

---

Федеральное государственное унитарное предприятие  
«Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов»  
Национального исследовательского центра «Курчатовский институт»,  
Государственный научный центр Российской Федерации



**(НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ)**

---

Технологическая платформа «Новые полимерные композиционные  
материалы и технологии»



Технологическая платформа «Материалы и технологии металлургии»



## **VII Международная конференция «Аддитивные технологии: настоящее и будущее»**

Материалы конференции

7-8 октября 2021 г.

Электронное издание

**Москва**

**2021**

УДК 669 + 621.791.9

ББК 30.37 + 34.2 + 34.4

A28

*Редакционная коллегия:*

С.В. Неруш – начальник НИО «Технологии порошковой металлургии, аддитивного производства, сварки, защитных и специальных высокотемпературных покрытий и материалов»; С.А. Крылов - заместитель начальника лаборатории № 616 «Порошковая металлургия и аддитивное производство»; А.Г. Евгенов - к.т.н., ведущий научный сотрудник лаборатории «Порошковая металлургия и аддитивное производство»; Е.А. Шеин, к.т.н., главный специалист отдела научно-аналитической информации и сопровождения инновационных проектов.

**Аддитивные технологии: настоящее и будущее** : материалы VII А28 Международной конференции (г. Москва, 7-8 октября 2021 г.), [Электронный ресурс] / НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ. – М. : НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ, 2021. – 329 с. : ил. – ISBN 978-5-905217-76-0. – 1 электрон. опт. диск (CD-ROM). – Систем. требования: Intel Pentium; 1,3 ГГц и выше; Windows 7/10; Adobe Reader 6.0 и выше; дисковод CD-ROM. – Загл. с экрана.

Основные тематические направления конференции:

- исследования в области материаловедения аддитивных технологий;
- исследования в области разработки аддитивных процессов;
- программное обеспечение для аддитивных технологий;
- компьютерное моделирование аддитивных процессов;
- материалы и оборудование для аддитивных технологий;
- методы контроля синтезированного материала.

УДК 669 + 621.791.9

ББК 30.37 + 34.2 + 34.4

## **Организационный комитет**

(НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ)

### **Председатель:**

М.М. Бакрадзе – к.т.н., заместитель генерального директора по металлическим материалам.

### **Заместители председателя:**

С.В. Неруш – начальник НИО «Технологии порошковой металлургии, аддитивного производства, сварки, защитных и специальных высокотемпературных покрытий и материалов»;

А.В. Востриков - к.т.н., начальник НИО «Жаропрочные литейные и деформируемые сплавы и стали».

### **Члены организационного комитета:**

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

А.А. Каньгин – начальник управления;

П.Б. Мазалов - заместитель начальника НИО «Технологии порошковой металлургии, аддитивного производства, сварки, защитных и специальных высокотемпературных покрытий и материалов»;

С.А. Крылов - заместитель начальника лаборатории № 616 «Порошковая металлургия и аддитивное производство»;

А.Г. Евгенов - к.т.н., ведущий научный сотрудник лаборатории «Порошковая металлургия и аддитивное производство»;

Л.В. Прохорова – начальник отдела «Реклама и выставочная деятельность»;

И.Ю. Смирнова - заместитель начальника отдела «Реклама и выставочная деятельность»;

Д.С. Трушин – начальник сектора отдела «Реклама и выставочная деятельность»;

К.Н. Катаев – специалист по выставочной деятельности;

Е.А. Цилин – ведущий специалист отдела «Реклама и выставочная деятельность»;

А.В. Бабин – ведущий специалист по связям с общественностью;

## СОДЕРЖАНИЕ

### ИССЛЕДОВАНИЯ В ОБЛАСТИ МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ

**Особенности внутреннего строения металлических материалов, полученных методом селективного лазерного сплавления ..... 8**

Лукина Е.А.; Наприенко С.А.; Зайцев Д.В.

**Сравнение структуры и свойств сплава ЭП648 в литом состоянии и полученном методом СЛС ..... 17**

Наприенко С.А.; Медведев П.Н.; Зайцев Д.В.; Рогалев А.М.

**Высокотемпературная усталость жаропрочного сплава системы Co–Cr–Ni–W–Ta, полученного с помощью аддитивных технологических процессов..... 31**

Сухов Д.И.; Ходинев И.А.; Монин С.А.; Рыжков П.В.

**Стохастическая бинаризация КГО – основной фактор, определяющий тонкую структуру трека и формирование текстуры в жаропрочных материалах, полученных методом СЛС ..... 50**

Евгенов А.Г.; Петрушин Н.В.; Шуртаков С.В.; Медведев П.Н.; Зайцев Д.В.

**Исследование характера разрушения образцов из сплава AlSi10Mg, полученных методом селективного лазерного сплавления ..... 62**

Рожкова Ю.Н.; Федотов С.А.; Марков И.С.

**Влияние электромеханической обработки на структуру, химический состав и физико-механические свойства плазменно-напыленного Ni-Nb покрытия ..... 73**

Иванников А.Ю.

**Исследование влияния температуры на структуру, твердость, термостабильность и фазовые переходы стали X16H4D4B, применяемой для изготовления деталей методом аддитивных технологий..... 87**

Свинцова Л.В.; Королева О.Н.; Колчина М.С.; Писарев М.С.; Гришин Ю.А.

**Теоретическое и экспериментальное исследование остаточных внутренних напряжений в образцах стали 09Г2С, полученных с помощью лазерного 3D-принтера..... 96**

Казанцева Н.В.; Исупова А.А.; Коэмец Ю.Н.; Егорова Л.Ю.; Ничипурук А.П.

## **ИССЛЕДОВАНИЯ В ОБЛАСТИ РАЗРАБОТКИ АДДИТИВНЫХ ПРОЦЕССОВ**

**Влияние технологических параметров на геометрию дорожек и глубину проплавления в технологии лазерного нанесения металла 109**

Завалов Ю.Н.; Дубров А.В.; Макарова Е.С.; Родин П.С.; Иванов И.М.; Дубров В.Д.

**Производство манжетных уплотнений поршня методами 3D- и 5D-печати ..... 120**

Торубаров И.С.; Дроботов А.В.; Гушин И.А.; Плотников А.Л.; Авдеев А.Р.

**Получение композиционных изделий с металлической матрицей методом селективного лазерного плавления ..... 134**

Колчанова А.В.; Григорьянц А.Г.; Колчанов Д.С.

**Перспективы применения аддитивных технологий для получения керамических материалов..... 149**

Качаев А.А.; Чайникова А.С.; Воронов В.А.; Мазалов П.Б.; Лебедева Ю.Е.

**Влияние реологических свойств частично-кристаллических полимеров на качество их печати способом FDM..... 160**

Кондрашов С.В.; Ларионов С.А.; Гуров Д.С.; Мельников А.А.; Гусева М.А.

**Применение 3D-печати при разработке конструкций, обладающих радиопрозрачными свойствами..... 180**

Балашов А.Ю.; Гюльмагомедов Н. Х.; Ермилов А.С.

**Исследование динамических характеристик конструкций изготовленных с использованием аддитивных технологий методом послойного наплавления из различных материалов..... 190**

Беланович Е.А.; Логуненко М.Ю.; Куклин В.Е.; Ермилов А.С.

**Применение аддитивных технологий при получении керамических изделий сложной формы с геометрией трижды периодических поверхностей минимальной энергии (ТППМЭ)..... 205**

Балабанов С.В.; Перевислов С.Н.; Сычев М.М.

**Реология и кинетика полимеризации суспензий на основе  $ZrO_2$  и YAG для 3D-печати..... 213**

Ермакова Л.В.; Смыслова В.Г.; Кузнецова Д.Е.; Карпюк П.В.; Соколов П.С.

**Фемтосекундные и наносекундные импульсы для аддитивных лазерных технологий: спекание, плавление и ударные волны, влияние на структуру и механические свойства..... 226**

Иногамов Н.А.; Ашитков С.И.; Жаховский В.В.; Колобов Ю.Р.;  
Манохин С.С.; Неласов И.В.; Перов Е.А.; Петров Ю.В.; Ситников Д.С.;  
Фортова С.В.; Хохлов В.А.; Шепелев В.В.

**Особенности получения реакционносвязанного нитрида кремния с использованием послойной экструзии термопластичного шликера .. 253**

Михайлов И.Г.; Зайцев В.С.

## **МАТЕРИАЛЫ И ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ**

**Производство металлического порошка для 3D-печати в ООО «Гранком» ..... 265**

Демченко А.И.; Андрейко А.И.; Максимов А.А.

**Плазменная сфероидизация композиционных гранул на основе интерметаллида никеля..... 273**

Бобровский А.П.; Самохин А.В.; Ефимочкин И.Ю.; Купцов Р.С.

**Разработка композитных материалов для изготовления прочных и термостойких изделий сложной формы методом аддитивных технологий ..... 292**

Богдановская М.В.; Александрова Д.С.; Егоров А.С.; Выгодский Я.С.;  
Иванов В.С.; Иванов Е.В.

**Оборудование ТЭГА для электронно-лучевых аддитивных технологий**  
..... 305

Осипов И.В.; Рау А.Г.; Семенов Г.В.

**КОМПЬЮТЕРНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ АДДИТИВНЫХ  
ПРОЦЕССОВ**

**Компьютерное моделирование процесса аддитивного плазменно-  
дугового выращивания**..... 314

Королев С.А.; Коберник Н.В.; Панкратов А.С.; Брайловский Т.Ю.

**Математическая модель плазменной сфероидизации порошковых  
частиц** ..... 322

Мельников А.С.; Цивильский И.В.

УДК 669

**Особенности внутреннего строения металлических материалов,  
полученных методом селективного лазерного сплавления**

Лукина Е.А., к.т.н.; Наприенко С.А., к.т.н.; Зайцев Д.В.

admin@viam.ru

*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ)*

***Аннотация:***

*В работе представлены результаты исследования закономерностей образования дефектов и структурно-фазовых особенностей микроструктуры СЛС-материалов, проведенные методами растровой и просвечивающей электронной микроскопии. Особое внимание уделено формированию текстуры, характеризующей анизотропное состояние синтезированного материала.*

***Ключевые слова:***

*селективное лазерное сплавление, текстура, микроструктура, ячеистая структура, растровая микроскопия, просвечивающая электронная микроскопия, дефект*

## **Введение**

Технологии селективного лазерного сплавления (СЛС) на сегодняшний день являются одними из наиболее современных и динамично развивающимся методом изготовления деталей из металлических материалов, она активно применяются для производства изделий авиационной техники. Это обусловлено тем, что в отличие от традиционных вычитающих технологий изготовления деталей, аддитивные технологии позволяют существенным образом сократить расходы на материалы и механическую обработку, а также не ограничивают конструктора при проектировании деталей сложной геометрии.

Производство деталей и компактных образцов методом СЛС приводит к формированию характерной структуры, отличающейся от микроструктуры материалов, полученных по традиционным технологиям. Поэтому для СЛС-материалов необходимо выявлять и систематизировать особенности структурно-фазового состояния, учитывая специфику строения каждого материала.

Изучение закономерностей структурно-фазового состояния материалов требует всестороннего исследования структуры на макро-, микро-, и нано-уровнях. Необходимо оценивать состояние материала в целом (интегральные дифракционные и микроструктурные методы) и изучать строение отдельных структурных составляющих (локальные дифракционные методы). Существующая в лаборатории «Металлофизические исследования» исследовательская база, а также научно-методический потенциал, позволяет решать такие задачи как:

- исследование структуры и фазового состава с пространственным разрешением до 0,1 нм;
- проведение количественного металлографического анализа, контроль объемной доли пор и наличия трещин;
- исследование элементного состава с локальностью до 2 нм;

– построение карт кристаллографических ориентаций, исследование текстуры.

Лаборатория «Металлофизические исследования» является составной частью института и задачи структурных исследований определяются проблемами, возникающими в ходе разработки материалов или отработки получения полуфабрикатов из них.

В ходе разработки сплавов с применением селективного лазерного сплавления возникает необходимость решения ряда структурных задач.

Анализ литературы показывает, что характерной структурой никелевых сплавов, полученных методом СЛС, является наличие ванн расплава, которые формируют вертикальные и горизонтальные ряды, так называемую «трековую структуру», треки в свою очередь разбиты на фрагменты, которые состоят из отдельных ячеек кристаллизации. Аналогичная картина наблюдается на алюминиевых сплавах [1, 2] и на сталях [3], полученных по данной технологии. Помимо структурных особенностей для этой технологии характерно наличие дефектов микроструктуры, таких, как трещины, усадочные раковины и пористость [3]. Микроструктура деталей и образцов из титановых сплавов, полученных методом СЛС, имеет свои особенности обусловленные наличием в данных сплавах фазового перехода.

В данной работе представлены исследования закономерностей образования дефектов и структурно-фазовых особенностей микроструктуры СЛС-материалов, проведенные методами растровой и просвечивающей электронной микроскопии. Кроме того, особое внимание уделено формированию текстуры, характеризующей анизотропное состояние синтезированного материала.

### **Материалы и методики**

Исследования текстуры проводили с применением рентгеновского дифрактометра Empyrean PanAlytical. Все прямые полюсные фигуры записаны в  $\text{Cu K}\alpha$ -излучении в рефлексе  $\{220\}$ . Дифрактограммы записаны

на рентгеновском дифрактометре Emperian в монохроматическом  $\text{Cu K}\alpha$ -излучении в геометрии Брегга-Брентано.

Исследования структуры и построение карт ориентировок методом обратноотраженных электронов (EBSD) проводили с применением сканирующего электронного микроскопа JEOL JSM6490-LV, снабженного системой Channel 5 HKL и датчиком Nordlys. Данные EBSD были проанализированы с помощью программного обеспечения HKL Channel 5 Tango (картография).

Для EBSD-анализа были сделаны шлифы в плоскости перпендикулярной направлению роста образцов при СЛС.

Ориентационные карты построены с участков  $120 \times 90$  мкм с шагом 10 мкм.

Фазовый состав и морфологию фаз исследовали методом просвечивающей электронной микроскопии с применением электронного микроскопа Tecnai G2 F20 S-TWIN TMP, позволяющего проводить энергодисперсионный микроанализ с локальностью до 2 нм.

Объектами исследований были сплавы на основе Ti, Al, Ni.

### **Результаты и обсуждение**

Проведена систематизация характерных для СЛС-материалов дефектов. Основными и наиболее существенными являются: поры, не сплавленные гранулы, трещины (рисунок 1).

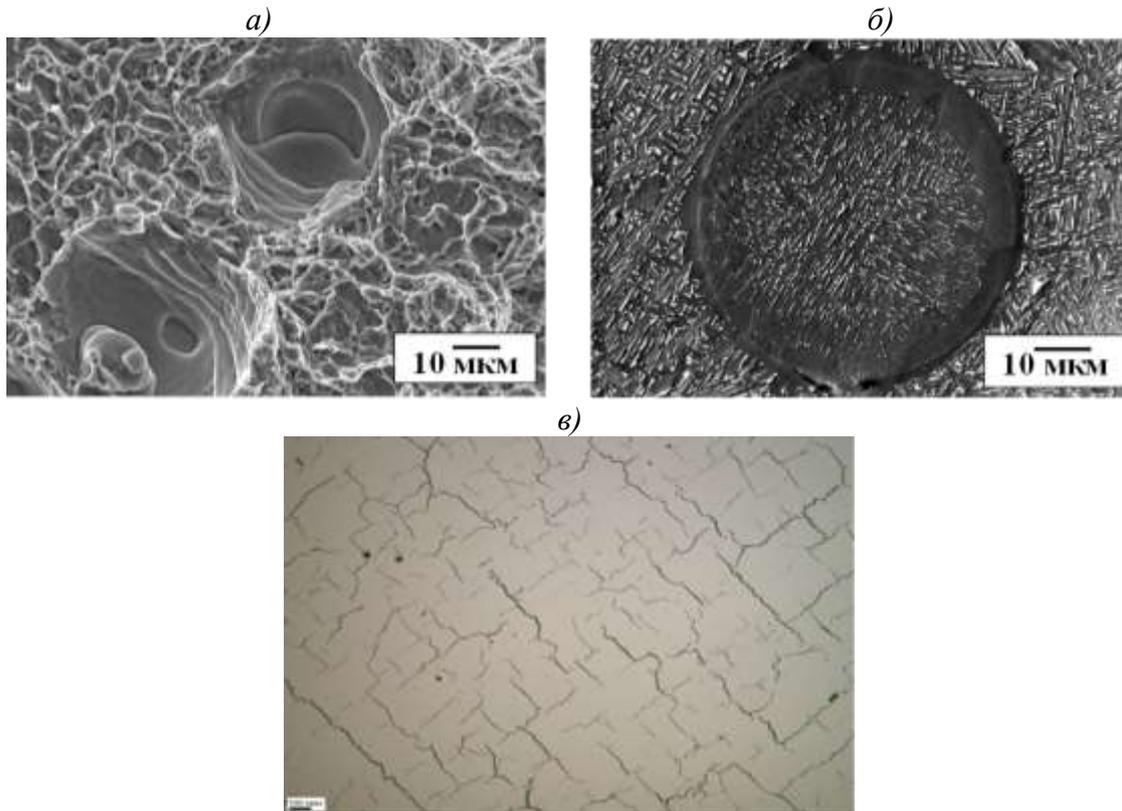


Рис. 1 – Виды дефектов в синтезированных материалах: а) поры на изломе в сплаве на основе Ti; б) не сплавленная гранула в сплаве на основе Ti; в) трещины в сплаве на основе Ni

Все исследованные дефекты наблюдаются в материале при отработке режимов синтеза и последующих термомеханических воздействиях.

В титановом сплаве выявлены особенности пористости, которые связаны, как с их распределением в объеме образца, так и с их морфологией. Исследование поверхностей разрушения в проекции плоскости синтеза показывает, что эти дефекты образуют квадратную сетку с шагом  $\sim 1$  мм (рисунок 2). Эти данные подтверждаются результатами томографических исследований – проекция пор в объеме образца на плоскость параллельную плоскости синтеза также формирует квадратную сетку с шагом  $\sim 1$  мм (рисунок 2). Построена модель распределения пор в объеме образца Ti-сплава. Зеленым цветом показаны островки с ориентацией треков в направлении Y, желтым цветом островки с ориентацией треков в направлении X, белыми кружками показаны места образования пор. Красные линии ограничивают пять слоев синтезируемого материала (рисунок 2) [4].

