученные результаты не позволяют сделать однозначное заключение о соответствии прочностных свойств пайки образцов, изготовленных сравниваемыми способами, поскольку разрушение по основному металлу не характеризует качество паяного шва. Тем не менее, полученные результаты свидетельствуют о хорошей паяемости и высокой прочности швов образцов из материалов, полученных аддитивным способом.

Выводы по работе:

1 Усредненное значение силы резания при точении заготовки из материала, полученного по аддитивной технологии, на 40% ниже значения силы резания, определенного при точении заготовки из сортового проката. Значения R_a поверхностей канавок, полученных при точении как сортового материала, так и изготовленного аддитивным способом, в целом, сопоставимы (7 класс).

Рекомендуется проведение более глубоких исследований (по видам обработки резанием, стойкости инструмента и др.) для подтверждения полученных оценочных результатов, набора статистических данных, определения оптимальных режимов резания и т. д.

2 Результаты экспериментов по пайке медью свидетельствуют о хорошей паяемости и высокой прочности швов образцов, полученных аддитивным способом.

3 Полученные результаты позволяют сделать вывод о принципиальной возможности перспективного применения коррозионно-стойких материалов, получаемых аддитивными технологиями, в конструкциях, изготавливаемых с применением обработки резанием и пайки, при условии проведения полного цикла их экспериментальной отработки и испытаний: коррозионных, прочностных, эксплуатационных и др.

Литература

1 Гибсон, Я. Технологии аддитивного производства: пер. с англ. / Я. Гибсон, Д. Розен, Б. Стакер. - М.: Техносфера, 2016. - 656 с.

2 Перспективы развития аддитивных технологий. - М.: РТБ-КОНСАЛТИНГ, 2016. - 180 с.

УДК 620.169.1:620.187.3.02

**Синтезированные материалы на основе интерметаллида Ni_3Al ,
полученные методом селективного лазерного сплавления**

Евгенов А.Г.¹, к.т.н.; Аргинбаева Э.Г.¹, к.т.н.;

Головлев Н.А.¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)

Аннотация:

Разработан режим селективного лазерного синтеза, позволяющий получать плотный материал на основе интерметаллида Ni_3Al , без трещин при минимальном уровне пористости (около 0,1%). Обнаружены различия механизмов кристаллизации сплавов ВИН5, ВКНА-1ВР и сплава ВКНА25(Р). Для сплава ВКНА25(Р) отмечено аномальное распределение рения преимущественно в карбидах не только в состоянии после, но также после ГИП и длительного термического воздействия.

Исследовано влияние применения оборотного порошкового материала на структуру и механические свойства синтезированного сплава ВКНА25(Р).

Ключевые слова:

Интерметаллид, селективное лазерное сплавление, Ni_3Al , γ' -фаза, ГИП, длительная прочность, просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ).

Введение

Технология селективного лазерного сплавления уже достаточно широко применяется в авиационном двигателестроении для изготовления деталей камеры сгорания, силовых деталей, крепежа. Но полностью потенциал применения данной технологии может раскрыть синтез таких ответственных деталей, как рабочие и сопловые лопатки. Возможность реализации самых сложных принципиально новых схем охлаждения открывают большие перспективы, не доступные при традиционном методе литья. Ограничения, не позволяющие эффективно применять традиционные литейные сплавы в технологии СЛС, связаны с высокими кристаллизационными напряжениями в условиях сверхбыстрой кристаллизации и, как следствие, образованием трещин в синтезированном материале. Также серьезную проблему представляет мелкозернистая структура синтезированного материала, обладающая, как правило, более высокими характеристиками кратковременной прочности и циклической усталости, но низкой длительной прочностью вследствие большой протяженности границ [1, 2]. Еще в большей степени данные проблемы характерны для сплавов на основе интерметаллида Ni_3Al . В то же время, именно интерметаллидные сплавы серии ВКНА представляются наиболее перспективными для синтеза таких деталей как теплозащитные панели камеры сгорания, сопловые лопатки со сложными системами охлаждения, в т.ч. двухстеночные. Настоящее исследование посвящено структурным особенностям синтезированных сплавов на основе интерметаллида Ni_3Al , оценке кратковременной и длительной прочности, а также исследованию влияния применения обратного порошка на структуру и свойства.

Материалы и методы исследования

В качестве объектов исследования выбраны сплавы на основе интерметаллида Ni_3Al с различным содержанием углерода, разработанные

для получения моно- и поликристаллических отливок (таблица 1), а также непосредственно под аддитивные технологии (ВКНА25(P)).

Таблица 1

Системы легирования и содержания углерода в исследуемых сплавах на основе интерметаллида Ni₃Al

| Марка сплава | Система легирования | Содержание углерода, % |
|--------------|---------------------------|------------------------|
| ВКНА25(P) | Ni-Al-Cr-Co-Mo-W-Ti-Re-Zr | 0,18 |
| ВИН5 | Ni-Al-Co-Cr-Mo-W-Ti-Zr | 0,14 |
| ВКНА1-ВР | Ni-Al-Cr-Mo-W-Ti-Hf | 0,14 |

Исследование структуры образцов после СЛС проводили методами оптической, растровой и просвечивающей электронной микроскопии. Металлические порошки для изготовления всех образцов получали методом атомизации в атмосфере аргона на установке HERMIGA 10/100VI. Образцы из порошка гранулометрического состава 10÷63 мкм изготавливали в вертикальной ориентации в установке EOS M290 в среде аргона при подогреве платформы.

Микроструктуру исследовали на растровых электронных микроскопах (РЭМ) JSM 6480LV фирмы JEOL и Hitachi SU8100, а также методом ПЭМ на микроскопе Теснаи G2 F20 S-TWIN TMP с ускоряющим напряжением 200 кВ.

Результаты и обсуждение

Исследование влияния энергетических факторов процесса СЛС на плотность образцов показало, что сплавы на основе интерметаллида Ni₃Al в части образования трещин крайне чувствительны даже к небольшим изменениям удельной объемной плотности энергии при различных скоростях синтеза. Так, отклонения всего в 0,1–0,6 Дж/мм³ приводят к увеличению объемной доли трещин в несколько раз, а также появлению крупных несплавлений (до 200–400 мкм в поперечнике). Последнее, вероятно, связано с реологическими характеристиками расплава и, возможно, с неустойчивостью фронта кристаллизации при высоких скоростях синтеза. Изменение микроструктуры синтезированного материала в зависимости от величины удельной объемной плотности энергии представлены на рис. 1.

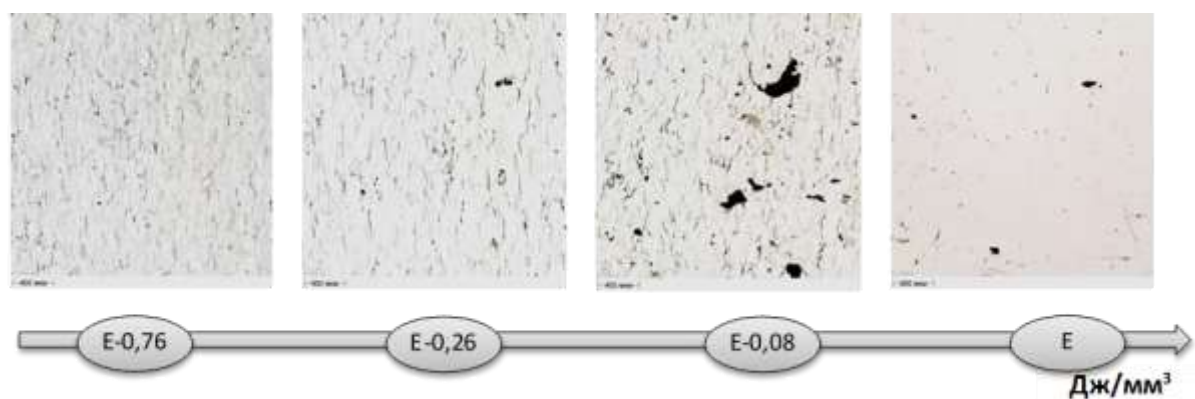


Рис. 1 – Структура синтезированного сплава ВКНА25(P), полученного при различных значениях удельной объемной плотности энергии и скоростях экспонирования $\times 50$ (в)

Получение плотного синтезированного материала на основе интерметаллида Ni_3Al возможно двумя путями. Возможен подбор режима синтеза с некоей минимальной долей трещин и последующее их «заращивание» при высокотемпературной вакуумной обработке и последующем ГИПе. Проблема данного пути заключается в необходимости применения длительных выдержек при температурах, близких к температуре солидуса сплава. При этом, вследствие интенсивной диффузии по границам зерен, происходит образование крупных фрагментов γ' -фазы (десятки микрон в поперечнике) при среднем размере частиц 2–3 мкм. Такое бимодальное распределение является характерным для литого состояния, где крупные эвтектические фрагменты γ' -фазы формируются в процессе кристаллизации в межосных участках, и приводит к снижению комплекса механических свойств. Таким образом, преимущество технологии СЛС, связанное с однородностью структуры синтезированного материала вне зависимости от геометрии изделия теряется.

Второй путь, более трудоемкий, предполагает получение материала без трещин непосредственно в процессе синтеза. На настоящий момент определены энерго-скоростные параметры процесса СЛС, которые позволяют получать плотные заготовки, объемная доля трещин в которых не превышает 0,015% (Таблица 2). После проведения ГИП остаточные трещины эффективно залечиваются.

Объемная доля пор и трещин в синтезированном материале ВКНА-25(Р)

| | СЛС (свежая МПК) | СЛС+ГИП (свежая МПК) | СЛС+ГИП (5х использованная МПК) |
|-------------------|---------------------|-------------------------|------------------------------------|
| Поры (доля, %) | 0,093 | 0,14 | 1,5 |
| Трещины (доля, %) | 0,011 | н/о | 0,016 |

Разработанные режимы синтеза эффективны даже при использовании оборотных порошков, когда склонность материала к растрескиванию увеличивается вследствие загрязнения оборотного порошка [3] и ухудшения состояния границ зерен. Однако, применение оборотного порошкового материала приводит к резкому (на порядок) увеличению объемной доли пор, до 1,5%. Исследование карт распределений элементов показывает, что вокруг пор присутствуют окислы алюминия. Рост количества и размеров пор связан с большим количеством окислов в оборотном порошковом материале, скопления которых ухудшают смачиваемость порошкового слоя.

Структура синтезированных сплавов на основе Ni_3Al типична для материалов, полученных селективным лазерным сплавлением, и представляет собой треки, состоящие из субзерен. Субзерна сформированы однонаправленными ячейками. Исследование ячеистой структуры методом ПЭМ показало, что выделение карбидов происходит по границам ячеек, а количество карбидов увеличивается пропорционально увеличению содержания углерода.

Формирование ячеек в процессе СЛС для большинства исследованных сплавов (ВЖ159, ЖС6К и др.) [4-6] подчиняется нормальному закону кристаллизации [7]. Ячейки представляют собой пересыщенный γ -твердый раствор, в котором наблюдается выделение частиц упрочняющей γ' -фазы. Тот же принцип справедлив и для сплавов ВИН5 и ВКНА-1ВР: наряду с рефлексами матрицы электронограммы ячеек (γ -твердого раствора) содержат и рефлексы сверхструктуры (γ' -фазы). На изображении в сверхструктурном рефлексе видно большое количество наноразмерных частиц γ' -фазы (рис. 2, а,б), равномерно распределенных в объеме ячеек кристаллизации. Подобная

структура характерна и для классических никелевых жаропрочных сплавов (ЖС6К, ЖС32), полученных методом СЛС [8, 9].

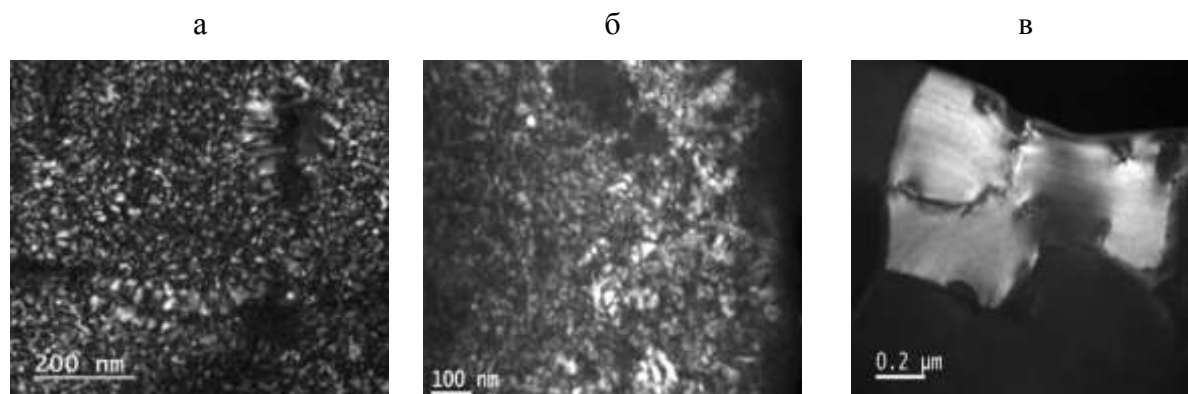


Рис. 2 – Структура синтезированных сплавов ВИН5 (а), ВКНА-1ВР (б) и ВКНА25(Р) (в), темнопольное изображение в сверхструктурном рефлексе (γ' -фаза)

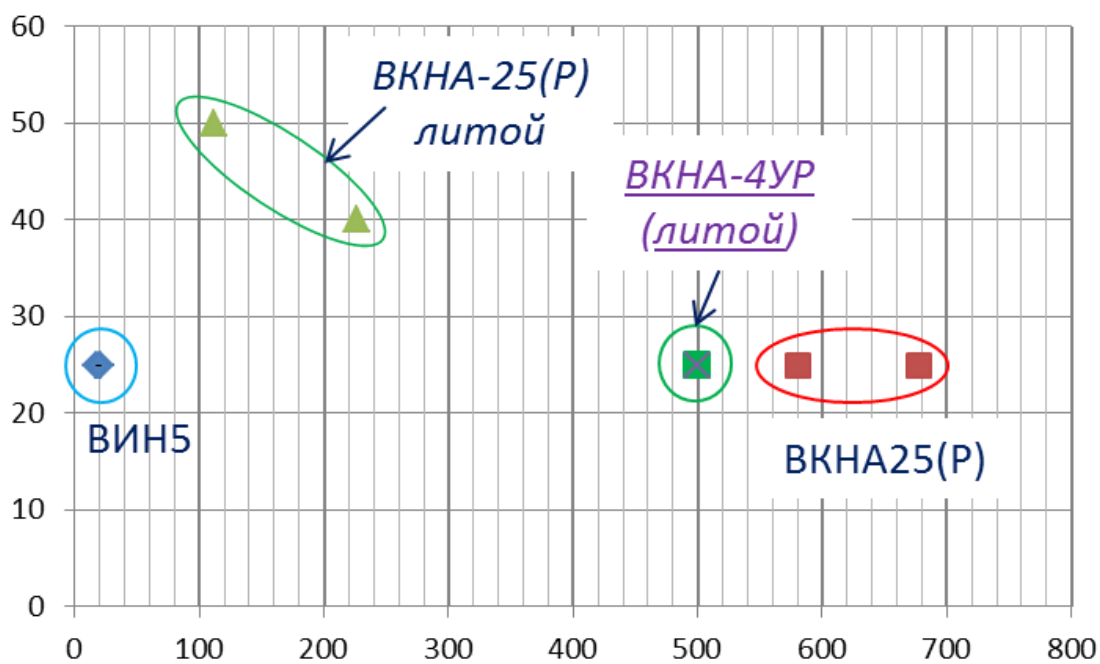
Для сплава ВКНА25(Р) матрицей является не твердый раствор, а γ' -фаза, вследствие чего наблюдается аномалия распределения элементов по сечению ячейки: γ' -образующие элементы алюминий и титан имеют более высокую концентрацию в центре ячейки. Тугоплавкие элементы рений и вольфрам располагаются не в теле ячейки (вольфрам – на уровне 1%ат., рений – следы), а в виде включений, идентифицируемых как карбиды. Такое распределение вольфрама – карбидообразующего элемента – вполне объяснимо. Рений не относится к карбидообразующим элементам и может частично замещать позиции хрома в карбидах. Преимущественное распределение рения в карбидах сохраняется и после газостатической обработки, и после длительного высокотемпературного воздействия (в процессе испытаний на длительную прочность). Наблюдается лишь снижение его концентрации в карбидах. В состоянии после синтеза содержание рения в карбидах составляет 6,8–7,5%, после ГИП оно снижается до 5,7–7,2, а после почти 700 часового нагрева в процессе испытаний на длительную прочность – до 5,0–5,5%.

Определение механических свойств показывает, что по кратковременной прочности синтезированные материалы несколько превосходят свои литейные аналоги. При этом новый сплав ВКНА25(Р)

имеет в 1,5 раза более высокий предел текучести по сравнению со сплавами ВИН5 и ВКНА-1ВР. Пластичность сплава ВКНА25(Р) и ВИН5 ($\delta \geq 3\%$) типична для интерметаллидных сплавов и значительно превосходит пластичность сплава ВКНА-1ВР, наименее технологичного для селективного лазерного сплавления материала.

Результаты определения длительной прочности при температурах 1100 и 1200°C приведены на рис. 3. Приведено сравнение длительной прочности образцов, синтезированных из оборотных МПК и литого аналога, а также для сравнения показаны паспортные значения для литого сплава ВКНА-4УР (прототипа сплава ВИН5). Как видно из графика, сплав ВИН5 при нагрузке 25 МПа и температуре испытания 1100°C практически не обладает длительной прочностью. При тех же условиях синтезированные образцы из сплава ВКНА25(Р) показывают время до разрушения на уровне 570–670 часов, т.е. по 500-часовой базе жаропрочность синтезированного материала соответствует жаропрочности литого сплава ВКНА-4УР. Литой сплав ВКНА25(Р) демонстрирует более высокие показатели жаропрочности: при нагрузке 40–50 МПа имеет время до разрушения более 100 часов, однако последующий переход к синтезу образцов целиком на свежей МПК позволяет надеяться на значительный рост показателей длительной прочности и для синтезированного материала.

а



б

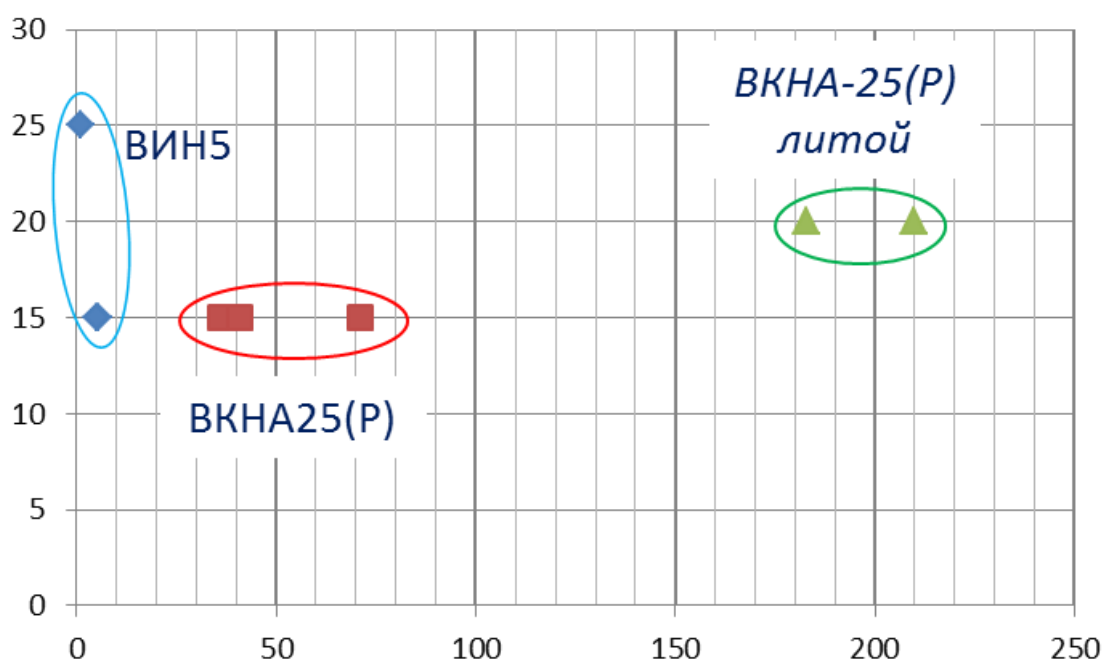


Рис. 3 – Длительная прочность синтезированных и литых образцов сплавов VIN5 и VKNA25(P) при температурах 1100 (а) и 1200°C (б)

При температуре 1200°C литой сплав VKNA25(P) значительно превосходит синтезированные материалы. При этом сплав VIN5,

синтезированный из оборотной МПК при данной температуре неработоспособен.

После проведения испытаний на длительную прочность в приповерхностном слое синтезированного образца из сплава ВИН5 наблюдается измененный слой глубиной около 15мкм. В измененном слое отсутствуют крупные частицы γ' -фазы, а его образование связано с интенсивной диффузией алюминия к поверхности образца и образованием оксида алюминия. Постепенное обеднение алюминием приводит к различиям размеров частиц перекристаллизованной γ' -фазы. Вблизи исходных фрагментов частицы более крупные (1–1,5 мкм), неправильной формы; по мере приближения к поверхности размер частиц уменьшается, а форма стремится к кубической. В прослойках γ -твердого раствора наблюдается большое количество глобул наноразмерной γ' -фазы. Формирование зон, обедненных алюминием, наблюдается и вокруг трещин в зоне разрушения, а также несплошностей, имеющих сообщение с поверхностью образца и контактировавших с воздушной атмосферой при высоких температурах. После испытаний на длительную прочность при температуре 1200°C (время до разрушения 47ч) толщина измененного слоя увеличивается приблизительно до 100 мкм.

Длительное воздействие температуры 1100°C (670ч/25МПа) вследствие обеднения алюминием вызывает появление на поверхности гомогенного слоя γ -твердого раствора, содержание в котором алюминия не превышает 1,2% процента. Общая толщина зоны обеднения составляет порядка 300мкм (рис. 4). Ее условно можно разделить на три участка: пластичный γ -твердый раствор, переходная зона, в которой присутствует большое количество частиц вторичной γ' -фазы, кристаллизующейся в форме октетов, и зона с частично растворенными фрагментами первичной γ' -фазы. Вся зона

обеднения поражена трещинами, которые распространяются по границам зерен. Трещины заполнены оксидами алюминия и титана.

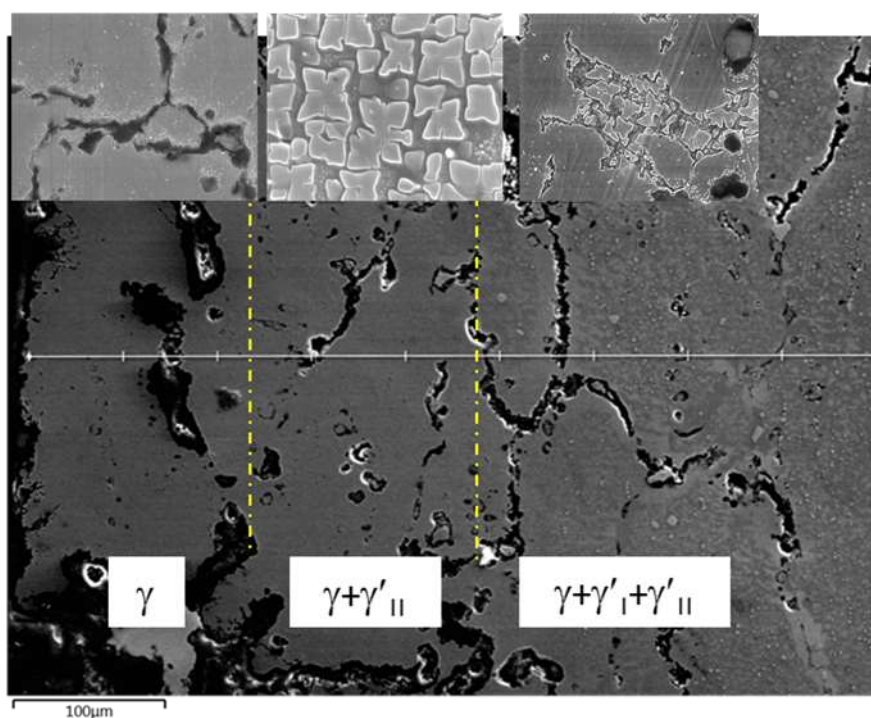


Рис. 4 – Микроструктура поверхностного слоя образца сплава ВКНА25(Р) после испытаний на длительную прочность при 1100°С и нагрузке 25МПа

Сравнение макроструктур литого и синтезированных материалов показывает, что после синтеза размер зерна на 1-1,5 порядка меньше, чем в литом металле. После длительного высокотемпературного воздействия значительного роста зерен в синтезированном материале не происходит, что вызвано действием карбидов и зернограничных упрочнителей.

Выводы

В ходе проведения исследования показано, что разработанный режим синтеза позволяет получать плотный материал, без трещин при минимальном уровне пористости (около 0,1%). Применение оборотного порошкового материала приводит к увеличению объемной доли пор более чем на порядок, что связано с негативной ролью оксидов на поверхности гранул оборотного порошка и изменением реологических характеристик расплава в процессе синтеза.

Обнаружены различия механизмов кристаллизации сплавов ВИН5, ВКНА-1ВР и сплава ВКНА25(Р). Показано, что матрицей сплавов ВИН5 и ВКНА-1ВР является γ -твердый раствор, а для сплава ВКНА25(Р) - γ' -фаза. Для сплава ВКНА25(Р) также отмечено аномальное распределение рения преимущественно в карбидах не только в состоянии после СЛС, но также после ГИП и длительного термического воздействия.

Показано, что сплав ВКНА25(Р), синтезированный из оборотной МПК, обладает длительной прочностью на уровне литого сплава ВКНА-4УР при 500-часовой базе.

Литература

1. Раевских А.Н., Петрушин Н.В., Чабина Е.Б. Исследование структуры сплава ЖС32, полученного методом селективного лазерного сплавления, после высокотемпературных механических испытаний // Аддитивные технологии: настоящее и будущее. Сборник докладов IV Международной конференции. 2018. С. 307–320.

2. Евгенов А.Г., Горбовец М.А., Прагер С.М. Структура и механические свойства жаропрочных сплавов ВЖ159 и ЭП648, полученных методом селективного лазерного сплавления // Авиационные материалы и технологии. 2016. №S1(43). С.8-15. 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-8-15.

3. Евгенов А.Г., Шуртаков С.В., Прагер С.М., Малинин Р.Ю. Особенности загрязнения оборотного порошкового материала в процессе селективного лазерного сплавления // Технологии металлов. 2018. №11. С. 2130.

4. Лукина Е.А., к.т.н.; Зайцев Д.В.; Сбитнева С.В.; Заводов А.В. Строение и идентификация фаз в жаропрочных никелевых сплавах, синтезированных методом СЛС // Аддитивные технологии: настоящее и будущее. Сборник докладов III Международной конференции. 2017. С. 5.

5. Евгенов А.Г., Королев В.А., Шуртаков С.В. Перспективы разработки высокопроизводительных режимов селективного лазерного сплавления жаропрочных сплавов на основе никеля для изготовления деталей ГТД // Аддитивные технологии: настоящее и будущее. Сборник докладов III Международной конференции. 2017. С. 23.

6. Zhou X., Zhong Y., Shen Zh., Liu W. The surface-tension-driven Benard convection and unique sub-grain cellular microstructures in 316L steel selective laser melting [Электронный ресурс] // Applied Physics; Materials Science, Jan. 2018. 32P. <https://arXiv:1801.01408v1>

7. Флемингс М. Процессы затвердевания // Монография, 1977. 423 с.

8. Лукина Е.А., к.т.н.; Зайцев Д.В.; Сбитнева С.В.; Заводов А.В. Строение и идентификация фаз в жаропрочных никелевых сплавах, синтезированных методом СЛС // Аддитивные технологии: настоящее и будущее. Сборник докладов III Международной конференции. 2017. С. 5.

9. Раевских А.Н., Петрушин Н.В., Чабина Е.Б. Исследование структуры сплава ЖС32, полученного методом селективного лазерного сплавления, после высокотемпературных механических испытаний // Аддитивные технологии: настоящее и будущее. Сборник докладов IV Международной конференции. 2018. С. 307–320.

УДК 62-932.2

Влияние технологических параметров на производительность при изготовлении металлических деталей методом прямого лазерного выращивания

Завалов Ю.Н.¹; Дубров А.В.¹; Родин П.С.¹; Антонов А.Н.¹;
Макарова Е.С.¹; Стенькин С.В.¹; Дубров В.Д.¹

09645@mail.ru

¹*Институт проблем лазерных и информационных технологий РАН – филиал ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Московская область, г. Шатура*

Аннотация:

Получены зависимости массовой производительности от скорости сканирования, расстояния от сопла до подложки и выноса фокуса лазерного пучка при разных значениях массового расхода при формировании дорожек из аустенитной стали методом прямого лазерного выращивания. Выполнена оценка удельного массового энерговклада в зависимости от перечисленных параметров с учетом проплавления подложки. Полученные зависимости позволяют устанавливать оптимальные значения технологических параметров методом прямого лазерного выращивания. Показан способ изменения производительности путем варьирования расстояния до подложки при сохранении скорости сканирования и мощности лазера.

Ключевые слова:

метод прямого лазерного выращивания, аустенитная сталь, технологические параметры, массовая производительность.

Введение

Создание изделий в технологии прямого лазерного выращивания (ПЛВ) происходит путем последовательного нанесения отдельных дорожек. Каждая дорожка формируется в результате взаимодействия лазерного излучения с потоком порошка и ранее нанесенным материалом (или подложкой) [1–3]. При этом, пространственные распределения потока порошка и лазерного излучения неоднородны [4–5]. Они имеют сходящийся, а затем расходящийся профиль, кроме того, поток порошка обладает кольцевой структурой. Смещение положения перетяжек лазерного луча и потока порошка друг относительно друга изменяет область и степень нагрева частиц излучением, а расстояние до подложки влияет на эффективность проплавления ее лазерным излучением, а также на размер области оседания частиц на поверхности слоя ранее внесенного материала или на подложке. Изменяется также пропорция нагрева частиц и непосредственно подложки лазерным излучением. В результате эти параметры и структура воздействия лазерного излучения на материал определяют качество и эффективность процесса ПЛВ. Как следствие, технологические параметры ПЛВ необходимо оптимизировать, основываясь на понимании процессов взаимодействия лазерного излучения с потоком порошка и тепломассопереноса, сопровождающих технологию ПЛВ. В данной работе исследовалось влияние взаимного пространственного расположения каустики лазерного луча, потока порошка и подложки на производительность процесса ПЛВ.

Экспериментальная установка и методика проведения эксперимента

Экспериментальная установка, рис. 1, включает волоконный иттербиевый лазер 1 мощностью 400 Вт (ЛК-400-В, НТО “ИРЭ-Полус”), излучение которого фокусируется лазерной головкой 2 (Precitec UC52). Манипулятор 4 (Kuka KR10 900-2) перемещает подложку 3 относительно положения луча. Порошковый питатель 5 (GTV PF 2.1LC) имеет в своем

составе подающий диск 6, частота вращения которого определяет массовый расход порошка.

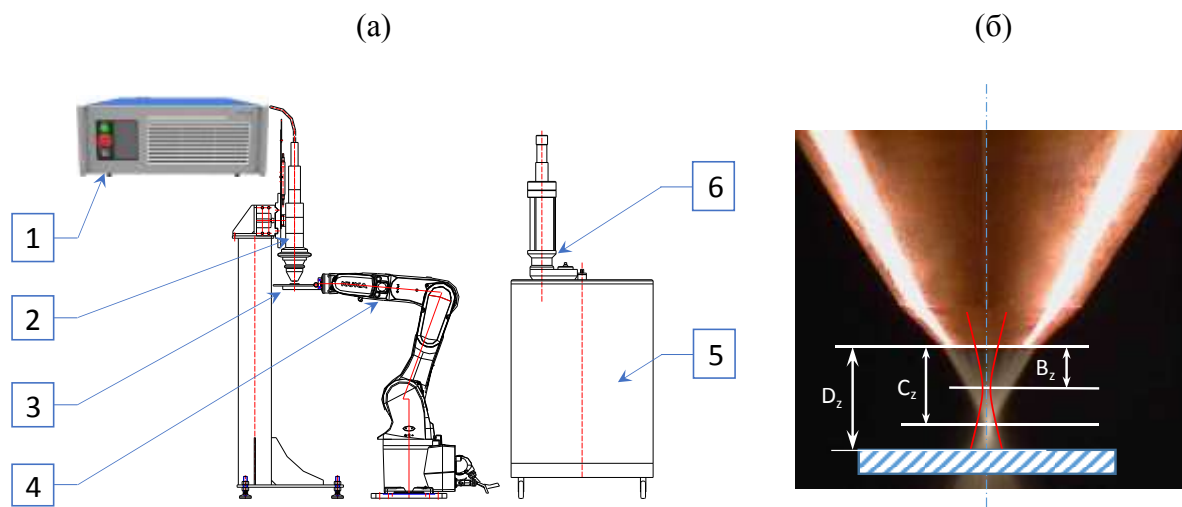


Рис. 1 – а) Схема экспериментальной установки: 1 – лазер, 2 – лазерная головка, 3 – подложка, 4 – манипулятор, 5 – порошковый питатель, 6 – подающий диск питателя; б) Схема взаимного расположения подложки, сопла, потока частиц и лазерного пучка (красные линии)

Пучок лазерного излучения нагревает частицы газопорошковой смеси (ГПС) с изменением их фазового состояния. Излучение частично рассеивается на частицах, частично поглощается ими, а также нагревает и плавит подложку и ранее нанесенный материал. После осаждения частиц на поверхности подложки и затвердевания материала формируется дорожка. Схема взаимодействия лазерного излучения с ГПС и подложкой приведена на (рис.1б). D_z – расстояние от нижней поверхности сопла до подложки. B_z – расстояние от сопла до перетяжки лазерного пучка (вынос фокуса). Расстояние от сопла до сечения минимального размера потока ГПС C_z составляет 11 мм. Качество и производительность процесса ПЛВ может существенно изменяться в зависимости от параметров B_z , C_z , D_z .

В экспериментах использовался порошок аустенитной стали ПР-Х18Н9 (АО «Полема») с содержанием углерода около 0,09%. Фракционный состав порошка (40...100) мкм. На рис. 2 представлена зависимость расхода порошка от частоты вращения диска питателя N .

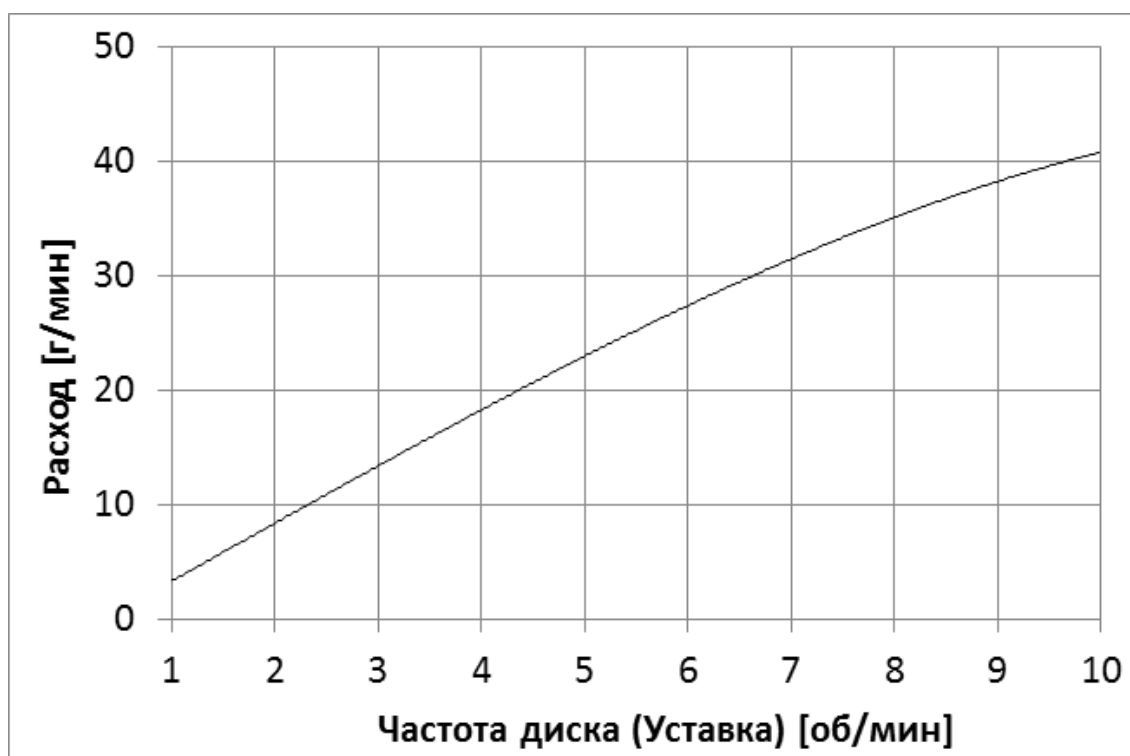


Рис. 2 – Зависимость расхода порошка от частоты вращения диска питателя, порошок ПР-Х18Н9, фракционный состав (40...100) мкм

Использовались подложки размером 40Ч10Ч4 мм из стали 08Х18Н10Т. На каждую подложку наносилось по две одиночных дорожки длиной 34 мм каждая при одинаковых значениях технологических параметров. Для определения массы нанесенного материала проводилось взвешивание подложки до и после формирования дорожек.

Скорость сканирования V варьировались в пределах (200...1100) мм/мин, расстояние между соплом и подложкой D_z в пределах (10...13) мм. Эксперименты повторялись при разных значениях выноса фокуса лазера B_z : 2 мм; 4 мм и 6 мм. Массовый расход порошка G_0 изменялся в пределах (5...20) г/мин. В экспериментах использовалось максимальное значение мощности 400 Вт. Давление газа (азот ОЧ) на входе питателя составляло 0,3 МПа, давление защитного газа 0,6 МПа, расход защитного газа 10 нл/мин.

Для оценки результатов выращивания рассчитывались массовая производительность и удельный массовый энергозатрат. Массовая производительность G определялась, как скорость формирования дорожки:

$$G=(\partial m \cdot V)/L \text{ [г/мин]}, \text{ где} \quad (1)$$

∂m – увеличение массы подложки, V – скорость сканирования, L – длина дорожки.

Удельный массовый энергозатрат определялся, как:

$$E=P/(G+ G_1), \quad (2)$$

где P – мощность лазерного излучения, G_1 , и m_1 – масса объема подложки, подвергнутого фазовым изменениям в процессе формирования дорожки.

Величину m_1 можно оценить, как:

$$m_1=c \cdot 2 \cdot \psi(B_z, D_z) \cdot H \cdot L, \quad (3)$$

где c – плотность материала подложки, $\psi(B_z, D_z)$ – характерный радиус пучка на поверхности подложки, H – глубина проплавления. Методика оценки глубины проплавления с учетом теплопроводности материала приведена в [5].

$$H = \psi(B_z, D_z) \cdot \ln(T_{max}/ T_m) \cdot f(\beta), \quad (4)$$

где χ – температуропроводность, $\beta = \psi(B_z, D_z) \cdot V/\chi$ – обобщенный технологический параметр, $f(\beta)$ – функция учета технологического параметра: $f(\beta) \approx 1,9$ при $\beta=0$. В случае $0,3 < \beta < 8$ функция аппроксимируется как $f(\beta) \approx \beta^{(-1/3)}$. T_{max} – максимальная температура поверхности, нагретой лазерным излучением:

$$T_{max} = (A \cdot P)/(k \cdot \psi(B_z, D_z) \cdot \rho^{(2/3)}) \arctg(\sqrt{4\chi/\psi(B_z, D_z) \cdot V}), \quad (5)$$

где k – коэффициент теплопроводности стали. Коэффициент поглощения материалом лазерного излучения длиной волны $\lambda=1,07 \text{ мкм}$ принят $A=0,5$ [6,7]. Радиус лазерного пучка $\psi(B_z, z)$ в плоскости, отстоящей от поверхности сопла на расстоянии z , рассчитывается как:

$$\psi(B_z, z)^2 = \psi_0^2 + (BPP/\psi_0)^2 \cdot (z - B_z)^2, \quad (6)$$

где ψ_0 – характерный радиус пучка в перетяжке, BPP – параметр качества лазерного пучка. В нашем случае: $\psi_0 \approx 50$ мкм и $BPP \approx 3,71$ мм·мрад.

Удельный массовый энергозатрат E , определяемый из (2)-(6), характеризует энергетические затраты с учетом проплавления подложки.. На рис.3(а) приведены рассчитанные для данных эксперимента зависимости глубины проплавления и скорости проплавления подложки от скорости сканирования V . На рис.3(б) приведены результаты расчетов поверхностной энергии $E_s = P / (\psi(B_z, D_z) \cdot V)$ и интенсивности излучения I на поверхности подложки в зависимости от величины выноса луча B_z . Как следует из рис.3(б) изменение B_z ведет не только к изменению размера пучка в области воздействия лазерного излучения на ГПС, но и к существенным изменениям энергии E_s и интенсивности излучения I на поверхности подложки.

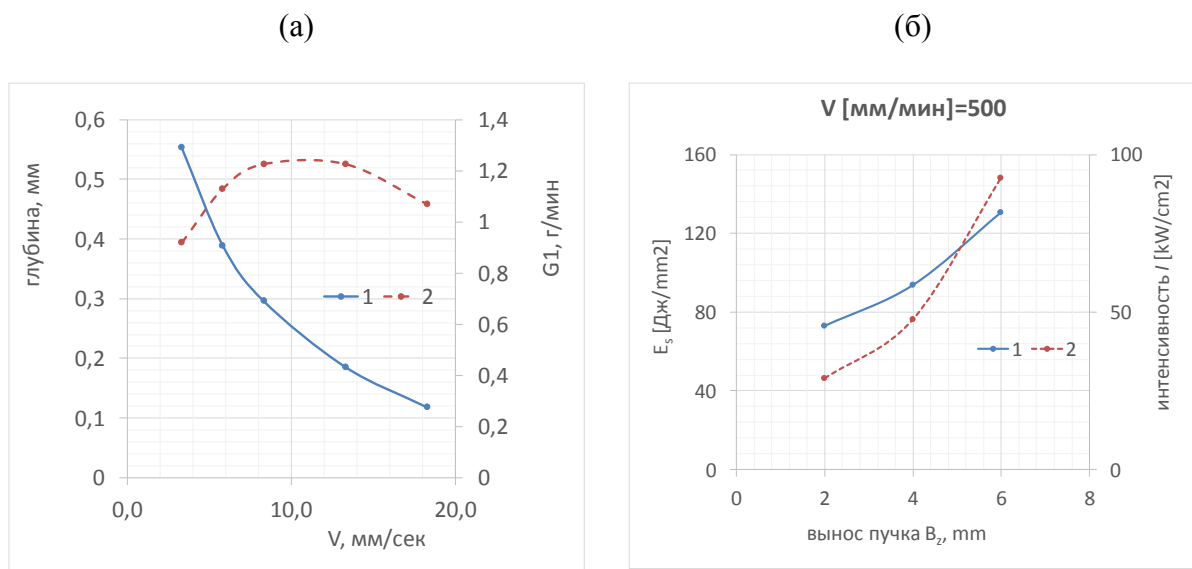


Рис. 3 – Расчетные зависимости от технологических параметров

а) Зависимости глубины проплавления (1) и скорости проплавления подложки (2) от скорости сканирования V (расчет); б) Зависимости E_s (1) и интенсивности излучения I (2) на поверхности подложки от величины выноса луча B_z (расчет)

Экспериментальные результаты

На рис. 4 приведены зависимости массовой производительности от скорости сканирования при различной частоте вращения диска питателя N , а также различных значениях технологических параметров D_z и B_z .

Производительность снижается с увеличением скорости сканирования и уменьшением числа оборотов диска. При значениях $D_z=11$ мм, $B_z=2$ мм, скорости сканирования 500 мм/мин и расходе 15,6 г/мин производительность G составила 3,4 г/мин или около 25 см^3 в час. При увеличении выноса фокуса до $B_z=6$ мм и значениях скорости менее 10 мм/с прирост производительности со снижением скорости сканирования менее значителен чем при $B_z=2$ мм.

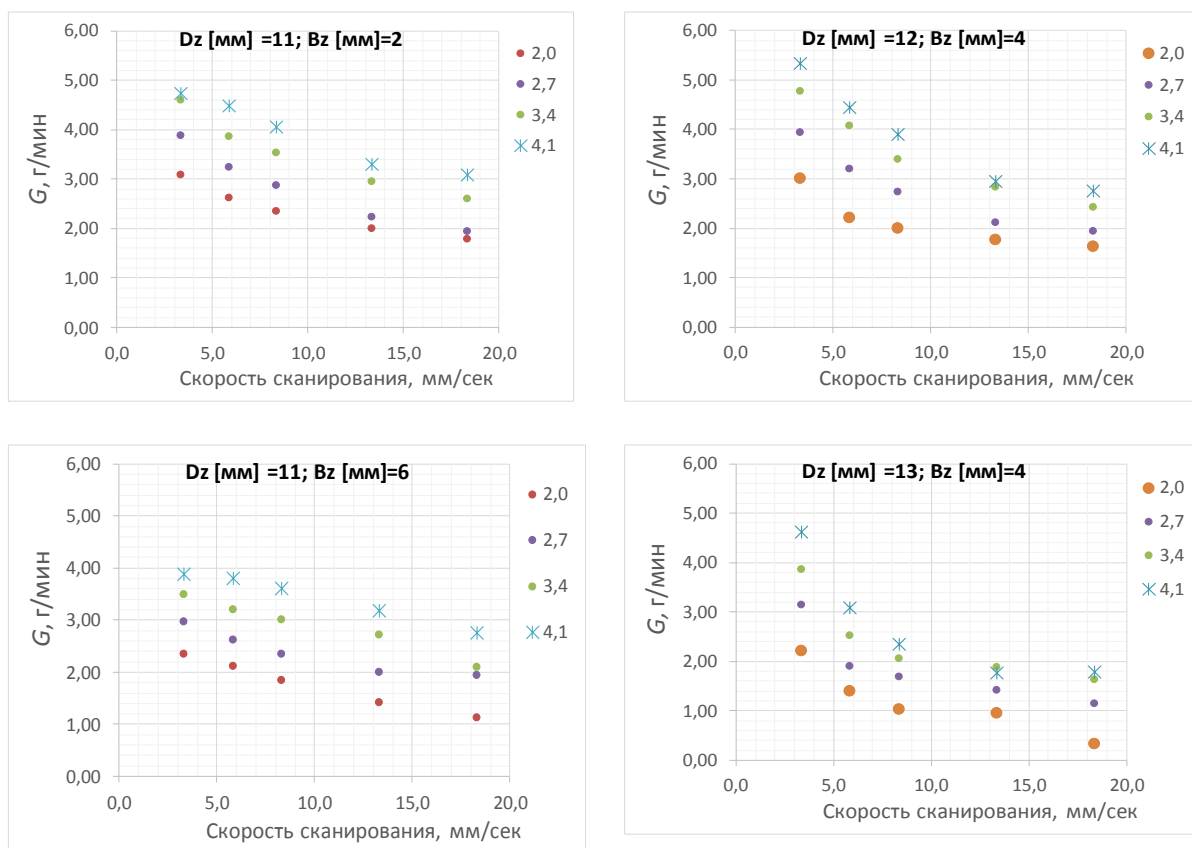


Рис. 4 – Зависимость массовой производительности G от скорости сканирования при различной частоте вращения диска N . Значения технологических параметров D_z и B_z приведены на графиках

При $B_z=4$ мм с ростом D_z от 12 мм до 13 мм производительность снижается примерно на 15% на скоростях 500 мм/мин и менее, производительность G снижается на 30% и более при высоких скоростях. Это позволяет путем изменения D_z варьировать производительность G не изменяя скорость сканирования и мощность лазера, то есть не меняя основные условия нагрева подожки.

На рис.5 приведены зависимости рассчитанного удельного массового энерговклада от скорости сканирования при различных значениях технологических параметров.

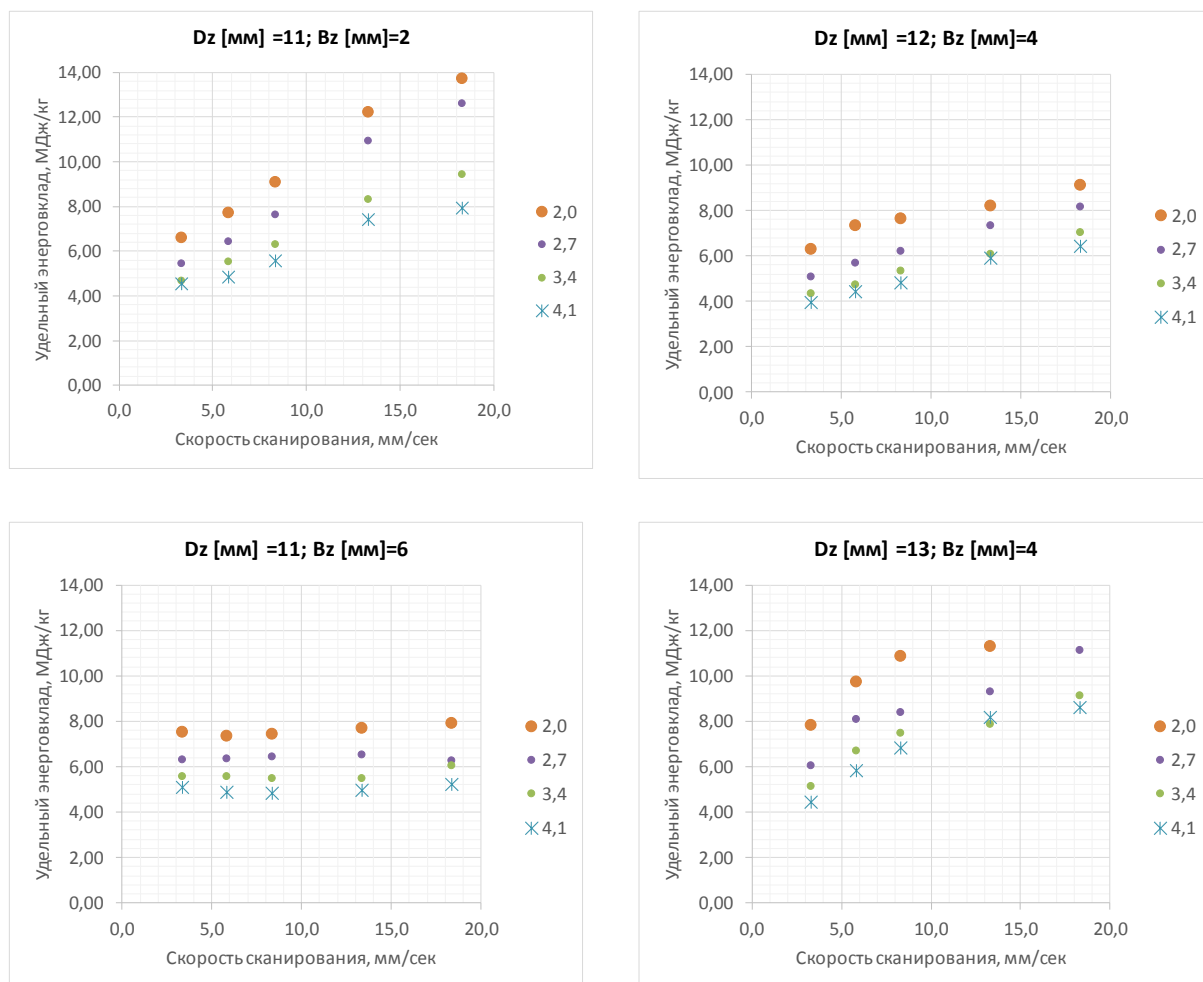


Рис. 5 – Зависимость рассчитанного параметра удельного массового энерговклада E от скорости сканирования V при различных значениях технологических параметров, обозначения те же, что и на рис. 3

Удельный энерговклад превысил значение 5 МДж/кг в большинстве проведенных экспериментах, кроме тех, где высокое значение расхода совпало с низкими значениями скорости сканирования. При значениях $D_z=11$ мм и $B_z=6$ мм удельный энерговклад практически не изменяется во всем диапазоне значений скорости сканирования. При значении выноса фокуса 2 мм удельный энерговклад возрастает с увеличением скорости сканирования.

Выводы

Получены зависимости массовой производительности от скорости сканирования, расстояния от сопла до подложки и выноса фокуса лазерного пучка. Выполнена оценка удельного массового энергозатрата в зависимости от перечисленных параметров с учетом проплавления подложки. Определены особенности зависимости массовой производительности от скорости сканирования. При расстоянии до подложки 11 мм, выносе фокуса 2 мм, скорости 500 мм/мин и расходе 15,6 г/мин производительность составила 3,4 г/мин или около 25 см³ в час. Удельный энергозатрат превысил значение 5 Мдж/кг в большинстве проведенных экспериментах, кроме тех, где высокое значение расхода совпало с низкими значениями скорости сканирования. Показано, что при мощности лазера 400 Вт становится существенным различие производительности при различных значениях выноса фокуса: производительность выше при выносе 2 мм и минимальна при среднем значении выноса 4 мм.

Полученные зависимости позволят устанавливать оптимальные значения технологических параметров при изготовлении методом прямого лазерного выращивания. Показан способ изменения производительности путем варьирования расстояния до подложки при сохранении скорости сканирования и мощности лазера.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН в части постановки задачи и разработанной методики проведения экспериментов, а также научного проекта № 18-29-03249 Российского фонда фундаментальных исследований в части проведения экспериментов и полученных результатов.

Литература

1. J. Mazumder, “Laser-aided direct metal deposition of metals and alloys”, Editor(s): Milan Brandt, In: Woodhead Publishing Series in Electronic and Optical Materials, Laser Additive Manufacturing, Woodhead Publishing, 2017, Pages 21–53.
2. C. Leyens, E. Beyer, “Innovations in laser cladding and direct laser metal deposition”, Editor(s): J. Lawrence, D.G. Waugh, In: Woodhead Publishing Series in Electronic and Optical Materials, Laser Surface Engineering, Woodhead Publishing, 2015, Pages 181–192.
3. F. Връскнер, D. Lepski “Laser Cladding”. In: Dowden J., Schulz W. (eds) The Theory of Laser Materials Processing. Springer Series in Materials Science, vol 119. Springer, Cham (2017); (p.284)
4. Zavalov Y. N., Dubrov A. V., Rodin P. S., et al. "Temperature distribution of gas powder jet formed by coaxial nozzle in laser metal deposition", Proceedings of SPIE, v.10675. p.1067511 (2018).
5. Li L., Huang Y. “Interaction of Laser beam, Powder Stream and Molten Pool in Laser Deposition Processing with Coaxial Nozzle”. Journal of Physics: Conference Series. 1063, p. 012078 (2018).
6. L. ЛЬ, J. Y. H. Fuh, Y. S. Wong “Laser-Induced Materials and Processes for Rapid Prototyping”, Springer, 267 p. (2001).
7. Wirth F., Wegener K. “A physical modeling and predictive simulation of the laser cladding process”, Additive Manufacturing, V. 22, P. 307-319 (2018).

УДК 669

Исследование морфологии частиц Al_2O_3 до и после плазменной обработки

Зилеева Д.М.¹; Назаров Р.Р.¹; Носков А.И.¹, к.ф.-м.н.

dianazileeva@gmail.com; nazarov.ramis@yandex.ru; aleks622@yandex.ru

¹*Казанский национальный исследовательский технический университет им. А.Н. Туполева – КАИ*

Аннотация:

В работе описываются результаты анализа влияния плазмохимической обработки металлического порошка на основе алюминия. Проведена оптическая и электронная микроскопия порошка. Приводятся морфологические параметры порошка до и после плазменной обработки, а также их фракционный и химический состав. Исследовано распределение внутреннего элементного состава частиц порошка при плазменной обработке.

Ключевые слова:

порошок Al_2O_3 , плазменная сфероидизация, фракционный состав, химический анализ.

Введение

При выборе порошка для использования в аддитивном производстве особое внимание уделяется их физико-химическим свойствам. Физико-химические свойства порошков оказывают влияние на плотность, прочность и однородность готового изделия.

К физическим свойствам порошков обычно относят преобладающую форму частиц и гранулометрический состав порошка. Форма частиц в основном зависит от способа получения и может быть сферической, губчатой, осколочной, дендритной, тарельчатой, чешуйчатой. Размер частиц порошков, получаемых различными методами, колеблется от долей микрометра до долей миллиметра. Гранулометрический состав порошка представляет собой относительное содержание фракций частиц различной крупности. В сочетании с другими свойствами он влияет на удельное давление при прессовании, необходимое для достижения заданных механических свойств спеченных изделий.

К химическим свойствам порошков относят в первую очередь содержание основного металла, примесей и загрязнений. На химические свойства влияет также содержание газов в связанном, адсорбированном или растворенном состоянии. Характеристики порошков и изделий в значительной степени определяются методом изготовления порошков. Порошок одного и того же металла в зависимости от метода производства может иметь разные свойства, определяющие применимость его для той или иной цели [1].

Специализированные порошки для аддитивного производства должны обладать сферической формой частиц и однородным гранулометрическим составом. Основными методами производства специализированных металлических порошков являются различные способы атомизации расплава, а также процесс плазменной обработки. Плазменная обработка металлических порошков позволяет получать порошок со сферичной формой

частиц. Сфероидизированный порошок обеспечивает однородную сыпучесть порошка, что позволяет точно контролировать скорость подачи в зону построения изделия методами трехмерной печати [2]. При обработке порошка плазмой оплавляются отдельные частицы порошка, в результате устраняется внутренняя пористость. Благодаря высокой температуре плазмы происходит реактивное парообразование примесей, что способствует повышению чистоты порошка [3].

Эксперимент

Используемая система плазменной сфероидизации порошковых материалов состоит из лампового высокочастотного генератора частотой 5,2 МГц и мощностью до 60 кВт, с блоком управления, двухконтурной системы водяного охлаждения, системы подачи газов и плазмохимического реактора. В состав плазмохимического реактора (рис.1а) входит кварцевый плазматрон, расположенный вертикально и состыкованный с конденсационной камерой из нержавеющей стали. На (рис.1б) организованы три газовых потока [4].

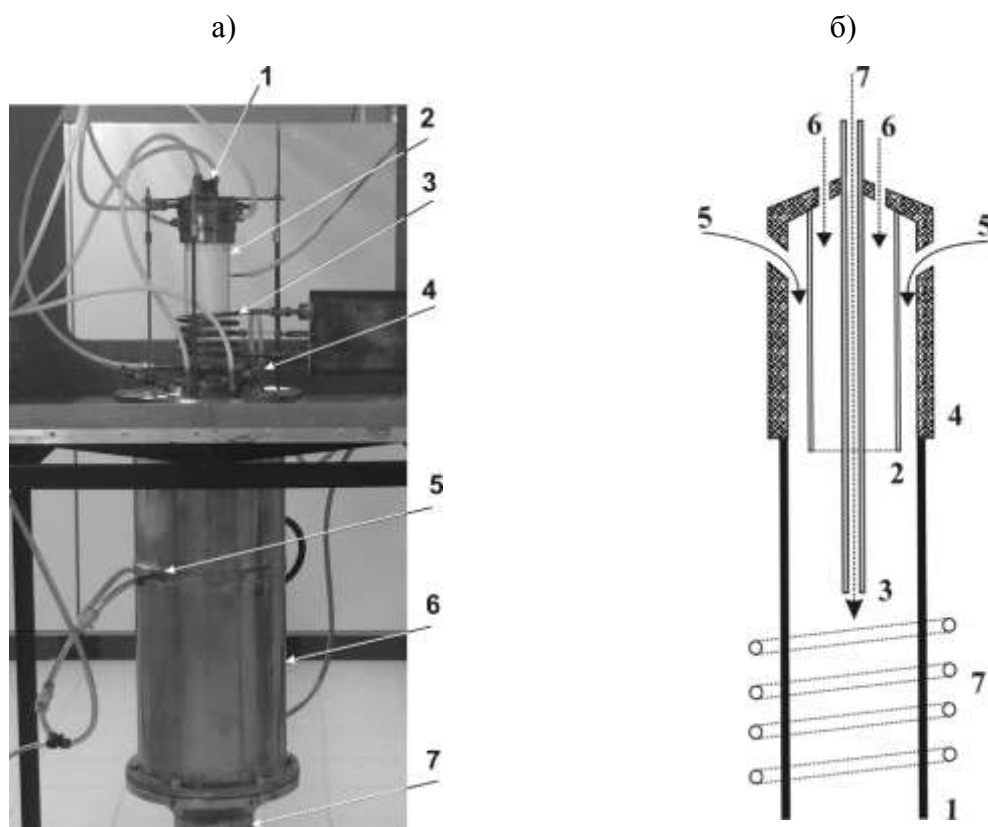


Рис. 1 – а – конструкция плазмохимического реактора для плазменной обработки порошковых материалов: 1 – ввод шихты в начало плазменного факела; 2 – кварцевый плазматрон; 3 – индуктор; 4 – ввод шихты в конец плазменного факела; 5 – подача охлаждающего газа; 6 – конденсационная камера; 7 – выход готового порошка;

б – кварцевый плазматрон: 1 – внешняя кварцевая трубка; 2 – промежуточная кварцевая трубка; 3 – порошковый питатель; 4 – завихритель; 5 – подача защитного газа; 6 – подача плазмообразующего газа; 7 – подача транспортного газа; 8 – индуктор

В качестве исследуемого материала был выбран порошок оксида алюминия Al_2O_3 (рис. 2), изготовленный из порошка алюминия и воды путем последовательной термической обработки бемита, полученного методом гидротермального окисления порошкообразного алюминия. Получение оксидов алюминия Al_2O_3 с заданными размерами и формой кристаллов с низким содержанием примесей является актуальной задачей для современного производства. Порошок оксида алюминия используется для шлифовки в качестве паст, при абразивно-струйной подготовке поверхности и в процессах напыления.

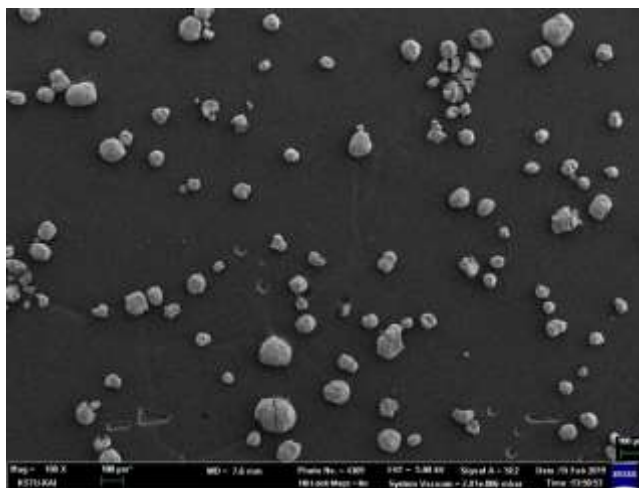


Рис. 2 – Изображение исходного порошка Al_2O_3

Для работы использовалась рабочая станция Auriga CrossBeam фирмы Carl Zeiss с приставкой для локального рентгеноспектрального энергодисперсионного микроанализа INCA X-Max (Oxford, Великобритания). Для визуального наблюдения микрочастиц в оптическом диапазоне применяли микроскоп Axio Imager фирмы Carl Zeiss. Для определения элементного состава использовался последовательный волнодисперсионный рентгенофлуоресцентный спектрометр SHIMADZU XRF-1800.

Исходный материал был обработан в системе плазменной сфероидизации порошковых материалов (рис. 3).

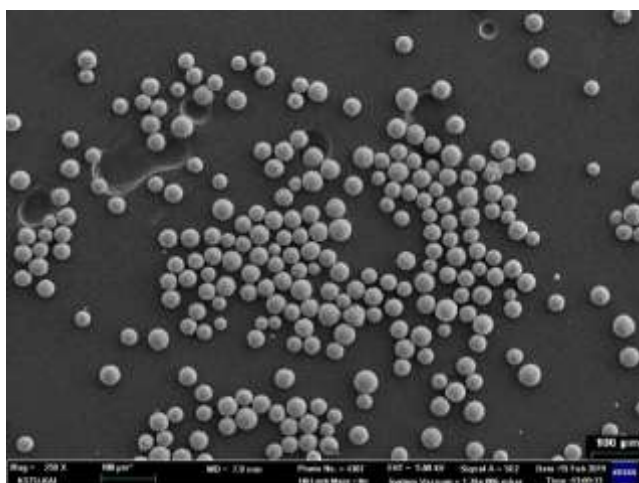
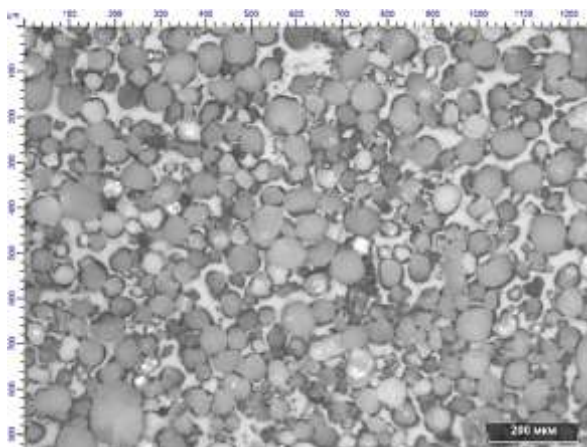


Рис. 3 – Изображение обработанного порошка Al_2O_3

Результаты и обсуждение

Определение гранулометрического состава порошка микроскопическим методом.

а) исходный порошок



б) обработанный порошок

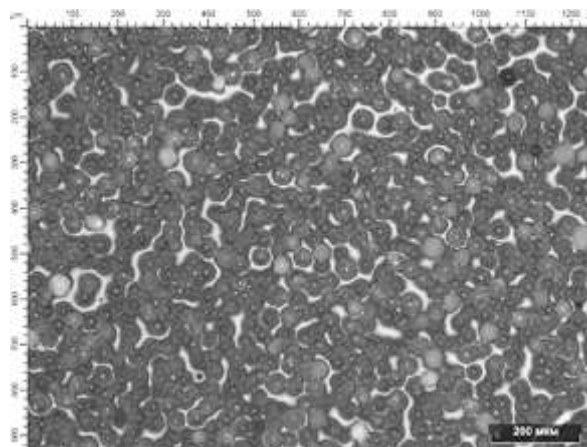
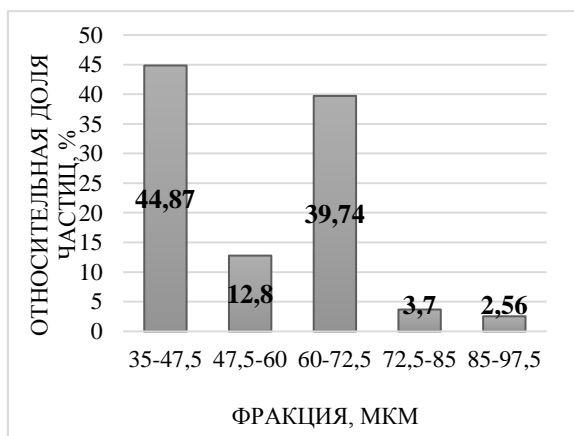


Рис. 4 – Изображения частиц порошка Al_2O_3 в оптическом микроскопе

Для определения гранулометрического состава использовали микроскопический метод. Исходный порошок (рис. 4а) имеет существенный разброс частиц по размерам и наличие значительного количества осколков. Порошок прошедший плазменную обработку (рис. 4б) имеет преимущественно сферическую форму частиц и однородный фракционный состав. Средний диаметр частиц порошка до обработки равен 58,94 мкм, а после обработки плазмой составляет 37,32 мкм. На рис. 5 представлено сравнение диаграмм распределения относительной доли частиц порошка по фракциям до (рис. 5а) и после (рис. 5б) плазменной обработки порошка.

а) исходный порошок



б) порошок прошедший плазменную обработку

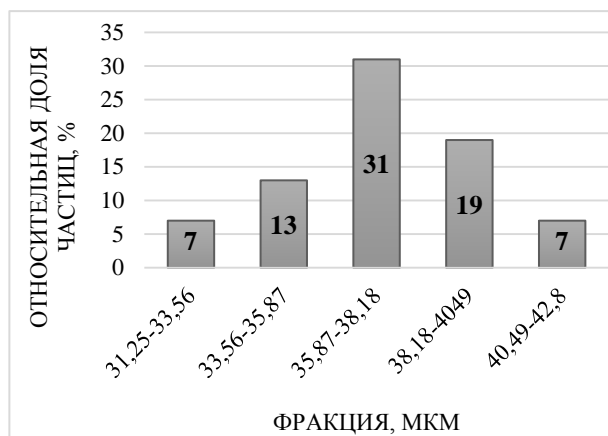
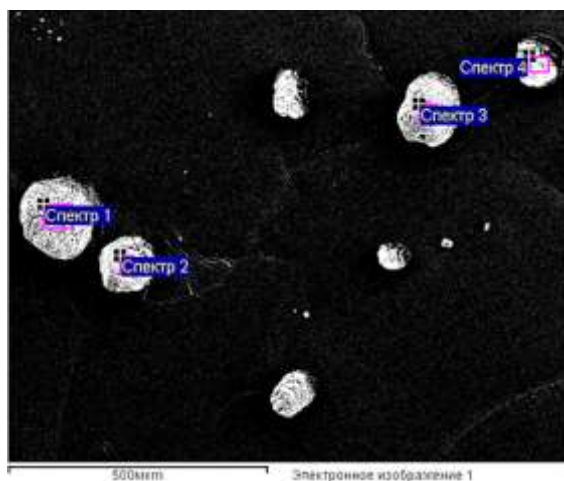


Рис .5 – Диаграммы распределения относительной доли частиц порошка по фракциям

Химический анализ частиц порошка Al_2O_3

С целью получения более контрастных изображений частиц порошка использовали электронный микроскоп и провели локальный химический анализ, выбрав спектры определенных частиц (рис. 6).

а) исходный порошок



б) обработанный порошок

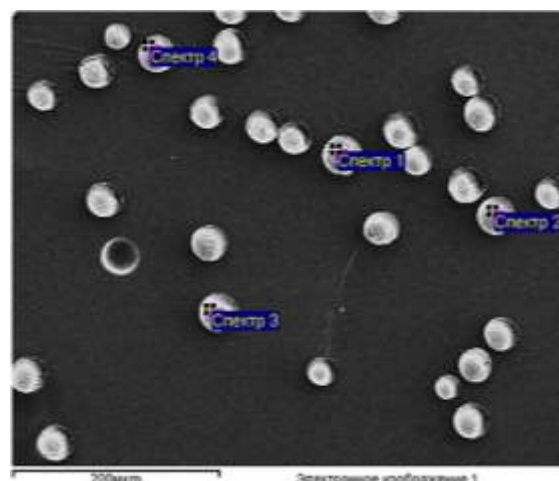
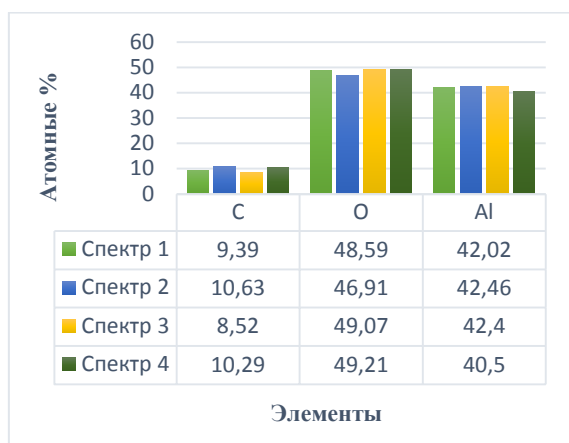


Рис. 6 – SEM-изображение порошка Al_2O_3

Проанализировав результаты исследования локального химического состава (рис. 7), можно сказать о повышении кислорода в обработанном порошке.

а)



б)

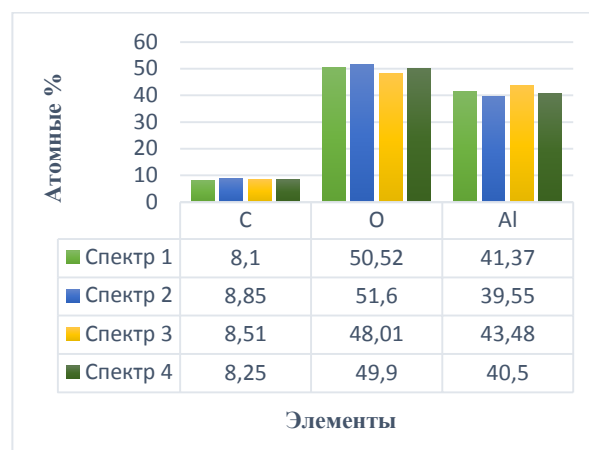


Рис.7 – Локальный химический анализ исследуемого материала: а) исходный порошок; б) обработанный порошок

Для более точного определения элементного состава использовали рентгенофлуоресцентный спектрометр и получили информацию о примесях, входящих в состав порошка.

Таблица 1

Химический анализ исследуемого материала

| | Al | Ti | Ni | Ca | Cu | Cr | Fe |
|--------------------------------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Исходный порошок Al_2O_3 | 96,123 | 0 | 1,447 | 0,297 | 1,475 | 0 | 0 |
| Обработанный порошок Al_2O_3 | 96,179 | 1,855 | 0,686 | 0,3 | 0,065 | 0,403 | 0,232 |

Заключение

У порошка, обработанного в системе плазменной сфероидизации, улучшились морфологические и физические свойства. Обработанный порошок приобрел сферическую форму частиц с равномерным гранулометрическим составом. В локальном химическом анализе наблюдается повышение кислорода в обработанном порошке. Порошок обогащается кислородом в процессе плазменной обработки, так как в плазмохимическом реакторе присутствует малая доля кислорода. Химический анализ, проведенный на рентгенофлуоресцентном спектрометре, показал наличие примесей в исследуемом материале. После обработки порошка, в его составе присутствуют такие элементы, как Ti, Cr, Fe. До

обработки порошка Al_2O_3 проводилась обработка порошков Ti,Cr,Fe, вследствие чего в обработанном порошке наблюдается примеси. Обработанный порошок может быть использован в аддитивном производстве, так как удовлетворяет требованиям по основным характеристикам.

Литература

1. Производство порошков [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://studfiles.net/preview/1079511/page:20/>
2. Зленко М.А., Нагайцев М.В., Довбыш В.М. Аддитивные технологии в машиностроении // пособие для инженеров. – М. ГНЦ РФ ФГУП «НАМИ» 2015. – С. 160–171.
3. Boulos M. Plasma power can make better powders. Metal Powder Report. Volume 59, Issue 5, May 2004, Pages 16–21.
4. Всероссийская научно-практическая конференция с международным участием «Новые технологии, материалы и оборудование российской авиакосмической отрасли», АКТО 2018. УЛУЧШЕНИЕ ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ АДДИТИВНОГО ПРОИЗВОДСТВА В МАШИНОСТРОЕНИИ. Назаров Р.Р.; Кудимов О.В.; Салихов Р.В.; проф. Гильмутдинов А.Х., Нагулин К.Ю.

УДК 67.02

Основные проблемы в изготовлении тонкостенных элементов конструкций аэродинамических моделей по технологии селективного лазерного сплавления

Зиняев В.В.¹; Балашов С.М.¹

¹ФГУП ЦАГИ им. Н.Е. Жуковского

Работа проведена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 18-29-03192\18

Аннотация:

При освещении производственных проблем, связанных с технологиями аддитивного производства, при оценке трудоемкости и стоимости изготовления деталей, основной акцент делается на сам процесс сплавления, на используемые материалы, изучение их свойств и внутренних структур. Однако немаловажное значение, оказывающее существенное влияние на производительность, качество и стоимость деталей имеют операции, связанные с подготовкой производственного процесса и следующие за изготовлением операции пост-обработки. На примере модельного производства были обозначены основные производственные проблемы, которые касаются внедрения аддитивной технологии в производственный процесс большинства предприятия.

Ключевые слова:

SLM-технологии, аэродинамическая модель

Введение

ФГУП «ЦАГИ» является ведущим отраслевым предприятием по проектированию и изготовлению аэродинамических моделей ЛА для всех видов трубных испытаний. В научно-производственном комплексе (НПК) ФГУП «ЦАГИ» накоплен многолетний опыт изготовления особо сложных элементов аэродинамических моделей с применением различных аддитивных технологий. С конца 90-х годов с ИПЛИТ РАН ведутся совместные работы, ориентированные на развитие технологии лазерной стереолитографии (SLA) применительно к изготовлению моделей ЛА, которая нашла применение при изготовлении весовых, упруго-подобных и динамически подобных моделей ЛА. Потребность в обеспечении требований по выполнению условий подобия при проектировании аэроупругих моделей ЛА определила появление в ЦАГИ еще одной аддитивной технологии, основанной на струйной объемной печати из расплавленной нити (FDM-технологии). Самой перспективной и наиболее востребованной технологией стала освоенная нами технология селективного лазерного сплавления металлических порошков (SLM-технология) на установке EOSINT M280, которая используется для изготовления особо точных деталей повышенной геометрической сложности аэродинамических моделей пассажирских и транспортных самолетов, а также летательной техники специального назначения из порошковых материалов нержавеющей стали РН1 и титана Ti64.

Одним из основных преимуществ аддитивных технологий и технологии селективного лазерного сплавления является возможность проектирования и изготовления интегральных конструкций деталей, имеющих сложнейшие внутренние структуры, полости и системы каналов, не выполнимые в традиционных технологиях без разделения на части.

Данное преимущество применительно к изготовлению элементов аэродинамических моделей на сегодняшний день в полном объеме используется:

- для снижения веса не силовых деталей или элементов деталей моделей;
- для проектирования и изготовления деталей моделей с внутренними воздушными каналами или каналами для прокладки и установки датчиков;
- для топологической оптимизации конструкции с применением новых подходов к проектированию изделий, содержащих сложные пространственные неразборные детали, решетчатые облегченные конструкции, при сохранении требований к прочности изделия.

Однако, на этапе внедрения новой аддитивной технологии в основной производственный процесс изготовления элементов аэродинамических моделей, необходимо определить применимость, оценить целесообразность технологии и трудоемкость всех операций, относящихся к этапам изготовления деталей моделей, быть готовым решать проблемы, которые могут возникнуть в процессе их изготовления и иметь возможность оценить общие производственные затраты для подсчета себестоимости изделия.

Применимость и целесообразность технологии селективного лазерного сплавления для производства моделей

В общем плане основная область применения SLM-технологии применительно к аэродинамическим моделям это изготовление полноценных деталей без дополнительной механической обработки или с минимальным ее проведением, имеющих не технологичную конструкцию или высокую трудоемкость изготовления в традиционной технологии механической обработки. При этом одним из критериев является не сложность конструкции, а габариты изделия. Ограничением служит рабочая область установки EOSINT M280 и габаритные размеры деталей, которые не должны превышать размеры 250×250×320 мм. С этих позиций применимость технологии лазерного сплавления металлических порошков была

ориентирована на изготовление следующих деталей, входящих в агрегаты аэродинамических моделей:

- Элементы механизации крыла (элероны, предкрылки, закрылки, тормозные щитки, интерцепторы, законцовки и т.д.);
- Малогабаритные элементы моделей (консоли небольших моделей, вертикальное и горизонтальное оперение, обшивки киля, винты);
- Сменные элементы крепления (фиксаторы, державки, кронштейны);
- Внешние элементы фюзеляжа: люки, компоненты мотогондолы, обтекатели, воздухозаборники, сопла.

Во-вторых, применимость зависит от технологических возможностей рассматриваемой аддитивной технологии, возможности изготовления некоторых элементов деталей, присущих различным конструкциям с заданным качеством и точностью. В частности, в интегральных конструкциях аэродинамических моделей часто требуется изготовить сложнейшие внутренние структуры и сопла с минимальным диаметром до 0,2 мм для визуализации потоков газов и жидкостей, полости и системы каналов для прокладки проводов и установки датчиков, а также типовые диаметры отверстий от 3 мм до 10 мм при различной ориентации их осей. Помимо этого большинство элементов механизации аэродинамических профилей включают тонкостенные конструкции с переменной толщиной, оканчивающихся кромкой, имеющей толщину до 0,1 мм. Также детали моделей содержат большое количество криволинейных поверхностей и плоскостей с различной ориентацией по отношению к плоскости строительной платформы, которые с целью повышения точности и снижения трудоемкости последующей постобработки необходимо изготавливать без построения или с минимальным объемом дополнительных поддерживающих деталей структур. Требование к точности изготовления составляет 0,02–0,1 мм в зависимости от габаритов детали. Шероховатость профильной поверхности не должна превышать величину $Ra=1-2$ мкм.

В-третьих, уникальные возможности аддитивной технологии по созданию полых тонкостенных конструкций с внутренними структурами наряду с требованиями по снижению веса моделей, обуславливают проектирование деталей под данную технологию с учетом возможной их топологической оптимизации. Поэтому большинство деталей моделей, ориентированных на изготовление на установке лазерного сплавления в модельном производстве ЦАГИ, создаются с учетом особенностей изготовления по SLM-технологии, требований к точности и прочности конструкции.

В-четвертых, оценивая экономическую целесообразность применения аддитивной технологии для изготовления элементов моделей по сравнению с традиционными технологиями механической обработки, можно утверждать, что наряду с ограниченными размерами их отличает малая материалоемкость, что позволяет использовать для изготовления дорогостоящий на сегодня металлический порошок. Характерной особенностью, наряду с высокими требованиями к точности изготовления и качеству поверхности деталей, является уникальность формы, определяемая единичным характером производства моделей, а также высокая трудоемкость изготовления. Традиционный процесс изготовления деталей моделей включает множество трудоемких технологических операций (изготовление заготовки, технологическую подготовку производства, механическую обработку, ручную слесарную опиловку и др.) и вследствие уникальности каждой детали, требует не менее 3-х рабочих дней. Учитывая количество уникальных деталей на одну аэродинамическую модель (до 300 шт.) в целом трудозатраты на модель составят от 1 до 3 лет работы одного специалиста. Проведенная нами оценка экономической эффективности применения аддитивной технологии показала, что применение в частности SLM-технологии в условиях модельного производства может быть

целесообразным и позволяет обеспечить снижение сроков изготовления всех деталей до 2–3-х недель при минимальных трудозатратах.

Факторы, влияющие на качество изготовления деталей моделей

Однако практический опыт изготовления тонкостенных элементов аэродинамических моделей с применением SLM-технологии, потребовал решения ряда проблем, которые оказывают существенное влияние на точность и качество деталей и моделей в целом. К наиболее существенным и распространенным можно отнести:

- возникающие в процессе изготовления внутренние напряжения в элементах конструкций деталей, приводящие к искажению исходных геометрических характеристик (короблению);

- определение рационального положения и ориентации деталей при размещении их на строительной платформе;

- создание конструкции поддерживающих элементов (подпорок), обеспечивающих закрепление изделий на строительной платформе установки, удаляемые после изготовления;

- выбор технологии пост-обработки деталей после их изготовления по технологии лазерного сплавления для обеспечения требований к качеству и точности изделия.

Влияние внутренних напряжений

При лазерном сплавлении металлического порошкового материала, одним из существенных факторов, влияющих на качество изготавливаемых деталей, является появление внутренних напряжений. Значительные внутренние напряжения приводят к короблению деталей и искажению формы (рисунок 1). Основными причинами появления внутренних напряжений в процессе лазерного сплавления является значительная разница температур между зоной, где происходит быстрый локальный нагрев материала лазером до температуры плавления и зоной с уже остывшими

спеченными слоями детали. При этом существенными факторами, приводящими к короблению деталей аэродинамических моделей, являются:

- разнотолщинность конструкции, которая вызывает не равномерный нагрев и отвод тепла из зоны нагрева с различной площадью сечения;
- геометрический параметр детали, имеющий выраженный характер в определенном направлении (габаритный размер, толщина) или не замкнутый контур (оболочка);
- выбор нерациональных поддерживающих структур и не корректное определение места их расположения, не обеспечивающие оптимальный отвод тепла от зон, подверженных короблению;
- усадка материала после сплавления и остывания до комнатной температуры, сопровождающаяся уменьшением объема и линейных размеров.

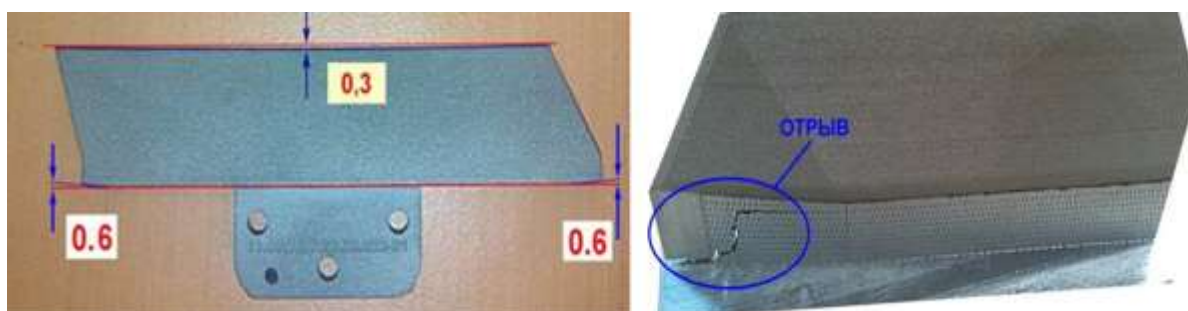


Рис. 1 – Коробление деталей аэродинамических моделей в результате влияния внутренних напряжений и усадки материала

Размещение и ориентация деталей

В зависимости от размещения и ориентации деталей на строительной платформе шероховатость и соответствующий ей объемный припуск к поверхности детали, будут меняться. С одной стороны рациональное положение при изготовлении должно обеспечивать минимальную высоту гребешка, обусловленную послойным синтезом, и величину объемного припуска, подлежащего удалению при финишной пост-обработке. С другой стороны важным условием для реализации и заполнения платформы становится обеспечение производительности процесса изготовления.

Рекомендациями по рациональному заполнению платформы, исходя из геометрических условий повышения качества деталей, является их размещение на строительной платформе, обеспечивающее минимальную площадь проекции на строительную платформу. Повышение производительности изготовления растет за счет повышения плотности заполнения строительной платформы изготавливаемыми деталями. В этой связи, целесообразно проводить их накопление для одновременного изготовления с рациональным заполнением площади строительной платформы (рисунок 2).