Для исследования (выявления) механизма образования трещин ценной является информация, которую можно получить из дефектной структуры с большим количеством трещин. В литейном ЖНС такая структура была получена. В плоскости построения образуется сетка трещин преимущественно направленная под  $45^\circ$  по отношению к сторонам образца (параллельно направлениям сканирования лазера). А с боковой стороны образуются трещины в высотном направлении. Проведенный анализ ОН показывает полную корреляцию картины трещин с распределением остаточных напряжений, которые являются растягивающими в перпендикулярном направлении относительно наблюдаемых трещин [4].

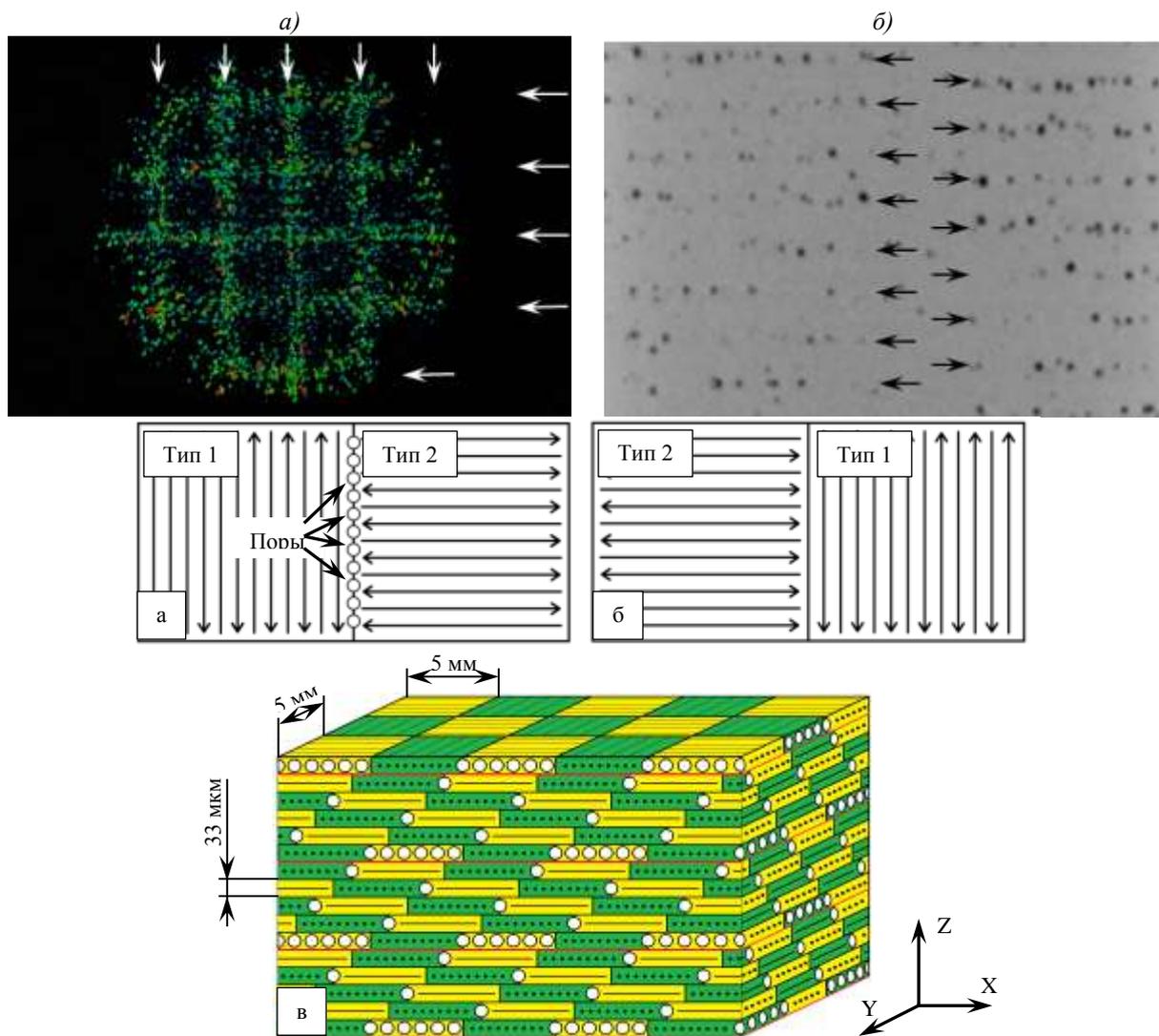


Рис. 2 – Характер распределения пор в сплаве на основе Ti: а) проекция пор в объеме образца на плоскость параллельную плоскости синтеза; б) сечение трехмерного реконструированного изображения образца в плоскости перпендикулярной плоскости синтеза; в) модель распределения пор в синтезированном образце

Направление движения лазера и направление теплоотвода определяют характер (особенности) кристаллизации материала. Наиболее востребованный метод исследования данных особенностей является анализ кристаллографической текстуры методами рентгеновской дифракции (интегральный метод) и дифракции обратноотраженных электронов (локальный метод). Кристаллографическая текстура материала выступает как в качестве структурного фактора, несущего информацию о протекающих процессах формирования структуры, так и в качестве характеристики, отвечающей за анизотропное поведение материала (рисунок 3). При исследовании закономерностей изменения текстурного состояния в никелевых сплавах в зависимости от параметров синтеза и последующих термообработок было показано, что существует корреляция степени рекристаллизации с анизотропией упругих свойств материала, а также установлено, что с увеличением степени рекристаллизации уменьшается количество трещин.

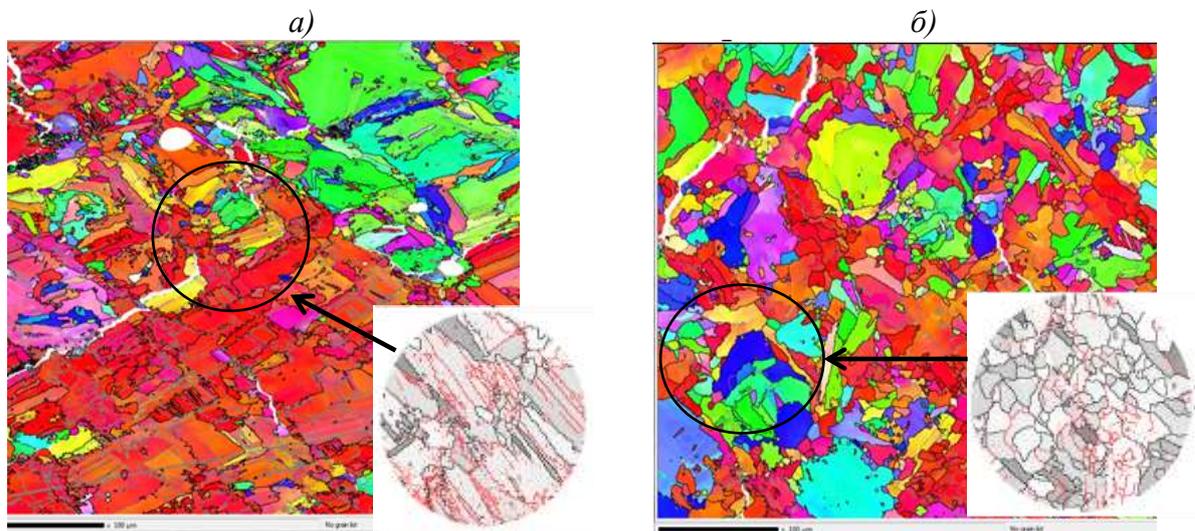


Рис. 3 Текстурное состояние материала при варьировании энергетических параметров лазера: а) преимущественно деформированное состояние; б) повышенная доля рекристаллизованного объема

Анализ структурно-фазового строения материала изучался с применением методов просвечивающей электронной микроскопии.

Показано, что структура большинства сплавов после синтеза имеет вид ячеек, границы которых представляют собой скопления дислокаций. Плотность дислокаций, формирующих границу ячейки тем выше, чем выше энергетическое воздействие. Термическая обработка синтезированного металла приводит к формированию рекристаллизованного зерна и выделению частиц вторичной упрочняющей фазы. После термического воздействия карбидный каркас в никелевых сплавах, сформировавшийся в процессе кристаллизации при СЛС, сохраняется практически в исходном состоянии, изменяется только химический состав карбидов. Сохранение после термообработки характерных «армирующих каркасов» из частиц фаз, выделившихся на границах исходных ячеек кристаллизации типичен для многих сплавов (на основе Al, Co, Ni и т. д.). Сплавы, которых характерно полиморфное превращение имеют особые структуры.

### **Заключение**

В результате быстрой кристаллизации металлических материалов при селективном лазерном сплавлении формируется структура, имеющая ряд особенностей:

- формируется текстура, характеризующая анизотропное состояние материала;
- высокая скорость кристаллизации вызывает скоростные фазовые превращения с образованием метастабильных фаз;
- формируются характерные дефекты, морфология и особенности распределения которых в объеме зависят от природы материала.