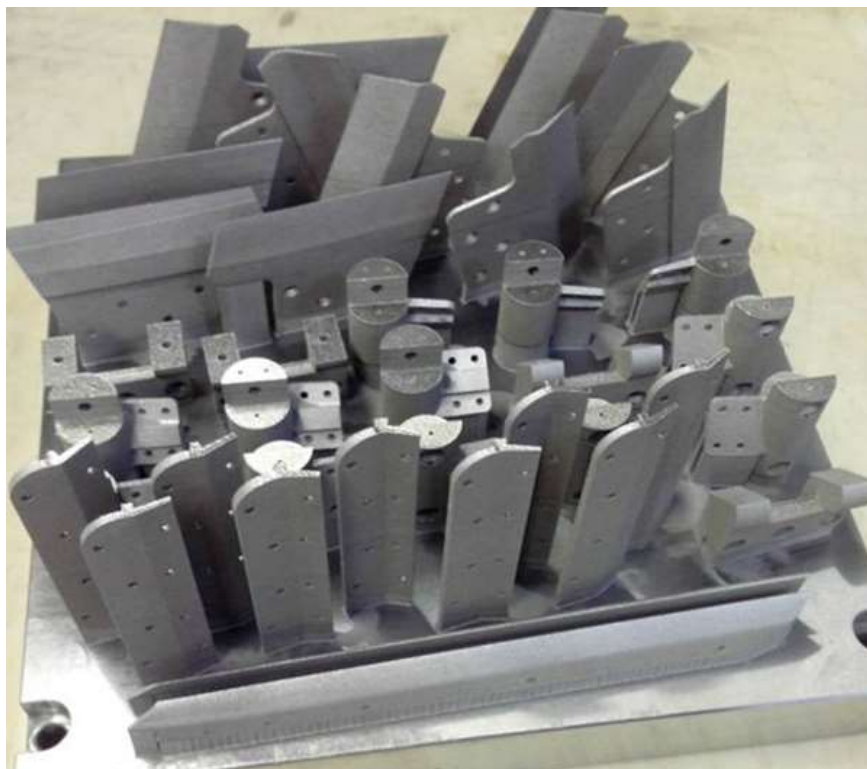


Рис. 2 – Рациональное размещение деталей аэродинамической модели на строительной платформе

Рациональные поддерживающие конструкции

Связь детали со строительной платформой осуществляется с помощью поддерживающих конструкций, которые изготавливаются в процессе производства изделия из того же порошкового материала, что и сама деталь, но имеет более рыхлую и пористую структуру. Вариантов размещения и видов поддерживающих конструкций достаточно много. Выбор места

размещения поддерживающей структуры на изделии определяется исходя необходимости обеспечения поддержки поверхностей, нависающих над платформой, необходимости максимального отвода тепла от элементов детали и трудоемкости их последующего удаления. Выбор вида поддерживающей конструкции определяется экспериментально, т.к. существует огромное множество различных типов, которые могут иметь различные параметры по плотности, направлению размещения и могут комбинироваться между собой в зависимости от поддерживаемого элемента детали. При изготовлении тонкостенных элементов моделей следует учитывать, чтобы поддерживающая конструкция не располагалась на внешних поверхностях аэродинамического профиля, который имеет сложную криволинейную форму, удаление поддерживающей конструкции с которых представляется затруднительным без возможного повреждения, а ручная доводка профиля не допустима. При этом поддерживающая конструкция должна обеспечивать жесткую связь детали со строительной платформой и легко удаляться механическим или слесарным способом.

Выбор технологии пост-обработки деталей

После операции лазерного сплавления, изготовленные детали подвергаются различным операциям пост-обработки, перечень которых определяется возможностями каждого производства и требованиями к качеству и точности. Операциям пост-обработки уделяется очень мало внимания с точки зрения их влияния на точность, трудоемкость и производительность всего процесса изготовления деталей по SLM-технологии из металлических порошков. Хотя именно они оказывают существенное влияние на трудоемкость, иногда значительно превышающую трудоемкость самой операции сплавления, и следовательно, влияют на стоимость и сроки изготовления изделия в целом.

В рамках модельного производства ЦАГИ, также как и на многих других производствах, имеющих аддитивный участок, наиболее распространенными являются следующие операции пост-обработки:

- термическая обработка (стабилизирующий отжиг) для снятия остаточных напряжений, получения равновесной структуры, повышения вязкости и пластичности материала;
- механическая операция по отделению деталей от строительной платформы;
- механическое или слесарное отделение поддерживающих конструкций от внешних поверхностей деталей;
- пескоструйная или дробеструйная обработка для придания требуемой шероховатости поверхностям, удаления заусенцев, зачистки мест от поддерживающих конструкций или упрочнения поверхностного слоя;
- горячее изостатическое прессование для уменьшения процента микропористости в структуре металла и исключения несплошностей для увеличения усталостной прочности деталей, подверженных знакопеременным нагрузкам.

Операция термической обработки позволяет значительно снизить или устранить остаточные напряжения в деталях моделей. Однако очень часто определение параметров термообработки для различных конструкций деталей из различных материалов необходимо исследовать опытным путем, т.к. разнообразие возможных сочетаний параметров и режимов в каждом случае будут приводить к различным значениям прочностных характеристик, твердости и структуре материала. Сложность также представляет подбор оптимальных режимов термообработки при размещении на строительной платформе большого количества деталей, отличающихся по геометрическим параметрам. Так для тонкостенных элементов аэродинамических моделей, относящихся к элементам механизации крыла, с характерным габаритным размером (длиной) и острой кромкой 0,1 мм применение режимов,

приемлемых для сменных элементов крепления и элементов фюзеляжа, приводит с значительной деформации кромки, превышающую величину коробления от внутренних напряжений. Поэтому если термообработка (отжиг) для изделий (например, тонкостенных), полученных по SLM-технологии ограничена, то может понадобиться операция правки, которая заключается в холодном деформировании поверхности детали.

Наиболее распространенными способами отделения деталей от строительной платформы являются электроэрозионная отрезка проволокой или механическая отрезка полотном на ленточнопильном станке. Однако и в этих случаях большое влияние на точность деталей будет оказывать способ отделения и направление отделения. Так при отделении одной и той же детали модели с характерным габаритным размером (длиной) вдоль этого размера в направлении от максимальной толщины к минимальной будет наблюдаться максимальное искажение формы вследствие влияния остаточных внутренних напряжений. Отрезка в противоположном направлении исказит деталь в меньшей степени. И самые минимальные искажения будут наблюдаться при отделении детали поперек характерной длине. Эти обстоятельства необходимо учитывать в технологическом процессе изготовления деталей по SLM-технологии.

Вследствие высокой прочности материала поддерживающей конструкции, которая выполняется из того же материала, что и сама деталь, традиционными способами отделения поддерживающих конструкций от поверхностей деталей является ручное воздействие слесарного инструмента (как правило молотка и зубила) или механическое удаление на универсальном фрезерном станке, электроэрозионном или фрезерном станке с ЧПУ. В первом случае при отделении поддерживающих конструкций от тонкостенных элементов моделей существует большая вероятность погнуть или повредить поверхность деталей при неудачном ударе или соскальзывании инструмента. Во втором случае детали изначально должны

содержать дополнительные технологические элементы (параллельные плоскости, отверстия) для однозначного базирования их на столе станка, которые необходимо закладывать при проектировании. Особо ответственные элементы деталей, могут иметь размеры, содержащие строгие требования по допускам и посадкам. Вследствие существующих ограничений по достижению заданной точности изготовления современными аддитивными технологиями, поверхности таких элементов должны иметь технологический припуск для обеспечения требований по точности, удаляемый в процессе механической обработки.

Однако и при механической обработке на станке тонкостенных или полых элементов моделей могут возникнуть проблемы, связанные с возникновением вибраций в зоне резания. В условиях ограниченной жесткости шпиндельной группы (системы инструмент-оправка-шпиндель-конструкция станка) и обрабатываемой заготовки возникающие усилия резания вызывают статические и динамические деформации этих элементов, что оказывает влияние на результат обработки. При фрезеровании резание протекает прерывисто, и возникающие силы резания оказываются переменными и возбуждают вынужденные колебания инструмента и заготовки на частоте прохода режущих зубьев и кратных частотах. Кроме того, при определенных условиях могут возникать интенсивные автоколебательные (самовозбуждающиеся) вибрации податливых элементов системы СПИД. Эти вибрации в условиях резонанса приводят к резкому ухудшению чистоты обработанной поверхности, заметному снижению точности изготовления, ускоренному износу режущего инструмента и оборудования. В научно-производственном комплексе ЦАГИ разработана методика определения рациональных режимов резания (обороты, подача), исключающая возникновение вибраций в процессе механической обработки тонкостенных и нежестких элементов моделей, в том числе изготовленных по аддитивной технологии (рисунок 3).

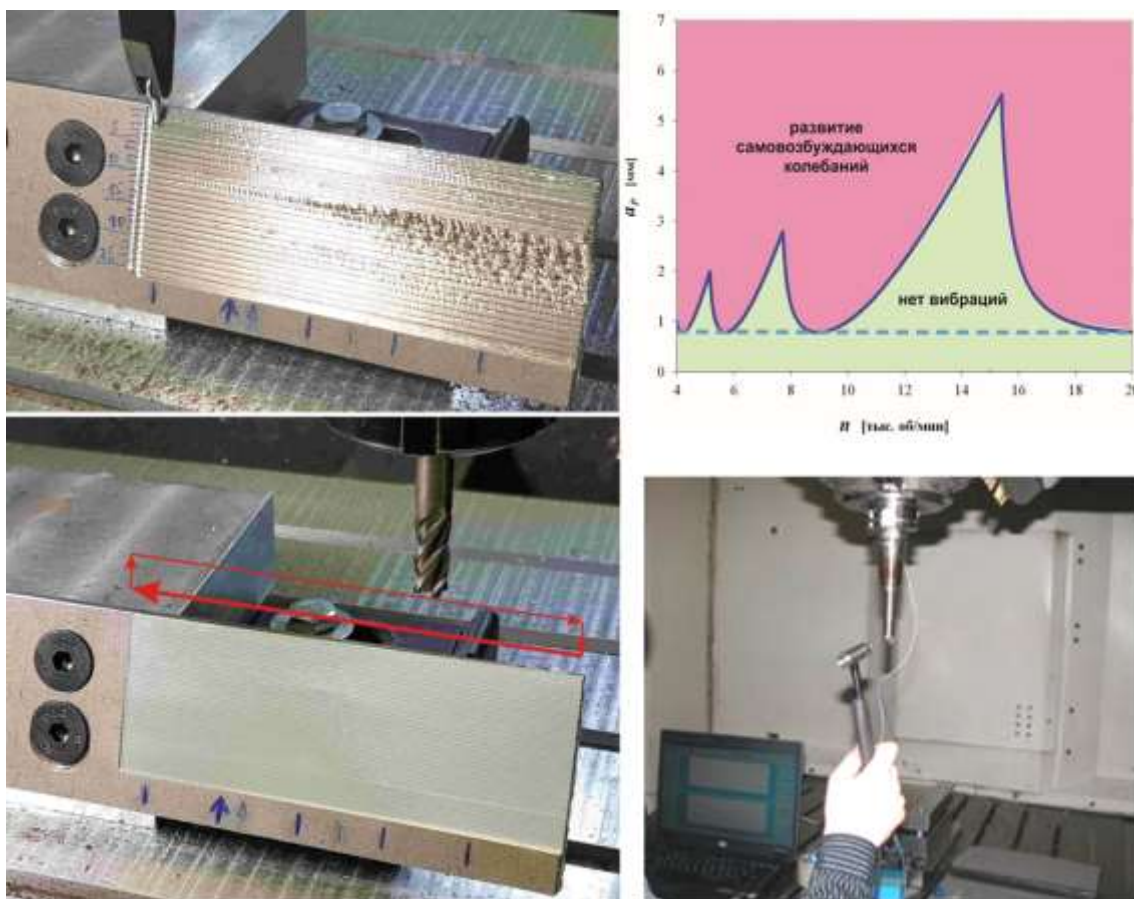


Рис. 3 – Вибрации, возникающие в процессе механической обработки тонкостенных элементов и методика определения рациональных режимов резания

Применение операции пескоструйной или дробеструйной обработки при кажущейся простоте процесса, для деталей, имеющих аэродинамическую профилировку с тонкими кромками, также может оказывать негативное влияние на качество готового изделия. Она зависит от типа абразивного материала, его абразивных способностей, размера фракций, твердости, возможности повторного использования и выбору оптимальной скорости течения струи для обеспечения требований по шероховатости, исключения повреждения элементов деталей с острыми кромками и неравномерной обработки профиля. Как правило, для рассматриваемых элементов моделей достаточным для обеспечения качества является использование в качестве абразивного материала электрокорунда с размером фракции от 100–300 мкм с рабочим давлением сжатого воздуха 5-7 атм.

Операция горячего изостатического прессования (ГИП) несомненно способствует уменьшению количества микропор или несплошностей,

возникающих в процессе сплавления порошкового материала, что подтверждается увеличением усталостной прочности образцов в результате сравнительного эксперимента. Однако и в этом случае необходимо проводить оценку целесообразности ее применения для рассматриваемых изделий. Во-первых, это достаточно энергоемкий процесс, происходящий при температурах близких к температурам плавления материала под высоким давлением в среде защитного газа или вакуума. При этом возможны структурные изменения материала, влияющие на статическую прочность и твердость. Во-вторых, технологический процесс ГИП требует значительных затрат времени на подготовительные и заключительные операции. Как следствие увеличивается время изготовления деталей в технологическом цикле и изделия в целом, а также повышается его стоимость с уменьшением количества деталей, одновременно помещенных в камеру для проведения ГИП. В-третьих, важно учитывать целесообразность применения данной операции исходя из условий эксплуатации изготавливаемого изделия и характера испытываемых им нагрузок.

Большинство изготавливаемых по SLM-технологии деталей в составе аэродинамических моделей не испытывают значительных знакопеременных нагрузок при проведении трубных испытаний. При этом, учитывая высокую повторяемость результатов процесса селективного лазерного сплавления, обеспечивающего изготовление деталей с минимальной пористостью (среднее количество пор до 50 мкм не превышает 3% от общего объема), закладываемый запас прочности в конструкции моделей, а также полученные экспериментальные данные по статической прочности образцов из металлических порошковых материалов стали PН1 и титана Ti64 на растяжение, результаты испытания образцов на ударный изгиб и усталостную прочность, удовлетворяющие требованиям к материалам, применяемым при изготовлении аэродинамических моделей, включением

операции ГИП в производственный процесс некоторых моделей можно пренебречь.

Другие производственные факторы

На текущий момент развития и внедрения аддитивных технологий на российских предприятиях, проблем, связанных с сертификацией технологического процесса (технология-материал-параметры) и выпускаемой продукции, параллельно приходится сталкиваться с множеством производственных вопросов, аналогичных по сути и решаемых каждым предприятием по-своему. Помимо описанных выше распространенных производственных проблем, существует ряд других не менее важных проблем, к которым можно отнести:

1. Трудность перехода на новые порошковые материалы, в том числе отечественные, не входящие в перечень материалов, поставляемых зарубежными производителями, т.к. это потребует долгосрочной исследовательской работы для изучения свойств материала, отработки и назначения оптимальных технологических параметров на всех этапах производственной цепочки.

2. На сегодняшний день аддитивные технологии, связанные с изготовлением изделий из металлических материалов, в том числе и самая точная SLM-технология, не может быть полной альтернативой традиционным технологиям, а может служить дополнением к ним при возможном комплексном их применении. Это важно учитывать при планировании закупки оборудования и подготовке специалистов.

3. Для каждой новой детали необходимо учитывать распределение внутренних напряжений в зависимости от изменений геометрических параметров детали, поддерживающих конструкций, ориентации ее в рабочей зоне, фазовых преобразованиях в материале в процессе сплавления, технологии пост-обработки и др. особенностей, влияющих на качество и точность.

4. При расчете траектории движения лазерного луча, технологические режимы в каждом слое (например, скорость и мощность лазера), назначаемые современным программным обеспечением, не учитывают объемную геометрию детали. Это особенно важно для элементов аэродинамических моделей с переменным сечением или элементов, имеющих утонение по кромке до 0,1 мм, сечения которых сплавляются на одних режимах как по основанию, так и по кромке, приводя к короблению последней вследствие сложности обеспечения отвода тепла из зоны сплавления.

5. Трудность проведения неразрушающего контроля конструкций деталей, содержащих элементы топологической оптимизации внутри объема детали и включающие различные структурные элементы сложной формы, решетки, сетчатые и сотовые конструкции.

Заключение

Аддитивные технологии в модельном производстве ЦАГИ стали неотъемлемой частью всего производственного процесса изготовления аэродинамических моделей различного назначения. И проблемы, возникающие в процессе их изготовления, успешно решаются в рамках проводимых НИР на протяжении нескольких лет.

По сложности форм, требованиям к точности и качеству поверхностей, детали модельного производства мало чем отличаются от деталей большинства авиастроительных или машиностроительных предприятий, а иногда и превосходят их. Поэтому обозначенные производственные проблемы, возникающие при изготовлении деталей аэродинамических моделей по SLM-технологии в условиях модельного производства ЦАГИ, актуальны и для всех областей применения аддитивных технологий. И решению данных проблем на этапе закупки оборудования, подготовки специалистов и производства деталей с применением SLM-технологии следует уделять не меньше внимания, чем самому процессу сплавления.

УДК 658.5.012.1

**Исследование свойств керамических изоляторов,
изготовленных с применением аддитивных технологий**

Ивков В.И.¹; Нефёдова Л.А.²; к.т.н.; Сычёв М.М.², д.т.н.

¹АО «ЗРТО»

²ООО «СЗРЦ Концерна ВКО «Алмаз-Антей»

Аннотация:

в статье рассмотрены свойства керамических изоляторов, изготовленных по традиционной технологии и их сравнение с керамическими изоляторами, изготовленными с применением аддитивных технологий.

Ключевые слова:

аддитивные технологии, спекание, керамика.

Аддитивные технологии необходимы для сокращения цикла подготовки производства изделия, возможности быстрого изменения конструкции деталей без необходимости изготовления дорогостоящей оснастки. Также это актуально для производства изделий из керамики.

Данное исследование затрагивает определение свойств керамических изоляторов, созданных по классической технологии и с применением аддитивных технологий (АТ) (образец 1 и образец 2 соответственно). По классической технологии из исходного порошка с добавлением связующего материала (полимер) прессуется заготовка, которая затем спекается.

Спекание – это процесс уплотнения и упрочнения пористых порошковых изделий под влиянием термической обработки, который сопровождается усадкой, увеличением плотности, уменьшением пористости, изменением механических и физико-химических характеристик материала и приближением их к характеристикам компактного материала.

При нагревании в заготовках протекают различные физико-химические процессы. Так, сначала происходит удаление механически и химически связанной воды, а также выгорание органических веществ. [1].

Сложность формы и геометрии изделия, изготовленного по классической технологии, ограничены возможностью изготовить соответствующую форму для прессования.

Второй образец был изготовлен с применением аддитивных технологий с использованием установки Lithoz. В основе технологии аддитивной печати керамических изделий лежит метод послойного отверждения УФ лазером специальной пасты - смесь фотополимера с керамическим порошком. После того как деталь построена, она очищается от остатков неполимеризованной пасты и промывается в специальном сольвенте. После 3D печати деталь должна пройти этап выжигания фотополимера, который фактически выступает в роли временного связующего. Выжигание происходит в печи при температуре ~600–700°C.

Когда фотополимер удален, деталь снова помещается в печь для осуществления процесса спекания керамики, который в случае использования оксида алюминия (корунда) происходит при температуре ~ 1700°C.

Исследование керамических образцов было проведено с использованием рентгеновских томографов GE vtomex c450 и GE vtomex m300.

GE vtomex c 450 - рентгеновский томограф, использующий трубку с рабочим напряжением до 450 кВ для получения 3D-моделей просвечиваемых изделий. Образец, помещенный в кабину томографа, вращается на 360 градусов и непрерывно просвечивается рентген-излучением, воспринимаемым детектором. Изображения, полученные на детекторе, реконструируются в 3D-модель встроенным программным обеспечением. Томограф оснащен двумя детекторами: плоским (для сканирования алюминия, магния, пластика, керамики, небольших стальных деталей и др.) и линейным (для сканирования массивых стальных деталей и сборочных единиц).

Vtomex m300 – многоцелевая рентгеновская микрофокусная КТ-система для 3D-метрологии и анализа с напряжением/мощностью 240 кВ/320 Вт или 300 кВ/500 Вт. Система имеет разрешение порядка 1 мкм, что выводит ее в лидеры индустрии среди компактных систем с трубкой 300 кВ. Vtomex m300 является промышленной КТ-системой, оснащенной технологией коррекции рассеянного рентгеновского излучения. Данная технология представляет собой программно-аппаратный комплекс, который в автоматизированном режиме убирает артефакты рассеянного излучения из 3D-модели [2].

Целью исследования являлась демонстрация технологии рентгеновской компьютерной томографии, проведение цифровой рентгеновской инспекции образца, автоматический анализ предоставленных образцов и оценка

качества печати изолятора. Дополнительно на оборудовании была произведена коррекция рассеянного излучения с использованием технологии «scatter|correct». Это методика исключения из финального изображения шума, вносимого рассеянным излучением. Конструктивно представляет собой пластину с симметричными отверстиями, устанавливаемую между образцом и детектором. После проведения дополнительного сканирования, программными методами из оригинального измерения вычитается рассеянное излучение:

На полученных образцах изолятора были проведены следующие исследования: компьютерная томография, измерение объектов на сечениях, измерение параметров геометрии. Параметры съемки приведены в таблице 1:

Таблица 1

Условия проведения томографии

| Параметры съемки | vtomex m300 |
|------------------------------|---|
| Напряжение, кВ | 135 |
| Ток, мкА | 130 |
| Мощность, Вт | 17 |
| Размер фокального пятна, мкм | 4 |
| Время съемки, мин | 50 |
| Размер вокселя, мкм | 4 |
| Количество проекций, шт | 3000 |
| Материал образца | Al ₂ O ₃ керамика |

Первым был исследован образец, изготовленный с применением традиционной технологии спекания керамического порошка. В результате томографии была получена трехмерная цифровая модель исследуемого образца, включая его внутреннее строение, что позволяет оценить как внешние геометрические характеристики изделия, так и определить наличие дефектов в структуре. Так, на срезе модели видна неравномерная внутренняя структура изолятора и частички порошка керамики на поверхности детали (рисунок 1).

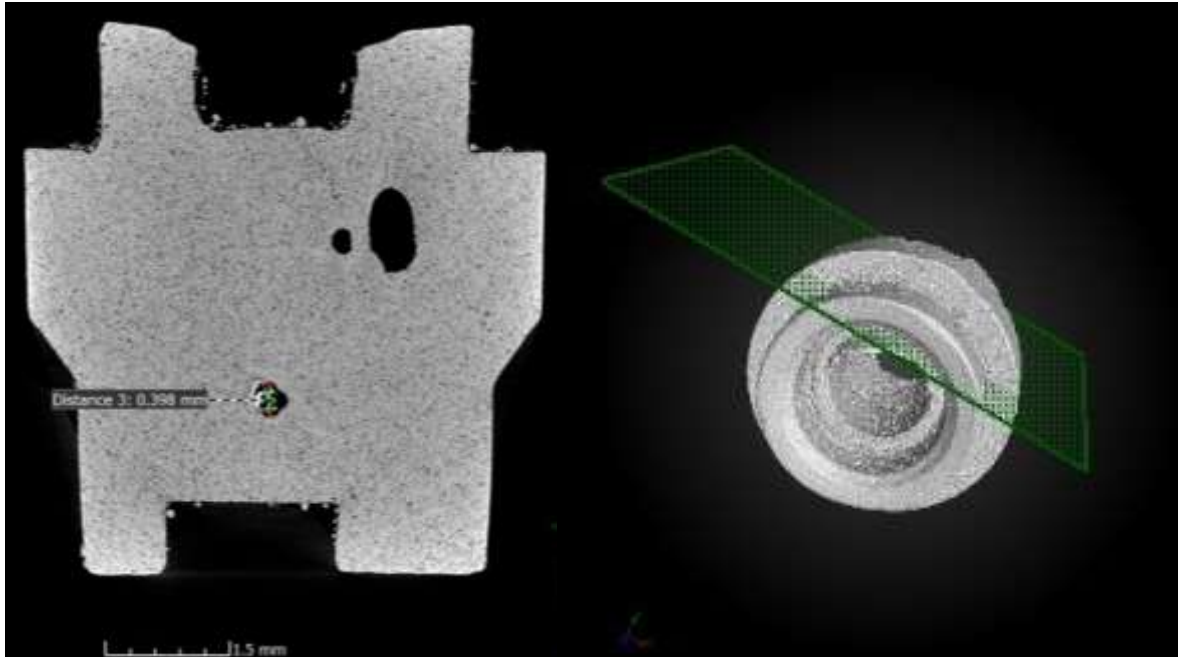


Рис. 1 – Изображение поперечного сечения образца 1

Из данных рисунка 2 следует, что образец содержит значительное количество дефектов в виде ассиметричных крупных пор, размер которых составляет от десятых долей миллиметра до 1 мм. Размеры наиболее крупного дефекта показаны на рисунке 2.

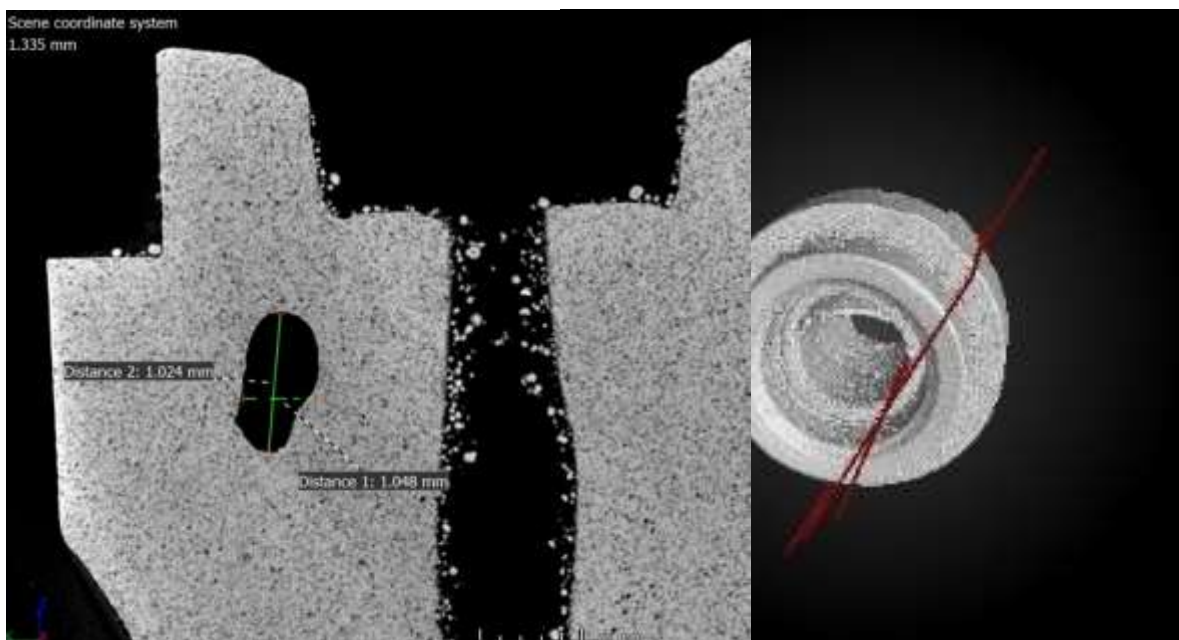


Рис. 2 – Увеличенное изображение крупной поры в образце 1

Результаты томографии также позволили осуществить контроль геометрии изделия. Как следует из рисунка 3, внешний радиус большего цилиндра (геометрического примитива), определенный по точкам поверхности модели, составил 3.65 мм при заданном размере 3.5 мм. Внешний радиус меньшего цилиндра составил 3,115 мм при заданном размере 3 мм.

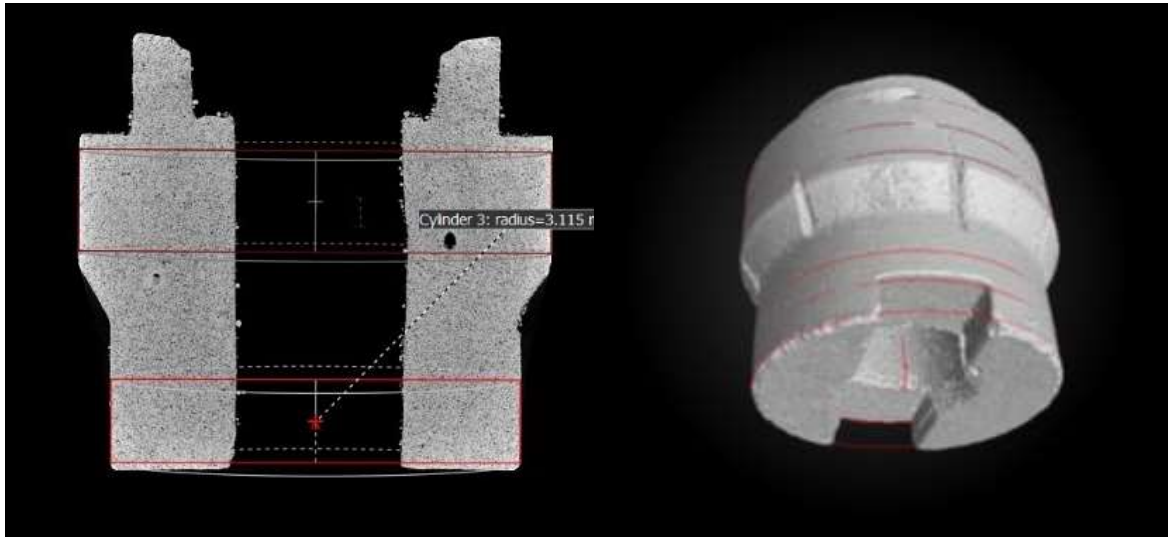


Рис. 3 – Геометрические размеры образца 1

Внутренний радиус изделия составил по результатам измерений 1,270 мм (рисунок 4) при заданном значении – 1 мм.

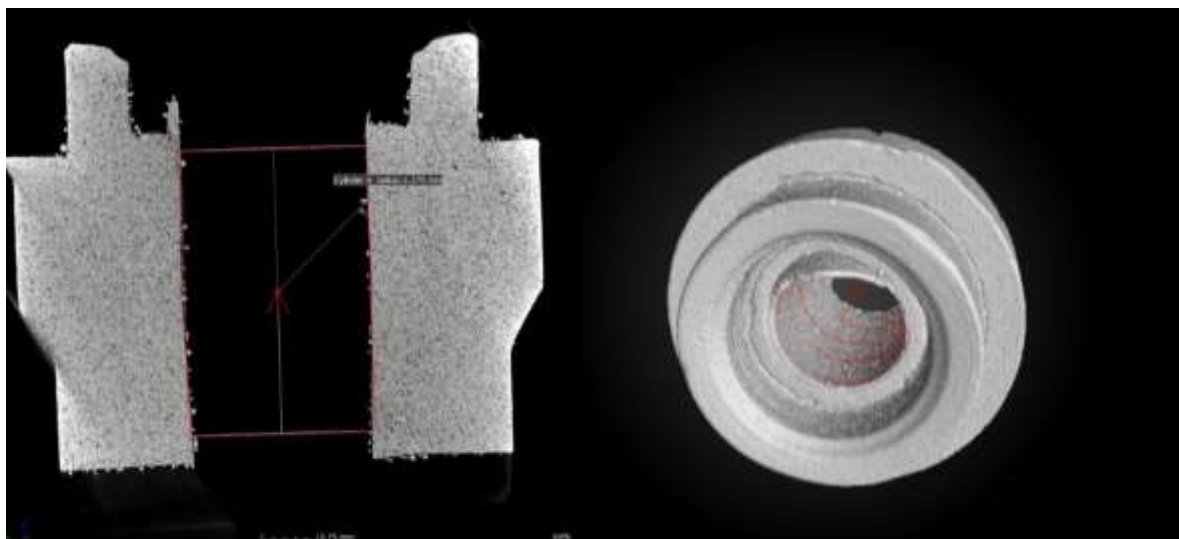


Рис. 4 – Измерение внутреннего радиуса образца 1

Угол конусности внешнего конуса (геометрического примитива), определенного по точкам поверхности модели, полученной в результате томографии, составил 30,49 град (рисунок 5), при заданном значении 32 град.

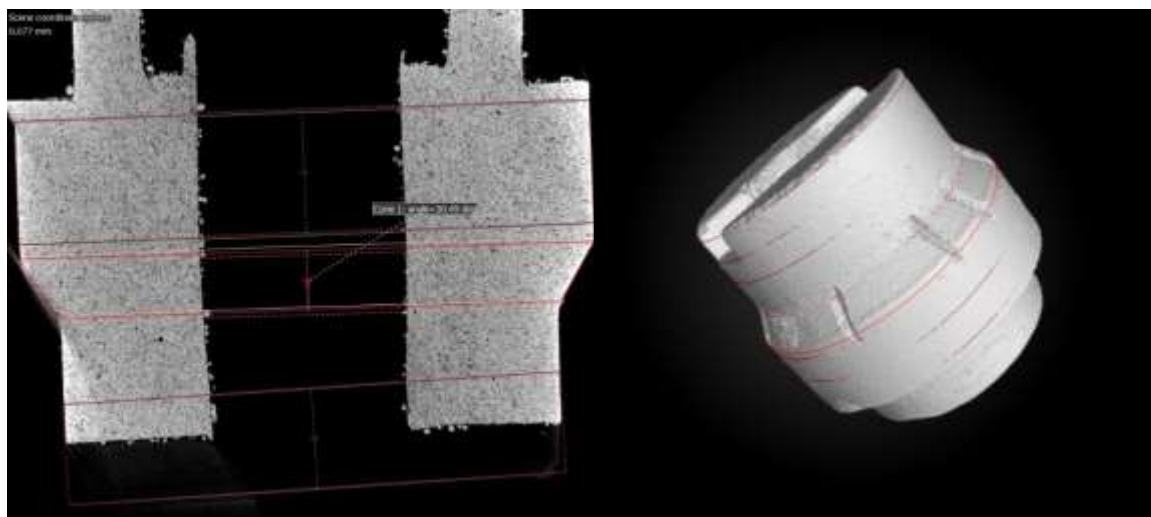


Рис. 5 – Угол конусности образца 1

Далее был исследован образец изолятора, изготовленный с применением аддитивных технологии (образец 2), параметры съемки те же, что и для образца №1. Для образца проведены следующие исследования: компьютерная томография, автоматический анализ пористости и измерение параметров геометрии детали.

Программный пакет томографа автоматически осуществляет анализ пористости изучаемого образца. На рисунке 6 указана информация о трех самых больших по объему порах. Очевидно, что их размер значительно меньше, чем для образца 1. Самая большая пора имеет размер 0,172 мм, по сравнению с 1.048 мм для образца 1. Также можно отметить, что образец 2 имеет значительно более однородную структуру, рисунок 7.

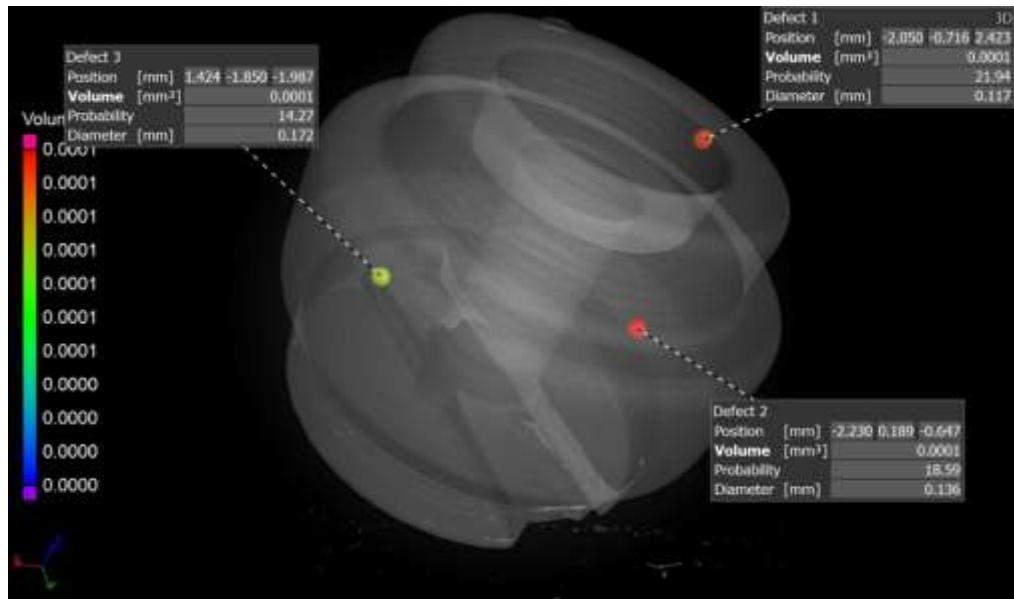


Рис. 6 – Анализ пористости образца 2

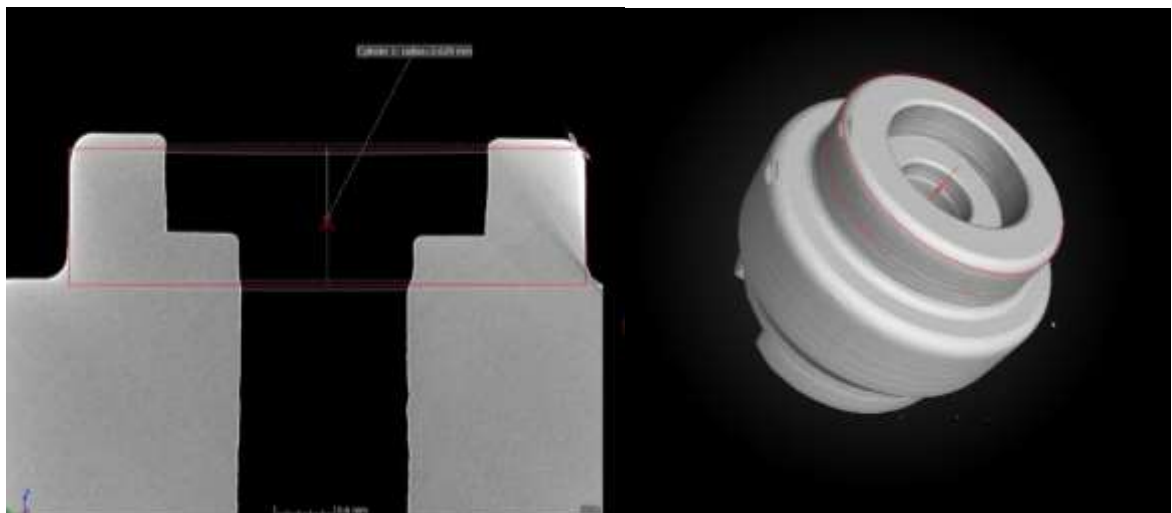


Рис. 7 – Изображение образца 2 в разрезе

Радиус указанного внешнего цилиндра (геометрического примитива), определенного по точкам поверхности модели 2,629 мм, при заданном значении 2.6 мм. Угол конусности указанного на рисунке 8 внешнего конуса, определенного по точкам поверхности модели, составил - 30,90 град (рисунок 8) при заданном значении 32 град.

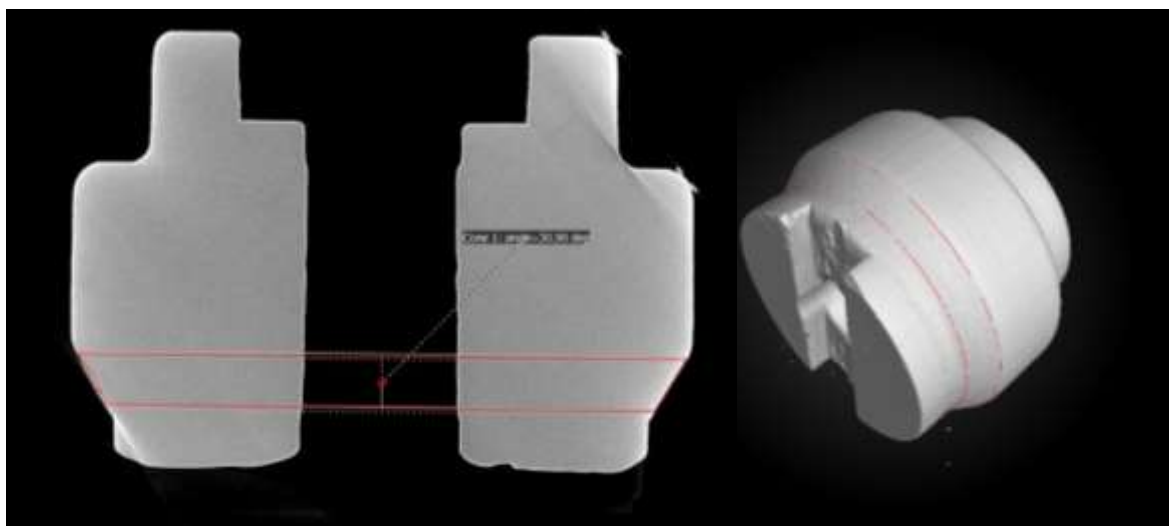


Рис. 8 – Определение угла конусности образца 2

В результате проведенных исследований было сделано несколько выводов.

Технология компьютерной томографии показала высокую эффективность для контроля качества и дефектоскопии серийных изделий из керамики. Точность линейных измерений небольших объектов при этом составляет 4 мкм.

Томография образцов выявила наличие дефектов (пор) в исследуемых образцах. Трещины отсутствуют в обоих образцах. В образце, полученном с применением аддитивных технологий было выявлено значительно меньшее количество пор и они меньшего размера. При этом однородность материала существенно выше.

Томография образцов позволила провести измерения геометрических размеров исследуемых образцов и отклонений от номинала. Оба образца по линейным размерам находятся в пределах допуска. При этом второй образец приближен к номинальным размерам чертежа.

Таким образом, в ходе выполнения научно-исследовательской работы была определена перспективность применения аддитивных технологий для исключения внутренних дефектов и увеличения точности геометрии деталей.

Благодарности

Авторы признательны С.И. Иванову, компания ООО «Энергоавангард» за помощь в изготовлении керамических образцов, а также И.С. Ступиной за проведение компьютерной томографии представленных образцов в корпоративном центре компании OSTEC в г. Владимир.

Литература

1. М.М. Сычев, Л.А. Лебедев, С.В. Дьяченко, Л.А. Нефедова, В.А. Байгильдин Аддитивные технологии / Учебное пособие. СПб.: СПбГТИ(ТУ), 2018. – 36 с.

2. Мурашкевич, А. Н. Химическая технология материалов и изделий электронной техники: электронный конспект лекций для студентов специальности 1-48 01 01 "Химическая технология неорганических веществ, материалов и изделий" специализации 1-48 01 01 13 "Химическая технология квантовой и твердотельной электроники". Раздел I: Физико-химические основы и технология электронной керамики / А.Н. Мурашкевич. - Минск : БГТУ, 2013. - 297 с.

УДК 669.24'71:548.4:539.374

**Структура и свойства медицинских сплавов Ti-6Al-4V,
полученных методом селективного лазерного сплавления**

Казанцева Н.В.¹, д.ф.-м.н.

kazantseva@imp.uran.ru

¹Институт физики металлов им. М.Н.Михеева, УрО РАН, г. Екатеринбург

Аннотация:

Проведено исследование структуры и механических свойств медицинского сплава Ti-6Al-4V после селективного лазерного сплавления (СЛС). Методами просвечивающей электронной микроскопии и рентгеноструктурным анализом установлены кристаллические решетки и морфология фаз в СЛС образцах, проведен анализ текстуры и планарных дефектов. Обнаружено присутствие метастабильных мартенситных α' и α'' - фаз. Оценена зависимость изменения структурно-фазового состояния материала и величины внутренних напряжений от ориентации образца по отношению к направлению построения в 3D принтере. Проводится сравнительный анализ структуры и свойств сплавов Ti-6Al-4V, полученных методом СЛС и обычным стандартным методом литья.

Ключевые слова:

3D-печать, титановые сплавы, структура, свойства.

Введение

Получение единичных готовых металлических деталей сложной формы с использованием аддитивных технологий является актуальным в настоящее время как для науки, так и для производства. При этом, в отличие от известных способов индивидуального производства, при которых повторное изготовление идентичного изделия как правило затруднительно, 3Д печать, использующая цифровые возможности задания формы и строгую математическую обработку массива данных позволяет довольно быстро получать небольшие серии совершенно одинаковых деталей. Особенно это важно для медицины, поскольку 3Д-принтеры позволяют получать небольшие детали сложных конструкций не массового (индивидуального) производства и учитывать персональные особенности человеческого организма.

В отличие от полимерных 3Д-изделий, получение металлических 3Д-изделий высокого качества сегодня имеет ряд трудностей, связанных с особенностями процесса высокоинтенсивного лазерного воздействия на металлический порошок [1, 2]. Также важны качество порошка и его стоимость [3].

В данном докладе представлены сводные результаты анализа структуры и механических свойств медицинского сплава Ti-6Al-4V, полученного методом СЛС.

Материалы и методы исследования

Для исследования были взяты порошки Ti6Al4V (ELI), произведенные компанией TLS Technik GmbH & Co. Химический состав порошков соответствовал стандарту для медицинских применений. Образцы размерами 2x10x10 мм были получены с помощью установки EOSINT M280 (EOS GmbH), оборудованной иттербиевым волоконным лазером, работающим на длине волны 1075 нм (IPG Photonics Corp.), с возможностью работы лазера до 400 W и скоростью сканирования до 2 м/с. Толщина порошкового слоя была 30 мкм, использовалась схема возвратно-поступательного сканирования в атмосфере аргона с расстояниями между полосами 100 мкм, уровень

кислорода в камере составил 0.07–0.12%. Мощность лазера и скорость сканирования варьировали. Образцы из сплава Ti-6Al-4V были получены методом селективного лазерного плавления (СЛС) под различными углами к платформе построения. В качестве эталона был взят образец из прутка промышленного медицинского сплава Ti-6Al-4V (ELI) (ASTM F136, Grade 5). Механические свойства и структурные исследования были выполнены в центре коллективного пользования ИФМ.

Результаты

Как показали проведенные исследования, плотность материала, получаемого с помощью 3Д-принтера EOSINT M280, зависит от выбранного режима работы принтера. В нашем случае были получены образцы Ti-6Al-4V сплава с плотностью 99,6% и 99,9% [3, 4]. Таким образом, полученные СЛС образцы можно считать скорее литыми, а не порошковым материалами.

Следует отметить несколько основных, и, как мы полагаем, общих моментов в изменении структуры и механических свойств исследованных 3Д-печатных образцов, обнаруженных нами при проведении исследования.

1) Механические свойства образцов зависят от направления оси роста образца по отношению к подложке.

Самая большая энергия, требуемая для разрушения, обнаружена в образце с 30 градусной ориентацией к направлению построения СЛС образца в 3Д принтере (таблица 1). Образец, построенный под углом 30 градусов показал самую низкую твердость по Мартенсу и самый низкий модуль упругости наноиндентирования. Самая высокая твердость по Мартенсу и самый высокий модуль упругости обнаружен в образце с горизонтальной ориентацией.

Таблица 1

Результаты наноиндентирования, F=32 мН

| | Гор. | Верг. | 30 | 45 | эталон |
|-------------------------|------|-------|------|------|--------|
| Е _{IT} , ГПа | 149 | 139 | 128 | 141 | 132 |
| НМ, ГПа | 6.3 | 5.5 | 5.0 | 5.7 | 5,3 |
| Энергия разрушения, нДж | 4742 | 4905 | 5052 | 4303 | 5197 |

Влияние геометрии построения образца Ti-6Al-4V сплава также было обнаружено и при использовании электронно-лучевого 3Д принтера [5, 6]. Таким образом, эта особенность может быть рассмотрена как общая для аддитивных технологий, используемых в 3Д-печати.

2) Полученные СЛС образцы имеют неравновесное состояние.

Согласно равновесной диаграмме состояния, сплав Ti-6Al-4V должен быть двухфазным (ГПУ α -фаза + ОЦК β -фаза). Однако, на рентгенограммах сплавов, полученных методом СЛС, по сравнению с эталоном, отсутствуют линии ОЦК бета фазы (рис. 1). Авторы многих работ также обращают внимание на эту особенность СЛС Ti-6Al-4V сплава [7, 8].

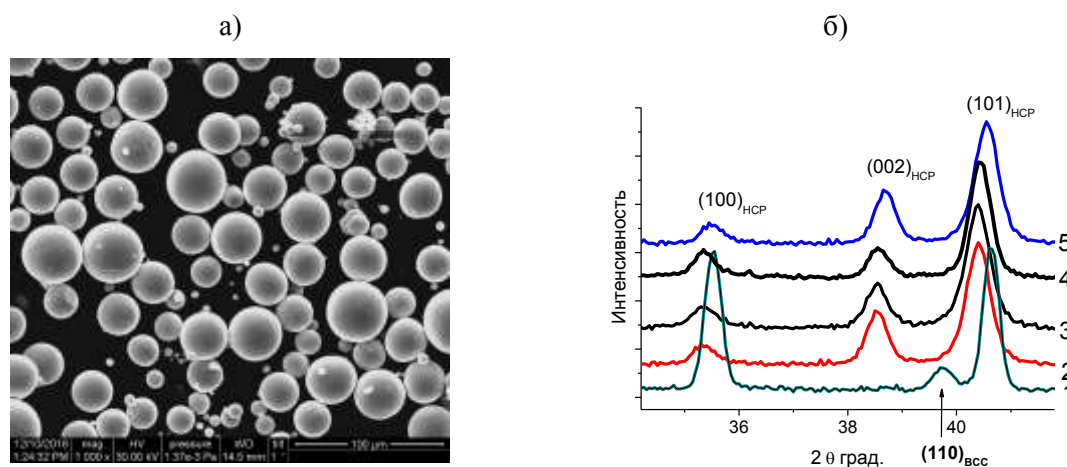


Рис. 1 – Внешний вид использованного порошка (а) и данные рентгеноструктурного анализа СЛС образцов с различной геометрией построения (б): 1- эталон; 2- 30 градусов; 3- 45 градусов; 4- вертикальное; 5- горизонтальное

3) Полученные СЛС образцы неоднородны по химическому составу.

Неоднородность химического состава СЛС образцов выявляется по наличию метастабильных фаз, обогащенных одним из легирующих элементов (ванадием) (рис. 2, 3). В СЛС Ti-6Al-4V сплаве такими фазами являются мартенситные α' (ГПУ) и α'' (Орторомбическая) [4, 8].

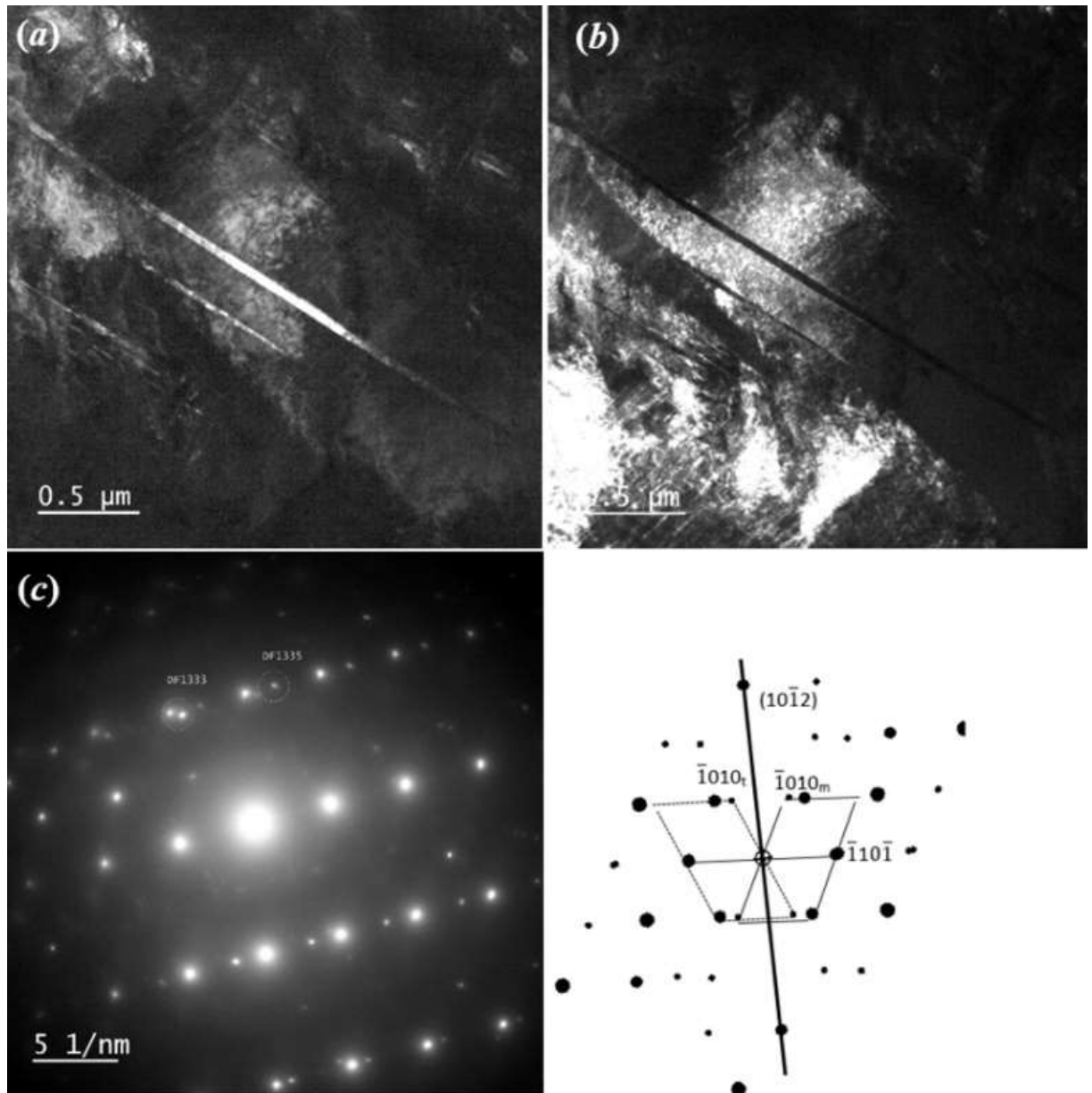


Рис .2 – Двойники ГПУ α' фазы в СЛС образце: (а) - темнопольное изображение в рефлексе двойника $(\bar{2}020)$; (б) - темнопольное изображение в матричном рефлексе $(\bar{2}020)_m$; (с) - микроэлектроннограмма к (а-б), ось зоны $[011]_m$

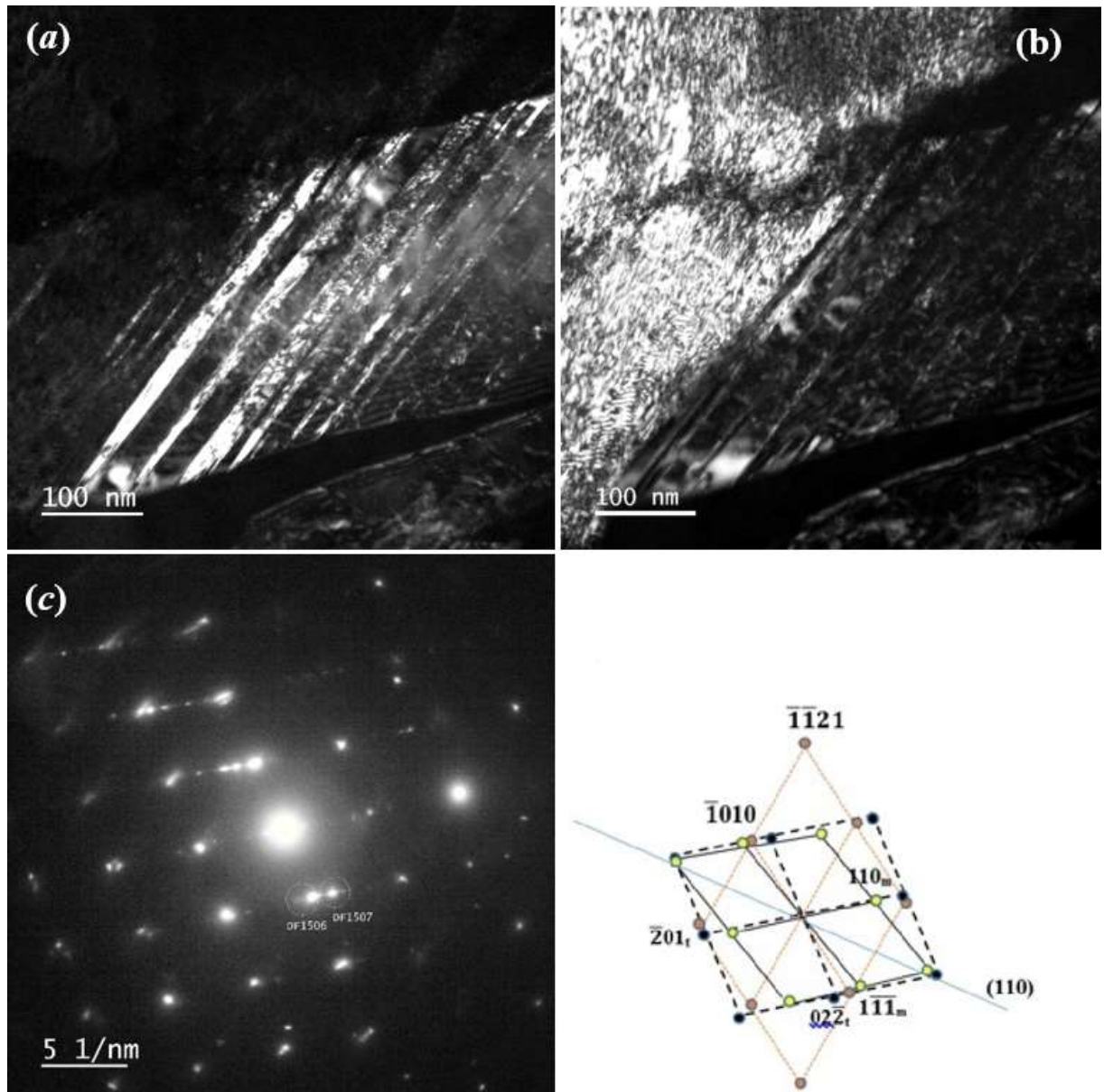


Рис. 3 – Двойники орторомбической α' фазы в СЛС образце: (а) – темнопольное изображение в матричном рефлексе $(02\bar{2})$, ось зоны $[122]_{\text{орт}}$; (б) – темнопольное изображение в рефлексе α' -фазы, ось зоны $[01-11]_{\text{ГПУ}}$; (с) микроэлектроннограмма к (а)-(б)

4) Полученные СЛС образцы имеют высокий уровень внутренних напряжений (таблица 2).

Исходя из наилучшего варианта расположения металлических деталей в 3Д принтере, быстрее всего и в большем количестве можно получить плоские детали, расположенные горизонтально на подложке. Однако, как показали проведенные исследования, именно в таких образцах можно ожидать максимальные остаточные растягивающие упругие напряжения,

наличие которых в образце может привести к самопроизвольному растрескиванию и короблению [4, 5]. Этот факт означает необходимость проведения постобработок для снижения таких напряжений. Однако, проведение релаксационного термического отжига, стандартного для литого промышленного сплава Ti-6Al-4V, не приводит к желаемому результату [4]. Для СЛС образцов требуется подбор специальных режимов термообработки, позволяющих сохранить преимущества мелкого зерна, получаемого в методе селективного лазерного сплавления.

Таблица 2

Остаточные напряжения в исследованных сплавах с различной геометрией построения

| Геометрия построения | Эталон | Верт. | Гориз. | 30 | 45 |
|--|--------|-------|--------|-------|-------|
| Угол съемки θ , град. | 55,29 | 55,47 | 55,35 | 55,37 | 55,47 |
| Остаточные напряжения первого рода, $\sigma_1 + \sigma_2 = -\frac{E}{\nu} \cdot \frac{\Delta d}{d}$, МПа | - | 97 | 458 | 297 | 113 |
| Микро-напряжения, $\Delta a/a$, % | - | 0,06 | 0,63 | 1,56 | 1,50 |

5) СЛС металлы текстурированы.

Структура СЛС металлов имеет выраженную ростовую текстуру, отчасти напоминая структуру, получаемую направленной кристаллизацией из расплава. Появление ростовой текстуры в СЛС металлах связано непосредственно с технологическими особенностями установки для лазерного сплавления и протеканием фазовых переходов при охлаждении образца. В СЛС Ti-6Al-4V сплавах за счет управления текстурно-фазовым переходом $\beta \rightarrow \alpha'$ (ОЦК-ГПУ) можно контролировать механические свойства [10–12].

б) Структура и химический состав материалов, полученных в одинаковых условиях 3Д-печати идентичны.

Исследования образцов Ti-6Al-4V, полученных на двух 3Д-принтерах EOSINT M280, использующих одинаковый режим и расположенных в двух различных центрах (Южная Африка и Россия), показали близкие (и низкие)

уровни содержания кислорода и азота в СЛС образцах, подобную структуру и фазовый состав [13].

7) Физические процессы, протекающие при селективном лазерном сплавлении в Ti-6Al-4V порошка и формировании СЛС образца, отличаются от процессов, которые протекают при высокотемпературной мегапластической деформации.

Проведение сравнительного анализа Ti-6Al-4V образцов, полученных методом СЛС и в образцов промышленного сплава ВТ6 после термической обработки давлением с использованием винтовой экструзии, показало различие структуры, механических свойств и остаточных упругих напряжений, что позволяет сделать вывод о различии физических процессов, протекающих в исследованных образцах [14].

Заключение

Использованные при проведении данного исследования высокоточные диагностические методы исследования структуры, фазового состава и механических свойств СЛС сплавов позволяют утверждать, что полученные СЛС Ti-6Al-4V материалы являются совершенно новыми материалами. Учитывая это следует понимать, что 3Д металлические изделия обладают собственными преимуществами и ограничениями по сравнению с изделиями, полученными обычными способами.

Работа выполнена в рамках государственного задания по теме «Диагностика» №АААА-А18-118020690196-3 при поддержке РФФИ (грант № 17-03-000-84).

Литература

1. Gordon E., Dhokia V. Experimental framework for testing the finishing of additive parts / Proceedings of the 13th International Conference on Manufacturing

Research (ICMR2015), Bath, UK United Kingdom, 2015, September 8-10, pp. 1–6.

2. Yadroitsev I., Bertrand P., Smurov I. Parametric analysis of the selective laser melting process // *Applied Surface Science*. 2007. 253(19). pp. 8064 – 8069.

3. Kazantseva N. Main factors affecting the structure and properties of titanium and cobalt alloys manufactured by the 3D printing // *IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series* 1115. 2018. 042008. pp. 1–7.

4. Krakhmalev P., Fredriksson G., Yadroitsava I., Kazantseva N., Du Plessis A., Yadroitsev I. Deformation Behavior and Microstructure of Ti6Al4V Manufactured by SLM // *Physics Procedia*. 2016. 83. pp. 778–788.

5. Kazantseva N. V., Ezhov I. V., Vinogradova N. I., Il'inykh M. V., Fefelov A. S., Davydov D. I., Oleneva O. A., and Karabanalov M. S. Effect of Built Geometry on the Microstructure and Strength Characteristics of the Ti–6Al–4V Alloy Prepared by the Selective Laser Melting // *Physics of Metals and Metallography*. 2018. 119(11). pp. 1079–1086.

6. Murr L. E., Gaytan S. M., Medina F., Martinez E., Hernandez D. H., Martinez L., Lopez M. I., Wicker R. B. and Coll S. Effect of build parameters and build geometries on residual microstructures and mechanical properties of Ti-6Al-4V components built by electron beam melting (EBM) / *Proceedings of Solid Freeform Fabrication Symposium, 2009*. Austin, TX, CD, August 3 - 5, pp. 374 – 394.

7. Beese A.M., Carroll B.E. Review of mechanical properties of Ti-6Al-4V made by laser-based additive manufacturing using powder feedstock // *JOM*. 2016. 68. pp. 724–734.

8. Moletsane M.G., Krakhmalev P., Kazantseva N., Du Plessis A., Yadroitsava I., and Yadroitsev I. Tensile properties and microstructure of direct metal laser-sintered Ti6Al4V (ELI) alloy // *South African Journal of Industrial Engineering. Special Edition*. 2016. 27(3). pp. 110–121.

9. Kazantseva N., Krakhmalev P., Thuvander M., Yadroitsev I., Vinogradova N., Ezhov I. Martensitic transformations in Ti-6Al-4V (ELI) alloy manufactured by 3D Printing // *Materials Characterization*. 2018. 146. pp. 101–112.
10. Simonelli M., Tse Y.Y. and Tuck C. On the texture formation of selective laser melted Ti-6Al-4V // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2014. 45(6). pp. 2863 – 2872.
11. Kazantseva N., Krakhmalev P., Fredriksson G., Vinogradova N., Yadroitsev I., Ezhov I. Twins in SLM Ti-6Al-4V alloys // *Titan*. 2017. № 2. С. 5–10.
12. Kazantseva N., Krakhmalev P., Yadroitsev I., Fefelov A., Vinogradova N., Ezhov I., Kurennykh T. Texture and Twinning in Selective Laser Melting Ti-6Al-4V Alloys // *International Journal of Materials and Metallurgical Engineering*. 2017. 11(11). pp. 723 – 726.
13. Kazantseva N., Krakhmalev P., Yadroitsev I., Fefelov A., Merkushev A., Ilyinikh M., Vinogradova N., Ezhov I., Kurennykh T. Oxygen and nitrogen concentrations in the Ti-6Al-4V alloy, manufactured by direct metal laser sintering (DMLS) process // *Materials Letters*. 2017. 209. pp. 311–314.
14. Kazantseva N., Ezhov I., Vinogradova N., Davidov D., Fefelov A., Merkushev A., Ilyinikh M. and Volkov A. Comparative analysis of the structure and internal stress in TI-6Al-4V alloys manufactured by 3D printing and processing with screw extrusion // *IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series* 1115. 2018. 042007. pp. 1–7.

УДК: 621.762.2

Получение сферических порошков из перспективного сплава на основе NiAl для аддитивных технологий послойного синтеза

Капланский Ю. Ю.¹; Левашов Е.А.¹, д.т.н., Пацера Е.И.¹, к.т.н.;

Сентюрин Ж.А.^{1,2}, к.т.н.; Мартынов Д.А.²; Мазалов А.Б.³; Самохин А.В.⁴, к.т.н.

levashov@shs.misis.ru; ykaplansky@mail.ru; patsera_yevgeniy@mail.ru;

sentyurina_misis@mail.ru; mab@vselmash.ru; samokhin@imet.ac.ru.

¹Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва

²АО «Композит», г. Королев

³АО «Полема», г. Тула

⁴АО Центр технологической компетенции аддитивных технологий, г. Воронеж

⁵Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, г. Москва

Аннотация:

В работе предложены технологии получения сферических порошков регламентированного фракционного состава из жаропрочных сплавов на основе NiAl. Исследованы физико-технологические свойства порошков. Полученные порошки консолидированы методами горячего изостатического прессования и селективного лазерного плавления. Методами СЭМ и ПЭМ изучены микроструктурные особенности сплава. Установлено, что сплав характеризуется трехуровневой иерархической структурой. Проведены термомеханические испытания компактных образцов после ГИП. Определены оптимальные параметры СЛП и построены модели лопаток газовой турбины.

Ключевые слова:

моноалюминид никеля, плазменная сфероидизация, аддитивные технологии, жаропрочность.

Введение

Высоколегированные гетерофазные сплавы на основе моноалюминида никеля (NiAl) являются наиболее перспективными материалами для применения в авиационной и ракетно-космической технике. Данный класс сплавов обладает уникальным комплексом физико-механическими и химических свойств: высокая температура плавления, химическая стабильность, превосходная теплопроводность, относительно низкая плотность, высокие показатели жаропрочности, отличная стойкость к окислению при температурах свыше 1000°C [1, 2]. В связи с чем, применение данных сплавов для производства теплонагруженных деталей и узлов (лопатки, крыльчатки и др.) авиационных и ракетных двигателей нового поколения позволит повысить их удельную мощность и обеспечит снижение момента инерции ротора газотурбинного двигателя. Однако, промышленное применение подобных сплавов сильно ограничено по причине их низкой пластичности и трещиностойкости при комнатной температуре, что не позволяет проводить механическую обработку деталей фрезерованием [3].

Полностью исключить стадию грубой механической обработки (фрезерование) позволяют перспективные и интенсивно развивающиеся аддитивные технологии послойного синтеза трехмерных изделий из металлов и сплавов, такие как селективное лазерное плавление (СЛП) и селективное электронно-лучевое плавление [4].

Для реализации вышеуказанных аддитивных технологий требуются сферические порошки строго регламентированного фракционного состава с постоянными физико-технологическими свойствами, так как от этого зависит стабильность процесса производства и качество конечных изделий. Кроме того, порошки должны характеризоваться отсутствием сателлитов, пор и содержанием кислорода не более 0.2 % [5].

Получение сферических порошков в промышленных масштабах обеспечивают технологии газовой атомизации и центробежного плазменного

распыления. Однако, получаемые по данным технологиям порошки низкого качества, содержат большое количество пор, сателлитов и, как правило, обладают низким коэффициентом равноосности. Кроме того, выход наиболее востребованной в аддитивных технологиях фракции 10–45 мкм для тугоплавких сплавов крайне низкий (менее 40 %), поэтому необходимо развитие альтернативных способов получения сферических порошков [6].

Наиболее перспективным методом является плазменная сфероидизация порошка в потоке термической плазмы. Метод основан на плавлении несферических частиц исходного порошка, приобретении каплями расплава сферической формы под действием сил поверхностного натяжения и их кристаллизации при скоростях охлаждения $\sim 10^6$ К/сек. Данный метод превосходно подходит для обработки порошков тугоплавких металлов и сплавов, полученных по традиционным технологиям порошковой металлургии и самораспространяющегося высокотемпературного синтеза [7].

Целью настоящей работы являлось: получение сферических порошков из перспективного жаропрочного сплава NiAl-12Cr-6Co-0.25Hf (CompoNiAl-M5-3) фракции 20–45 мкм с применением метода плазменной сфероидизации; разработка технологических параметров процесса СЛП, обеспечивающих построение деталей сложной формы (лопатка газовой турбины) с пористостью не более 2% из перспективного сплава.

Методика эксперимента

Оптимизацию параметров плазменной сфероидизации порошков сплава CompoNiAl-M5-3 зернистостью 20–45 мкм проводили в АО «Полема» на промышленной установке компании «Tekna Plasma Systems Inc», работающей на базе высокочастотного индукционного плазмотрона мощностью 200 кВт. В качестве плазмообразующего газа использовали смесь аргона с водородом. Скорость подачи порошка составляла 10 кг/ч.

Исходный порошок-прекурсор из сплава CompoNiAl-M5-3 был получен по двум технологиям, основанным на протекании высокотемпературного синтеза:

1-ая включает в себя операции: СВС из механически активированной реакционной смеси элементных порошков с получением высокопористого спека; измельчение спека и последовательное выделение порошка целевой фракции 20–45 мкм методами ситового анализа и воздушной классификации.

2-ая – гидридно-кальциевое восстановление (ГКВ) с получением спека, гашение и измельчение спека, кислотная обработка (выщелачивание), сушка и классификация.

Классифицированный порошок подвергался обработки в потоке термической плазмы. Данные технологии обеспечивают получение сферических порошков фракции 20-45 мкм, пригодных для применения в технологии СЛП. Выход целевой фракции составил не менее 70 %.

Сферические порошки основной фракции 20-45 мкм консолидировали по технологиям СЛП и горячего изостатического прессования. ГИП проводили на газостате HIRP10/26-200 (ABRA AG, Швейцария).

Отработку режимов СЛП проводили на установке SLM 280 (SLM Solution, Германия) на примере построения образцов размером 10x10x10 мм. Установка оснащена одним YLR-волоконным лазером номинальной мощностью 400 Вт. Плотность подводимой энергии составляла от 15 до 205 Дж/мм³.

Гранулометрический состав порошков измеряли методом дифракции лазерного луча в жидкости на приборе ANALYSETTE 22 MicroTec plus (FRITSCHE, Германия). Текучесть и насыпную плотность микропорошков измеряли с использованием калибровочной воронки Холла согласно ISO 4490: 2014 и ISO 3923-1:2008.

Микроструктурные исследования проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) S-3400N фирмы «Hitachi»

(Япония) с энергодисперсионной приставкой NORAN. Тонкую структуру сплава изучали методом просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (ПЭП ВР) на микроскопе фирмы «Jeol», модель JEM-2100 (Япония).

Прочностные характеристики и показатели пластичности сплава $Ni_{41}Al_{41}Cr_{12}Co_6$ при комнатной температуре определяли по методу одноосного сжатия цилиндрических образцов ($\varnothing 5 \times 7,5$ mm) на универсальной испытательной машине LF-100 kN (Walter + Bai AG) при скорости нагружения $3 \cdot 10^{-4}$ с⁻¹. Испытания на глубокую осадку проводили при температуре 750 °С и скорости деформирования $\sim 0,01$ с⁻¹ на испытательном комплексе Gleeble System 3800.

Результаты и их обсуждения

Результаты исследований морфологии порошков показали, что частицы имеют характерную сферическую форму и не содержат сателлитов (Рис. 1а). По данным лазерной дифракции (Рис. 1б) полученный порошок имел бимодальное распределение частиц по размерам в диапазоне 5-76 мкм. Показатели D10, D50 и D90 составляли 14,9; 43,1 и 60,7 мкм, соответственно. Насыпная плотность порошка после сфероидизации составила 3,95 г/см³, текучесть – 19 сек.

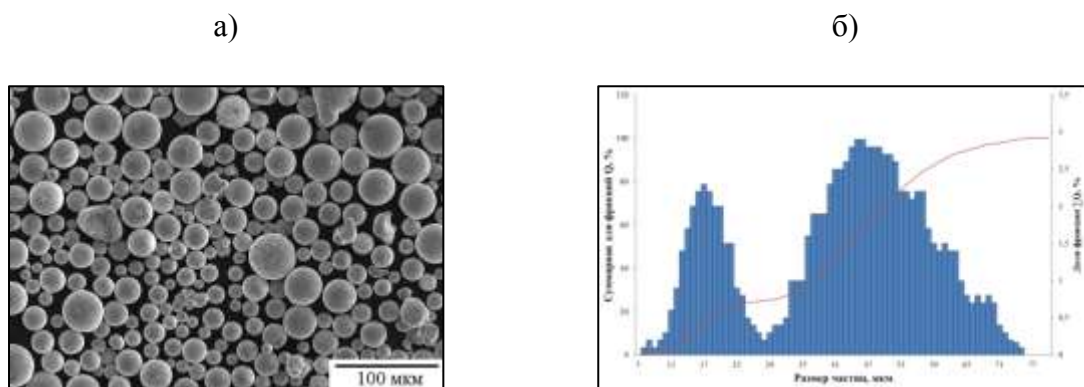


Рис. 1 – Морфология (а) и гранулометрический состав (б) порошка сплава CompoNiAl-M5-3 после плазменной сфероидизации

Проведен анализ использования различных схем организации процесса смешения сырья с плазменным потоком. Степень сфероидизации в плазме частиц достигала 98 %. При степени сфероидизации выше 90% в получаемом

порошке присутствуют наночастицы, которые образуются в результате частичного испарения материала в плазменной струе и последующей конденсации паров. Содержание нанодисперсии составляло 3-10%. Сфероидизированный порошок подвергали дополнительной стадии удаления наночастиц в жидкости с наложением ультразвукового поля.

Результаты микроструктурных исследований поперечного сечения сферического порошка (Рис. 2) показали, что частицы имеют характерную дендритную структуру зерен, которые преимущественно состоят из ветвей первого и второго порядка. Размер дендритных ячеек 1 – 6 мкм. Длина дендритов в продольном сечении варьировалась от 7 до 15 мкм. Центральные области ячеек состоят из β -NiAl фазы. В междендритном пространстве образовывались прослойки вырожденной эвтектики $\text{Cr}(\text{Co})_e$ толщиной менее 350 нм, внутри которых распределены дисперсные наночастицы твердого раствора на основе гафния – (Hf) размером менее 100 нм.

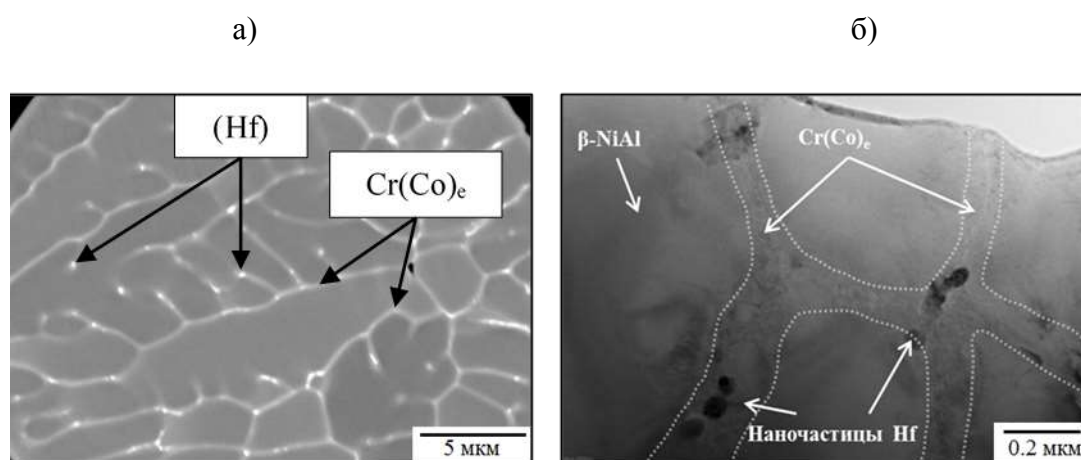


Рис. 2 – СЭМ (а) и ПЭП (б) микроструктура сферических частиц порошка сплава CompoNiAl-M5-3

Сфероидизированные порошки 20–45 мкм были использованы для отработки режимов ГИП. Сплав обладал мелкозернистой структурой и состоял из NiAl матрицы, дисперсионно-упрочняющих выделений α -Cr фазы, и упрочняющих наночастиц (Hf) и фазы Гейслера состава Ni_2AlHf (Рис.3а). Размер зерен NiAl находился в диапазоне 8–25 мкм. Наночастицы фазы Гейслера преимущественно распределены вдоль границ зерен β -NiAl в виде

ограниченных наночастиц размером менее 250 нм (Рис. 3б). Напротив, наночастицы (Hf) размером <500 нм были обнаружены исключительно внутри α -Cr выделений. Это связано с тем, что изначально изолированные хромом наночастицы (Hf) не могут взаимодействовать с NiAl и, следовательно, образовывать фазу Ni_2AlHf .

Проведённый комплекс микроструктурных исследований показал, что сплав CoCrNiAl-M5-3 характеризуется иерархической трехуровневой структурой: 1-й – зерна NiAl, разделенные микронными прослойками вырожденной $Cr(Co)_e$ эвтектики с наночастицами (Hf) на границах зерен и/или дисперсионно-упрочняющие субмикронные частицы α -Cr; 2-й – наночастицы α -Cr диаметром 50-100 нм в теле зерна NiAl; 3-й – субзерна с когерентными выделениями α -Cr и фазы Гейслера 3-25 нм.

По данным испытаний на сжатие полученный материал характеризовался высокими механическими свойствами при комнатной температуре: $\sigma_{сж}$ = 3148 МПа; $\sigma_{0,2}$ = 1294 МПа и ν = 16 %, что выше, чем в литом состоянии [8] и в сплаве, полученном ГИП из распыленных порошков [9]. Значительный прирост прочностных свойств обусловлен уменьшением размеров зерен фазы β -NiAl и упрочняющих выделений α -Cr и (Hf), а также связан с образованием Ni_2AlHf фазы, стабильной при температурах свыше 1100 °С.

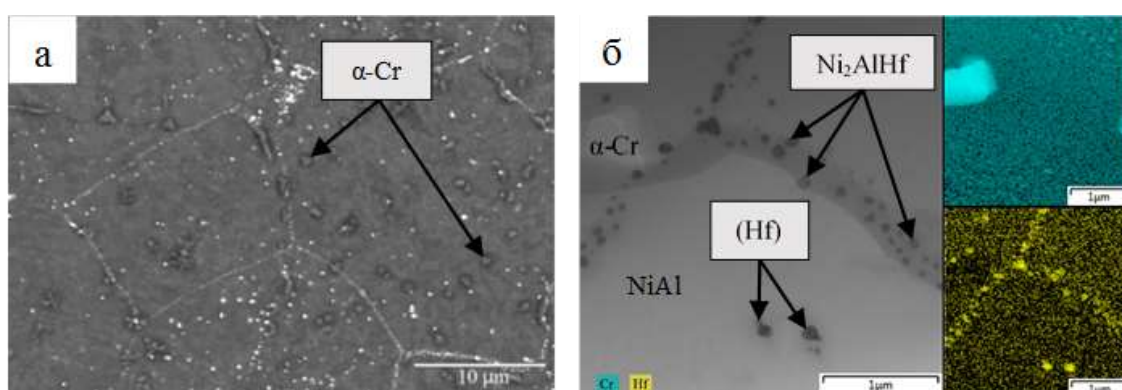


Рис. 3 –Микроструктура сплава CoCrNiAl-M5-3 после ГИП:
а – СЭМ; б – СПЭМ с ЭДС картой

Испытания сплава на глубокую осадку при температуре 750 °С и истинной скорости деформации $\sim 0,01 \text{ с}^{-1}$ позволили определить основные характеристики компактного материала: модуль Юнга, предел временной прочности, предел текучести и предел пропорциональности достигли значений 137.8 ГПа, 682, 455 и 358 МПа, соответственно.

На установке СЛП найдены оптимальные режимы и стратегия сканирования для послойного синтеза деталей сложной формы (лопатки газовой турбины) с пористостью менее 0,1% из сфероидизированных порошков сплава CompoNiAl-M5-3 основной фракции 20–45 мкм (Рис. 4). Последующая термообработка позволила приблизиться по механическим свойствам к сплаву, консолидированному методом ГИП.

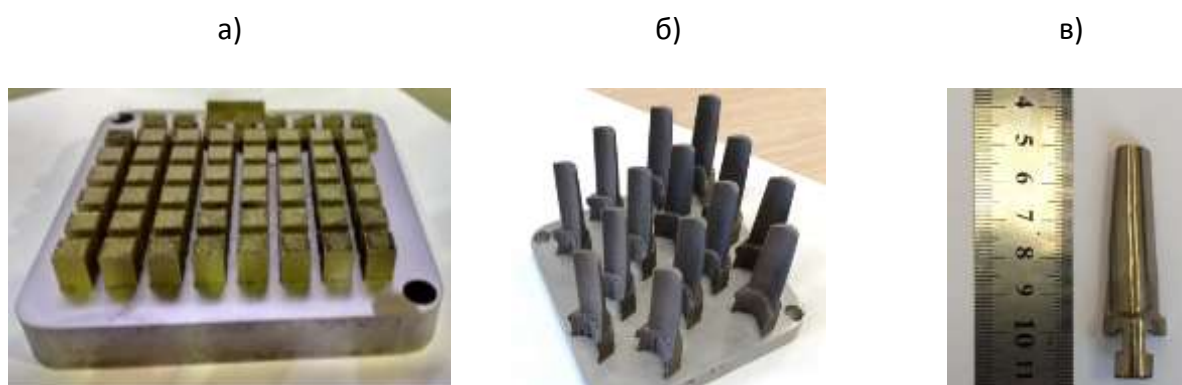


Рис. 4 – Исследовательские образцы (а), построенные по различным режимам СЛП и модели лопатки после СЛП (б) и механической обработки (в) из сплава CompoNiAl-M5-3

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках программы повышения конкурентоспособности НИТУ «МИСиС», проект К2-2018-013.

Выводы

1. Получены сферические порошки из сплава из перспективного сплава на основе NiAl (CompoNiAl-M5-3) со степенью сферичности 98 %, пригодные для применения в технологии СЛП.

2. Установлено, что упрочняющие наночастицы Ni_2AlHf в основном распределены вдоль границ зерен NiAl , в то время как наночастицы (Hf) находятся внутри $\alpha\text{-Cr}$ фазы. Наночастицы (Hf), расположенные внутри фазы $\alpha\text{-Cr}$ и изолированные от NiAl - матрицы, не образуют фазу Гейслера.

3. Модуль Юнга, предел временной прочности, предел текучести и предел пропорциональности исследуемого сплава в условиях осадки цилиндрического образца при температуре $750\text{ }^\circ\text{C}$ и истинной скорости деформации $\sim 0,01\text{ c}^{-1}$ составили 137.8 ГПа, 682, 455 и 358 МПа, соответственно.

4. Определены оптимальные технологические параметры процесса СЛП, обеспечивающие относительную плотность не менее 98% без образования трещин и построены модели лопатки газовой турбины.

Литература

1. Z. Shang, J. Shen, L. Wang, Y. Du, Y. Xiong, H. Fu, Investigations on the microstructure and room temperature fracture toughness of directionally solidified NiAl-Cr(Mo) eutectic alloy, *Intermetallics*. 57 (2015) 25–33. Doi:10.1016/j.intermet.2014.09.012.

2. K. Bochenek, M. Basista, Advances in processing of NiAl intermetallic alloys and composites for high temperature aerospace applications, *Prog. Aerosp. Sci.* 79 (2015) 136–146.

3. L.Y. Sheng, F. Yang, T.F. Xi, Y.F. Zheng, J.T. Guo, Improvement of compressive strength and ductility in NiAl-Cr(Nb)/Dy alloy by rapid solidification and HIP treatment, *Intermetallics*. 27 (2012) 14–20. Doi:10.1016/j.intermet.2012.01.014.

4. Gibson, D.W. Rosen, B. Stucker, Additive manufacturing technologies: Rapid prototyping to direct digital manufacturing, 2010. Doi:10.1007/978-1-4419-1120-9.

5. D.D. Gu, W. Meiners, K. Wissenbach, R. Poprawe, Laser additive manufacturing of metallic components: materials, processes and mechanisms, *International Materials Reviews*. 57 (2012) 133–164. Doi:10.1179/1743280411Y.0000000014.

6. A.T. Sutton, C.S. Kriewall, M.C. Leu, J.W. Newkirk, Powder characterisation techniques and effects of powder characteristics on part properties in powder-bed fusion processes, *Virtual Phys. Prototyp.* 12 (2017) 3–29. Doi:10.1080/17452759.2016.1250605.

7. P.C. Angelo, R. Subramanian, *Powder Metallurgy: Science, Technology and Applications*. – PHI Learning Pvt. Ltd., (2008) 312.

8. Zaitsev A.A., Sentyurina Zh.A., Levashov E.A., et al. Structure and properties of NiAl-Cr(Co,Hf) alloys prepared by centrifugal SHS casting followed by vacuum induction remelting. Part 2 – Evolution of the structure and mechanical behavior at high temperature, *Materials Science & Engineering A*, 2017, 690, p. 473–481.

9. Kaplanskii Yu.Yu., Zaitsev A.A., Levashov E.A., Loginov P.A., Sentyurina Zh.A., NiAl based alloy produced by HIP and SLM of pre-alloyed spherical powders. Evolution of the structure and mechanical behavior at high temperatures, *Materials Science & Engineering A*, 2018, 717, p. 48–59.

УДК 67.02

Исследование процессов образования трещин в изделиях полученных селективным лазерным сплавлением стали 17-4PH

Гафуров И.Р.¹, д.э.н.; Кашапов Л.Н.¹; Кашапов Н.Ф.¹, д.т.н.;
Кашапов Р.Н.¹, к.т.н.

info.rector.kfu@gmail.com, kashlenar@mail.ru, kashnail@gmail.com,
kashramiln@gmail.com

¹*Казанский (Приволжский) федеральный университет*

Аннотация:

Проведено исследование селективного лазерного сплавления толстостенных изделий из металлического порошка 17-4PH. Предложены способы проблемы развития трещин.

Ключевые слова:

сплав 17-4PH, селективное лазерное спекание

Введение

Технологии аддитивного построения сложнопрофильных изделий находят все большее применение в различных отраслях народного хозяйства. На данный момент актуальным является реализация процесса перехода от области построения прототипов и единичных опытных образцов к мелкосерийному производству функциональных объектов. Наиболее близким по точности изготовления к фрезерной (механической) обработке металлических деталей является процесс селективного лазерного сплавления. Основные параметры процесса лазерного сплавления - мощность лазера, скорость сканирования, толщина слоя порошка, алгоритм перемещения луча, ориентация детали влияют на распределение тепла, пор и получаемую анизотропную микроструктуру изделия [1]. Высокие скорости охлаждения около 10^8 К/с приводят к формированию мелкозернистой структуры по твердости и прочности превышающих свойства литых деталей. Однако, получаемые изделия по параметру усталостной прочности уступают традиционным, что является серьезной проблемой, связанной с наличием инородных включений и дефектов [2]. Разрушение происходит из-за появления микроразрушений, их накопления, затем объединения в одно макроразрушение. Для предотвращения образования трещин необходимо понимать, как происходит их образование и рост на всем жизненном цикле изделия [3,4].