### **Список использованных источников**

1. Н.В. Дынин, А.В. Заводов, М.С. Оглодков, Д.В. Хасиков. Влияние параметров процесса селективного лазерного сплавления на структуру алюминиевого сплава системы Al–Si–Mg // Труды ВИАМ: электрон. науч.-

технич. журн. 2017. № 10. Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 20.06.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-10-1-1.

2. Рябов Д.К., Антипов В.В., Королев В.А., Медведев П.Н. Влияние технологических факторов на структуру и свойства силумина, полученного с использованием технологии селективного лазерного синтеза // *Авиационные материалы и технологии*. 2016. № S1. С. 44–51. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 06.03.2019). DOI 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-44-51.

3. Алёшин Н.П., Мурашов В.В., Евгенов А.Г., Григорьев М.В., Щипаков Н.А., Василенко С.А., Краснов И.С. Классификация дефектов металлических материалов, синтезированных методом селективного лазерного сплавления, и возможности методов неразрушающего контроля для их обнаружения // *Дефектоскопия*, 2016. № 1. С. 48–55.

4. Оспенникова О.Г., Наприенко С.А., Медведев П.Н., Крупнина О.А., Рогалев А.М. Особенности структуры сплава Ti-6Al-4V, полученного методом селективного лазерного сплавления // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2019. № 10. Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 22.09.2021). DOI 10.18577/2307-6046-2019-0-10-14-24.

5. Медведев П.Н., Гуляев А.И. Анализ пространственного распределения трещин в жаропрочном никелевом сплаве, изготовленном по технологии СЛС // *Авиационные материалы и технологии*. 2020. № 1 (58). С. 30–37.

УДК 669

## **Сравнение структуры и свойств сплава ЭП648 в литом состоянии и полученном методом СЛС**

Наприенко С.А., к.т.н.; Медведев П.Н., к.ф.-м.н.; Зайцев Д.В.; Рогалев А.М.

admin@viam.ru

*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ)*

### ***Аннотация:***

*Исследована структура образцов сплава ЭП648, полученных методом СЛС. Показано, что при синтезе происходит формирование острой текстуры, формируемой за счет ограничения направлений теплоотвода в процессе синтеза. По сравнению с материалом, полученным по традиционным технологиям, после СЛС и полной ТО в объеме материала происходит равномерное выделение карбидов  $Me_{23}C_6$  и  $MeC$ ,  $\sigma$ -фазы и частиц твердого раствора  $\alpha-Cr$  в виде игл размеры которых значительно меньше в то время, как количество больше.*

### ***Ключевые слова:***

*жаропрочные никелевые сплавы, селективное лазерное сплавление, сплав ЭП648*

## **Введение**

Жаропрочные никелевые сплавы прошли длинный и насыщенный эволюционный путь. Это обусловлено повышением требований к эксплуатационным характеристикам материалов и развитием металлургических технологий производства.

На данный момент применяются детали из никелевых сплавов, изготовленные посредством литья, деформации и порошковой металлургии, т. к. у каждой из них есть свои преимущества, определяющие целесообразность применения данной технологии при изготовлении конкретной детали [1–3]. Однако, под каждую технологию были специально разработаны никелевые сплавы, позволяющие повысить их эксплуатационные свойства.

В настоящее время все более широкое распространение получают аддитивные технологии. Для получения деталей сложной геометрии из жаропрочных никелевых сплавов применяют селективное лазерное сплавление (СЛС). На данный момент для СЛС применяются сплавы, изначально разработанные под другие технологические процессы.

Из работ [4–6] следует, что предел прочности и текучести, а также удлинение и сужение образцов из сплава ЭП648, полученных методом СЛС после горячего изостатического прессования (ГИП) и термической обработки (ТО), значительно превосходят свойства материала, полученного по технологии литья с последующей ТО.

Как известно, механические свойства определяются структурнофазовым состоянием материала. Сравнению структурных особенностей материала полученного методом СЛС и по традиционным технологиям и посвящена данная работа.

## Материалы и методы

Для исследований изготовлены образцы методом селективного лазерного сплавления из деформируемого жаропрочного никелевого сплава ЭП648. В качестве сырья использовали порошок фракции 10–63 мкм, полученный методом атомизации в НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ. Печать образцов проводили на установке Concept Laser M2 cusing в атмосфере азота. Синтез проводили по шахматной стратегии печати при квадратной форме островков с размером ребра 5мм. Толщина каждого синтезируемого слоя составляет ~40 мкм. Модель последовательности поворотов и пересечений островков рассмотрены в работе [7].

После СЛС образцы подвергались горячему изостатическому прессованию и старению по разработанным режимам.

Для сравнения были исследованы образцы из сплава ЭП648 в литом и деформированном состояниях после полной термической обработки.

Исследования микроструктуры проводили на различных масштабных уровнях, методами оптической микроскопии на микроскопе Leica DMi8A, методом растровой электронной микроскопии на микроскопе Zeiss EVO MA10. методом просвечивающей микроскопии на микроскопе Tecnai G2 F20 S-TWIN TMP.

Рентгеновский текстурный анализ проводили на дифрактометре Empyrean фирмы PanAlytical. Моделирование прямых полюсных фигур проведен в специализированном программном обеспечении (ПО) MTEX. При моделировании применены две аксиальные текстуры с осью  $\langle 100 \rangle$  параллельно перпендикулярным направлениям хода лазерного луча в плоскости построения.

## Результаты

Микроструктура синтезированного материала имеет сложное пространственное строение, формируемое ваннами расплава при последовательном прохождении лазерного пучка в процессе сплавления (рисунок 1а, б). Ванны формируют сетку из взаимно перпендикулярных линий, лежащих в плоскости синтеза с шагом, соответствующим расстоянию между треками [8, 9]. На данную сетку накладывается другая сетка с размером ячейки 1 мм, что соответствует расстоянию на которое смещаются границы островков в каждом последующем слое. Данный эффект объясняется большим количеством энергии, которую передает лазерный пучок образцу, на участках смены направления движения и проплавления материала на значительно большую глубину, чем на линейных участках. Каждая ванна расплава представлена несколькими колониями дендритов, формирующих зерна. В процессе кристаллизации вблизи поверхности ванны формируются столбчатые зерна, ориентированные перпендикулярно к ней (рисунок 1в, г). Те зерна, которые располагаются вблизи нижней точки ванны расплава, имеют направление теплоотвода, соответствующее оси синтеза. Это в свою очередь приводит к формированию столбчатых зерен в ваннах расплава, направление кристаллизации которых близко к направлению синтеза.

На образцах повсеместно наблюдаются трещины, ориентация которых совпадает с траекторией прохождения лазера. В междендритных областях в процессе синтеза выделяются ГЦК карбиды  $Me_{23}C_6$  и  $MeC$ , имеющие ориентационное соотношение с матрицей  $[001]_{\gamma}||[001]_C$ ;  $(100)_{\gamma}|| (100)_C$  и периоды решеток  $10.65\text{\AA}$  и  $4.6\text{\AA}$  соответственно (рисунок 1д, е). Размер карбидов обоих типов не превышает 50 нм.