Метод селективного лазерного сплавления начал широко использоваться в медицине для создания индивидуальных имплантатов, а так же в последнее время для получения трудоемких, с точки зрения механической, обработки мелкогабаритных медицинских инструментов. Для селективного лазерного сплавления медицинских инструментов в основном используются нержавеющие стали, такие как 17-4 PH. Данная сталь имеет высокие показатели прочности, ударной вязкости, трещиностойкости и коррозионной стойкости при температурах до 300°C [3]. Поэтому целью

работы являлось исследование процессов образования трещин в изделиях, полученных селективным лазерным сплавлением стали 17-4PH.

Основная часть

В экспериментах использовалась установка селективного лазерного спекания ProX300, компании 3D Systems (Рис. 1,а). На рисунке 1 б представлена схема внутренней камеры, длина которой составляет 1500 мм, высота 800 мм. Камера герметична и позволяет создавать атмосферу инертного газа, в камере слева расположен металлический ролик для нанесения порошка, он имеет возможность горизонтального перемещения по всей камере. В середине имеется бокс с порошком, внутри которого расположен подвижный поршень, справа располагается зона построения, состоящая из подвижного поршня с платформой и лазера установленного над ней. Цикл построения одного слоя состоит из следующих этапов: подъем центрального поршня на 60 мкм, спуск рабочей платформы построения на 40 мкм, движение ролика через центральный бокс с перемещением излишков порошка на рабочую платформу построения, сканирование лазером поверхности порошка. В процессе сканирования могут образовываться продукты сгорания, которые уносятся потоком газа в пылесборник.

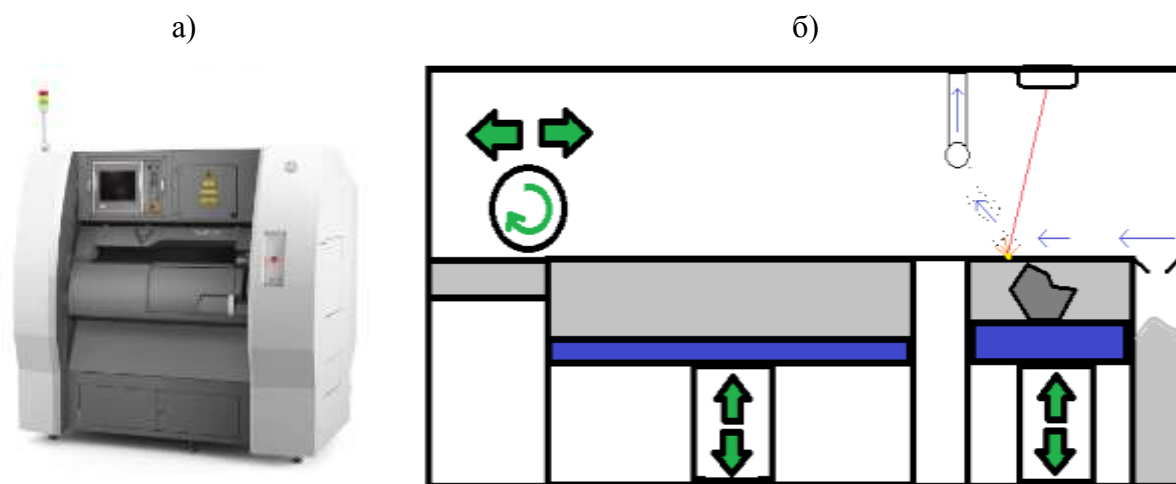


Рис. 1 – а – внешний вид установки ProX 300, б – схема рабочей камеры ProX 300

Установка ProX 300 оснащена волоконным Nd:YAG лазером мощностью 500 Вт, с длиной волны 1080 нм, площадь пятна лазера составила 20 мкм. Размер зоны построения составляет $x - 250$ мм, $y - 250$ мм, $z - 300$ мм, минимальный размер изделия $x=100$ мкм, $y=100$ мкм, $z=20$ мкм. Во время сплавления поддержки изделия мощность лазера составляет 100 Вт, при сплавлении самого изделия – 150 Вт, скорость сканирования 380 мм/с. В экспериментах использовался порошок нержавеющей стали 17-4PH, дисперсностью от 0,5 до 40 мкм, компании 3D-Systems.

Для устранения влияния геометрии на образование трещин были выбраны толстостенные модели, все они имели вертикальные боковые стенки, на верхнюю торцевую сторону приходилась ответственная формообразующая часть. На рисунке 2 представлена серия фотографий опытных образцов, полученных селективным лазерным спеканием. Все образцы имеют схожие дефекты, а именно образование трещин вблизи основания. Наблюдался рост имеющихся трещин при остывании опытных образцов. На рисунке 2а на границе поддержки и изделия имеется трещина, распространяющаяся в глубь изделия. На фото 2б также наблюдается образование трещин, но уже в самой поддержке, там, где образуется угол 90° .

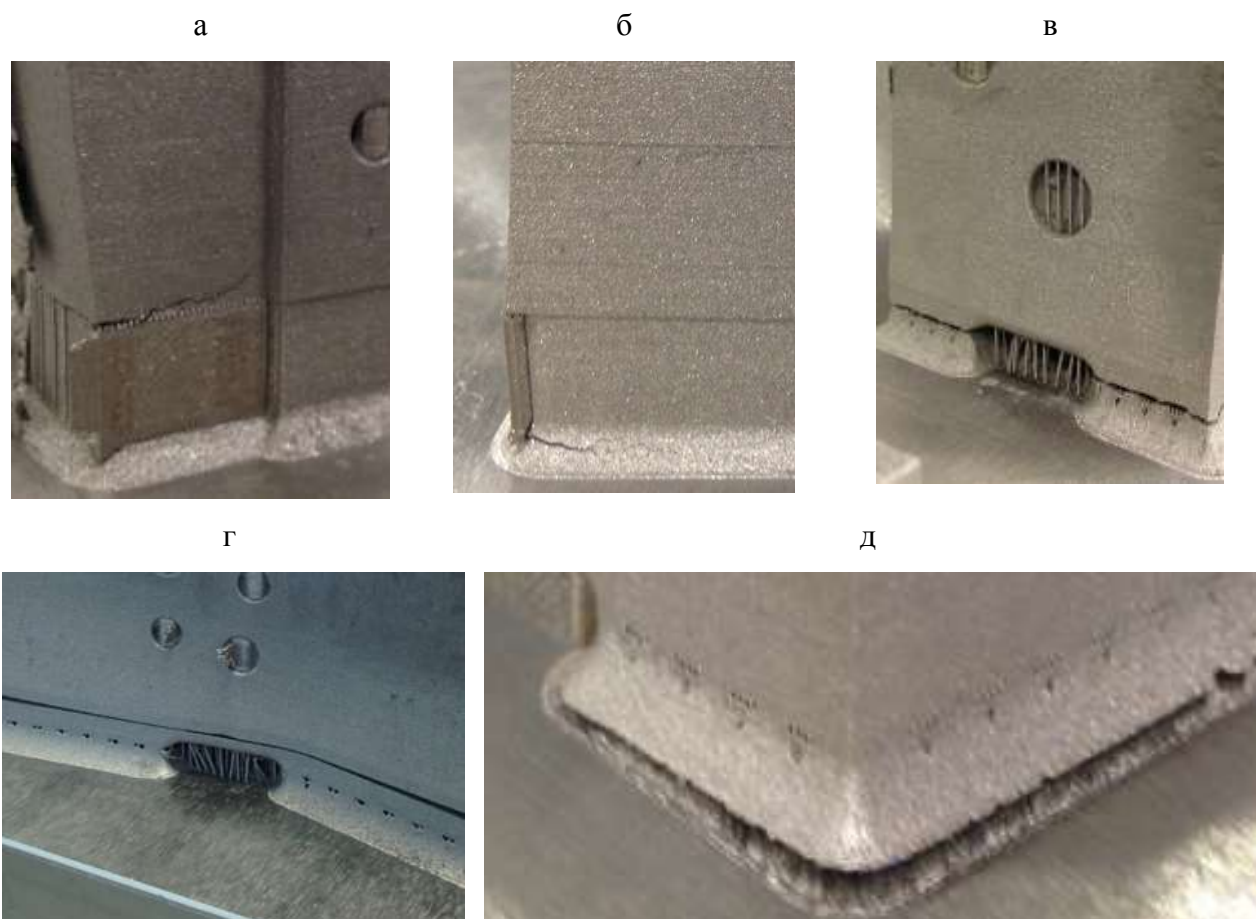


Рис. 2 – Участки образования трещин и расслоений

Исследовались способы контролируемого образования и распространения трещин в поддержке. На рисунке 2 д представлен отрыв поддержки от рабочей платформы. Реализовать данную ситуацию получилось путем неравномерного сплавления порошка. А именно в правой части изделия поддержка начала сплавляться с первого слоя, а в левой части только с третьего слоя. Таким образом, мы добились получения в левой части поддержки слоя с большой пористостью и плохой адгезией к платформе. Вторым методом контролируемого распространения трещины был реализован на этом же изделии, только путем формирования в виртуальной модели геометрических пустот в виде треугольников. Как показал эксперимент, данный подход был успешным (Рис. 2в). Третьим методом контролируемого образования и распространения трещины была остановка процесса сплавления на 3 часа, за это время сформированные слои остыли до

температуры 35°C , и после этого SLM-процесс был возобновлен. Результаты данного эксперимента представлены на рисунке 2г, наблюдается плавное расхождение двух слоев. Результаты сплавления изделия малых габаритных размеров ($600*400*300$ мм), сочетающий в себе первую методику и вторую показали отсутствие трещин, произошел отрыв поддержки без искажения геометрии.

На рисунке 3 представлены микрофотографии структуры полученных образцов.

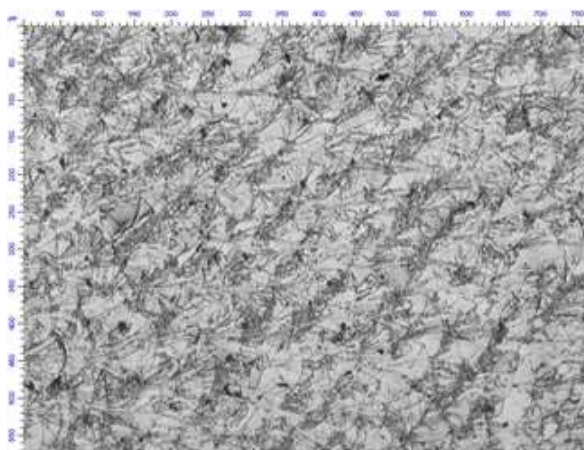


Рис. 3а – Микрошлиф вдоль образца
($\times 100$)

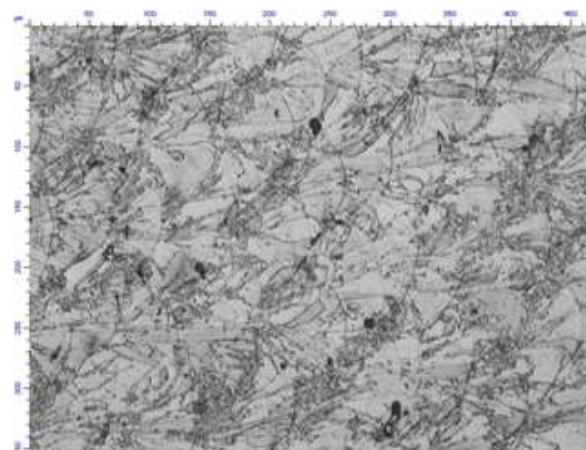


Рис. 3б – Микрошлиф вдоль образца
($\times 200$)

На рисунках 3 при разных увеличениях наблюдается наличие пор и включений, которые и являются источниками развития трещин. Причин образования пор может быть несколько. Первая – недостаточно плотная упаковка частиц порошка в слое, которая приводит к попаданию большого количества газа в расплав. А быстрая скорость охлаждения в свою очередь не позволяет ему высвободиться из металла. Вторая – это наличие внутри частичек порошка газовых пор. Третья – неполный переплав предыдущего слоя приводит к образованию гребней, под которые не может проникнуть расплавленный металл. Такие поры имеют неправильную геометрическую форму. Четвертый – образование газа в результате испарения легкоплавких элементов сплава. Таким образом, поры трудно полностью устранить, но

можно уменьшить их количество путем регулирования величины подаваемой энергии в зону плавления, подбора определенного дисперсного состава порошка и его уплотнения.

Еще одним из видов дефектов является неполное проплавление порошка приводящее к плохой адгезии наплавляемого слоя к более ранним слоям. Можно выделить два типа данных дефектов: 1 – недостаточное количество расплава металла приводит к образованию пустот между слоями; 2 – наличие в структуре металла частиц нерасплавленного порошка. В случае недостаточной энергии лазера, получаемая при сканировании ширина расплавленной дорожки недостаточна для перекрытия между соседними линиями проплавления. Это и является причиной образования нерасплавленных порошков между дорожками сканирования. При плавлении следующих слоев данные оставшиеся частицы порошка уже не переплавляются. На местах дефектов шероховатость поверхности увеличивается, текучесть расплавленного металла уменьшается, и образуются межслойные дефекты. Данные дефекты могут продолжить возникать и в следующих слоях, образуя макродефекты.

Еще одной из причин образования трещин является связанное с селективным лазерным сплавлением быстрое плавление и последующая быстрая кристаллизация. Это вызывает большой градиент температур в изделии, и как следствие большие остаточные напряжения. А эти два фактора являются основным условием зарождения и распространения трещины. Нержавеющие стали и сплавы на основе никеля из-за их низкой теплопроводности и высокого коэффициента теплового расширения с большой вероятностью подвержены к образованию трещин и растрескиванию в процессе сплавления.

Решение проблемы развития трещин может быть найдено в предварительном нагреве платформы до температуры 300°C, однако в установке ProX 300 отсутствует данная возможность. Предварительный

нагрев позволил бы уменьшить величину внутренних напряжений. Для борьбы с порами в данном случае подходит только один метод – laser remelting, позволяющий устранять поры во время сплавления.

Выводы

В результате проведенных исследований селективного лазерного сплавления толстостенных изделий из металлического порошка 17-4PH на установке ProX 300 выявлено развитие трещин. Предложено четыре метода решения данной проблемы:

1. Контролируемый отрыв основания поддержки изделия от платформы.
2. Контролируемое развитие трещины внутри поддержке за счет создания внутренних треугольных полостей.
3. Контролируемый разрыв двух слоев в результате временной остановки работы установки.
4. Устранение образования трещины за счет предварительного прогрева рабочей платформы построения.

Все предложенные методы могут быть успешно реализованы, кроме четвертого, который потребует модернизации установки ProX 300.

Установлено, что для борьбы с порами в данном случае подходит только один способ – laser remelting.

Можно выделить три распространенных дефектов: сферические поры, не проплавленные зоны и трещины. Сферические поры равномерно распределяются по всему объему, а не проплавленные зоны распределяются между дорожками и слоями.

Такие параметры процесса как мощность лазера, скорость сканирования, расстояние между сканами, толщина слоя и стратегия сканирования оказывают существенное влияние на образование дефектов. Плотность энергии является интегрированным параметром, определяющим

условия образования дефектов. Стратегия сканирования влияет на расположение дефектов.

This work was funded by the subsidy allocated to Kazan Federal University for the state assignment in the sphere of scientific activities.

Литература

1. N. Shamsaei, A. Yadollahi, L. Bian, S.M. Thompson, An Overview of Direct Laser Deposition for Additive Manufacturing; Part II: Mechanical Behavior, Process Parameter Optimization and Control, Submitt. to Addit. Manuf.

2. LI D C, HE J K, TIAN X Y et al. Additive manufacturing: integrated fabrication of macro/micro-structures. Journal of Mechanical Engineering. 2013, (6):129–135.

3. X. Lin, Y. Cao, X. Wu, H. Yang, J. Chen, W. Huang, Microstructure and Mechanical Properties of Laser Forming Repaired 17-4PH Stainless Steel, Mater. Sci. Eng. A. 553 (2012) 80–88.

4. L. Kashapov, N. Kashapov and R. Kashapov, Formation of cracks in the selective laser melting of objects from powdered stainless steel 17-4 PH. IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 240 (2017) 012074.

УДК 629.021

Топологическая оптимизация и компьютерная поддержка аддитивных технологий с использованием ANSYS

Кишов Е.А.¹; Морозов И.И.¹

Evgeniy.Kishov@cadfem-cis.ru, Ilya.Morozov.@cadfem-cis.ru

¹ЗАО «КАДФЕМ-Си-Ай-Эс»

Аннотация:

Рассматривается комплекс решений в области компьютерной поддержки проектирования и производства аддитивных конструкций, реализованных в рамках системы ANSYS. Приводится обзор возможностей модулей по топологической оптимизации конструкций и численному моделированию процесса металлической 3D-печати.

Ключевые слова:

топологическая оптимизация, металлическая 3D-печать, снижение массы конструкций.

Введение

В авиационно-космической, двигателестроительной и других отраслях достигнут предел совершенства конструкций, разработанных традиционными методами

Для создания качественно изделий необходимо использование принципиально иной парадигмы проектирования, основанной на высокоточном математическом моделировании и методов оптимизации на самых ранних стадиях.

Топологическая оптимизация – это метод автоматизированного проектирования силовых схем, позволяющий создавать конструкции с высоким весовым совершенством с первого раза в противовес традиционному итерационному проектированию.

Мировые производители авиационно-космической техники активно внедряют технологии топологической оптимизации и 3D-печати. Например, такие предприятия ОДК как «Сатурн» и «Авиадвигатель» уже имеют большой опыт в проектировании и испытании топологически оптимизированных конструкций.

Топологическая оптимизация силовых конструкций

Топологическая оптимизация [1, 2, 3], которую часто ассоциируют также с термином «бионический дизайн», – это нахождение наивыгоднейшего с точки зрения минимума массы распределения материала в силовых конструкциях. Исходными данными для неё выступают габаритные (компоновочные или геометрические) ограничения и граничные условия. Основная идея простейшего алгоритма топологической оптимизации состоит в постепенном «отключении» элементов конструкции, не участвующих в передаче усилий. Классический пример решения двумерной задачи показан на рисунке 1.

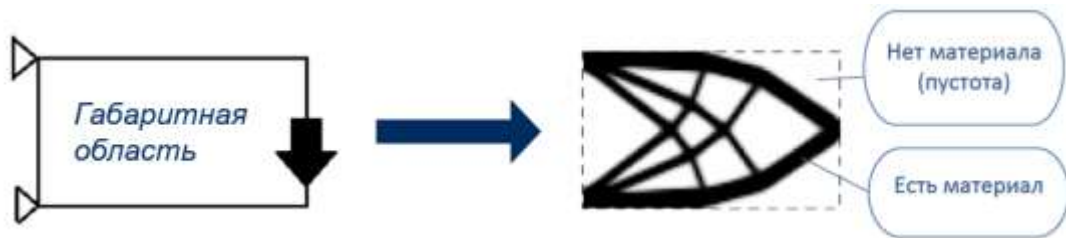


Рис. 1 – Результат решения двумерной задачи топологической оптимизации

Решения ANSYS в области топологической оптимизации

Компания КАДФЕМ предлагает два решения по топологической оптимизации, поставляемых в рамках системы ANSYS: 1) Simulabs Topology Design и 2) ANSYS Topology optimization.

Simulabs Topology Design

Simulabs Topology Design представляет собой программный модуль (АСТ-расширение), встраиваемый в ANSYS Mechanical. Это полностью отечественная разработка. Сводка основных возможностей программы включает в себя:

- Оптимизацию оболочечных и твердотельных моделей
- Учет нескольких случаев нагружения
- Расчет с нелинейностями
- Поддержка всех типов граничных условий, доступные в ANSYS

Mechanical

- Экспорт топологии в формат STL и IGS.
- Включение технологических ограничений
- Оптимизация с ортотропными материалами

CADFEM Topology optimization имеет полностью русскоязычный интерфейс (Рис. 2).

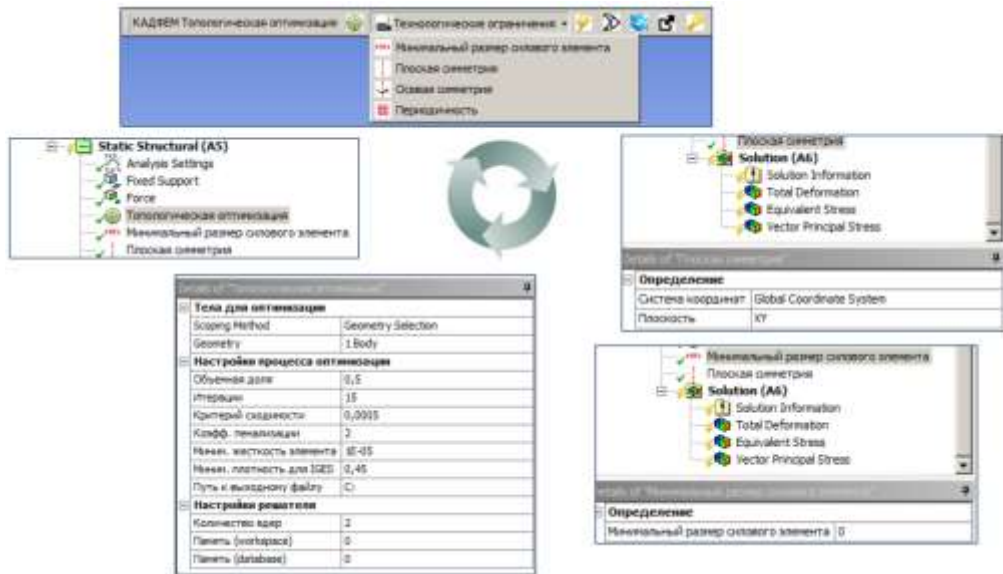


Рис. 2 – Интерфейс Simulabs Topology Design

Данная система использована для снижения массы некоторых конструкций авиационно-космического назначения (рисунки 3, 4).



Рис. 3 – Проектирование кронштейна навески руля высоты самолёта с использованием Simulabs Topology Design



Рис. 4 – Оптимизация тяги в Simulabs Topology Design

ANSYS Topology optimization

ANSYS Topology optimization представляет собой одну из расчётных систем платформы Workbench, разрабатываемую компанией ANSYS. Система обладает широким спектром возможностей как в части физических ограничений (ограничения на напряжения по Мизесу, на собственные частоты колебаний и т. д.), так и в области технологических ограничений (ограничение на угол свеса при 3D-печати). Следует отметить также возможность автоматизированного синтеза решётчатых структур в связке с CAD-системой ANSYS SpaceClaim. Основные возможности комплекса показаны на рисунке 5:

- **Механика твёрдого тела**
 - Линейный прочностной анализ
 - Модальный анализ
 - Стационарный расчёт
 - Линейный Bonded-контакт
 - Нелинейные контакты
 - Нагрузки: инерционные, температурные
 - 2D и 3D тела
- **Цели оптимизации**
 - Минимизация податливости (Максимизация жёсткости)
 - Один или несколько случаев нагружения
 - Максимизация собственных частот
 - По одной или нескольким модам колебаний
 - Минимизация массы
- **Физические ограничения**
 - Масса
 - Напряжения по Мизесу
 - Перемещения
 - Реакции опор
 - Собственные частоты
- **Технологические ограничения**
 - Минимальный и максимальный размер силового элемента
 - Экструзия
 - Штамповка
 - Симметрия: плоская и циклическая
 - Ограничение на угол свеса

Рис. 5 – Основные возможности ANSYS Topology optimization

К особенностям системы следует отнести топологическую оптимизацию в тепловых задачах, возможность работы в связанной термоупругой постановке и использования метода фиксации уровня (рисунок. 6).



Рис. 6 – Некоторые особенности ANSYS Topology optimization

Численное моделирование процесса металлической 3D-печати

3D-печать металлом методом послойного лазерного синтеза относится к весьма перспективным способам производства изделий сложной конфигурации (Рис. 7).

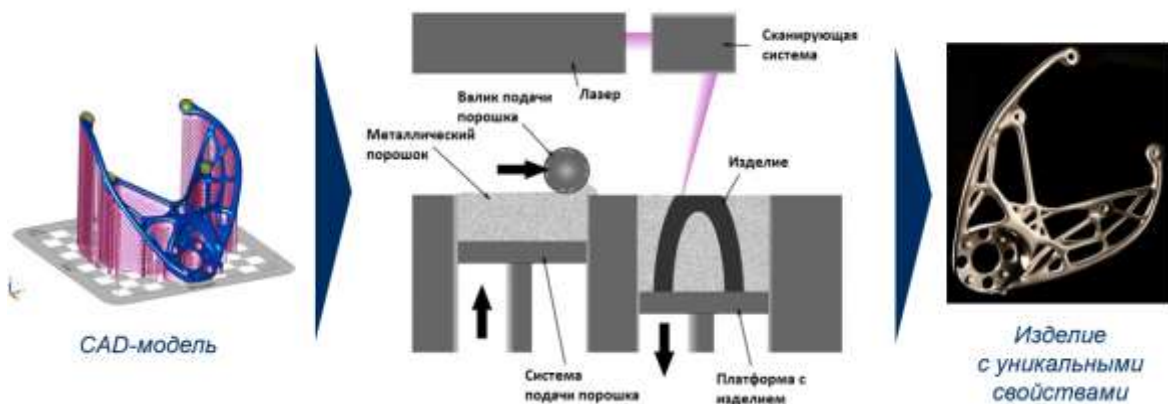


Рис. 7 – Технология 3D-печати методом селективного лазерного сплавления

Особенность технологии в том, что она практически снимает ограничения на сложность формы детали. Она обеспечивает такие преимущества, как, например, создание изделий с уникальными характеристиками в смысле соотношения прочности (жёсткости) и веса, а также повышение степени интегральности конструкций (объединение нескольких деталей в одну).

Вместе с тем, особенности высокотемпературного лазерного воздействия на металлический порошок порождают ряд проблем, которые необходимо решить для создания изделий надлежащего качества. В первую очередь, сюда следует отнести коробление детали после печати и возможность возникновения трещин в процессе её изготовления. Для предсказания появления таких эффектов, а также их устранения ANSYS предлагает решения Additive Print и Workbench Mechanical.

ANSYS Additive Print

ANSYS Additive Print – это решение для прогнозирования формы детали, её искажения, а также остаточных напряжений. Позволяет автоматически генерировать оптимальные поддержки и модифицировать STL-файл с целью компенсации коробления. Система обеспечивает высокую точность в получении и визуализации:

- итоговой формы напечатанной детали;
- послойного искажения и напряжений;
- оптимальных поддерживающих структур;
- компенсированных с учётом искажений STL-файлов;
- мест потенциального разрушения.

В состав Additive Print входит также модуль Additive Science, позволяющий прогнозировать свойства материала детали после печати (микроструктуру металла, размер и форму зёрен и т. п.) и выбирать оптимальные параметры процесса.

ANSYS Workbench Additive

ANSYS Workbench Additive – встраиваемый в среду ANSYS Mechanical модуль для моделирования 3D-печати предоставляет простой интерфейс для настроек моделирования, обеспечивая, вместе с тем, гибкость регулировок расчётного процесса. К ключевым особенностям системы следует отнести:

- моделирование аддитивного процесса непосредственно в интерфейсе Mechanical;
- удобный доступ к топологической оптимизации со встроенными технологическими ограничениями для аддитивных технологий;
- создание решётчатых структур;
- термомеханический расчёт процесса выращивания с целью точного прогнозирования искажения формы детали и остаточных напряжений;
- использование нелинейных и температурно зависимых свойств материалов (без каких-либо априорных гипотез о распределении деформаций);
- высокое быстродействие и вычислительная масштабируемость за счёт продуктов ANSYS HPC.

Заключение

Таким образом, в рамках системы ANSYS пользователи получают полный спектр решений в области бионического дизайна и компьютерной поддержки аддитивного производства: от инструментов проектирования на основе топологической оптимизации, работы с STL-файлами до моделирования процесса печати вплоть до оценки итоговой микроструктуры металла.

Литература

1. Bendsoe M.P., Sigmund O. Topology Optimization: Theory, Methods and Applications. Springer, 2003. 271 p.

2. Комаров В.А. Проектирование силовых аддитивных конструкций: теоретические основы // Онтология проектирования. 2017. Т. 7, № 2 (24). С. 191-206. DOI: 10.18287/2223-9537-2017-7-2-191-206.

3. Кишов Е.А., Комаров В.А. Топологическая оптимизация силовых конструкций методом выпуклой линейаризации // Вестник Самарского университета. Аэрокосмическая техника, технологии и машиностроение. 2018. Т. 17, № 1. С. 137-149. DOI: 10.18287/2541-7533-2018-17-1-137-149.

УДК 678.5

Исследование пластмасс, полученных методом аддитивных технологий

Федотов С.А.¹, к.х.н.; Махова Е.В.¹;

Кондратьева Л.А.¹, к.х.н.

mailbox75@vniia.ru

¹ФГУП ВНИИА имени Н.Л. Духова

Аннотация:

Представлены результаты комплекса сравнительных исследований образцов пластмасс Prodways, изготовленных методом аддитивных технологий. Рассмотрены возможности применения их в производстве.

Ключевые слова:

аддитивные технологии, селективное лазерное спекание.

Ввиду оптимизации производственных работ, повышения производительности, рассмотрен метод селективного лазерного спекания для получения новых полимерных материалов и изготовления изделий из них.

В работе представлены результаты изучения свойств аддитивных пластмасс и сопоставление их с традиционно применяющимися в производстве материалами. Современными методами установлен композиционный состав, отсутствие газовыделений, низкая плотность, стойкость к большинству органических растворителей, определены диэлектрические и физико-механические характеристики.

Результаты показали перспективность применения метода аддитивных технологий не только в изготовлении макетов, но и производстве.

Основополагающей задачей производственных процессов является снижение времени изготовления изделия, что включает в себя поиск новых оптимальных технологий.

Для поиска решения этой задачи применяются технологии быстрого прототипирования, в основе которых лежит объединение систем автоматического проектирования – САПР (англ. термин – Computer Aid Design (CAD)) с новым высокотехнологичным методом синтеза объёмных изделий (англ. термины – Rapid Prototyping & Manufacturing, Solid Free Form Fabrication и т.п.) [6–7].

Одним из высокоточных способов реализации быстрого прототипирования является метод селективного лазерного спекания (СЛС) (англ. термин – Selective Laser Sintering (SLS)). К его преимуществам стоит отнести возможность создания моделей, отличающихся повышенной прочностью и большими функциональными возможностями, а также использованием в качестве сырья мелкодисперсных, термопластичных, быстро затвердевающих порошков, таких как полимеры, воск, нейлон, керамика или металлические порошки с добавкой легкоплавкого

связующего. Согласно данной технологии порошковый материал послойно спекается под воздействием лазерного излучения.

В данной работе исследование выполнялись на образцах пластмасс марок PA11-GF3450 и PA12-S-1550 фирмы Prodways (Франция), изготовленных методом СЛС. Сравнение проводили с наиболее часто применяемыми на производстве российскими марками полиамидов: ПА-610 литьевой, ПА 610-Л-СВ30, Армамиды ПА СВ 30-2Т и ПА СВ 30-2ТМ, а также материал прессовочный АГ-4В на основе фенолформальдегидной смолы. При этом только ПА-610 не содержит наполнителя, в то время как остальные отечественные марки содержат стекловолокно, массовая доля которого составляет ~30% для полиамидов и ~60% для пресс-материала.

Методики исследования

Изучены химическая структура материалов, физико-механические, диэлектрические свойства, водопоглощение и газовыделение из материалов, их стойкость к воздействию растворителей [1, 3, 4, 8]. Исследование полимерных материалов проводили в исходном состоянии и после испытаний, имитирующих длительное хранение в течение 5 лет, включающие перепады температур и конденсированную влагу.

Экспериментальная часть.

Исследование химического состава методами ИК-Фурье и Раман спектроскопии [2]. Термический анализ методами ДСК и ТГА [5]

Согласно полученным результатам (рисунок 1 и 2), пластмасса марки PA11-GF-3450 представляет собой композицию на основе полиамида 11 (Nylon 11) и содержит менее 1% минерального остатка, что является незначительным для стеклонаполненной марки (из названия материала GF – glass filled, от англ. «стеклонаполненный»).

Материал марки PA12-S-1550 представляет собой композицию на основе полиамида 12 (Nylon 12) и содержит 4,5% (масс.) полых силикатных

микросфер диаметром ~ 50 мкм с незначительным количеством аэросила (рисунок 2).

После испытаний, имитирующих длительное хранение PA11-GF-3450 и PA12-S-1550, зафиксировано отсутствие изменений как химического состава, так и кристаллической структуры материалов.

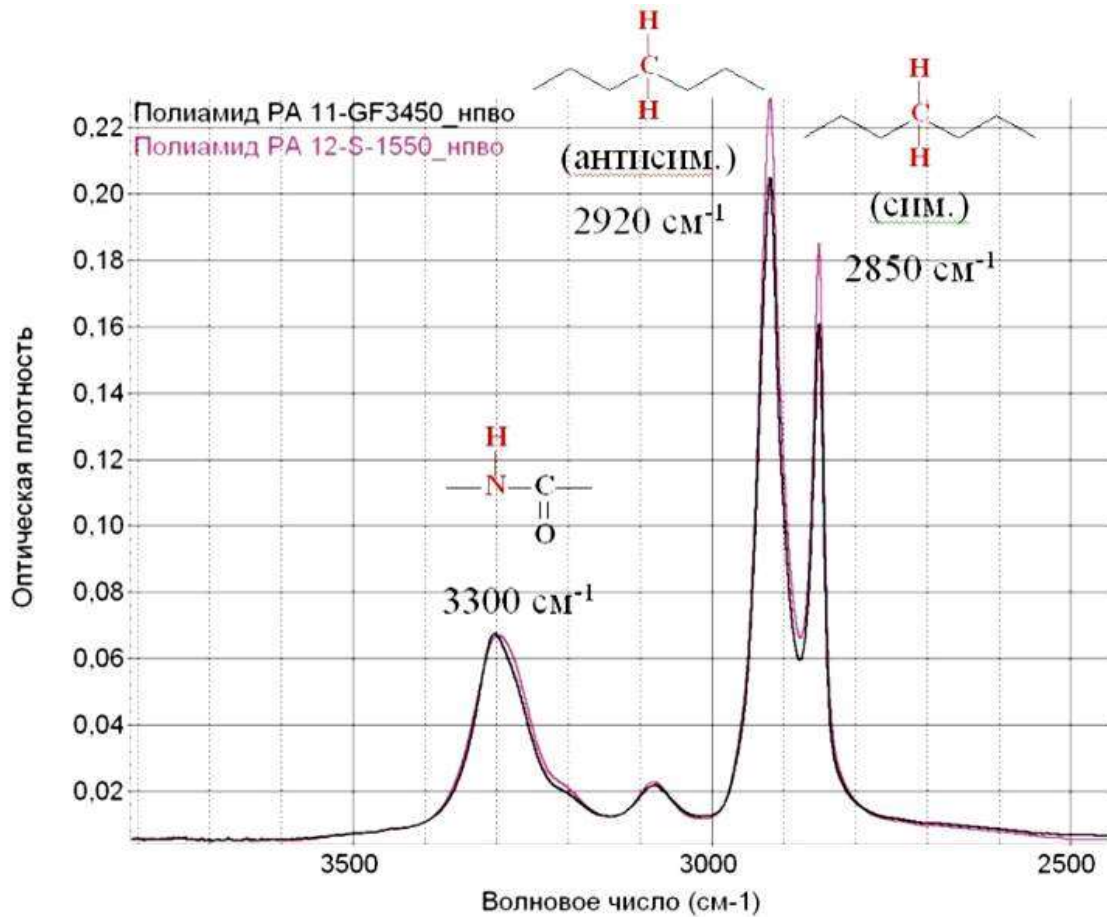


Рис. 1 – Сравнение ИК-спектров полиамидов PA 11-GF3450 (чёрный) и PA 12-S-1550 (розовый) в диапазоне валентных колебаний связей C-H и N-H

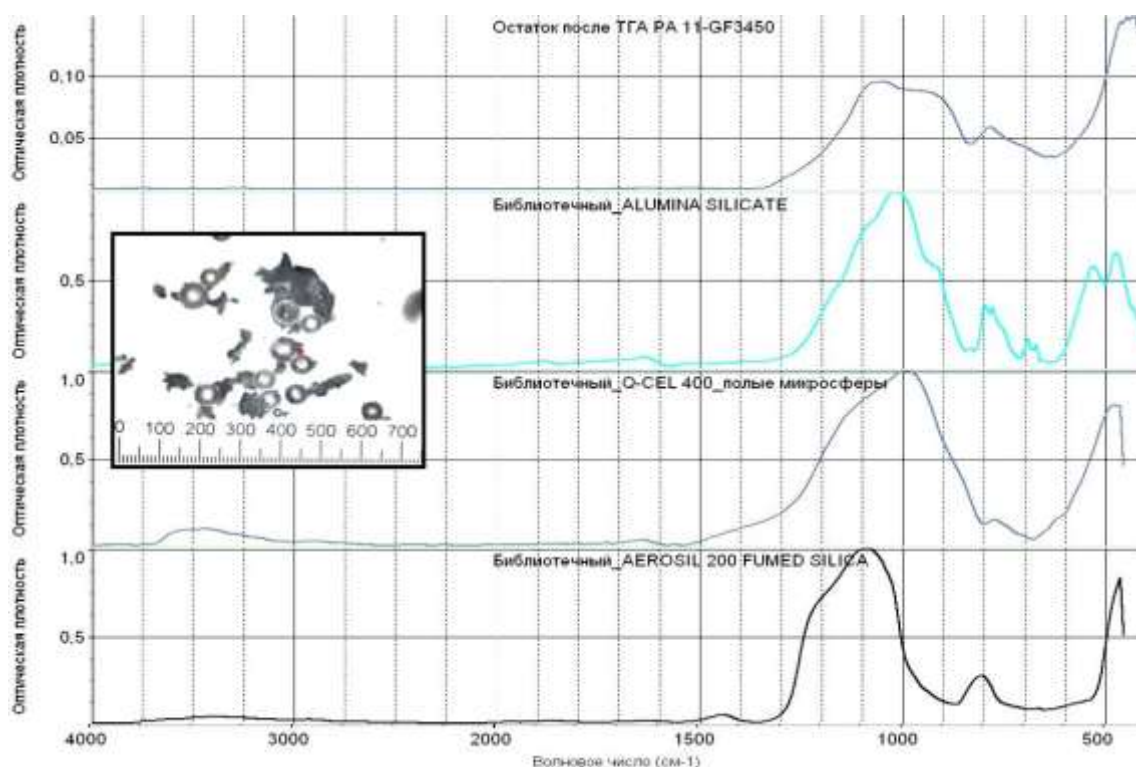


Рис. 2 – Микрофотография частиц минерального наполнителя из образца PA11-GF3450 после ТГА (шкала в мкм) и ИК-спектр этого остатка после ТГА (вверху) с результатами библиотечного поиска корреляций: алюмосиликат, полые стеклянные микросферы (Q-CEL 400), аэросил (или аморфная двуокись кремния)

Исследование плотности

Плотность аддитивных материалов определяли методом гидростатического взвешивания. Результаты представлены в таблице 1.

Следует отметить, что в информации, предоставленной производителем, указано определенное число, а не диапазон плотностей материалов. Поэтому нельзя утверждать о несоответствии полученных значений данным, предоставленным производителем.

Для образцов марки PA12-S-1550 и PA11-GF3450 полученные значения плотностей близки к единице. Низким значением плотности также характеризуется и полиамид ПА-610, а наибольшим – АГ-4В.

Таблица 1

Плотность и водопоглощение пластмасс фирмы Prodways PA11-GF3450 и PA12-S-1550 и материалов российского производства

| Материалы | | Показатели | Методы исследования | |
|------------|----------------|--------------------------|---------------------|----------------|
| | | | Плотность | Водопоглощение |
| Prodways | PA11-GF3450 | информация производителя | 1,40 | 0,85 |
| | | исходное состояние | 1,02 | 0,26 |
| | | 5 лет | 1,03 | 0,23 |
| | PA12-S-1550 | информация производителя | 1,00 | 0,50 |
| | | исходное состояние | 0,98 | 0,97 |
| | | 5 лет | 1,00 | 0,26 |
| Российские | ПА-610 литевой | норма по НД* | 1,09-1,11 | 3,30 |
| | ПА 610-Л-СВ30 | | 1,34-1,35 | 2,50 |
| | ПА СВ 30-2Т | | 1,34-1,40 | 1,15 |
| | ПА СВ 30-2ТМ | | 1,35-1,39 | 1,15 |
| | АГ-4В | | 1,7-1,9 | 0,20 |

*НД – нормативная документация.

Исследование водопоглощения материалов

Водопоглощение определяли на образцах в форме брусков погружением в воду по изменению массы после выдержки в течение 24 часов при температуре плюс $(20\pm 2)^\circ\text{C}$. Результаты показаны в таблице 1.

Следует отметить, что после испытаний, имитирующих длительное хранение материалов, значение водопоглощения для PA11-GF3450 практически не изменилось, а для PA12-S-1550 снизилось в $\sim 3,7$ раз. Полученный результат предположительно можно объяснить следующим. Температура стеклования полиамидов составляет $\sim (40 - 50)^\circ\text{C}$. А испытания, имитирующие ускоренное старение материалов, проводились с выдержкой при температуре плюс 70°C , и, по-видимому, сопровождались отжигом полимерного материала, то есть совершенствованием упаковки аморфной фазы в условиях разрешенной сегментальной подвижности.

Таким образом, низкое значение водопоглощения наблюдалось для марок PA11-GF3450 и PA12-S-1550, что сопоставимо с пресс-материалом

АГ-4В. По-видимому, метод аддитивных технологий оказывает влияние на строение материала таким образом, что в полимере практически не остаётся возможности для набора влаги.

Исследование физико-механических характеристик

Физико-механические характеристики исследовали с помощью разрывной машины TIRA test 2810 E12. Для определения предела прочности, модуля упругости при растяжении и относительного удлинения при разрыве использовали образцы в виде лопаток с размерами: длина общая 80 мм, длина рабочей части ($40 \pm 0,5$) мм, ширина головки ($11 \pm 0,2$) мм, ширина рабочей части ($5 \pm 0,2$) мм. Скорость движения траверсы – 50 мм/мин. Для измерения предела прочности при изгибе и ударной вязкости по Шарпи использовали образцы в виде брусков без надреза с размерами $80 \times 6 \times 4$ мм. Результаты приведены в таблице 2.

Сравнение PA11-GF3450 и PA12-S-1550 с характеристиками материалов российского производства показало:

- по значениям прочности на растяжение, модулю упругости при растяжении, модулю упругости при изгибе, изгибающему напряжению при максимальной нагрузке имеют наибольшее сходство с полиамидом марки ПА-610;

- по значению ударной вязкости – наибольшее сходство со стеклонаполненным полиамидом ПА 610-Л-СВ30;

- по значению относительного удлинения результаты для материалов PA11-GF3450 и PA12-S-1550 диаметрально различаются, для образцов марки PA11-GF3450 получены самые низкие значения, для марки PA12-S-1550 и полиамида ПА-610 – наиболее высокие.

Таблица 2

Физико-механические характеристики пластмасс фирмы Prodways PA11-GF3450 и PA12-S-1550 и российские материалы

| Материалы | Показатели | Методы исследования | | | | | | |
|------------|---------------|--|---|--|--|--|--|------|
| | | Ударная вязкость по Шарпи на образцах без надреза, кДж/м ² , не менее | Прочность при растяжении, МПа, не менее | Модуль упругости при изгибе, МПа, не менее | Модуль упругости при растяжении, МПа, не менее | Относительное удлинение при разрыве, %, не менее | Изгибающее напряжение при максимальной нагрузке, МПа, не менее | |
| Prodways | PA11-GF3450 | инф-я пр-ля | – | 33,0 | – | – | 12 | – |
| | | исх-е сост-е | 17,7 | 48,3 | $0,9 \cdot 10^3$ | $0,5 \cdot 10^3$ | 2,0 | 58,9 |
| | | 5 лет | 31,3 | 39,9 | $1,1 \cdot 10^3$ | $0,4 \cdot 10^3$ | 1,0 | 52,6 |
| | PA12-S-1550 | инф-я пр-ля | – | 44,0 | – | – | 15,0 | – |
| | | исх-е сост-е | 26,0 | 45,0 | $0,9 \cdot 10^3$ | $0,6 \cdot 10^3$ | 17,8 | 50,7 |
| | | 5 лет | 42,9 | 46,3 | $1,3 \cdot 10^3$ | $0,2 \cdot 10^3$ | 17,7 | 59,3 |
| Российские | ПА-610 | 98,0 | 50,0-60,0 | $1,6 \cdot 10^3$ – $1,7 \cdot 10^3$ | $1,5 \cdot 10^3$ – $1,7 \cdot 10^3$ | 100,0 | 45,0 | |
| | ПА 610-Л-СВ30 | 29,4 | 100,0-140,0 | $7,0 \cdot 10^3$ – $9,0 \cdot 10^3$ | – | 6,0-9,0 | – | |
| | ПА СВ 30-2Т | 55,0 | 150,0 | $7,5 \cdot 10^3$ | – | 3,5 | 220,0 | |
| | ПА СВ 30-2ТМ | 56,0 | 150,0 | $7,8 \cdot 10^3$ | – | 3,5 | 225,0 | |
| | АГ-4В | 69,0 | – | $22,0 \cdot 10^3$ | – | – | 168,0 | |

«←» данные производителем не представлены.

Исследование диэлектрических характеристик

Диэлектрические характеристики пластиков определяли на образцах в форме дисков диаметром 100 мм и толщиной 2 мм. Следует отметить, что диэлектрические характеристики производителем не регламентируются. В таблице 3 приведены полученные результаты.

Можно отметить следующее:

– получены практически одинаковые диэлектрические характеристики для обеих исследуемых марок PA11-GF3450 и PA12-S-1550;

– после испытаний, имитирующих длительное хранение, для обоих материалов диэлектрические характеристики практически не изменились за исключением удельного поверхностного электрического сопротивления пластика PA12-S-1550, которое снизилось в ~100 раз.

Таблица 3

Диэлектрические характеристики пластмасс фирмы Prodways PA11-GF3450 и PA12-S-1550

| Материалы | | Показатели | Методы исследования | | | | |
|------------|---------------|--------------|---|---|--|--|--|
| | | | Удельное объёмное электрическое сопротивление, Ом·м, не менее | Поверхностное электрическое сопротивление, Ом, не менее | Тангенс угла диэлектрических потерь при частоте 10 ⁶ Гц, не более | Диэлектрическая проницаемость при частоте 10 ⁶ Гц, не более | Электрическая прочность, кВ/мм, не менее |
| Prodways | PA11-GF3450 | инф-я пр-ля | – | – | – | – | – |
| | | исх-е сост-е | 6,1·10 ¹² | 2,38·10 ¹⁴ | 0,014 | 2,53 | 19,1 |
| | | 5 лет | 3,01·10 ¹² | 1,46·10 ¹⁴ | 0,023 | 2,77 | 18,3 |
| | PA12-S-1550 | инф-я пр-ля | – | – | – | – | – |
| | | исх-е сост-е | 1,3·10 ¹² | 1,91·10 ¹⁵ | 0,018 | 2,65 | 18,8 |
| | | 5 лет | 7,25·10 ¹¹ | 9,92·10 ¹³ | 0,046 | 2,55 | 14,4 |
| Российские | ПА-610 | норма НД | 1,0·10 ¹⁴ | 5,00·10 ¹² – 1,00·10 ¹³ | 0,06 | 4,0-5,0 | 20,0 |
| | ПА 610-Л-СВ30 | | 1,0·10 ¹⁴ – 2,0·10 ¹⁵ | 1,00·10 ¹⁴ – 1,00·10 ¹⁵ | – | – | 25,0 |
| | ПА СВ 30-2Т | | 1,0·10 ¹³ | 1,0·10 ¹⁰ | – | 3,0-4,0 | 22,0- 25,0 |
| | ПА СВ 30-2ТМ | | 1,0·10 ¹³ | 1,0·10 ¹⁰ | – | 3,0-4,0 | 22,0- 25,0 |
| | АГ-4В | | 1,0·10 ¹⁰ | 1,0·10 ¹² | 0,04 | 7,0 | 14,0 |

«←» данные производителем не представлены.

Исследование стойкости к статическому воздействию растворителей

Стойкость к статическому воздействию растворителей на материалы марок PA11-GF3450 и PA12-S-1550 определяли по изменению массы образцов в ненапряженном состоянии после выдержки в течение 24 часов. Результаты показаны в таблице 4.

Таблица 4

Изменения массы образцов после выдержки в растворителях в течение 24 часов

| Растворители | Изменение массы PA11-GF3450 после выдержки в растворителях, % | | Изменение массы PA12-S-1550 после выдержки в растворителях, % | |
|--------------------------------|---|-------|---|-------|
| | исх-е сост-е | 5 лет | исх-е сост-е | 5 лет |
| Спирт этиловый | 0,00 | 3,12 | 5,88 | 3,54 |
| Нефрас | 0,00 | 0,14 | 0,00 | 0,07 |
| Спирто-нефрас | 3,33 | 2,74 | 4,17 | 2,66 |
| Ацетон | 0,00 | 0,41 | 4,55 | 0,65 |
| ДМФА | 3,13 | 0,71 | 0,00 | 0,80 |
| Четырёххлористый углерод | 0,00 | 0,33 | 0,00 | 1,62 |
| Масло ТКп | 0,00 | 0,39 | 0,00 | 0,85 |
| Масло каторовое | 2,00 | 0,94 | 0,00 | 0,51 |
| Стирол | 0,00 | 0,77 | 0,00 | 1,71 |
| Толуол | 3,57 | 0,68 | 3,45 | 1,22 |
| Гексаметилендиизоцианат (102Г) | 0,00 | 0,63 | 1,19 | 0,62 |
| Толуиленидиизоцианат (102Т) | 5,88 | 1,13 | 3,23 | 1,14 |

В исходном состоянии образцы марки PA11-GF3450 проявляют стойкость к следующим химическим реагентам: спирт этиловый, нефрас, ацетон, четырёххлористый углерод, масло ТКп, стирол и 102Г.

Отмечена стойкость образцов пластмасс PA12-S-1550 в исходном состоянии в следующих средах: нефрас, ДМФА, четырёххлористый углерод, масло ТКп, масло касторовое и стирол.

После испытаний, имитирующих длительное хранение материалов, во всех растворителях наблюдается относительная стойкость как образцов

пластмассы PA11-GF3450, так и образцов PA12-S-1550. Увеличение по массе составило ~1–3%.

Исследование газовыделений методом масс-спектрометрии

Определение газовыделений методом масс-спектрометрии проводили на брусках массой 5,7540 г и 5,6510 г материалов PA11-GF3450 и PA12-S-1550 соответственно с предварительным термостатированием образцов в герметизированном контейнере при рабочих температурах от плюс 60°C до плюс 150°C в течение 5 часов. В ходе определения химического состава газовыделений не наблюдалось.

Выводы

В результате проведённого исследования было установлено, что аддитивные пластмассы марок PA11-GF3450 и PA12-S-1550 характеризуются:

- низкой плотностью образцов $\sim 1 \text{ г/см}^3$;
- низким водопоглощением $< 1\%$;
- высокой стойкостью к различным органическим средам (нефрас, стирол и др.);
- отсутствием газовыделений в области рабочих температур;
- проявляют свойства диэлектриков;
- обладают физико-механические характеристиками, соответствующими литьевым полиамидам как стеклонаполненным, там и без наполнителя.

Установлено, что материалы марок PA11-GF3450 и PA12-S-1550 произведены на основе полиамида 11 и полиамида 12. Зафиксированы следующие отличия между материалами:

- высокий показатель относительного удлинения для пластмассы марки PA12-S-1550 и низкий – для марки PA11-GF3450;

– содержание ~4,5% (масс.) полых силикатных микросфер в составе полиамида марки PA12-S-1550, в составе марки PA11-GF3450 – менее 1,0% (масс.) минерального остатка.

Также можно предположить отсутствие технологической усадки материалов марок PA11-GF3450 и PA12-S-1550 ввиду послойного спекания исходного полимерного порошка в процессе производства аддитивных материалов.

Заключение

В результате проведённых исследований свойств аддитивных пластмасс установлено их отличие от аналогичных полимерных материалов, которых были получены традиционными методами литья и прессования. Показана возможность создания ряда новых полимерных материалов с уникальным комплексом свойств методом СЛС, который в разы снижает затраты времени на производство.

Литература

1. В.К. Крыжановский. Технические свойства полимерных материалов. Санкт-Петербург. Изд. «Профессия». 2005 г. 248 с.
2. Polymer Data Handbook edited by James E. Mark, Oxford University Press, Inc., 1999, p.1012.
3. Wunderlich B. Thermal Analysis of Polymeric Materials. Berlin: Springer, 2005, 907 с.
4. Polymers. A property database (Second Edition) edited by Bryan Ellis Ray Smith. Boca Raton, CRC Press, 2009, p.1210.
5. Л.С. Калинина. Качественный анализ полимеров. Москва, «Химия», 1975 г., 248 с.
6. Beaman J.J., Barlow J.W., Bourell D.L., Crawford R. Solid Freeform Fabrication. A new Direction in Manufacturing. With Reseach and Applications in

Thermal Laser Processing. – Kluwer Academic Pub. 1997. ISBN: 0792398343.
787 p.

7. Jurrens K.K. Standards for the rapid prototyping industry. // Rapid Prototyping Journal, Vol.5. Issue 4. 1999. P. 169-178.

8. Шишковский И.В. Селективное лазерное спекание и синтез функциональных структур. Диссертация на соискание ученой степени д.ф-м.н. Самара. 2005 г.

УДК 678.073

Исследование возможности изготовления образцов нанокompозитов на основе сополимеров полиолефинов для FDM печати, полученных методом «in situ» полимеризации с аппретированием нановолокон Nafen (Al₂O₃)

Кондрашов С.В.¹; Пыхтин А.А.¹; Ларионов С.А.¹; Петрова Г.Н.¹; Лонский С.Л.¹; Сапего Ю.А.¹; Бравая Н.М.²; Жарков И.В.²; Саратовских С.Л.²; Панин А.Н.²

nanocntpolimer@gmail.com

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)

²Федеральное государственное учреждение науки «Институт проблем химической физики РАН».

Аннотация:

В докладе рассмотрены результаты научно-исследовательской работы, проведенной во ФГУП «ВИАМ», в области переработки полиолефинов методами литья под давлением и FDM-печати в рамках проекта РФФИ № 18-29-03253. Исследованы зависимости усадок и степени кристалличности от технологических параметров литья под давлением. Проведен сравнительный анализ кристаллической структуры образцов полученных методами литья под давлением и FDM-печати. Исследованы термомеханические характеристики образцов (коэффициент линейного термического расширения (КЛТР)), полученных при разных технологических параметрах. Предложены пути возможного снижения внутренних напряжений вызывающих коробление и усадку образцов получаемых FDM-печатью.

Ключевые слова:

литье под давлением, степень кристалличности, усадки, FDM-печать, нанокompозит, Nafen.

Введение

Аддитивные технологии позволяют быстро получить опытные образцы трехмерных конструкций, изготовление которых с применением традиционных технологий требует больших материальных и трудовых затрат, и проанализировать их свойства до начала массового производства. Наиболее широко используемыми в 3D печати термопласты (ТП) являются акрилонитрилбутадиенстирольные (ABS) пластики и полилактид (PLA). Полукристаллические ТП, такие как полиамид (нейлон), полипропилен (ПП), полиэтилен (ПЭ) не получили широкого распространения в 3D-печати, поскольку имеют большие значения усадки (от 1.5 до 5.0%). В результате высокой термической усадки и внутренних напряжений, а также вследствие низкой адгезии термопласта к основанию стола 3D-принтера, во время печати происходит деформация изделия и отслаивание детали, что увеличивает количество брака и, как следствие, повышает расход материала в пересчете на одно изделие. С другой стороны, использование полиолефинов для 3D-печати, актуально, поскольку на их основе могут быть получены материалы и изделия с широким спектром применения.

В литературе встречаются описания процессов FDM-печати изделий из полипропилена (ПП), однако данные работы крайне немногочисленны. Авторами [1] отмечена высокая чувствительность характеристик изделия к параметрам технологического процесса. Снижение механических свойств относительно образцов, полученных литьем под давлением, составляет ~ 20-30% для оптимальных режимов печати. В работе [2] систематически исследуется влияние технологических параметров на межслоевую адгезию и механические свойства изделий. Одним из самых широко распространенных методов, описанных в современной литературе [3, 4], для решения проблемы усадки и снижения внутренних напряжений является использование изотропных и волокнистых наполнителей [5], например стеклянных микросфер [6] или измельченного перлита [7].

Повышение физико-механических характеристик полимерной матрицы за счет введения нанонаполнителей является одной из важных задач при создании нанокомпозитов. Использование наномодификаторов в виде диспергированных наноразмерных частиц в полимерной матрице может привести к улучшению свойств материала по сравнению с ненаполненным полимером даже при малых степенях наполнения. В работе [8] описана модификация полипропилена углеродными нанотрубками, которая позволила снизить усадочные деформации изделий при литье под давлением. В лакокрасочной промышленности для повышения твердости, абразивной стойкости, устойчивости к царапанию и т.д. используют наночастицы оксидов металлов (ZnO , TiO_2 , Al_2O_3) [9-15]. Полипропилен зачастую наполняют дискретными стекловолокнами [16] или микронизированными наполнителями, такими как в частности, волластонит [17], а также дискретным углеволокном и/или УНТ для придания электропроводящих (антистатических) свойств. Особый интерес представляют волокна (как непрерывные так и дискретные) из оксида алюминия, получаемые по жидкометаллической технологии (например нановолокна марки Nafen производства ANF Technology) [18], которые обладают рядом уникальных свойств. Возможность его использования для модификации полиолефинов с повышением физико-механических характеристик (без приложения к 3D-печати) описана в работе [19].

Совмещение полиолефиновой матрицы с хорошо диспергированной фракцией различных нанонаполнителей при содержании 0.5-5 вес. % ведет к значительному улучшению характеристик полиолефиновых нанокомпозитов, таких как физико-механические, реологические, диэлектрические, теплофизические, уменьшению газопроницаемости, понижению горючести и т.д. [22]. Существует два основных подхода для создания полиолефиновых нанокомпозитов. Первый, наиболее распространенный – смешение в расплаве наполнителя с модифицированным полиолефином [23], а второй

подход – каталитическая полимеризация олефинов *in situ* Циглеровскими или металлоценовыми катализаторами, закрепленными на функционализированной поверхности носителя. Исследование зависимости между типом функционализации нановолокна и свойствами нанокомпозита позволит осуществлять направленный синтез новых материалов с улучшенными характеристиками. Однако первый подход энергоемок и проводится при повышенных температурах, способных вызвать деструкцию полиолефина. Поэтому второй подход представляется более перспективным при создании нанокомпозитов на основе полиолефиновой матрицы, оптимизированной для FDM печати.

Данная работа направлена на решение данных проблем путем создание нанокомпозитов на основе полиолефинов и модифицированного наноразмерного волокна Al_2O_3 (Nafen).

Материалы и методы

Для исследований влияния технологических параметров на свойства полимерной матрицы был выбран полиэтилен марки ПВД 15183-020 (ОАО «Уфаоргсинтез») плотность (ρ) – 0,917-0,921 г/см³, ПТР – 1,5-2,5 г/10 мин, предел текучести при растяжении ($\sigma_{тек}$) – 9,3 МПа, прочность при разрыве ($\sigma_{раз}$) – 11,3 МПа, относительное удлинение (ϵ) – 600%. В качестве нанонаполнителя для синтеза сополимера этилена и пропилена были использованы наноразмерные волокна из оксида алюминия марки Nafen (ANF Technology) насыпная плотность ($\rho_{нас}$) – 0,1–0,4 г/см³, длина волокна (L_f) – 1–150 мкм, диаметр волокна (d_f) – 7-10 нм, удельная поверхность ($S_{уд}$) – 100–150 м²/г. Функционализацию нановолокон из оксида алюминия марки Nafen и синтез сополимера этилена с пропиленом *in situ* на их поверхности подробно описан в источнике [24]

Образцы для исследования получали методами литья под давлением на литьевой машине ARBURG ALLROUNDER 320C500-170 и FDM печати с помощью 3D-принтера Magnum Creative 2 PRO. Методом экструзии на линии

Rheoskam (в состав линии входят: экструдер, намоточное устройство с измерительным модулем Zumbach ODAC 16 XY) были изготовлены полимерные нити диаметром 1,75 мм из полиэтилена марки ПВД 15183-020. Исследование степени кристалличности образцов из полиэтилена марки ПВД 15183-020 проводили с помощью методики рентгено-структурного анализа. Регистрация дифрактограмм выполнена с применением дифрактометра Empyrean, в монокроматическом $\text{Cu K}\alpha$ -излучении ($\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$), в диапазоне $15\text{--}100^\circ/2\theta$, с шагом $\Delta 2\theta = 0.016^\circ$ и выдержкой 50с. Расшифровка дифрактограмм проведена с применением специализированной программы HighScore и базы данных PDF-2. Количественное содержание фаз и периоды решетки определены с применением полнопрофильного метода Ритвельда.

Усадку образцов определяли в соответствии с ГОСТ 18616-80. В соответствии с ГОСТ Р 56754-2015 измерение удельной теплоемкости материала проводили методом дифференциальной сканирующей калориметрии на дифференциальном сканирующем калориметре модификации DSC 204 F1 фирмы NETZCH в диапазоне температур от -60 до $120 \text{ }^\circ\text{C}$ при нагреве со скоростью 5 K/мин в среде аргона (расход газа 50 мл/мин). Измерение относительного удлинения и среднего коэффициента линейного термического расширения (КЛТР) проводились на термомеханическом анализаторе TMA 202C фирмы NETZCH в соответствии с ГОСТ 32618.2-2014. Исследование микроструктуры нановолокон из оксида алюминия марки Nafen и нанокомпозитов на основе полиолефинов и модифицированного наноразмерного волокна Al_2O_3 (Nafen) проводились на сканирующем электронном микроскопе TESCAN VEGA 3 XMU в режиме вторичных электронов по МИ 1.2.042-2011 при увеличениях от $\times 50$ до $\times 100.000$ и на просвечивающем электронном микроскопе TEM Jeol JEM-101101 при ускоряющем напряжении 100 кВ .

Результаты и обсуждение

На рис. 1 представлены фотографии прямоугольных образцов размером $80 \times 10 \times 4$ мм из полиэтилена марки ПВД 15183-020, которые были изготовлены способами литья под давлением и FDM печати. Как видно из представленных фотографий образец, полученный методом FDM печати, покоробился и потерял свою форму, в отличие от образца, полученного литьем под давлением.



Рис. 1 – Внешний вид прямоугольных образцов полиэтилена, полученных способами FDM печати (1) и литья под давлением (2)

Так как технологические режимы получения образцов существенно отличаются (скорость охлаждения, наличие внешнего давления), то возможно предположить, что одной из причин коробления являются усадочные напряжения, связанные с изменением надмолекулярной структуры образцов, полученных этими способами. Другой возможной причиной является наличие сжимающих термоупругих напряжений, связанных с неравномерностью охлаждения слоя в процессе печати.

В таблице 1 приведены значения линейной усадки образцов полученных способом литья под давлением через 1 сутки и через 7 суток (в соответствии с ГОСТ 18616-80). Образцы были изготовлены при разных технологических режимах: времени выдержки под давлением (2 сек, 20 сек и 60сек) и давлении (800 бар, 1200 бар и 1800 бар).

Таблица 1

Значения линейной усадки, образцов полученных способом литья под давлением при различных технологических режимах

| Время выдержки | 2 сек | | 20 сек | | 60 сек | |
|----------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| | 1 сутки | 7 суток | 1 сутки | 7 суток | 1 сутки | 7 суток |
| 800 бар | 3,54 | 3,58 | 2,18 | 2,29 | 1,92 | 1,93 |
| 1200 бар | 3,81 | 4,13 | 1,94 | 1,99 | 1,76 | 1,91 |
| 1600 бар | 4,00 | 4,10 | 1,96 | 2,00 | 2,00 | 2,11 |

Как видно из представленных результатов значения линейной усадки определяются технологическими параметрами процесса изготовления. Увеличение времени выдержки под давлением от 2 до 20 с. приводит к существенному (~ в 2 раза) уменьшению усадки, однако при больших временах (более 20 с) величина усадки практически не меняется. При малых и больших выдержках образца в форме увеличение давления приводит к увеличению усадки, а для выдержки в 20 с. к ее уменьшению.

Естественно связать наблюдаемые явления с различием в структуре образцов, которая формируется в ходе технологического процесса.

На рис.2 представлены данные РСА исследований трех образцов ПЭ полученных литьевым способом при различных давлениях (выдержка 20 с).

Рентгеновская съемка выполнялась непосредственно после изготовления образцов и через семь дней.

Определение рентгеновской степени кристалличности в выбранном диапазоне углов 2θ проводили путем деления интегральной интенсивности рентгеновского спектра на интенсивность пропорциональную содержанию упорядоченных молекул полимера и интенсивность аморфного гало.

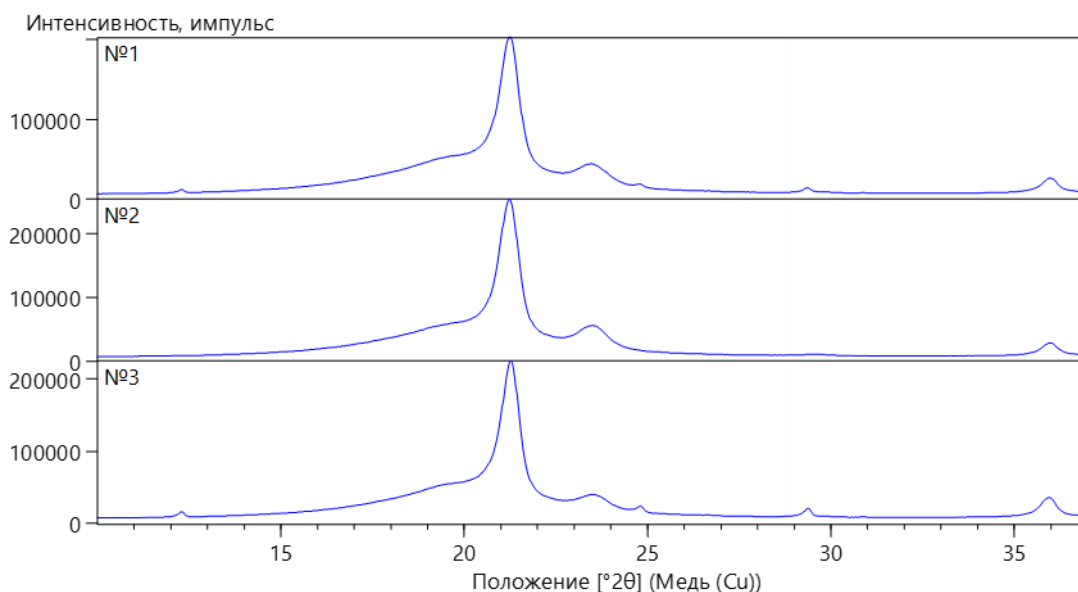


Рис. 2 – Результаты рентгеноструктурного анализа для литьевых образцов ПЭ, полученных при давлении (1)-800 бар, (2)-1200 бар, (3)-1600 бар

Размеры упорядоченных областей определены с учетом напряженного состояния полимерного образца с применением построения Вильямсона-Холла, основанного на соотношении:

$$\beta \cdot \cos\theta = \frac{\lambda \cdot K}{D} + 4 \cdot \varepsilon \cdot \sin\theta$$

где β – физическое уширение дифракционного максимума, D – размер области когерентного рассеяния (ОКР), K – фактор формы (обычно равен 0.9), ε – величина микроискажений кристаллической решётки

Во всех исследованных образцах полиэтилена наблюдаются рентгеновские линии (110), (200), (210) и (120) характерные для кристаллитов орторомбического полиэтилена. При этом в образцах №1 и 3 на дифрактограммах также присутствуют дополнительные рентгеновские линии – рисунок 2. Из приведенных данных видно, что упорядоченные области орторомбического полиэтилена несколько вытянуты и имеют максимальный размер ~ 25 нм, а минимальный ~ 12 нм. Размер ОКР рассчитанный по дополнительным рентгеновским линиям $\sim 100\div 150$ нм. Рентгеновская степень кристалличности (A) в образцах 1 и 3 составила 37,6 и 38,3% для

давления 800 и 1600 бар, что несколько ниже, чем в образце 2 (44,2%) (расчет проводился без учета дополнительных линий). При повторе измерений через неделю существенных изменений не выявлено.

Данные РСА анализа подтверждаются термомеханическими исследованиями температурной зависимости КЛТР для литьевых образцов (рис. 3). Как следует из приведенных результатов образец, полученный при давлении 1200 бар, имеет наименьшее значение КЛТР во всем температурном интервале.

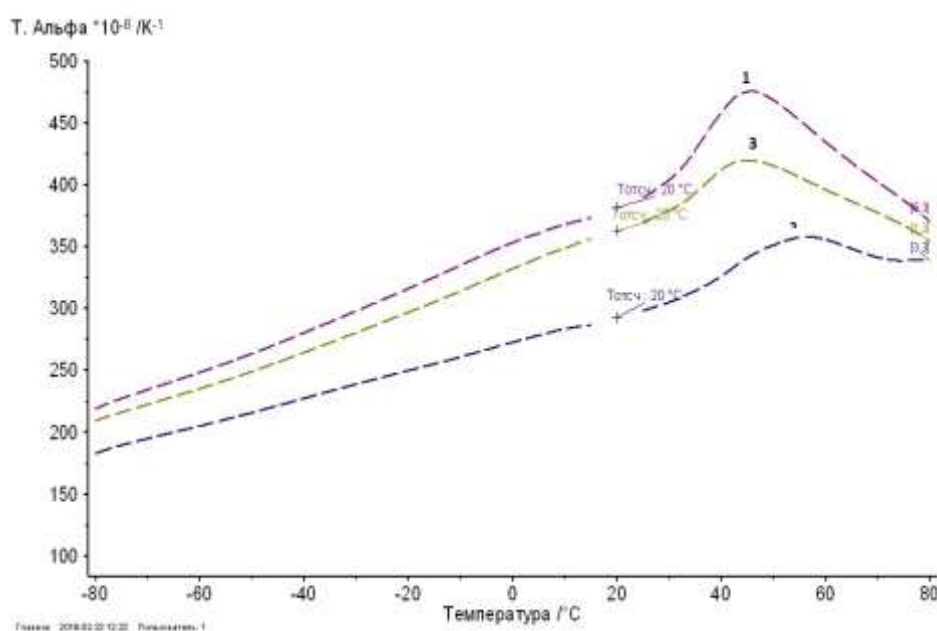


Рис. 3 – Температурная зависимость КЛТР для литьевых образцов полученных при различных давлениях (1)-800 бар, (2)-1200 бар, (3)-1600 бар

Сравнительное исследование образца ПЭ полученного способом FDM печати показывает что:

- величина усадки образца составляет –2,1%;
- в образце наблюдаются лишь рентгеновские линии (110), (200), (210) и (120) характерные для кристаллитов орторомбического полиэтилена. Упорядоченные орторомбические области полиэтилена вытянуты и имеют минимальный ~12 нм, а максимальный размер ~25 нм. Степень кристалличности равна 45,5%;

– величина КЛТР при 20°C составляет $274,3 \times 10^{-6} \text{ 1/K}$, что меньше чем у литевого образца №2 ($292,6 \times 10^{-6} \text{ 1/K}$).

Таким образом, на основании данных об исследовании структуры методами РСА и ТМА можно сделать обоснованный вывод о том, что надмолекулярные структуры ПЭ, полученных способами FDM печати и литьем с выдержкой при давлении 1200 бар близки между собой. На рис.4 представлены температурные зависимости КЛТР для этих материалов. При этом образцы для ТМА исследования вырезались в двух перпендикулярных направлениях.

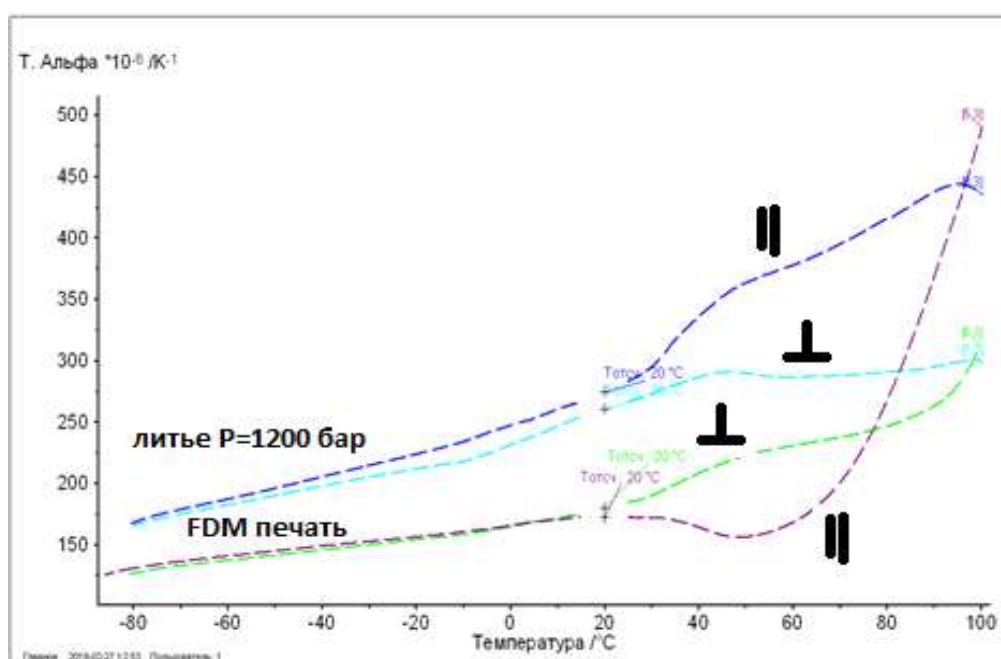


Рис. 4 – Температурные зависимости КЛТР для ПЭ, полученного способом литья и FDM печати для образцов различной ориентации

Как видно из приведенных результатов, характер поведения температурной зависимости КЛТР для образцов вырезанных перпендикулярно длинной стороны балки практически идентичен. Однако, поведение кривых характеризующих образцы, которые были вырезаны в продольном направлении, существенно отличается. Падение величины КЛТР при нагреве образца, полученного способом FDM печати, естественно

связать с наличием высоких сжимающих напряжений, которые отсутствуют для образца, полученного способом литья под давлением.

Существует ряд способов снижения термоупругих напряжений, возникающих в процессе FDM печати. Чаще других используют методы, основанные на выборе технологических параметров процесса печати (обогрев стола, выбор скорости движения печатающей головки и температуры расплава). Однако, при использовании данного подхода, по данным авторов работы [1, 2], при оптимальном технологическом режиме печати происходит существенное снижение физико-механических свойств образца.

Для снижения уровня сжимающих напряжений необходимо использовать материал, обеспечивающий интенсивное протекание релаксационных процессов (например, с малой степенью кристалличности). Однако снижение степени кристалличности приводит к уменьшению величины модуля упругости и падению прочностных свойств. Один из возможных вариантов решения заключается в использовании высококомодульных волокон ковалентно функционализированных для обеспечения совместимости исходно гидрофильного нанонаполнителя с гидрофобной полимерной матрицей и обеспечения эффективного взаимодействия на границе раздела фаз «наполнитель - матрица». В этом случае изменения физико-механических свойств материала определяются суперпозицией армирующего действия нановолокон и изменением структуры полимерной матрицы, инициированной этими волокнами.

Перспективность такого подхода продемонстрировали авторы [25], которые использовали индивидуализированные функционализированные углеродные нанотрубки для модификации полиамида (ПА). В результате модуль и относительное удлинение одновременно возросли на 25 и 37% соответственно, а прочность нанокомпозита увеличилась на 30%.

В настоящей работе в качестве нанонаполнителя использовали высокомодульное волокно оксида алюминия «Nafen». Для модификации поверхности волокна использовали триалкоксисиланы, содержащие алкенильные (винил, октенил) и алкильную (октил) группировки. Модифицирование проводили последовательным гидролизом силанов и конденсацией с «Nafen», содержащим поверхностные ОН-группы. Сополимеризацию этилена и пропилена проводили на катализаторе *rac*-Et(2-MeInd)₂ZrMe₂ с сокатализатором изобутилалюмоксаном, получаемым гидролизом триизобутилалюминия водой при мольном отношении Al/H₂O = 2, в присутствии толуольных нанодисперсий модифицированных Nafen. Синтез нанокомпозита подробно описан в работе [24]. Полученные продукты анализировали методами ДСК, ДМА, просвечивающей электронной спектроскопии, а также определяли физико-механические свойства.

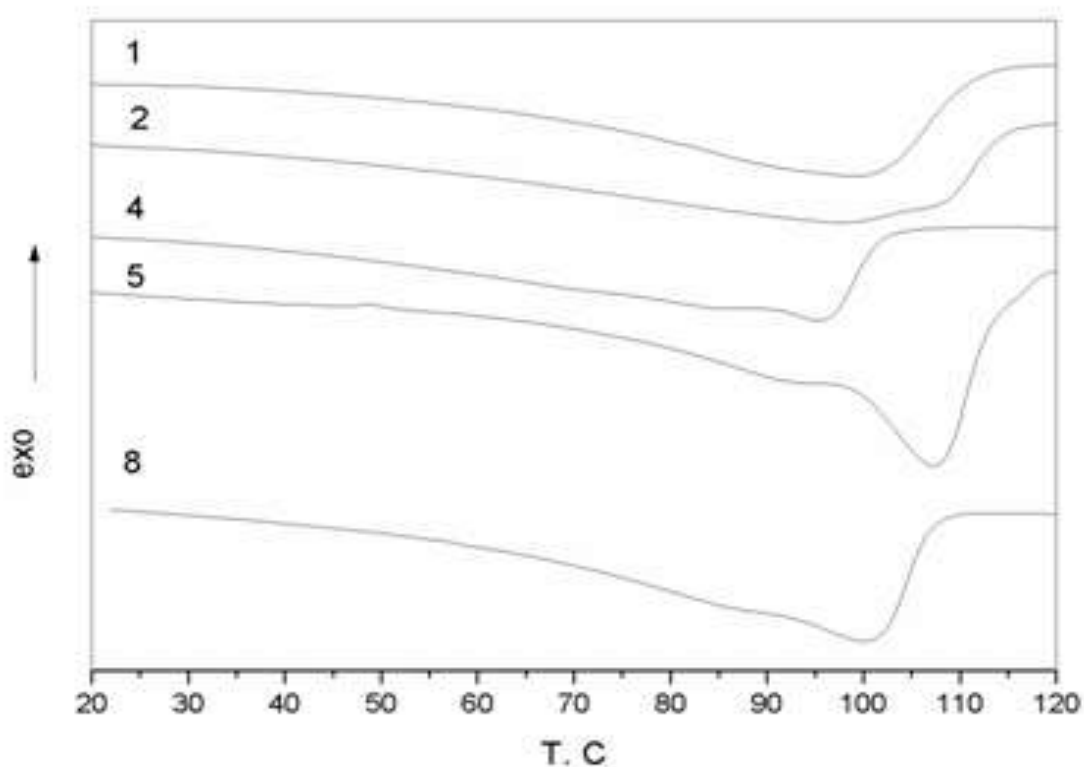


Рис 5 – ДСК кривые повторного прогрева образцов нанокомпозита

Ниже (таблица 2) приведены составы (тип модификатора волокна, мольная доля пропилена в сополимере $W_{\text{пп}}$, весовое содержание волокна $W_{\text{в}}$) исследованных нанокомпозитов, а также их свойства (температура стеклования γ -релаксации сегментов полимерной цепи в аморфной области нанокомпозитов, которая была определена по максимуму модуля потерь E'' (T_g), величина предела прочности σ и относительного удлинения ε при растяжении).

На рис. 5 приведены ДСК кривые повторного прогрева образцов нанокомпозита после рекристаллизации.

Кривые ДСК нанокомпозитов, полученные во втором прогреве образцов, представлены широкими, размытыми, не унимодальными пиками. Как показали предварительные результаты по ступенчатой температурной кристаллизации, на кривых ДСК появляется много узких пиков с различными температурами плавления, что возможно связано с различной дисперсностью ламелей по размерам.

Методом ДМА проведено сравнение механического поведения образцов сополимеров этилена с пропиленом на поверхности нановолокна из оксида алюминия Nafen, модифицированным различными силанами.

Зависимости динамического модуля упругости (E') и модуля потерь (E'') от температуры для образцов нанокомпозитов с Нафеном, модифицированным VS и OenS приведены в низкотемпературной области, соответствующей γ -релаксации сегментов полимерной цепи в аморфной области нанокомпозитов (Рис. 6).

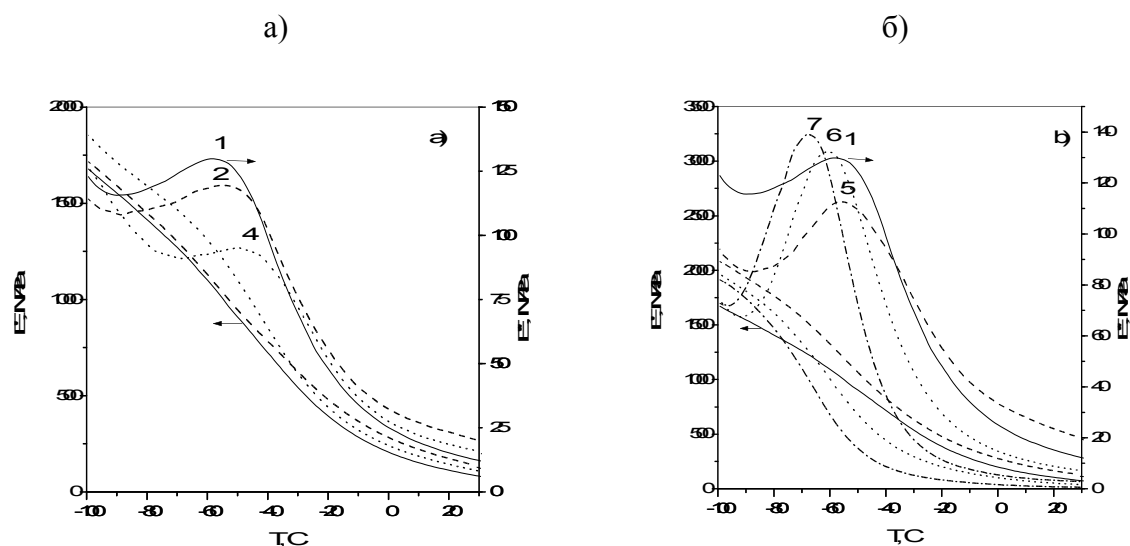


Рис. 6 – Температурные зависимости (1 Гц) E' (левая ось ординат) и E'' (правая ось ординат) для нанокompозитов сополимеров этилена с пропиленом на поверхности нановолокна из оксида алюминия Nafen, модифицированным гидролизированным VS (a), OenS (b). Нумерация кривых совпадает с нумерацией образцов, указанных в таблице

Как видно из данных представленных на рис. 6 и таблице 2 предложенный подход позволяет в широком диапазоне регулировать подвижность сегментов полимерной цепи в аморфной области нанокompозитов путем изменения типа силанизирующего агента и концентрации нанонаполнителя.

Таблица 2

Влияние состава нанокompозита «Nafen»/сополимер этилена и пропилена на его термо- и физико-механические свойства

| № | Тип силана | $W_{\text{пп}}$, моль % | $W_{\text{в}}$, вес % | T_g , °C | σ , МПа | ε , % |
|---|-------------|--------------------------|------------------------|------------|----------------|-------------------|
| 1 | - | 14 | - | -60 | 5.5 | 700 |
| 2 | VS | 12 | 0.01 | -55 | - | - |
| 3 | VS | 12 | 0.13 | -50 | 8.0 | 870 |
| 4 | VS | 12 | 3.00 | -50 | 7.4 | 800 |
| 5 | OenS | 13 | 0.1 | -56 | 4.6 | 750 |
| 6 | OenS | 16 | 1.5 | -61 | - | - |
| 7 | OenS | 20 | 2.5 | -68 | - | - |
| 8 | OS | 12 | 0.63 | -52 | 13.6 | 1020 |

Обозначения: **VS** Нафен, модифицированный гидролизированным триметоксivinил силаном;

OenS Нафен, модифицированный гидролизированным триметоксиоктенил силаном;

OS Нафен, модифицированный гидролизированным триэтоксиоктил силаном (гидролиз проводили в присутствии аммиака).

На рис. 7 приведены диаграммы напряжение – растяжение ряда исследованных нанокомпозитов. Из приведенных результатов (рис. 7) видно, что образцы нанокомпозитов с нановолокнами Nafen, модифицированным vs (3,4) и os, гидролизованном в присутствии NH_3 (8), имеют значения прочности на разрыв и удлинения при разрыве, значительно превосходящие эти значения для ненаполненного сополимера.

Возможной причиной наблюдаемого эффекта упрочнения является совместное действие изменения степени кристалличности и армирующего действие волокна.

Для сополимеров с Нафеном, модифицированным vs, наблюдается увеличение значений прочности на разрыв от 5.5 (кривая 1) до 8.0 (кривая 3) и 7.4 МПа (кривая 4) и удлинения до разрыва от 750 до 940 и 870 %, соответственно. Максимальные значения упрочнения и растяжения до разрыва показал образец 8 (кривая 8): 13.6 МПа и 1100 %. Для этих нанокомпозитов также наблюдается уменьшение диапазона вынужденно-эластической деформации от 570 % (кривая 1) до ~ 400 (кривые 3, 4) и ~ 300 % (кривая 8). Последующая деформация сопровождается упрочнением образцов вплоть до разрыва.

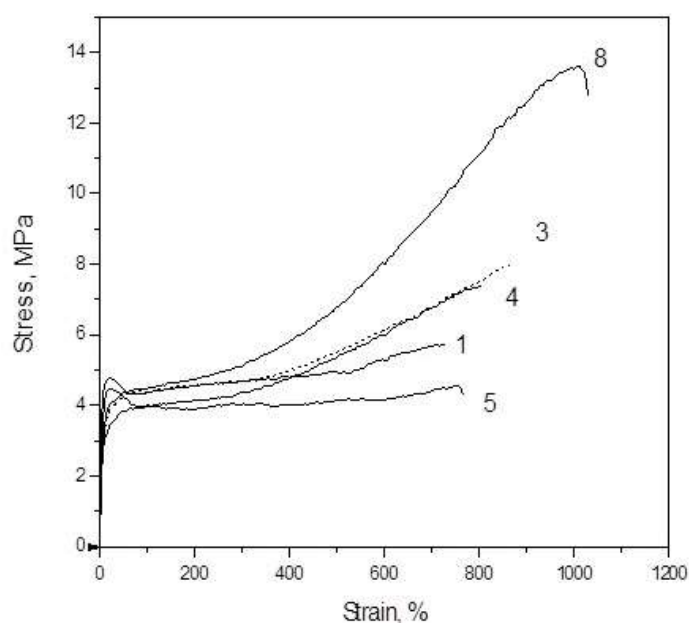


Рис. 7 – Диаграммы напряжение деформация для ряда исследованных нанокомпозитов.

Необходимо отметить, что по данным исследования срезов пленок нанокompозитов с использованием методов просвечивающей электронной микроскопии рис. 8 максимальный упрочняющий эффект достигается при высокой степени индивидуализации волокон.

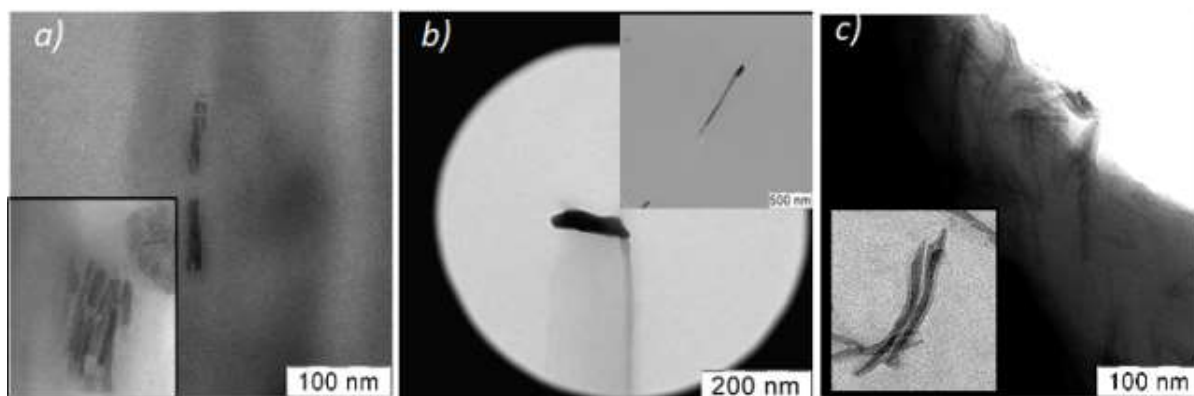


Рис. 8 – ПЭМ исследование пленок нанокompозита. (a) VS (W_b 3.0%), (b) OenS (W_b 2.5%), (c) OS (W_b 0.63%)

Таким образом, на основании приведенных данных можно сделать вывод о том, что предложенный способ позволяет приготовить линейку модифицирующих добавок со свойствами, которые могут регулироваться в широких пределах.

Работа выполнена при поддержке Российского Фонда Фундаментальных Исследований, грант № 18-29-03253.

Заключение

В данной работе было показано:

Увеличение времени выдержки под давлением от 2 до 20 с приводит к уменьшению усадки (~ в 2 раза). При дальнейшем повышении давления величина усадки практически не меняется.

Методом РСА было установлено, что упорядоченные области орторомбического полиэтилена имеют анизотропную структуру и размеры ~ от 12 нм до 25 нм.

Рентгеновская степень кристалличности (A) в образцах 1 (20 сек при 800 бар) и 3 (20 сек при 1600 бар) составила 37,6 и 38,3%, что несколько ниже, чем в образце 2 (20 сек 1200 бар) - 44,2%.

Сравнительное исследование образца ПЭ полученного способом FDM печати показывает, что величина усадки образца составляет - 2,1%. Следует отметить, что в образце наблюдаются лишь рентгеновские линии (110), (200), (210) и (120) характерные для кристаллитов орторомбического полиэтилена. Упорядоченные орторомбические области полиэтилена вытянуты и имеют размеры ~ от 12 до 25 нм. Степень кристалличности равна 45,5%; Величина КЛТР при 20°C составляет $274,3 \times 10^{-6}$ 1/К, что меньше чем у литьевого образца №2 ($292,6 \times 10^{-6}$ 1/К).

Таким образом, на основании данных об исследовании структуры методами РСА и ТМА можно сделать обоснованный вывод о том, что надмолекулярные структуры ПЭ, полученных способами FDM печати и литьем с выдержкой при давлении 1200 бар близки между собой.

Как видно из представленных результатов для снижения уровня сжимающих напряжений необходимо использовать материал, обеспечивающий интенсивное протекание релаксационных процессов (например, с малой степенью кристалличности). Однако снижение степени кристалличности приводит к уменьшению величины модуля упругости и падению прочностных свойств. Поэтому для решения данной проблемы было предложено использовать ковалентно функционализированные нановолокна из оксида алюминия Nafen.

Литература

1. O.S. Carneiro, A.F. Silva, R. Gomes “Fused deposition modeling with polypropylene” // Materials & Design 2015. 83. P. 768–776.

2. S. Hertle, M. Drexler, D. Drummer “Additive Manufacturing of Poly(propylene) by Means of Melt Extrusion” // *Macromol. Mater. Eng.* 2016. 301(12). P. 1482–1493.
3. M. Spoerk, C. Savandaiah, F. Arbeiter, J. Sapkota, C. Holzer “Optimization of Mechanical Properties of Glass-Spheres-Filled Polypropylene Composites for Extrusion-Based Additive Manufacturing” // *Polymer Composites* 2017. 83. P. 768.
4. A.F. Silva, O.S. Carneiro, R. Gomes “3D printing of polypropylene using the fused filament fabrication technique” // *AIP Conference Proceedings* 2017. 1896. P. 040014.
5. K.L. Pickering, D.B. Stoof “Sustainable Composite Fused Deposition Modelling Filament Using Post-Consumer Recycled Polypropylene” // *J. Compos. Sci.* 2017. 1. P. 17.
6. M. Spoerk, C. Savandaiah, F. Arbeiter, J. Sapkota, C. Holzer “Optimization of Mechanical Properties of Glass-Spheres-Filled Polypropylene Composites for Extrusion-Based Additive Manufacturing” // *Polymer Composites* 2017. 83. P. 768.
7. M. Spoerk, J. Sapkota, G. Weingrill, T. Fischinger, F. Arbeiter, C. Holzer “Shrinkage and Warpage Optimization of Expanded-Perlite-Filled Polypropylene Composites in Extrusion-Based Additive Manufacturing” // *Macromol. Mater. Eng.* 2017. 1700143.
8. K.H. Prashantha, J. Soulestin, M. F. Lacrampe, E. Lafranche, P. Krawczak, G. Dupin, M. Claes “Taguchi analysis of shrinkage and warpage of injection-moulded polypropylene/multiwall carbon nanotubes nanocomposites” // *eXPRESS Polymer Lett.* 2009. 3(10). P. 630–638.
9. Y-Q. Li, S-Y. Fu, Y-W. Mai “Preparation and characterization of transparent ZnO/epoxy nanocomposites with high-UV shielding efficiency” // *Polymer* 2006. 47 P. 2127–2132.

10. L. Zhang, Y. Jiang, Y. Ding, M. Povey, D. York, “Investigation into the antibacterial behaviour of suspensions of ZnO nanoparticles (ZnO nanofluids)” // *J. Nanopart. Res.* 2007. 9 P. 479.
11. R. Brayner, R. Ferrari-Iliou, N. Brivois, S. Djediat, M.F. Benedetti, F. Fievet “Toxicological impact studies based on Escherichia coli bacteria in ultrafine ZnO nanoparticles colloidal medium” // *Nano Lett.* 2006. 6. P. 866.
12. S. Kango, S. Kalia, A Celli, J. Njuguna, Y. Habibi, R. Kumara “Surface modification of inorganic nanoparticles for development of organic–inorganic nanocomposites—A review” // *Progr. Polymer Sci.* 2013. 38. P.1232–1261.
13. F. Yang, Yuchun Ou and Zhongzhen Yu, “Polyamide 6/silica nanocomposites prepared by in situ polymerization” // *J. Appl. Polymer Sci.* 1998. 69. P. 355–361.
14. Z. Zhang, J.L. Yang “Creep resistant polymeric nanocomposites” // *Polymer* 2004. 45. P.3481–3845.
15. C.B. Ng, L.S. Schadler, R.W. Siegel “Synthesis and mechanical properties of TiO₂-epoxy nanocomposites” // *Nanostructured Materials* 1999. 12. P. 507–510.
16. A.F. Silva, O.S. Carneiro, R. Gomes “3D printing of polypropylene using the fused filament fabrication technique” // *AIP Conference Proceedings* 2017. 1896. P. 040014.
17. J-Z. Liang, J-Q. Ruan, B. Li “Effects of the surface treatment of wollastonite on the tensile and flow properties for reinforced polypropylene composites” // *J. Polym. Eng.* 2014. 34(7). P. 649–655.
18. M. Kutuzov “Method And System For Alumina Nanofibers Synthesis From Molten Aluminum” // *Patent US* 2013 0192517.
19. N.M. Bravaya, A.N. Galiullin, S.L. Saratovskikh, A.N. Panin, E.E. Faingol’d, S.G. Vasil’ev, M.L. Bubnova, V.I. Volkov “Synthesis and properties of hybrid materials obtained by in situ copolymerization of ethylene and propylene in the presence of Al₂O₃ nanofibers (NafenTM) on catalytic system rac-Et(2-MeInd)₂ZrMe₂ / isobutylalumoxane” // *J. Appl. Polym. Sci.* 2016. 134. P. 44678.

20. M. Kato, A. Usuki, N. Hasegawa, H. Okamoto, M. Kawasumi “Development and applications of polyolefin– and rubber–clay nanocomposites // Polym. J. 2011. 43. P. 583–593.
21. D. Feldman “Polyolefin, olefin copolymers and polyolefin polyblend nanocomposites” // J. Macromol. Sci. A. 2016. 53. P. 651–658.
22. S. Abedi, M. Abdouss “A review of clay-supported Ziegler–Natta catalysts for production of polyolefin/clay nanocomposites through in situ polymerization” // Appl. Catal. A. 2014. 475. P. 386–409.
23. M.J. Yanjarappa, S. Sivaram “Recent developments in the synthesis of functional poly(olefin)s” // Prog. Polym. Sci. 2002. 27. P. 1347-1398.
24. N.M. Bravaya, A.N. Galiullin, S.L. Saratovskikh, A.N. Panin, E.E. Faingol'd, S.G. Vasil'ev, M.L. Bubnova, V.I. Volkov, Synthesis and properties of hybrid materials obtained by in situ copolymerization of ethylene and propylene in the presence of Al₂O₃ nanofibers (NafenTM) on catalytic system rac-Et(2-MeInd)₂ZrMe₂/isobutylalumoxane J.Appl. Polym. Sci.134 (2017) 44678. P.1–9.
25. Ferreira T., Paiva M.C., Pontes A.J. Dispersion of carbon nanotubes in polyamide 6 for microinjection molding //Journal of Polymer Research.2013. V. 20. №. 11. P. 301–307.

УДК: 543.423.1+669

**Спектрометрия лазерно-индуцированной плазмы для
многоэлементного анализа состава изделия в процессе его
выращивания методом коаксиальной лазерной наплавки**

Леднев В.Н.^{1,2}, к.ф.-м.н.; Сдвиженский П.А.^{1,2}; Третьяков Р.С.³, к.т.н.;
Асютин Р.Д.³; Гришин М.Я.^{1,4}; Першин С.М.¹, д.ф.-м.н.

lednev@kapella.gpi.ru, pausdw@gmail.com, tretyakov.roman@gmail.com,
asyutin.roman@gmail.com, mikhail.grishin@kapella.gpi.ru, pershin@kapella.gpi.ru

¹*Институт общей физики им. А.М. Прохорова, РАН, Москва*

²*Национальный исследовательский технологический университет МИСиС,
Москва*

³*Московский государственный технический университет им. Н.Э Баумана,
Москва*

⁴*Московский физико-технический институт (государственный
университет), г. Долгопрудный*

Аннотация:

Впервые в мировой практике продемонстрирована возможность количественного многоэлементного анализа в режиме реального времени в процессе технологического выращивания изделий методом аддитивных технологий. Для этого был разработан компактный зонд спектрометрии лазерно-индуцированной плазмы (СЛИП) для онлайн анализа содержания углерода, вольфрама и никеля в процессе получения композитных износостойких покрытий (никелевый сплав, упрочненный частицами карбида вольфрама) методом коаксиальной лазерной наплавки.

Ключевые слова:

количественный многоэлементный анализ, спектрометрия лазерно-индуцированной плазмы, онлайн анализ, аддитивные технологии, коаксиальная лазерная наплавка.

Введение

Продемонстрированы возможности онлайн многоэлементного анализа спектрометрии лазерно-индуцированной плазмы в процессе выращивания изделия методом коаксиальной лазерной наплавки на примере износостойких покрытий (никелевый сплав упроченный частицами карбида вольфрама).

Экспериментальная часть

Эксперименты проводили на установке коаксиальной лазерной плавки, состоящей из промышленного робота-манипулятора (IRB-2600, ABB), на котором установлена технологическая голова (YC-50, Precitec) для коаксиальной лазерной плавки. Точность позиционирования составляет 100 мкм. Излучение непрерывного волоконного лазера (1064 нм, 2 кВт, YLS-5, IPG Photonics) доставляли с помощью волоконного кабеля в технологическую голову и фокусировали на поверхность образца в пятно 2 мм в атмосфере аргона. Порошки никелевого сплава и карбида вольфрама засыпали в порошок питатель (PF-2/2, GTV), который создавал требуемый поток частиц в атмосфере аргона для их транспортировки по тефлоновым трубкам в технологическую голову. Валики износостойкого покрытия наносили при мощности лазера 1.2 кВт, потоке 1559-никелевого сплава и карбида вольфрама равных 80 и 12 г/мин соответственно, и скорости перемещения технологической головы равной 5 мм/сек. При необходимости изменяли поток карбида вольфрама в диапазоне от 8 до 28 г/мин. Отдельные валики наплавливали на металлические пластины (ст3), формируя серии валиков прямоугольной формы, для последующего изучения стандартными методами, которые требуют предварительной подготовки пробы (СЭМ, РФА, ЭДС).

Был разработан и установлен зонд СЛИП (Рисунок 1 и 2), на основе компактного импульсного Nd:АИГ лазера с диодной накачкой и кварцевой оптической системы для сбора излучения и доставки в спектрометр, оборудованный стробируемой камерой. Для зонда СЛИП выбрали соосную

схему (лазерный пучок проходит сквозь отверстие в алюминиевом зеркале, которое направляет излучение плазмы в кварцевый конденсор). Для возбуждения лазерной плазмы был использован компактный Nd:АИГ лазер (см. выше), и для повышения частоты работы лазера до 10 Гц (2 Гц при воздушном охлаждении) был дополнительно изготовлен теплообменник, который подключили в систему охлаждения технологической головы. Лазерный пучок фокусировали на поверхности мишени с помощью плоско-выгнутой линзы ($F=350$ мм), которая была установлена под углом 60 плоской гранью к мишени для предотвращения разрушения лазерного излучателя обратным рассеянным излучением (~ 5 мДж). Лазерный пучок проходил через отверстие в алюминиевом зеркале и сквозь центр усеченной вершины защитного конуса. Излучение плазмы собирали с помощью кварцевой линзы и проектировали на торец 7-ми жильного кварцевого волоконного кабеля (10 м), в котором на входе волокна были собраны в круг, а на выходном торце волокна были упорядочены в линию. Такой дизайн волоконного кабеля был выбран для снижения флуктуаций размеров плазмы или смещения мишени относительно оптической оси зонда (диаметр волокна 100 мкм, приемная площадка круга из 7 волокон - 450 мкм). Выходной торец волоконного кабеля юстировали вдоль входной щели спектрометра. Спектрометр Shamrock 303i (Andor) позволяет регистрировать спектры в широком спектральном диапазоне, а используемый стробируемым детектор на основе ПЗС матрицы с усилителем яркости отличается высокой чувствительностью, а также позволяет выбирать момент регистрации лазерной плазмы. Для удобства работы с помощью многофункциональной платы NI-6211 реализовали запуск всей системы СЛИП по входящему сигналу от установки коаксиальной лазерной плавки. Таким образом, эксперимент был полностью автоматизирован и запускался по команде оператора/запущенной программой работа, управляющим процессом наплавки. Зонд был закреплен на технологической голове и предусмотрена возможность юстировки его

положения для выбора зоны пробоотбора: впереди расплава, в ванне расплава, в застывшем валике. Для выбранной соосной схемы СЛИП зонда, было продемонстрировано, что регистрируемые СЛИП сигналы, а также температура лазерной плазмы, не зависят от геометрических размеров единичного валика, позволяет проводить количественные СЛИП измерения, вне зависимости от размеров валика, т.е. от выбранных условий нанесения валика (скорость подачи порошка, линейная скорость синтеза валика, др.).

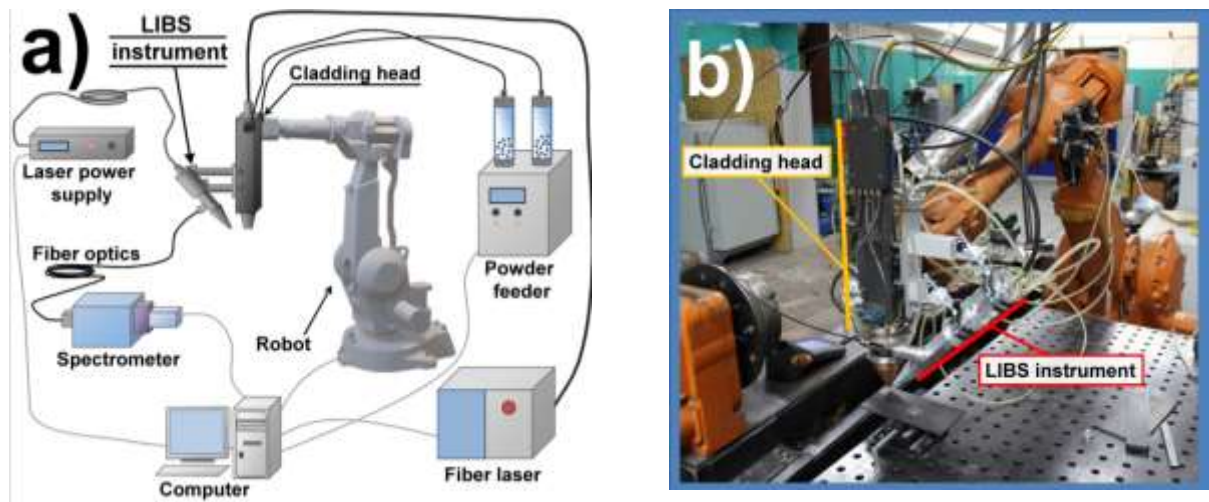


Рис. 1 – Схема (а) и фотография (b) экспериментальной установки по коаксиальной лазерной наплавки со СЛИП зондом для онлайн многоэлементного анализа вырабатываемых изделий

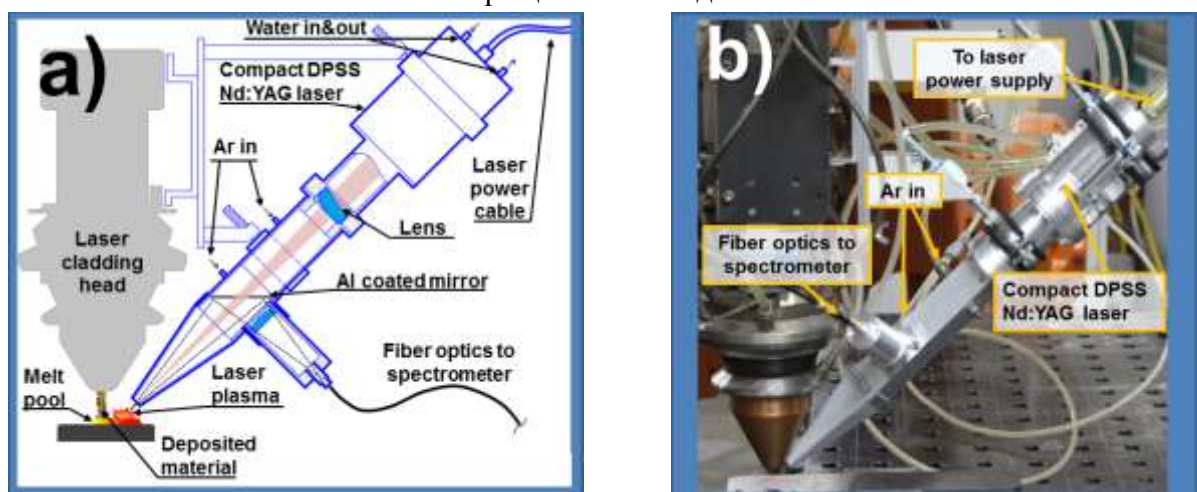


Рис. 2 – Схема (а) и фотография (b) зонда спектрометрии лазерно-индуцированной плазмы, установленного на технологическую голову установки коаксиальной лазерной наплавки

Результаты и обсуждение

Было проведено изучение эволюции спектров и свойств лазерной плазмы при абляции в области расплава и на поверхности застывшего валика. Обнаружено увеличение интенсивности линий в спектре плазмы при абляции расплава по сравнению с твердым материалом, а также увеличение температуры плазмы. Для изучения влияния области пробоотбора на интенсивность линий в спектре и температуру лазерной плазмы был поставлен эксперимент, в котором зонд СЛИП сняли с технологической головы и расположили отдельно так, чтобы наплавляемый валик прошел через точку пробоотбора зонда. Скорость перемещения технологической головы установили равной 2 мм/сек, а зонд СЛИП регистрировал спектры лазерной плазмы с частотой 10 Гц в непрерывном режиме до и во время прохода зоны расплава, а также в затвердевшем валике, при одновременной регистрации температурного поля с помощью созданного оптического пирометра. Детально изучено, как на переднем фронте расплава интенсивность линии $Ni\ I\ 361.93$ нм увеличивается в более чем пять раз, что обусловлено двукратным повышением температуры плазмы.

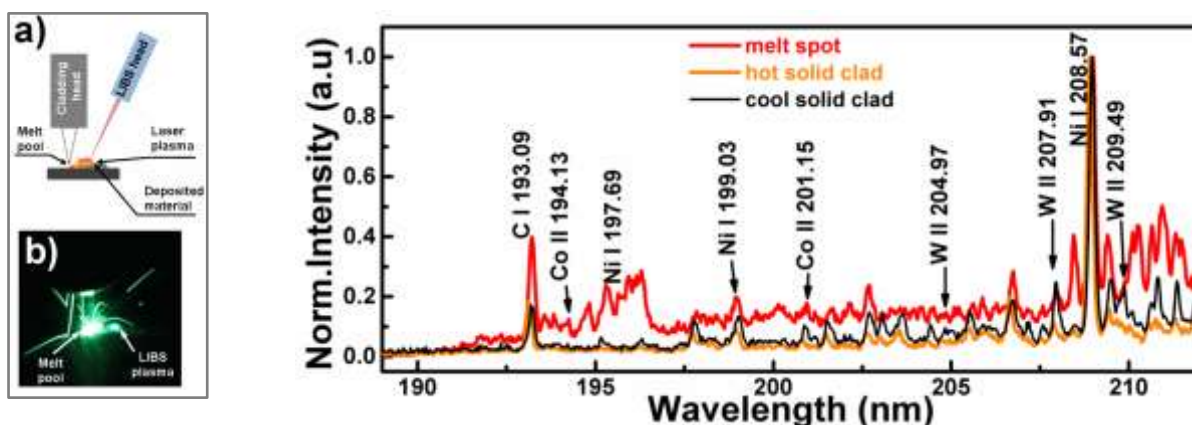


Рис. 3. (а) – Схема зондирования для изучения влияния различных зон расплава на сигналы СЛИП и температуру лазерной плазмы. (б) – Фотография процесса наплавки и лазерной плазмы, полученная с использованием цветных светофильтров (СЗС-5, НС-11). (с) - Спектры лазерной плазмы при различных областях пробоотбора

Распределение частиц карбида вольфрама в верхнем слое валика неоднородно, так доля частиц карбида вольфрама снижена в верхнем слое толщиной 40-50 $\mu\text{м}$ (Рисунок 4 а). Глубина лазерного пробоотбора не превышает 3 $\mu\text{м}$, что в случае абляции поверхности застывшего валика должно приводить к искажению результатов анализа. Подобная проблема будет иметь место и для других методов экспресс анализа, например, для рентгеновского флуоресцентного анализа, и потребуются предварительная подготовка поверхности образца (шлифовка) перед измерениями. Преимуществом СЛИП является возможность онлайн анализа элементного состава непосредственно ванны расплава, в которой эффективно перемешиваются материалы. Для проверки этого предположения были наплавлены валики, при этом лазерный пробоотбор проводили в ванне расплава, на поверхности охлажденного валика (офлайн измерения) и после шлифовки поверхности валика. При наплавке варьировали концентрации карбидов (Рисунок 4 б). Согласно результатам, представленным на Рисунке 4, наилучшие СЛИП измерения были получены для застывшего валика после шлифовки поверхности. В случае абляции ванны расплава воспроизводимость измерений снизилась, но результаты были правильными. При лазерном пробоотборе необработанной поверхности валика, результаты СЛИП измерений были неудовлетворительными. Поэтому для онлайн анализа карбида вольфрама в никелевой матрице необходимо проводить лазерный пробоотбор непосредственно в ванне расплава. В случае абляции поверхности расплава наносекундными лазерными импульсами может происходить разбрызгивание материала жидкого металла под действием расширяющейся лазерной плазмы. Для проверки возможного изменения свойства валика при абляции ванны расплава, наплавливали валик во время лазерного пробоотбора (частота следования импульсов 10 Гц), а затем выключали импульсный лазер. На Рисунке 5 представлены микрофотографии валика вблизи зоны выключения аблирующего наносекундного лазера: (а) –

оптическая микроскопия, валик вид сверху, (b) – сканирующая электронная фотография продольного шлифа по оси валика (место лазерного пробоотбора). Поскольку не удалось зарегистрировать отличий в профиле валика, то абляция не будет приводить к изменению свойств валика, а, следовательно, можно проводить онлайн анализ элементного состава с помощью спектрометрии лазерно-индуцированной плазмы.

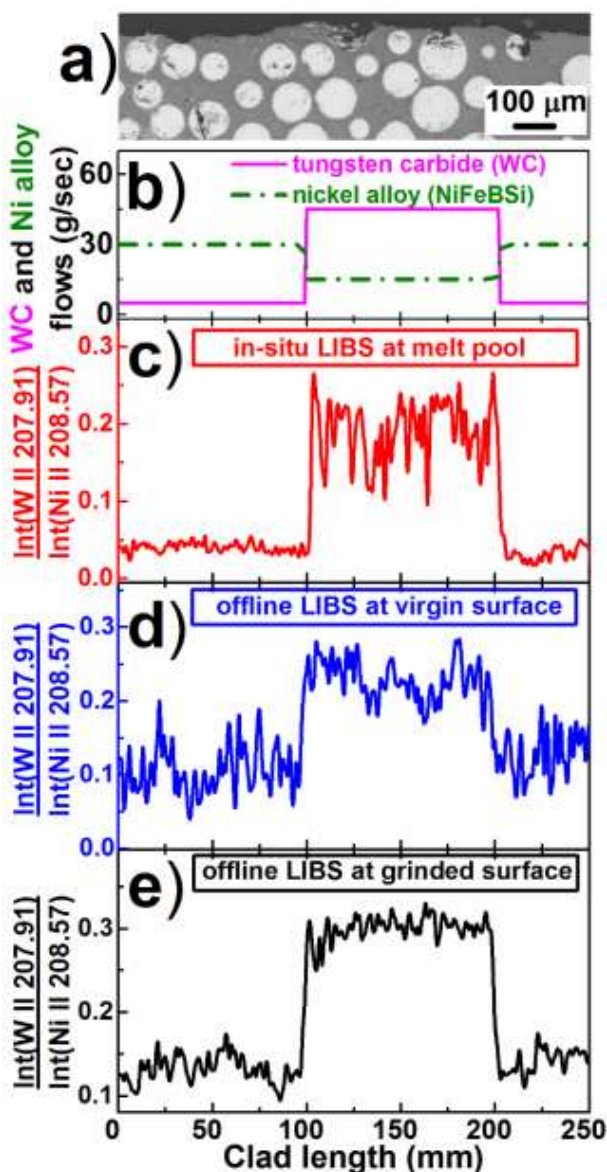


Рис. 4 – Влияние на СЛИП измерения неравномерности распределения карбида вольфрама в верхнем слое валика:

(a) – СЭМ изображение продольного шлифа валика; (b) – программа подачи порошков WC и NiFeBSi; (c) – СЛИП измерения в ванне расплава; (d) – СЛИП измерения застывшего валика; (e) – СЛИП измерения застывшего валика после его шлифовки на ~300 мкм

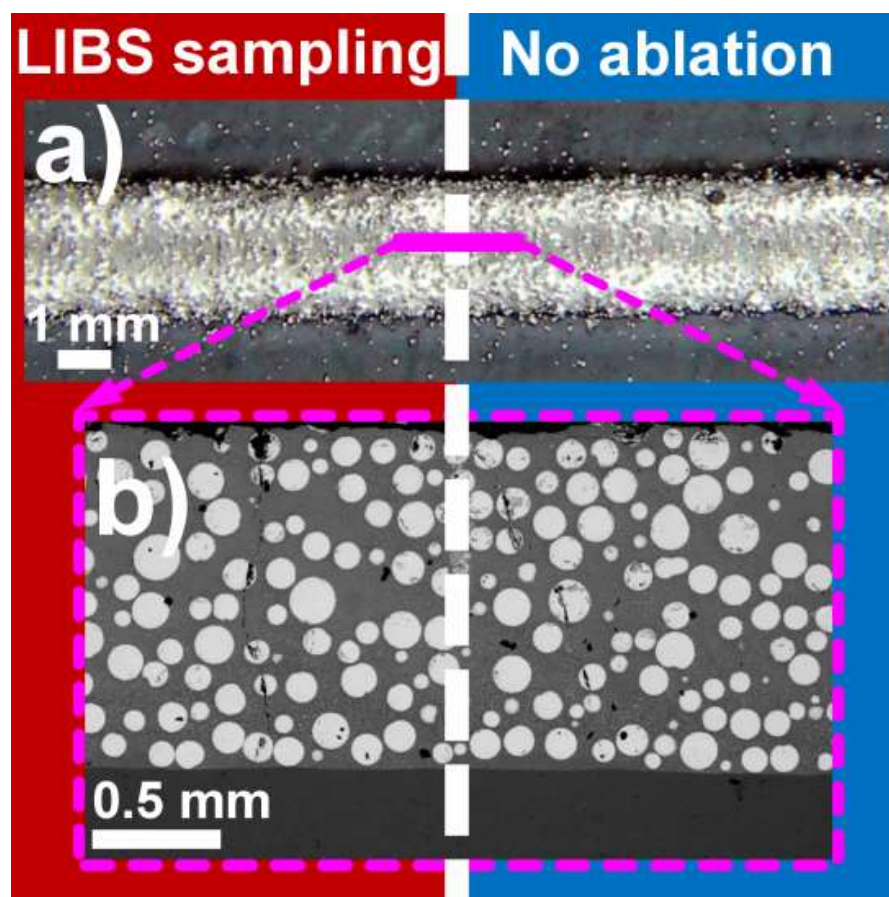


Рис. 5 – Микрофотография валика (вид сверху) (а) и СЭМ изображение шлифа, вырезанного вдоль направления нанесения (b), при лазерном пробоотборе в ванне расплава (левая часть) и без подобного воздействия (правая часть)

СЛИП зонд был откалиброван для количественных измерений. Для этого были наплавлены образцы, состоящие из нескольких параллельных валиков с перекрытием между собой. При синтезе образцов проводили СЛИП измерения в ванне расплава. Затем полученные образцы были отшлифованы (алмазный круг) и затем определено содержание вольфрама, никеля и железа методами энерго-дисперсионной спектроскопии и рентгенофлуоресцентного анализа. Анализ легких элементов является одним из преимуществ метода СЛИП, поэтому полученные образцы были также проанализированы на содержание углерода методом окислительного (в токе кислорода) плавления на газоанализаторе (фирма «LECO» CS-600). Градуировочные графики для вольфрама и углерода представлены на

Рисунке 6. Для повышения воспроизводимости измерений при построении градуировочных графиков использовали способ нормировки на основной элемент матрицы (Ni).

Для демонстрации возможностей СЛИП зонда провели онлайн анализ во время получения валика с варьируемой подачей потока частиц карбида вольфрама (Рисунок 7 а). Для улучшения воспроизводимости СЛИП измерений проводили суммирование по 10 лазерным импульсам, то есть анализировали состав ванны расплава с периодом в 1 секунду. После охлаждения до комнатной температуры образцы были вырезаны, и проанализированы переносным рентгено-флуоресцентным спектрометром (никель, вольфрам, железо) и методом окислительного плавления (углерод). Согласно Рисунку 7 было получено хорошее совпадение результатов онлайн СЛИП анализа и стандартных офлайн методов [1].

Мониторинг и детектирование проблем наплавки в реальном времени представляет большой интерес для повышения качества производства изделий по аддитивным технологиям. В процессе выполнения экспериментов по онлайн анализу, мы зарегистрировали антикорреляционные флуктуации интенсивностей линий железа и никеля в спектре плазмы, что связано с частичной абляцией подложки (сталь 3). Это было вызвано проблемой захвата материала порошков, вследствие снижения энергии и искажении профиля пучка непрерывного лазера на поверхности подложки, что в свою очередь обусловлено появлением дефектов на защитном стекле (защищает оптику от обратно рассеянных частиц и капель расплава) в технологической голове. Для демонстрации возможности онлайн мониторинга проблем с помощью СЛИП, мы синтезировали валик с поврежденным защитным стеклом, а затем еще раз наплавляли валик, но уже с новым защитным стеклом. Полученные результаты СЛИП измерений свидетельствуют о возможности детектирования подобной проблемы в режиме реального времени (Рисунок 8).

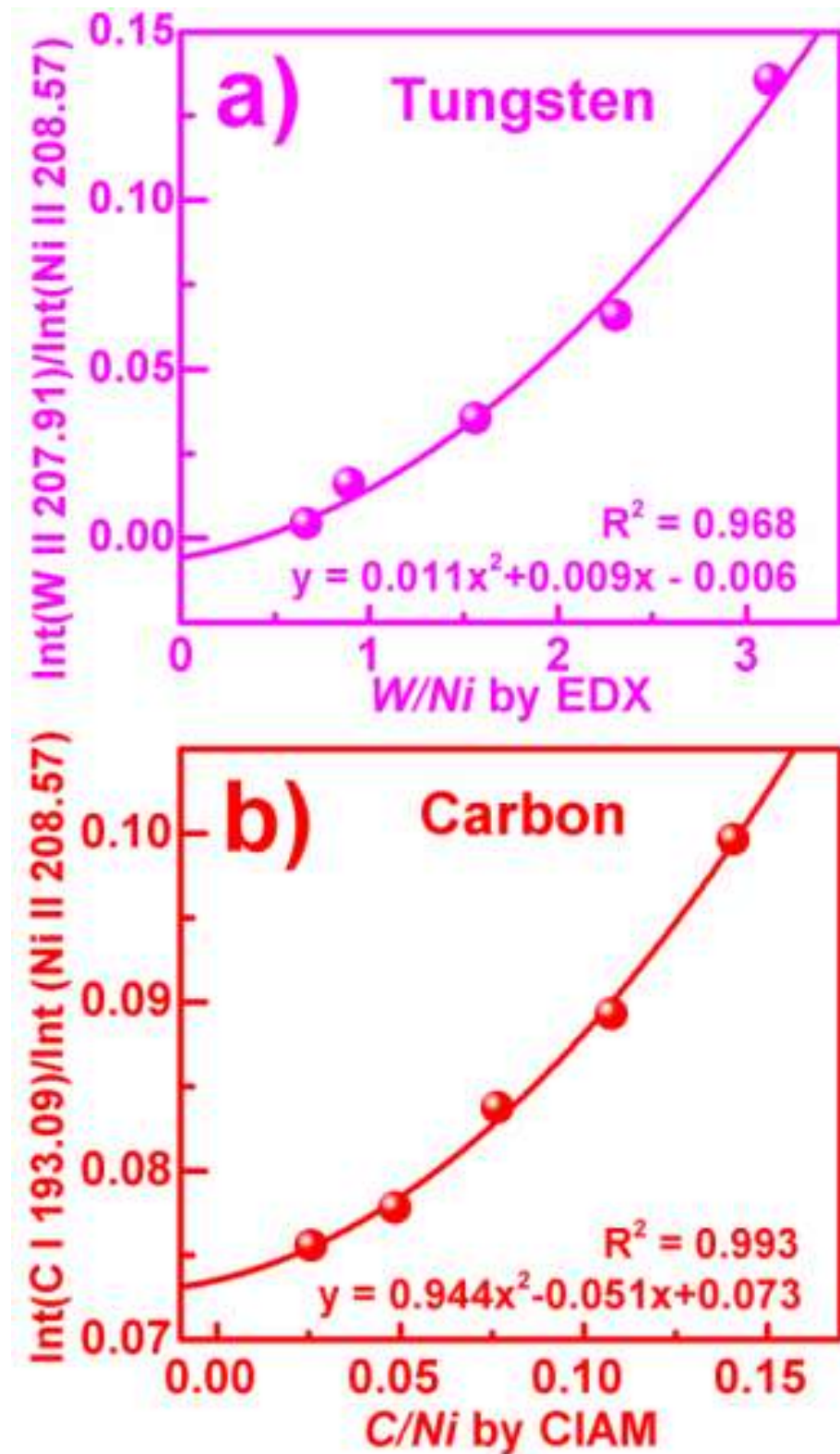


Рис. 6 – Градуировочные графики вольфрама (a) и углерода (b) для спектрометрии лазерно-индуцированной плазмы. Для построения использовали способ внутренней нормировки на основной элемент матрицы (Ni). Состав образцов был проверен с помощью энергодисперсионной спектрометрии (для вольфрама) и методом окислительного плавления на газоанализаторе фирмы LECO (для углерода)

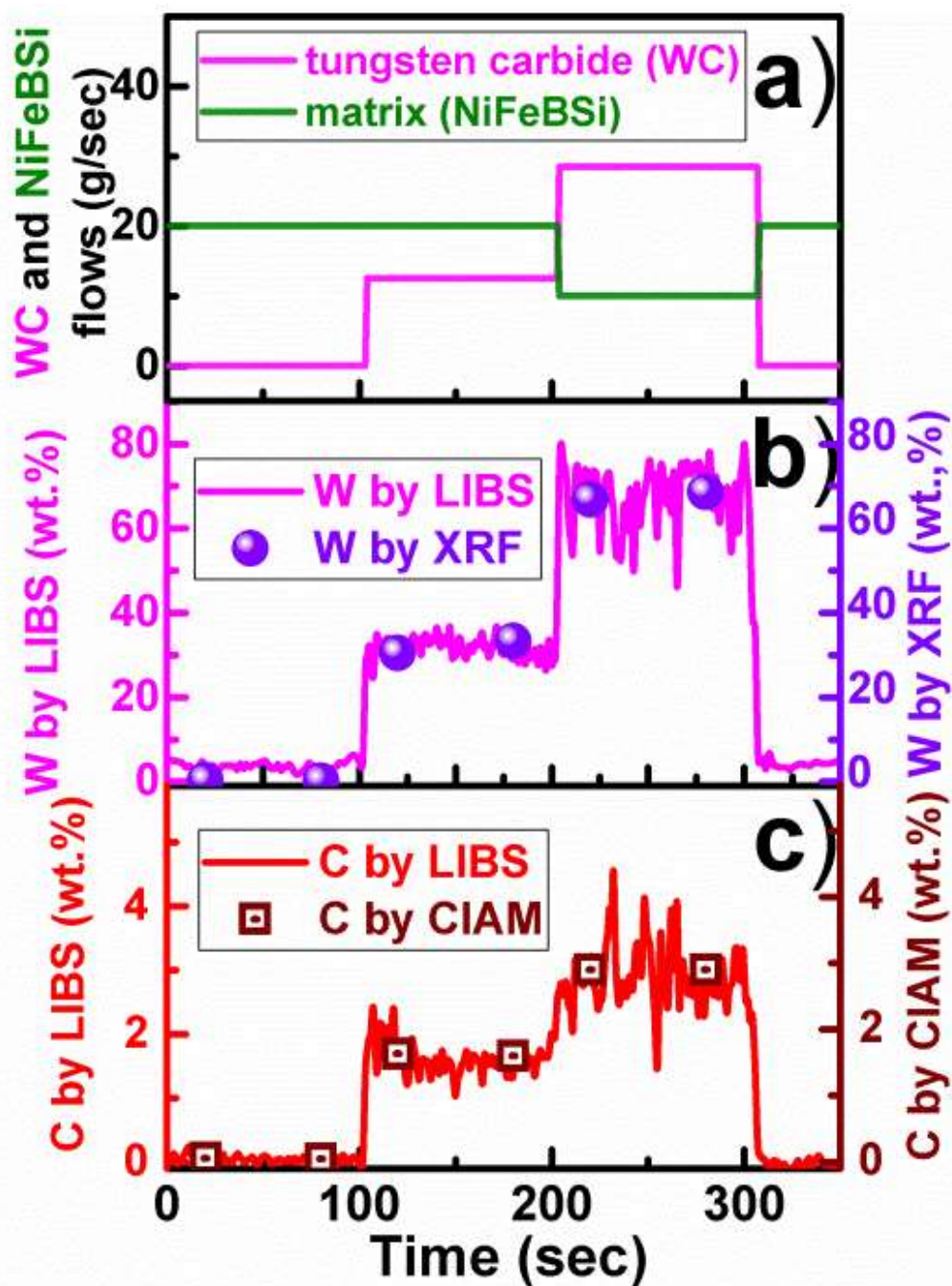


Рис. 7 – (а) Программа подачи порошков WC и NiFeBSi для эмульсии наплавки градиентного покрытия; (b), (c) сравнение результатов анализа вольфрама (b) и углерода (c) при онлайн измерениях спектрометрией лазерно-индуцированной плазмы (сплошная линия) и офлайн измерениях стандартными методами (точки): рентгеновской флуоресцентной спектрометрией для вольфрама, а для углерода - методом окислительного (в токе кислорода) плавления на газоанализаторе фирмы «LECO»

Поскольку СЛИП зонд должен быть востребован при производстве изделий с градиентом элементного состава, то детектирование проблем с соотношением порошков в разные моменты выращивания изделия является важной задачей. Для оценки возможностей разработанного СЛИП зонда мы проэмулировали проблему подачи порошка в технологическую голову (для снижения потока карбида вольфрама пережимали трубку, идущую от порошкового питателя) и сравнили результаты СЛИП анализа в нормальном режиме (левая часть на Рисунке 9, координата менее 1000 мм) и при возникновении проблемы (правая часть на Рисунке 9, координата более 1000 мм). В случае проблем с порошком профиль поверхности также изменяется (флуктуации), однако по результатам СЛИП можно сделать вывод в режиме реального времени об источнике проблемы. Более того, без подобного СЛИП прибора будет сложно добиться высокого качества производства изделий с градиентом элементного состава [2].

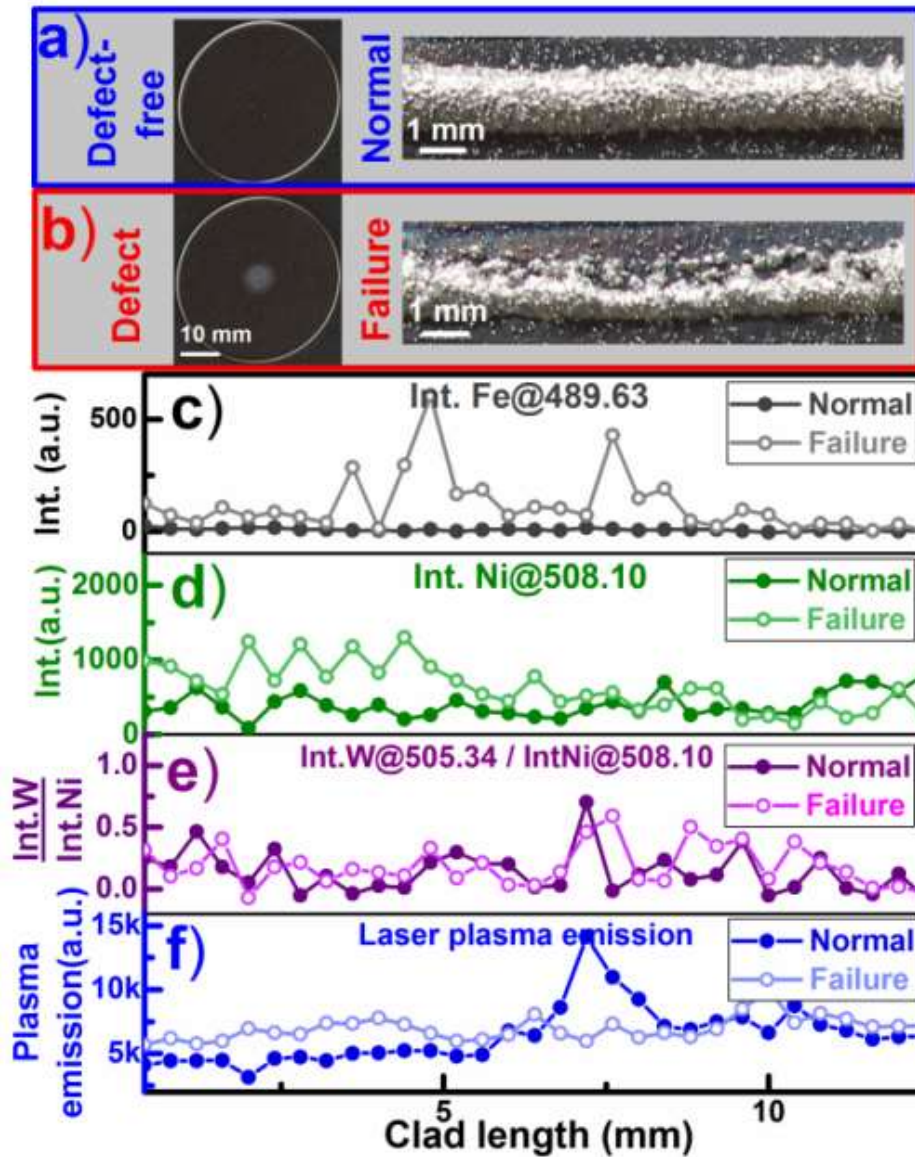


Рис. 8 – СЛИП мониторинг проблем в случае повреждения защитного стекла на установке коаксиальной лазерной наплавки: (а) и (б) – фотографии нового и поврежденного защитных стекол, а также отдельных валиков; (с) – интеграл линии Fe I 489.63 нм (соответствует по координатам изображению валика (а)); (d) – интеграл линии Ni I 508.10 нм; (e) – соотношение интегралов линий W I 505.34 и Ni I 508.10; (f) – сигнал свечения лазерной плазмы (сумма пикселей в области плазмы на фотографии каждого события)

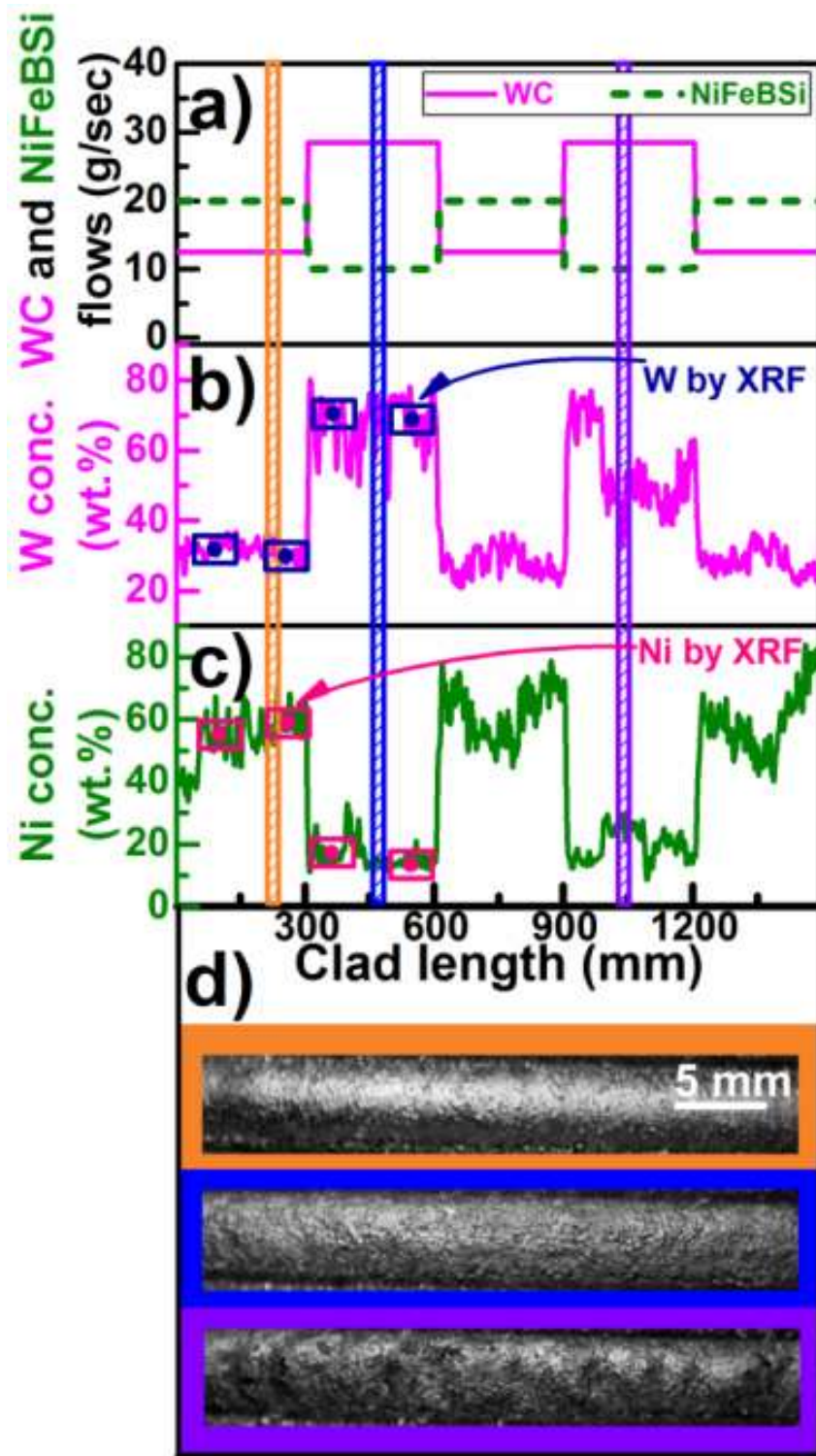


Рис. 9 – Количественный анализ и детектирование проблемы с подачей порошка карбида вольфрама (WC): (a) – схема подачи порошков WC и NiFeBSi. (b) и (c) – онлайн СЛИП анализ никеля и вольфрама (прямоугольники на графике соответствуют результатом анализа РФА); (d) – изображения отдельных валков (цвет окантовки соответствует различным областям на графиках (a), (b), (c)).

Выводы

Впервые в мировой практике продемонстрирована возможность количественного многоэлементного анализа в режиме реального времени в процессе технологического выращивания изделий методом аддитивных технологий. Разработанный зонд спектromетрии лазерно-индуцированной плазмы (СЛИП) был использован для онлайн анализа содержания углерода, вольфрама и никеля в процессе получения композитных износостойких покрытий (никелевый сплав, упрочненный частицами карбида вольфрама) методом коаксиальной лазерной наплавки. Неравномерное распределение частиц карбида вольфрама в верхнем поверхностном слое глубиной 50 мкм наплавляемого валика является проблемой для проведения количественного элементного анализа для любого из онлайн методов (рентгеновская флуоресцентная спектromетрия, спектromетрия лазерно-индуцированной плазмы, и др.), однако СЛИП позволяет проводить анализ непосредственно в ванне расплава, где распределение элементов равномерно вследствие эффективного перемешивания материала. Продемонстрировано, что при лазерной пробоотборе в ванне может быть достигнуто хорошее совпадение онлайн СЛИП измерений с результатами офлайн анализа стандартными методами (рентгеновской флуоресцентной спектromетрии, энерго-дисперсионной спектromетрии, методом окислительного (в токе кислорода) плавления на газоанализаторе). Продемонстрированы возможности СЛИП для детектирования дефектов в процессе коаксиальной лазерной наплавки в режиме реального времени: дефекты формы и свойств валика, вызванные ухудшением энергии и поперечного профиля пучка непрерывного лазера; неверное соотношение компонент в валике, вызванное проблемой с подачей одного из порошков в зону наплавки. СЛИП зонд позволяет диагностировать оба варианта проблем в процессе наплавки в режиме реального времени, что позволит оперативно остановить процесс производства до устранения причин проблем, тем самым избежать формирования скрытых дефектов в

выращиваемом изделии. Особый интерес представляет мониторинг элементного состава при выращивании изделия с задаваемым градиентом элементного состава, так как СЛИП зонд является инструментом, обеспечивающим обратную связь, без которой сложно добиться высокого качества производства подобных «градиентных изделий».

Благодарности

Авторы выражают благодарность за финансовую поддержку Российскому научному фонду (грант № 16-19-10656).

Литература

1. Lednev V.N., Sdvizhenskii P.A., Asyutin R.D., Tretyakov R.S., Grishin M.Ya., Stavertiy A.Ya., Pershin S.M., In situ multi-elemental analysis by laser induced breakdown spectroscopy in additive manufacturing // Additive Manufacturing. – 2019. – V. 25. – P. 64–70.
2. Lednev V.N., Sdvizhenskii P.A., Asyutin R.D., Tretyakov R.S., Grishin M.Ya., Fedorov A.N. and Pershin S.M. // In situ elemental analysis and failures detection during additive manufacturing process utilizing laser induced breakdown spectroscopy // Optics Express – 2019. – V. 27 (40). – P. 4612–4628.

УДК 617-089.844

Применение аддитивных технологий в нейрохирургии

Кравчук А.Д.¹, д.м.н.; Маряхин А.Д.¹; Потапов А.А.¹, акад. РАН;
Панченко В.Я.², акад. РАН; Комлев В.С.³, член-корр. РАН;
Новиков М.М.²; Охлопков В.А.¹, к.м.н.; Дувидзон В.Г.⁴;
Латышев Я.А.¹; Челушкин Д.М.¹; Чобулов С.А.¹;
Александров А.П.⁴; Шкарубо А.Н.¹, д.м.н.

amaryakhin@nsi.ru

¹ФГБУ «НМИЦ нейрохирургии им. акад. Н.Н. Бурденко» Минздрава России,
Москва

¹Burdenko Neurosurgical Institute, Moscow

²ИПЛИТ РАН – филиал ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН,
Московская обл., г. Шатура

³Институт металлургии и металловедения имени А.А. Байкова РАН (ИМЕТ
РАН), Москва

⁴Инженерная фирма «АБ Универсал», Москва

Аннотация:

Современные достижения технического прогресса, в частности аддитивные технологии (АТ) и трехмерная печать, все больше внедряются в нейрохирургическую практику. Возрастающая сложность проводимых оперативных вмешательств требует организации тщательного планирования операций и высокого уровня подготовки молодых нейрохирургов. Создание полномасштабных трехмерных моделей для планирования операций дает возможность визуализации необходимой анатомической области. Особенно широко аддитивные технологии

используются в реконструктивной хирургии дефектов черепа. Они (АТ) позволяют быстро и качественно решать следующие задачи:

- создавать точные модели черепа и имплантата;
- разрабатывать и изготавливать индивидуальные пресс-формы для формования во время операции имплантатов из полимерных двухкомпонентных материалов (например, РММА);
- изготавливать индивидуальные имплантаты из титановых сплавов или полиэфирэфиркетона (РЕЕК) для последующего использования во время операции.

Ключевые слова:

нейрохирургия, аддитивные технологии, краниопластика, трехмерная печать, предоперационное планирование.

Список сокращений

ABS – акрилонитрилбутадиенстирол

DLP (Digital Light Printing) – метод цифровой проекции

EBM (E-Beam Melting) – электронно-лучевое плавление

FDM (Fused Deposition Modeling) – послойное сплавление экструдированной полимерной нити

РЕЕК – полиэфирэфиркетон

РММА – полиметилметакрилат

SLA, SL (Laser Stereolithography) – лазерная стереолитография

SLM (Selective Laser Melting) - селективное лазерное плавление

SLS (Selective Laser Sintering) – селективное лазерное спекание

АТ – аддитивные технологии

КТ – компьютерная томография

Введение

Нейрохирургия представляет собой одну из наиболее динамично развивающихся отраслей медицины. Существенную помощь нейрохирургу оказывают современные достижения научно-технического прогресса, в том числе аддитивные технологии, в которых процесс создания изделия из виртуальной трехмерной (3D) модели происходит путем послойного «выращивания», или добавления материала [1], а не удаления лишнего материала, как при классической механической обработке. АТ получили широкое распространение в самых различных сферах деятельности, в частности в медицине [2–6]. Наиболее значителен опыт применения данных технологий в травматологии и ортопедии, что связано со сложным анатомическим строением повреждаемых костных структур и необходимостью пред- и интраоперационной их визуализации. Также АТ активно используются в челюстно-лицевой хирургии, общей хирургии, офтальмологии, кардиохирургии и других областях медицины, в том числе нейрохирургии.

Область использования АТ в нейрохирургии достаточно широка – от симуляционных моделей для обучения хирургов и предоперационного планирования до прямого производства индивидуальных имплантатов [3, 7–9].

Методы трехмерной печати, используемые в нейрохирургии.

Основой для трехмерной печати модели или имплантата является виртуальная модель объекта, создаваемая на основе данных КТ с высокой степенью детализации или с высоким разрешением (толщина среза не более 1 мм).

В настоящее время в медицине во всем мире для печати трехмерных моделей используются разнообразные АТ, некоторые из которых рассмотрены ниже.

Послойное наплавление полимерной нити, или экструзионная печать (Fused Deposition Modeling, FDM) представляет собой создание трехмерных объектов последовательным нанесением слой за слоем полимерной нити из термопластичного полимерного материала, нагретого выше температуры стеклования [10–12]. В качестве рабочего материала используются нити из ABS, PC (поликарбонат), PS (полистирол) и др., намотанные на стандартные катушки, которые легко устанавливаются или меняются в установках FDM. Изменение толщины слоев материала позволяет варьировать тактильные и плотностные характеристики модели имплантата. FDM-печать является одним из наиболее быстрых и недорогих вариантов создания 3D-моделей с близкими к естественным характеристиками материала [10, 13, 14]. Точность данного вида печати (около 100 микрон) позволяют достаточно точно воспроизводить объекты со сложной пространственной структурой (к примеру, основание черепа).

Другим широко используемым способом 3D-печати является *лазерная стереолитография (SLA, SL)* [12, 15]. В ее основе лежит эффект фотополимеризации: воспроизведение объекта осуществляется послойным отверждением жидкого фотомономера с помощью UV-лазера [10, 11, 16]. При прохождении луча лазера, управляемого компьютером, в жидкой среде мономера образуются активные центры, которые при взаимодействии с молекулами мономера образуют полимерные цепи, ведущие к отверждению слоя. Такие реакции происходят в каждом слое при прохождении луча лазера, в результате чего создается трехмерный твердый объект заданной геометрии. Толщина наносимого слоя достаточно мала (до 15 микрон), что позволяет изготавливать анатомические модели высокой точности [10, 17]. Использование полупрозрачных фотополимерных материалов дает возможность визуализировать различные внутрикостные образования (придаточные пазухи носа, каналы височной кости и т.д.).

Схожим методом трехмерной печати является так называемая *DLP-печать (Digital Light Printing)* – метод цифровой проекции [11]. На жидкий фотополимер с помощью специального проектора подается пучок ультрафиолетового излучения, под действием которого происходит отверждение материала сразу во всем слое.

Технологии SLA и FDM имеют общий недостаток: ввиду использования в процессе изготовления моделей жидких фотополимеров и нагретых экструдированных полимерных нитей, т.е. материалов, не обладающих жесткостью, при создании наклонных или горизонтальных элементов в моделях необходимо использование искусственных опор (поддержек), которые после окончания печати отделяются от модели вне установки [10].

Метод *селективного лазерного спекания (Selective Laser Sintering, SLS)*: в его основе лежит последовательное спекание слоев порошкового материала под воздействием высокомоощных лазеров [12]. В каждом слое порошка происходит «вычерчивание» (спекание) контура виртуальной модели, затем рабочая платформа, на которой и «выращивается» модель, опускается и наносится новый слой порошка. Для производства используются самые различные материалы – металлы, полимерные материалы или керамика. При помощи пульсирующего лазерного излучателя можно получать изделия с различной монолитной или сетчатой структурой материала в разных участках [10, 11, 18]. Данный метод в большинстве случаев не требует использования дополнительных опор («поддержек»), так как их роль выполняется неизрасходованным материалом. Это заметно снижает временные и материальные затраты на постобработку изделий [19].

Метод селективного лазерного плавления (Selective Laser Melting, SLM) отличается от SLS более высокой температурой обработки материала: он разогревается до температуры плавления и образования гомогенной массы.

Вместо лазеров могут использоваться электронные излучатели – *электронно-лучевое плавление (E-Beam Melting, EBM)*.

Также достаточно широко используется *метод струйной печати (Jet-printing)*, суть которого заключается в том, что связующий материал наносится на тонкий слой порошка, например, гипса или пластика.

Для точного воспроизведения анатомических структур обычно используются SLA и SLS ввиду минимальной толщины слоев и широкого спектра используемых материалов (в том числе полупрозрачных). Для создания же крупных по размеру (в том числе полноразмерных) моделей черепа и позвоночника для предоперационного планирования и отработки мануальных навыков целесообразнее использовать менее затратную технологию FDM-печати [10].

Симуляционные модели в нейрохирургии

В столь сложной и ответственной области медицины, как нейрохирургия, особенно актуальна проблема практического обучения хирургов [10]. Для отработки и совершенствования мануальных навыков, а также для закрепления знаний нормальной и патологической анатомии используются симуляционные модели и муляжи [7, 10, 20-25]. Аддитивные технологии позволяют изготавливать модели, с высокой точностью воспроизводящие особенности анатомического строения необходимой области [9–11, 20, 21, 26–28].

Для теоретических занятий по анатомии часто используются модели черепа с высокой визуализацией строения основания, а также модели мозга, воспроизводящие основные анатомические ориентиры – борозды, извилины, крупные нервы и кровеносные сосуды [22, 28].

Один из первых навыков, осваиваемых начинающим нейрохирургом, – техника краниотомии. Работа с силовым оборудованием (пневмотрепан, краниотом), а также коловоротом и пилой Джигли может моделироваться на полноразмерных моделях черепа. На этих моделях может осуществляться

моделирование основных нейрохирургических доступов с учетом анатомии черепа, а также специальных доступов, проходящих через анатомически сложные костные структуры (например, транспирамидный доступ) [29]. Материал моделей при этом должен максимально соответствовать прочностным характеристикам костной ткани для точного воспроизведения ощущений хирурга при работе с инструментарием, а также во избежание разрушения и деформации изделия при выполнении пропила. Современные аддитивные технологии дают возможность создавать модели, воспроизводящие послойное строение покровов головы (от кожи до твердой мозговой оболочки) [20, 21, 26, 28, 29], что позволяет отрабатывать полноценные нейрохирургические доступы, а также завершающий этап операции – закрытие операционной раны [7].

Симуляционные модели широко используются для отработки доступов в эндоскопической нейрохирургии, в частности при обучении выполнения трансназальных трансфеноидальных доступов [7, 30]. Данный вид хирургии требует от хирурга особых навыков осуществления вмешательства при визуализации операционного поля не в ране, а на экране монитора. При отработке техники трансназальной хирургии используются модели, с высокой степенью точности воспроизводящие анатомию полости носа, носовых пазух и структур основания черепа.

Тщательная отработка мануальных навыков крайне необходима и в сосудистой нейрохирургии, как транскраниальной, так и эндоваскулярной [30, 31]. При помощи симуляционных моделей (рис. 1) отрабатываются подход к основным магистральным сосудам головного мозга, техника клипирования аневризм в ограниченном пространстве операционной раны, а также эндоваскулярной окклюзии аневризм микроспиральями и установки потокоперенаправляющих стентов [31, 32]. Разрабатываются и воспроизводятся на аддитивных установках полые модели сосудов с имитацией мозгового кровотока.



Рис. 1 - Симуляционная модель

В спинальной нейрохирургии симуляционные макеты также нашли широкое применение [30]. Они используются для отработки различных доступов к спинному мозгу и телам позвонков, служат для отработки техники различных оперативных вмешательств – декомпрессивных операций, стабилизации сегментов позвоночника, вертебропластики, а также эндоскопических операций.

Таким образом, в настоящее время в нейрохирургии – специальности, где отработка мануальных навыков и техник проведения различных оперативных вмешательств в связи с их сложностью крайне важна и требует значительных затрат времени и ресурсов – для обучения молодых специалистов широко используются различные симуляционные модели. Эти модели могут быть быстро изготовлены с высокой точностью воспроизведения анатомических структур и, при необходимости, тиражированы с помощью аддитивных технологий [9, 12].

Пред- и интраоперационное моделирование

Ни одно нейрохирургическое оперативное вмешательство не может быть проведено без его тщательного предварительного планирования. Зачастую сложность операции такова, что требуется наличие виртуальной, а лучше и реальной 3D-модели для правильной (корректной) ориентации в

сложных анатомических структурах [23]. Аддитивные технологии позволяют создавать такие реальные модели и использовать их как предоперационно, так и непосредственно во время оперативного вмешательства [9, 26, 27, 33–36].

Современные 3D-принтеры позволяют создавать модели, визуализирующие взаимоотношение различных важных анатомических образований, из разных по цвету и плотности материалов. Крайне важно определить расположение сосудистых структур, повреждение которых в условиях ограниченного интракраниального пространства грозит фатальными последствиями. Такая практика распространена в нейротравматологии, к примеру, при удалении инородных тел из полости черепа [37, 38]. Зачастую без использования трехмерной модели проблематично определить расположение инородного тела относительно кровеносных сосудов и крупных нервных стволов. Использование предварительного компьютерного моделирования и полноразмерной 3D-модели позволяет определить оптимальную тактику удаления данного тела из полости черепа, а также облегчает интраоперационную навигацию в условиях ограниченного обзора операционной раны, что способствует значительному уменьшению риска интраоперационных осложнений (рис. 2).



Рис. 2 – Модель полости черепа

Технологии трехмерной печати также используются для визуализации индивидуальной сосудистой анатомии как дополнение ангиографических методов исследования [39, 40]. 3D-модель позволяет наглядно определить расположение аневризмы или сосудистой мальформации и отработать хирургический доступ к ним как пред-, так и интраоперационно [30, 40].

Как уже указывалось выше, аддитивные технологии широко используются в спинальной хирургии [41], а также в хирургии краниовертебрального сочленения [30], в первую очередь при стабилизирующих операциях (рис. 3). Сложность и вариабельность анатомического строения костных структур и близкое расположение кровеносных сосудов и спинного мозга требуют максимально точной пред- и интраоперационной навигации. От восстановления анатомического строения структур оперированного сегмента зависит функционирование позвоночного столба. Тщательное предоперационное планирование оперативного вмешательства, а также точная интраоперационная навигация с использованием трехмерных моделей области хирургического вмешательства способствуют достижению хорошего функционального результата операции.

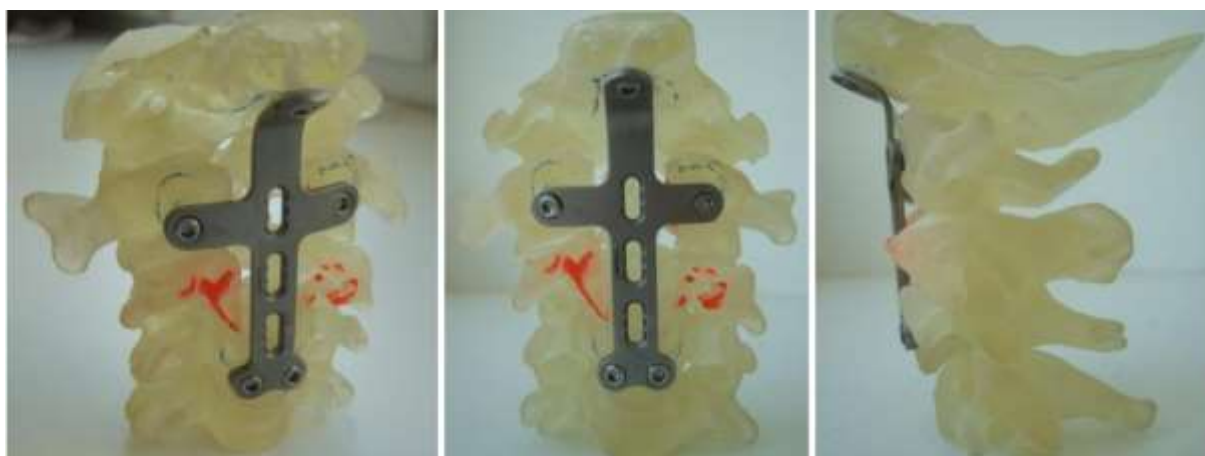


Рис. 3 – Моделирование стабилизирующей операции

Немаловажным моментом взаимодействия врача и пациента является наглядная демонстрация предстоящего оперативного вмешательства, а также сути патологического процесса. Трехмерные модели, с высокой точностью воспроизводящие строение определенной анатомической области, позволяют доступно визуализировать и донести до пациента план операции и дальнейшего лечения [22, 23, 26, 42].

Аддитивные технологии в реконструктивной хирургии дефектов черепа

Реконструкция пострезекционных дефектов черепа является одним из наиболее важных этапов реабилитации пациентов с различной хирургической патологией (черепно-мозговой травмой, опухолями головного мозга и костей черепа, сосудистой патологией и др.) ввиду улучшения церебральной гемо- и ликвородинамики после восстановления герметичности полости черепа. Целью краниопластики также является и устранение косметической деформации, поэтому имплантат должен гармонично дополнять анатомию черепа реципиента. Поэтому для повышения точности создаваемых имплантатов широко используются современные аддитивные технологии [9, 38, 42–45, 48]. По способу создания имплантата их можно разделить на не прямые (при этом методами 3D-печати создается оснастка, с помощью которой моделируется имплантат) и прямые (непосредственное «выращивание» готового имплантата) [46, 47].

Первым этапом подготовки к печати трехмерного объекта является разработка его виртуальной модели [44, 45]. На основании данных КТ головы создается модель черепа и имплантата при помощи специализированного программного обеспечения (ПО) [38, 43, 45, 48-51]. При латерально расположенных дефектах, не переходящих среднюю линию, используется технология «зеркального отображения», при которой основой для создания модели имплантата является противоположная, интактная сторона черепа [17]. В том случае, если дефект черепа выходит за среднюю линию (т.н.

beyond-midline defects), а также при билатерально расположенных дефектах применяется метод «виртуального донора»: из банка 3D-моделей черепов выбирается модель, наиболее идентичная черепу пациента по анатомическим характеристикам, и на ее основе создается модель имплантата [17]. При необходимости могут быть построены также модели пресс-форм для последующего изготовления имплантатов во время операции из полимерного материала, например PMMA. Относительная доступность данного программного обеспечения («дружественный» интерфейс) позволяет нейрохирургам непосредственно участвовать в создании 3D-моделей черепа и имплантата.

В настоящее время в нейрохирургической практике широко используется вышеописанная технология лазерной стереолитографии (SLA) [34, 38, 51]. С ее помощью из фотополимеризующих материалов на основе виртуальной 3D-модели изготавливаются модели черепа и имплантата, а также пресс-формы для пред- или интраоперационного изготовления имплантата. При реконструкции костных дефектов сложной конфигурации и локализации (в частности краниофациальных дефектов, а также обширных и гигантских дефектов черепа) роль фотополимерных моделей в предоперационном планировании довольно велика. Интраоперационное их использование способствует лучшей ориентации в операционной ране (определение краев дефекта и соседних важных костных анатомических образований). Полноразмерные макеты черепа также позволяют более точно моделировать имплантаты для пластики костных дефектов: предоперационное их изготовление способствует сокращению (зачастую довольно существенному) времени оперативного вмешательства. Использование фотополимерных 3D-моделей черепа в зоне реконструкции во время операции дает возможность корректировать форму имплантата вне операционной раны.

Практика применения пресс-форм для изготовления имплантатов из двухкомпонентного PMMA показала стабильное повышение качества поверхности и точности геометрии самих имплантатов. При помощи специализированного программного обеспечения создается виртуальная модель имплантата, на основе которой проектируются и изготавливаются пресс-формы. Формование имплантата возможно как интра-, так и предоперационно с последующей стерилизацией готового имплантата. Имплантат, изготавливаемый с их помощью, идентичен своей виртуальной модели, а, следовательно, при адекватном моделировании, учитывает анатомические особенности пациента. Кроме того, экзотермическая реакция, которой сопровождается отверждение материала имплантата, полностью протекает вне операционной раны, что исключает термическое повреждение твердой мозговой оболочки и мозга. В ходе изготовления имплантата может возникнуть необходимость предварительной его доработки, которая также осуществляется с использованием фотополимерной модели черепа. Окончательная обработка имплантата высокоскоростными бор-фрезами проводится непосредственно перед его фиксацией в операционной ране или сразу после нее.

Опыт Центра в использовании фотополимерных моделей черепа, имплантатов и пресс-форм насчитывает более 500 прооперированных пациентов с гигантскими и обширными дефектами черепа. Применение пресс-форм позволяет улучшить функциональные и косметические результаты реконструктивных операций.

В последнее время в практику внедряется создание готовых имплантатов с помощью методов 3D-печати – так называемое прямое производство индивидуальных имплантатов [9]. Материалами для изготовления изделий могут служить титановые сплавы, керамика, полимерные материалы (PEEK) [46, 47, 52]. Как правило, при этом используется технология селективного лазерного спекания (SLS).

Преимущество данного метода в том, что имплантат создается непосредственно при помощи 3D-печати без его мануального моделирования или использования пресс-форм, что позволяет сократить трудоемкость их изготовления и освобождает хирурга во время операции от «слесарной» работы. «Выращенный» имплантат после постобработки стерилизуется и используется в ходе операции. При необходимости края изделий из полимерных материалов интраоперационно могут обрабатываться высокоскоростными бор-фрезами для адаптации к ложу и уменьшения выраженности перехода на границе «имплантат-кость».

Все чаще используются пористые и сетчатые титановые имплантаты (рис. 4), изготовленные при помощи SLM, SLS или EBM технологий [53]. Как показывают исследования, их поверхность не препятствует клеточной пролиферации и способствует остеоинтеграции.

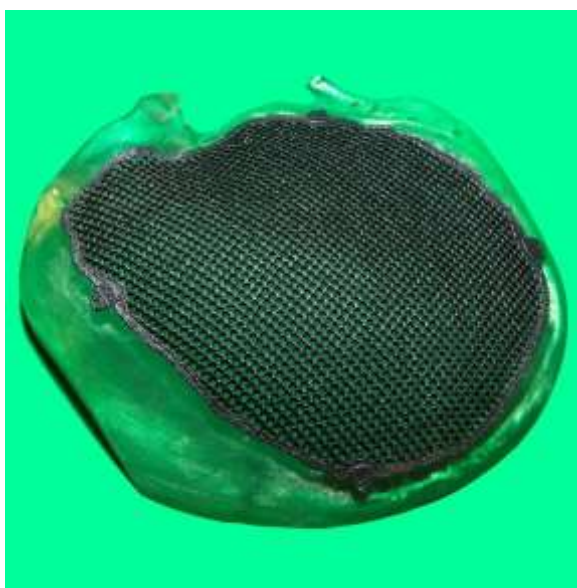


Рис. 4 - Сетчатый титановый имплантат

Разрабатывается так называемое «биомиметическое» покрытие для титановых изделий на основе фосфатов кальция [54], которое позволит улучшить взаимную интеграцию имплантата и костей черепа.

Заключение

Таким образом, динамично развивающиеся современные технологии трехмерной печати все глубже внедряются в нейрохиргию, давая возможность осуществлять качественное освоение мануальных навыков и улучшать результаты проводимых хирургических вмешательств. Аддитивные технологии развивают отдельное направление нейровизуализации, и с развитием новых методов воспроизведения трехмерных объектов их использование в медицине, без сомнения, будет лишь расширяться.

Исследование выполнено при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (гранты РФФИ №15-29-04817 и №18-29-03238)

Литература

1. Bermann B. 3D printing: The new industrial revolution. *Business Horizons*. 2012; 55: 155-162. doi:10.1016/j.bushor.2011.11.003
2. Goiato MC, Santos MR, Pesqueira AA, Moreno A, dos Santos DM, Haddad MF. Prototyping for Surgical and Prosthetic Treatment. *The Journal of Craniofacial Surgery*. 2011; 22 (3): 914-917. doi: 10.1097/SCS.0b013e31820f7f90
3. Mikołajewska E., Macko M., Ziarnicki Ł., Stańczak S., Kawalec P., Mikołajewski D.. 3D printing technologies in rehabilitation engineering. *Journal of Health Sciences*. 2014; 4(12): 78-83. ISSN 1429-9623 / 2300-665X
4. Aoun RJN, Hamade Y.J., Zammar S.G., Patel N.P., Bendok B.R. Futuristic Three-Dimensional Printing and Personalized Neurosurgery. *World Neurosurgery*, 2006; 84 [4]: 870-877. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wneu.2015.08.010>
5. McMenamin P.G., Quayle M.R., McHenry C.R., Adams J.W. The Production of Anatomical Teaching Resources Using Three-Dimensional (3D)

Printing Technology. *Anatomical Sciences Education*, 2014; 7 (6): 479-486. Doi 10.1002/ase.1475

6. Tack P., Victor J., Gemmel P., Annemans L. 3D printing techniques in a medical setting: a systematic literature review. *BioMed Eng OnLine*. 2016; 15 (115): 1-21. DOI 10.1186/s12938-016-0236-4

7. Бывальцев В.А., Белых Е.Г., Коновалов Н.А. Новые симуляционные технологии в нейрохирургии. *Вопросы нейрохирургии*. 2016; 80 (2): 102-107. doi: 10.17116/neiro2016802102-107

8. Klein G.T, Lu Y., Wang M.Y. 3D Printing and Neurosurgery—Ready for Prime Time? *World Neurosurgery News*. 2013; 80 (3/4): 228-235. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wneu.2013.07.009>

9. Giannatsis J., Dedoussis V. Additive fabrication technologies applied to medicine and health care: a review. *Int J Adv Manuf Technol*. 2009; 40:116–127. doi: 10.1007/s00170-007-1308-1

10. Мишинов С.В., Ступак В.В., Мамуладзе Т.З., Копорушко Н.А., Мамонова Н.В., Панченко А.А., Красовский И.Б., Рабинович С.С., Ларькин В.И., Долженко Д.А., Новокшенов А.В. Использование трехмерного моделирования и трехмерной печати в обучении нейрохирургов. *Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований*. 2016; №11-6: 1063-1067.

11. Guk Bae Kim, Sangwook Lee, Haekang Kim, Dong Hyun Yang, Young-Nak Kim, Yoon Soo Kyung, Choung-Soo Kim, Se Hoon Choi, MD, Bum Joon Kim, Hojin Ha, Sun U. Kwon, Namkug Kim. Three-Dimensional Printing: Basic Principles and Applications in Medicine and Radiology. *Korean Journal of Radiology*. 2016; 17(2):182-197. <http://dx.doi.org/10.3348/kjr.2016.17.2.182>

12. Peltola S.M., Melchels FPW, Grijpma D.W., Kellomaki M. A review of rapid prototyping techniques for tissue engineering purposes. *Annals of Medicine*. 2008; 40: 268-280. Doi: 10.1080/07853890701881788

13. Sood A.K., Ohdar R.K., Mahapatra S.S. Experimental investigation and empirical modelling of FDM process for compressive strength improvement. *Journal of Advanced Research*. 2012; 3: 81-90. doi: 10.1016/j.jare.2011.05.001

14. Domingo-Espin M, Borros S, Agullo N, Garcia-Granada A-A, Reyes G. Influence of Building Parameters on the Dynamic Mechanical Properties of Polycarbonate Fused Deposition Modeling Parts. *3D Printing*. 2014; 1 (2): 70-77. doi: 10.1089/3dp.2013.0007

15. Foroutan M., Fallahi B., Mottavalli S., Dujovny M. Stereolithography: application to neurosurgery. *Crit Rev Neurosurg*. 1998; 8: 203-208.

16. Евсеев А.В., Камаев В.С., Коцюба Е.В., Марков М.А., Новиков М.М., Панченко В.А. Оперативное формирование трехмерных объектов методом лазерной стереолитографии. *Вестник трудов ИПЛИТ РАН*. Москва: Интерконтакт Наука, 2005: 26-39

17. Коновалов А.Н., Потапов А.А., Лихтерман Л.Б., Корниенко В.Н., Кравчук А.Д., Охлопков В.А., Захарова Н.Е., Яковлев С.Б. Реконструктивная и минимально инвазивная хирургия последствий черепно-мозговой травмы. М.: Издательство ИП «Т.А. Алексеева», 2012. – 320 с.

18. Kinstlinger IS, Bastian A., Paulsen SJ., Hwang DH, Ta AH, Yalacki DR, Schmidt T, Miller JS. Open-Source Selective Laser Sintering (OpenSLS) of Nylon and Biocompatible Polycaprolactone. *PLoS ONE*. 2016; 11 (2): 1-25. doi: 10.1371/journal.pone.0147399

19. Chia H., Wu B.M. Recent advances in 3D printing of Biomaterials. *Journal of Biological Engineering*. 2015; 9 (4): 1-14. doi: 10.1186/s13036-015-0001-4

20. Baskaran V., Štrkalj G., Štrkalj M, Di Ieva A. Current Applications and Future Perspectives of the Use of 3D-Printing in Anatomical Training and Neurosurgery. *Frontiers in Neuroanatomy*. 2016; 10-69: 1-7. doi: 10.3389/fnana.2016.00069

21. Kashapov L.N., Kashapov N.F., Kashapov R.N., Pashaev B.Y. The application of additive technologies in creation a medical simulator-trainer of the human head operating field. IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering. 2016; 134. doi:10.1088/1757-899X/134/1/012011

22. Ploch C.C., Mansi CSSA, Jayamohan J., Kuhl E. Using 3D Printing to Create Personalized Brain Models for Neurosurgical Training and Preoperative Planning. World Neurosurgery. 2016; 90: 668-674. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wneu.2016.02.081>

23. Josephine U. Pucci, Brandon R. Christophe, Jonathan A. Sisti, Edward S. Connolly, Three-dimensional printing: technologies, applications, and limitations in neurosurgery. Biotechnology Advances (2017). doi: 10.1016/j.biotechadv.2017.05.007

24. AbouHashem Y., Dayal M., Savanah S., Štrkalj G. The application of 3D printing in anatomy education. Medical Education Online, 20:1, 29847. Doi: 10.3402/meo.v20.29847

25 .Aggarwal R., Darzi A. Technical-Skills Training in the 21st Century. The New England Journal of Medicine. 2006; 355: 2695-2696. DOI: 10.1056/NEJMe068179.

26. 3D Printing in Medicine. F.J. Rybicki, G.T. Grant (eds.). Springer International Publishing AG 2017. DOI 10.1007/978-3-319-61924-8.

27. Ventola C.L. Medical Applications for 3D Printing: Current and Projected Uses. Pharmacy and Therapeutics. 2014; 39 (10): 704-711.

28. Weinstock P, Rehder R, Prabhu S, Forbes P, Roussin C, Cohen A. Creation of a novel simulator for minimally invasive neurosurgery: fusion of 3D printing and special effects. J Neurosurg Pediatr. 2017; April 25: 1-9. DOI: 10.3171/2017.1.PEDS16568.

29. Waran V., Narayanan V., Karuppiah R., Owen SLF, Aziz T. Utility of multimaterial 3D printers in creating models with pathological entities to enhance

the training experience of neurosurgeons. *J Neurosurg.* 2014; 120: 489-492. <http://thejns.org/doi/abs/10.3171/2013.11.JNS131066>

30. Randazzo M., Pisapia JM., Singh N., Thawani JP. 3D printing in neurosurgery: A systematic review. *Surgical Neurology International* 2016;7:S801-9. DOI: 10.4103/2152-7806.194059

31. Kono K., Shintani A., Okada H., Terada T. Preoperative simulations of endovascular treatment for a cerebral aneurysm using a patient-specific vascular silicone model. *Neurol Med Chir (Tokyo)*, 2013; 53: 347-351.

32. Wurm G., Tomancok B., Pogady P., Holl K., Trenkler J. Cerebrovascular stereolithographic biomodeling for aneurysm surgery. *J Neurosurg.* 2004; 100:139–145.

33. Hoffmann J., Schwaderer E., Dammann F. The use of hybrid stereolithographic models for the planning of complex craniofacial procedures. *Biomedizinische Technik*, 2002; 47 (1): 278-281.

34. Müller A., Krishnan KG, Uhl E., Mast G. The Application of Rapid Prototyping Techniques in Cranial Reconstruction and Preoperative Planning in Neurosurgery. *The Journal Of Craniofacial Surgery*, 2013; 14 (6): 899-914.

35. Потапов А.А., Корниенко В.Н., Кравчук А.Д., Лихтерман Л.Б., Охлопков В.А., Еолчийн С.А., Гаврилов А.Г., Захарова Н.Е., Яковлев С.Б., Шурхай В.А. Современные технологии в хирургическом лечении последствий травмы черепа и головного мозга. *Вестник РАМН.* 2012; 9: 31-38.

36. Rose AS, Webster CE, Harrysson OLA, Formeister EJ, Rawal RB, Iseli CE. Pre-operative simulation of pediatric mastoid surgery with 3D printed temporal bone models. *International Journal of Pediatric Otorhinolaryngology.* 2015; 79: 740–744. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijporl.2015.03.004>

37. Potapov A.A., Eropkin S.V., Kornienko V.N., Arutyunov N.V., Yeolchiyan S.A., Serova N.K., Kravtchuk A.D., Shahinian G.G. Late diagnosis

and removal of a large wooden foreign body in the cranioorbital region. *J. Craniofacial Surgery*. 1996; 7 (4): 311–314.

38. Potapov A., Yeolchiyan S., Tcherekaev V., Kornienko V.N., Arutyunov N.V., Kravtchuk A.D. Removal of cranioorbital foreign body by a supraorbital-pterion approach. *J Craniofac Surg*. 1996; 7 (3): 224–227.

39. Mashiko T., Otani K., Kawano R., Konno T., Kaneko N., Ito Y., Watanabe E. Development of Three-Dimensional Hollow Elastic Model for Cerebral Aneurysm Clipping Simulation Enabling Rapid and Low Cost Prototyping. *World Neurosurgery*. 2015; 83 (3): 351-361. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wneu.2013.10.032>

40. Wurm G., Tomancok B., Pogady P., Holl, Trenkler J. Cerebrovascular stereolithographic biomodeling for aneurysm surgery. *J Neurosurg*. 2004; 100: 139–145.

41. Mobbs RJ, Coughlan M., Thompson R., Sutterlin CE., Phan K. The utility of 3D printing for surgical planning and patient-specific implant design for complex spinal pathologies: case report. *J Neurosurg Spine*. 2017; Jan 20: 1-6. DOI: 10.3171/2016.9.SPINE16371.

42. Chae MP., Rozen WM., McMenamin PG., Findlay MW., Spychal RT., Hunter-Smith DJ. Emerging applications of bedside 3D printing in plastic surgery. *Front. Surg*. 2015; 2 (25): 1-14. doi: 10.3389/fsurg.2015.00025

43. Jardini AL., Larosa MA., Filho RM., Zavaglia CAC, Bernardes LF, Lambert CS, Calderoni DR, Kharmandayan P. Cranial reconstruction: 3D biomodel and custom-built implant created using additive manufacturing. *Journal of Cranio-Maxillo-Facial Surgery*. 2014; 42: 1877-1884. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jcms.2014.07.006>

44. Chrzan R., Urbanik A., Karbowski K., Moskała M., Polak J., Pyrich M. Cranioplasty prosthesis manufacturing based on reverse engineering technology. *Med Sci Monit*, 2012; 18(1): MT1-6.

45. Котельников Г.П., Колсанов А.В., Николаенко А.Н., Попов Н.В., Иванов В.В., Щербовских А.Е., Приходько С.А., Платонов П.В.. Применение 3d-моделирования и аддитивных технологий в персонифицированной медицине. Саркомы костей, мягких тканей и опухоли кожи. 2017; 1: 20-26.