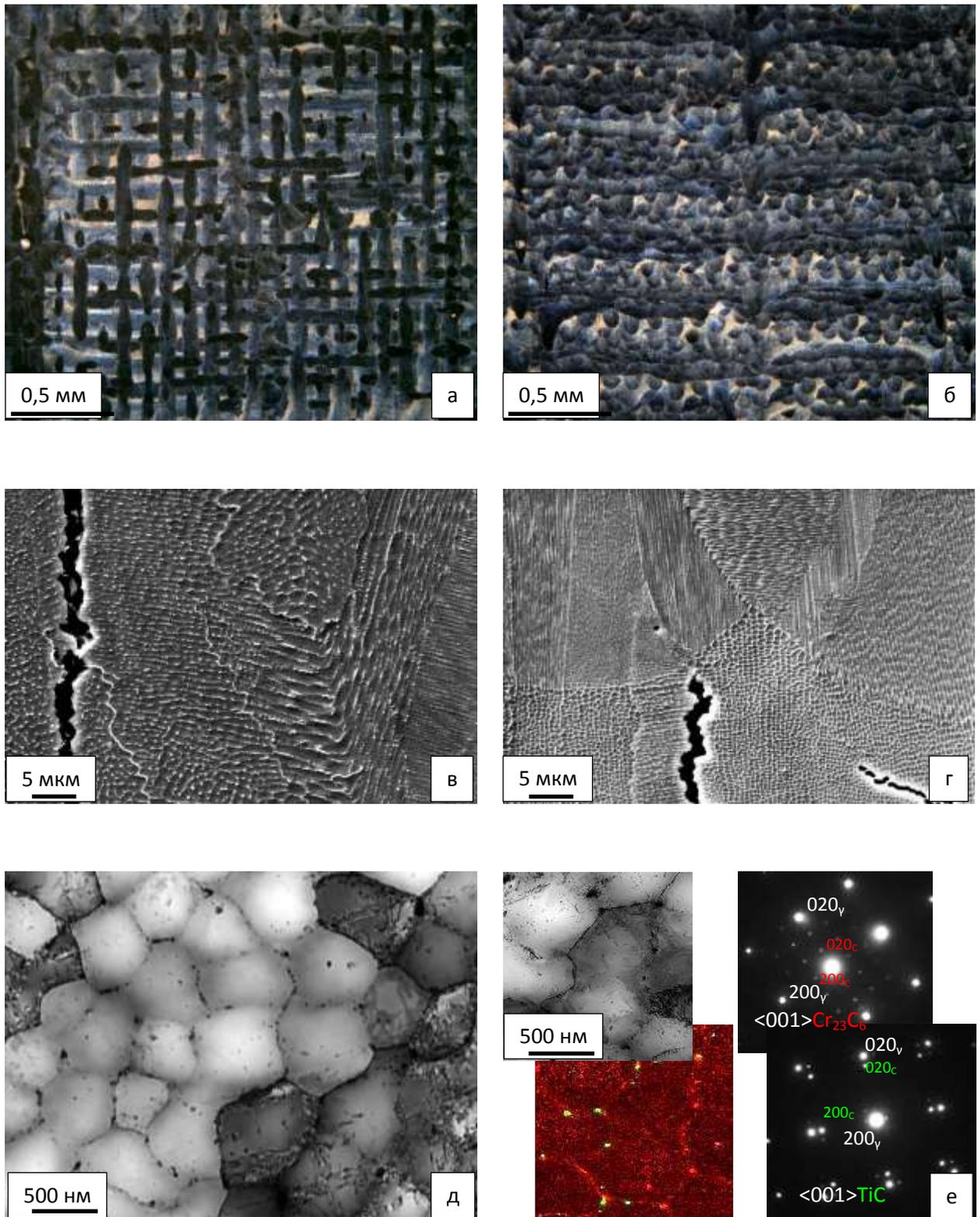


Рис. 1 – Микроструктура образца сплава ЭП648, полученного методом СЛС: а, в – в плоскости синтеза (оптическая и растровая электронная микроскопия, соответственно); б, г – в плоскости, перпендикулярной плоскости синтеза (оптическая и растровая электронная микроскопия, соответственно); д – структура дендритов в поперечном сечении (ПЭМ); е – карта распределения Cr (красный) и Ti (зеленый) в структуре дендритов и картины дифракции от карбидов  $Me_{23}C_6$  и  $MeC$

По сравнению с микроструктурой сплава ЭП648 в литом (рисунок 2а, б) и деформированном состояниях (рисунок 2в, г) можно сказать, что распределение легирующих элементов в объеме материала полученного методом СЛС происходит более равномерно. Это обусловлено отсутствием зональной ликвации т.к. в процессе синтеза происходит плавление незначительных объемов металла. В тоже время размер дендритов, который не превышает 1–2 мкм минимизирует эффект от дендритной ликвации.

В связи с тем, что в литом состоянии размеры дендритов могут достигать 0,5 мм (рисунок 2а), наблюдается неравномерность распределения легирующих элементов в объеме одного дендрита [10, 11]. Неоднородность по химическому составу при последующих термических обработках и деформации приводит к неравномерному выделению упрочняющих фаз (рисунок 2в).

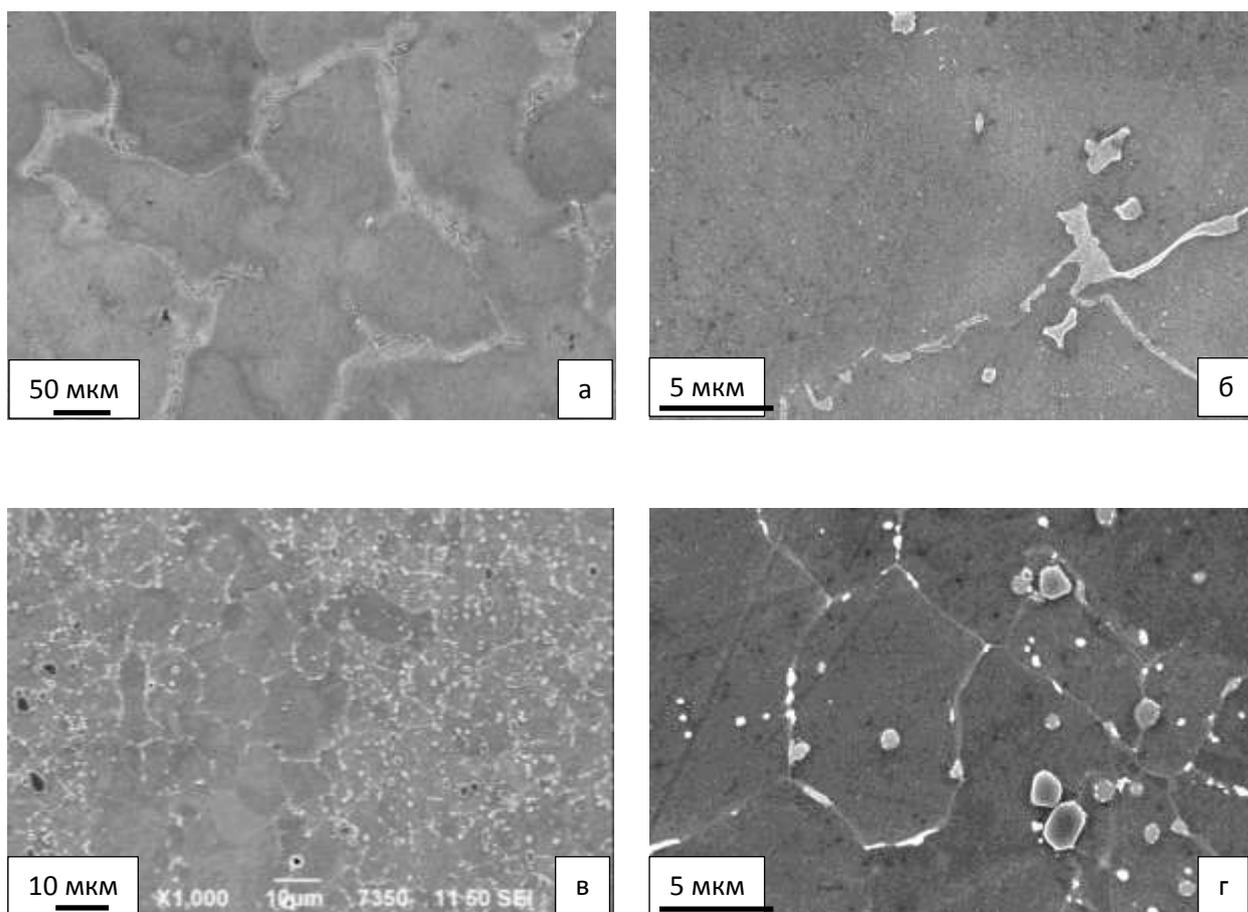


Рис. 2 – Микроструктура сплава ЭП642: а, б – в литом состоянии;  
в, г – в деформированном состоянии

Рентгеноструктурный анализ образцов в состоянии после СЛС показал, что в процессе синтеза формируется кристаллографическая текстура  $\gamma$ -фазы. Наблюдаются текстурная компонента  $\{100\}\langle 001\rangle$  с плоскостями  $\{100\}$  параллельно плоскости наплавки, как показано в работе [12], а также  $\langle 001\rangle$  вдоль направлений движения лазера (рисунок 3а).

Формирование текстуры происходит благодаря кристаллизации в направлении теплоотвода [13]. Для ГЦК решетки ( $\gamma$ -фаза) в направлении теплоотвода растут плоскости  $\{100\}$ . При рассмотрении ванн расплава видно, что направления роста дендритов кристаллизации, нормальные к стенкам ванн, варьируются в полном угле поворота (с учетом симметрии ванны) от 0 до  $180^\circ$ . В соответствии с шахматной стратегией печати, ход лазерного луча идет по двум взаимноперпендикулярным направлениям в плоскости построения. В связи с этим стоит ожидать наличия двух аксиальных компонент текстуры с осями  $\langle 100\rangle$  вдоль этих направлений хода лазера. С целью проверки предложенной модели формирования кристаллографической текстуры проведено моделирование двух аксиальных компонент  $\langle 100\rangle$  параллельно направлению движения лазера с размытием  $20^\circ$  (рисунок 3б).

Выявлены характерные признаки такой текстуры на прямых полюсных фигурах (ППФ): на ППФ  $\{111\}$  наблюдается попарное объединение четырех текстурных максимумов в два, удлинённых в сторону высотного направления образца; ППФ  $\{110\}$  два максимума удлинены в сторону высотного направления образца, а два, лежащие в сечении образованном направлением сканирования, остаются равноосными. На рисунке черными линиями на расчетных ППФ нанесены кольцевые элементы аксиальных компонент для соответствующих семейств плоскостей. Визуальное сравнение экспериментальных и расчетных ППФ показывает удовлетворительную схожесть и подтверждает выдвинутую модель формирования кристаллографической текстуры.