46. Castelan J., Schaeffer L., Daleffe A., Fritzen D., Salvaro V., Silva FP. Manufacture of custom-made cranial implants from DICOM images using 3D printing, CAD/CAM technology and incremental sheet forming. Rev. Bras. Eng. Biomed. 2014; 30 (3): 265-273. DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/rbeb.2014.024>

47. Еолчиян С.А. Пластика сложных дефектов черепа имплантатами из титана и полиэфтерэтеркетона (ПЕЕК), изготовленными по CAD/CAM технологиям. Вопросы нейрохирургии, 2014; 78 (4): 3-13.

48. Eppley BL. Craniofacial Reconstruction With Computer Generated HTR Patient-Matched Implants: Use in Primary Bony Tumor Excision. The Journal Of Craniofacial Surgery. 2002; 13 (5): 650-657. DOI: 10.1097/01.SCS.0000026428.32901.AD

49. Huotilainen E., Paloheimo M., Salmi M., Paloheimo K-S, Bjoörkstrand R, Tuomi J, Markkola A, Maäkitie A. Imaging requirements for medical applications of additive manufacturing. Acta Radiologica. 2014; 55(1): 78-85. Doi: 10.1177/0284185113494198

50. Kravchuk A., Potapov A., Kornienko V., Eropkin S., Panchenko V., Evseev A., Stuchilov V. Computed modeling in reconstructive surgery for posttraumatic skull vault bone defects. Neurotrauma (Eds. A. Potapov, L. Likhтерman, K. R. H. von Wild). 2002. P. 187–190

51. Stoker NS, Mankovich NJ., Valentino D. Stereolithographic Models for Surgical Planning: Preliminary Report. J Oral Maxillofac Surg. 1992; 50: 466-471.

52. Klammert U., Gbureck U., Vorndran E., Diger JR., Meyer-Marcotty P, Kubler AC. 3D powder printed calcium phosphate implants for reconstruction of cranial and maxillofacial defects. Journal of Cranio-Maxillo-Facial Surgery, 2010; 38: 565-570. doi:10.1016/j.jcms.2010.01.009

53. Parthasarathya J., Starlya B., Ramana S., Christensen A. Mechanical evaluation of porous titanium (Ti6Al4V) structures with electron beam melting (EBM). *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*. 2010; 3: 249-259. doi:10.1016/j.jmbbm.2009.10.006

54. Вишневский А.А., Казбанов В.В., Баталов М.С. Перспективы применения титановых имплантатов с заданными остеогенными свойствами. *Хирургия позвоночника*, 2016; 13 (1): 50-58. DOI: <http://dx.doi.org/10.14531/ss2016.1.50-58>.

УДК 669

Плазменный синтез структурно-градиентных порошковых материалов

Нагулин К.Ю., ¹ д.т.н.; Назаров Р.Р. ¹; Гильмутдинов А.Х. ¹, д.ф.-м.н.

knagulin@mail.ru; nazarov.ramis@ya.ru, albert.gilmutdinov@kai.ru;

¹*Казанский национальный исследовательский технический университет им. А.Н. Туполева – КАИ*

Аннотация:

Статья посвящена синтезу в индуктивно-связанной плазме структурно-градиентных порошковых материалов. Синтезированы частицы типа ядро-оболочка путем осаждения паров исходного вещества из газовой фазы. Показано, что высокая энергия плазменного факела позволяет эффективно создавать металлокерамические структурно-градиентные материалы типа ядро-оболочка.

Ключевые слова:

индуктивно-связанная плазма, структурно-градиентные порошки.

Введение

В настоящее время в России активно развивается производство порошков из мономатериалов и однородных по составу сплавов методами газовой атомизации и центробежного распыления [1]. Однако, для производства градиентных по структуре порошковых материалов такие технологии неприменимы и необходимо использовать методы химического или газофазного осаждения, а также механического легирования в мельницах. Порошковым металлокерамическим материалам различных систем, полученных механическим легированием, присущи недостатки, обусловленные способом их получения, – частицы порошка имеют неправильную осколочную форму. Такие порошки имеют низкую текучесть, неравномерный гранулометрический состав и невысокий коэффициент использования. В тоже время, аддитивное производство предъявляет жесткие требования к качеству порошковых материалов, особенно по текучести и высокой однородности гранулометрического состава. Одним из перспективных методов изготовления высококачественных порошковых материалов различной степени дисперсности является их синтез в индуктивно-связанной плазме (ИСП). Метод обладает большим потенциалом для создания порошковых материалов с заранее заданными свойствами, в том числе из композиционных материалов [2]. В отличие от пневматической атомизации вещества из расплава, в нем рост отдельных порошинок не сопровождается макроскопическими процессами плавления-кристаллизации, что отражается на внутренней структуре создаваемых частиц. Также плазмохимический метод обладает уникальной возможностью синтеза градиентных порошковых материалов типа ядро-оболочка.

Методы исследования

Используемая лабораторная система обработки в ИСП порошковых материалов состоит из лампового высокочастотного генератора частотой 5,2 МГц и мощностью до 60 кВт и плазмохимического реактора. В состав

плазмохимического реактора входит кварцевый плазматрон, расположенный вертикально и состыкованный с конденсационной камерой из нержавеющей стали. Подача сырья может осуществляться в начало плазменного факела, через водоохлаждаемый питатель, глубина погружения которого может плавно регулироваться от начала плазматрона до середины индуктора. Также возможна подача сырья через три сырьевые трубки, расположенные непосредственно вблизи к верхней горловине конденсационной камеры. При этом шихта попадает в нижнюю часть плазменного факела, поэтому температура и время нахождения частиц в горячей зоне меньше. Оба входа имеют возможность одновременно с подачей газопорошковой смеси (аргон и порошок) подавать в реактор другие технологические газы.

Сущность метода газофазного синтеза в ИСП частиц ядро-оболочка схематично представлена на рис. 1. Исходными материалами является порошок металла, из которого будет формироваться оболочка частицы и порошок твердой фазы, например, керамики, частицы которого будут выполнять функцию ядра. Материал оболочки подается в плазменный факел и полностью испаряется. Порошок твердой фазы подается в более холодную часть потока плазмы и является центром конденсации для паров оболочки. За счет большой разности температуры паров и порошка твердой фазы, процессы гетерогенной конденсации протекают с высокой скоростью за время движения частицы порошка через плазматрон. В качестве материала для оболочки можно использовать различные технологические газы, например, углеводороды, после пиролиза которых в плазме на поверхности частиц формируется углеродное или карбидное покрытие.

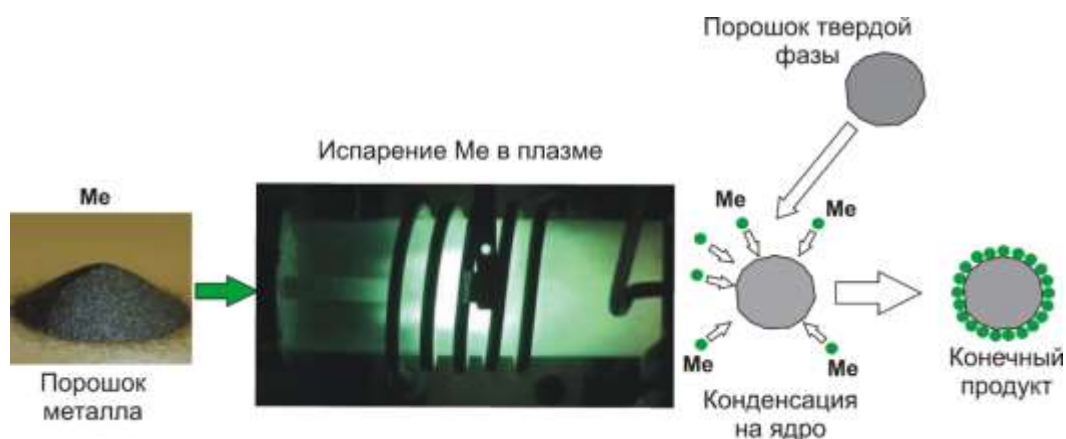


Рис. 1 – Суть метода газофазного синтеза в индуктивно-связанной плазме частиц ядро-оболочка

Контроль параметров исходной шихты и конечного порошкового продукта осуществлялся методами оптической (микроскоп Axio Imager фирмы Carl Zeis) и электронной (рабочая станция Auriga CrossBeam фирмы Carl Zeiss) микроскопии. Элементный химический поверхности и среза частиц порошка определяли с применением приставки к электронному микроскопу для локального рентгеноспектрального энергодисперсионного микроанализа INCA X-Max (Oxford, Великобритания). Плазменную обработку порошка проводили атмосфере аргона (99,87% чистоты). В качестве исходных материалов применяли коммерческие порошки оксида алюминия, титана и меди, полученные методами пневматической атомизации и размола.

Экспериментальная часть

Рассмотрим результаты создания порошка типа ядро-оболочка на основе системы со значительно отличающимися температурами плавления Al_2O_3 (2072°C) и Cu (1085°C). Температура испарения Cu при этом 2562°C. Тугоплавкий Al_2O_3 формирует ядро системы, а более легкоплавкая Cu – ее оболочку. На рис. 2 представлены оптические фотографии исходных компонентов и синтезированных частиц. Оксид алюминия предварительно был сфероидизирован и просеян со средней фракцией 40–60 мкм (Рис.2а).

Была приготовлена смесь исходных порошков в объемном соотношении Al_2O_3 к Cu как 2:1. Смесь подавалась в начало плазменного факела. В порошке, полученном после плазменной обработки, в основном присутствуют частицы Al_2O_3 , покрытые слоем меди (Рис.2 б), хотя имеются чистые частицы оксида алюминия и неиспарившиеся частицы меди. Для определения толщины покрытия обработанный порошок был запечен в смеси с компаундом и приготовлен шлиф.

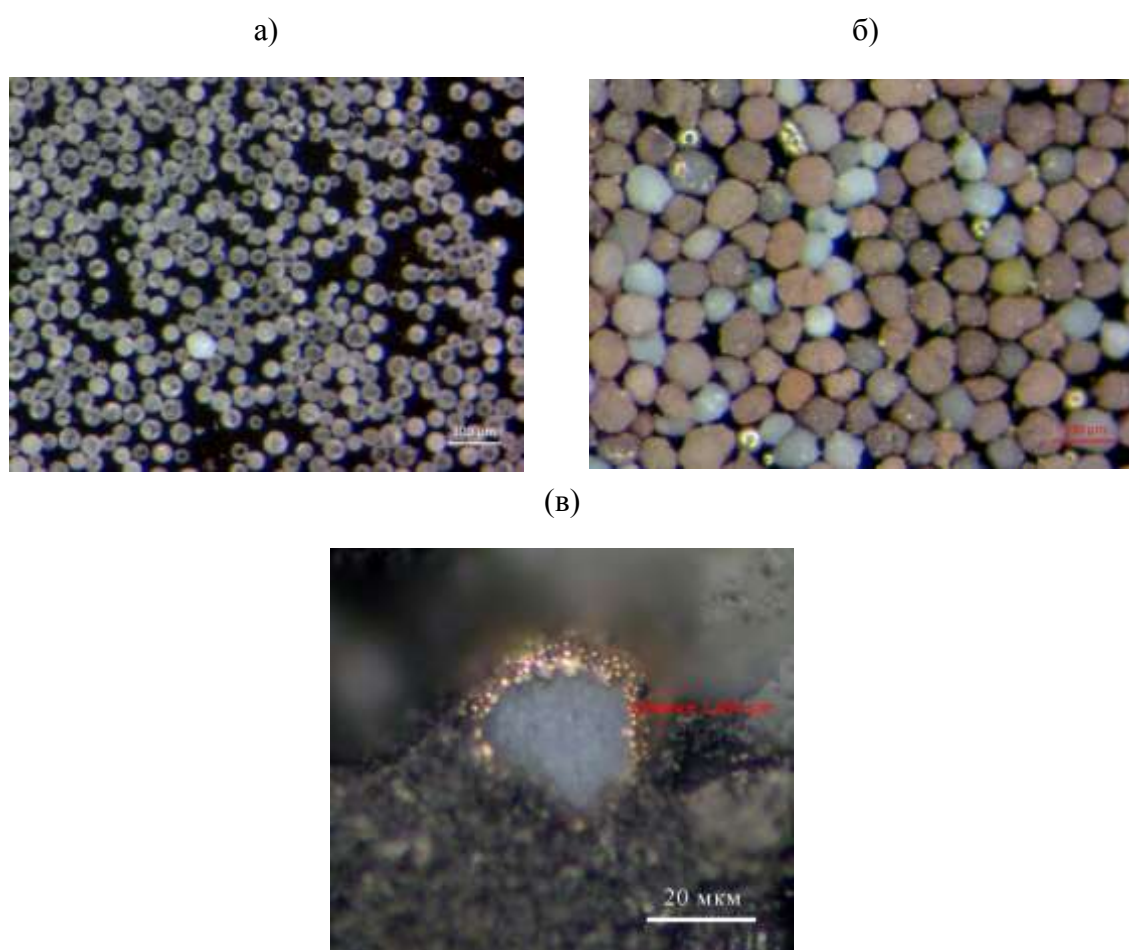


Рис. 2 – Изображения в оптическом микроскопе исходных частиц оксида алюминия (а), синтезированных частиц типа ядро –оболочка (б) и шлифа такой частицы (в)

На рис. 2 в приведено оптическое изображение шлифа полученной композитной частицы. Видно, что ядром частицы является оксид алюминия, а медь сконденсировалась в виде субмикронных частиц на ее поверхность. Толщина полученного покрытия составляет примерно 1,5 мкм (Рис. 2 в).

Результаты исследования химического состава синтезированных частиц приведены на рис.3. На рис.3 а-б приведены СЭМ изображения композитной частицы и ее шлифа.

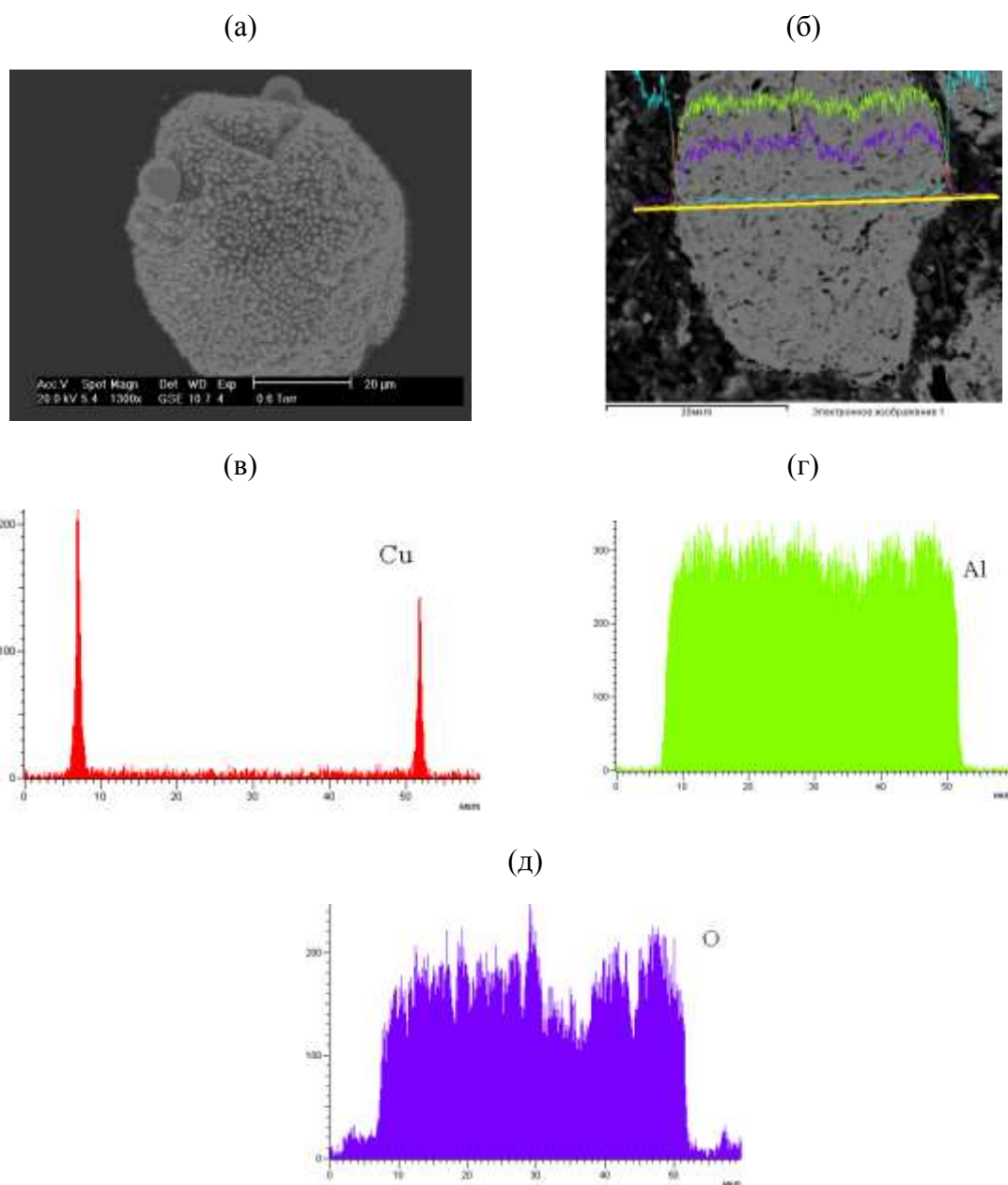


Рис. 3 – Структура и химический состав синтезированной композитной частицы. СЭМ изображение частицы (а) и ее шлифа (б). Пространственное распределение Cu (в), Al (г) и O (д) вдоль диаметра частицы

Видно, что поверхность композитного порошка покрыта оболочкой в виде слоя субмикронных частиц. Поверхностный химический анализ шлифа (Рис.3 б-д) показал, что ядро состоит из оксида алюминия, а на его поверхности осажден тонкая (1,5 мкм) оболочка из меди.

Рассмотрим результаты создания композитных порошков на основе системы с более близкими значениями температуры плавления – оксида алюминия (2072°C) и титана (1668°C). Температура испарения титана составляет 3287°C . В этом случае при одновременной подаче заранее приготовленной смеси в плазму возможно плавление частиц-прекурсоров ядра в процессе испарения частиц-прекурсоров оболочки. Поскольку в плазменном факеле присутствует достаточно сильное вихревое течение, то возможно взаимное проникновение расплавленных частиц-прекурсоров друг в друга с образованием структурированного на микроуровне композита. На рис. 4 а видно, что расплавленный Ti заполнил промежутки между зернами кристаллов Al_2O_3 . Подобная структура по-видимому возникает при длительном нахождении образовавшейся частицы в высокотемпературной зоне плазменного факела. Как показали результаты проведенного математического моделирования, в частицах присутствуют внутренние течения и вихри [3]. Эти вихри до момента отвердевания частицы перемешивают ее содержимое.

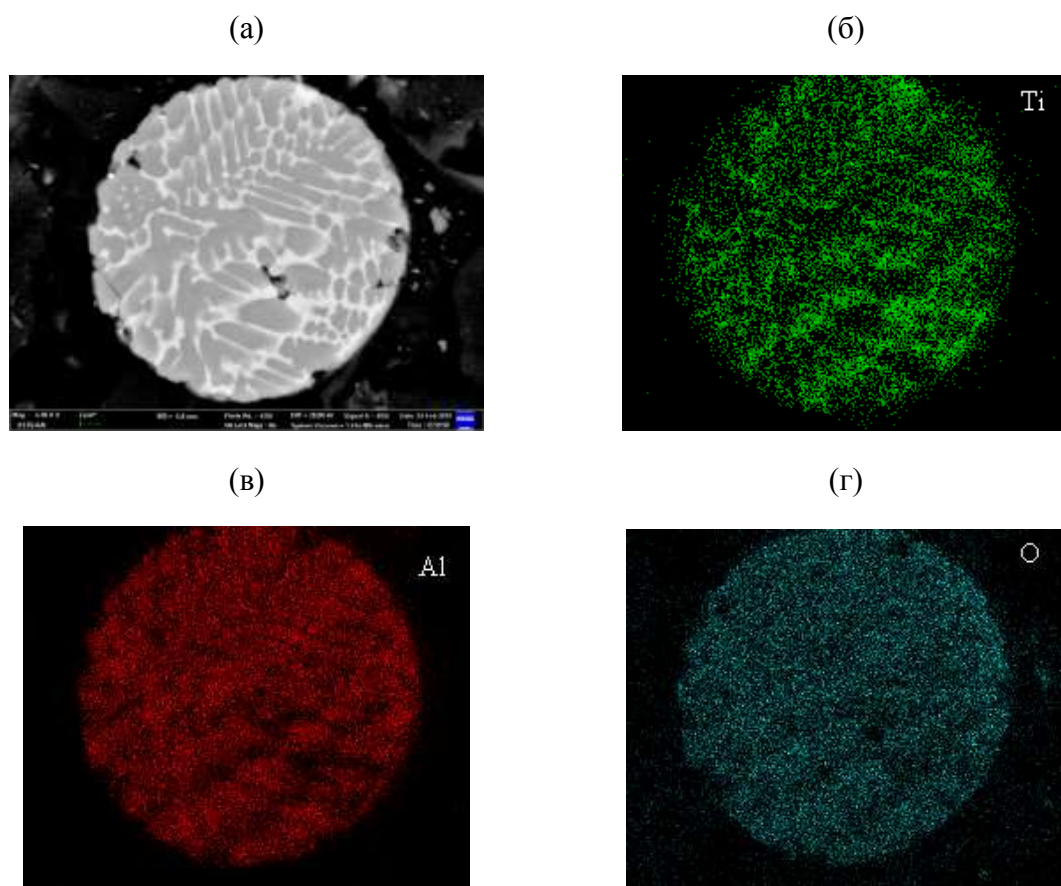


Рис. 4 – Структура и химический состав синтезированной композитной частицы. СЭМ изображение шлифа частицы (а). Пространственное распределение Ti (б), Al (в) и O (г) в поперечном сечении частицы

В случае менее длительного пребывания частицы в плазменном факеле, внутренние течения не успевают перемешать содержимое частицы и формируется структура ядро-оболочка (Рис. 5). В этом случае в частицу Al_2O_3 проникает частица Ti. Поэтому, для синтеза частиц ядро-оболочка необходимо использовать отдельную подачу исходных материалов в ИСП – прекурсоры ядра подавать в конец плазменного факела, где температура плазмы минимальна и начинается конденсация вещества оболочки, прекурсор которой был введен в горячую зону.

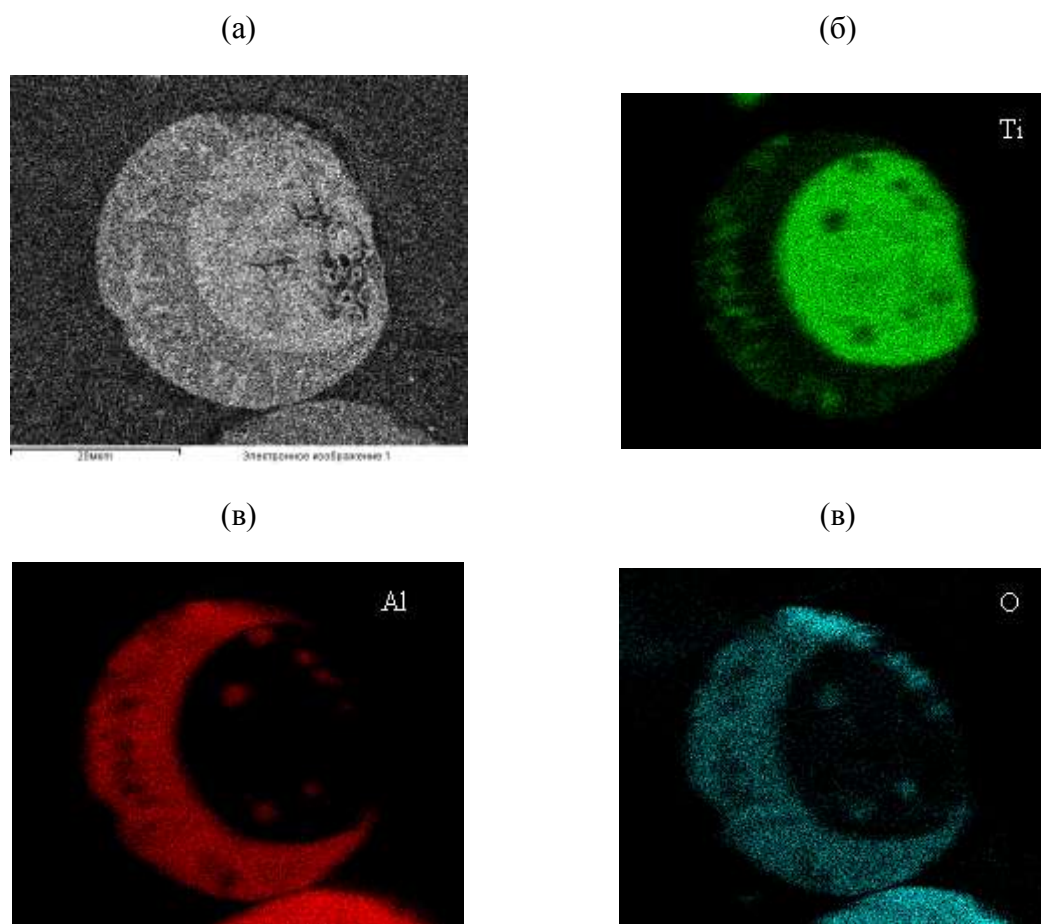


Рис. 5 – Структура и химический состав синтезированной композитной частицы. СЭМ изображение шлифа частицы (а). Пространственное распределение Ti (б), Al (в) и O (г) в поперечном сечении частицы

Выводы и рекомендации

Результаты проведенных исследований показали, что в потоке ИСП возможно создание структурно-градиентных материалов, в том числе и типа ядро-оболочка. Структура создаваемых композитных частиц во многом определяется соотношением температур плавления и испарения исходных материалов, а также положением точки их ввода в плазменный факел. Приведенные в работе примеры продемонстрировали обоснованность сделанных выводов.

Для синтеза структур ядро-оболочка рекомендовано вводить прекурсоры ядра непосредственно в зону конденсации, тогда как исходный

материал для оболочки следует вводить в начало плазменного факела для достижения максимальной степени испарения.

Благодарности

Исследования выполнены при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (государственный контракт №14.Z50.31.0023 и 9.3236.2017/4.6) и РФФИ совместно с Академией наук Республики Татарстан (договор №18-42-160015\18).

Литература

1. Dawes J., Bowerman R. and Trepleton R. Introduction to the Additive Manufacturing Powder Metallurgy Supply Chain // Johnson Matthey Technol. Rev., 2015, V.59, N.3, 243–256.

2Boulos. M. Thermal Plasma Processing // IEEE Transactions on Plasma Science 1991, V.19, N.6, P.1078-1089.

3. Voronov M.V. Force-based analysis of vortices in atmospheric pressure ICPs / Voronov M.V., Tzivilsky I.V., Nazarov R., Nagulin K.Yu., Gilmutdinov A.Kh. // Plasma Sources Sci. Technol. - 2018, V.27, P.125005.

УДК 669

Эффекты сегрегации химических элементов в жаропрочных никелевых сплавах при их плазменной обработке

Нагулин К.Ю., ¹ д.т.н.; Назаров Р.Р. ¹; Гильмутдинов А.Х. ¹, д.ф.-м.н.

albert.gilmutdinov@kai.ru; knagulin@mail.ru; nazarov.ramis@ya.ru,

¹*Казанский национальный исследовательский технический университет им. А.Н. Туполева – КАИ*

Аннотация:

Статья посвящена плазменной сфероидизации никелевых жаропрочных сплавов для их применения в аддитивном производстве. Обсуждаются процессы сегрегации химических элементов в частицах порошка после его плазменной обработки и меры по их предотвращению.

Ключевые слова:

индуктивно-связанная плазма, сфероидизация, никелевые сплавы.

Введение

Жаропрочный сплав Inconel 718 на основе Ni-Cr-Fe с момента создания быстро нашел широкое применение в авиастроении, производстве газотурбинных двигателей, химического оборудования и ядерных реакторов [1]. Помимо традиционного субтрактивного производства, порошок этого сплава активно используется в качестве исходного материала в аддитивном производстве по технологиям селективного лазерного плавления (SLM) [2] и direct metal deposition (DMD) [3]. Для изготовления порошковых материалов на основе Inconel 718 наиболее распространен метод пневматического распыления (GA) расплава в инертной атмосфере, который характеризуется высокой производительностью и низкой себестоимостью. Однако, частицы порошка, произведенного этим методом, могут содержать внутренние газовые поры, а форма частиц может отличаться от сферической за счет их слипания в полете и формирования сателлитных структур [4]. Во втором по распространенности методе (PREP) капли металла формируются быстро вращающимся электродом, торец которого плавится под воздействием потока плазмы из плазматрона. Порошок, полученный этим методом характеризуется высокой степенью сферичности получаемых частиц и отсутствием в них газовых пор [4]. Однако, метод PREP менее производителен, чем GA, а порошки, полученные с его использованием, дороже.

В аддитивном производстве к порошковым материалам предъявляют высокие требования как к морфологии частиц (степени сферичности, отсутствию сателлитов), так и к минимальному количеству внутренних газовых пор. Рассматриваемая в настоящей работе сфероидизация в потоке индуктивно-связанной плазмы частиц порошка никелевого жаропрочного сплава ПР-08ХН53БМТЮ, полученного методом газовой атомизации, посвящена повышению качества порошковых материалов для аддитивных технологий.

Методы исследования

Обработку порошковых материалов проводили с использованием лабораторного плазмохимического реактора. В его состав входит кварцевый плазматрон, расположенный вертикально и состыкованный с конденсационной камерой из нержавеющей стали. В плазматроне организованы три газовых потока. Внешний, радиально закрученный поток, распространяется между внешней и промежуточной кварцевыми трубками и обеспечивает изоляцию плазменного факела от кварцевых стенок и их охлаждение. Промежуточный поток, формируемый в пространстве между промежуточной кварцевой трубкой и центральной трубкой питателя, расположенной на оси плазматрона, используется для формирования плазменного факела и называется плазмообразующим. Центральный поток, поступающий в плазматрон через питатель, переносит частицы исходной шихты и называется транспортным.

Контроль параметров исходной шихты и конечного порошкового продукта осуществлялся методами оптической (микроскоп Axio Imager фирмы Carl Zeis) и электронной (рабочая станция Auriga CrossBeam фирмы Carl Zeiss) микроскопии, фракционный состав исследовался с использованием лазерного дифракционного анализатора Mastersizer 3000 (Malvern). Коэффициент удлинения L частиц порошка рассчитывался по формуле: $L = 1 - D_b/D_a$, где D_a и D_b – малая и большая оси эллипса, в который вписана частица, соответственно. Элементный химический поверхности и среза частиц порошка определяли с применением приставки к электронному микроскопу для локального рентгеноспектрального энергодисперсионного микроанализа INCA X-Max (Oxford, Великобритания). Валовое содержание кислорода в порошке до и после плазменной обработки определяли с использованием анализатора ONH836 (Leco). Плазменную обработку порошка проводили в атмосфере аргона (99,987% чистоты). Для создания восстановительной атмосферы в реакторе к

плазмообразующему газу добавляли 0,5-1,5 л/мин водорода, полученного в генераторе чистого водорода ГВЧ36Д (НПП Химэлектроника). В качестве исходных материалов применяли порошок жаропрочного никелевого сплава ПР-08ХН53БМТЮ (АО Полема, Тула), фракции 40-100 мкм, полученный методом пневматической атомизации.

Экспериментальная часть

До обработки частиц порошка сплава ПР-08ХН53БМТЮ в индуктивно-связанной плазме были исследованы основные морфологические параметры его частиц и определено исходное распределение химических элементов в поперечном сечении частиц порошка. На рис. 1 представлены СЭМ изображения частиц исследуемого порошка до его обработки (а), распределение химических элементов в поперечном сечении шлифа частицы (б), функции распределения частиц по размерам (в) и их относительному удлинению (г).

Видно, что исходный порошок имеет однородное распределение частиц по размерам с максимумом вблизи 63 мкм. Только порядка 40% частиц имеют идеально сферическую форму, у остальных наблюдаются как сателлиты, так и более серьезные отклонения от сферичности. Такая морфология частиц характерна для порошка, полученного методом пневматической атомизации.

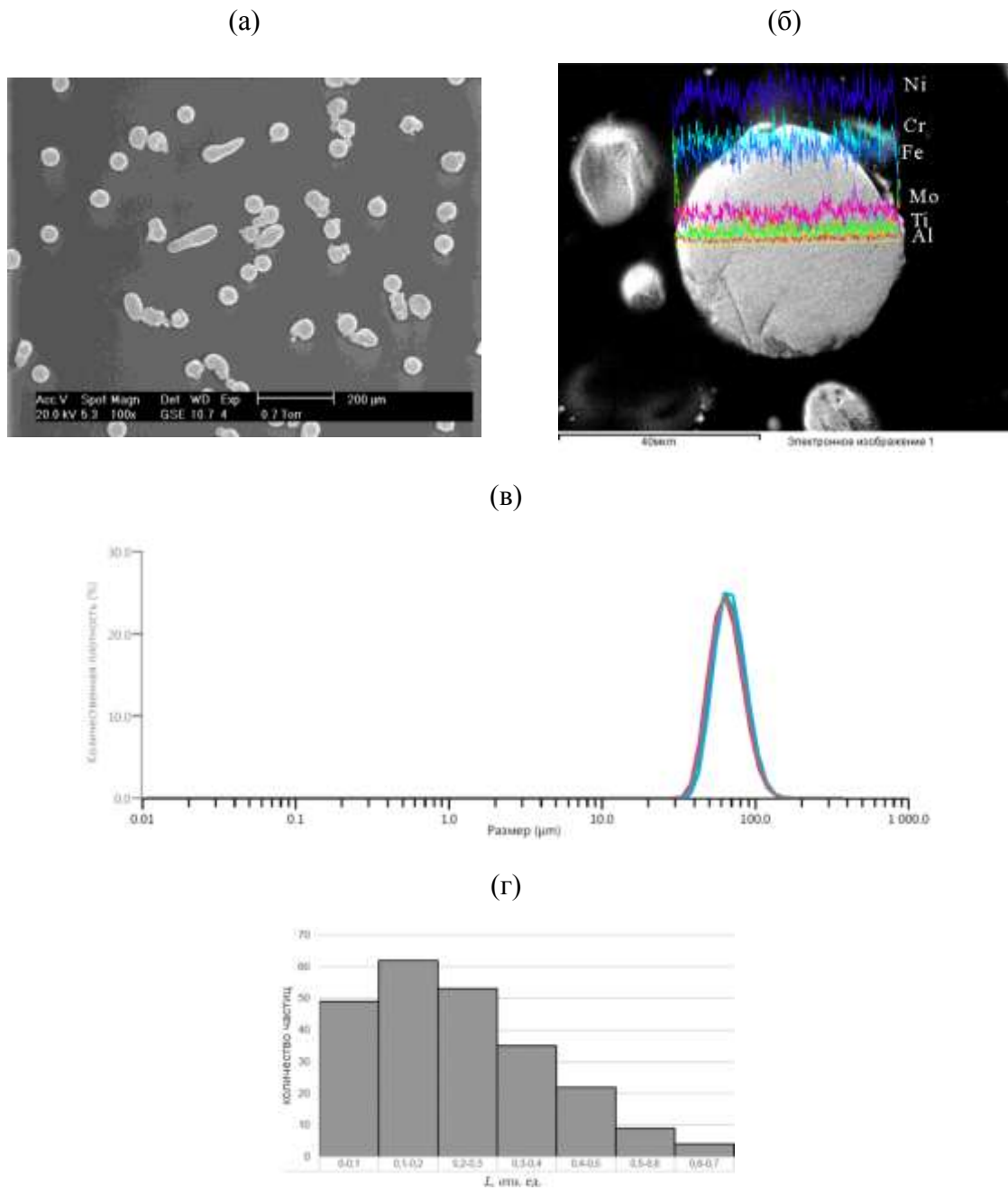


Рис. 1 – СЭМ изображения частиц исследуемого порошка до его обработки в плазме (а), распределение химических элементов в поперечном сечении шлифа частицы (б), функции распределения частиц по размерам (в) и относительному удлинению (г)

После обработки порошка в аргоновой плазме был повторно проведен комплекс исследований морфологических и структурных свойств полученного материала. Форма частиц после плазменной обработки стала на 80–90% сферической. Фракционный состав тоже изменился – максимум

распределения сместился до 35 мкм. Это может быть связано с отсутствием у частиц сателлитов и повышением степени сферичности порошка.

Интересный результат получается при исследовании пространственного распределения в поперечном сечении частицы концентрации химических элементов, составляющих сплав ПР-08ХН53БМТЮ.

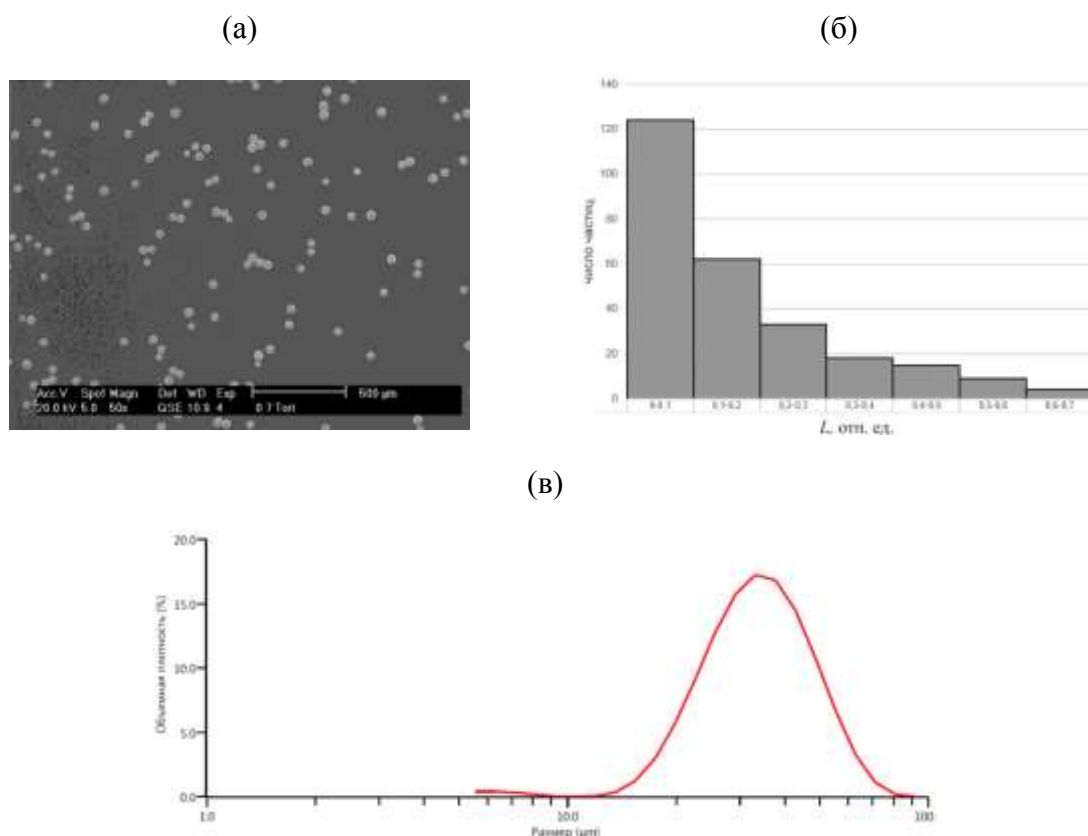


Рис. 2 – СЭМ изображения частиц исследуемого порошка после его обработки в аргоновой плазме (а), функции распределения частиц по их относительному удлинению (б) и размерам (в)

В отличие от исходного, однородного распределения, после обработки в плазме происходит обособление легирующих компонент сплава на периферии сферы, а Ni обособляется в центре в виде ядра (рис.3). Наиболее ярко выражен эффект обособления у Cr (Рис.3 б), менее – у Nb и Mo (Рис.3 д, е). На границе раздела между никелевым ядром и оболочкой отчетливо заметно увеличение концентрации Nb и Mo (Рис.3 д, е).

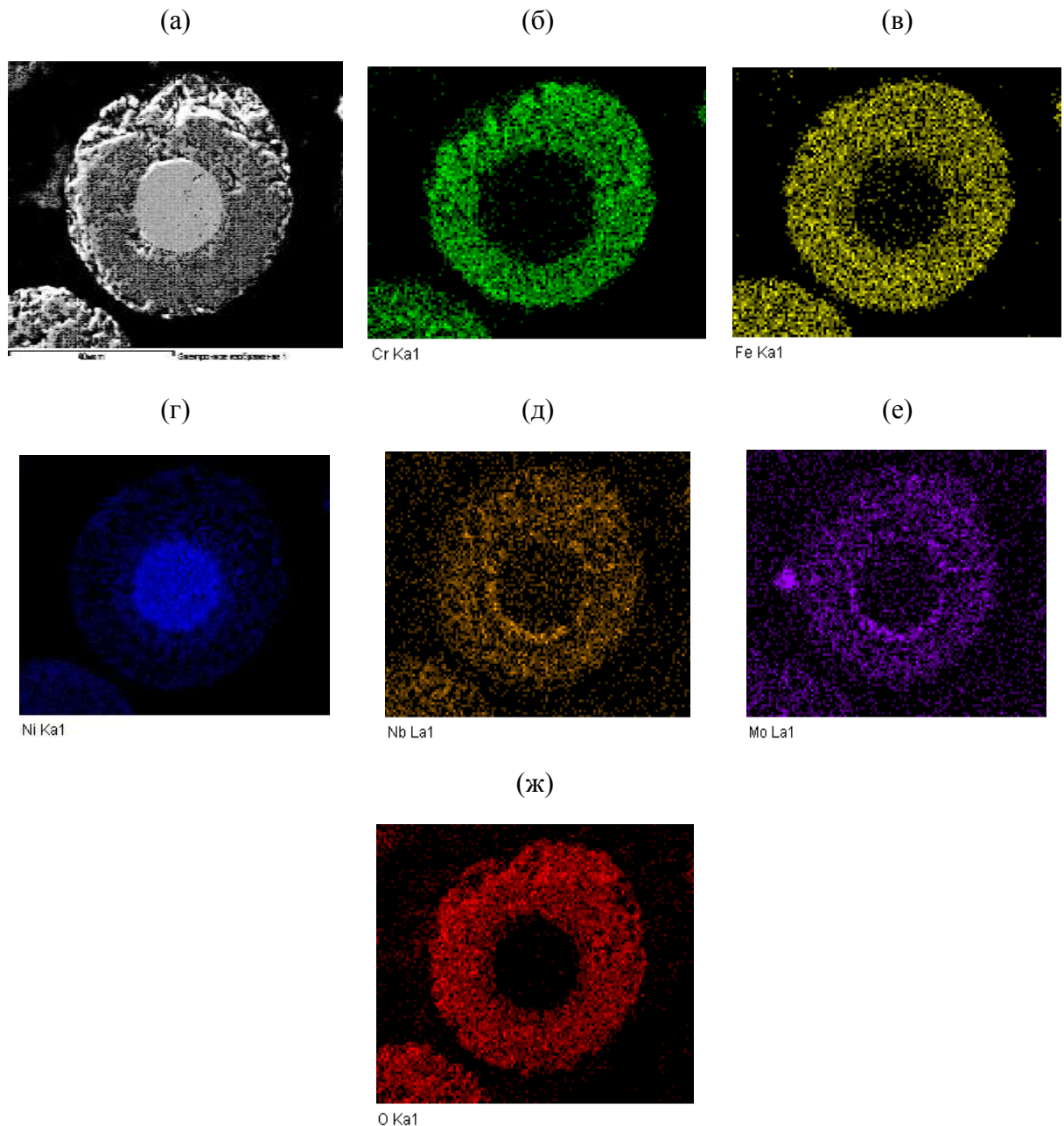


Рис. 3 – Шлиф частицы, обработанной в аргоновой плазме: СЭМ изображение (а), пространственное распределение в его поперечном сечении концентрации Cr, Fe, Ni, Nb, Mo и O (б)-(ж) соответственно

Наблюдаемое изменение химического состава сказывается на структуре частицы, что хорошо заметно и на СЭМ изображении (Рис.3а).

Подобные эффекты описывались ранее в литературе для случая аддитивного изготовления изделий из порошка сплавов типа Inconel 718 [5]. При отвердевании расплава In718 в междендритном пространстве формируются участки, аномально богатые Nb, Mo и Ti – так называемые фазы Лавеса. Это может приводить к изменению структуры образцов и их

механических свойств. В нашем случае стремление легирующих компонент к периферийной области частицы может быть объяснено сродством этих химических элементов к кислороду, который в незначительных количествах (0,002%) присутствует в используемом сорте аргона. Измерение пространственного распределения концентрации кислорода в поперечном сечении частицы подтвердило наше предположение – кислород присутствует в частице точно по границе оболочки (Рис.3 ж).

Для связывания кислорода в рабочей зоне плазматрона в последующих экспериментах в плазмообразующий газ добавляли 0,5-1.5% водорода. Результаты исследования шлифа сфероидизированного в присутствии H_2 порошка сплава ПР-08ХН53БМТЮ приведены на рис. 4.

СЭМ изображение (рис.4 а) и результаты картирования содержания Cr, Fe, Ni, Nb и Mo вдоль диаметра шлифа частицы продемонстрировали однородность структуры и химического состава частицы. Содержание O_2 в образце порошка после обработки в Ar- H_2 плазме снизилось (630 ± 10 ppm) по сравнению с исходным порошком (755 ± 10 ppm)).

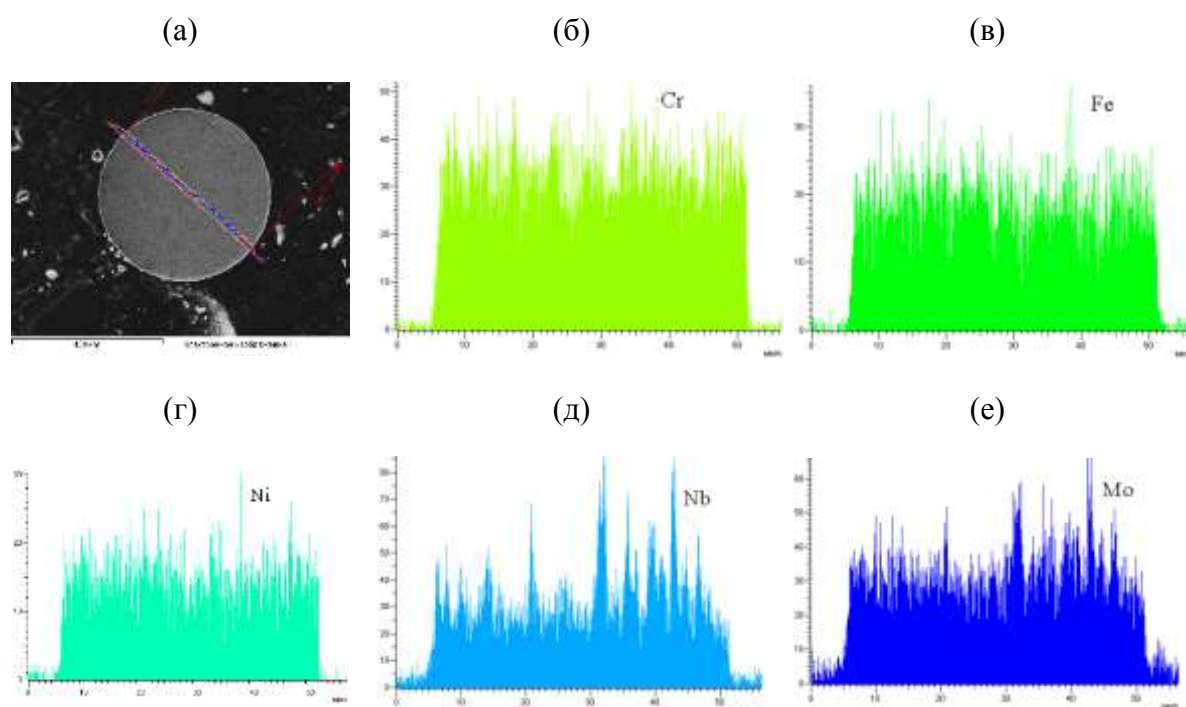


Рис. 4 – Шлиф частицы, обработанной в аргоново-водородной плазме: СЭМ изображение (а), пространственное распределение в его поперечном сечении концентрации Cr, Fe, Ni, Nb и Mo (б)-(е) соответственно

Выводы и рекомендации

Результаты проведенных исследований продемонстрировали возможность сфероидизации порошков никелевых жаропрочных сплавов в потоке ИСП с сохранением однородных структуры и химического состава частиц. Установлено, что присутствие в плазмообразующем газе примеси кислорода приводит к сегрегации ряда химических элементов в частицах порошка ПР-08ХН53БМТЮ в ходе их плазменной обработки. Показано, что добавка 0.5-1.5 % водорода к плазмообразующему газу полностью исключает эффекты сегрегации.

Благодарности

Исследования выполнены при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (государственный контракт №14.Z50.31.0023 и 9.3236.2017/4.6) и Российского фонда фундаментальных исследований совместно с Академией наук Республики Татарстан (договор №18-42-160015\18)

Литература

1. Paulonis, D.F. and Schirra, J.J., Alloy 718 at Pratt & Whitney – historical perspective and future challenges, In book: Superalloys 718, 625, 706 and various derivatives. Edited By EA Loria, TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 2001 P.13–23.
2. Jia, Q., Gu D. Selective laser melting additive manufactured Inconel 718 superalloy parts: High-temperature oxidation property and its mechanisms // Optics & Laser Technology, 2014, V.62, pp.161-171 DOI: <http://dx.doi.org/10.2016/j.optlastec.2014.03.0080030-3992/>
3. Zhang, Q.L., Yao, J.H., Mazumder, J. Laser Direct Metal Deposition Technology and Microstructure and Composition Segregation of Inconel 718

Superalloy // Journal of Iron and Steel Research International, 2011, V.18, N.4, pp.73-78 DOI: 10.1016/S1006-706X(11)60054-X

4. Zhong C. A comparative study of Inconel 718 formed by High Deposition Rate Laser Metal Deposition with GA powder and PREP powder / C. Zhong, J. Chen, S. Linnenbrink, A. Gasser, S. Sui, R. Poprawe // Materials and Design, 2016, V.107, P.386–392.

5. Gao, Z.J., Zhang, G.Q., Li, Z., Yuan, H., Xu, W.Y., Zhang, Y. Surface Segregation and Oxidation Behavior of Superalloy Powders Fabricated by Argon Atomization // High Performance Structure Materials, 2013, Серия книг: Materials Science Forum V.747-748, pp.518-525 DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.747-748.518

УДК 544.032.6

Создание композитных покрытий с демпфирующими свойствами на авиационных деталях методом аддитивного производства

Никифоров С.А.¹, Горунов А.И.¹, Лещева А.С.¹, Абанина Д.Д.¹,
Гильмутдинов А.Х.¹, д.ф.-м.н.

sergiys210395@gmail.com

¹*Казанский национальный исследовательский технический университет им. А.Н. Туполева-КАИ (КНИТУ-КАИ)*

Аннотация:

В данном докладе представлены результаты эксперимента по созданию композитного материала с помощью технологии Direct Metal Deposition (DMD). Описана технология создания и результаты анализа структуры на прочность.

Ключевые слова:

ЭП517-Ш, Colmonoy 62, 316L, прямое лазерное напыление, упрочнение, композит, демпфер.

Повышенные требования к прочностным и функциональным свойствам в авиации требуют совершенствовать и расширять методы изготовления и обработки деталей. Придание уже изученным сплавам, которые хорошо себя зарекомендовали в авиации, композитных свойств позволит продлить срок службы изделий и снизить затраты на обслуживание самолетов [1]. Поставим следующие вопросы:

1. Создание одновременно прочной оболочки и податливой прослойки;
2. Произвести упрочнение с помощью технологии Direct Metal Deposition.

В данной работе представлены результаты упрочнения стали ЭП517-Ш порошком Colmonoy 62, через прослойку 316L.

Сталь ЭП517-Ш хорошо себя зарекомендовала в авиастроении. Коррозионностойкая жаропрочная деформируемая сталь 15X12H2МВФАБ-Ш (ЭП517-Ш) обеспечивает высоконагруженным деталям, работающим в условиях высоких температур, хорошие прочностные характеристики до температуры 650 С. Поэтому она нашла самое широкое применение при изготовлении валов турбин низкого и среднего давления газотурбинных двигателей, работающих при температурах 300...450°С. Использование же технологии DMD позволяет восстановить и упрочнить изделия из материалов с улучшенными характеристиками за меньшее время и с меньшими затратами, чем это позволяют традиционные технологии. Взятый нами порошок Colmonoy 62 позволит детали обрести устойчивость к абразивному, коррозионному и ударному износам. Номинальная композиция Colmonoy 62 в %: Ni 3B 4.5Si 4Fe 14Cr 0.7C. Коррозионностойкая сталь AISI 316L относится к аустенитному классу. Данная марка является низко-углеродной версией стали AISI 316. Благодаря этому она лучше подходит для производства сварных конструкций. Также из нее изготавливают разнообразное оборудование для химической, пищевой, бумажно-целлюлозной, горнодобывающей и нефтехимической промышленности [2].

Отечественными аналогами стали AISI 316L служат марки 03X17H14M3 и 04X17H13M2. Химический состав в %: Cr (16-18), Ni (10-14), C (0,03), Si (1), Mn (2), P (0,045) S (0,03) и Mo (2-3).

Обработка ЭП517-Ш происходила в 2 этапа: наплавка стали 316L на ЭП517-Ш и наплавка Colmonoy 62 на 316L. Результатом послужил композиционный материал с прочной оболочкой и способной гасить внешние ударные или колебательные процессы.

Результатом последовательной наплавки послужили следующие структуры (Рисунок 1, 2).

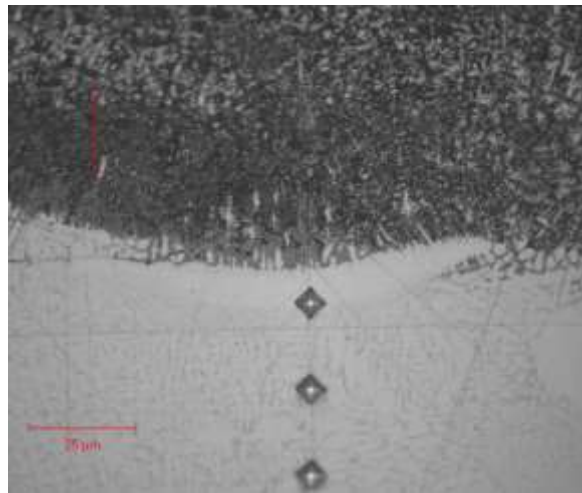


Рис. 1 – Наплавка Colmonoy 62 на 316L

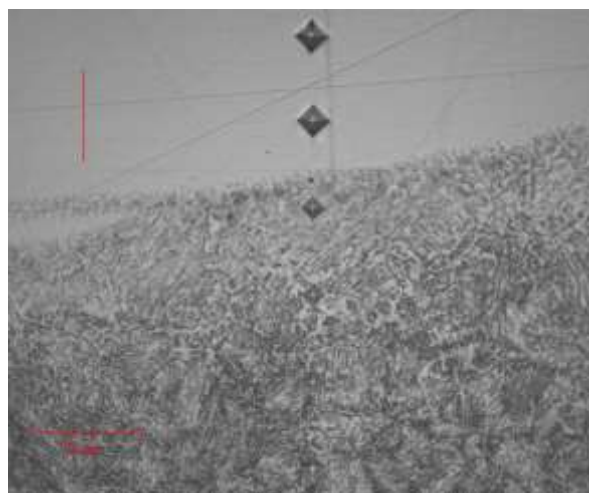


Рис. 2 – Наплавка 316L на ЭП517-Ш

Для анализа микроструктуры получаемых образцов использовался оптический микроскоп Axio Observer A1m Carl Zeiss с программным обеспечением Tixomet. Образцы, перед анализом последовательно

шлифовались набором алмазных шлифовальных дисков (220 grit, 500 grit) и полировались с использованием алмазных суспензий (9 мкм).

При анализе 316L наблюдается четкие границы сплавления, размеры переходной зоны составляют 4 мкм. Обеспечивается структурная однородность сплава наплавки в различных микроучастках, наплавленный слой плотный, отсутствуют включения, усадочные раковины, поры, кристаллизационные трещины.

ЭП517-Ш и Colmonoy 62 представляют собой выраженную дендритную структуру, без видимых аморфных состояний, включений и сколов..

Ниже представлен график (Рисунок 3) распределения твердости на всей глубине композита и её значения (Таблица 1).

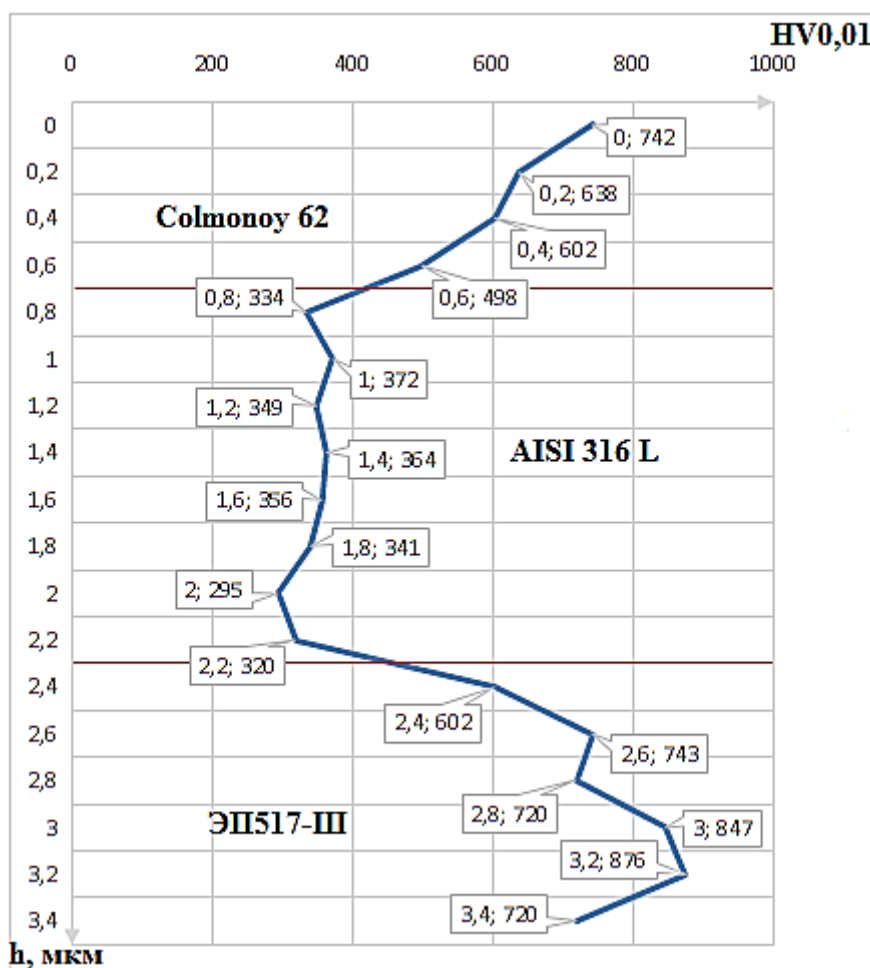


Рис. 3 – График распределения твердости композита в глубину

Таблица 1

Значения твердости материалов в композите

| Глубина, мкм | HV0,01 | Материал |
|--------------|--------|-------------|
| 0 | 742 | Colmonoy 62 |
| 0,2 | 638 | Colmonoy 62 |
| 0,4 | 602 | Colmonoy 62 |
| 0,6 | 498 | 316L |
| 0,8 | 334 | 316L |
| 1 | 372 | 316L |
| 1,2 | 349 | 316L |
| 1,4 | 364 | 316L |
| 1,6 | 356 | 316L |
| 1,8 | 341 | 316L |
| 2 | 295 | 316L |
| 2,2 | 320 | 316L |
| 2,4 | 602 | ЭП517-Ш |
| 2,6 | 743 | ЭП517-Ш |
| 2,8 | 720 | ЭП517-Ш |
| 3 | 847 | ЭП517-Ш |
| 3,2 | 876 | ЭП517-Ш |
| 3,4 | 720 | ЭП517-Ш |

Выводом данной работы можно сделать следующее. Лабораторные данные показали, что возможно произвести композит с демпфирующими свойствами из представленных выше сплавов. Более того, с помощью набирающей оборот технологии Direct Metal Deposition, это возможно для деталей авиации сложной геометрической формы. Или создание детали с устойчивыми к колебаниям свойствами с нуля.

Литература

1. *Яресько С. И.* Физические и технологические основы упрочнения твердых сплавов. Самара: изд-во Самарского научного центра РАН, 2006. 244 с.
2. *Григорьянц А. Г., Шиганов И. Н., Мисюров А. И.* Технологические процессы лазерной обработки. М.: Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана. 2006. 246 с.

УДК 539.3

**Теоретический анализ прочности полимерного слоя,
изготавливаемого по аддитивной технологии
центробежного нанесения материала**

Паршин Д.А.¹, к.ф.-м.н.

parshin@ipmnet.ru

¹*Институт проблем механики им. А.Ю. Ишлинского РАН, Москва*

Аннотация:

С помощью современных подходов механики наращиваемых деформируемых твердых тел разработана неклассическая математическая модель для прогнозирования НДС полимерного слоя, постепенно формируемого на вращающейся подложке за произвольное число этапов непрерывного центробежного нанесения материала. На основе проведенных расчетов обнаружено множество не известных ранее механических эффектов и даны соответствующие рекомендации практического характера.

Ключевые слова:

аддитивное изготовление, центробежное нанесение, полимерный слой, технологические напряжения, остаточные напряжения.

Введение

Спецификой разного рода аддитивных технологических процессов изготовления твердых тел является постепенное увеличение размеров этих тел вследствие послойного притока к их поверхности дополнительного материала. В большинстве случаев в течение таких процессах невозможно исключить действие на изготавливаемое тело тех или иных внешних механических нагрузок, которые возникают в силу конкретных особенностей рассматриваемого аддитивного процесса. Часто в качестве механических нагрузок в аддитивных процессах выступают массовые силы. В частности, к ним относятся силы инерции движения формируемого тела как жесткого целого. Так, центробежные силы инерции нельзя не принимать во внимание при анализе технологий центробежного нанесения материала, применяемых для изготовления или усиления осесимметричных изделий, а также для нанесения на такие изделия различных слоев покрытий. Моделированию именно таких технологий с точки зрения механики деформируемого твердого тела (МДТТ) и посвящено представляемое исследование.

Проблематика исследования

Действующие на аддитивно изготавливаемое тело нагрузки будут, очевидно, вызывать появление и дальнейшее развитие во всем этом теле полей напряжений и деформации. Соответствующее – технологическое – напряженно-деформированное состояние (НДС) получаемого твердого тела может характеризоваться весьма существенными количественными величинами. Технологические напряжения и деформации могут, с одной стороны, стать причиной значимых искажений геометрии формируемого изделия или вообще его разрушения, причем, возможно, уже в процессе изготовления. С другой же стороны, в определенном смысле удачно распределенные остаточные технологические напряжения и деформации, вызванные действовавшими на тело в процессе его изготовления нагрузками и сохраняющиеся в готовом изделии по завершении этого процесса, могут в

какой-то степени компенсировать напряжения или деформации от различных негативных воздействий на изделие во время его дальнейшей эксплуатации. Последнее обстоятельство будет, безусловно, способствовать увеличению прочности, жесткости, устойчивости, несущей способности или долговечности полученного изделия либо определенному расширению его функциональных возможностей. Совершенно ясно, что целенаправленное обеспечение выгодных распределений характеристик технологического НДС изготавливаемых изделий может оказаться возможным лишь при детальном понимании механизмов его формирования в конкретном технологическом процессе изготовления изделий. Для эффективного же управления этим процессом с целью получения НДС с заранее предписанными свойствами необходимо, кроме того, еще и располагать адекватным количественным описанием этих механизмов. Последнее, очевидно, может быть достигнуто только путем математического моделирования используемого для изготовления изделий технологического процесса с позиций механики.

Применяемый подход

Итак, при механическом исследовании аддитивных процессов действие всех нагрузок на формируемое тело необходимо учитывать одновременно с кинематическими и силовыми особенностями постепенного притока к поверхности этого тела нового материала, имеющими место в рассматриваемом технологическом процессе. Нетрудно убедиться, что подобный учет в принципе не может быть корректно осуществлен в рамках классической МДТТ – даже при рассмотрении традиционных уравнений и граничных условий в переменной во времени области пространства, занимаемой формируемым телом в текущий момент времени. Действительно, классическая постановка задач МДТТ всегда предполагает существование у всего рассматриваемого тела в целом такой конфигурации, обычно называемой натуральной, в которой отсутствуют напряжения. Именно от такой конфигурации тела отсчитываются традиционные меры его

деформации, которые ставятся в соответствие его напряженному состоянию с помощью конкретных определяющих соотношений. Однако аддитивно формируемое тело в общем случае не может обладать натуральной конфигурацией (в отличие, к примеру, от тела, с поверхности которого постепенно удаляется материал), поскольку в то время как одни материальные элементы такого тела уже деформируются совместно с ним, другие пока еще не вошли в его состав. Из этого фундаментального факта с очевидностью вытекает утверждение о том, что постановка задач механики для аддитивно формируемых тел обладает целым рядом специфических черт, и поэтому эти задачи должны составлять особый класс задач МДТТ. Подходы к постановке и исследованию этого класса задач и математические методы их решения в последнее время активно и успешно разрабатываются в рамках отечественной научной школы по механике растущих тел, созданной профессором А.В. Манжировым. С некоторыми последними результатами, достигнутыми в этом направлении механики, можно ознакомиться, например, по работам [1–7].

Постановка задачи

Настоящая работа посвящена исследованию проблем механики, связанных с постепенным центробежным нанесением на внутреннюю поверхность осесимметричной цилиндрической подложки равномерного по толщине слоя полимерного материала. Угловая скорость ω вращения подложки вокруг своей оси в моделируемом аддитивном процессе может произвольно меняться с течением времени t . При этом, однако, считается, что производная $\omega'(t)$ задаваемой функции $\omega(t)$ имеет не слишком высокие значения, то есть

$$|\omega'(t)| \ll \omega^2(t), \quad (1)$$

что соответствует достаточно плавному варьированию скорости вращения подложки в процессе нанесения на нее материала. Условие (1), накладываемое в рассматриваемой задаче, позволяет пренебречь

тангенциальными силами инерции вращения формируемого слоя материала вместе с подложкой по сравнению с соответствующими центробежными силами. Также предполагается, что мгновенное взаимодействие наносимого дополнительного материала с поверхностью постепенно формируемого слоя осуществляется таким образом, что потенциально возможные динамические эффекты от этого взаимодействия не являются существенными. Поэтому можно пренебречь и силами инерции деформирования формируемого слоя по сравнению с центробежными силами инерции его вращения вместе с подложкой и рассматривать соответствующую задачу механики в квазистатической постановке.

В рассматриваемом процессе многослойного нанесения материала на вращающуюся подложку толщина каждого дополнительного элементарного слоя, формируемого на поверхности растущего осесимметричного тела за один его оборот вокруг своей оси, считается весьма малой по сравнению с радиусом этого слоя. Это, во-первых, означает, что скорость притока к формируемому телу дополнительного материала в окружном направлении много выше скорости его притока в радиальном направлении, что позволяет моделировать рассматриваемый процесс центробежного нанесения материала осесимметричным аддитивным процессом пополнения формируемого тела новым материалом одновременно по всей внутренней поверхности. Во-вторых, указанное допущение дает возможность моделировать этот процесс как непрерывный, в котором за каждый бесконечно малый промежуток времени к формируемому телу присоединяется бесконечно тонкий слой дополнительного материала. Таким образом, переменный внутренний радиус $R_{\text{int}}(t)$ формируемого слоя будет непрерывной функцией времени t . Внешний радиус R_{ext} формируемого слоя на протяжении всего процесса совпадает с радиусом рабочей поверхности используемой подложки. Пренебрегая податливостью последней по сравнению с податливостью формируемого на ней слоя, мы считаем его

внешний радиус неизменным во времени: $R_{\text{ext}} = \text{const}$.

Следует отметить, что последнее допущение не является принципиальным в предлагаемой в настоящей работе модели. С одной стороны, оно принимается для упрощения анализа всех получаемых соотношений. С другой же стороны, отсутствие в модели деформационного отклика подложки на оказываемое на нее давление со стороны наносимого материала, стремящегося расшириться под действием центробежных сил, позволяет дать рафинированную демонстрацию тех механических эффектов, которые возникают при послойном формировании тела при одновременном действии на него поля массовых сил, в данном случае сил инерции вращательного движения, – независимо от влияния деформационных процессов, протекающих в той части рассматриваемого тела, которая существовала до организации притока к нему дополнительного материала (если слой дополнительного материала присоединяется к поверхности некоторого тела, уже находящегося в процессе деформирования под действием каких-либо внешних воздействий, то в процесс деформирования неизбежно вовлекается и присоединившийся слой).

Цели исследования

Целями проводимого исследования являются: построение механической модели описанного выше аддитивного процесса нанесения центробежным способом слоя полимерного материала на цилиндрическую подложку; прогнозирование эволюции НДС наносимого слоя под действием центробежных сил инерции его вращательного движения вместе с подложкой; выявление характерных особенностей этой эволюции; объяснение наблюдаемых в моделируемом процессе механических эффектов; формулировка выводов и представление рекомендаций практического характера, которые следует учитывать при проектировании и организации аддитивных процессов центробежного нанесения материала.

Описание механического поведения используемого материала

Как известно (см., например, [8]), полимерные материалы проявляют ярко выраженные реологические свойства. Их деформационный отклик на приложенные нагрузки обладает последствием (запаздыванием деформации), и при этом, как правило, их механические характеристики существенно изменяются с возрастом независимо от действующих напряжений. Последний эффект, называемый старением, проявляется в уменьшении со временем податливости материала, то есть в ослаблении его деформационного отклика, как мгновенного, так и способного развиваться далее с течением времени.

Аддитивные процессы, в которых формируются тела из материалов, обладающих подобным поведением, весьма сложны для моделирования. Это объясняется непрерывным взаимодействием развивающейся во времени деформационной реакции формируемого тела на действующие на него нагрузки, с одной стороны, и возникающим перераспределением напряжений во всем теле за счет его пополнения новыми материальными элементами, с другой стороны. Несмотря на это, исследование именно такого рода аддитивных процессов весьма актуально с точки зрения разнообразных технологических приложений.

В настоящей работе используется модель механического поведения полимерного материала, описываемая в рамках линейной наследственной теории вязкоупругости стареющих изотропных сред [9]. Связь между тензором напряжений \mathbf{T} и тензором малой деформации \mathbf{E} для такой среды имеет вид

$$H_{\tau_0} \mathbf{T} = 2\mathbf{E} + (\kappa - 1) \mathbf{1} I_1[\mathbf{E}], \quad \kappa = (1 - 2\nu)^{-1},$$

где $\mathbf{1}$ — единичный тензор 2-го ранга, I_1 — линейный инвариант тензора, ν — постоянный коэффициент Пуассона для мгновенной упругой деформации и развивающейся со временем деформации ползучести. Эта связь содержит интегральный оператор Вольтерра по времени

$$H_{\tau_0} f(t) = \frac{f(t)}{G(t)} - \int_{\tau_0}^t \frac{f(\tau)}{G(\tau)} K(t, \tau) d\tau, \quad (2)$$

где $G(t)$ — упругий модуль сдвига материала в возрасте t , $K(t, \tau)$ — ядро ползучести, которое может быть выражено через различные характеристики материала — описывающие его поведение при том или ином элементарном напряженном состоянии. Например, с использованием характеристик для чистого сдвига будет

$$K(t, \tau) = G(\tau) \frac{\partial}{\partial \tau} \left[\frac{1}{G(\tau)} + c_{\text{shear}}(t, \tau) \right], \quad (3)$$

где $c_{\text{shear}}(t, \tau)$ — мера ползучести при чистом сдвиге, $c_{\text{shear}}(\tau, \tau) \equiv 0$. Функцию от переменных t и τ , задаваемую выражением в квадратных скобках в (3), называют обычно функцией удельной деформации при чистом сдвиге. Она описывает развитие с течением времени t сдвиговой деформации, вызванной возникшим в образце в момент времени τ и не изменяющимся далее напряженным состоянием чистого сдвига, отнесенной к величине действующего сдвигового напряжения. Параметр τ_0 у оператора (2) имеет смысл момента времени возникновения напряженного состояния в окрестности рассматриваемой точки твердого тела.

Характерные экспериментальные кривые ползучести, представляющие развитие с течением времени удельной деформации образцов, выполненных из материалов с описанными выше деформационными свойствами, для различных возрастов, в которых к ним прикладывается нагрузка, можно найти, например, в [10].

Обсуждение особенностей исследуемой задачи

Поскольку в моделируемых процессах деформируемое твердое тело не существует в своем окончательном составе до приложения нагрузок, а пополняется новыми материальными элементами уже по ходу деформирования, вызванного их действием, то момент τ_0 появления напряжений в точках такого тела будет меняться от точки к точке, а не будет

постоянной величиной.

Таким образом, нижний предел интегрирования в (2) в моделируемых процессах должен задаваться некоторой функцией $\tau_0 = \tau_0(\mathbf{r})$ радиус-вектора \mathbf{r} точек тела. Конкретный вид этой функции будет определяться программой формирования тела, реализуемой в рассматриваемом аддитивном процессе. В нашем случае в силу осевой симметрии аддитивного процесса будет, очевидно, $\tau_0(\mathbf{r}) = \tau_0(\rho)$, где ρ – расстояние от данной точки \mathbf{r} наносимого на подложку слоя материала до совпадающей с осью симметрии оси его вращения. При этом функция $\tau_0(\rho)$ при $R_{\text{int}}^{\text{fn}} < \rho < R_{\text{ext}}$, где $R_{\text{int}}^{\text{fn}}$ – финальное (достигаемое к моменту окончания процесса изготовления) значение внутреннего радиуса слоя, должна определяться из условия $R_{\text{int}}(\tau_0(\rho)) \equiv \rho$, означающего, что ненулевые напряжения в окрестности рассматриваемой точки формируемого слоя материала возникают непосредственно в момент включения этой точки в его состав.

Элементы дополнительного материала, присоединяемые к рассматриваемому телу в процессе его постепенного формирования, могут в силу тех или иных механических, физических или химических особенностей этого процесса приобретать в момент присоединения некоторое нетривиальное напряженное состояние. Учет начальных напряжений в элементах любого формируемого в аддитивном процессе твердого тела должен быть неотъемлемой составляющей формулировки корректных граничных условий на той части его поверхности, к которой притекает новый материал. Эта часть граничной поверхности формируемого тела называется обычно поверхностью его роста. В настоящей работе рассматривается случай, когда при нанесении частиц дополнительного материала на поверхность роста изготавливаемого слоя — его внутреннюю поверхность $\rho = R_{\text{int}}(t)$ – эта поверхность не испытывает на себе действия каких-либо внешних нагрузок. Иными словами, начальные напряжения в точках

формируемого слоя, задаваемые в этих точках в том момент времени, когда через них проходит поверхность роста, согласуются с нулевой нагрузкой на этой поверхности:

$$\mathbf{e}_\rho \cdot \mathbf{T}|_{t=\tau_0(\rho)} = \mathbf{0}, \quad \mathbf{e}_\rho = \frac{\partial \mathbf{r}}{\partial \rho} / \left| \frac{\partial \mathbf{r}}{\partial \rho} \right|,$$

где $\mathbf{e}_\rho = \mathbf{e}_\rho(\mathbf{r})$ – единичный вектор, задающий радиальное направление в плоскости поперечного сечения изготавливаемого цилиндрического слоя.

Задача о деформировании изготавливаемого цилиндрического слоя решается в приближении плоского деформированного состояния. Рассматривается случай малой деформации. Ввиду последнего обстоятельства не имеет смысла учет деформационной составляющей в зависимости $R_{\text{int}}(t)$ уменьшающегося вследствие притока дополнительного материала внутреннего радиуса формируемого слоя от времени. Эту зависимость можно считать заданной в силу реализуемой программы нанесения материала. Таким образом, функция $R_{\text{int}}(t)$ есть известная функция, строго убывающая на тех временных промежутках, на которых осуществляется нанесение материала, и постоянная на тех временных промежутках, на которых приток дополнительного материала к формируемому слою временно или окончательно прекращен, то есть в паузах между отдельными этапами непрерывного нанесения материала и после окончательного завершения процесса изготовления слоя.

В контексте исследуемой в настоящей работе задачи необходимо еще обратить внимание на следующие обстоятельства. Если бы речь шла об аддитивном формировании чисто упругого тела, то скорость изменения его НДС в каждой точке определялась бы только мгновенными характеристиками процессов его нагружения и пополнения новым материалом; после прекращения формирования, фиксации или снятия нагрузок и кинематических связей состояние тела более бы не изменялось.

Иначе обстоит дело в случае использования материала, который по своим механическим свойствам является вязкоупругим и стареющим. Здесь уже характер развития НДС всего формируемого тела в каждый момент времени зависит от полной предыстории формирования и нагружения тела, то есть от продолжительности нахождения различных материальных элементов в его составе, от возраста их вхождения в этот состав и от законов изменения приложенных к телу нагрузок во все предшествующие данному моменты времени. При этом в паузах между этапами непрерывного притока к телу нового материала, а также после завершения изготовления тела его НДС будет продолжать меняться во времени, стремясь к некоторым своим итоговым характеристикам.

Методика исследования

Постановки начально-краевых задач механики на всех этапах непрерывного нанесения материала, в паузах между этими этапами и по завершении рассматриваемого аддитивного процесса являются неклассическими в МДТТ. Они формулируются в терминах скоростей изменения характеристик НДС формируемого тела в переменной во времени области, занимаемой этим телом в текущий момент времени. Выставляемые начальные и краевые условия учитывают кинематическую и силовую специфику взаимодействия дополнительно присоединяемого материала с уже сформированной частью твердого тела по всей мгновенной поверхности его роста. Существенной математической трудностью при решении поставленных начально-краевых задач является зависимость момента начала развития напряжений в материале от точки формируемого тела ввиду неодновременности включения различных материальных элементов в процесс его деформирования. Разработанный математический аппарат позволяет преодолеть указанную трудность. Процедуру решения поставленных неклассических задач удастся свести к решению серии классических краевых задач механики с последующим обращением

определенных интегральных уравнений по времени для каждой точки окончательно сформированного тела. Решения соответствующих классических задач строятся аналитически в замкнутом виде, содержащем квадратуры, сложным образом зависящие от параметров моделируемого аддитивного процесса и реологических свойств материала. Вычисление этих квадратур и дальнейшее обращение интегральных уравнений проводится численными методами.

Полученные результаты и практически важные выводы

С помощью разработанной математической модели выполнены многочисленные числовые расчеты. В расчетах рассмотрен вариант центробежного нанесения материала, при котором особенности его вхождения в состав формируемого тела не приводят к появлению в последнем отличных от нуля начальных напряжений вблизи поверхности его роста.

Проведено сравнение распределений напряжений в аддитивно сформированном на подложке полимерном слое с соответствующими классическими распределениями в аналогичном слое, сцепленном с такой же подложкой и вращающемся вместе с ней вокруг своей оси, но полностью изготовленном заранее без каких-либо остаточных напряжений – еще до начала вращения. Последнее состояние находится из решения соответствующей классической задачи МДТТ, не учитывающей процесса формирования тела и предполагающей приложение к нему всех нагрузок уже в его окончательном составе. Продемонстрированы принципиальные качественные и количественные различия указанных распределений: они отличаются характером монотонности, положениями и величинами экстремальных значений, имеют разные интервалы знакопостоянства. Чрезвычайно важно указать на то, что выявленные различия обусловлены не собственно реологическими проявлениями в деформационном отклике используемого материала, а механическими особенностями самого

аддитивного процесса послойного формирования из него сплошного тела одновременно с действующими на это тело нагрузками. Можно показать (см., например, [1]), что при отсутствии реологических проявлений – в случае использования чисто упругого материала – продемонстрированные различия проявлялись бы еще более выражено, тогда как процесс ползучести в теле во время его постепенного формирования «смазывает» эти проявления.

Проанализирована эволюция технологического напряженного состояния формируемого полимерного слоя в процессе его изготовления. Показано, что интенсивность касательных напряжений, являющаяся важной с точки зрения оценки прочности изделия характеристикой его напряженного состояния, достигает максимума в непосредственной близости от подложки. Этот факт не может быть обнаружен на основании решения классической задачи механики о деформировании под действием центробежных сил сцепленного с вращающейся подложкой готового слоя материала, не учитывающей механических особенностей самого процесса изготовления этого слоя. Действительно, из такого решения следовало бы, что максимум названной характеристики напряженного состояния должен достигаться у свободной, наиболее отдаленной от подложки, поверхности слоя, что прямо противоречит результатам, полученным с учетом специфики аддитивного технологического процесса.

Продемонстрировано, что технологические напряжения в полимерном слое, возникающие в процессе его изготовления, определяющим образом зависят от скорости и характера протекания всего этого процесса. Так, наличие пауз в процессе нанесения материала приводит к качественному и весьма существенному количественному изменению картины технологического напряженного состояния готового слоя по сравнению с получаемой в непрерывном процессе.

Самой спецификой моделируемых технологических процессов обусловлено появление остаточных технологических напряжений в

получаемых в итоге изделиях. В работе найдены финальные распределения остаточных напряжений, устанавливающиеся в итоге в окончательно сформированном полимерном слое, в различных ситуациях: после остановки вращения по завершении формирования, а также после остановки вращения и отсоединения готового слоя от подложки, если последнее предусмотрено моделируемым технологическим процессом. Можно было бы ожидать, что напряжения, возникающие под действием центробежных сил в слое во время его нанесения, вместе с остановкой вращения и исчезновением этих сил должны принципиально снижать свои значения. Однако, как показывают проведенные расчеты, этого не происходит: например, максимальные значения сжимающих окружных напряжений и интенсивности касательных напряжений могут даже значительно возрасти после прекращения вращательного движения. Снижение уровня всех остаточных напряжений наблюдается лишь после отсоединения готового слоя от подложки, но этими напряжениями по-прежнему нельзя пренебречь по сравнению с теми, которые действуют во время центробежного нанесения материала.

Если готовый слой остается сцепленным с подложкой после прекращения центробежного нанесения материала, то, несмотря на отсутствие инерционных воздействий на не вращающийся более материальный слой, контактные напряжения на границе раздела этого слоя и подложки будут неограниченно долго оставаться сжимающими. Это обстоятельство, очевидно, препятствует самопроизвольному отслоению сформированного слоя от подложки, что особенно важно в тех случаях, когда предполагается его дальнейшее использование вместе с подложкой, на которую он был нанесен. Если же подложка использовалась в моделируемом процессе только в качестве технологической оснастки и после завершения процесса нанесения отсоединяется от слоя, то соответствующие остаточные радиальные напряжения будут сжимающими по всей толщине слоя, а остаточные окружные напряжения – растягивающими в той его части,

которая примыкала к подложке, и сжимающимися в остальной части.

Исследование выполнено в рамках государственного задания (тема № АААА-А17-117021310381-8), а также частично поддержано РФФИ (проекты №№ 18-01-00920-а, 18-01-00770-а, 17-51-45054-ИНД_а).

Литература

1. Манжиров А.В., Паршин Д.А. Влияние режима возведения на напряженное состояние вязкоупругой арочной конструкции, возводимой с использованием аддитивной технологии под действием силы тяжести // Изв. РАН. МТТ. 2015. № 6. С. 69–91.
2. Манжиров А.В., Паршин Д.А. Применение преднапряженных конструктивных элементов при возведении тяжелой вязкоупругой арочной конструкции с использованием аддитивной технологии // Изв. РАН. МТТ. 2016. № 6. С. 93–104.
3. Паршин Д.А. Аналитические решения задачи об аддитивном формировании неоднородного упругого шарового тела в произвольном нестационарном центральном поле сил // Изв. РАН. МТТ. 2017. № 5. С. 70–82.
4. Parshin D.A. The technological stresses in a vaulted structure built up on a falsework // Advanced Structured Materials. 2017. Vol. 46. P. 377–386.
5. Parshin D.A., Manzhirrov A.V. The mechanical problems on additive manufacturing of viscoelastic solids with integral conditions on a surface increasing in the growth process // Journal of Physics: Conference Series. 2018. Vol. 991. 012063.
6. Parshin D.A. Impact of the rate of the additive process of forming a heavy structure deforming in creep on the development of its technological stresses // AIP Conference Proceedings. 2018. Vol. 1959. 070029.
7. Manzhirrov A.V., Parshin D.A. Analytical solution of the mechanical

problem on additive thickening of aging viscoelastic tapers under nonstationary longitudinal end forces // Engineering Letters. 2018. Vol. 26, No. 2. P. 267–275.

8. Аскадский А.А. Деформация полимеров. М.: Химия, 1973. 448 с.
9. Арутюнян Н.Х., Манжиров А.В. Контактные задачи теории ползучести. Ереван: Изд-во АН АрмССР, 1990; Изд-во НАН РА, 1999. 318 с.
10. Struik L.C.E. Physical aging in amorphous polymers and other materials. Amsterdam: Elsevier, 1978. 229 p.

УДК 666.3.015, 669.01/.09

Получение металломатричных композиционных материалов с применением аддитивной технологии прямого лазерного выращивания

Промахов В.¹, к.т.н.; Жуков А.¹, д.ф-м.н.; Зиятдинов М.¹, д.т.н.;

Жуков И.¹, к.т.н.; Шульц Н.¹; Ковальчук С.¹; Корсмик Р.^{2,3};

Климова-Корсмик О.^{1,2,3}; Туричин Г.³

vvpromakhov@mail.ru, zhuk_77@mail.ru, ziatdinovm@mail.ru, gofra930@gmail.com,
schulznikita97@gmail.com, kovalchik.s.v@mail.ru, r.korsmik@ltc.ru, o.klimova@ltc.ru,
gleb@ltc.ru

¹*Национальный исследовательский Томский государственный университет, г. Томск*

²*Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, г. Санкт-Петербург*

³*Санкт-Петербургский государственный морской технический университет, Санкт-Петербург*

Аннотация:

В работе представлены результаты по синтезу новых металлокерамических композиционных порошков NiTi-TiB₂ и их использованию в качестве добавки для получения металломатричных композиционных материалов на основе сплава Inconel 625. Порошки NiTi-TiB₂ были получены с применением самораспространяющегося высокотемпературного синтеза. Сфероидизацию композиционных частиц NiTi-TiB₂ проводили в высокочастотном индукционном плазмотроне. Композиционные частицы NiTi-TiB₂ были перемешаны с металлическим порошком Inconel 625 дисперсностью 50–150 мкм. Методом прямого

лазерного выращивания из смесей порошков были получены образцы с разным содержанием керамики в металлической матрице. Проведены исследования процесса прямого лазерного выращивания. Определены особенности формирования структуры в металломатричных композиционных материалах с различным содержанием диборида титана. Продемонстрирована возможность использования ПЛВ для получения изделий из металлокерамических материалов. Определены перспективные направления дальнейших исследований для получения эффективных металломатричных композиционных материалов с применением аддитивных технологий.

Ключевые слова:

аддитивные технологии; синтез; порошок; композитные материалы; состав.

1. Введение

Опираясь на мировой опыт в развитии современных подходов материаловедения и новых технических решений необходимо признать, что изготовление узлов и отдельных деталей из новых конструкционных и функциональных материалов без развития аддитивного производства (АМ) осуществить невозможно. Внедрение аддитивного производства в промышленность обеспечит революционный прорыв [1, 2]. Другие производственные процессы требуют тщательного и подробного анализа геометрии изделий, чтобы определить последовательность операций и применяемых инструментов для их изготовления [3]. Аддитивные технологии, прежде всего, позволяют с минимальными затратами реализовать любые конструкторские и инженерные идеи в наукоёмких отраслях производства, таких, как авиастроение, ракетостроение и судостроение [4, 5].

В промышленности идёт активное осмысление границ применимости аддитивных технологий [6–8]. Существует потребность в справочниках на получаемые по данной технологии свойства материалов. В многочисленных исследованиях приводятся данные о свойствах материалов, полученных по аддитивным технологиям на металлической основе и керамической основе [9–15]. Разнообразие металлических порошковых материалов, используемых для АМ продолжает расширяться.

Между тем, актуальным является создание порошковых материалов способных внести новый вклад в формирование свойств изделий. Очевидно, что это должен быть новый уровень эксплуатационных параметров материалов (прочность, твердость, износостойкость, работоспособность при повышенных температурах, высокая трещиностокость, устойчивость к многоцикловому нагружению и др.). Согласно классическим представлениям физики конденсированного состояния, структура определяет свойства материалов, т.е. новые свойства возможно получить каким-либо образом

изменив структуру материала. В данном случае именно металломатричные композиционные материалы (ММС) позволяют получать свойства, которых трудно достигнуть на сплавах металлов. ММС обладают повышенной прочностью, твердостью, износостойкостью и температурой эксплуатации. Однако введение керамических частиц в металлическую матрицу для получения ММС связано с рядом технологических проблем. В классических металлургических процессах эти проблемы связаны с плохим смачиванием керамических частиц жидким металлом, неравномерным распределением частиц в металлической матрице, флотацией частиц и др.

Для решения указанной проблемы в нашей работе предложен способ получения композиционных частиц, основанный на методах самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (SHS). Уникальность разрабатываемых порошков заключается в том, что композиционная структура порошков формируется (*in situ*) на стадии синтеза, а не механическим перемешиванием. Композиционная структура порошков включает в себя металлическую и/или интерметаллидную матрицу с включениями частиц керамики. При этом изменяя параметры синтеза возможно контролировать средний размер микрочастиц керамики в металлической матрице. Предлагаемые методы позволяют получать следующие композиционные материалы $Al_3Ti-TiB_2$, $Ti_3Al-TiB_2$, $Ni-TiB_2$, $Fe-TiB_2$, $Al-TiB_2$, $NiCr-TiB_2$, $Fe-Si_3N_4$, $Fe-TiC$ и др. Получение таких композиций традиционными методами механоактивации практически невозможно осуществить, поскольку размол порошков керамики и их введение в матрицу металла технологически трудоемкий процесс, вносящий массу примесных элементов.

В рамках настоящего исследования была поставлена цель изучить возможность применения новых композиционных материалов в перспективной технологии прямого лазерного выращивания (ПЛВ) и наплавки, базирующейся на принципах гетерофазной лазерной порошковой

металлургии. В качестве базовой композиции выбраны материалы с частицами диборида титана (TiB_2). Диборид титана обладает высокой твердостью и коррозионной стойкостью. Более того, TiB_2 имеет хорошую термическую стабильность и высокую температуру плавления (около $3225^\circ C$). Следовательно, диборид титана может быть хорошим кандидатом для получения ММС.

Также целью настоящей работы являлось исследование процессов прямого лазерного выращивание металломатричных композиционных материалов системы Inconel 625/ TiB_2 с изучением и оценкой структуры полученных материалов. При этом важным является формирование знаний о том, какие структурные особенности формируются при изменении содержания керамических частиц диборида титана в металлической матрице. При этом в нашей работе получены оригинальные порошки, которые используются в качестве лигатуры, которая улучшает качество введения керамики в металлическую матрицу.

2. Этапы эксперимента

2.1 Подготовка порошка

Базовым методом для синтеза металлокерамических композиционных материалов является самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС) [18]. Отличительной особенностью обычного СВС метода является осуществление самоподдерживающегося процесса горения за счет тепла, выделяющегося в результате реакцией прямого синтеза без участия кислорода [19]:



где A_xB_y – карбиды, бориды, нитриды, сульфиды и т.д.

Q – теплота реакции синтеза.

В качестве исходных материалов для синтеза металлокерамических композиционных материалов применяли порошки Ni (средний размер частиц $\sim 5\text{--}10$ мкм), порошки Ti (средний размер частиц $\sim 10\text{--}20$ мкм) и бора

аморфного высокой чистоты (средний размер частиц $\sim 500\text{--}700$ нм). Для удаления ОН-группы порошки предварительно просушивали в вакуумном сушильном шкафу при температуре 150°C в течение 1 часа. Для приготовления исходной смеси порошки металлов смешивались в пропорции 63.5% масс. Ni-B + 36.5% масс. Ti. Для получения гомогенных смесей, смешивание порошков проводили в планетарной мельнице.

Полученную шихту порошков засыпали в формообразующую оснастку цилиндрической формы, изготовленную из целлюлозной бумаги. Масса одной засыпки варьировалась в пределах 100÷500 г. После подготовки образец помещался в реактор и проводили вакуумирование. Синтез горением осуществлялся в лабораторном СВС-реакторе объемом 12 л. в атмосфере инертного газа (аргона).

После синтеза образцы имели форму цилиндрических спеков. Для получения порошков из продуктов синтеза применялся метод дробления с последующим измельчением. Первый этап измельчения спеков, ввиду их высокой твердости, осуществлялся с применением дробилки. Полученный порошок просеивали через сито диаметром 3 мм. Частицы, размер которых превышал 3 мм, отправлялись на повторное дробление до получения требуемого диаметра частиц.

Для получения фракции 50–150 мкм (заданной требованиями аддитивной технологией прямого лазерного выращивания) подбиралось время измельчения, которое для данного состава являлось оптимальным. Затем порошок просеивался через сито с размером ячейки 150 мкм и сито 50 мкм для получения требуемой фракции частиц. Частицы, размер которых превышал 150 мкм, отправляли на повторный цикл измельчения в планетарной мельнице.

2.2 Технология плазменной сфероидизации

Известно, что для процессов, реализуемых в аддитивных технологиях, требуются порошки сферической формы [10]. В данном направлении плазменная сфероидизация порошков – один из самых эффективных и производительных способов получения качественного сырья для аддитивных технологий [11]. Особенно перспективны аппараты и конструкции, использующие высокочастотный нагрев газа. Отсутствие электродов позволяет получить высокочастотную плазму особо чистой, не загрязненную продуктами их разрушения, а невысокая скорость плазменной струи, в сравнении с дуговыми струйными плазмотронами, позволяет частицам дольше находиться в реакционной зоне плазменной струи. Плазменная технология характеризуется высокой температуры нагрева (8000 К), чрезвычайно быстрыми темпами закалки (100 К / с) и низким загрязнением [12].

Процесс плазменной обработки проводили с применением плазмотрона, представленного на рисунке 1. При постоянном потоке аргона в газовую струю подавали порошки, полученные после измельчения в планетарной мельнице. Частицы, летящие через факел высокотемпературной плазмы, расплавляются и образуют сферические капли за счет сил поверхностного натяжения. Затем эти капли охлаждаются и затвердевают, формируя частицы сферической формы. На рисунке 2 представлена общая схема установки плазменной сфероидизации.

В ряде исследований авторы проводили плазменную обработку порошков тугоплавких огнеупорных материалов и показали эффективность данного метода [13, 14].



Рис. 1 – Комплекс для плазменной сфероидизации порошков

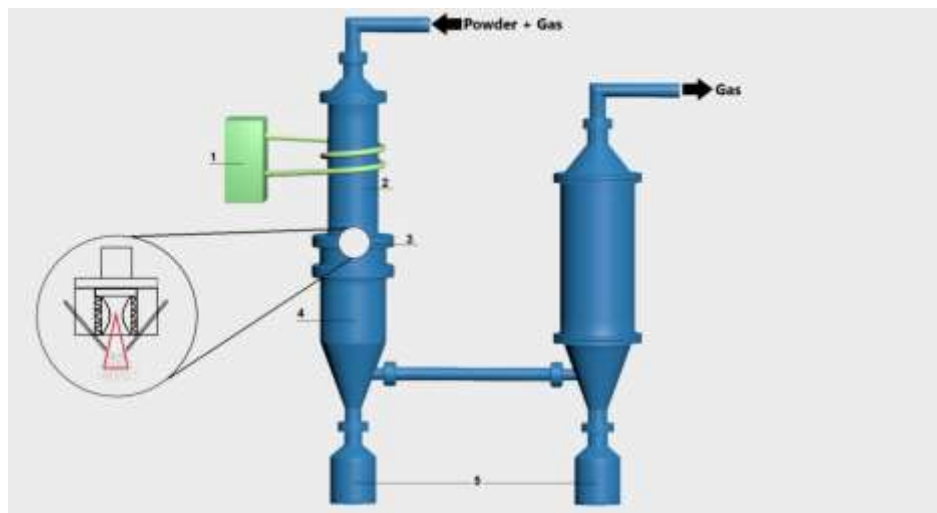


Рис. 2 – Схематическое изображение установки плазменной сфероидизации:
1 – Высокочастотный генератор, 2 – плазмотрон, 3 – сопло, 4 – реактор,
5 – контейнеры для сбора порошка

В данном исследовании использовали процесс плазменной сфероидизации для получения сферических порошков металлокерамических композиционных материалов системы NiTi-TiB_2 . На данном составе полностью были отработаны режимы двухступенчатой подготовки порошков с размолотом в шаровых мельницах и плазменной сфероидизации.

2.3 Процесс прямого лазерного выращивания

Для наплавки использовали иттербиевый волоконный лазер ЛС-3 фирмы ИРЭ-Полюс. Лазерное излучение фокусировали с помощью технологической головки FLW D30 фирмы IPG Photonics. Для формирования

газопорошковой струи использовали коаксиальное наплавочное сопло COAX9 производства Fraunhofer ILT. В качестве манипулятора использовали промышленный робот LRM-200iD_7L фирмы Fanuc.

Выращенные валики исследовали с помощью визуального и измерительного контроля, а также оптической и сканирующей электронной металлографии на микроскопах DMI 500 Leica с программным обеспечением Thixomet и Phenom PRO X, соответственно.

Общий вид установки для прямого лазерного выращивания представлен на рисунке 3.



Рис. 3 – Общий вид установки прямого лазерного выращивания

Основной целью проведения исследований процесса прямого лазерного выращивания [15] является подбор параметров технологического процесса обеспечивающих оптимальную форму и структуру получаемых изделий.

Одно из основных условий процесса прямого лазерного выращивания [16] – устойчивость формирования выращиваемого элемента. В реализуемом методе устойчивость процесса основана на принципе саморегулирования высоты выращиваемых слоёв. Технологический режим, обладающий хорошей устойчивостью будет самостоятельно поддерживать равномерную толщину наплавляемого слоя, гасить автоколебательные процессы и нивелировать влияния изменения линейной скорости перемещения инструмента. К примеру, если в ходе прямого лазерного выращивания, по какой-либо причине, происходит отклонение положения по оси Z

предыдущего слоя выше или ниже расчётного значения, то на высоте следующего слоя будет меньше или больше, компенсируя, тем самым, расхождение по высоте.

Регулированием массового расхода порошка можно управлять как формой наносимого валика, так и структурой выращиваемого изделия. Например, при увеличении расхода присадочного порошка увеличивается высота наносимого валика, повышая тем самым производительность процесса. Однако максимальная высота наносимого валика ограничивается устойчивостью ванны расплава над поверхностью изделия.

В качестве исходных материалов для прямого лазерного выращивания образцов использовали смеси порошков Inconel 625 [17] и порошки NiTi+TiB₂, полученные в нашей работе. Количество металлокерамических композиционных порошков в смеси с порошками Inconel 625 варьировалось от 5 до 100 масс. %.

Для определения оптимального режима прямого лазерного выращивания варьировались следующие параметры: диаметр лазерного луча на подложке, мощность излучения, скорость перемещения лазерного луча относительно изделия, массовый расход порошка, величина вертикального и горизонтального смещения между слоями и проходами, соответственно. Все используемые режимы представлены в таблице 1

| Диаметр луча в зоне обработки, мм (D) | Мощность, Вт (P) | Скорость выращивания крайних валиков, мм/с (V _k) | Скорость выращивания заполняющих валиков, мм/с (V _z) | Расход порошка, г/мин (G) | Смещение по X, мм (ΔX) | Смещение по Z, мм (ΔZ) |
|---------------------------------------|------------------|--|--|---------------------------|------------------------|------------------------|
| 1,5 – 2,4 | 500 - 1400 | 10 - 15 | 15 - 25 | 5,1 - 25 | 0,7 – 1,6 | 0,2 – 0,8 |

Результаты

После синтеза, размол и классификации были получены порошки системы NiTi-TiB₂ с размером частиц $50 < \langle d \rangle < 150$ мкм. На рисунке 1 представлено РЭМ - изображение полученных порошков.

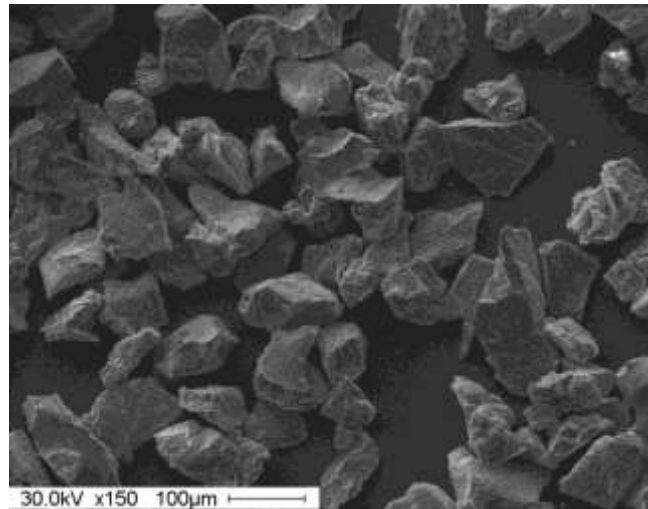


Рис. 4 – РЭМ изображение порошков системы NiTi-TiB₂

Установлено, что структура каждой отдельной частицы порошка представляет собой композиционный материал, рисунок 5. Состав матрицы – интерметаллид (NiTi) с включениями микрочастиц (размером от 0,5 до 3 мкм) керамики (TiB₂).

Результаты рентгенофазового анализа порошков показали, что в порошках содержалось порядка 70% керамической фазы диборида титана (TiB₂) со средним размером кристаллитов 180 нм. Средний размер кристаллитов для матричного интерметаллида составил 80 нм.

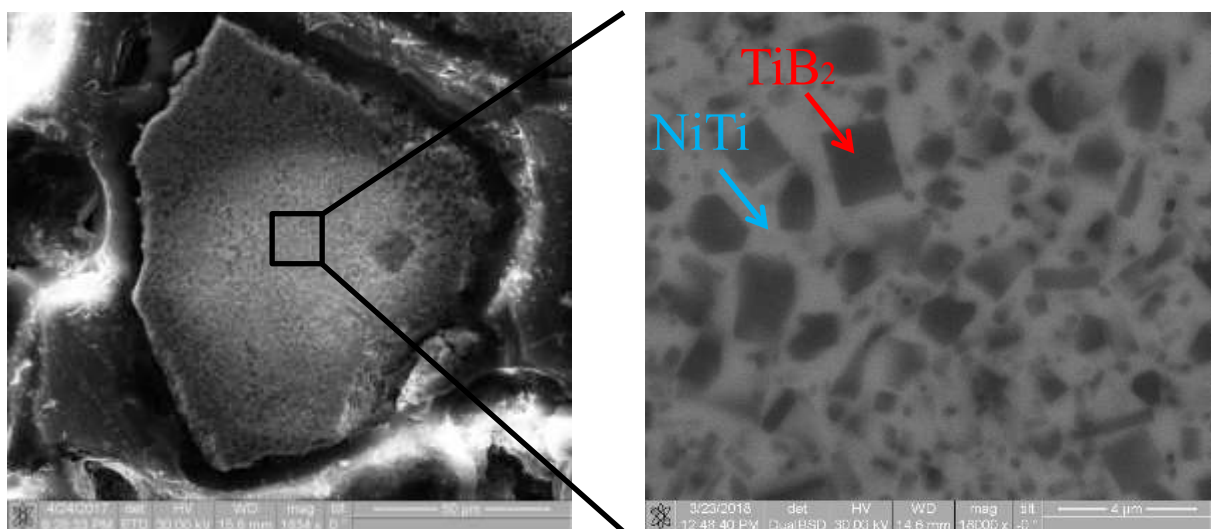


Рис. 5 – Композиционная структура порошков системы NiTi-TiB₂, полученных по СВС технологии

Схематично, каждую частицу порошка можно представить следующим образом (рисунок 6).

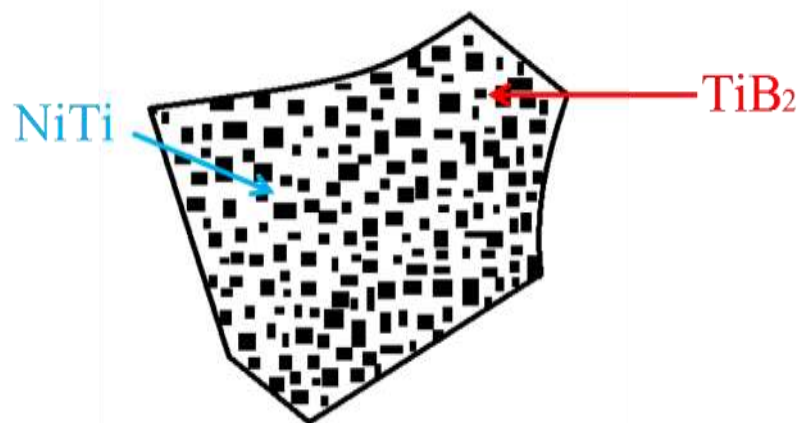


Рис. 6 – Схематическое изображение структуры порошков системы NiTi-TiB₂, полученных по СВС технологии

С применением высокотемпературной плазменной обработки была проведена сфероидизация полученных порошков системы NiTi-TiB₂. Изображения структуры порошков после плазменной сфероидизации представлены на рисунке 7. Изображение 7(б) демонстрирует сохранение композиционной структуры порошков после плазменной обработки.

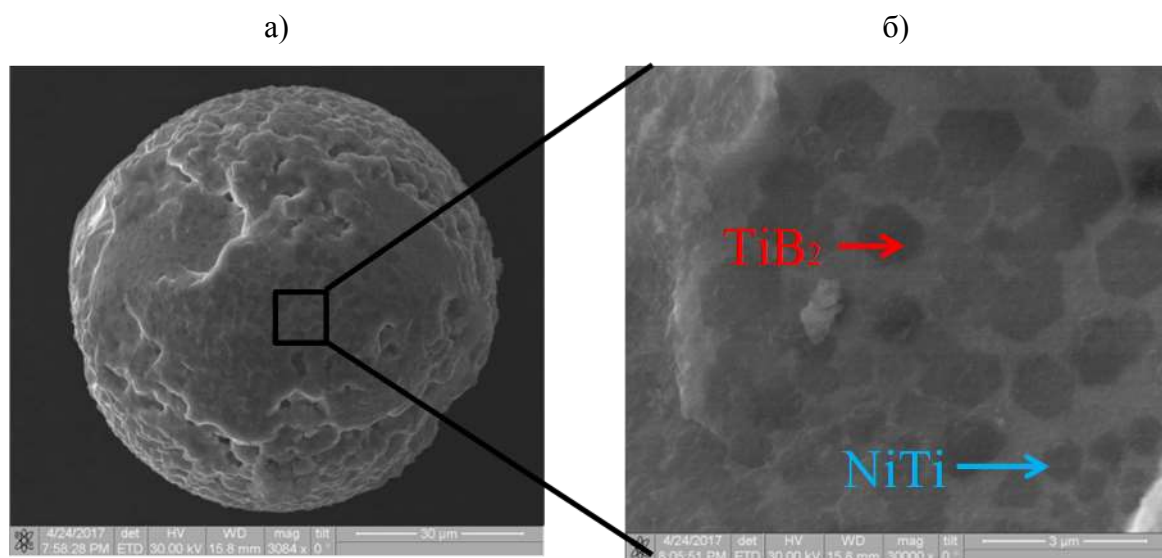


Рис. 7 – Структура металлокерамических композиционных порошков системы NiTi-TiB₂ после плазменной сфероидизации

Изучение влияния мощности излучения на структуру получаемых образцов проводили на порошках Inconel 625. Исследования показали, что низкие значения мощности излучения ведут к образованию несплавлений в смежных валиках (рисунок 8 а), высокие значения приводят к формированию трещин (рисунок 8 б) и выходу из строя фокусирующей линзы, что приводит к нестабильному формированию наплавляемого валика (рисунок 8 в).

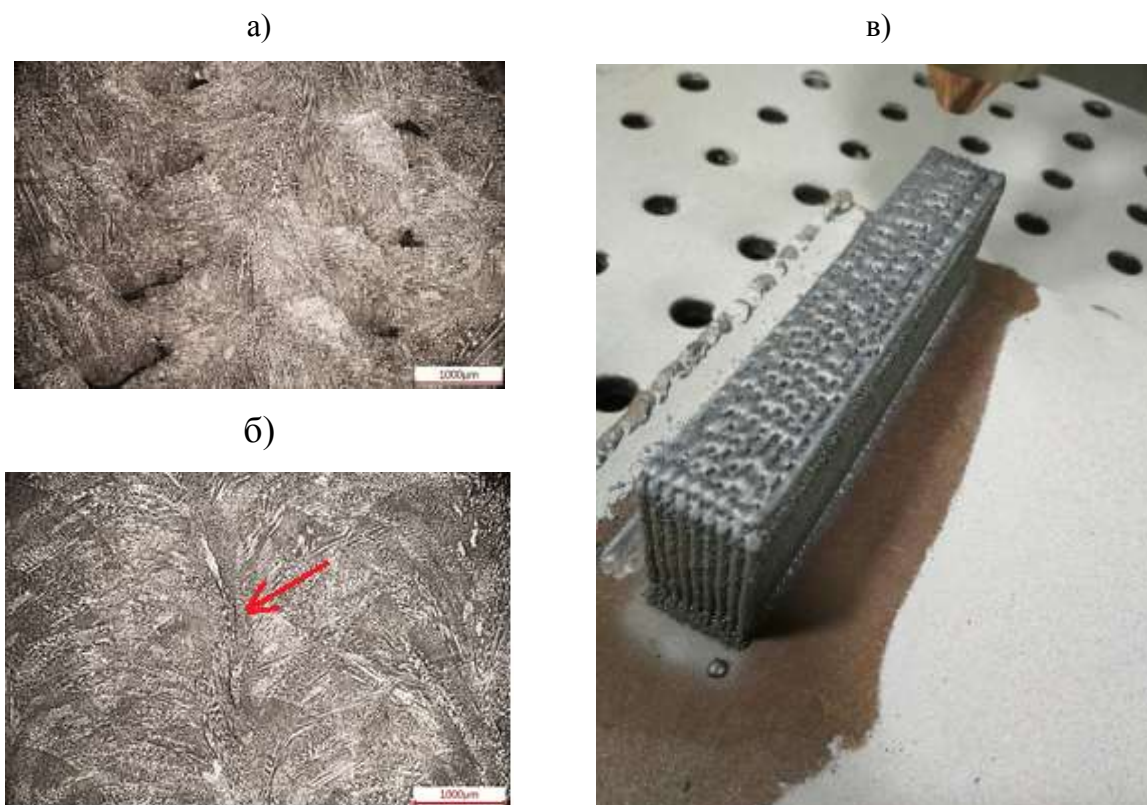


Рис. 8 – Дефекты в структуре образцов, возникающие вследствие неправильно подобранных технологических параметров процесса: а) несплавления; б) трещины; в) нестабильное формирование наносимого валика, вызванное выходом из строя фокусирующей линзы

Для повышения производительности процесса и коэффициента использования материала изучена стабильность процесса выращивания варьированием расхода порошка и шага поднятия наплавочного сопла по высоте. При снижении расхода порошка в два раза, высота выращиваемого слоя становилась меньше шага поднятия сопла, что свидетельствует о нестабильности процесса. При снижении расхода порошка в 1,5 раза стабильность процесса сохранялась. Далее для увеличения

производительности увеличивали шаг прироста по высоте. При увеличении шага поднятия наплавочного сопла, происходил переход в область большей концентрации порошка в сфокусированной струе, что приводило к увеличению высоты выращиваемого слоя. Однако после прохождения оптимального соотношения параметров, с увеличением высоты валика, происходило образование несплавлений между соседними валиками (рисунок 9).

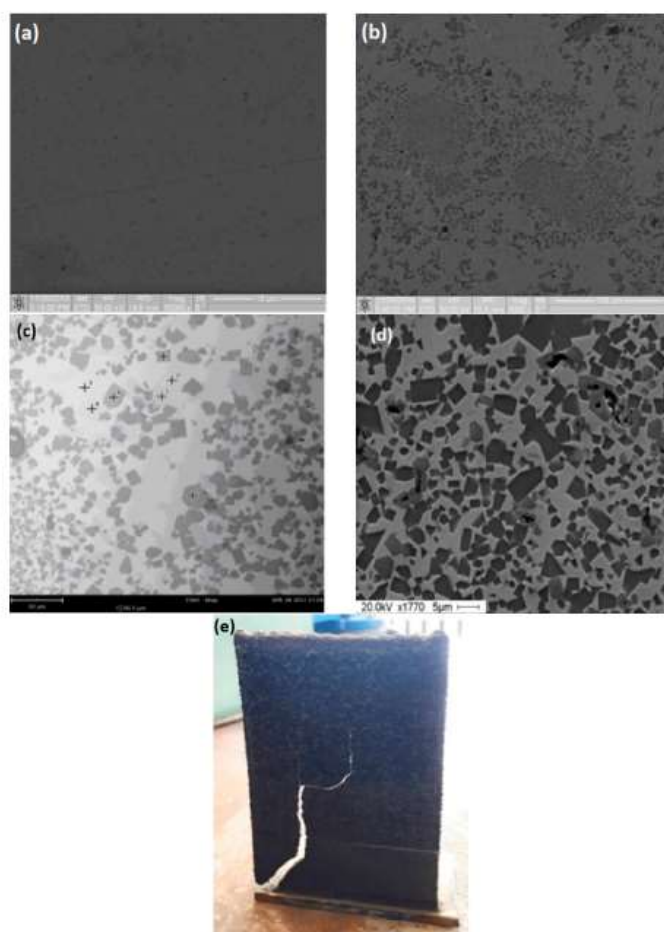


Рис. 9 – Структура полученных композитов с металлической матрицей:
 (a) Inconel 625 + 5% NiTi-TiB₂; (b) Inconel 625 + 30% NiTi-TiB₂; (c) Inconel 625 + 50% NiTi-TiB₂; (d) Inconel 625 + 90% NiTi-TiB₂; (e) 100% NiTi-TiB₂

Далее на основе закономерностей, полученных при разных режимах, были рассчитаны параметры (таблица 2), обладающие удовлетворительной производительностью (500 г/час), благоприятной структурой, стабильным формированием геометрии выращиваемых образцов.

Таблица 2

Параметры процесса для выращивания образцов

| Диаметр луча в зоне обработки, мм (D) | Мощность, Вт (P) | Скорость выращивания крайних валиков, мм/с (V_k) | Скорость выращивания заполняющих валиков, мм/с (V_z) | Расход порошка, г/мин (G) | Смещение по X, мм (ΔX) | Смещение по Z, мм (ΔZ) |
|---|----------------------|--|--|-------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|
| 2,1 | 1000 | 15 | 25 | 23 | 1,4 | 0,6 |

После выявления оптимальных режимов выращивания образцов были получены слитки и стенки для изучения структуры полученных металломатричных композиционных материалов. Получение образцов для анализа структуры проводили из смесей 95%Inconel 625 + 5 mass. % NiTi-TiB₂, 70%Inconel 625 + 30 mass. % NiTi-TiB₂, 50%Inconel 625 + 50 mass. % NiTi-TiB₂, 10%Inconel 625 + 90 mass. % NiTi-TiB₂, 100 mass. % NiTi-TiB₂.

Установлено, что после прямого лазерного выращивания композиции 95%Inconel 625 + 5 mass. % NiTi-TiB₂ в структуре материалов хорошо различимы включения керамики (TiB₂), средний размер которых составил 1,3 мкм, рисунок 9. При этом анализ границ частица-матрица показал, что на границах отсутствуют дефекты, что может свидетельствовать о хорошей смешиваемости частиц металлом в процессе прямого лазерного выращивания.

Увеличение содержания порошков NiTi-TiB₂ в смеси до 30 mass. % приводит к тому, что в процессе прямого лазерного выращивания формируются кластеры частиц TiB₂. По-видимому, такое кластерное распределение частиц обусловлено параметрами процесса при которых металлокерамические композиционные частицы не успевают качественно распределиться в ванне расплава. Однако при тех же параметрах выращивания для состава 50%Inconel 625 + 50 mass. % NiTi-TiB₂ наблюдается иная картина. Кластеров частиц не наблюдалось. Установлено, что для данного состава характерно равномерное распределение частиц керамики в матрице металла. При этом повышается и средний размер

керамических частиц до 3 мкм. Для состава 10%Inconel 625 + 90 mass. % NiTi-TiB₂ средний размер частиц керамики определен как 4,2 мкм. Материалы с такой структурой, полученные прямым лазерным выращиванием характеризуются высокой твердостью и, соответственно, меньшей степенью пластической деформации.

Следует выделить образцы, полученные из порошков NiTi-TiB₂. Как было отмечено, согласно данным рентгенофазового анализа, содержание керамики в интерметаллидной матрице установлено на уровне 70 mass %. Установлено, что в процессе прямого лазерного выращивания этих образцов происходило их разрушение за счет высокого уровня внутренних напряжений и недостаточным уровнем пластичности.

Заключение

В ходе выполнения исследования установлено, что с применением самораспространяющегося высокотемпературного синтеза возможно получение металлокерамических композиционных материалов с металлической матрицей и керамическими частицами с размером 0,5–5 мкм. Использование таких металлокерамических композиционных материалов эффективно при создании новых металломатричных композитов в процессе прямого лазерного выращивания. Однако, выявлен ряд особенностей формирования композиционной структуры материалов.

В качестве рекомендаций и направлений для дальнейших работ сформулированы следующие положения.

1. Наиболее перспективно введение полученных металломатричных композиционных материалов в металлическую матрицу в количестве менее 5 mass.%. Такой вывод обусловлен, прежде всего, более равномерным распределением керамических частиц в металлической матрице. Также существуют данные о том, что при таком распределении частиц в материалах могут реализоваться одновременно несколько механизмов упрочнения: дислокационный и дисперсионный [10, 19].

2. При содержании частиц диборида титана в металлической матрице более 70 mass. % порошки не могут быть использованы в технологиях лазерного выращивания. Образцы разрушаются вследствие высоких внутренних напряжений и хрупкого характера разрушения.

3. По мнению авторов данной работы, полученные методом СВС порошки металлокерамических композитов, могут быть весьма эффективны при их введении в жидкий металл и дальнейшем распыле расплава для получения композиционных порошков для аддитивных технологий.

Работы выполнены за счет средств РНФ (проект 18-79-00153).

Литература

1. Frazier, W.E. Metal additive manufacturing: A review. *J. Mater. Eng. Perform.* **2014**, 23, 1917–1928.

2. Murr, L.E.; Gaytan, S.M.; Ramirez, D.A.; Martinez, E.; Hernandez, J.; Amato, K.N.; Shindo, P.W.; Medina, F.R.; Wicker, R.B. Metal fabrication by additive manufacturing using laser and electron beam melting technologies. *J. Mater. Sci. Technol.* **2012**, 28, 1–14.

3. Sedlaka, J.; Rican, D. Study of Materials Produced by Powder Metallurgy Using Classical and Modern Additive Laser Technology. *Procedia Eng.* **2015**, 100, 1232–1241.

4. Lyons, B. Additive manufacturing in aerospace: Examples and research outlook. *Bridge* **2014**, 44, 13–19.

5. Guo, N.; Leu, M.C. Additive manufacturing: Technology, applications and research needs. *Front. Mech. Eng.* **2013**, 8, 215–243.

6. Mueller, B. Additive manufacturing technologies—Rapid prototyping to direct digital manufacturing. *Assem. Autom.* **2012**, 32.

7. Uriondo, A.; Esperon-Miguez, M.; Perinpanayagam, S. The present and future of additive manufacturing in the aerospace sector: A review of important

aspects. *Proc. Inst. Mech. Eng. Part G J. Aerosp. Eng.* **2015**, 229, 2132–2147.

8. Khajavi, S.H.; Partanen, J.; Holmström, J. Additive manufacturing in the spare parts supply chain. *Comput. Ind.* **2014**, 65, 50–63.

9. Baufeld, B.; Van der Biest, O.; Gault, R. Additive manufacturing of Ti–6Al–4V components by shaped metal deposition: Microstructure and mechanical properties. *Mater. Des.* **2010**, 31, 106–111

10. Shanmugavelayutham, G.; Selvarajan, V. Plasma spheroidization of nickel powders in a plasma reactor. *Bull. Mater. Sci.* 2004, 27, 453–457.

11. Lewandowski, J.J.; Seifi, M. Metal additive manufacturing: A review of mechanical properties. *Annu. Rev. Mater. Res.* **2016**, 46, 151–186.

12. Gomez, E.; Rani, D.A.; Cheeseman, C.R.; Deegan, D.; Wise, M.; Boccaccin, A.R. Thermal plasma technology for the treatment of wastes: A critical review. *J. Hazard. Mater.* 2009, 161, 614–626

13. Károly, Z.; Szépvölgyi, J. Plasma spheroidization of ceramic particles. *Chem. Eng. Process. Process Intensif.* 2015, 44, 221–224.

14. Zocca, A.; Colombo, P.; Gomes, C.M.; Günster, J. Additive manufacturing of ceramics: Issues, potentialities, and opportunities. *J. Am. Ceram. Soc.* 2015, 98, 1983–2001.

15. Turichin, G.A.; Klimova, O.G.; Zemlyakov, E.V.; Babkin, K.D.; Kolodyazhnyy, D.Y.; Shamray, F.A.; Travyanov, A.Y.; Petrovskiy, P.V. Technological aspects of high speed direct laser deposition based on heterophase powder metallurgy. *Phys. Procedia* 2015, 78, 397–406.

16. Turichin, G.A.; Somonov, V.V.; Klimova, O.G. Investigation and modeling of the process of formation of the pad weld and its microstructure during laser cladding by radiation of high power fiber laser. *Appl. Mech. Mater.* 2014, 682, 160–165.

17. Dinda, G.P.; Dasgupta, A.K.; Mazumder, J. Laser aided direct metal deposition of Inconel 625 superalloy: Microstructural evolution and thermal stability. *Mater. Sci. Eng. A* 2009, 509, 98–104

18. Merzhanov, A.G. Self-propagating high-temperature synthesis: Twenty years of search and findings. *Combust. Plasma Synth. High-Temp. Mater.* 1990, 225, 83–90.

19. Yi, H.C.; Moore, J.J. Self-propagating high-temperature (combustion) synthesis (SHS) of powder-compacted materials. *J. Mater. Sci.* 1990, 25, 1159–1168.

УДК 629.127

Топологическая оптимизация конструкции двухсредного аппарата

Прудник Д.О.¹

montolion@yandex.ru

¹*Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет).*

Аннотация:

В данной работе рассматриваются методы топологической оптимизации, которые применяются в науке и технике, а также приводится краткое описание каждого метода с последующим выбором того, который кажется наиболее выгодным для последующей весовой оптимизации проектируемой конструкции двухсредного аппарата.

Ключевые слова:

оптимизация, подводный аппарат, конструкция, аддитивные технологии.

1. Вводная часть

В последние десятилетия мировая промышленность находится в состоянии, когда ей необходимо мириться с постоянными изменениями, которые обусловлены появлением новых технологий.

Одной из причин появления таких новых промышленных технологий является широкое развитие и модификация мощностей вычислительной техники, которая каждые два года становится мощнее примерно в два раза.

Инженерно-конструкторская область не является исключением и тоже испытывает на себе влияние применения новых технологий вычислительной техники. Благодаря появлению такой технологии, как аддитивное производство, инженер-конструктор вынужден менять свое представление о стандартном процессе проектирования конструкций и стараться трансформировать этот процесс с учетом появления новой производственной технологии.

В условиях глобализации для заинтересованности потенциальных клиентов в покупке вашей разработки, важно сохранить, а желательно улучшить ключевые параметры, которые характеризуют вашу разработку.

Данная работа посвящена выбору метода топологической оптимизации, который позволит улучшить весовые характеристики разрабатываемого двухсредного аппарата. Анализ методов топологической оптимизации будет произведен исходя из возможностей парка оборудования технологической площадки Московского авиационного института.

2. Методы топологической оптимизации

2.1. Постановка задачи топологической оптимизации

Задача топологической оптимизации, в классической постановке - задача нахождения оптимального распределения материала в заданной области при заданных нагрузках (Рисунок 1). То есть фактически, задача оптимизации – найти такое распределение материала, которое при заданных нагрузках обеспечит минимальный вес конструкции двухсредного аппарата.

Основная нагрузка на двухсредный аппарат – гидростатическое давление, которое зависит от максимальной глубины погружения. Данная нагрузка является причиной наличия в аппарате отсека с прочным корпусом, в котором находится либо полезная нагрузка, либо элементы управления и электропитания.

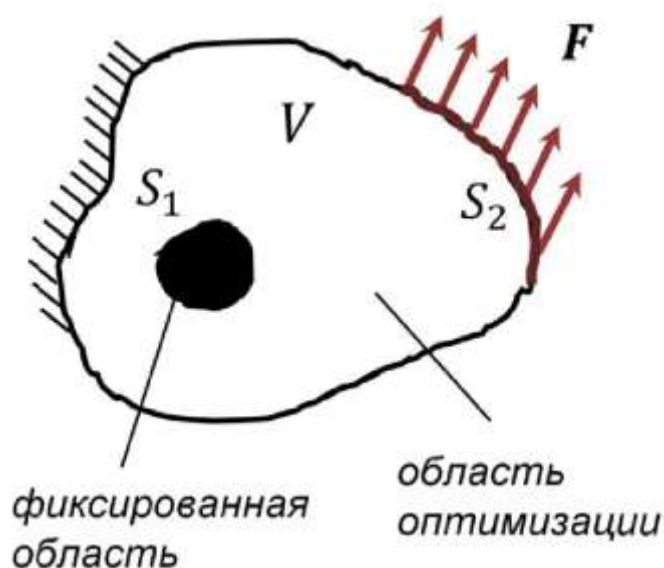


Рис. 1 – Постановка задачи топологической оптимизации

2.2 ESO/BESO-метод

Методы эволюционной оптимизации конструкций (Evolutionary Structural Optimization – ESO) и двунаправленной эволюционной оптимизации конструкций (Bi-directional Evolutionary Structural Optimization – BESO) интенсивно изучаются и развиваются в последние годы. Наиболее эффективно применение этих методов при оптимизации топологии непрерывных структур, т.е. при нахождении наилучшего размещения и геометрии пустот внутри области моделирования. Кроме того, этот тип оптимизации может применяться не только для оптимизации натуральных достаточно крупногабаритных конструкций, но и для оптимальной конструкции материалов на микро- и наноуровне.

ESO-метод первоначально предложен в 1992 г. профессорами Mike Xie и Grant Steven. ESO классифицируется как метод жесткого уничтожения, который итерационно удаляет или добавляет конечное количество материала. Используются эвристические критерии, которые могут быть основаны на строго определенной информации о чувствительности. Таким образом, ESO относительно прост в реализации, что является преимуществом для задач оптимизации топологии с участием сложных физических процессов [1].

Метод ESO основан на определении уровня напряжений в произвольной части конструкции методом конечных элементов. Индикатором неэффективного использования материала является низкий уровень напряжений (или деформаций) в той или иной части конструкции. В идеале уровень напряжений в конструкции должен быть одинаковым, близким к предельному, но безопасному значению [1].

Из этой концепции следует принцип удаления материала, согласно которому недостаточно нагруженный материал может быть удален, что приводит к удалению отдельных элементов конечно-элементной модели.

Пример реализации данного метода можно найти в работе [2], в которой рассматривается оптимизация консольной рамы, нагруженной сдвигающим усилием. Оптимальное решение в виде двухстержневой рамы получено за 30 итераций.

Математическая основа метода ESO достаточно проста и понятна, а его программная реализация не требует сложных приемов программирования, он в равной степени применим к 2D- и 3D-задачам [3]. Удаление элемента производится присвоением его модулю нулевого значения, что приводит к его игнорированию при последующих итерациях. По мере удаления элементов в итерационном процессе число уравнений уменьшается, снижая вычислительную трудоемкость задачи, что особенно важно для 3D-задач [13].

Однако удаленный на ранних итерациях материал может быть полезен на последующих, но метод ESO не позволяет восстановить его. Таким образом, в ряде случаев он не позволяет получить оптимального решения. Эти недостатки в значительной степени устраняются в методе BESO.

2.3 Метод BESO

Метод BESO (или метод двунаправленной эволюционной оптимизации конструкций) позволяет одновременно удалять и добавлять материал в области проектирования. Принципиальное отличие данного метода от ESO заключается в том, что индекс чувствительности пустых элементов определяется путем линейной экстраполяции поля смещений, получаемого в результате конечно-элементного анализа [4]. После этого заполненные элементы с минимальными

значениями индекса чувствительности удаляются из структуры, а пустые элементы с наибольшими значениями чувствительности заполняются материалом.

Несмотря на то, что методы ESO/BESO достаточно просты в реализации, практически отсутствует реализация метода ESO для решения задач оптимизации топологии, ориентированных на производство [1].

2.4 SIMP-метод

SIMP-метод (Solid Isotropic Material with Penalization), или метод пенализации для твердого изотропного тела, – это метод ТО, основополагающая идея которого заключается в создании поля виртуальной плотности, представляющей аналог некоторой реальной характеристики объекта. Назначение метода состоит в уменьшении податливости конструкции вследствие перераспределения материала в рассматриваемой области пространства при известных граничных

условиях. Результатом его использования является получение равнопрочного объекта в рамках рассматриваемой задачи. Широкое

применение SIMP получил в аддитивных технологиях, способных создавать объекты необходимой формы.

На сегодняшний день SIMP-метод широко применяется во всем мире. В качестве расчетной переменной рассматривается плотность материала. Оптимальная структурная топология получена путем перераспределения материала внутри области на основе критериев оптимальности или метода математического программирования [5].

В методе SIMP область проектирования дискретизируется с помощью конечных элементов. Свойства материала постоянны в каждом из этих элементов и зависят от относительной плотности X_i . Относительная плотность должна быть равна 1 или 0 в расчетной области Ω после оптимизации. Для ограничения промежуточной относительной плотности используется фактор отбраковки p .

2.5 ESO-SIMP-метод

Данный метод гибридной топологии под названием ESO-SIMP нацелен на объединение рассмотренных ранее методов ESO и SIMP. При этом в качестве расчетных переменных берутся относительные плотности элементов, а в качестве целевой функции выбирается среднее соответствие.

Разница между методами ESO-SIMP и SIMP – в ограничении объема. В процессе каждой итерации элементы, относительная плотность которых меньше или равна коэффициенту отбраковки, удаляются из области разработки, а все оставшиеся элементы вводятся в следующую итерацию.

3. Вывод

В данной работе были рассмотрены основные методы оптимизации топологии конструкций – такие, как методы эволюционной (ESO) и двунаправленной эволюционной (BESO) оптимизаций конструкций, метод пенализации для твердого изотропного тела (SIMP-метод), а также гибридный метод ESO-SIMP, созданный благодаря объединению методов ESO и SIMP. Как можно заметить из примеров применения топологической

оптимизации при проектировании аэрокосмической техники, ее использование наряду с новыми производственными технологиями позволяет значительно улучшить удельные характеристики узлов и изделий в целом, а также уменьшить расход используемых для их создания материалов.

Проведя анализ возможности применения данных методов при проектировании двухсредного аппарата, был сделан вывод, что практичнее всего применить метод BESO, особенно учитывая его относительную простоту реализации, а также понятный, не требующий дополнительной проработки математический аппарат.

Для дальнейшего анализа будет спроектирован один из отсеков проектируемого аппарата по стандартному инженерному процессу, а далее будет произведена разработка того же самого отсека посредством топологической оптимизации методом BESO. Дальнейшее сравнение массовых характеристик позволит сделать вывод о правильности выбора метода, а также в целом о возможности применения топологической оптимизации при проектировании двухсредных аппаратов.

Литература

1. Jikai Liu, Yongsheng Ma. A survey of manufacturing oriented topology optimization methods //Advances in Engineering Softwar. – 2016. – August. – P. 161–175.
2. Темис Ю.М., Якушев Д.А. Оптимизация конструкции деталей и узлов ГТД // Вестник СГАУ. – 2011. – № 3-1. – С. 183–188.
3. Optimum shape design of rotating shaft by ESO method / Y.H. Kim, A. Tan, B.S. Yang [et al.] //Journal of Mechanical Science and Technology. – 2007. July. – Vol. 21, iss. 7. – P. 1039–1047.
4. Bi-directional evolutionary structural optimization on advanced structures and materials: A comprehensive review / L. Xia, Q. Xia, X. Huang [et al.] //Archives of Computational Methods in Engineering. – P. 1–42.

5. Кротких А.А., Максимов П.В. Исследование и модификация метода топологической оптимизации SIMP // Междунар. науч.-исслед. журнал. – 2016. – № 01(55). – С. 91–94.

УДК [621.763+621.74.04]:[669.018.44+669.245]

Опыт и перспективы использования отечественной сырьевой базы для производства точных малогабаритных деталей из поликристаллических жаропрочных сплавов МІМ-методом

Семенов А.Б.¹; Логачев И.А.²; Евгенов А.Г.³; Гусаков М.С.²;
Первушин А.В.¹; Куцбах А.А.¹; Муранов А.Н.¹; Семенов Б.И.¹

¹ФГБОУ ВО «МГТУ им. Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет)», г. Москва,

²АО «Композит», г. Королев

³Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)

Аннотация:

Показаны принципиальная возможность и перспективы использования тонких фракций порошков отечественных жаропрочных сплавов ЭП648 ВИ и ЭП741 НП для производства точных малогабаритных деталей МІМ-методом.

Ключевые слова:

жаропрочные никелевые сплавы; порошковая металлургия; инжекционное литье; полимерно-порошковая смесь; фидсток; МІМ-технология.

Введение

Одними из наиболее востребованных конструкционных сплавов для эксплуатации при повышенных температурах являются никелевые жаропрочные сплавы (ЖС). Потребность повышения эксплуатационных характеристик деталей и узлов ракетно-космической и авиационной техники приводит к необходимости совершенствования как самих ЖС так и технологий получения изделий на их основе [1-3]. При этом необходимость совершенствования характеристик материалов именно в конкретных изделиях обуславливает неразрывность комплексной цепочки исследований «материал-изделие-технология».

Определяющее влияние на характеристики никелевых ЖС оказывает структурный фактор [4, 5]. Высокая жаропрочность никелевых ЖС, в соответствие с гетерофазной теорией жаропрочности, достигается в том случае, когда их структура состоит из нескольких фаз: матричной γ -фазы (твердый раствор на основе никеля с ближним порядком в расположении атомов в ГЦК-кристаллической решетке) и выделений упрочняющей γ' -фазы (твердый раствор на основе упорядоченной интерметаллидной фазы). В поликристаллических ЖС наиболее уязвимым элементом микроструктуры с точки зрения сопротивления ползучести являются границы зерен (ГЗ), которые отличаются повышенной диффузионной проницаемостью, что при высоких температурах ускоряет ползучесть нагруженного материала. Одним из наиболее значимых факторов, оказывающих влияние на свойства ГЗ, является химический состав границ. Известно, что для благоприятного воздействия на ГЗ легирующие добавки должны концентрироваться на ГЗ и повышать их когезионную прочность. В литейных ЖС на основе никеля типичной легирующей добавкой является бор, который локализуется на ГЗ и упрочняет их, но в порошковых никелевых ЖС этого оказывается недостаточно, вследствие чего применяют легирование переходными металлами (Zr, Nb, Hf, Ta), что способствует упрочнению ГЗ и повышению

энергии когезии матрицы [3]. Кроме того, одной из важнейших задач, связанных с производством изделий из жаропрочных сплавов методами порошковой металлургии, является устранение «наследственных» границ гранул, формирующих энергетические состояния, которые в дальнейшем являются причиной разрушения даже в том случае, когда в результате обработки прошла рекристаллизация и образовались новые границы. В противном случае, разрушение нагруженного материала происходит не по границам зерен, а по прежним границам гранул, находящимся внутри зерен. Таким образом, основные металловедческие аспекты совершенствования характеристик поликристаллических ЖС в изделиях, полученных методами порошковой металлургии, заключаются в совершенствовании легирования и управлении размером зерен, что должно приводить к упрочнению ГЗ, и соответственно, к повышению механических характеристик [4].

Описанные металловедческие аспекты совершенствования структуры и свойств поликристаллических никелевых ЖС в изделиях, тем не менее, не уменьшают числа технологических проблем получения изделий со сложной геометрической конфигурацией при требуемом качестве материала. В настоящее время помимо традиционных технологий развиваются аддитивные технологии и гибридные технологии «net-shape» репликации. В частности, сформировались и активно коммерциализуются PIM-технологии (P – Powder, порошок) формообразования изделий из шликеров, использующие на начальной и завершающей стадиях наиболее значимые элементы методов порошковой металлургии, включая спекание порошка, а в качестве промежуточного этапа – литейный метод формования изделий (IM – Injection Molding) инжекционным литьем шликера. PIM-технология инжекционного литья основана на использовании подготовленной определенным образом смеси порошка и полимерного связующего, называемой «фидстоком», обладающей требуемой технологичностью и превращающейся в шликер при плавлении полимерного связующего. Последующее формование изделия

впрыском этого шликера в полость литейной формы, отверждение под избыточным внешним давлением и извлечение точной отливки (формируется соответствующая размерам полости «зеленая» деталь, – деталь из полимера, наполненного порошком), удаление полимерного связующего («дебиндинг», при проведении которого из зеленой детали получается близкая по геометрии пористая «коричневая» деталь) с последующим спеканием пористого порошкового изделия, приводят в результате к соответствующему чертежу изделию, называемому «готовой» деталью [6]. При необходимости, после спекания деталь подвергается финишной механической и химико-термической обработке. МIM-технология, за счет сочетания производительности метода литья под давлением с универсальностью процесса спекания шихты порошков требуемого состава, объединившая достоинства методов традиционной порошковой металлургии и литья в металлические формы, стала серьезным конкурентом субтрактивным технологиям механообработки, традиционным технологиям литья и порошковой металлургии. Причем, в отличие от аддитивных технологий, МIM-технология перспективна именно для серийного и массового производства точных, но малогабаритных металлических деталей.

Несмотря на более чем тридцатилетнюю мировую историю успешного применения и развития МIM-технологии, её практическое освоение в России начато менее десяти лет назад [7]. Сегодня, благодаря таким крупнейшим зарубежным корпорациям как «NASA», «Pratt & Whitney», «General Electric», «Rolls-Royce», «BASF», «Snecma», «Sandvik Osprey» и др., совокупный объем промышленного производства деталей из жаропрочных сплавов составляет 2 % всех МIM-продаж в мире, т.е. приблизительно 50 млн. \$ в год [8-10]; при этом отечественные работы, направленные на освоение МIM-технологии изготовления деталей из никелевых ЖС, пока носят лишь инициативный характер [11,12].

Цель настоящей работы состояла в опытно-технологической апробации полимерно-порошковых смесей (фидстоков), изготовленных на основе тонких фракций отечественных порошков жаропрочных сплавов и отечественных полимерных компонентов связующего, для производства малогабаритных деталей из жаропрочных сплавов МІМ-методом.

Объекты, методы и результаты исследования

В настоящей работе было использовано три типа тонких фракций порошков деформируемых ЖС отечественного производства:

- тонкая фракция порошка сплава ЭП741 НП производства АО «Композит», полученная методом центробежного плазменного распыления на установке «УЦРТ-9»;
- тонкая фракция порошка сплава ЭП741 НП производства АО «Композит», полученная методом газовой атомизации;
- тонкая фракция порошка сплава ЭП648 ВИ производства ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ, полученная методом газовой атомизации на установке «HERMIGA 10/100 VI».

Как показано на рисунке 1, отечественные порошки ЖС обладают преимущественно сферической формой гранул и ярко выраженным дендритным строением (рисунки 1 в, г), причем с измельчением гранул происходит уменьшение дендритного параметра [13,14]. Существенное влияние на структуру капель-микрослитков оказывает скорость охлаждения, которая достигает 10^4 К /с [3]. Таким образом, из-за высокого соотношения площади поверхности к объему и малой массы гранул тонкой (пылевой) фракции, именно у этой фракции достигается наибольшая скорость охлаждения и наиболее неравновесная, т.е. низкоэнтропийная структура материала, характеризуемая очень малым дендритным параметром ячеек, распределенных по поверхности гранул (рис. 1 в, г).

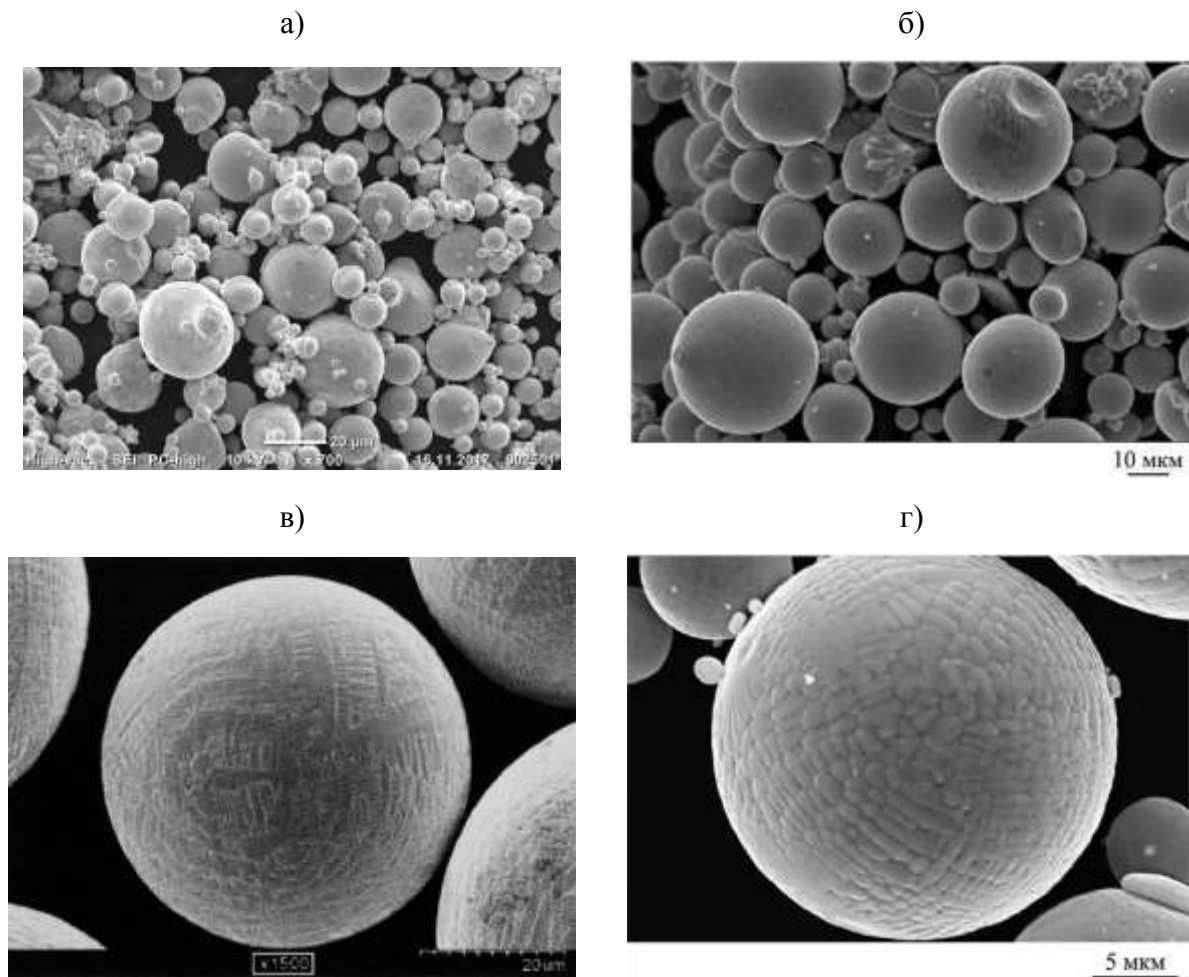


Рис. 1 – Внешний вид сфероидизированных гранул отечественных ЖС:
 а) – сплава ЭП741НП [3]; б) – сплава ЭП648 ВИ [13,15];
 морфология гранул ЭП741 НП – (в) и гранул ЭП648 ВИ – (г) [16]

Описанная особенность структуры, способствующая локализации и равномерности распределения легирующих компонентов сплава с равновесным коэффициентом распределения $k_0 < 1$ именно на поверхности гранулы, – дополнительный благоприятный фактор для МПМ-технологии, реализуемой без расплавления металла. Спекание заготовок из пылевых гранул с подобной структурой должно способствовать получению монолитного материала с мелкозернистой структурой, обладающего повышенными эксплуатационными характеристиками (в частности, сопротивлением ползучести при повышенных температурах). Кроме того, более широкое целевое использование отсеиваемых при сепарации порошков с различным фракционным составом, включая тонкие фракции (менее 20 и

менее 40 мкм), должно повышать совокупный выход годного. В случае центробежного способа производства выход тонкой фракции мал.

Гранулометрический состав исследуемых порошков жаропрочных сплавов измерялся методом динамического лазерного светорассеяния (DLS), на приборе «Microtrac Bluewave». Из анализа данных (рис. 2 и табл. 1) о гранулометрическом составе тонких фракций порошков ЖС следует, что все рассматриваемые порошки обладают средним размером частиц менее 40 мкм, что соответствует рекомендуемому для MIM-технологии размеру частиц [17]. Однако порошок, полученный методом центробежного распыления в несколько раз крупнее, чем полученный методом газоструйной атомизации.

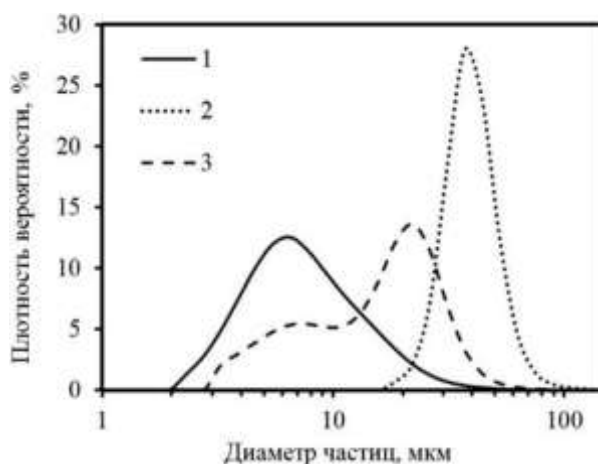


Рис. 2 – Гранулометрический состав тонких фракций отечественных порошков ЖС: 1 – ЭП648 ВИ; 2 – ЭП741 НП (центробежное распыление); 3 – ЭП741 НП (атомизация)

Таблица 1

Характеристики распределения размеров порошков ЖС

| Материал | ЭП648 ВИ (атомизация) | ЭП741 НП (центробежное распыление) | ЭП741 НП (атомизация) |
|---|--------------------------|--|--------------------------|
| Характеристика | Значение, мкм | | |
| Мода распределения диаметров сферических частиц с эквивалентным объемом | 8,07 | 37,27 | 16,06 |
| Стандартное отклонение | 7,25 | 10,53 | 9,69 |
| Максимальный диаметр сферических частиц, мкм | 73,99 | 104,6 | 87,99 |
| Минимальный диаметр сферических частиц, мкм | 2,31 | 18,5 | 3,27 |

Контроль истинной плотности тонких фракций порошков ЖС проводился на пикнометре марки «G-DenPyc 2900» с пределом относительной инструментальной погрешности $\pm 0,02\%$. В результате установлено: тонкая фракция порошков ЖС практически лишена пористости, что является её важнейшим преимуществом. Кроме того, с уменьшением размера полученных методом атомизации гранул также уменьшается количество поверхностных дефектов-сателлитов, что несомненно является дополнительным достоинством тонкой фракции.

Для подтверждения принципиальной возможности изготовления МПМ-методом изделий из исследуемых тонких фракций порошков ЖС на их основе были изготовлены полимерно-порошковые смеси, – функциональные композиционные материалы, называемые фидстоками. В качестве связующего фидстоков использовалась разработанная в Межфакультетской лаборатории «Новые способы и технологии литья» МГТУ им. Н.Э. Баумана полимерная воск-полиолефиновая смесь. Это связующее, обеспечивающее существование на стадии литья достаточного для проявления эффекта тиксотропии и требуемой текучести у шликера количества структурно свободной жидкости, должно одновременно после затвердевания быть пригодным для последующего растворно-термического удаления из фасонных композиционных полимерно-порошковых отливок («зеленых деталей») основной части полимерного состава композита при сохранении конфигурации изделия, приданной на стадии литья. Система пор, самопроизвольно формирующаяся в разработанной композиции полимеров на растворной стадии дебиндинга, при последующем нагреве оказалась удобной для беспрепятственного выхода газообразных продуктов пиролиза полиолефинового компонента связующего, на долю которых, в зависимости от типа полиолефина, приходится более 99,9 % его начальной массы, а массовая доля золы, соответственно, составляя менее 0,09%, практически не влияет на химический состав спекаемого материала. Такая двухстадийная

технология удаления связующего из отформованного полуфабриката предотвращает появление трещин и локальных неоднородностей в теле спекаемой порошковой «коричневой» детали и обеспечивает сохранность её геометрии. Следует подчеркнуть, что разработанная и опробованная полимерная смесь функционального связующего изготовлена с использованием полимеров исключительно отечественной номенклатуры.

Одним из основных показателей качества фидстоков является объемная доля порошка. Для обеспечения минимальной усадки порошковой заготовки при спекании наполненность фидстоков порошком должна быть максимальной, но, в тоже время, она не должна создавать проблем для литьевого формования изделий со сложной геометрической конфигурацией, включая тонкостенные, образуя пробковое течение или приводя к ликвации компонентов фидстоков. Корпорация «BASF», к примеру, использует наполнение ММ-фидстоков, приблизительно равное 60–62 об. %, а для СИМ-фидстоков, из-за скользящей асферичной формы керамических порошков, используемое наполнение, как правило, уменьшается до 50–55 об. %.

Для определения максимально возможного объемного наполнения фидстоков используемыми тонкими фракциями порошков ЖС заданного гранулометрического состава было проведено опытно-технологическое исследование. Контроль объемного наполнения фидстока порошком осуществляли через вычисление массовых долей компонентов, рассчитываемых на основе пикнометрических значений плотности. Технологические пробы для оценки «формуемости» фидстоков производили на лабораторной инжекционно-литьевой машине RR/TSMР. В результате исследования было установлено, что, при фиксированных гранулометрическом и морфологическом составе порошков, предельное объемное наполнение фидстока с разработанным связующим составляет:

– 60 об. % для тонкой фракции порошка сплава ЭП741 НР, полученного методом центробежного распыления;

- 65 об. % для тонкой фракции порошка сплава ЭП741 НП, полученного методом газоструйной атомизации;
- 65 об. % для тонкой фракции порошка сплава ЭП648 ВИ, полученного методом газоструйной атомизации.

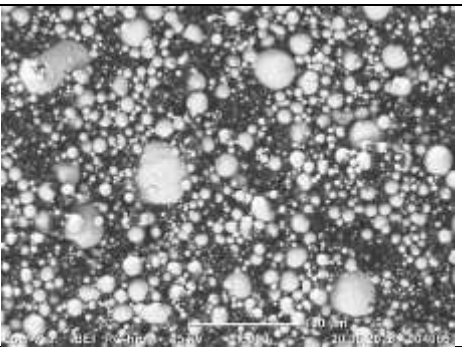
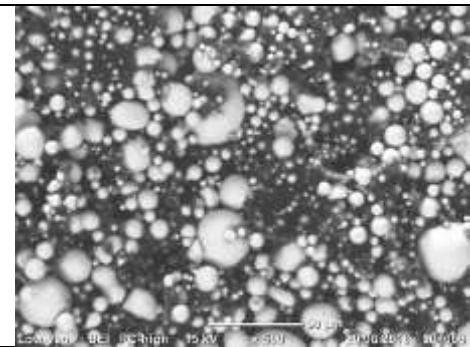
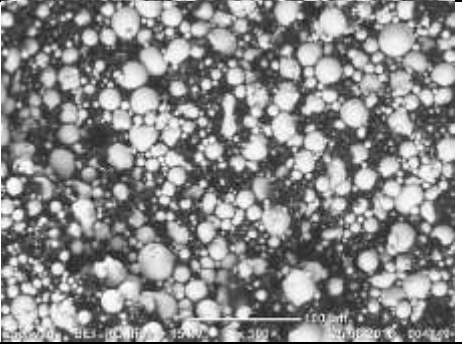
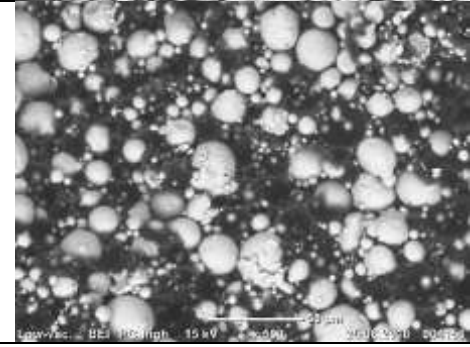
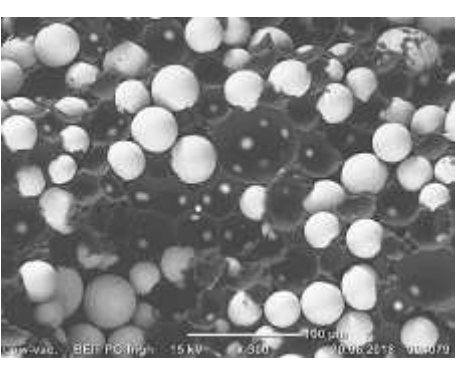
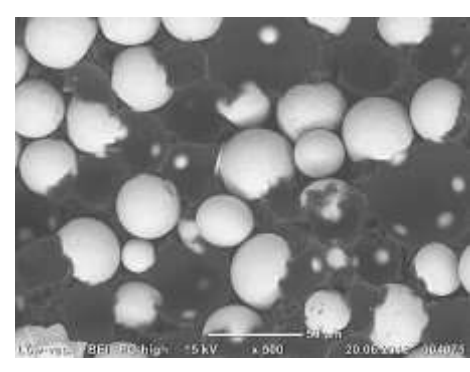
Микроструктура фидстоков, изготовленных из тонкой фракции порошков отечественных ЖС, со связующим для растворо-термического удаления, изготовленным из отечественных полимерных компонентов, показана в таблице 2. Из приведенных в таблице изображений следует, что все изготовленные фидстоки обладают однородной микроструктурой и содержат металлические частицы преимущественно сферической формы, что создает предпосылки для однородной и воспроизводимой усадки при последующем спекании заготовок деталей.

Литьевое формование модельных образцов из изготовленных фидстоков осуществлялось в МГТУ им. Н.Э. Баумана на лабораторной инжекционно-литьевой машине RR/TS MP. Последующее растворо-термическое удаление полимерного связующего проводилось в соответствии с разработанными в Межфакультетской лаборатории «Новые способы и технологии литья» режимами. Последующее спекание «коричневых» деталей осуществлялось на базе АО «Композит».

Металлографическое исследование спеченных ЖС, полученных МПМ-методом при использовании фидстоков, наполненных 65 об. % порошка ЖС с пылевым фракционным составом, проводили при помощи растрового электронного микроскопа. Количественный анализ пористости на представленных в таблице 3 изображениях был проведен с применением программных средств обработки растровых изображений.

Таблица 2

РЭМ-изображения микроструктуры изготовленных фидстоков

| Тип и доля наполнителя | Увеличение ×300 | Увеличение ×500 |
|---|---|--|
| Порошок ЭП 648 ВИ после атомизации, 65 об. % |  |  |
| Порошок ЭП 741 НП после атомизации, 65 об. % |  |  |
| Порошок ЭП 741 НП после центробежного распыления, 60 об. % |  |  |

Характеристики микропористости спеченных ЖС, полученных МИМ-методом в одной садке (при одинаковом режиме спекания), указаны в таблице 4. Для спеченного сплава ЭП 741 НП, полученного МИМ-методом, остаточная микропористость составила всего 0,6 %; для спеченного сплава ЭП 648 НП – 2,4 %. По-видимому, данный результат может быть улучшен за счет оптимизации режимов спекания и использования ГИП.

Таблица 3

Микропористость спеченных ЖС, полученных МИМ-методом

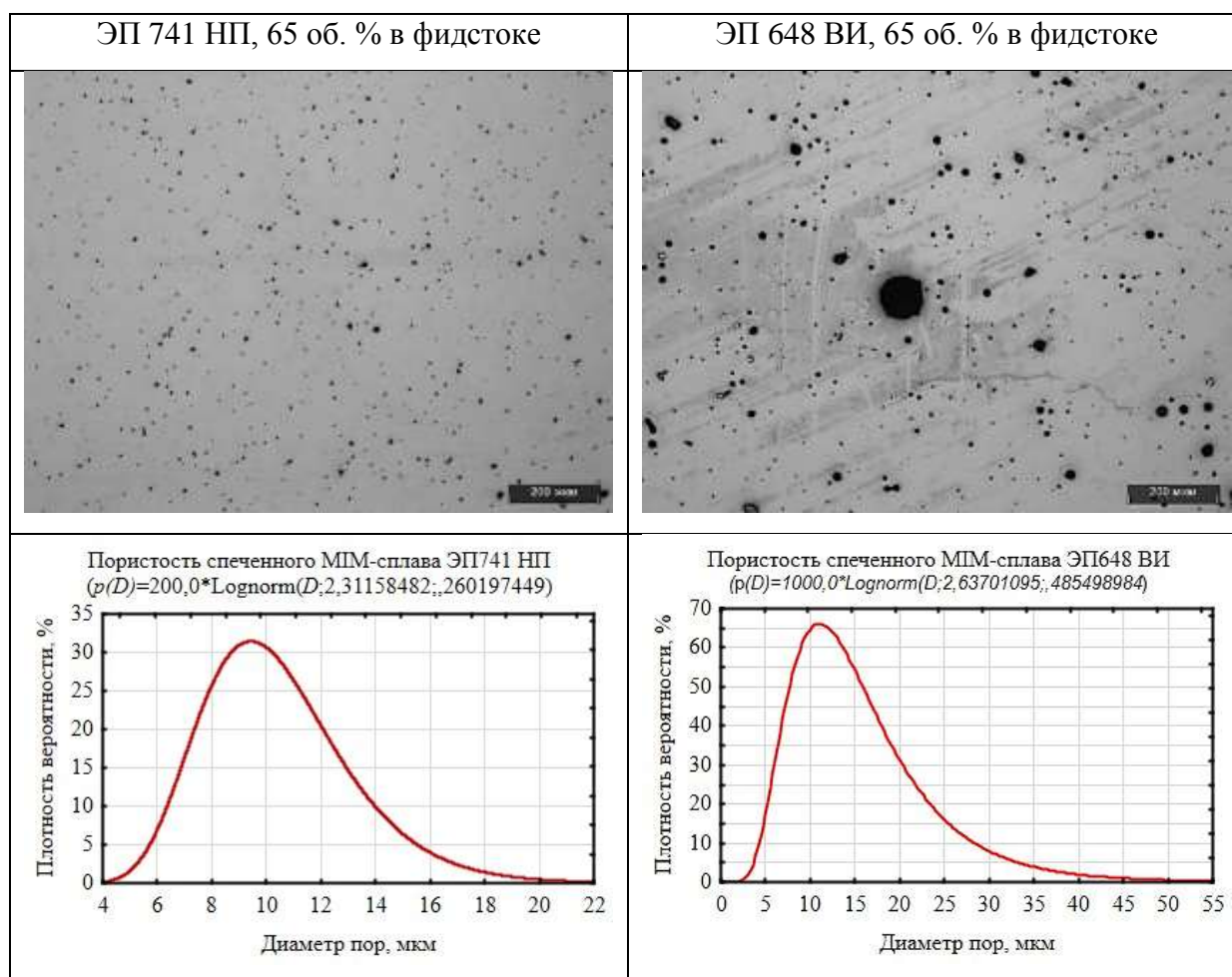


Таблица 4

Характеристики микропористости спеченных ЖС

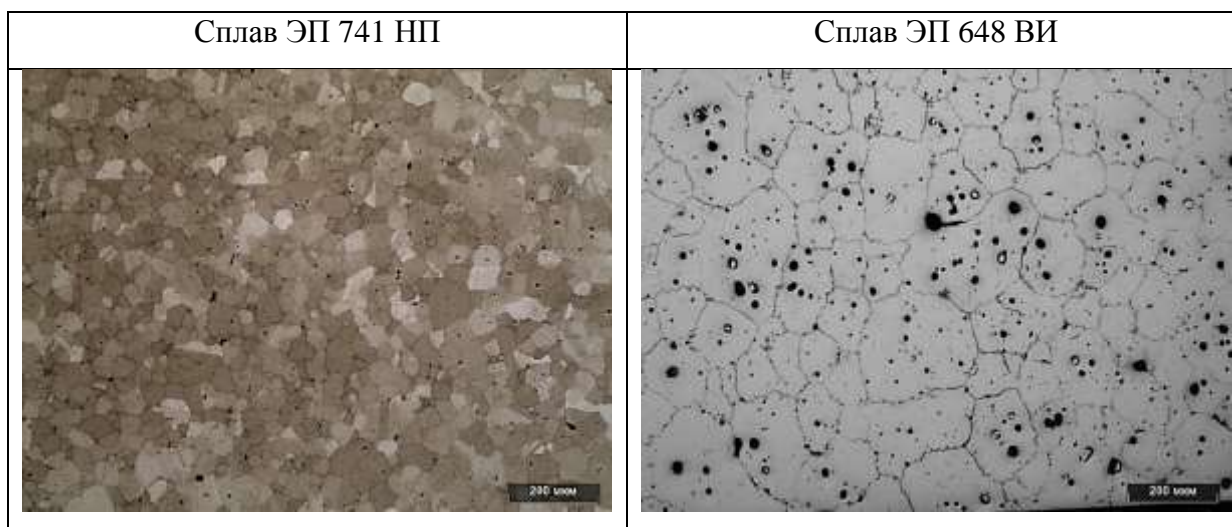
| Материал | ЭП741 НП, (атомизация, 65 об. %) | ЭП648 ВИ (атомизация, 65 об. %) |
|------------------------------|-------------------------------------|---------------------------------------|
| Характеристика | Значение | |
| Объёмная доля пор | 0,56±0,19 %, $P = 95$ % | 2,41±0,47 %, $P = 95$ %. |
| Средний размер пор, мкм | 10,5 (8,3 – мода) | 15,8 (12,9 – мода) |
| Максимальный размер пор, мкм | 26,3 | 98,1 |
| Минимальный размер пор, мкм | 7,2 | 7,2 |

Микроструктуры спеченных ЖС выявляли травлением. РЭМ-изображения микроструктур спеченных ЖС, полученных МИМ-методом, показаны в таблице 5. На представленных изображениях наблюдается

выраженный габитус (огранка) зерен, что свидетельствует о полноте и интенсивности процессов рекристаллизации и полигонизации при спекании. В изготовленных МИМ-методом спеченных ЖС сформирована мелкозернистая структура, что потенциально [10,18] должно обеспечивать их высокие механические характеристики.

Таблица 5

Изображения микроструктуры ЖС, полученных МИМ-методом



Выводы

Продемонстрирована возможность использования технологии инжекционного литья под высоким давлением полимерно-порошковых смесей (МИМ-технология) для серийного производства малогабаритных деталей из жаропрочных поликристаллических сплавов. Представлены результаты опытно-технологической работы по изготовлению модельных образцов из тонкой фракции порошков ЖС, что потенциально позволяет повысить совокупный выход годного порошка с различным фракционным составом на 25%.

Установлено, что дендритная структура поверхности использованных гранул характеризуется очень малым дендритным параметром, гарантирующим за счет ликвации легирующих компонентов с $k_0 < 1$ их равномерное распределение по поверхности гранулы, создавая предпосылки

того, что использование МІМ-технологии должно приводить к упрочнению ГЗ, увеличению поверхностной энергии ГЗ, и тем самым вести к повышению сопротивления ползучести и увеличению длительной прочности изделий из ЖС.

Показано, что спекание порошковых заготовок с подобной структурой пылевых гранул способствует получению спеченного материала высокой плотности с мелкозернистой структурой и повышенными эксплуатационными характеристиками. Для порошковых сплавов исследованных составов предложены оптимизированные составы фидстоков.

Продолжение работ по изготовлению точных фасонных изделий из отечественных ЖС МІМ-методом представляется перспективным. Необходима оптимизация разрабатываемых технологических режимов получения МІМ-методом изделий из жаропрочных сплавов с заданным уровнем свойств; требуется квалификация и паспортизация разрабатываемых МІМ-материалов и технологических режимов.

К недостаткам тонкой фракции порошков ЖС, по-видимому, можно отнести высокое (до ~0,04 %) содержание кислорода. Таким образом, в случае использования тонких фракций порошков ЖС для получения высококачественных спеченных изделий из ЖС необходимы подобные исследования при более строгом контроле за содержанием кислорода в конечном продукте.

Литература

1. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Ломберг Б.С. Стратегические направления развития конструкционных материалов и технологий их переработки для авиационных двигателей настоящего и будущего // Автоматическая сварка, № 10-11, 2013. С. 23–32.

2. Береснев А.Г., Разумовский И.М. Новые решения в металлургическом производстве // Технология машиностроения, Т. 1, 2016. С. 29–34.

3. Логачева А.И. Технологии порошковой металлургии для производства изделий из конструкционных и функциональных сплавов для авиакосмической техники // Конструкции из композиционных материалов, Т. 140, № 4, 2015. С. 15–25.

4. Гарибов Г.С., Гриц Н.М. Эволюция характеристик гранулируемых сплавов для авиадвигателей // Технология легких сплавов, № 4, 2013. С. 106–112.

5. Ломберг Б.С., Овсепян С.В., Бакрадзе М.М., Летников М.Н., Мазалов И.С. Применение новых деформируемых никелевых сплавов для перспективных газотурбинных двигателей // Авиационные материалы и технологии, № 5, 2017. С. 116-129. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-116–129.

6. Семенов А.Б., Смирнов А.Е., Муранов А.Н., Куцбах А.А., Семенов Б.И. Влияние термической и химико-термической обработки на структуру и свойства хромомолибденовой стали 38ХМА в изделиях, полученных МИМ-методом // Заготовительные производства в машиностроении, Т. 16, № 11, 2018. С. 518–523.

7. Довыденков В.А., Крысь М.А., Фетисов Г.П. Получение металлических деталей методом формования и спекания металлополимерных композиций // Технология металлов, Т. 6, 2008. С. 28–32.

8. Davies A., Dunstan G.R., Hayward A.C., Howells R.I.L., Lane M.I. Metal Injection Moulding of Heat Treated Alloy 718 Master Alloy // Advances In Powder Metallurgy and Particulate Materials, No. 8, 2003. pp. 8–12.

9. Kloeden B., Weissgaerber T., Kieback B., Langer I. The processing and properties of metal injection moulded superalloys // PIM International, Vol. 7, No. 1, 2013. pp. 53–66.

10. Williams B. Growing demand from the aerospace sector drives MIM superalloys research // PIM International, Vol. 9, No. 2, 2015. P. 45.

11. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Оспенникова О.Г., Семенов Б.И., Семенов А.Б., Королев В.А. Металлопорошковые композиции жаропрочного сплава ЭП648 производства ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ в технологиях селективного лазерного сплавления, лазерной порошковой наплавки и высокоточного литья полимеров, наполненных металлическими порошками // Известия высших учебных заведений. Машиностроение, Т. 9, № 678, 2016. С. 62-80. DOI 10.18698/0536-1044-2016-9-62-80.

12. Семенов Б.И., Семенов А.Б., Муранов А.Н. Современные жаропрочные деформируемые никелевые и интерметаллидные сплавы, методы их обработки: сборник трудов конференции // Переработка и свойства суперсплавов, пригодных для МИМ. М.: ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ, 2015. 13 ноября 2015 г. 10 с.

13. Евгенов А.Г., Неруш С.В., Василенко С.А. Получение и опробование мелкодисперсного металлического порошка высокохромистого сплава на никелевой основе применительно к лазерной LMD-наплавке // Труды ВИАМ, № 5, 2014. 19 с.

14. Логачева А.И., Жукова Т.Г., Курганова Ю.А. Сборник докладов Восьмой Всероссийской конференции молодых ученых и специалистов "Будущее машиностроения России" // Формирование заданного комплекса свойств из гранулируемого никелевого сплава ЭП741НП. М: МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2015. 23-26 сентября 2015 г. С. 249–250.

15. Неруш С.В., Евгенов А.Г. Исследование мелкодисперсного металлического порошка жаропрочного сплава марки ЭП648-ВИ применительно к лазерной LMD-наплавке, а также оценка качества наплавки порошкового материала на никелевой основе на рабочие лопатки ТВД // Труды ВИАМ, № 3, 2014. 20 с.

16. Евгенов А.Г., Рогалев А.М., Неруш С.В., Мазалов И.С. Исследование свойств сплава ЭП648, полученного методом селективного лазерного сплавления металлических порошков // Труды ВИАМ, № 2, 2015. С. 12.

17. Муранов А.Н., Семенов Б.И. XL Академические чтения по космонавтике, посвященные памяти академика С.П. Королёва и других выдающихся отечественных ученых: сборник тезисов // Исследование и оптимизация гранулометрического состава порошков-наполнителей фидстоков, используемых в PIM-технологии. М.: МГТУ им. Н.Э. Баумана. Москва, 26-29 января 2016 г. С. 42.

18. Ott E.A., Peretti M.W. Metal injection molding of alloy 718 for aerospace applications // JOM, Vol. 64, No. 2, 2012. pp. 252-256. DOI: 10.1007/s11837-012-0246-z.

УДК 678.073

**Функционализированные термопластичные филаменты для
двуматричных ПКМ, изготовленных методом 3D-печати**

Сорокин А.Е.¹, к.т.н.; Ларионов С.А.¹; Краев И.Д.¹; Пыхтин АА.¹, к.т.н.;
Беляев А.А.¹; Кобзев Д.Е.²; Блохин А.Н.²

sorokinae@viam.ru

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)

²Тамбовский государственный технический университет (ТГТУ)

Аннотация:

В докладе рассмотрены результаты проведенных во ФГУП «ВИАМ» исследований в области переработки функционализированных термопластичных композиционных материалов методом FDM-печати в рамках проекта РФФИ № 18-03-00371. Предложен способ получения двуматричных композитов радиотехнического назначения с контролируемым пространственным распределением двух активных наноразмерных наполнителей с применением метода 3D печати. Для реализации этого подхода определены технологические режимы печати нанокompозитов на основе углеродных нанотрубок (УНТ) и ударопрочного полистирола (УПС). Проведено электронномикроскопическое исследование излома УНТ-модифицированной нити и определено распределение наполнителя. Исследованы функциональные и физико-механические свойства модифицированных термопластичных материалов и темплейтов. Определены оптимальные рецептура материала и структура темплейта.

Ключевые слова:

термопластичный филамент, аддитивные технологии, УНТ, 3D-печать, УПС, АБС-пластик, двуматричные ПКМ.

Введение

Термопласты и композиты на их основе активно применяются в различных отраслях промышленности, в том числе в высокотехнологичных: авиационной, космической, автомобильной, судостроительной и т.д. благодаря сочетанию эксплуатационных и технологических свойств. Эти материалы характеризуются низкой плотностью, стойкостью к химическим и физическим воздействиям, хорошими диэлектрическими показателями, технологичностью и т.д. [1–4]. Сегодня наряду с традиционными методами переработки термопластов, такими как, литье под давлением, прессование и экструзия, активно развиваются аддитивные технологии переработки, обеспечивающие целый ряд технологических преимуществ [5–8].

Аддитивные технологии (АТ, 3D-печать) в настоящее время достаточно широко применяются для прототипирования, т.к. позволяют быстро изготовить трехмерные опытные образцы конструкции, которые затруднительно изготовить с применением традиционной технологии и проанализировать их свойства до начала массового производства [9, 10], в меньшей степени – для формования конечных изделий. В 2012 году доля конечных изделий из пластмасс, произведенных с помощью АТ, составила 28 %. Однако по прогнозам этот показатель к 2020 году должен достигнуть 80 %. Ограничения применения аддитивных технологий для изготовления конечных изделий как правило связаны с более низкими значениями прочностных показателей по сравнению с традиционными технологиями. Для послойных методов 3D-печати (в частности, селективного лазерного спекания, SLS) как правило наблюдается существенная анизотропия свойств, зависящая от выбора исходного материала (термопластичного порошка) и параметров технологического процесса [11]. В то же время применение 3D-печати для создания функциональных материалов лишено данных ограничений и открывает широкие возможности за счет возможности создания изделий сложной геометрии.

Наиболее интенсивно полимерные изделия, изготовленные методами АТ, внедряются в аэрокосмической промышленности, автомобиле- и судостроении. Причем для изделий этих высокотехнологичных отраслей промышленности используют в основном конструкционные, высокопрочные и термостойкие фотополимеризуемые композиции, полимерные материалы типа полиэфирэфиркетон, полиэфиримид, а также материалы на основе ABS-пластика и полиамида ПА-12 в модифицированном и не модифицированном состоянии. Например, компании Boeing, Douglas Aircraft Company, Lockheed Martin, Airbus S.A.S. (EADS) и Northrop Grumman, Bell Helicopter, NASA, GE Aviation начали внедрять АТ с 1990-х годов. На сегодняшний день АТ активно применяются для изготовления деталей самолетов (Boeing 737 Scale model, Boeing 787 Dreamliner, Airbus A 350), вертолетов (MV-22 Osprey, Bell Model 412), а также многих беспилотных летательных аппаратов (N+3, SULSA): воздуховодов, печатных плат, антенн, сенсоров, кабель-каналов, обтекателей ИК-камер, конструкций кресел и внутренней отделки пассажирских салонов, топливных баков, деталей турбовинтовых двигателей. Mercedes-Benz, BMW, Audi AG, Lamborghini, Kingston University, Bentley Motors используют АТ для изготовления спикеров, спойлеров, деталей освещения, приборных панелей, элементов внутренней отделки, манжет омывателей фар, деталей контура охлаждения тормозной системы, бензобаков, элементов двигателей внутреннего сгорания. NASA использовало АТ для создания деталей марсохода Rover и направляющих лопаток компрессора в прототипе полностью неметаллического ГТД. Немецкая компания «HenseYachts AG» применяет аддитивные технологии для создания корпусов парусных яхт и лодок. Компании RAMLAB, DAMEN Shipyards Group, Autodesk, Promarin совместно разработали и изготовили из ПКМ методом 3D-печати гребной винт «Waampeller» диаметром 1,3 м и массой 180 кг, установленный на портовом буксире в г. Роттердам.

Аналогичные работы по созданию винтовых установок ведутся в Российской компании «Пульсар».

Одним из наиболее распространённых и доступных методов аддитивной переработки термопластов является послойная укладка расплавленной полимерной нити [7–8, 12] (fused deposition modeling или FDM). Схема процесса FDM приведена на рисунке 1.