Исследование образцов после ГИП+ТО показало, что в объеме зерен происходит равномерное выделение в виде игл  $\sigma$ -фазы и частиц твердого раствора  $\alpha$ -Cr (рисунок 4а–г). Ориентационное соотношение между  $\gamma$ -матрицей и частицами  $\alpha$ -Cr соответствует соотношению Курдюмова-Закса [5]. Из-за симметрии кристаллической решетки в каждом зерне наблюдается несколько ориентаций игольчатых выделений и частиц  $\alpha$ -фазы. Карбиды по границам зерен  $Me_{23}C_6$  не изменяют своей морфологии, как и карбиды по границам бывших дендритов.

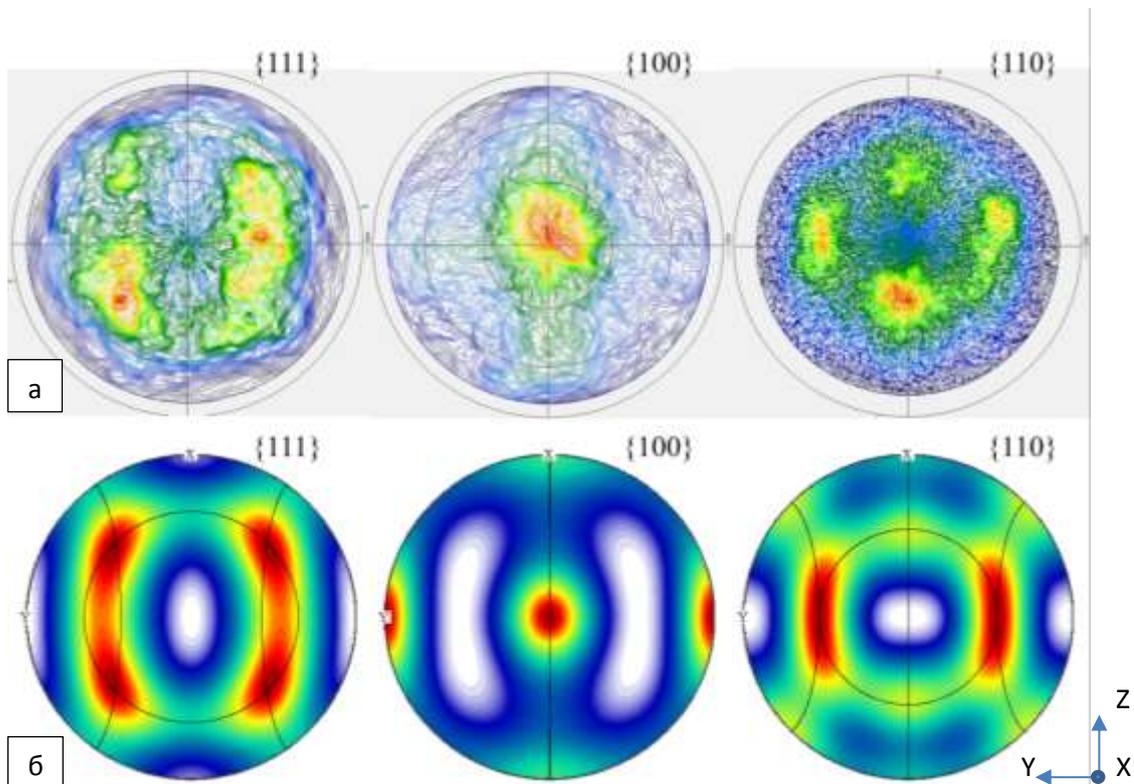


Рис. 3 – Прямые полюсные фигуры  $\{111\}$ ,  $\{100\}$ ,  $\{110\}$ :  
 а – экспериментальные; б – расчетные

Материал, отлитый по традиционной технологии с последующей деформацией и полной термической обработкой (рисунок 4д, е), в отличие от материала, полученного методом СЛС (рисунок 4а–г), имеет более неоднородную структуру. В литом материале наблюдается неравномерное распределение выделений, как крупных карбидов по границам и телу зерен, так и упрочняющих игольчатых фаз, что обусловлено ликвационной

неоднородностью [10, 11]. Стоит отметить, что размеры частиц упрочняющих фаз на образцах, полученных методом СЛС значительно мельче, чем на образцах полученных по традиционной технологии, при том, что их количество значительно больше.

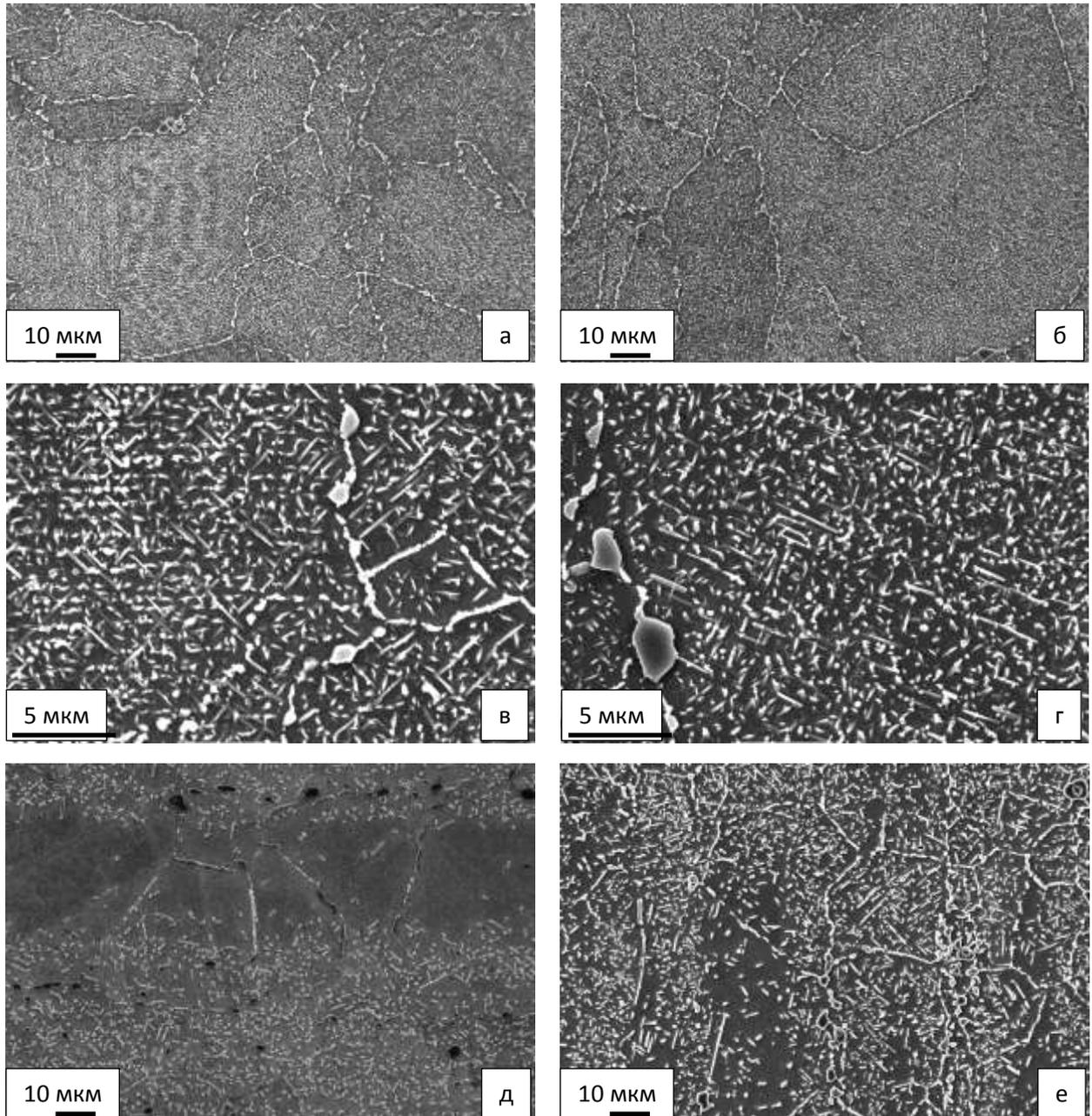


Рис. 4 – Микроструктура образца сплава ЭП648, полученного методом СЛС после ГИП и термической обработки (а-г), в деформированном состоянии (д, е): а, в – в плоскости синтеза; б, г, – в плоскости, перпендикулярной плоскости синтеза; д, е – неравномерное распределение упрочняющих фаз

В процессе ГИП и последующего ТО происходит собирательная рекристаллизация. Это приводит к увеличению размера зерен и сохранению текстуры, сформированной в процессе печати. Данный эффект обусловлен тем, что рост крупных зерен происходит за счет поглощения более мелких, а кристаллографические направления 001 крупных зерен совпадают с осью синтеза и направлениями прохождения лазера на поверхности синтезируемого образца.

### **Обсуждения и заключения**

Результаты исследований показывают, что технологию СЛС можно сравнить одновременно с порошковой технологией получения полуфабрикатов и с направленной кристаллизацией. При этом с точки зрения микроструктуры, наиболее важным является то, что размеры дендритов не превышают 1–2 мкм, таким образом сведена к минимуму ликвационная неоднородность. Это является одним из основных плюсов порошкового получения полуфабрикатов [14]. От направленной кристаллизации СЛС унаследовало формирование острой текстуры, формируемой за счет ограничения направлений теплоотвода в процессе синтеза [13]. Это приводит к анизотропии свойств и может быть использовано для повышения свойств материала в конкретных направлениях в привязке к конструкции. Один из недостатков данного технологического процесса производства деталей заключается в разнотекстурности. Она обусловлена собирательной рекристаллизацией и ростом зерен, имеющих ориентацию близкую к основным текстурным максимумам, за счет более мелких зерен с иной ориентировкой.