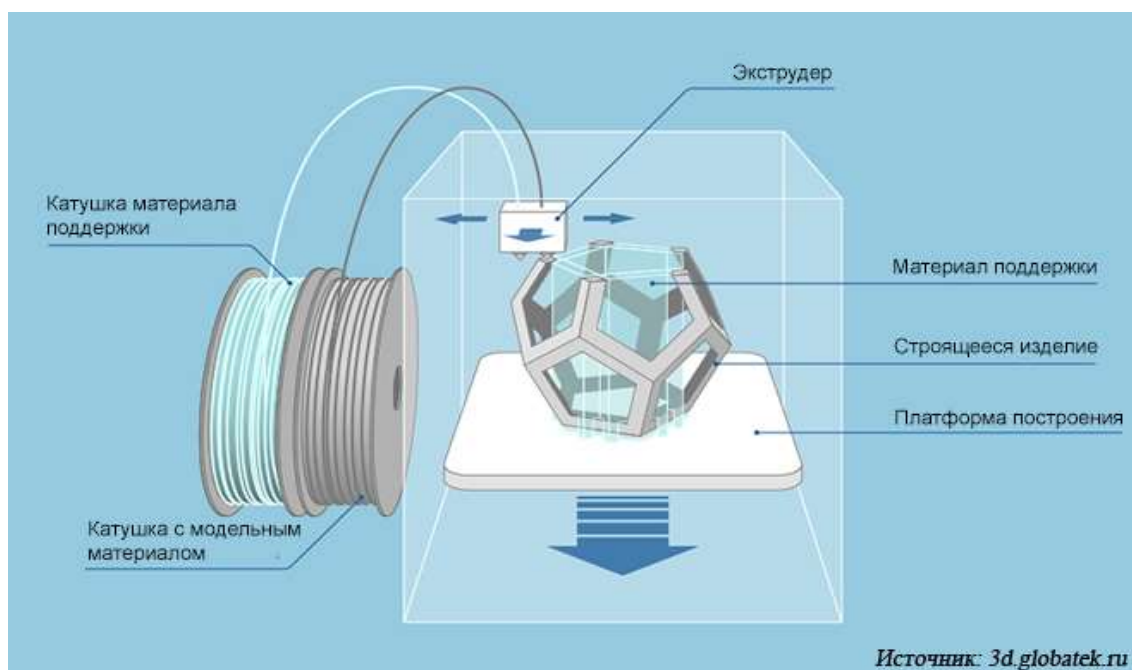


Рис. 1 – Схема процесса FDM

3D-печать (сама по себе, а также в комбинации с другими методами) также может применяться для создания деталей со сложным контролируемым пространственным распределением компонентов, что открывает возможность направленного создания новых (в т.ч. анизотропных двуматричных) функциональных материалов и изделий. В настоящее время как правило используются материалы со сравнительно простым пространственным распределением свойств: однородные, простые градиентные, составленные из нескольких отличающихся однородных слоев и т.п. Применение технологий 3D-печати – эффективный способ изготовления структур более сложной пространственной организации. В рамках проекта РФФИ № 18-03-00371 нами предложен способ получения двуматричных композитов радиотехнического назначения с контролируемым

пространственным распределением двух активных наноразмерных наполнителей с применением метода 3D-печати. Подход заключается в заполнении наномодифицированным реактопластом пористого темплейта, полученного с помощью FDM технологии из термопластичного материала. Таким образом, удастся реализовать заданное пространственное распределение двух активных наполнителей (в термопластичном и термореактивном компонентах) и, в частности, систематически исследовать влияние геометрических параметров темплейта на электрофизические свойства.

В качестве наполнителя для ПКМ радиотехнического применения, в том числе обеспечивающих электромагнитную совместимость, применяются магнитные или электропроводящие мелкодисперсные материалы. В частности активно используются различные формы углерода в качестве проводящего наполнителя [13]. Углеродные нанотрубки (УНТ) имеют ряд преимуществ, в частности, достижение порога перколяции при очень низкой концентрации наполнителя [14]. В последние годы ряд работ направлен на исследование комбинаций магнитных и проводящих наполнителей в виде простой смеси [15, 16]. Авторами [17] описана возможность создания гибридных наноструктур с применением магнитных (обычно Fe_3O_4) и углеродных наполнителей; вариантами такого подхода являются синтез наночастиц типа ядро-оболочка (core-shell) [18] или инкапсуляция наночастиц во внутреннее пространство УНТ [19]. Радиофизические свойства материала в значительной мере зависят пространственного распределения функциональных компонентов [20]. Одним из примеров таких материалов являются искусственные периодические структуры – т.н. метаматериалы [21]. Для создания материалов с искусственной пространственной неоднородностью может применяться заполнение темплейтов. В контексте создания материалов радиотехнического назначения, темплейтный синтез применялся для получения углерод-

наполненного материала на основе цеолитов с различной топологией пор [22]. В РФ получение таких материалов и их применение для управления распространением электромагнитного излучения в ТГц-диапазоне (используется термин “квазиметаматериалы”) описано в работах ИФХЭ РАН, в качестве темплейта используется нановолокнистый оксид алюминия [23].

Настоящая работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 10.15 Высокопроизводительные аддитивные технологии изготовления деталей и изделий из термопластичных материалов функционального назначения («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [1, 3].

Материалы и методы

Исследования проводили на следующих полимерных матрицах: ударопрочный полистирол (УПС) марки 825 (ПАО «Нижнекамскнефтехим»), акрилонитрилбутадиенстирол (АБС) марок 2525-31 и 1525-31 (ОАО «Пластик Узловая», Россия).

Таблица 1

Свойства исследуемых термопластичных материалов

| Наименование показателей | УПС марки 825 | АБС марки 2525-31 | АБС марки 1525-31 |
|---|---|--|--|
| Прочность при растяжении, МПа, 20 °С | 17,5 | 44,0 | 46,0 |
| Относительное удлинение при разрыве, % | 50,0 | 25,0 | 20,0 |
| Модуль упругости при растяжении, ГПа | 1,5 | - | - |
| Температура размягчения по Вика, °С | 84,0 | 96,0 | 101,0 |
| Показатель текучести расплава, г/10 мин | 7,5 ± 1,5 (при 200 °С и нагрузке – 5 кг) | 20,0 (при 200 °С и нагрузке – 5 кг) | 22,0 (при 200 °С и нагрузке – 5 кг) |

В качестве функциональных наполнителей использовали: углеродные нанотрубки марок: «Таунит-М» функционализированные алкильными группами (ТМ) и Таунит-МД нефункционализированные - нативные (ТМД).

Таблица 2

Свойства исследуемых функциональных наполнителей

| Характеристика | Таунит-М | Таунит-МД |
|--|------------|------------|
| Внешний диаметр, нм | 10-30 | 8-30 |
| Внутренний диаметр, нм | 5-15 | 5-15 |
| Длина, мкм | ≥ 2 | ≥ 20 |
| Общее количество примесей, % начальное после очистки | ≤ 5 | ≤ 5 |
| | ≤ 1 | ≤ 1 |
| Удельная поверхность, м ² /г | ≥ 270 | ≥ 270 |
| Насыпная плотность, г/см ³ | 0,025-0,06 | 0,025-0,06 |

Филаменты электропроводящих полимерных нанокомпозитов для FDM печати темплейта получали путем смешения в расплаве полимерного материала (УПС 825 и АБС 2525-31 и 1525-31) и УНТ (ТМ и ТМД). Смешение производили в лабораторном смесителе типа «Брабендер», полученные агломераты измельчались в молотковой дробилке «Молот 200», для получения нити диаметром 1,75 мм для 3D-печати использовали лабораторную линию Skamia (шнековый экструдер с диаметром шнека 20 мм).

Для FDM-печати использовался 3D-принтер Magnum Creative 2 PRO. Печать проводилась сплошным заполнением с ориентацией нити между слоями $\pm 45^\circ$. Толщина слоя печати составляла 0,1 мм. В качестве основания для печати использовано боросиликатное стекло с предварительно нанесённым растворным методом адгезивным слоем из пластика. В процессе печати использовался обогрев стола для печати.

Для оценки влияния функционализации на свойства филамента были проведены исследования по определению твердости по Шору (ГОСТ 23677-79) на приборе модели ИТ 5069 УХЛ 4.2., водопоглощения (ГОСТ 4650-

2014), удельного электрического сопротивления (ГОСТ 7229-76) и прочности в условиях срезающих напряжений (на «Testometric 500»).

Исследование морфологии поверхности изломов образца нити в поперечном направлении проводили на растровом электронном микроскопе Zeiss EVO MA 10 при ускоряющем напряжении 15 кВ и токе пучка от 20 до 40 пА. Были получены фотографии в режиме вторичных и отраженных электронов при увеличениях от $\times 500$ до $\times 40000$. Контраст изображения структуры в отражённых электронах определяется средним атомным номером фазы: чем выше атомный номер, тем светлее данный участок.

Для измерения эффективной диэлектрической проницаемости образцов проводили резонаторе Damaskos, модель 015. Диэлектрическую проницаемость рассчитывали, исходя из частот и добротности резонансов. Охваченный диапазон частот составил от 4 ГГц до 21 ГГц. Магнитную проницаемость принимали равной 1 в связи с "немагнитной" природой материала.

Результаты и обсуждение

При реализации проекта предложен подход создания двуматричных материалов, в которых оба компонента системы являются функциональными. В качестве материала для печати темплейта использовались термопластичные композиты, модифицированные УНТ, а заполнение темплейта производится дисперсией активного (магнитного или диэлектрического) керамического наполнителя в реактопласте.

Выбранные технологические режимы печати нанокompозитов на основе УНТ и УПС обеспечивают высокие характеристики размеростабильности и степень заполнения деталей. Полученные образцы также характеризуются отсутствием расслоения и высокой адгезией к материалу подложки. Таким образом, было подтверждено, что FDM технология позволяет получать пористые темплейты разной конфигурации. Примеры таких темплейтов представлены на Рисунке 2.

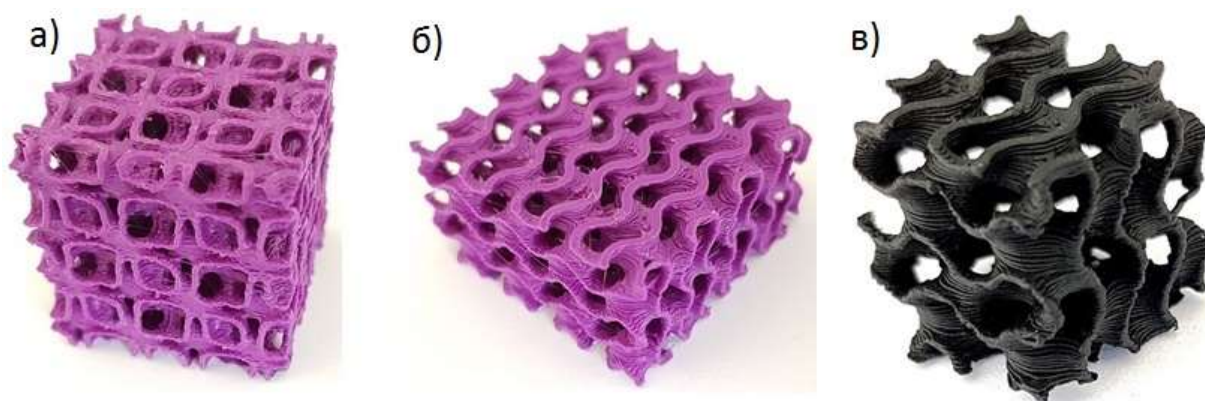


Рис. 2 – Примеры пористых темплейтов, полученных методом FDM:
а, б – из АБС-пластика марки 2525; в – из УНТ-модифицированного УПС.

В настоящей работе в качестве модельного термопласта для получения УНТ-модифицированной нити для FDM-технологии был использован ударопрочный полистирол. Электронномикроскопическое исследование УНТ-модифицированной нити показало (рисунок 3), что строение излома вязкое: на поверхности излома присутствуют признаки интенсивной пластической деформации. Микроструктура материала гетерогенная, выявлены глобулы размером до нескольких десятков микрометров. Макростроение поверхности излома свидетельствует о близком к однородному распределению УНТ. Отдельные нанотрубки, покрытые слоем полимера, присутствуют как на поверхности агломератов УНТ, так и в объеме материала. Строение излома согласуется с литературными данными о механизме разрушения УНТ-композитов как с терморезактивными так и с термопластичными матрицами [24]. Согласно этим литературным источникам разрушение происходит не по границе раздела «полимер-нанотрубка», а внутри «слабого» слоя полимера, локализованного между адсорбированным на УНТ полимером и объемом материала. По данным исследования поверхности излома в отраженных электронах признаков значимого различия состава структурных элементов не выявлено.

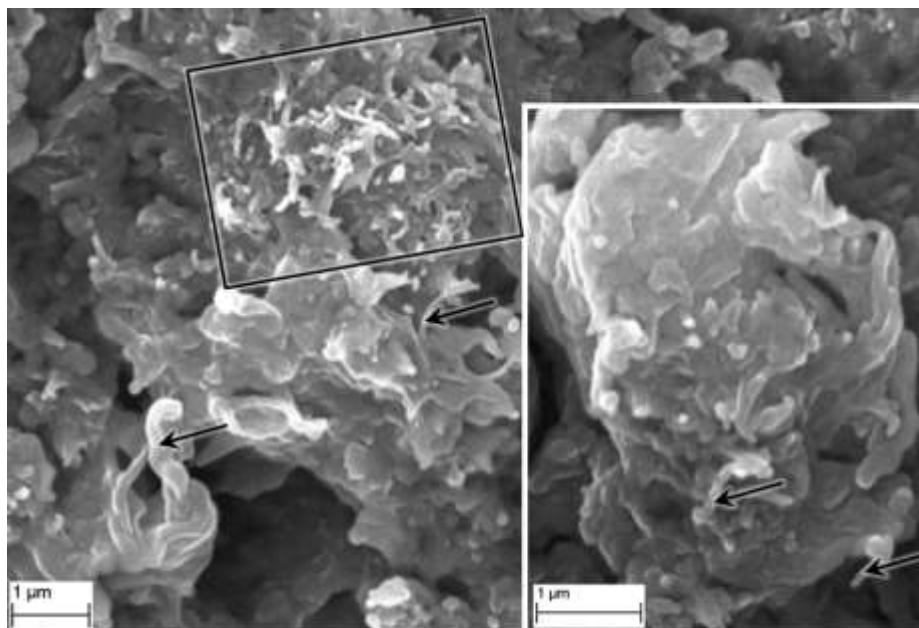


Рис. 3 – Электронномикроскопические изображения микрорельефа излома УНТ-модифицированной нити при увеличении $\times 25000$ (на вставке - при $\times 40000$). Агломерат нанотрубок выделен рамкой; отдельные нанотрубки, покрытые слоем полимера, указаны стрелками

Для оценки влияния функционализации на свойства филамента были проведены исследования по определению твердости по Шору, водопоглощения, удельного электрического сопротивления и прочности в условиях срезающих напряжений. Характеристики исследованных филаментов на основе АБС наполненных УНТ приведены в таблице 3.

Таблица 3

Основные характеристики филаментов на основе АБС и УНТ

| Композиция | Твердость по Шору | Влагопоглощение за сутки, % | ρ , Ом·м | Разрушающее напряжение при срезе, Н/мм ² |
|----------------------|-------------------|-----------------------------|---|---|
| АБС | 77 | 1,2 | диэлектрик | 53 |
| АБС + 1% УНТ (ТМД) | 80 | 1 | $2,7 \cdot 10^6$ | 40,7 |
| АБС + 2,5% УНТ (ТМД) | 79 | 1,1 | $4,6 \cdot 10^3$ | 47,9 |
| АБС + 5% УНТ (ТМД) | 79 | 1,2 | $2,2 \cdot 10^3$ | 51,6 |
| АБС + 1% УНТ (ТМ) | 79 | 1,1 | Более $3,1 \cdot 10^{12}$ (диэлектрик) | 35,3 |
| АБС + 2,5% УНТ (ТМ) | 80 | 1,3 | Более $2,26 \cdot 10^{12}$ (диэлектрик) | 47,3 |
| АБС + 5% УНТ (ТМ) | 80 | 1,6 | $4,2 \cdot 10^4$ | 49,7 |

В ходе исследования было установлено, что введение функционализированных УНТ любого типа увеличивает значение твердости по Шору в среднем на 4%. (Таблица 3)

Использование функционализированных УНТ марки ТМ приводит к увеличению значения водопоглощения на 10–30%, в то время как УНТ марки ТМД, напротив, снижают этот показатель на 10–15% (Таблица 3).

Исследование электрофизических свойств филаментов наполненных углеродными нанотрубками показало, что с ростом концентрации сопротивление образцов падает. Это может быть вызвано образованием перколяционного контура при $\sim 2,5\%$ масс. УНТ. Значения удельного электрического сопротивления для всех исследованных нанокомпозитов приведены в таблице 3. Необходимо отметить, что использование углеродных нанотрубок марки ТМД целесообразнее, чем ТМ, поскольку позволяет достичь более низких значений удельного сопротивления.

Определение прочностных показателей филаментов наполненных УНТ проводили на испытательной машине «Testometric 500» со скоростью испытания 100 мм/мин. Данные приведены в таблице 3. Введение углеродных нанотрубок в концентрационном интервале от 1 до 5% масс. приводит к снижению прочности на 20–30%.

В результате поиска оптимальной рецептуры, обеспечивающей необходимый уровень функциональных и физико-механических свойств филаментов и напечатанных деталей, были выбраны композиции, содержащие: 5 масс.% углеродных нанотрубок (ТМ и ТМД).

На радиотехнические показатели значительное влияние оказывает не только структура материала (распределение, строение и форма функционального наполнителя) но и его геометрия, толщина, пористость и т.п. В связи с этим были проведены исследования строения напечатанного темплейта на его радиопоглощающие свойства. Для сравнения были изготовлены образцы темплейтов с мелко- и крупноячеистой структурой

различной конфигурации и различным наполнением. Фотографии образцов приведены на рисунке 4.

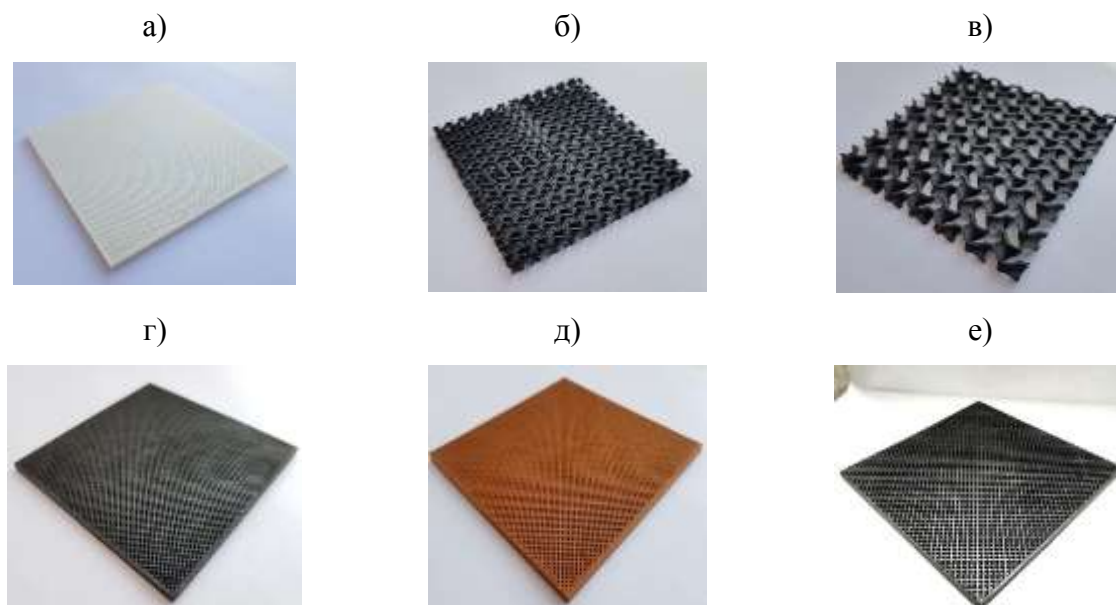


Рис. 4 – Образцы пористых темплейтов, полученных методом FDM.

а) – АБС-марки 2525-31 Мелкая сетка , б) АБС+ УНТ (ТМД) 5% Сложная мелкоячеистая (склейка 4 блока); в) АБС+ УНТ (ТМД) 5% Сложная крупноячеистая; г) АБС+ УНТ ТМД 5% Мелкая сетка; д) Полилактид + Cu (30%) Мелкая сетка; е) АБС+ УНТ (ТМД) 5% Мелкая сетка

Таблица 4

Результаты исследования диэлектрической проницаемости образцов темплейтов наполненных электропроводящими частицами

| Состав | АБС | АБС+ УНТ ТМД 5% масс. | АБС+ УНТ ТМД 5% масс. | АБС+ УНТ ТМД 5% масс. | АБС+ УНТ ТМ 5% масс. | Полилактид + Cu 30% масс. |
|----------------------|--------------|---|------------------------|-----------------------|----------------------|---------------------------|
| Текстура | Мелкая сетка | Сложная мелкоячеистая (склейка 4 блока) | Сложная крупноячеистая | Мелкая сетка | Мелкая сетка | Мелкая сетка |
| Коэфф. отражения, Дб | -13,5 | -8,8....9 | -8,5.....9 | -5,7 | -7,5 | -12 |
| Коэфф. отражения, % | 21,1 | 36,3....35,5 | 37,6....35,5 | 51,9 | 42,17 | 25,11 |

Исходя из данных (таблица 4), можно сделать вывод о том, что образец с мелкосетчатой структурой характеризуется наилучшим значением

коэффициента отражения, в то время как образцы с более сложной крупноячеистой конфигурацией по своим значениям близки к чистому ненаполненному АБС пластику. Введение меди не оказывает существенного влияния на диэлектрические характеристики полимерной матрицы. Использование УНТ (ТМ) функционализированных алкильными группами приводит к ухудшению диэлектрических характеристик темплейта, по сравнению с таковыми для композиции наполненной нативными УНТ (ТМД).

Заключение

Установлено, что выбранные технологические режимы печати нанокompозитов на основе УНТ и УПС обеспечивают высокие характеристики размеростабильности, степень заполнения, отсутствием расслоения и высокой адгезией деталей к материалу подложки. Таким образом, подтверждено, что FDM технология позволяет получать пористые темплейты разной конфигурации.

Электронномикроскопическое исследование излома УНТ-модифицированной нити показало, что разрушение происходит не по границе раздела «полимер-нанотрубка», а внутри «слабого» слоя полимера, локализованного между адсорбированным на УНТ полимером и объемом материала. Макростроение поверхности излома свидетельствует о близком к однородному распределению УНТ.

По результатам определения функциональных и физико-механических характеристик выявлено, что композиции с содержанием 5 масс. % углеродных нанотрубок (ТМ и ТМД) характеризуются оптимальным уровнем свойств термопластичных филаментов и напечатанных деталей.

Результаты исследования влияния строения темплейта на радиопоглощающие свойства показали, что оптимальной является мелкоячеистая структура.

*Работа выполнена при поддержке Российского Фонда
Фундаментальных Исследований, грант № 18-03-00371.*

Литература

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» //Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3-33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33
2. Каблов Е.Н. Материалы и химические технологии для авиационной техники //Вестник Российской академии наук. 2012. Т. 82. № 6. С. 520-530.
3. Каблов Е.Н. Авиакосмическое материаловедение //Все материалы. Энциклопедический справочник. 2008. № 3. С. 2-14.
4. Каблов Е.Н. Тенденции и ориентиры инновационного развития России /Сб. науч.-информац. материалов. 3-е изд. – М.: ВИАМ. 2015. 720 с.
5. Huang S.H., Liu P., Mokasdar A., Hou L. Additive manufacturing and its societal impact: a literature review // Int. J. Adv. Manuf. Technol. 2013. 67. с. 1191–1203. DOI: 10.1007/s00170-012-4558-5
6. Vikas H., Stavropoulos P., Chryssolouris G. Additive manufacturing methods and modeling approaches: a critical review// Int. J. Adv. Manuf. Technol. 2016. 83, с. 389–405. DOI: 10.1007/s00170-015-7576-2
7. Платонов М.М., Петрова Г.Н., Ларионов С.А., Барботько С.Л. Оптимизация состава полимерной композиции с пониженной пожарной опасностью на основе поликарбоната для технологии 3D печати расплавленной полимерной нитью//Известия вузов. Серия: Химия и химическая технология. 2017. Т.60. № 1. С.87-94.
8. Г.Н. Петрова, С.А. Ларионов, А.Е. Сорокин, Ю.А. Сапего Современные способы переработки термопластов // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2017. №9 (57). Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 14.05.2018). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-11-7-7.

9. Каблов Е.Н. “Аддитивные технологии - доминанта национальной технологической инициативы” // Интеллект и технологии. 2015. №2(11). С.52-55;
10. Каблов Е.Н. “Настоящее и будущее аддитивных технологий” // Металлы Евразии. 2017. № 1. С. 2-6;
11. M. Schmid, R. Kleijnen, M. Vetterli, K. Wegener “Influence of the Origin of Polyamide 12 Powder on the Laser Sintering Process and Laser Sintered Parts” // Appl. Sci. 2017. 7. P. 462;
12. Hill N., Haghi M. Deposition direction-dependent failure criteria for fused deposition modeling polycarbonate // Rapid Prototyping Journal. 2014. 20/3. с. 221–227. DOI: 10.1108/RPJ-04-2013-0039
13. J-M. Thomassin, C. Jerome, T. Pardoen, C. Bailly, I. Huynen, C. Detrembleur ”Polymer/carbon based composites as electromagnetic interference (EMI) shielding materials” // Mater. Sci. Eng. R. 2013. 74. P. 211-232;
14. J.K.W. Sandler, J.E. Kirk, I.A. Kinloch, M.S.P. Shaffer, A.H. Windle, “Ultra-low electrical percolation threshold in carbon-nanotube epoxy composites” // Polymer 2003. 44(19). P.5893–5899;
15. A. Teber, K. Cil, T. Yilmaz, B. Eraslan, D. Uysal, G. Surucu, A.H. Baykal, R. Bansal “Manganese and Zinc Spinel Ferrites Blended with Multi-Walled Carbon Nanotubes as Microwave Absorbing Materials” // Aerospace 2017, 4, P. 2-19;
16. Z. Wang, L. Wu, J. Zhou, W. Cai, B. Shen, Z. Jiang “Magnetite Nanocrystals on Multiwalled Carbon Nanotubes as a Synergistic Microwave Absorber” // J. Phys. Chem. C 2013, 117, P. 5446–5452;
17. X. Jia, J. Wang, X. Zhu, T. Wang, F. Yang, W. Dong, G. Wang, H Yang, F. Wei “Synthesis of lightweight and flexible composite aerogel of mesoporous iron oxide threaded by carbon nanotubes for microwave absorption” // J. Alloys. Compd. 2017. 697, p. 138-146;

18. Y. Du, W. Liu, R. Qiang, Y. Wang, X. Han, J. Ma, P. Xu “Shell Thickness-Dependent Microwave Absorption of Core–Shell Fe₃O₄@C Composites” // ACS Appl. Mater. Interfaces. 2014. 6. P. 12997–13006;

19. A.S. Andreev, M.A. Kazakova, A.V. Ishchenko, A.G. Selyutin, O.B. Lapina, V.L. Kuznetsov, J-B. d'Espinose de Lacaillerie “Magnetic and dielectric properties of carbon nanotubes with embedded cobalt nanoparticles” // Carbon. 2017. 114. P. 39-49;

20. S.H. Park, P. Theilmann, K. Yang, A.M. Rao, P.R. Bandaru “The influence of coiled nanostructure on the enhancement of dielectric constants and electromagnetic shielding efficiency in polymer composites” // Appl. Phys. Lett. 2010. 96. P. 043115;

21. H-T. Chen, W.J. Padilla, J.M.O. Zide, A.C. Gossard, A.J. Taylor, R.D. Averitt “Active terahertz metamaterial devices” // Nature 2006. 444. P. 597-600;

22. J. Wang, H. Zhou, J. Zhuang, Q. Liu “Influence of spatial configurations on electromagnetic interference shielding of ordered mesoporous carbon/ordered mesoporous silica/silica composites” // Scientific Reports 2013. 3. P. 3252;

23. О.К. Красильникова, А.С. Погосян, Н.В. Серебрякова, Т.Ю. Гранкина, А.Н. Ходан “Получение углеродных наноматериалов с использованием пористого оксида алюминия как темплата” // Физикохимия поверхности и защита материалов 2008. 44. С. 389-394;

24. D. Banerjee, T. Nguyen, T-J. Chuang “Mechanical properties of single-walled carbon nanotube reinforced polymer composites with varied interphase’s modulus and thickness: a finite element analysis study” // Comput. Mater. Sci. 2016. 114. P. 209–218;

УДК 666.3.032

Структура и свойства керамических композиционных материалов $ZrO_2+20\%Al_2O_3$, полученных с применением аддитивных технологий

Промахов В.¹, к.т.н.; Жуков А.¹, д.ф-м.н.; Ковальчук С.¹;
Шульц Н.¹; Грунт Н.¹

vvpromakhov@mail.ru, zhuk_77@mail.ru, kovalchuk.s.v@mail.ru, schulznikita97@gmail.com,
grunt.nikita@gmail.com

¹*Национальный исследовательский Томский государственный университет,
г. Томск*

Аннотация:

Представлены результаты исследований по получению образцов из керамических композиционных материалов $ZrO_2-20\%Al_2O_3$ с использованием аддитивной технологии послойного наплавления термопластичных систем. Исследована структура и фазовый состав исходных порошков, получены экспериментальные образцы, проанализированы структура и свойства экспериментальных образцов, полученных с использованием аддитивных технологий. Измеренная статическая прочность на изгиб образцов составляла 450 ± 70 МПа, микротвердость составляла $HV = 14$ ГПа, а модуль упругости был $E = 280 \pm 25$ ГПа.

Ключевые слова:

аддитивные технологии; керамические материалы; композиционная структура; механические свойства.

1. Введение

Опираясь на мировой опыт в развитии современных подходов физического материаловедения и новых технических решений необходимо признать, что изготовление узлов и отдельных деталей из новых конструкционных и функциональных материалов без развития аддитивных технологий осуществить невозможно. Аддитивные технологии, прежде всего, позволяют с минимальными затратами реализовать любые конструкторские и инженерные идеи в наукоемких отраслях производства, таких как авиастроение, двигателестроение, ракетостроение, современные электронные приборы и др. [1].

С использованием методов селективного лазерного спекания к настоящему времени проведены исследования по формованию изделий, в том числе и из керамических порошков [2]. Однако механизмы структурообразования, которые определяются диффузионными процессами, не реализуются в случае кратковременного воздействия на порошки лазерным лучом. Вследствие этого, структура керамики неоднородна – присутствуют большое количество пор и трещин. Относительная плотность образцов составляет 57–77% в зависимости от мощности лазера. Это недопустимо в изделиях конструкционного и функционального назначения, что позволяет сделать вывод о неприменимости лазерного спекания керамических порошков. Большое количество работ посвящается альтернативным (гибридным) подходам по формированию «качественной» структуры керамических изделий [3]. Это обуславливает актуальность настоящей работы.

Материалы и методы исследований

На сегодняшний день специалисты Томского государственного университета разработали метод аддитивной печати сложных профильных изделий на основе принципов экструзии материалов. Создан 3D-принтер, который подходит для работы с термопластичными пастами (суспензиями)

на основе керамических порошков. Весь рабочий процесс включает в себя подготовку исходных материалов, осаждение материала через сопло и этап последующей обработки (спекания). Образцы в настоящем исследовании были изготовлены из порошков, производимых японской химической компанией Tosoh Corporation. Используя сканирующую электронную микроскопию (СЭМ), на рисунке 1 показаны результаты порошков ZrO_2 (3% Y_2O_3) + 20% Al_2O_3 . Можно видеть, что порошки состоят из гранул со средним размером 40–80 мкм, рис. 1 (а). Гранулы состоят из наночастиц размером примерно 100 нм, рис. 1 (б). Частицы имеют довольно узкое распределение по размеру.

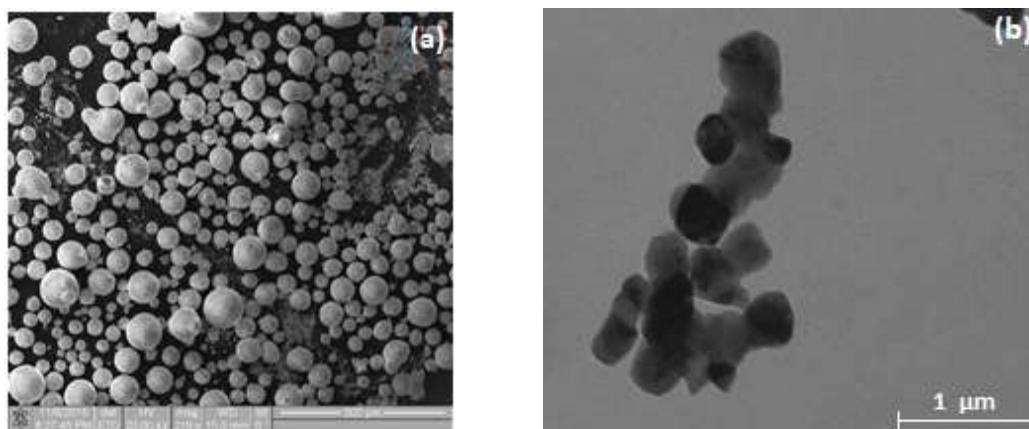


Рис. 1 – Изображения порошков $ZrO_2(3\% Y_2O_3) + 20\% Al_2O_3$:
(а) общий вид порошков; (б) изображение наночастиц, из которых состоят гранулы

Оборудование

Процесс печати проводили с применением лабораторного 3D-принтера, разработанного специалистами Томского государственного университета по заданной программе. В качестве тестовой геометрии лабораторных образцов был выбран элемент лопатки (рисунок 2). Преобразование трехмерных моделей в цифровые команды для установки осуществлялось в специализированном программном обеспечении Slic3r. В программном обеспечении Slic3r были выбраны следующие параметры для печати образцов: диаметр выходного отверстия фильеры 0.7 мм, высота слоя печати

0.8 мм, коэффициент внутреннего заполнения детали 50%, температура печати 60°C, скорость печати – 20 мм/мин).

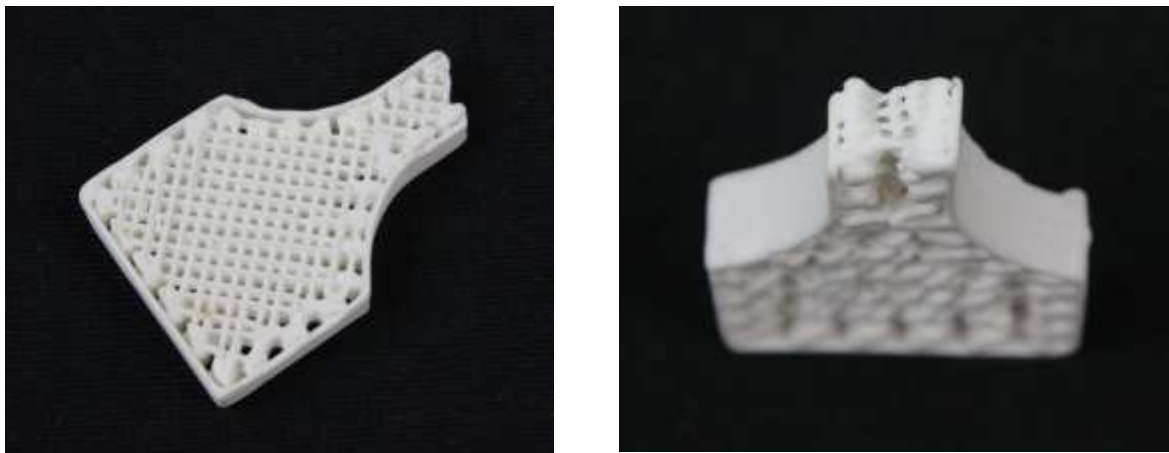


Рис. 2 – Керамические образцы, полученные 3D-печатью с 50% внутренним заполнением

Для анализа структуры полученных слоев были проведены исследования с применением оптического микроскопа. Установлено, что пористость образцов не превышала 12%. Выявлено, что микроструктура образцов равномерная, монолитная, без дефектов в виде трещин. Деламинации между слоями не наблюлось.

Для изучения зерненной структуры образцов проводили исследования с применением растрового электронного микроскопа Philips SEM-515.

Подбор режимов для печати.

Для проверки технологических режимов получения изделий из керамики сложной формы был проведен ряд исследовательских экспериментов, в которых варьировалась температура подачи керамической пасты. Во всех экспериментах были установлены следующие фиксированные параметры: скорость печати составляла 2,5 мм / с, диаметр образцов составлял 18,5 мм, диаметр фильеры составлял 0,8 мм. Для всех образцов в качестве материала для печатной пасты использовались порошки системы ZrO_2 ($3Y_2O_3$) - 20% Al_2O_3 . На рисунке 3 показан ряд изображений процесса печати керамических образцов с постоянной скоростью печати и с разными температурами для «горячей зоны» подвижной головки. Качество печати регистрировали визуально и определяли по толщине стенок образцов.

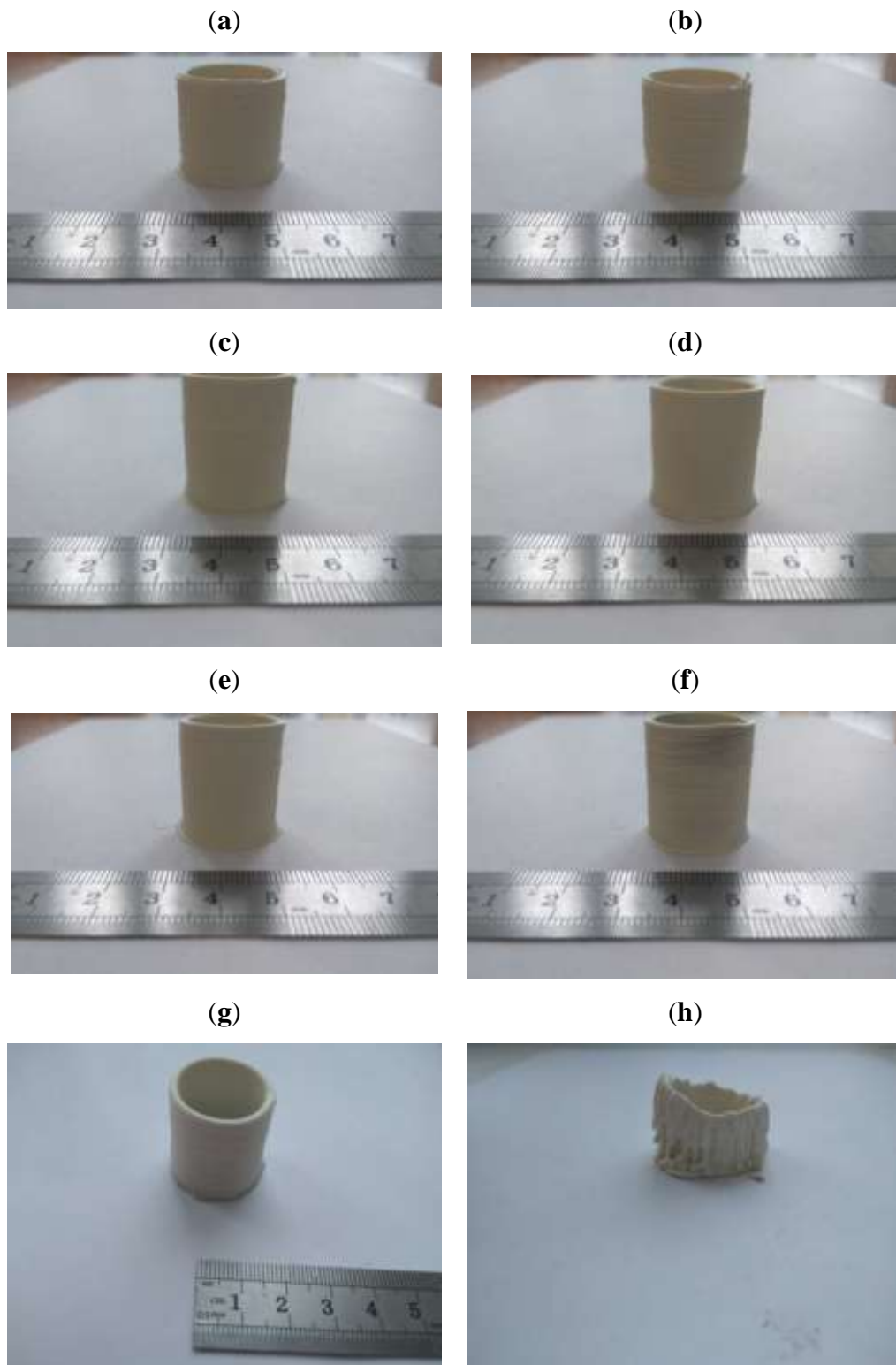


Рис. 3 – Изображения процесса печати керамических образцов при постоянной скорости печати и использовании разных температур для печатающей головки. а) образец № 1: температура 60 ° С, толщина стенки 3 мм; (б) Образец № 2: температура 61 ° С, толщина стенки 3 мм; (в) образец № 3: температура 62 ° С, толщина стенки 3 мм; (д) Образец № 4: температура 63 ° С, толщина стенки 3,15 мм; е) образец № 5: температура 64 ° С, толщина стенки 3,6 мм; (ф) Образец № 6: температура 65 ° С, толщина стенки 3,7 мм; (г) образец № 7: температура 66 ° С, толщина стенки 3,9 мм; и (h) образец № 8: температура 67°С

Было обнаружено, что повышение температуры «горячей зоны» подвижной головки в диапазоне от 60 до 67°C критически влияет на качество отпечатанных образцов. Исходя из качества образцов при оптимальной температуре, выбранное значение составляло 62°C.

Результаты и их обсуждение

Установлено, что пористость образцов не превышала 12%. Используя оптический микроскоп, мы определили, что микроструктура образцов является однородной, монолитной и без трещин, см. рисунки 4 (а, б). После визуального осмотра расслоения между слоями не наблюдалось.

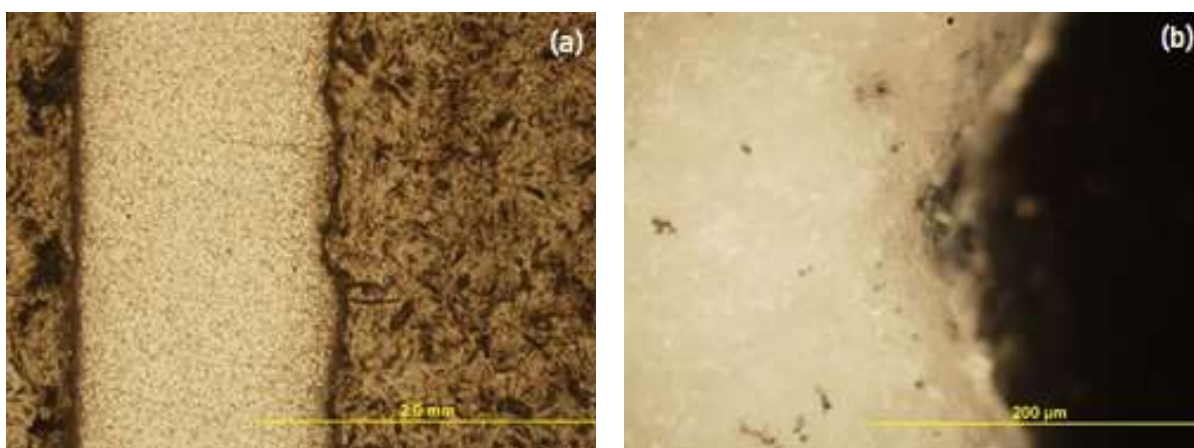


Рис. 4 – Изображения торцов, изготовленных образцов с использованием разработанного метода аддитивной печати: (а) изображение $\times 200$; (б) изображение $\times 1000$

Для изучения зерненной структуры образцов проводили исследования с применением растрового электронного микроскопа Philips SEM-515. Снимки структуры образцов кирками представлены на рисунке 5.

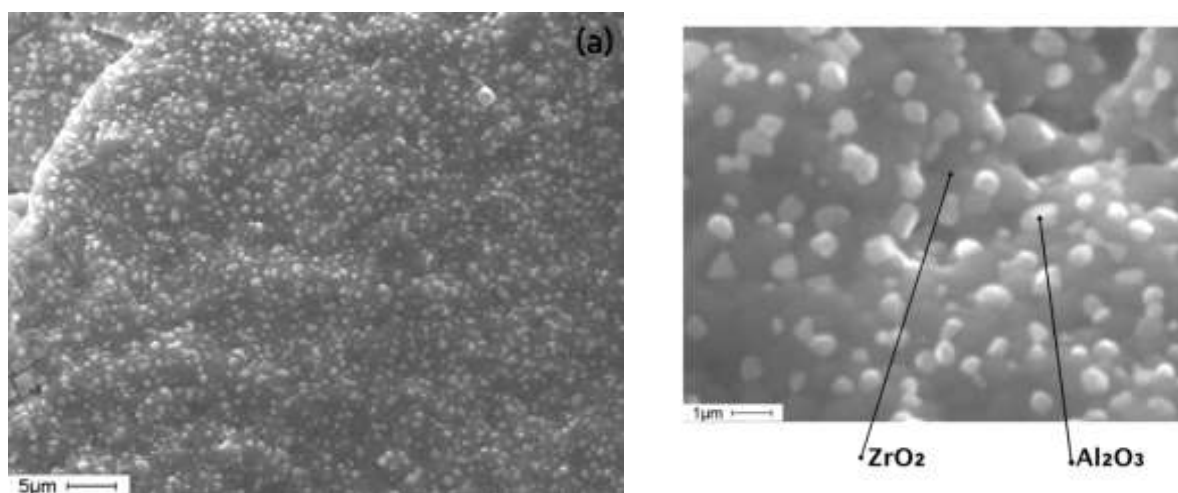


Рис. 5 – Изображения структуры керамики, полученные на сканирующем электронном микроскопе

Таким образом, метод изготовления керамических изделий с использованием цифровых технологий прошел лабораторные испытания; исследована микроструктура образцов, изготовленных по аддитивной технологии; и были проведены испытания на твердость керамики $ZrO_2 (Y_2O_3) + 20\% Al_2O_3$. Измеренная статическая прочность на изгиб (испытание прочности на изгиб в трех точках) образцов составляла 450 ± 70 МПа, микротвердость составляла 14 ГПа, а модуль упругости (E) составлял 280 ± 25 ГПа. Значения прочности немного уступают прочности аналогичных материалов, изготовленных по технологии инъекционного формования (CIM), потому что наши образцы характеризуются остаточной пористостью около 15%. Пористость определялась гидростатическим взвешиванием. Остаточная пористость возникает из-за температуры спекания, которая составляет $1500^\circ C$. При повышении температуры до $1600^\circ C$ эти материалы имеют плотную структуру [4, 5].

Сравнение с данными из литературы показало, что уровни свойств, полученных образцов, соответствуют уровням образцов из аналогичных материалов, которые были получены прессованием. Например, в работе [4] были изучены свойства композитов $ZrO_2 (Y_2O_3) + 20\% Al_2O_3$, полученных прессованием и спеканием. Авторы установили, что твердость образцов

составила 1400 HV. Авторы [5] рассмотрели свойства композитов, которые более широко используются при различных температурах спекания. Керамические образцы получали прессованием и спеканием при 1500, 1550 и 1600°C в течение 120 мин. Они установили, что прочность на изгиб после спекания композитов при температуре 1600°C в течение 2 ч составляла 690 МПа.

Чрезвычайно высокая температура плавления многих керамических материалов затрудняет производство деталей с использованием аддитивных технологий по сравнению с металлами и полимерами. Поскольку керамика не может быть легко отлита или обработана, 3D-печать обеспечивает значительное улучшение геометрической гибкости [6, 7]. В данной работе представлена технология получения образцов сложной формы из керамических материалов с использованием нанопорошков. Используя наш подход, можно изготавливать различные керамические композиции, в том числе материалы, которые трудно сформировать, используя спекающиеся порошки, такие как Al_2O_3 , ZrO_2 , Si_3N_4 и SiC , полученные плазмохимическим синтезом [8]. В этой статье мы сосредоточились на изучении структуры композитных материалов $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3) + 20\% \text{Al}_2\text{O}_3$. Такие керамические материалы представляют интерес для сердечника легких керамических сэндвич-панелей для высокотемпературных применений, в гиперзвуковых транспортных средствах и реактивных двигателях [9, 10]. 3D-печать с использованием керамических материалов создает возможности для изготовления деталей сложной формы, устойчивых к агрессивным средам и высоким температурам, например, в микроэлектромеханических системах или в системах тепловой защиты.

Заключение

Композиционные материалы широко используются во многих областях, таких как строительство, электроника и медицина [11, 12]. Фактически, они чрезвычайно интерактивны с другими материалами, и их

механические характеристики могут быть улучшены добавлением наночастиц [13] или волокон [14] наполнителей. Таким образом, возможность комбинирования характеристик керамических композиционных материалов с технологией 3D-печати чрезвычайно перспективна для будущих применений в материаловедении. В результате исследований показано, что с применением экструзии материалов с поршневой технологией возможно получение образцов сложной геометрии из оксидных керамических материалов. Было установлено, что после спекания полученных образцов на основе системы $ZrO_2 + 20\% Al_2O_3$ высота контролируемого слоя составляла примерно 600 мкм. Показано, что внутренняя структура керамики является монолитной без четких границ между горизонтальным и вертикальным слоями материала в образцах. Это позволяет утверждать, что разработанный 3D-метод формования изделий из технической керамики позволяет изготавливать изделия для структурных и функциональных целей. Прочность и твердость аддитивных керамических структур не уступают параметрам образцов, полученных по традиционной технологии литья под давлением.

Прочность керамических образцов, полученных с использованием аддитивной технологии, составляла 450 ± 70 МПа, что было гарантировано низкой остаточной пористостью в микроструктуре материала, микротвердостью $HV = 14$ ГПа и модулем упругости $E = 280 \pm 25$ ГПа. Как упомянуто выше, эти образцы характеризуются остаточной пористостью приблизительно 15%.

Работы выполнены за счет средств РФФИ (проект 18-79-00153).

Литература

1. Deckers, J.; Vleugels, J.; Kruth, J. Additive manufacturing of ceramics: a review. *J. Ceram. Sci. Technol.* **2014**, 5, 245–260.

2. Promakhov, V.; Zhukov, I.; Vorozhtsov, S.; Zhukov, A.; Vorozhtsov, A. Thermal Shock-Resistant Ceramic Composites Based on Zirconium Dioxide. *Refract. Ind. Ceram.* **2016**, *56*, 610–614.
3. Travitzky, N.; Bonet, A.; Dermeik, B.; Fey, T.; Filbert-Demut, I.; Schlier, L.; Greil, P. Additive manufacturing of ceramic-based materials. *Adv. Eng. Mater.* **2014**, *16*, 729–754.
4. Daguano, J.K.M.F.; Santos, C.; Souza, R.C.; Balestra, R.M.; Strecker, K.; Elias, C.N. Properties of ZrO₂–Al₂O₃ composite as a function of isothermal holding time. *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* **2007**, *25*, 374–379.
5. Santos, C.; Teixeira, L.H.P.; Daguano, J.K.M.F.; Rogero, S.O.; Strecker, K.; Elias, C.N. Mechanical properties and cytotoxicity of 3Y-TZP bioceramics reinforced with Al₂O₃ particles. *Ceram. Int.* **2009**, *35*, 709–718
6. Zocca, A.; Colombo, P.; Gomes, C.M.; Günster, J. Additive manufacturing of ceramics: Issues, potentialities, and opportunities. *J. Am. Ceram. Soc.* **2015**, *98*, 1983–2001.
7. Lin, H.; Gerbec, J.A.; Sushchikh, M.; McFarland, E.W. Synthesis of amorphous silicon carbide nanoparticles in a low temperature low pressure plasma reactor. *Nanotechnology* **2008**, *19*, 325601.
8. Zhukov, I.A.; Bondarchuk, S.S.; Basalaev, S.A.; Vorozhtsov, A.B.; Platov, V.V.; Titov, S.S. Nonlinear Dependence of Sprayed Drop Sizes on the Mass Fraction of a Salt Precursor Component. *Russian Phys. J.* **2018**, *60*, 1845–1847.
9. Levi, C.G.; Yang, J.Y.; Dalgleish, B.J.; Zok, F.W.; Evans, A.G. Processing and performance of an all-oxide ceramic composite. *J. Am. Ceram. Soc.* **1998**, *81*, 2077–2086.
10. Ohnabe, H.; Masaki, S.; Onozuka, M.; Miyahara, K.; Sasa, T. Potential application of ceramic matrix composites to aero-engine components. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* **1999**, *30*, 489–496.

11. Tomeckova, V.; Halloran, J.W. Cure depth for photopolymerization of ceramic suspensions. *J. Eur. Ceram. Soc.* **2010**, *30*, 3023–3033.
12. Requena, J.; Moreno, R.; Moya, J.S. Alumina and alumina/zirconia multilayer composites obtained by slip casting. *J. Am. Ceram. Soc.* **1989**, *72*, 1511–1513.
13. Pröbster, L.; Diehl, J. Slip-casting alumina ceramics for crown and bridge restorations. *Quintessence Int.* **1992**, *23*, 25–31.
14. Jin, L.; Zhou, G.; Shimai, S.; Zhang, J.; Wang, S. ZrO₂-doped Y₂O₃ transparent ceramics via slip casting and vacuum sintering. *J. Eur. Ceram. Soc.* **2010**, *30*, 2139–2143.

УДК 62-492.3

**Особенности загрязнения оборотного порошка сплава ВЖ159
кислородом в зависимости от энергетического воздействия**

Шуртаков С.В.¹, Евгенов А.Г.¹, к.т.н.

shurtakovsergey@gmail.com

¹*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)*

Аннотация:

Исследованы особенности загрязнения оборотного порошка сплава ВЖ159 в процессе селективного лазерного сплавления в зависимости от энергетических параметров и геометрии сканирования. Установлены некоторые закономерности и различие загрязнения порошка в зависимости от этих параметров.

Ключевые слова:

селективное лазерное сплавление, DMLS, ВЖ159, рециклинг, оборотный порошок, металлопорошковая композиция, газовый анализ.

Введение

Аддитивные технологии по сравнению с традиционными субтрактивными технологиями имеют преимущества не только в возможности производства деталей со сложной геометрией с заданными механическими свойствами, но и отличаются более высоким коэффициентом использования материала, который, по мнению авторов работ, может достигать значения близкого к 90–95% [1]. Столь высокий КИМ в процессе селективного лазерного сплавления может быть достигнут только при повторном использовании порошкового материала – металлопорошковой композиции (МПК). Но в процессе СЛС в среде инертной атмосферы (азот, аргон), вследствие наличия в камере построения остаточного кислорода на уровне до 1,3 % для азота и до 0,1 % для аргона, гранулы МПК неизбежно окисляются, и, при повторном использовании оборотной МПК, совершенно очевидно, что свойства синтезированного материала должны меняться по сравнению со свойствами материала, синтезированного из первичного порошка.

При освоении и внедрении разработанных технологий СЛС в серийном производстве деталей авиационной техники и, особенно, деталей горячего тракта авиационных двигателей, работающих в условиях циклических нагрузок при высоких температурах в окислительной среде, необходимо решение ряда задач, связанных с неразрушающим контролем получаемых деталей, набором статистики для прогнозирования реальных ресурсов деталей, разработкой нормативной базы, а также проблем, связанных с рециклингом, то есть, с повторным, многократным использованием оборотных МПК в условиях серийного производства. Большой объем исследований, выполненных зарубежными [2–14] и отечественными [15–23] коллективами в области селективного лазерного сплавления, в основном, посвящен исследованиям особенностей структурно-фазового состояния синтезированных материалов и анализу комплекса механических свойств,

либо разработке режимов СЛС на новые МПК. В этих работах вопросам загрязнения кислородом оборотной МПК на микроструктуру и механические свойства синтезированного материала внимания не уделяется, а исполнителями работ являются, как правило, исследовательские институты, не связанные напрямую с последующим внедрением технологий синтеза, а синтез материала проводится всегда на свежей МПК.

Рекомендации производителей аддитивного оборудования по просеву и повторному использованию оставшейся МПК после завершения процесса синтеза неограниченное количество раз не имеют под собой оснований. Опыт авторов показывает, что загрязнения в процессе СЛС оборотного порошка окислами и металлическим конденсатом неминуемо приводит к снижению механических характеристик, нарушению требуемой сплошности металла, которая может быть достигнута при сплавлении «свежего» порошка.

Загрязнения материала в процессе селективного лазерного синтеза вызвано самим высокоэнергетическим воздействием лазерного излучения на локальные участки газопорошковой среды, которой является нанесенный слой металлического порошка. Непосредственное измерение температуры в фокальном пятне лазера из-за высоких скоростей его перемещения представляет собой серьезную проблему, но результаты моделирования и лабораторных опытов позволяют оценить ее на уровне 1900 [9] – 2500°C [24, 25], что подтверждается и данными экспериментальных систем мониторинга [26]. В процессе синтеза происходит постоянный выброс частиц с поверхности слоя порошка. Данный процесс имеет взрывную природу и может быть связан как с вскипанием локально перегретого расплава, так и с взаимодействием расплава с остаточной влагой на поверхности находящихся рядом несплавленных частиц порошка. Расплавленный фрагмент, вылетающий с поверхности экспонируемого сечения, взаимодействует с примесями в защитной газовой среде. Такие частицы могут попадать как в плоскость экспонируемого сечения, так и в расположенный рядом

порошковый материал. Системы обдува, реализованные на современном оборудовании, призваны удалять данные частицы из области построения, однако на практике значительная их часть оказывается в оборотном порошке. При этом в случае соответствия размеров таких частиц верхней границе рабочего диапазона применяемого порошкового материала, они не могут быть удалены ситовым методом, а многократное повторное использование порошка приводит к увеличению доли загрязненных частиц в применяемом порошке.

Проблема оценки степени загрязнения оборотного порошка и ее влияние на микроструктуру и механические свойства синтезированного материала может быть решена применительно к конкретным изделиям, получаемым в рамках серийного производства простым набором статистики при проведении процессов синтеза, однако это достаточно затратный путь, требующий значительного времени, материалов и моторесурса дорогостоящего оборудования. Кроме того, такая методика потребует корректировки и повторного проведения исследований даже при относительно небольших изменениях габаритов и формы деталей. Интерес представляет создание именно универсальной методики оценки влияния загрязнений оборотного порошка на структуру и механические свойства синтезированного материала, однако ее создание невозможно без понимания механизмов загрязнения оборотного порошкового и синтезированного материалов в процессе селективного лазерного синтеза.

Настоящая работа является продолжением работы [27] посвящена исследованию особенностей загрязнения возвратного порошка в зависимости от геометрии получаемых синтезированных образцов и от энергетических параметров синтеза.

Материалы и методы

В качестве материалов для исследования выбрана МПК жаропрочного никелевого сплава с высокой жаростойкостью ВЖ159, химический состав

которой приведен в таблице 1. Фракционный состав использованного порошка составлял от 10 до 63 мкм. Процесс селективного лазерного сплавления порошка проводили в инертной среде азота по разработанным во ФГУП «ВИАМ» режимам, содержание кислорода в камере построения составляло менее 1,3 %. Для синтеза применялась стратегия сканирования полосами (OuterSkin Stripes, Core), включающими в себя режимы DownSkin и UpSkin и различными Contour. Поддерживающие структуры сетчатого вида (block) синтезировались также по разработанному режиму с пропуском слоев.

Таблица 1

Химический состав жаропрочного сплава ВЖ159

| Сплав | Ni | Cr | Al | Nb | Mo | C |
|-------|--------|-----------|-----------|---------|---------|-----------|
| ВЖ159 | Основа | 25,0-28,0 | 1,25-1,55 | 2,5-3,5 | 7,0-8,0 | 0,05-0,09 |

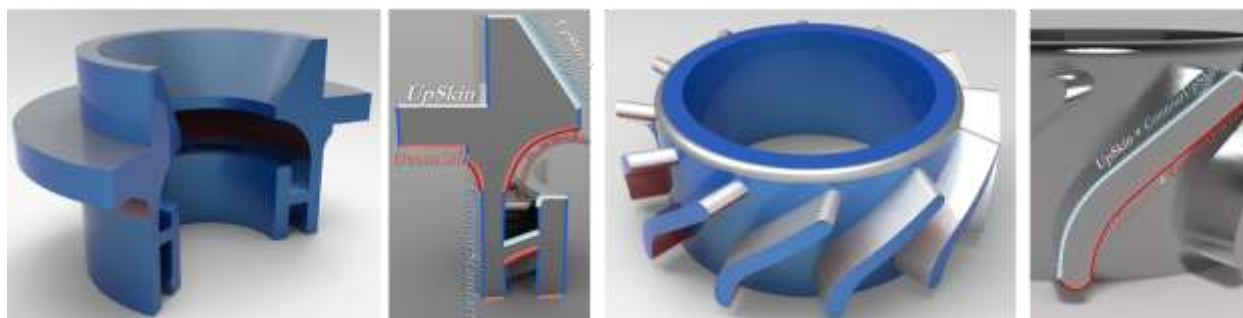


Рис. 1 – Схема алгоритма режимов синтеза в зависимости от геометрии фрагмента

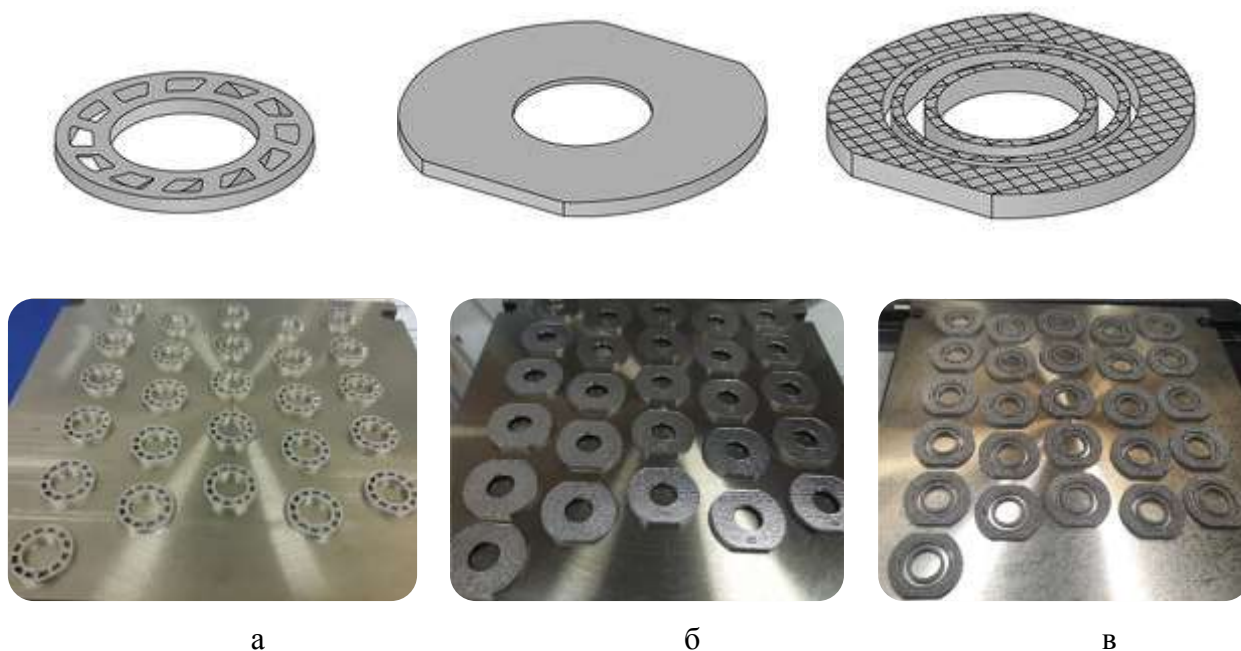


Рис. 2 – Фрагменты лопаток (а), основного материала с простой геометрией и постоянного сечения (б) и поддержек (в), выращенные на платформе построения

Для оценки вклада в загрязнение режимов с различной энергетикой процесса синтезировали лопаточную часть детали высотой 3 мм, применяя параметры с соответствующей удельной объемной плотностью энергии для режимов Outerskin (core), UpSkin и DownSkin.

За основной критерий загрязнения оборотного порошка принимали уровень газовых примесей, в первую очередь кислорода, в сравнении с исходным порошковым материалом. Исследование содержания азота, проведенное ранее [26], показало отсутствие какой либо закономерности повышения содержания его в оборотной МПК, поэтому в данной работе эти значения не приводятся. По окончании процессов синтеза для усреднения и анализа газовых примесей собирали весь задействованный в работе порошок. Далее проводили анализ на содержание кислорода методом абсорбционной спектроскопии в инфракрасной области. В качестве эталона проводили синтез детали целиком по стандартным режимам и с загрузкой платформы построения, аналогичной синтезу отдельных фрагментов детали.

Результаты

Исследование особенностей загрязнения оборотного порошка в процессе селективного лазерного сплавления.

Анализ газовых примесей (Рисунок 3) в оборотном порошке после синтеза фрагментов показал, что при построении фрагмента с максимальной площадью экспонируемого сечения, но постоянной геометрии этих сечений отмечается минимальное увеличение содержания кислорода. Более высокое содержания кислорода получено на порошке после синтеза поддерживающих структур, а максимальное – при синтезе «лопаточного» фрагмента имеющего минимальную площадь экспонируемого сечения и переменную геометрию. После синтеза детали целиком содержание кислорода в оборотном порошке ниже содержания в порошке после синтеза «лопаточного» фрагмента, что связано с меньшим вкладом в загрязнение порошка в процессе синтеза массивных сечений и поддерживающих структур [26].

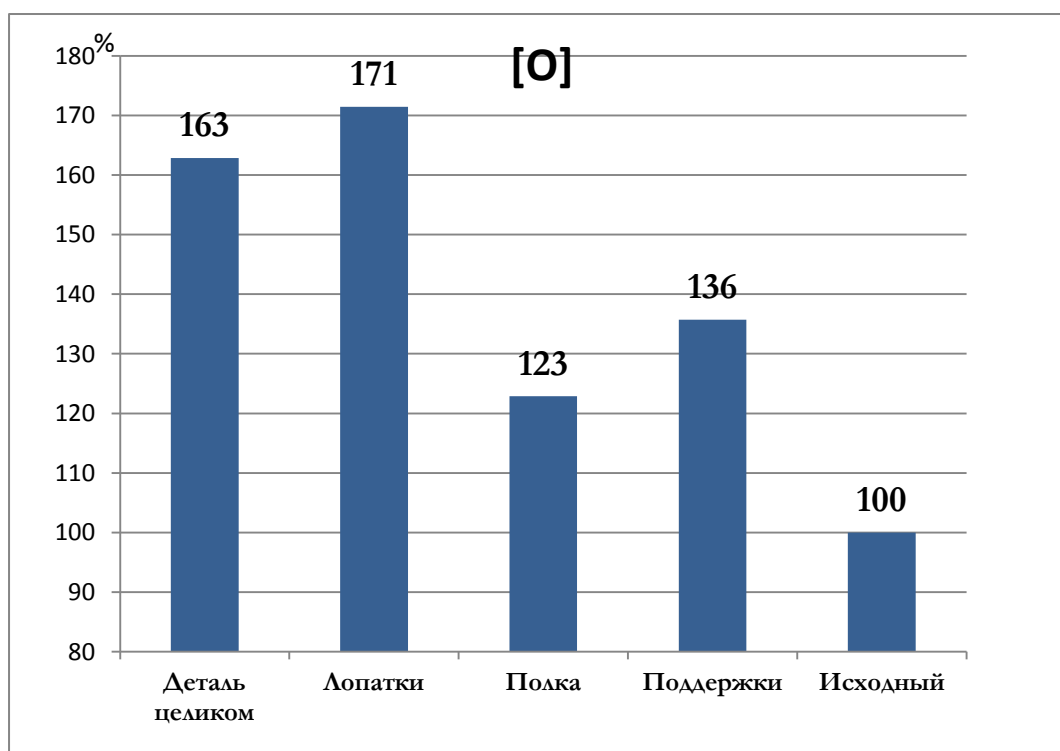


Рис. 3 – Результаты газового анализа оборотного порошка ВЖ159 в зависимости от геометрии детали, приведены значения относительно исходного порошка

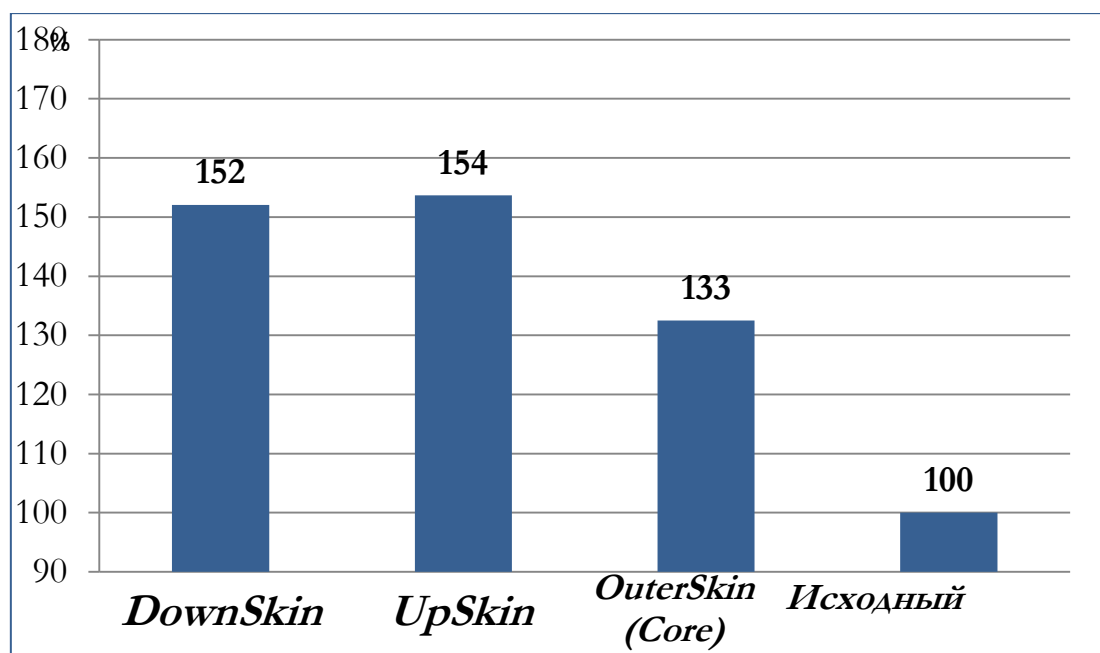


Рис. 4 – Результаты газового анализа оборотного порошка ВЖ159 в зависимости от энергетики процесса, приведены значения относительно исходного порошка

Анализ концентрации кислорода, содержащегося в оборотном порошке после синтеза одной и той же лопаточной части, но на разных режимах *DownSkin*, *UpSkin* и *OuterSkin* (Рисунок 4) обнаруживает зависимость от энергетики процесса. Видно, что для оборотной МПК, полученной по режиму основного металла, загрязнение опять ниже, чем по режимам *UpSkin* и *DownSkin*, которые находятся приблизительно на одном уровне. Авторы работы связывают данную особенность так же с тем, что при меньшей плотности энергии выбросы оборотного порошка происходят менее интенсивно, и не могут быть захвачены и удалены системой обдува инертным газом.

Выводы

В работе исследованы особенности загрязнения оборотного порошка жаропрочного высокохромистого сплава ВЖ159 примесями кислорода в процессе селективного лазерного процессе синтеза при различной геометрии детали и при различной энергетике процесса. Суммируя полученные данные, можно сделать вывод о том, что степень загрязнения порошка зависит не от площади экспонируемого сечения, а от ее соотношения с периметром

контуров. Другими словами, он зависит от соотношения времени экспонирования по различным режимам.

Каждый из отдельных режимов вносит свой вклад в загрязнение порошка. Зная суммарное время экспонирования по каждому из режимов, мы сможем прогнозировать загрязнение оборотного порошка независимо от сложности синтезируемых деталей и плотности загрузки платформы – это предположение является предметом дальнейших исследований.

Литература

1. «Аддитивные технологии: настоящее и будущее»: сб. ст. IV международной конференции – Москва, 2018. – 450 с.

Гельчинский Б.Р., д.ф.-м.н.; Меркушев А.Г., Долматов А.В., к.х.н.; Ильиных С.А., к.т.н.; Крашанинин В.А., к.ф.-м.н.; Романова О.В.; Захаров М.Н.; Дюльдина Э.В., к.т.н.; Жидовинова С.В., к.х.н., Нанесение защитных покрытий методом плазменного напыления на изделия из сплава ВТ6, полученные селективным лазерным сплавлением // материалы международной конф. (Москва, 30 марта 2018 г.) – Москва, 2018. – С. 19–29.

2. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1. С.3–33.

3. A. Mostafa, I. P. Rubio, V. Brailovski, M. Jahazi, M. Medraj. Structure, Texture and Phases in 3D Printed IN718 Alloy Subjected to Homogenization and HIP Treatments// Metals, 2017. №7. P. 2–23.

4. A. Kreitchberg, V. Brailovski, S. Turenne. Elevated temperature mechanical behavior of IN625 alloy processed by laser powder-bed fusion// Materials Science & Engineering, 2017. A 700. P. 540–553.

5. A. Kreitchberg, V. Brailovski, S. Turenne. Effect of heat treatment and hot isostatic pressing on the microstructure and mechanical properties of Inconel 625

alloy processed by laser powder bed fusion// *Materials Science & Engineering*, 2017. A 689. P. 1–10.

6. Neil J. Harrison,^a Iain Toddb and Kamran Mumtaz. Reduction of micro-cracking in nickel superalloys processed by Selective Laser Melting: A fundamental alloy design approach// *Acta Materialia*, 2015. #94. P 59–68.

7. T. Bauer, K. Dawson, A.B. Spierings, K. Wegener. Microstructure and mechanical characterization of SLM processed Haynes 230// *Proceedings of the 26th Annual International Solid Freedom Fabrication Symposium*. Conference paper, 2015. P.813–822.

8. C.P. Paul, P. Ganesh, S.K. Mishra, P. Bhargava, J. Negi, A.K. Nath. Investigating laser rapid manufacturing for Inconel-625 components//*Optics & Laser Technology*, 2007.#39.P.800–805.

9. K. Mumtaz, N. Hopkinson. Selective laser melting of Inconel 625 using pulse shaping// *Rapid Prototyping Journal*, 2010. 16/4. P. 248–257.

10. T. Ozel, Y.M. Arisoy, L.E. Criales. Computation simulation of thermal and spattering phenomena and microstructure in selective laser melting of Inconel 625// *Physics Procedia*, 2016. #83. P. 1435-1443.

11. P. Ganesh, R. Kaul, C.P. Paul, PragyaTiwari, S.K. Rai. R.C. Prasad, L.M. Kukreja. Fatigue and fracture toughness characteristics of laser rapid manufactured Inconel 625 structures//*Materials Science and Engineering*, 2010. A 527. P. 7490–7497.

12. A.M. Mancisidor, F. Garciandia, M. San Sebastian, P. Alvarez. J. Diaz, I. Unanue. Reduction of the residual porosity in parts manufactured by selective laser melting using skywriting and high focus offset strategies// *Physics Procedia*, 2016. #83. P. 864-873.

13. LIU Fencheng, LIN Xin, YANG Gaolin, SONG Menghua, CHEN Jing, and HUANG Weidong. Recrystallization and its influence on microstructures and mechanical properties of laser solid formed nickel base superalloy Inconel 718// *Rear Metals*. 2011. Vol.30. P433-438.

14. Fan Zhang, L.E. Levine, A.J. Allen, C.E. Campbell, E.A. Lass, S. Cheruvathur, M.R. Stoudt, M.E. Williams, Y. Idell. Homogenization kinetics of a nickel-based superalloy produced by powder bed fusion laser sintering//ScriptaMaterialia, 2017. #131. P.98–102.

15. LIU Fencheng, LIN Xin, YANG Gaolin, SONG Menghua, CHEN Jing, and HUANG Weidong. Recrystallization and its influence on microstructures and mechanical properties of laser solid formed nickel base superalloy Inconel 718// RARE METALS, 2011. Vol. 30, Spec. Issue. P. 433-438.

16. V.A. Popovich, E.V. Borisov, A.A. Popovich, V.Sh. Sufiiarov, D.V. Masaylo, L. Alzina. Impact of heat treatment on mechanical behaviour of Inconel 718 processed with tailored microstructure by selective laser melting// Materials & Design, 2017. №131. P. 12-22.

17. V.Sh. Sufiiarov, A.A. Popovich, E.V. Borisov, I.A. Polosov. Selective laser melting of heat-resistant Ni-based alloy// Non-ferrous Metals, 2015. #1. P.32–35.

18. А.А. Попович, В.Ш. Суфияров, Е.В. Борисов, И.А. Полозов, Д.В. Масайло, А.В. Григорьев. Анизотропия механических свойств изделий, изготовленных методом селективного лазерного плавления порошковых материалов// Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия, 2016. № 3. С.4–11.

19. В.Ш. Суфияров, А.А. Попович, Е.В. Борисов, И.А. Полозов. Селективное лазерное плавление жаропрочного никелевого сплава // Цветные металлы, 2015. №1. С.

20. А.Н. Раевских, Е.Б. Чабина, Е.В. Филонова, Н.А. Белова. Возможности метода дифракции обратноотраженных электродов (ДОЭ/EBSD) для исследования особенностей структуры никелевых жаропрочных сплавов, полученных селективным лазерным сплавлением // Труды ВИАМ, 2017. №12 (60). С. 123-130.

21. Е.А. Лукина, Д.В. Зайцев, С.В. Сбитнева, А.В. Заводов. Строение и идентификация фаз в жаропрочных никелевых сплавах, синтезированных методом СЛС // М. Сб. трудов III Международной конференции «Аддитивные технологии: настоящее и будущее», 2017. 24с.

22. А.В. Заводов, Н.В. Петрушин, Д.В. Зайцев. Микроструктура и фазовый состав жаропрочного сплава ЖС32 после селективного лазерного сплавления, вакуумной термической обработки и горячего изостатического прессования // Письма о материалах, 2017. №7 (2). С. 111–116.

23. П.Н. Медведев, И.А. Тренингов, Филонова Е.В., Е.И. Разуваев. Формирование кристаллографической текстуры и структуры жаропрочных никелевых сплавов в процессе СЛС // М. Сб. трудов III Международной конференции «Аддитивные технологии: настоящее и будущее», 2017. 24с.

24. В.Г. Низьев, Ф.Х. Мирзаде. Численное моделирование лазерного спекания металлических порошков. // Вестник РФФИ, 2014. №3 (83). С. 58–67.

25. Г.А. Гордеев, М.Д. Кривилев, В.Е. Анкудинов. Компьютерное моделирование селективного лазерного плавления высокодисперсных металлических порошков // Вычислительная механика сплошных сред, 2017. №3. С. 293–312.

26. Жирнов И.В. Информационно-измерительная система для контроля геометрических параметров зоны селективного лазерного плавления на основе морфологической обработки термоизображений. дис. ... канд. тех. наук, М., 2016 – 213 с.

27. «Аддитивные технологии: настоящее и будущее»: сб. ст. IV международной конференции – Москва, 2018. – 450 с.

Шуртаков С.В.; Евгенов А.Г.; Прагер С.М.; Малинин Р.Ю., Особенности загрязнения оборотного порошкового материала в процессе селективного лазерного синтеза // материалы международной конф. (Москва, 30 марта 2018 г.) – Москва, 2018. – С. 433 – 447.

УДК 621.791.725

**Разработка и изготовление гибридного комплекса
для прямого лазерного выращивания и механической обработки
крупногабаритных деталей**

Шаронова Н.И.¹, к.т.н.; Щербаков С.И.¹;

Рыков Е.В.¹; Осипов С.Г.¹

cherbakov-si@salut.ru

¹Филиал АО «ОДК» «НИИД»

Аннотация:

Развитие ГТД ограничивается эксплуатационными характеристиками применяемых материалов. Решением является использование аддитивных технологий, с помощью которых можно получать недоступные ранее формы, использовать новые материалы, значительно сократить время изготовления, объем последующей обработки и себестоимость деталей.

Ключевые слова:

прямое лазерное выращивание, аддитивное производство, механическая обработка.

Введение

В настоящее время происходит интенсивное внедрение аддитивных технологий практически во все отрасли промышленности. Основной тенденцией развития является увеличение производительности при сохранении требуемого качества изготавливаемого изделия. Развитие технологии прямого лазерного выращивания (ПЛВ), обусловлено потребностью изготовления крупногабаритных, сложнопрофильных, деталей газотурбинных двигателей (ГТД) с минимальным припуском на дальнейшую механическую обработку. Также использование технологии ПЛВ обеспечивает повышение производительности процесса изготовления изделий при значительном увеличении коэффициента использования материала, что в случае изготовления элементов ГТД из дорогостоящих и труднообрабатываемых материалов крайне актуально.

Филиал АО «ОДК» «НИИД» совместно с ФГОАУ ВО «СПбПУ» ведет НИОКР по теме: «Разработка и изготовление гибридного комплекса для прямого лазерного выращивания и механической обработки крупногабаритных изделий».

В результате работ по проекту создан гибридный комплекс для прямого лазерного выращивания и механической обработки деталей ГТД, разработаны технические требования к порошковым материалам для прямого лазерного выращивания; отработаны режимы ПЛВ из порошковых сплавов Inconel 625 и 316L с целью достижения образования выращиваемых слоев с требуемым качеством формирования, технологической и эксплуатационной прочностью; определены рабочие диапазоны технологического процесса ПЛВ путем варьирования значимых параметров: мощности лазерного излучения, скорости перемещения технологического инструмента относительно заготовки и диаметра пятна лазерного излучения на поверхности выращиваемого изделия; проведены металлографические исследования и механические испытания [1].

1.1 Отечественная установка для прямого лазерного выращивания и механической обработки

Гибридный комплекс совмещает в себе технологию прямого лазерного выращивания и 5-ти координатную фрезерную обработку (рисунок 1). Данный гибридный комплекс позволяет изготавливать крупногабаритные детали диаметром до 1100 мм и высотой до 750 мм из жаропрочных, жаростойких, коррозионностойких сталей и сплавов.



Рис. 1 – Гибридный комплекс прямого лазерного выращивания и механической обработки

Основными направлениями для использования гибридного комплекса являются: производство крупногабаритных деталей; наращивание элементов на готовую деталь; нанесение покрытий; ремонтная технология.

Технические характеристики

Габариты деталей:

- с оснасткой – 1100×750 (диаметр/высота) мм.
- масса: деталей до 400 кг; с оснасткой до 450 кг.

Материал обрабатываемых деталей:

Жаропрочные, жаростойкие, коррозионностойкие сплавы и стали.

Характеристики точности при лазерном выращивании:

- точность диаметральных и линейных размеров до 13 квалитета по ГОСТ 25346-89 [2].
- точность формы и взаимного расположения поверхностей до 13 квалитета по ГОСТ 24643-81 [3].
- допуск на диаметральные размеры $\pm 0,100$ мм.
- допуск на линейные размеры $\pm 0,100$ мм.

Характеристики точности при фрезерной обработке:

- точность диаметральных и линейных размеров до 8 квалитета по ГОСТ 25346-89 [2].
- точность формы и взаимного расположения поверхностей до 8 квалитета по ГОСТ 24643-81 [3].
- допуск на диаметральные размеры $\pm 0,01$ мм.
- допуск на линейные размеры $\pm 0,03$ мм.
- позиционный допуск R0,1мм и T/2 0,05 мм.
- шероховатость обработанных поверхностей Ra1,5 мкм.

Для отработки технологии ПЛВ выбрана деталь «Корпус подшипника», состоящая из внутреннего и наружного колец, ребер и элементов усиления (Рисунок 2). Наружный диаметр 400 мм, высота 200 мм. Толщина стенок 2 мм (тонкостенный элемент), в некоторых местах изделия толщина достигает 5 мм, а у основания 30 мм (толстостенные элементы). Для отработки технологии выбраны жаропрочные никелевые сплавы отечественного и зарубежного производства - ЭП648 и Inconel 625.



Рис. 2 – Модель корпуса подшипника

Учитывая множество составных элементов, а также сложность геометрии изделия, оптимальной стратегией выращивания является разбиение детали на слои и ее послойное поэлементное изготовление. На рисунке 3 представлены изображения послойного разбиения.

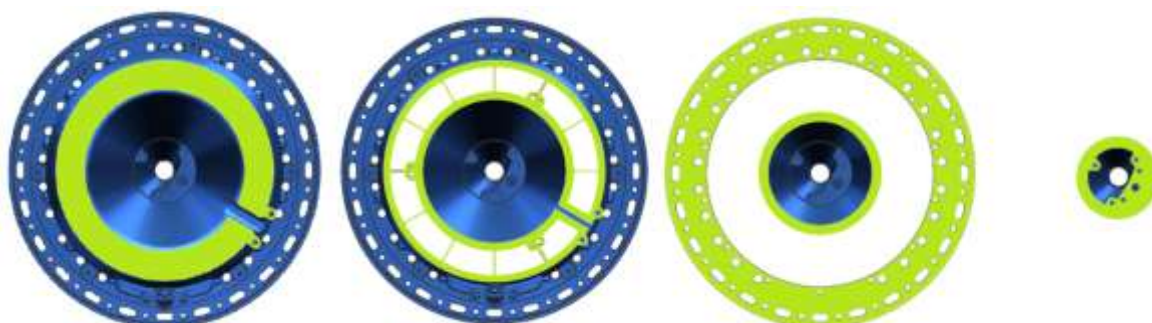


Рис. 3 – Разбиение корпуса подшипника на слои

При отработке режимов ПЛВ сделан упор на максимальную производительность процесса, которая обуславливается варьированием диаметра пятна, скорости перемещения технологического инструмента и мощности лазерного излучения. Для достижения минимальной трудоемкости и максимальной производительности было решено изготавливать изделие комбинацией движений по спирали и отдельными валиками с использованием вращения вокруг вертикальной оси.

Алгоритм изготовления данного изделия следующий:

- Фиксирование подложки на сварочном манипуляторе.
- Выращивание на подложке «жертвенного слоя», соответствующего по геометрии основанию выращиваемой заготовки.
- Выращивание основания корпуса подшипника при максимальной производительности процесса.
- Одновременное послойное выращивание внутреннего и промежуточного колец совместно с ребрами и элементами усиления.
- Выращивание внутреннего конуса.

При изготовлении каждого отдельного элемента корпуса режим изменяется в соответствии с требованиями к геометрии и качеству поверхности элемента. Также в случае использования гибридного КПЛВ каждый выращенный элемент подвергается механической обработке до требуемого качества поверхности с целью обеспечения доступа технологическому инструменту к обрабатываемым поверхностям. По причине последующей механической обработки каждый элемент необходимо выращивать с минимальным припуском [1].

1.2 Экспериментальные исследования

Изначально был проведен однофакторный эксперимент с целью достижения максимальной производительности процесса при требуемом качестве формирования и механических характеристиках наплавленных слоев, после чего был составлен план экспериментальных исследований.

Выращивание реализовывали при рабочем расстоянии между нижней поверхности наплавочного сопла и наплавленной поверхности 11 мм. В рамках проводимых экспериментальных исследований осуществляли варьирование следующих значимых параметров режима:

- диаметр пятна лазерного излучения $D = 3,5-5,9$ мм;
- мощность лазерного излучения $P = 1900-3000$ ватт;
- скорость линейного перемещения $V = 5-25$ мм/сек.

Также происходило варьирование зависимых параметров - расхода коаксиального защитного газа (R) и расхода порошка – в пределах от 14 л/мин до 45 л/мин и от 16,7% до 60%, что соответствует 15-53 г/мин, соответственно.