Данные микроструктурные особенности являются общими для технологии получения материала методом СЛС.

К особенностям формирования микроструктуры образцов из сплава ЭП648, полученных методом СЛС, можно отнести фазовые превращения, протекающие в процессе технологического цикла.

Непосредственно в процессе синтеза формируется мелкодендритная структура. В междендритных областях выделяются карбиды  $Me_{23}C_6$  и  $MeC$  размером до 50 нм.

В процессе ГИП происходит собирательная рекристаллизация и выделение карбидов  $Me_{23}C_6$ . Размер данных частиц может достигать 5 мкм. Карбидные выделения, расположенные в междендритных областях, увеличиваются в размерах до 200 нм. В теле зерен появляются выделения  $\sigma$ -фазы и частиц твердого раствора  $\alpha$ -Cr.

После ТО в объеме зерен происходит равномерное выделение  $\sigma$ -фазы и частиц твердого раствора  $\alpha$ -Cr в виде игл. По сравнению с материалом, полученным по традиционным технологиям наблюдается равномерное выделение упрочняющей  $\sigma$ -фазы, частиц твердого раствора  $\alpha$ -Cr и карбидов, размеры которых значительно меньше в то время, как количество больше. Выделение большего числа мелкодисперсных частиц приводит к тому, что длина свободного пробега дислокаций в материале уменьшается, т.к. границы частиц являются для них препятствием. Уменьшение длины свободного пробега дислокаций, должно приводить к повышению прочностных свойств материала [15] по сравнению с материалом, полученным по традиционной технологии, что подтверждают результаты механических испытаний, приведенные в работе [4].

Равномерное распределение частиц упрочняющих фаз способствует более однородному распределению пластической деформации в объеме образца. Крупные частицы и скопления упрочняющих фаз являются концентраторами напряжений и могут существенным образом влиять на пластичность материала. Таким образом, равномерное распределение мелкодисперсных частиц упрочняющих фаз приводит к повышению пластичности материала полученного методом СЛС по сравнению с материалом, полученным по традиционной технологии [4].

## **Выводы**

1. Размеры дендритных ячеек в образцах из сплава ЭП648, полученных методом СЛС, не превышают 1–2 мкм, что минимизирует ликвационную неоднородность в отличие от литого материала, где размеры дендритов достигают 500 мкм.

2. При синтезе происходит формирование острой текстуры, формируемой за счет ограничения направлений теплоотвода в процессе синтеза.

3. По сравнению с материалом, полученным по традиционным технологиям, после СЛС и полной ТО в объеме материала происходит равномерное выделение карбидов  $Me_{23}C_6$  и  $MeC$ ,  $\sigma$ -фазы и частиц твердого раствора  $\alpha$ -Cr в виде игл размеры которых значительно меньше в то время, как количество больше.

4. Выделение большего числа мелкодисперсных частиц приводит к повышению прочностных свойств материала по сравнению с материалом, полученным по традиционной технологии.

5. Равномерное распределение частиц упрочняющих фаз способствует повышению пластичности материала полученного методом СЛС по сравнению с материалом, полученным по традиционной технологии.

## **Список использованных источников**

1. Симс Ч., Хагель В. Жаропрочные сплавы. Пер. с англ. - М.: Металлургия, 1976. – 568 с.

2. Кишкин С.Т., Каблов Е.Н. Литейные жаропрочные сплавы для турбинных лопаток // Авиационные материалы. Избранные труды "ВИАМ" 1932-2002. М.: ВИАМ, 2002. С. 48–58.

3. Каблов Е.Н., Голубовский Е.Р. Жаропрочность никелевых сплавов М.:Машиностроение, 1998. 464 с.

4. 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 газопорошковой наплавки и высокоточного литья полимеров, наполненных металлическими порошками // Известия высших учебных заведений. Машиностроение, 2016. № 9(678). С. 62–80.

5. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Мазалов И.С., Шуртаков С.В., Зайцев Д.В., Прагер С.М. Структура и свойства синтезированных методом селективного лазерного сплавления сплавов ЭП648 и ВЖ159 после имитационных отжигов // Материаловедение, 2020. № 6. С. 3–10

6. 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. С. 8–15. DOI 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-8-15.

7. Оспенникова О.Г., Наприенко С.А., Медведев П.Н., Крупнина О.А., Рогалев А.М. Особенности структуры сплава Ti–6Al–4V, полученного методом селективного лазерного сплавления //Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2019. № 10. Ст. 02 URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 18.05.2021г.). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-10-14-24.

8. Carter L., Martin C., Withers P., Attallah M. The influence of the laser scan strategy on grain structure and cracking behaviour in SLM powder-bed fabricated nickel superalloy // Journal of Alloys and Compounds. 2014. Vol. 615. P. 338–347.

9. Zhu Y., Liu D., Tian X., Tang H., Wang H. Characterization of microstructure and mechanical properties of laser melting deposited Ti–6.5Al–3.5Mo–1.5Zr–0.3Si titanium alloy // Materials and Design. 2014. Vol. 56. P. 445–453.

10. Гайдук С.В., Кононов В.В., Налесный Н.Б. Исследование дендритной ликвации и фазовой неоднородности в жаропрочных коррозионностойких никелевых сплавах // Вестник двигателестроения. 2006. № 1.

11. Базылева О.А., Унчикова М.В., Туренко Е.Ю., Багетов В.В., Шестаков А.В. Исследование влияния термической обработки на микроструктуру, параметры дендритной ликвации и время до разрушения интерметаллидного ренийсодержащего сплава на основе  $Ni_3Al$  //Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2016. № 10. Ст. 04 URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 20.05.2021г.). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-10-4-4.

12. Лукина Е.А., Филонова Е.В., Тренингов И.А. Микроструктура и преимущественные кристаллографические ориентировки жаропрочного никелевого сплава, синтезированного методом СЛС, в зависимости от энергетического воздействия и термообработки //Авиационные материалы и технологии. 2017. № 1. С. 38–44. DOI 10.18577/2071-9140-2017-0-1-38-44.

13. Шалин Р.Е., Светлов И.Л., Качанов Е.Б., Толораия В.Н., Гаврилин О.С. Монокристаллы никелевых жаропрочных сплавов. М.: Машиностроение. 1997. 336 с.

14. Разуваев Е.И., Бубнов М.В., Бакрадзе М.М., Сидоров С.А. ГИП и деформация гранулированных жаропрочных никелевых сплавов // Авиационные материалы и технологии. 2016. № S1. С. 80–86. DOI 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-80-86.

УДК 669

**Высокотемпературная усталость жаропрочного сплава системы Co–Cr–Ni–W–Ta, полученного с помощью аддитивных технологических процессов**

Сухов Д.И., к.т.н.; Ходинев И.А.; Монин С.А.; Рыжков П.В.

lab33@viam.ru;  
admin@viam.ru

*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ)*

***Аннотация:***

*Приведены результаты усталостных испытаний гладких цилиндрических образцов при контроле полной деформации, в условиях симметричного цикла и повышенной температуры. Рассмотрена взаимосвязь значений усталостных характеристик материала при учете напряжений, пластической деформации и количества циклов до разрушения. Представлено сравнение деформационных кривых, построенных по экспериментальным данным, с деформационными кривыми, построенными оценочными методами.*

***Ключевые слова:***

*механические свойства, характеристики усталости, жаропрочные сплавы на основе кобальта, технология селективного лазерного сплавления (СЛС), деформационный подход, уравнение Рэмберга-Осгуда, уравнение Басквина-Мэнсона-Коффина*

## Введение

В соответствии с требованиями нормативной документации для расчетов на прочность деталей газотурбинных двигателей используются значения характеристик конструкционной прочности при малоцикловой (МЦУ) и многоцикловой (МнЦУ) усталости [1–3]. Современная практика проектирования предусматривает наличие усталостной кривой по моменту разрушения в упругой и упругопластической области [4].

С 40-х годов XX века жаропрочные сплавы на основе кобальта, легированные тугоплавкими элементами, начали применять в деталях газотурбинных двигателей [5]. Используемые в настоящее время сплавы системы Co–Cr–Ni–W–Ta (FSX-414, FSX-418, MAR M-302, MAR M-509) применяют для отливок деталей соплового аппарата, топливных форсунок, горелок и деталей сопла [6]. Вероятность образования трещин при кристаллизации вследствие фазовых напряжений в крупногабаритных отливках из кобальт-хромовых сплавов существенно ниже, чем в отливках из высоколегированных литейных никелевых сплавов. Кобальтовые сплавы превосходно свариваются [5], что делает доступным формировать объемные изделия из их металлических порошков и композиций посредством технологии селективного лазерного сплавления (СЛС). В настоящее время СЛС-наиболее прогрессивный метод, позволяющий изготавливать ресурсные детали, минуя стадию подготовки производства [7–9].