В экспериментах были использованы металлические порошки марок Inconel 625 UNS N06625 (аналог ХН75МБТЮ ГОСТ 5632 – 2014 [4]) и 316L ASTM A240 (аналог 03Х16Н15М3 ГОСТ 5632 – 2014 [4]) дисперсностью 53-150 мкм. Для защиты ванны расплава использовали инертный газ аргон высшего сорта. Для порошков был проведен входной контроль (сканирование химического состава, химический анализ, анализ микроструктуры), в результате которого исследуемые порошки марки Inconel 625 и 316L были признаны пригодными в качестве исходного сырья для изготовления изделий методом прямого лазерного выращивания.

Процесс выращивания осуществляли прямолинейными слоями в нижнем пространственном положении. Были исследованы режимы наплавки одиночного валика, серии валиков с разной высотой, процесс выращивания был приближен к реальным условиям выращивания конечного изделия. Для исследования микроструктуры были выращены образцы с габаритными размерами 60×12×12 мм; для механических испытаний – 60×12×60 мм.

Механические характеристики выращенных образцов были определены при проведении испытаний на растяжение. Необходимость контроля механических характеристик материалов обусловлена проверкой соответствия заданным требованиям предъявляемых эксплуатационным свойствам изделий из данных материалов. В процессе испытаний определяли предел прочности, предел текучести и относительное удлинение. Испытания были проведены согласно ГОСТ 1497-86[5]. Образцы из пластин были вырезаны согласно эскизу (рисунок 4).

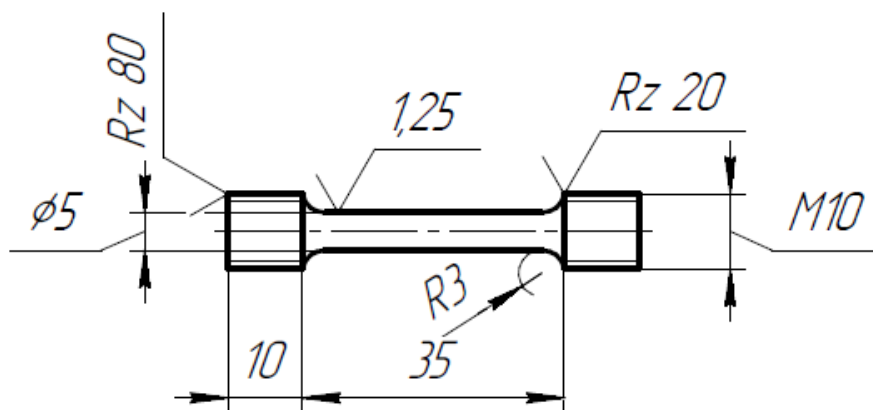


Рис. 4 – Эскиз образца под механические испытания

В результате экспериментальных исследований было проведено 77 опытов, полученные данные сведены в таблицы и проанализированы. Пример внешнего вида и поперечного сечения выращенных образцов приведен на рисунке 5. Визуальный осмотр выращенных образцов не выявил внешних дефектов.

а)



б)

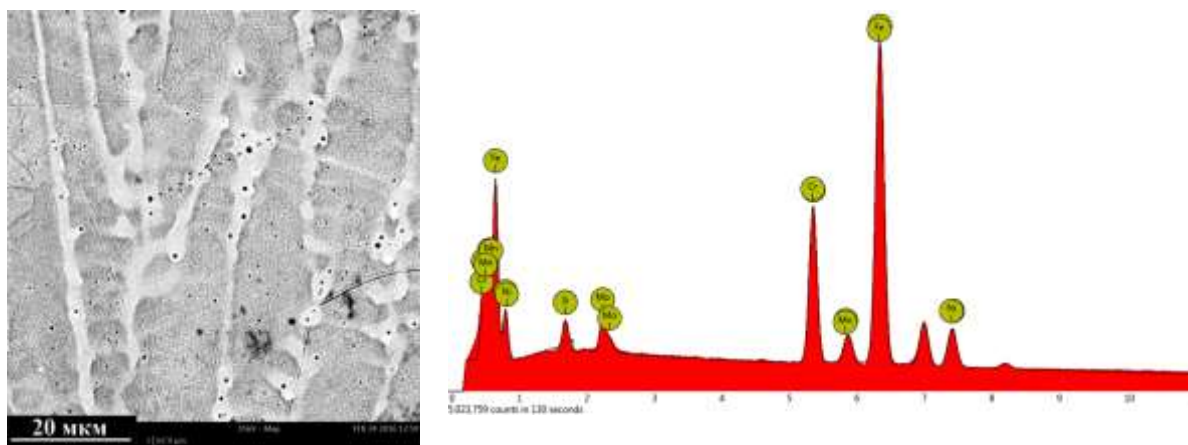


Рис. 5 – Внешний вид образцов (а) и поперечное сечение (б)

Структура изделий, полученных из сплава 316L, представляет γ -твердый раствор с растворенными в нем Mo, Cr, Mn и Si. Так как растворимость углерода в аустенитном железе мала, то в структуре образуются карбидные включения. В сталях устойчивые карбиды могут образовывать только элементы, стоящие в периодической системе левее

железа (Cr, Nb, Mo). В связи с высоким содержанием хрома, возможно образование карбидов хрома. Кроме сложных карбидов Cr_7C_3 и $Cr_{23}C_6$ могут образовываться карбиды типа MC. Карбиды Mo_2C и MoC не встречаются в виде отдельных частиц, так как свободная энергия их образования выше, чем у основного карбидообразующего элемента Cr, но Mo может входить в состав сложных карбидов типа $(Cr,Mo)_3C_6$ с высокой вероятностью.

В структуре выращенных изделий, так же, как и в структуре порошка присутствуют оксидные включения (рисунок 7). Размеры оксидных включений незначительно растут с увеличением мощности, в некоторых местах при мощностях выше 2000 Вт встречаются более крупные конгломераты оксидов размерами до 20 мкм. Появление оксидов в структуре может быть связано с переходом оксидных включений из исходного материала. В том случае, когда защитный газ не обладает абсолютной чистотой, и в его составе содержится кислород, либо эти элементы наследуются из порошка, вероятно образование оксидов.



P = 2250Вт

спектр

Рис. 6 – Область сканирования изделия, полученного методом ПЛВ

Химический анализ показал, что черные включения являются оксидами (Cr, Mn), а белые включения предположительно карбиды (Mo,Cr). В выращенных изделиях карбиды в отличие от порошка располагаются как по

границам, так и внутри зерен. Карбидные включения в структуре образцов играют роль упрочняющей фазы при условии равномерного распределения и мелкодисперсности. Для более точного определения расположения карбидных включений произведено картирование, в результате которого установлено, что при мощности 2250 Вт карбидные включения располагаются преимущественно в междендритных расстояниях.

При исследовании влияния параметров ПЛВ на структуру, фазовый состав и физико-механические свойства образцов из хромоникелевого сплава Inconel 625 было выявлено, что с увеличением скорости перемещения технологического инструмента, высота слоев уменьшается, а ширина увеличивается. При скорости 25 мм/с размеры слоя меняются не столь значительно в сравнении с режимом со скоростью 20 мм/с, при этом формирование слоев не ровное и упорядоченное. Дефектов (трещин, крупных пор и несплавлений), на всех режимах, не обнаружено. Также было установлено, что с уменьшением мощности, высота слоев несколько уменьшается, а ширина увеличивается. При увеличении расхода металлического порошка при неизменных мощности и скорости ПЛВ заметно увеличение высоты при неизменной ширине слоя.

Зависимость фазового состава от режимов представлена на рисунках 7–9. С повышением скорости происходит увеличение размеров оксидных включений, а также увеличение размеров междендритных расстояний. С увеличением мощности увеличиваются междендритные расстояния, а также незначительно увеличиваются размеры оксидных включений. Из рисунков 7–9 видно, что фазовый состав образцов остается одинаковым при различных режимах – серая матрица и белая сетка по границам дендритов. С уменьшением расхода порошка происходит формирование в структуре крупных оксидных включений, неравномерно расположенных в структуре.

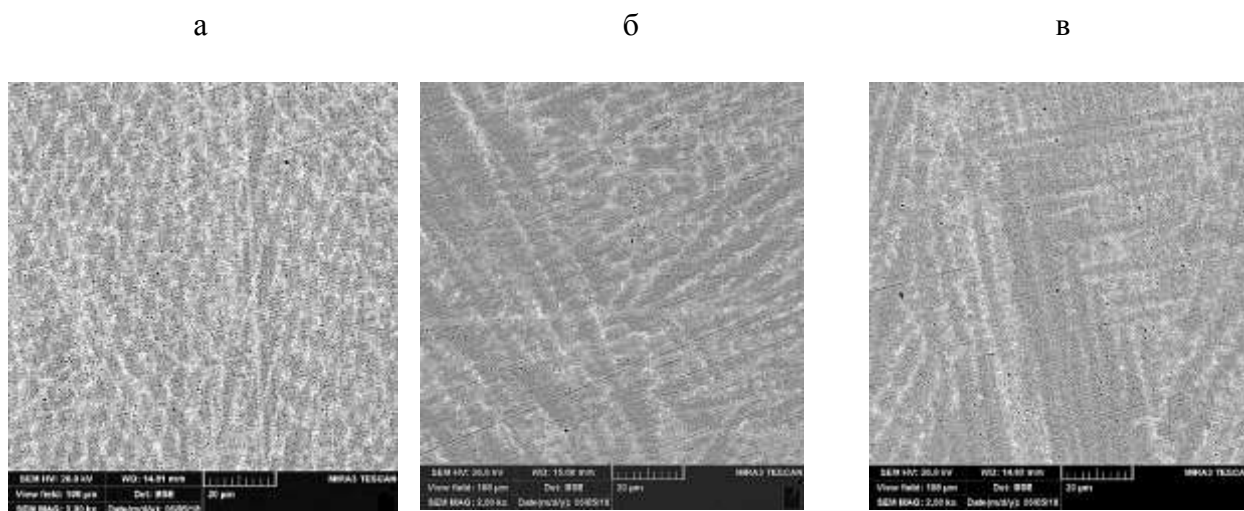


Рис. 7 – Влияние скорости на морфологию фаз, P=3000, Q=50%:

а – скорость 15 мм/сек; б – скорость 20 мм/сек; в – скорость 25 мм/сек

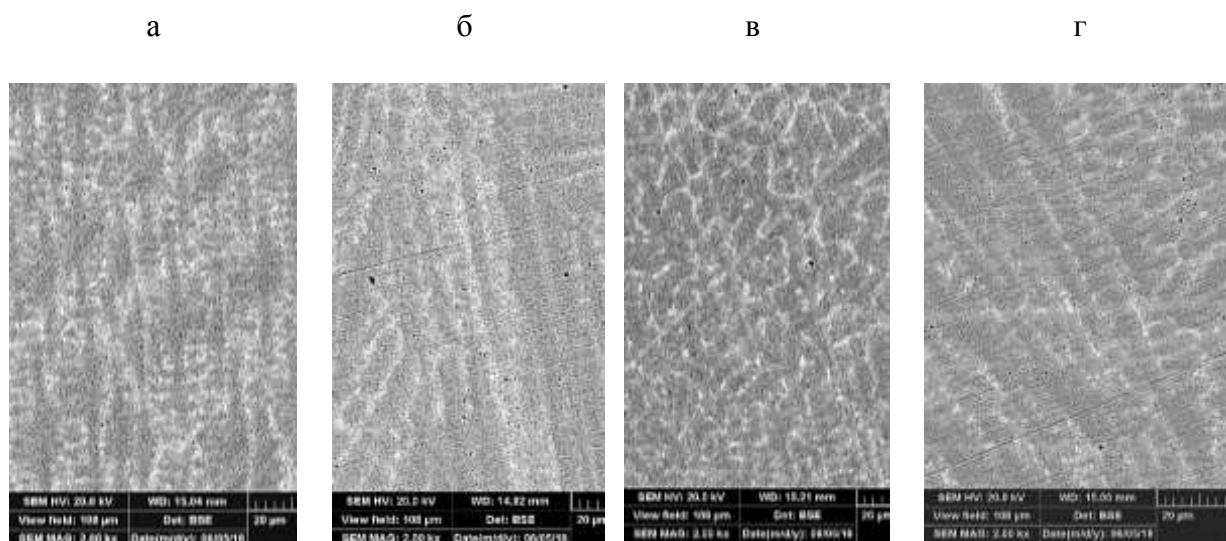


Рис. 8 – Влияние мощности на морфологию фаз:

а – P=2500, V=20мм/с; б – P=3000, V=20; в – P=2500 Вт, V=25 мм/с;
г – P=3000 Вт, V=25 мм/с

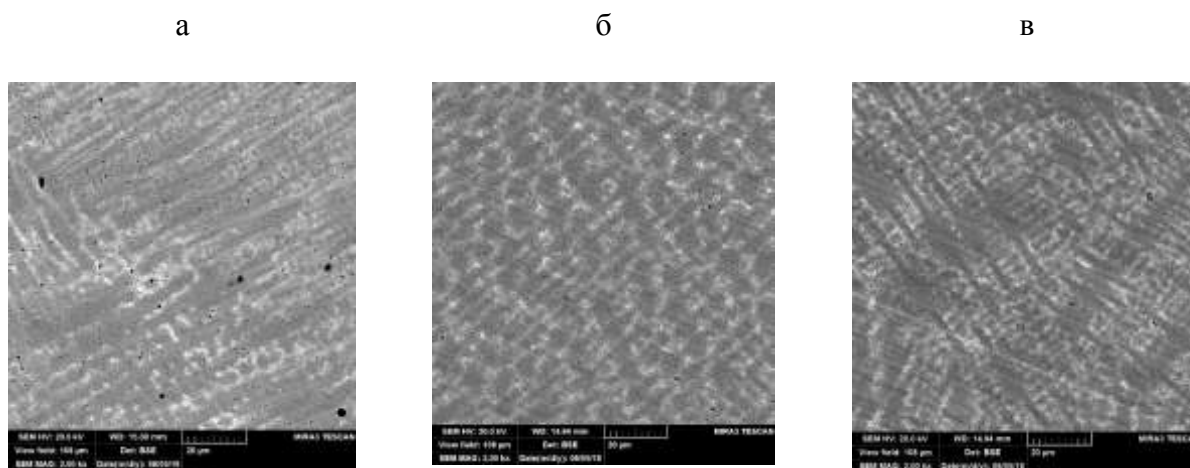


Рис. 9 – Влияние расхода на морфологию фаз, P=3000Вт, V=15 мм/с:

а – 40 %; б – 45 %; в – 50 %

Для более точного определения фазового состава проведен рентгенофазовый анализ, который показал, что микроструктура состоит из двух фаз: аустенитная γ -матрица (Ni,Cr) и выделения δ -фазы (Ni_3Nb). Нужно отметить, что при скорости 15 мм/с, расходе порошка 50% и разных мощностях происходит формирование γ -фазы без включений δ -фазы.

Для определения механических характеристик проведены механические испытания на растяжение на 4 выбранных режимах (2 для 316L и 2 для Inconel 625). Из исходных выращенных прямоугольных пластин были вырезаны по три образца в различных направлениях в соответствии с ГОСТ 1497-86[5]. На рисунке 10 представлена схема раскроя пластин.

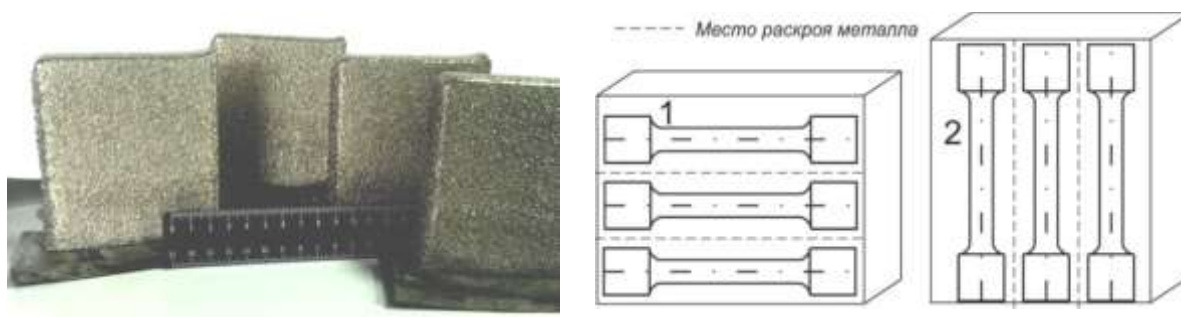


Рис. 10 – Схема вырезки образцов под механические испытания

Для каждого режима испытаны по три образца в двух направлениях, в состоянии после выращивания, термообработка не проводилась. В результате механических испытаний установлено, что механические характеристики всех исследуемых образцов удовлетворяют требованиям ASTM A240 для стали 316 L и ASTM B443 для сплава Inconel 625. Также была измерена микротвердость образцов. Значения микротвердости для обоих исследуемых сплавов превышают номинальное значение. При удовлетворительных значениях предела прочности, текучести и относительного удлинения повышенная твердость не оказывает негативного влияния на качество образцов [1].

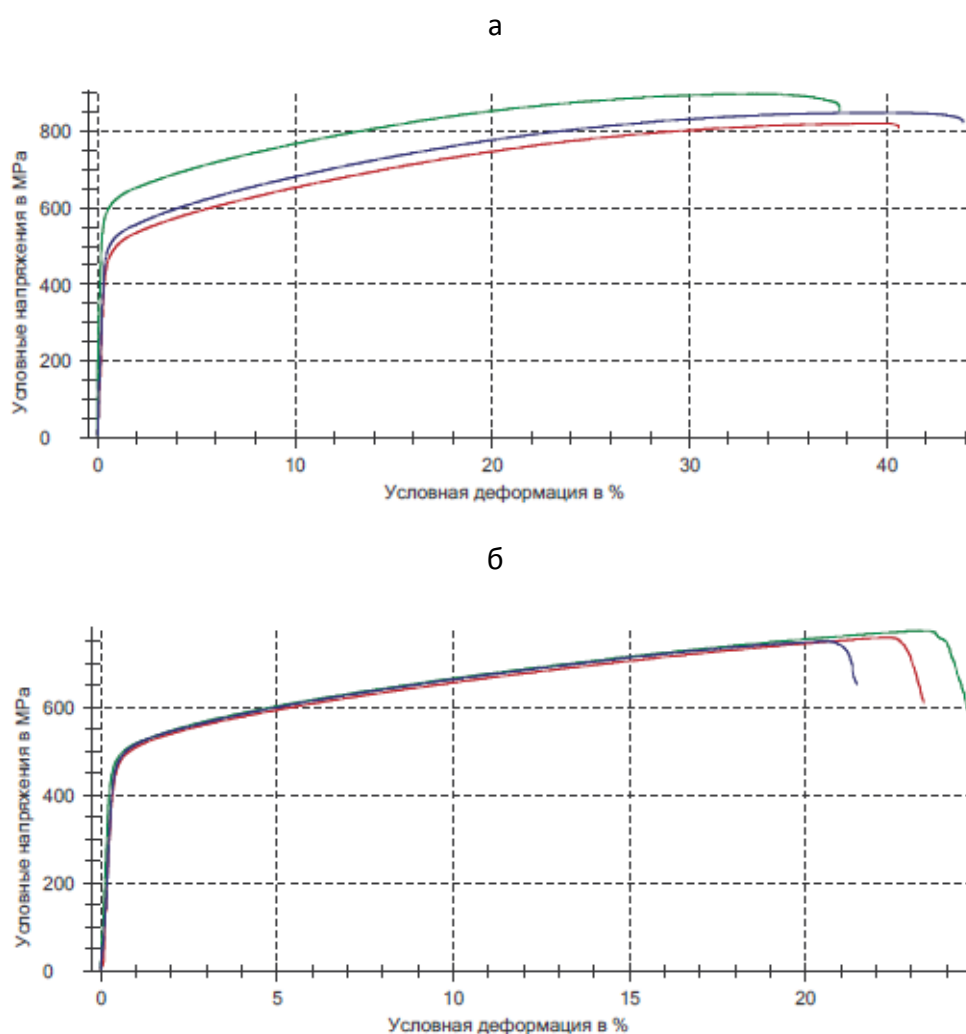


Рис 11– Диаграмма механических испытаний на растяжение образца 78:
а – продольное направление испытания; б – поперечное направление

Заключение

Внедрение аддитивных технологий в производственный цикл изготовления ГТД является перспективным путем дальнейшего повышения их эффективности. Разнообразие конструкций и материалов, используемых в современном авиационном двигателестроении, не позволяет ограничиваться какой-либо одной аддитивной технологией. При этом также существует ограниченность выбора использования готовых рыночных решений для промышленного производства, что требует разработки как технологий, так и технологического оборудования для решения конкретных производственных задач промышленности.

Для подтверждения применимости технологии ПЛВ для изготовления заготовок из материалов разных классов и назначения на данном этапе НИОКР были подобраны режимы для коррозионностойкой стали 316L и никелевого жаропрочного сплава Inconel 625, обеспечивающие образование выращиваемого слоя с требуемым качеством формирования, технологической и эксплуатационной прочностью. Произведена оценка влияния параметров режима на структуру выращенных слоев.

Для стали 316L установлено, что в процессе ПЛВ в структуре стальных образцов с повышением мощности лазерного излучения происходит переход от ячеисто-дендритной к дендритной литой структуре и формирование аустенита с включениями карбидов Nb и Cr и оксидов размером до 5 мкм. Равномерное распределение оксидных и карбидных включений не оказывают негативного влияния на механические свойства изделий. Фазовый состав не меняется в выбранном окне режимов, изменяется только морфология и расположение фаз.

Механические испытания показали, что экспериментальные образцы обладают характеристиками соответствующими номинальным значениям, установленным нормативными документами для рассматриваемого материала. Средний показатель относительного удлинения составляет 58%,

среднее значение предела прочности 590 МПа, а среднее значение предела текучести 425 МПа.

Для сплава Inconel 625 установлено, что при высоких значениях мощности и низких значениях скорости формирование слоев более равномерное по соотношению ширины и высоты. При понижении мощности и повышении скорости слои вытягиваются поперечно направлению наложения слоев по высоте.

Морфология и расположение фаз в выбранном окне режимов не изменяется. Происходит сегрегация молибдена и ниобия в междендритных пространствах. Кроме того, с увеличением погонной энергии процесса увеличивается ширина дендритов и их протяженность в направлении роста изделия.

Рентгенофазовый анализ показал, что микроструктура состоит из аустенита и включений фазы Ni_3Nb . При выращивании со скоростью 15 мм/с при мощностях 2500 и 3000 Вт структура состоит из γ -фазы (аустенит). Наличие Ni_3Nb незначительно понижает пластичность и повышает предел текучести.

Механические характеристики экспериментальных образцов из сплава Inconel 625 соответствуют номинальным значениям, установленным нормативными документами. Средний показатель относительного удлинения составляет 35%, среднее значение предела прочности 815 МПа, а среднее значение предела текучести 520 МПа.

Литература

1. Отчет о научно-исследовательской и опытно-конструкторской работе № СЛТ/02-102-372, 2018 г.
2. ГОСТ 25346-89. Основные нормы взаимозаменяемости. ЕСДП. Общие положения, ряды допусков и основных отклонений, 1989 г.

3. ГОСТ 24643-81. Основные нормы взаимозаменяемости. Допуски формы и расположения поверхностей. Числовые значения, 1981 г.
4. ГОСТ 5632-2014. Легированные нержавеющие стали и сплавы коррозионно-стойкие, жаростойкие и жаропрочные, 2014 г.
5. ГОСТ 1497-86. Металлы. Методы испытаний на растяжение, 1986 г.

УДК .621.762.55

Исследования конструкционных материалов, полученных методом селективного лазерного плавления на отечественном оборудовании MeltMaster^{3D}-550

Юдин А.В.¹; Береговский В.В.¹; Свистунов Е.И.¹; Кунавин С.А.¹

AVUdin@cniitmash.com

¹ГНЦ РФ АО «НПО «ЦНИИТМАШ»

Аннотация:

Рассмотрена взаимосвязь структурных особенностей образцов материалов со сплошной и ячеистой структурой и их механические свойства, полученных методом селективного лазерного плавления из порошков аустенитной стали 316L и титана марки VT1-00. Рассмотрена микроструктура изделий в зависимости от параметров изготовления. Проведено моделирование процесса одноосного сжатия.

Ключевые слова:

селективное лазерное плавление, порошок, ячеистая структура, механические свойства, микроструктура.

Введение

В настоящее время метод селективного лазерного плавления порошков является перспективной технологией получения изделий сложной формы. Возможность изготовления деталей почти любой сложности и сокращенный срок разработки, позволяют сразу организовать локальное производство необходимых деталей в любом месте мира, просто имея цифровую модель, а также путем целенаправленного изменения плотности ячеек существенно уменьшить материалоемкость для получения заданных оптимальных свойств изделий по сравнению с традиционной обработкой резаньем, меньше ограничений на форму изготавливаемой детали [1, 2]. При изготовлении изделий методом селективного лазерного плавления (СЛП) порошка особенности расположения детали в рабочей зоне 3D-принтера и ее геометрической формы [3] определяют режим формирования детали, и, следовательно, могут приводить к различным свойствам получаемых изделий [4, 5]. Как было показано в работе по закономерностям формирования структуры изделия из стали при СЛП [6], структура является источником информации об особенностях протекания процесса кристаллизации, на который оказывают влияние параметры технологического процесса (мощность излучения, скорость сканирования, ширина трека и т.д.). Формирующаяся в результате кристаллизации структура определяет свойства производимого изделия [7].

Таким образом, цель данной работы в установлении закономерностей формирования структуры и механических свойств изделий, полученных методом селективного лазерного плавления (СЛП), при варьировании технологических параметров процесса. Стабилизация геометрических размеров и механических свойств ячеистых структур, изготовленных селективным лазерным плавлением (СЛП) из порошков стали 316L и титанового сплава ВТ1-00, а также разработка модели и прогнозирование механических свойств на ее основе с использованием результатов

структурного и текстурного анализа и имеющихся свойств для массивных материалов, полученных СЛП порошка стали.

Материалы и методы исследований.

В качестве материалов для исследований были выбраны сталь 316L и титановый сплав ВТ1-00.

Процесс СЛП проводили на установке MeltMaster^{3D}-550 (Российская Федерация, АО НПО «ЦНИИТМАШ») аустенитной стали 316L в среде азота, а титана марки ВТ1-00 в среде аргона с остаточным содержанием кислорода меньше 700 ppm.

Качество исходного порошкового материала оказывает большое влияние на структуру и свойства получаемых изделий методом послойного лазерного плавления. Для определения размеров порошка и его агломератов применяли лазерный анализатор частиц Fritsch Analysette 22 (Германия). Анализ свойств исходных порошковых материалов показал, что частицы порошка имеют округлую (сферическую) форму, а их размеры лежат в диапазоне от 15 до 63 мкм со средним размером частиц порядка 38 мкм.

На высокоточных аналитических весах Discovery DV215CD производилось взвешивание образцов для определения плотности по ГОСТ 24104-2001: I специальный.

Микроструктурный анализ проводили на растровом электронном микроскопе JSM фирмы Jeol, оптическом металлографическом комплексе JSM-6060A для измерения размеров балок и пустот, и анализа поверхности материала.

Механические испытания сплошных образцов производили в соответствии с ГОСТ 1497-84, а испытания на сжатие ячеистых образцов в соответствии с ISO 13314 на универсальной испытательной сервогидравлической UT-02-0025 машине фирмы «Makron».

Результаты и обсуждение

Изменение основных технологических параметров процесса СЛП существенно влияет на структуру и свойства образцов, изготовленных из порошка аустенитной стали 316L и титана марки VT1-00. Основными из них являются: мощность лазерного излучения, скорость сканирования, шаг сканирования, тип штриховки. К косвенным параметрам можно отнести следующее: плотность энергии лазерного излучения и угол выращивания.

Влияния шага сканирования (в диапазоне от 40 до 120 мкм) на плотность образцов при фиксированных остальных показателях представлено на рисунке 1а. Как видно из графика плотность плавно возрастает с увеличением шага сканирования от 40 до 80 мкм, а при переходе через значения 80 мкм наблюдается резкое уменьшение плотности образцов.

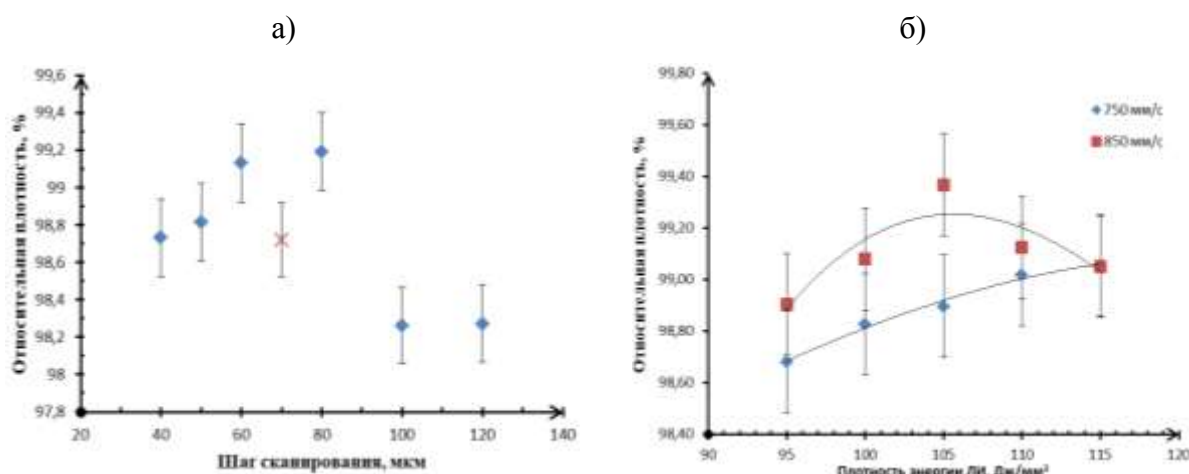


Рис. 1 – Зависимость плотности образцов: а – от шага сканирования;

б – от плотности энергии

При уменьшении шага сканирования от 80 до 40 мкм наблюдается снижение плотности, что вызвано порошковым голоданием ванны расплава (рис. 2,а). В связи с этим, сплавляемые треки получаются меньше нормы, либо же имеют разрывы. Как следствие образуются поры между треками и в самих треках. При увеличении шага сканирования от 80 до 120 мкм образование дефектов происходит между двумя соседними треками, что приводит к уменьшению плотности образцов. В данном случае, дефекты, представляют

собой непроплавленные включения в материале с линейными размерами более 300 мкм (рис. 2, б).

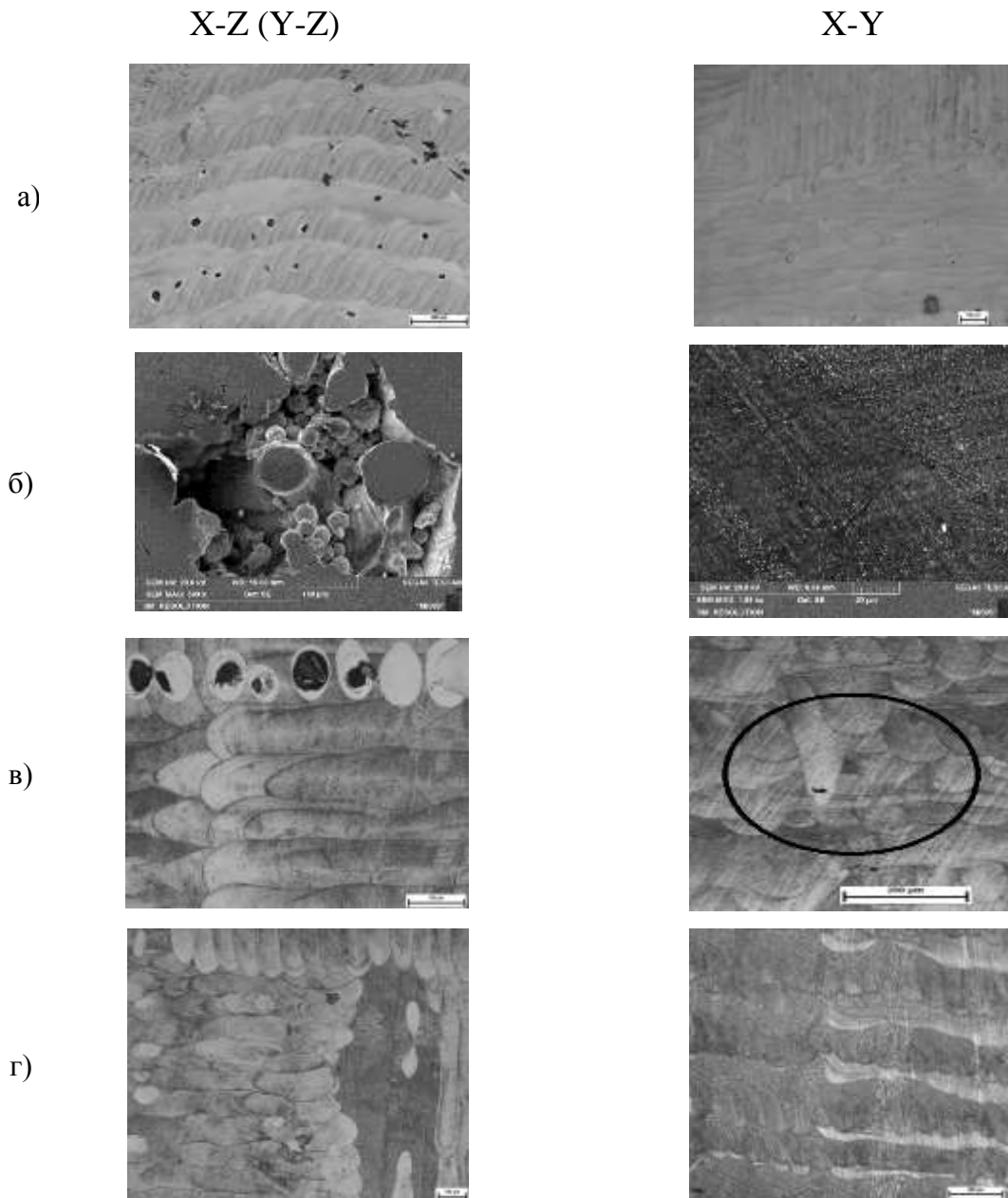


Рис. 2 – Микроструктура образцов: а – шаг сканирования до 80 мкм; в – шаг сканирования больше 80 мкм; г – мощность лазерного излучения 115 Дж/мм³.; д – мощность лазерного излучения 105 Дж/мм³

По результатам измерения плотности образцов был построен график зависимости плотности образцов от плотности энергии лазерного излучения (рис 1,б), из которого видно, что оптимальным значением для получения максимальной плотности является 105 Дж/мм³. С другой стороны, при

исследовании микроструктуры образцов установлено, что при высоких плотностях энергии лазерного излучения (115 Дж/мм^3) (рис. 2, в) наблюдается проплавление нескольких слоев в отдельных треках (непропорциональное увеличение глубины трека) с образованием пор в вершинах. В порах данного типа может находиться газ. Поры образующиеся в вершинах треков при избытке плотности энергии лазерного излучения, на примере образцов изготовленных при плотности энергии 115 Дж/мм^3 . При оптическом анализе структуры образцов, изготовленных при оптимальной плотности энергии 105 Дж/мм^3 (рис. 2, г), установлено, что поры в образцах практически отсутствуют. Отклонение от оптимального значения плотности энергии лазерного излучения как в одну, так и в другую сторону приводит к неоднородности структуры увеличению пор. По результатам механических испытаний построены график зависимости механических характеристик от плотности материала (рис 3).

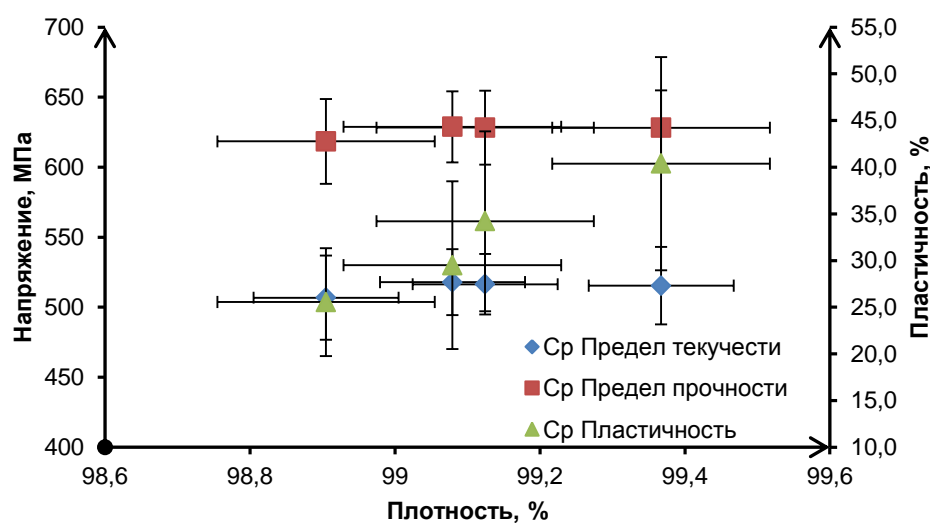


Рис. 3 – Зависимость механических характеристик от плотности

Как видно из графика, предел прочности, предел текучести и пластичность возрастают с плотностью. Также получены результаты механических испытаний для стали 316L, изготовленных при плотности энергии 105 Дж/мм^3 с различными углами ориентации моделей на платформе построения (временное сопротивление σ_B , условный предел текучести $\sigma_{0,2}$,

относительное удлинение δ , относительное сужение ψ): при угле 0° $\sigma_B = 650$ МПа, $\sigma_{0,2} = 530$ МПа, $\delta = 43$ %; при угле 45° - $\sigma_B = 645$ МПа, $\sigma_{0,2} = 545$ МПа, $\delta = 28$ %; при угле 90° $\sigma_B = 575$ МПа, $\sigma_{0,2} = 470$ МПа, $\delta = 52$ %. Анизотропия свойств рассчитана путем деления измеренных свойств ориентации образцов относительно лазерного излучения 0° на 90° , и составляет примерно 1,2 раза

Результаты механических испытаний образцов, изготовленных из титана марки ВТ1-00 в атмосфере аргона, показали что для увеличения пластических свойств полученных образцов необходимо проводить дополнительную термическую обработку (ТО).

Из результатов испытаний на одноосное растяжение следует: без ТО: $\sigma_B = 638$ МПа, $\sigma_{0,2} = 553$ МПа, $\delta = 12$ %, $\psi = 17,5\%$, после СЛП в исходном образце не возможно идентифицировать зерна и их размер; ТО: (отжиг 700°C , 2 часа, охлаждение на воздухе) $\sigma_B = 513$ МПа, $\sigma_{0,2} = 436$ МПа, $\delta = 16,0$ %, $\psi = 23,9\%$, наблюдаются зерна со средним размером 32 мкм; ТО: (отжиг 850°C , 6 часов, охлаждение на воздухе) $\sigma_B = 522$ МПа, $\sigma_{0,2} = 423$ МПа, $\delta = 19,1$ %, $\psi = 29,2\%$, наблюдаются зерна со средним размером 44 мкм. Микроструктура сплошного образца из титана марки ВТ1-00, представлена на рис. 4.

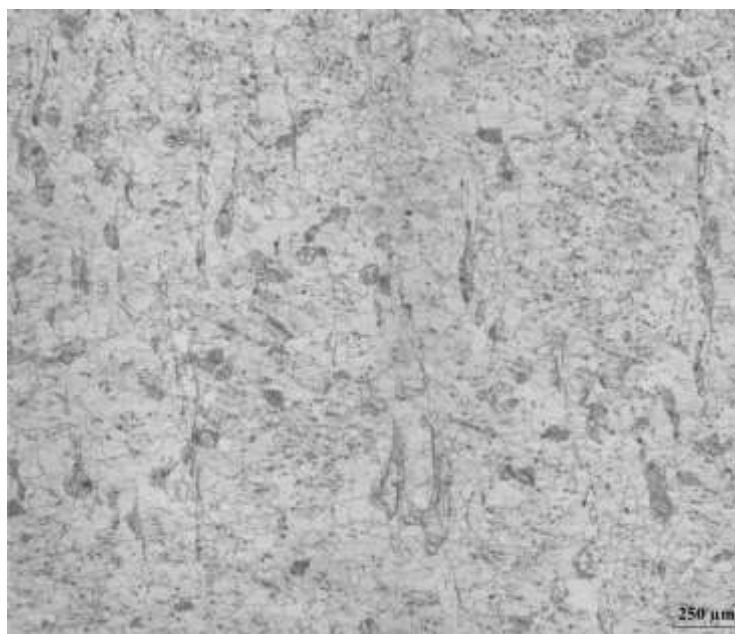


Рис. 4 – Микроструктура сплошного образца ВТ1-00

Варьируя технологические параметры, удается получать материалы с разнообразными ячеистыми структурами, различной формы и плотности с однородной и случайной структурой.

Стальные образцы, с периодической ячеистой структурой (ОЦК), изготавливались в виде кубиков с размерами сторон $12 \times 12 \times 12$ мм – большие образцы и $8 \times 8 \times 8$ мм – маленькие образцы и соответственно с двумя типами геометрии ячейки, отличавшихся размерами ребер и пустот: ребро 400 мкм, пустота 1000 мкм и ребро 300 мкм, пустота 600 мкм. Зависимость отклонение размеров ячеек от заданных размеров (рис. 5, а). С увеличением плотности мощности излучения происходит увеличение толщины ребер и уменьшение размеров ячеек (пустот).

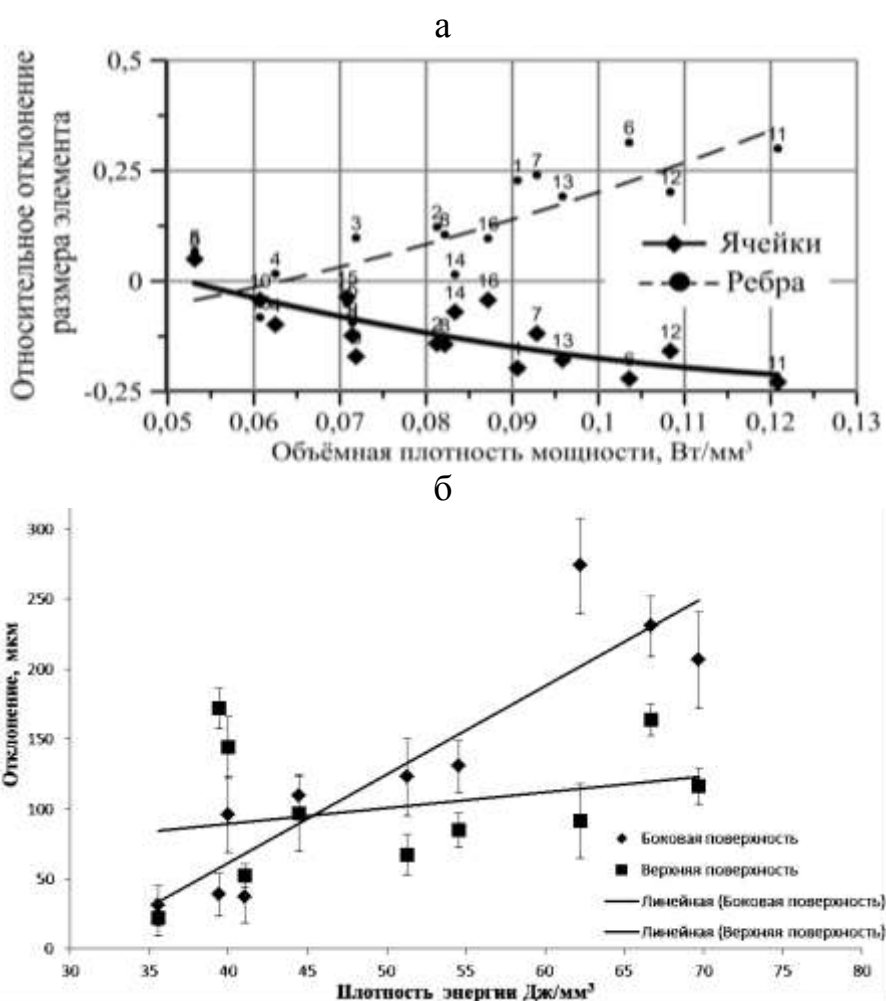


Рис. 5 – Зависимость отклонения размеров ячеек от объемной плотности мощности излучения: а – Сталь 316L; б – ВТ1-00

В таблице 1 представлены результаты механических испытаний на сжатие ячеистых структур, изготовленных с использованием выбранных режимов СЛП: для образцов большого и малого размеров соответственно.

Таблица 1

Основные параметры измеренных кривых напряжение-деформация

| Размеры образца, мм | Направление сжатия | Тип значения | σ_A , МПа | σ_B , МПа | ε_C , % |
|---------------------|--------------------|------------------|------------------|------------------|---------------------|
| 12x12x12 | Z | Среднее значение | 16,2±0,4 | 27,1±0,6 | 21±6 |
| | X | Среднее значение | 16,5±0,3 | 26,2±0,8 | 28±5 |
| | | Анизотропия* | 1,02 | 0,97 | 1,33 |
| 8x8x8 | Z | Среднее значение | 54±5 | 126±10 | 22±4 |
| | X | Среднее значение | 56±2 | 122±8 | 28±2 |
| | | Анизотропия* | 1,04 | 0,97 | 1,27 |

* Анизотропия свойств рассчитывалась путем деления свойства, измеренного при испытании вдоль X-направления, к свойству, при испытании вдоль Z-направления

При анализе кривых напряжение-деформация стоит обратить внимание на направление сжатия образцов, но сами кривые оказались типичны, поэтому таковая приведена для стали 316L (рис. 6, а).

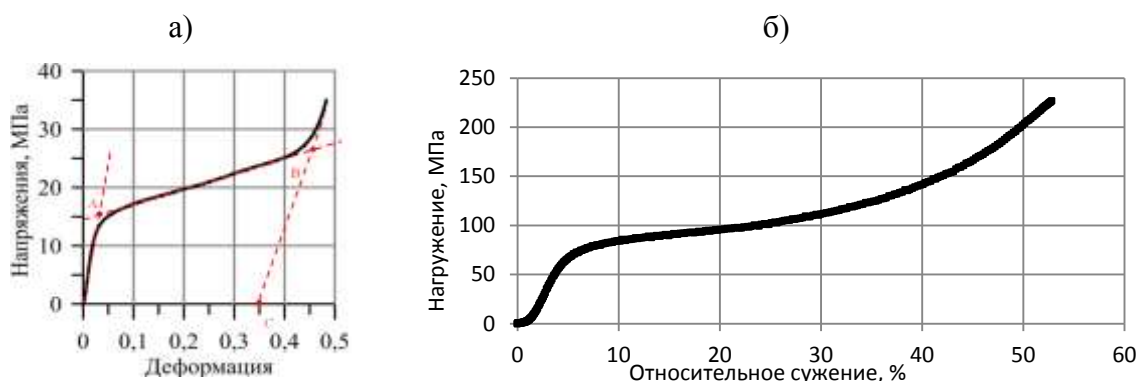


Рис. 6 – Типичные кривые напряжение-деформация ячеистых структур:

а – стали 316L; б – VT1-00

Ошибка измерения механических характеристик процесса сжатия чаще всего выше для образцов малых размеров, что может являться свидетельством неустойчивости процесса выращивания ячеистой структуры

с малым размером ячеек. По-видимому, это обусловлено закономерностями формирования ячеистой структуры при выращивании.

Наибольшая устойчивость механических характеристик присуща σ_A и σ_B , ошибка измерения которых не превышает 10%. Для большинства измеренных характеристик наблюдается анизотропия свойств. Анизотропия максимальной пластической деформации ячеистой структуры ε_c достигает 28% для образцов больших размеров, а для образцов малого размера – 24%. Следует заметить, что при этом ошибка измерения этой величины достигает 30%.

Для всех исследованных образцов ячеистых структур наблюдается анизотропия свойств, при которой свойства, измеренные для образцов разных ориентаций, отличаются в 1,2 раза (см. таблицу 1). Тем не менее, анизотропия весьма высока.

В образцах титанового сплава со случайной ячеистой структурой, важно было сформировать перегородки (балки), разделяющие ячейки, примерно одинакового размера. Было выявлено, что на боковых поверхностях ребер при всех технологических режимах присутствует приплавленный исходный порошок, который приводит к существенному разбросу геометрических размеров балок (рис. 5, б).

Для удаления приплавленного порошка был подобран соответствующий травитель. После технологической операции травления отклонение от номинального диаметра балок составило не более 65 мкм (диаметр балок в модели 300 мкм, а средний размер пустот 600 мкм).

Механические испытания на одноосное сжатие для образцов ВТ1-00 (рис. 6, б) проводили на образцах кубической формы. Из анализа полученных кривых сжатия в координатах $\sigma - \varepsilon$ следует, что данные зависимости подобны зависимостям, получаемых на образцах со сплошной структурой такой же формы из пластичного материала, т.е. в полной мере реализуются две основные стадии деформирования при сжатии: стадия упругого

деформирования (первый участок диаграммы), стадия упругопластического деформирования, на которой отчетливо проявляется эффект упрочнения (второй участок диаграммы). При этом диаграмма $\sigma - \epsilon$ представляет собой гладкую зависимость, на которой отсутствуют скачки напряжения. Из этого следует, что в течение процесса деформирования балки-перегородки деформируются без разрушения.

Механическим испытаниям подвергались образцы, выращенные с расположением поддержек на ребре или угле, и различием направления сжатия по оси Z и оси X и обработанные травителем. Механические характеристики для BT1-00 приведены в табл. 2, измерения ΔL_0 и ϵ_0 приведены при постоянной нагрузке 50Н. Также в таблице 2 приведены рассчитанные параметры для средних характеристик материала.

Таблица 2

Средние механические характеристики образцов BT1-00

| № | Тип образца | E, ГПа | σ_y , МПа | ΔL_0 , мм | ϵ_0 , % |
|---|--------------------|--------|------------------|-------------------|------------------|
| 1 | Ребро- Z, | 1,4 | 50,5 | 0,025 | 0,24 |
| 2 | Ребро - X, | 1,85 | 44,25 | 0,04 | 0,38 |
| 3 | Угл, | 1,8 | 47,5 | 0,013 | 0,087 |
| 4 | Расчетные значения | 1-2 | 50 | 0 | 0 |

Проводили исследования текстуры рентгеновскими методами для образцов с ячеистой структурой полученных методом селективного лазерного плавления из порошка стали 316L. Исследованные ячейки характеризуются аксиальной текстурой, для которой параллельно направлению роста ориентируются кристаллографические нормали $\langle 100 \rangle$. Степень выраженности аксиальной кристаллографической текстуры зависит от мощности лазерного излучения, используемого для выращивания ячеистых структур. В образцах, полученных при использовании минимальных мощностей излучения, наблюдается рассеяние аксиальной текстуры, что обусловлено увеличением количества хаотично ориентированных зерен с одновременным уменьшением объема столбчатых,

строго ориентированных кристаллов, расположенных, главным образом, вблизи оси ребер ячеистой конструкции [7].

При моделировании поведения ячеистой структуры использовалась кусочно-линейная аппроксимация рассчитанных зависимостей напряжения от деформации. Исходя из отсутствия существенной анизотропии, использовалось приближение изотропного материала.

Так как моделирование сжатия всего образца сопряжено со значительными вычислительными затратами, целесообразно изучить возможность перехода к моделированию деформации сегментов из нескольких ячеек. Для этого необходимо проанализировать влияние числа ячеек на результат моделирования, в качестве которого будем рассматривать зависимость $\sigma - \varepsilon$ ячеистой структуры как конструкции. На верхних гранях указанных моделей задавалась граничное условие на перемещение этой грани вниз по вертикали, в то время как нижняя часть фиксировалась с помощью соответствующего граничного условия.

Для построения зависимости $\sigma - \varepsilon$ использовались данные о перемещении верхней грани и силы реакции жестко зафиксированной нижней грани структуры на различных шагах по времени. Используя значения площади поперечного сечения и начальных размеров ячеек, рассчитаны величины напряжения и деформации. Модели, содержащие 8 и 64 ячейки, демонстрируют аналогичное поведение, а поведение структуры из одной ячейки существенно отличается. Поэтому для дальнейших расчетов были использованы модели из 8 ячеек.

Для сравнения данных, получаемых с помощью используемой модели, и результатов эксперимента выполнено моделирование сжатия ячеистой структуры с сечением ребер в форме эллипса с большой и малой осями 400 мкм и 380 мкм. Большая ось ориентирована горизонтально, а малая под углом 45° к горизонтальной плоскости. Моделирование процесса сжатия выполнено для двух направлений приложения нагрузки – вдоль оси Z и X. На

рисунке 7 показаны рассчитанные зависимости напряжения от деформации, а в табл. 3 определенные по ним параметры.

Таблица 3

Параметры рассчитанные при моделировании процесса сжатия ячеистых структур вдоль разных направлений и полученные по экспериментальным кривым сжатия ячеистых образцов

| Направление сжатия | σ_A , МПа | σ_B , МПа | ε_C , % |
|------------------------------|------------------|------------------|---------------------|
| Рассчитанные значения | | | |
| Z | 15,8 | 21,30 | 27 |
| X | 17,6 | 24,20 | 26 |
| Экспериментальные результаты | | | |
| Z | 16,2±0,4 | 27,1±0,6 | 21±6 |
| X | 16,5±0,3 | 26,2±0,8 | 28±5 |

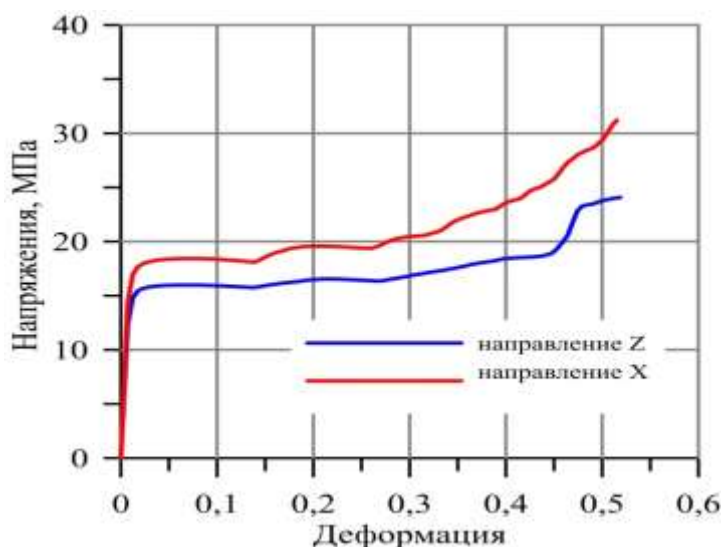


Рис. 7 – Рассчитанные зависимости напряжения от деформации ячеистой структуры для различных направлений приложения нагрузки

На кривых зависимости напряжения от деформации можно отметить ряд перегибов, которые возникают при начале взаимодействия ребер разных слоев друг с другом.

В табл. 3 приведены экспериментальные значения параметров кривых напряжение-деформация. Наибольшее различие экспериментальных данных и результатов, полученных путем моделирования, имеет место для σ_B , оказывается меньше экспериментального. Возможной причиной такого

эффекта может быть сложный характер взаимодействия между ребрами структуры, покрытых приплавленными к ним частичками порошка, при возникновении контакта между ними и их дальнейшем смещении, который не воспроизводится в модели.

Заключение

Рассмотрены результаты исследования микроструктуры и механических свойств сплошных и ячеистых образцов, полученных СЛП на основе порошков стали 316L и титанового сплава ВТ1-00.

Показано, что уровень механических характеристик материалов полученных методом СЛП для сплошных образцов и ячеистых конструкций сопоставим.

Определен уровень механических свойств синтезированных образцов, а также их анизотропия в зависимости от направления одноосного сжатия и растяжения. Обнаруженная анизотропия механических характеристик ячеистых конструкций при деформации сжатием и сплошных образцов при растяжении, величина которой составляет около 1,2.

Создана модель ячеистых структур, учитывающая наличие в материале преимущественной ориентации столбчатых кристаллов и анизотропии свойств. Сопоставление расчетных и экспериментально полученных кривых напряжение-деформация при сжатии ячеистых конструкций свидетельствует о хорошей сходимости результатов. Созданная модель позволяет рассчитывать анизотропию свойств по данным текстурного анализа и свойствам массивного материала, и наоборот, из свойств ячеистых конструкций и их текстуры оценивать свойства материала.

Литература

1. Langelaar M. Topology optimization of 3D self-supporting structures for additive manufacturing // Additive Manufacturing Vol. 12 (Part A). October 2016 P. 60–70.

2. Robbins J., Owen S.J., Clark B.W., Voth T.E. An efficient and scalable approach for generating topologically optimized cellular structures for additive manufacturing // Additive Manufacturing Vol. 12 (Part B), October 2016. P. 296–304.

3. Rashed M.G., Ashraf Mahmud, Mines R.A. W., Hazell Paul J. Metallic microlattice materials: A current state of the art on manufacturing, mechanical properties and applications // Materials and Design 95 (2016). P. 518–533.

4. Xuxiao Li, Wenda Tan. Numerical investigation of effects of nucleation mechanisms on grain structure in metal additive manufacturing // Computational Materials Science Vol. 153. (2018) P. 159-169.

5. Wang Di, Yang Y., Liu R., Xiao D., Sun J. Study on the designing rules and processability of porous structure based on selective laser melting (SLM) // Journal of Materials Processing Technology 213 (2013) P. 1734– 1742.

6. Christoph Meiera, Ryan W. Penny, Yu Zou, Jonathan S. Gibbs, A. John Hart. Thermophysical Phenomena in Metal Additive Manufacturing by Selective Laser Melting: Fundamentals, Modeling, Simulation and Experimentation // Annual Review of Heat Transfer. 2017.

7. Перлович Ю.А., Исаенкова М.Г., Доброхотов П.Л., Рубанов А.Е., Юдин А.В., Третьяков Е.В. Неоднородность кристаллографической текстуры и механических свойств пластин из аустенитной стали 316L, полученных методом селективного лазерного плавления порошка // Металлы. 2019. январь (в печати).

УДК 621.74. / 666.3.022. / 666.3.1. / 620.168.36

Вертикальная 3D-печать стержней для литья охлаждаемых лопаток

Шик Синди¹; Шапю Кристоф¹

cindy.schick@3dceram.com, christophe.chaput@3dceram.com

¹3DCERAM

Аннотация:

В связи с необходимостью применения более эффективных двигателей для авиакосмической промышленности, керамические стержни, которые используются для литья турбинных лопаток, становятся все более сложными и представляют трудности при производстве посредством традиционных технологий литья.

Ключевые слова:

стержни для литья, стереолитография, 3d печать, плавленный кварц.
Foundry cores, stereolithography, 3d printing, fused silica.

Введение

Стержни для литья являются неотъемлемой частью производства лопаток для турбин. Эффективно охлаждаемые лопатки позволяют получить более высокую температуру рабочего тела, что является синонимом повышения мощности и экономичности двигателя.

Такие лопатки имеют внутренний канал охлаждения. Поскольку сплавы, из которых изготовлены лопатки турбин, не поддаются механической обработке или ковке, для их производства используется литье по выплавляемым моделям. В этом сложном и многоэтапном процессе, керамический стержень является жертвенным материалом, который используется как негатив при заливке сплава в форму вокруг стержня [1]. Сегодня, потребность в сложной конструкции стержня резко возросла с ростом потребности клиентов в меньших, более эффективных и более экономичных двигателях. Стержни могут включать внутренние каналы и камеры для эффективного прохождения воздушного потока при охлаждении лопаток [2, 3]. Эти новые сложные стержни трудно изготовить, используя обычные промышленные процессы, такие как литье [4, 5], так как это требует изготовления данной детали из нескольких частей, собираемых вручную. Данный процесс является очень сложным и может привести к чрезвычайно высокому уровню брака. Кроме того, время, необходимое для разработки новых форм для литья стержней традиционными методами, может быть очень длительным по причине сложности самих пресс-форм. Следовательно, на этапе производства стержня могут быть внесены только небольшие изменения.

В этом контексте 3DCERAM разработал процесс производства керамических стержней для литья лопаток, основываясь на технологии лазерной стереолитографии 3D-печати (SLA). Данная технология заключается в послойной печати трехмерной детали, при которой выполняется селективное отверждение фотополимеризуемой керамической

суспензии с помощью управляемого компьютером лазерного луча позволяет изготавливать [6-9]. Эта инновационная технология привносит новое измерение в традиционный промышленный процесс производства стержней. В дополнение к экономии времени и повышению продуктивности, аддитивное производство обеспечивает следующие преимущества: гибкость конструкции, возможность усложнения формы стержней, ускоренная разработка новых конструкций (отсутствие оснастки, детали изготавливаются непосредственно из файлов САПР), лучшая реактивность и экономическая эффективность (снижение вложений и затрат на модификации деталей, отсутствие затрат на обслуживание и хранение оснастки).

Выбор керамического материала, используемого при изготовлении стержней для литья, зависит от типа используемого сплава [10] и должен соответствовать следующим критериям: отсутствие химической реакции между стержнем и сплавом при заливке, горячая и холодная прочность, хорошая выщелачиваемость после литья и низкий коэффициент теплового расширения. Керамические стержни на основе кварца [11], циркона [12], корунда [13], силиката алюминия [14] и титаната алюминия [15] могут применяться для литья. Другие материалы, такие как оксид иттрия [16] или смесь иттрия / корунда [17], используются со сплавами, реагирующими при более высоких температурах.

Данное исследование сосредоточено на составе на основе диоксида кремния, так как именно данные составы широко используются при литье турбинных лопаток из никелевых сплавов (температура литья около 1500°C) в течение уже многих десятилетий [11]. Действительно, керамические стержни из плавленого кварца обладают хорошей тепловой стабильностью, что обусловлено низким коэффициентом теплового расширения (около $0,6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), а также превосходной стойкостью к тепловому удару и высокой выщелачиваемостью [18]. Более того, стержень из кварца легко удаляется в растворах соды или калия, не вредных для сплавов. Наконец, спекание

стержня из диоксида кремния приводит к образованию кристобалита в результате процесса девитрификации, что обеспечивает термостойкость изделия.

Поэтому, настоящая статья посвящена разработке прорывной технологии производства стержней для литья охлаждаемых лопаток на основе диоксида кремния методом 3D-печати. Процесс, который состоит в одновременном изготовлении стержней и их поддержек, описан ниже. Кроме того, определено отклонение размеров стержней от модели САПР, замерены механические и химические свойства материала для подтверждения его соответствия данному применению.

Экспериментальный раздел

Описание процесса

Для аддитивного производства стержней был использован 3D-принтер CERAMAKER 900 от 3DCERAM. Производственный процесс включает в себя несколько этапов, первым из которых является создание компьютерной модели детали посредством системы автоматизированного проектирования (САПР). Модель создается по размерам, немного превышающим размеры готовой детали, чтобы учесть усадку во время последующей термообработки. Затем, первый слой состава, содержащего по меньшей мере один керамический материал и органическое светочувствительное связующее, наносят на рабочую платформу при помощи скребка (Рис. 1). Селективное отверждение этого первого слоя выполняется лазером, сканирующим поверхность платформы в соответствии с картой, определенной в модели САПР.

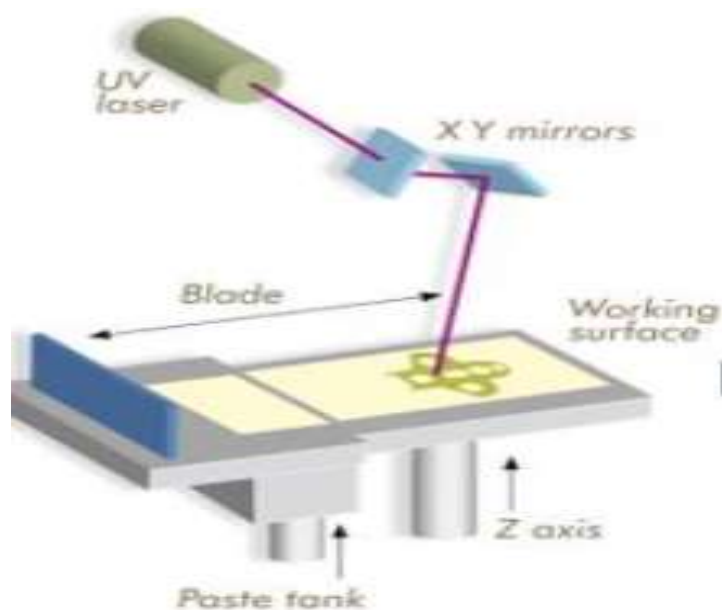


Рис. 1 – Схематическая презентация процесса печати 3DCERAM

После этого, платформа перемещается вниз на высоту желаемой толщины слоя, после чего, аналогично выполняется второй слой печати. Процесс повторяется для всех слоев, в результате чего получается сырая деталь, которая затем очищается от не отвержденной пасты. Наконец, из сырой детали удаляют органическое связующее и спекают для получения плотной керамической детали.

Исходные материалы

Керамическая суспензия, использованная в данном исследовании, была разработана 3DCERAM с целью достижения оптимальных результатов при печати стержней для лопаток на принтере CERAMAKER 900 и обеспечения качества изделия, соответствующего качеству, получаемому традиционным методом.

Композиция пасты содержит следующие компоненты: керамический порошок, органический(-е) мономер(-ы), фотоинициатор(-ы), которые поглощают свет в диапазоне излучения ультрафиолетового лазера, дисперсант и несколько добавок для регулировки вязкости и реакционной способности.

Использовался специфический порошок плавленного кварца. Средний размер частиц этого порошка равен порядка 5,9 мкм, а удельная площадь составляет 1,67 м²/г. Он использовался в том виде, в котором он был получен, а концентрация керамического материала в пасте доведено до 52% по объему для обеспечения совместимости с процессом и применением. По причине конфиденциального характера состава, другие детали состава и способы приготовления суспензии не будут подробно описаны в этой статье.

Описание параметров

Механические свойства

Прочность на изгиб обожженных изделий измеряли по образцам размером 45×4×3 мм³ с опорой в трех точках. Для этих измерений использовалось устройство Instron, с диапазоном измерения до 5000 Н. Ось z соответствует направлению построения слоев материала.

Рентген-дифракционный анализ

Рентген-дифракционный анализ позволяет определить кристаллическую структуру обожженного материала. Измерения проводились с помощью дифрактометра Siemens D5000 с временем экспозиции 80 минут.

Пористость

Скорость уплотнения обожженных деталей определяли методом гидростатического взвешивания путем сравнения массы сухого образца (помещенного в печь при 120° С на минимум 12 часов) с массой образца после пропитки этанолом под вакуумом в течение минимум 45 минут и массой влажного образца после погружения в этанол.

Дилатометрический анализ

Дилатометрический анализ проводился на вертикальном дилатометре (Setaram, TMA Setsys Evo) в нормальной атмосфере. Принцип основан на измерении изменения размера образца по причине температуры. Размеры

образцов составляли 5x5x25 мм, а масса соединительного штока равна 30 граммам.

Анализ растровым электронным микроскопом

Микроструктуру обожженного материала наблюдали с помощью электронного микроскопа SEM-FEG Jeol 7400F (микроскоп, оборудованный пушкой холодной эмиссии). Этот микроскоп позволил получить изображения с четким разрешением при низком напряжении (3 кВ), используя принцип взаимодействия электронов с веществом.

3D сканнер

Размеры изготовленных стержней контролировались посредством сканера Imetric S120-100. Это устройство представляет собой стационарный модуль трехмерного сканирования без автоматического контакта, в котором используется передовая технология проекции полос. Такое «динамическое» освещение позволяет получить плотное трехмерное облако точек, представляющее поверхность детали для оцифровки. Это устройство обладает следующими характеристиками: объем измерения 100×75 мм, разрешение 70 мкм, уровень шума 3 мкм и точность 10 мкм.

Результаты и обсуждение

Метод одновременного производства стержня и его поддержки

Для изготовления таких сложных по геометрии деталей как стержни для литья лопаток, их необходимо прочно удерживать на рабочей платформе, чтобы предотвратить скольжение и негативное влияние на качество и допуски детали. С этой целью детали обычно изготавливаются с интегрированными поддержками, которые необходимо отделять после печати. Данный процесс может привести к повреждению детали. Более того, для каждой новой геометрии необходимо разработать свою специфичную поддержку, тем самым увеличивая стоимость и время изготовления.

Чтобы решить эту проблему, авторы разработали для аддитивного производства инновационную технологию поддержки деталей, которая соответствует следующим критериям:

- поддержка и защита детали при 3D-печати,
- возможность создания очень сложных геометрических форм с малыми сечениями,
- возможность легкого отделения от детали после печати,
- быстрота разработки в САПР.

В соответствии с этим новым подходом, лазерная полимеризация каждого слоя больше не выполняется только в точках, соответствующих самой детали, а по всему слою с параметрами лазерного облучения отличными для детали и для зоны, которая ее окружает. Это позволяет построить деталь внутри «блока поддерживающего материала» за один шаг. После построения, поддержку можно легко отсоединить от детали, благодаря разности их когезионных свойств (поддержка обладает меньшей когезией и жесткостью, чем сама деталь).

Для достижения этой цели необходимо тщательно настроить параметры генерации лазера (мощность, скорость, штриховка и т. д.), чтобы добиться соответствующей жесткости и плотности для материала поддержки.

Рисунок 2 показывает простой пример этой новой технологии для производства куба. В данном случае различие в связных свойствах между деталью и поддержкой введено за счет использования различных параметров штриховки: расстояние между линиями штриховки лазерной полимеризации для детали меньше. Поэтому она более жесткая, чем поддержка. Слои куба представлен на Рисунке 2 [i]. На данном рисунке P соответствует детали, а S - поддержке. На рисунке 2 [ii] показан весь куб внутри жертвенного материала в конце цикла печати. Чтобы отделить деталь без риска ее деформации или повреждения, поддержка удаляется вручную путем ее

разрушения. Таким образом, на выходе получается деталь P без каких-либо остатков пасты или дефектов в месте соприкосновения с поддержкой S.

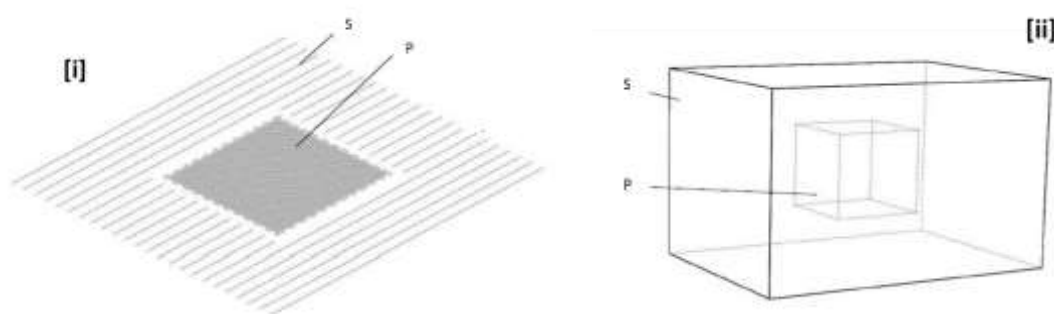


Рис. 2 – [i] Слой материала куба, построенного по новому методу поддержки, [ii] Весь куб, где S является поддержкой, в P : деталью

Такой новый метод поддержки имеет много преимуществ:

- в отличие от традиционных способов, для которых создание поддержки является очень длительным этапом, операции цифрового моделирования здесь сокращены и упрощены, поскольку они совмещаются с созданием детали.

- поддержку можно легко отделить от детали, чтобы очистка выполнялась быстрее и проще.

- позволяет изготавливать детали сложной геометрии, такие как стержни для лопаток, с тонкими и хрупкими сечениями и/или с пустотами

- позволяет изготовить несколько деталей в рамках одной поддержки. На Рис. 3 показано промышленное применение такого метода поддержки. На платформе размером 210×300 мм можно изготовить 56 стержней (высота сырых деталей = 10 см) за 150 часов.

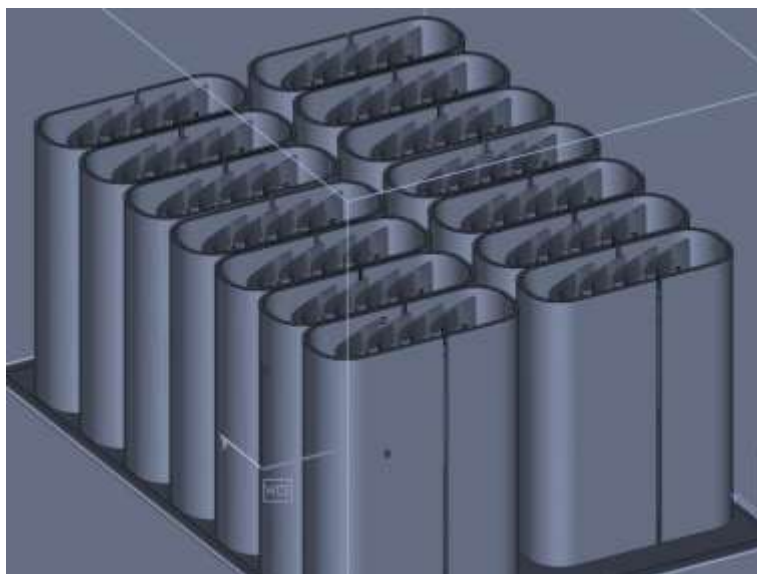


Рис. 3 – Печатная платформа для производства стержней для литья лопаток

Таким образом, этот метод разработки удаляемых поддержек позволяет сократить затраты и время на производство стержней и открывает возможности для новых сложных геометрических форм, которые не могут быть изготовлены с помощью традиционных методов поддержки.

Соответствие размерам

Чтобы соответствовать требованиям технологии литья по выплавляемым моделям и для обеспечения производства стержней с высоким разрешением и точностью, максимальный допуск по отношению к номинальным размерам составляет около 0,4 мм (максимальное отклонение +/- 0,2 мм). С развитием данной технологии уже в ближайшем будущем можно будет получить еще более высокую точность, чтобы удовлетворить все более и более жесткие требования заказчиков.

Стержни для литья на основе диоксида кремния были изготовлены на принтере CERAMAKER, используя метод поддержки, описанный в предыдущем разделе, а размерные характеристики этих стержней были измерены посредством бесконтактного 3d-сканера (Рис. 4).

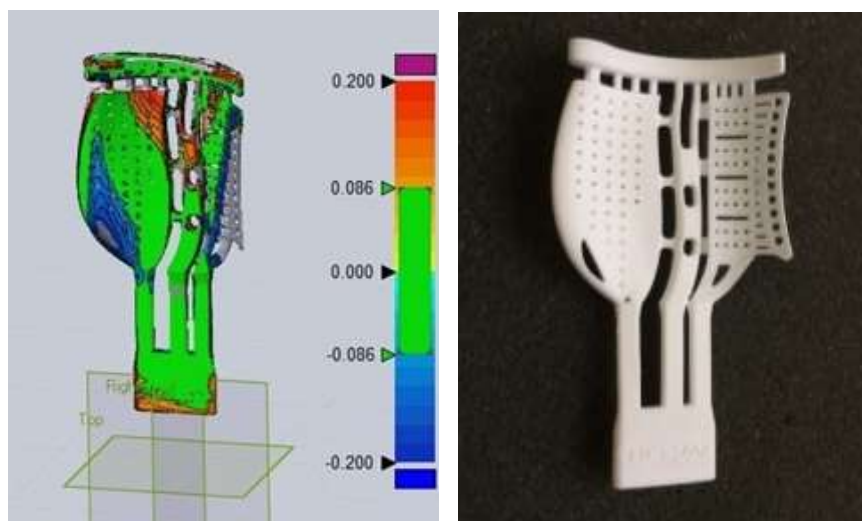


Рис. 4 – Сравнение обожженного стержня и модели САПР (слева) и фото стержня (справа)

Рисунок 4 подтверждает, что точность размеров изготовленных стержней соответствует требованию допуска $\pm 0,2$ мм от модели САПР.

Свойства конечного спеченного материала

Содержание кристобалита

Стержни изготовлены из аморфного плавленого кварца, который кристаллизуется и образует кристобалит при температуре порядка 1300°C во время спекания. Присутствие кристобалита является благоприятным, поскольку он ограничивает спекание и способность к деформации стержня во время дальнейшей термообработки и, таким образом, способствует его стабильности [19]. Тем не менее, количество кристобалита после спекания должно контролироваться, поскольку он снижает прочность спеченного материала из-за образования трещин во время перехода фазы $\beta \rightarrow \alpha$ при температуре около 200°C , что вызывает усадку материала [20]

Следовательно, необходимо найти оптимальное количество кристобалита, достаточно высокое для ограничения деформации материала, зависящей от температуры, но и достаточно низкое, чтобы не снизить прочность стержня. Однако, увеличение количества кристобалита во время литья металла является благоприятным фактором, так как вызывает

образование трещин во время охлаждения и, таким образом, улучшает выщелачиваемость керамического стержня [21, 22].

Параметры, влияющие на количество кристобалита:

- температура спекания [18,23].
- добавление кристаллов (кристобалит или кварц) [23]
- добавление минерализаторов, содержащих ионы щелочных или щелочноземельных "девитрифидирующих" металлов [24].
- Присутствие циркония [25] или оксида алюминия [26, 27] в плавленном кварце.

Количество кристобалита в обожженных стержнях было определено методом рентгеновской порошковой дифрактографии. Его общее количество составило 2%. Как показано далее в данной статье, это количество совместимо с технологией литья по выплавляемым моделям, так как прочность стержней достаточно высока, а деформация материала во время термообработки совместима с данным применением. Тем не менее, количество кристобалита можно регулировать путем изменения цикла спекания (температура и продолжительность).

Пористость

Для обеспечения выщелачивания керамического стержня после литья, производитель турбинных лопаток обычно ожидает пористость около 25–35%. В данном случае открытая пористость составила 37,5%. Эта пористость кажется немного высокой, но ее можно принять, если механические свойства обожженного материала соответствуют техническим условиям.

Механические свойства

Прочность на изгиб стержня напрямую связана с количеством кристобалита после спекания [21,23] при одинаковой пористости материала. Прочность увеличивается до оптимального содержания кристобалита, а затем уменьшается. Прочность на изгиб обожженных деталей измеряли с помощью испытаний на изгиб с опорой на три точки. Среднее значение замера

составило 16,7 МПа, что достаточно для обеспечения хорошей механической прочности при манипуляциях и впрыске воска.

Дилатометрический анализ

Стабильность размеров стержней, в зависимости от температуры, является важным критерием для изготовления турбинных лопаток, поскольку стержни должны быть стабильными на всех этапах технологического процесса. Чтобы охарактеризовать термическое расширение и усадку, был проведен дилатометрический анализ (уже обожженный образец подвергался второй термической обработке, соответствующей спеканию формы перед заливкой металла). Результат показывает расширение 0,07% и усадку 0,11% (при 1530°C), что соответствует ожиданиям для данного применения.

РЭМ-визуализация

Спеченные стержни изучали методом сканирующей электронной микроскопии; изображения показывают однородную микроструктуру и должное расположение зерен в процессе построения слоев (рис. 5).

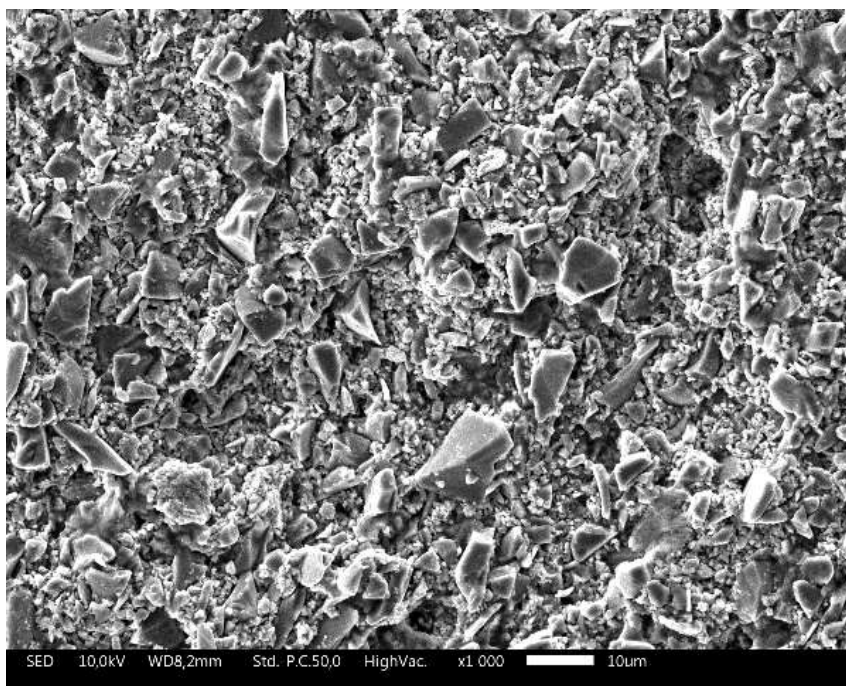


Рис. 5 – РЭМ-визуализация обожженных стержней

Заключение

Высокоточные стержни для литья лопаток сложной геометрии и специфичных свойств были изготовлены в результате прорывной технологии стереолитографической 3D-печати. Для этого была разработана специальная техника поддержки деталей, позволяющая изготавливать детали с низким сечением и высоким разрешением с точностью размеров +/- 0,2 мм. Эта техника является экономичной по времени и по затратам по сравнению с обычными способами создания поддержки, и может использоваться для промышленного производства стержней, поскольку позволяет изготавливать несколько десятков деталей за несколько дней.

Свойства обожженных стержней оптимизированы, благодаря использованию специфичного керамического порошка и разработке адаптированной суспензии. Действительно, механические свойства материала (прочность на изгиб около 16,7 МПа) соответствуют техническим условиям. Кроме того, пористость 37,5% в сочетании с содержанием кристобалита 2% обеспечивают высокую стабильность размеров при термообработке (подтверждено дилатометрическим анализом), а также хорошую выщелачиваемость керамического стержня

Это доказывает, что этот материал соответствует спецификациям и может быть успешно использован для производства стержней для литья лопаток с помощью представленной новой технологии поддержки.

Литература

- 1 Ram Prasad, Progress in Investment Castings, Science and Technology of Casting Processes, 2012
- 2 Je-Chin Han and al., Enhanced internal cooling of turbine blades and Vanes, The Gas Turbine Handbook, 2006, US Dept. of Energy, 321-346
- 3 T. Ravi Teja and al., Case study on Turbine Blade Internal Cooling, International Journal of Engineering Research & Technology, Vol. 2 Issue 3, 2013

4 EP0497682A1, Procédé de réalisation de noyaux complexes en céramique pour fonderie, Snecma, 1992

5 Ceramic cores for turbine blades via injection moulding, Magdalena Gromada and al., Journal of Materials Processing Technology, vol 220, 2015, 107-112

6 C. Hinczewski and al., Ceramic suspensions suitable for stereolithography, J. Eur. Ceram. Soc., vol. 18, n° 6, 583-590, 1998

7 T. Chartier and al., Additive Manufacturing to Produce Complex 3D Ceramic Parts, J. Ceram. Sci. Technol., vol. 6, n° 2, 95-104, 2014

8 Griffith, Freeform Fabrication of Ceramics via Stereolithography, Journal of the American Ceramic Society, 1996

9 A. Brady and al., Curing behavior of ceramic resin for stereolithography in solid free form fabrication proceedings, 403-410, 1996

10 Nageswara Rao Muktinutalapati, Materials for Gas Turbines – An Overview, Advances in Gas Turbine Technology, 2011

11 C. Shaw, Silica-based ceramic cores, Foundry Trade J., 78, [31], 1534, 1946

12 A. Kazemi, M.A. Faghihi-Sani, et al. Effect of zircon content on chemical and mechanical behavior of silica-based ceramic cores, Ceramics International, 40, 1093–1098 (2014).

13 R. Prasad. Progress in Investment Castings, Science and Technology of Casting Processes (2012).

14 Y. Qin, W. Pan, Effect of silica sol on the properties of alumina-based ceramic core composites, Materials Science and Engineering: A, 508, 71–75 (2009)

15 Y. Qin, W. Pan. A model alumina based investment casting ceramic core body system, Journal of Materials Science and Engineering with Advanced Technology, 2, 11–25 (2010).

16 G.R. Frank. Alumina-based core containing Yttria, US Patent 4,837,187 (1989).

17 G.C. Dodds. Ceramic Materials for use in casting reactive metals, US Patent 5,409,871 (1995).

18 C-J.Bae, Integrally cored ceramic investment casting mold fabricated by ceramic stereolithography, PhD Thesis, Michigan University, 2008

19 A.A. Wereszczak, K. Breder, et al. Dimensional changes and creep of silica core ceramics used in investment casting of superalloys, *Journal of Materials Science*, 37, 4235–4245 (2002).

20 Krug S. and al., Residual stresses and cracking in large ceramic injection mouldings subjected to different solidification schedules, *Journal of the European Ceramic Society*, 20, 14–15, 2000, 2535-2541

21 C-H. Chao, H-Y. Lu. Optimal Composition of Zircon-Fused Silica Ceramic Cores for Casting Superalloys, *Journal of the American Ceramic Society*, 85, 773–779 (2002).

22 A. Kazemi and al., Investigation on cristobalite crystallization in silica-based ceramic cores for investment casting, *Journal of the European Ceramic Society*, 33, 3397-3402, 2013.

23 R.C. Breneman, Phase Changes in Silica and Their Impact on Mechanical Properties in 3-D Printed Investment Casting Molds, PhD Thesis, Michigan University, 2014

24 JR. Miller. Cores for investment casting process, US Patent 4,093,017 (1978).

25 Jing-jing Liang and al., Influence of zircon on cristobalite crystallization of silica-based ceramic cores, *Journal of Ceramic Processing Research*. Vol. 17, No. 8, 845-850 (2016).

26 P.J. Wilson, S. Blackburn, et al. The effect of alumina contamination from the ball-milling of fused silica on the high temperature properties of injection

moulded silica ceramic components, *Journal of the European Ceramic Society*, 31, 977–981 (2011).

27 N. Tezuka, I.M. Low, et al. In situ neutron diffraction investigation on the phase transformation sequence of kaolinite and halloysite to mullite, *Physica B: Condensed Matter*, 385–386, Part 1, 555–557 (2006).

Системные требования: Intel от 1,3 ГГц; Windows XP/Vista/7; Adobe Reader; дисковод CD-ROM; 10 Мб; Загл. с экрана.

Использованное программное обеспечение: Microsoft Office Word 2010

Статьи представлены в авторской редакции

За содержание статей, точность приведенных фактов и цитирование
несут ответственность авторы публикаций

Объем издания: 10 Мб.

Тираж 100 экз.

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов»,
Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»
ГНЦ РФ)

Изд-во ФГУП «ВИАМ»

admin@viam.ru

МИНИСТЕРСТВО СВЯЗИ И МАССОВЫХ
КОММУНИКАЦИЙ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ СВЯЗИ, ИНФОРМАЦИОННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ
И МАССОВЫХ КОММУНИКАЦИЙ

ФГУП НТЦ "ИНФОРМРЕГИСТР"

РЕГИСТРАЦИОННОЕ СВИДЕТЕЛЬСТВО
обязательного федерального экземпляра
электронного издания

№ 58512

Электронное издание на 1 CD-R
«Аддитивные технологии: настоящее и будущее:
V Международная конференция, 22 марта 2019 г.:
материалы конференции: электронное издание.
Москва, 2018. ISBN 978-5-905217-40-1» (© 2019 ФГУП "ВИАМ")

зарегистрировано 27 мая 2019 г. и ему присвоен
номер государственной регистрации 0321901536.

Производитель: ФГУП "Всероссийский научно-
исследовательский институт авиационных материалов".



И. о. директора ФГУП НТЦ "Информрегистр"

Т.В. Плескачева

Дата выдачи: 27 мая 2019 г.