Перспективным направлением исследований является повышение уровня прочностных характеристик сплавов, полученных с применением аддитивных технологических процессов. Преимущество исследования предельного состояния долговечности по общей деформации, состоит в оценке несущей способности материала по упругой компоненте и повреждаемости по пластической [10, 11]. Рассмотрение стадийности процесса разрушения при малоцикловой усталости, обусловленного реализацией различного напряженного состояния, включает в себя анализ изменчивости механической петли гистерезиса.

Проявление анизотропии при исследовании многоциклового усталости материалов, полученных по технологии СЛС, является важным предметом изучения для отработки технологии получения готовой продукции. Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 2.2. «Квалификация и исследование материалов» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [12].

### 1. Материалы и методы

В качестве материала для исследования выбран жаропрочный сплав системы Co–Cr–Ni–W–Ta с рабочей температурой 1100 °С.

Слитки сплава на основе кобальта, выплавленные в вакуумно-индукционной печи VIM50, использовали в качестве шихтовых заготовок для проведения процесса получения металлопорошковых композиций методом газовой атомизации расплава на установке HERMIGA 10/100 VI. Процесс селективного лазерного сплавления порошка проводили в установке ConceptLaser M2 Cusing (Германия). После селективного лазерного сплавления материал подвергался газостатической обработке (ГИП).

Микроструктура представляет собой матрицу, образованную модификацией Co ( $\gamma$ -фаза) с гранцентрированной решеткой, стабилизированной Ni, и карбидных включений на основе тугоплавких элементов, локализованных в основном по границам зерен (рис. 1).

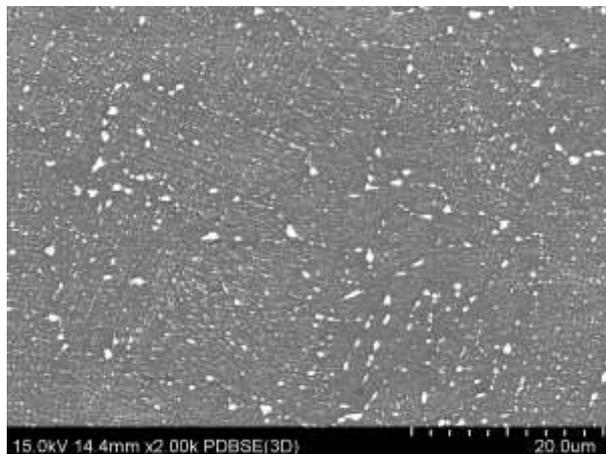


Рис. 1 – Фото микроструктуры сплава системы Co–Cr–Ni–W–Ta, полученного методом СЛС после проведения ГИП

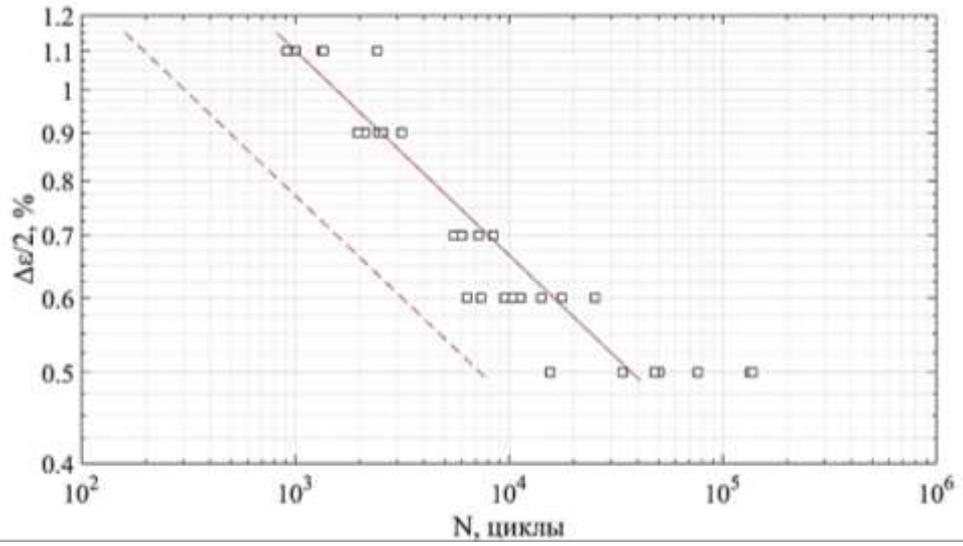
Предел выносливости на базе  $10^4$  циклов определяли при повышенной температуре (600, 800, 900, 1000 °C) на универсальной испытательной машине Walter Bai при контроле амплитуды деформации, частоте 1 Гц и синусоидальной форме цикла. Осевой деформации были подвержены цилиндрические образцы с диаметром рабочей части 5,0 мм, которые соответствовали требованиям ГОСТ25.502 и ASTM E606. Запись петли механического гистерезиса производилась с использованием экстензометра Epsilon серии 3548 и контроллера сбора данных с частотой 0.02 с. Нагрев образцов производился печью сопротивления с тремя зонами нагрева, что способствует плавному равномерному распределению температурного поля. Особенности проведения испытаний на сервогидравлических испытательных машинах Walter Bai приведены в работе [13].

Проведение испытаний на МНЦУ осуществлялось на машине МВИ611М при схеме нагружения чистого изгиба с вращением, заданном напряжении и симметричном цикле нагружения  $R = -1$ . Минимальный диаметр у рабочей части образца составлял 7,50 мм, база испытаний  $N = 2 \times 10^7$  циклов, частота нагружения 50 Гц. Температура испытаний составляла 20 °C и 800 °C, количество испытанных образцов на температуру составляло 20 шт.

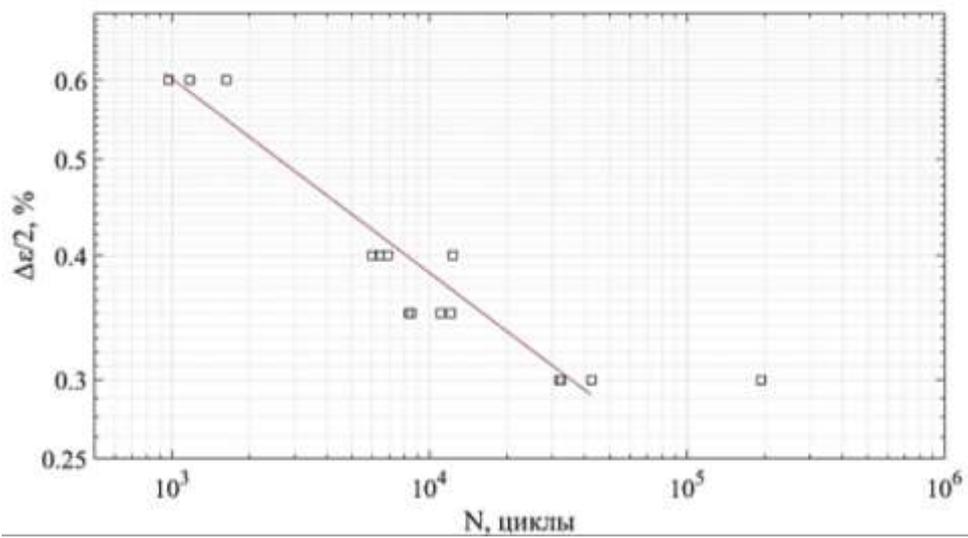
## **2. Результаты и обсуждение**

Для определения значений предела выносливости на базе  $1 \cdot 10^4$  циклов при температуре 600, 900, 1000 °C испытано по 30 образцов, при 800 °C – 15 образцов (рис. 2).

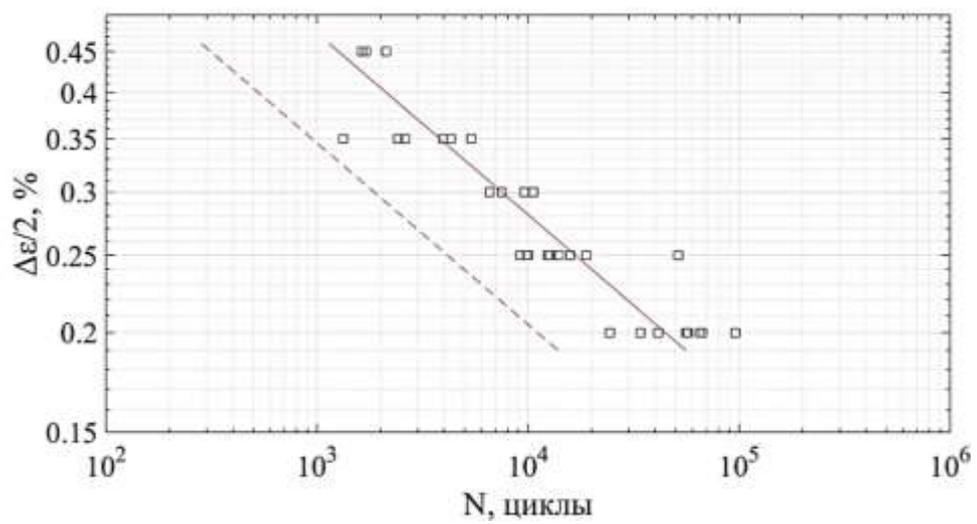
а)



б)



в)



г)

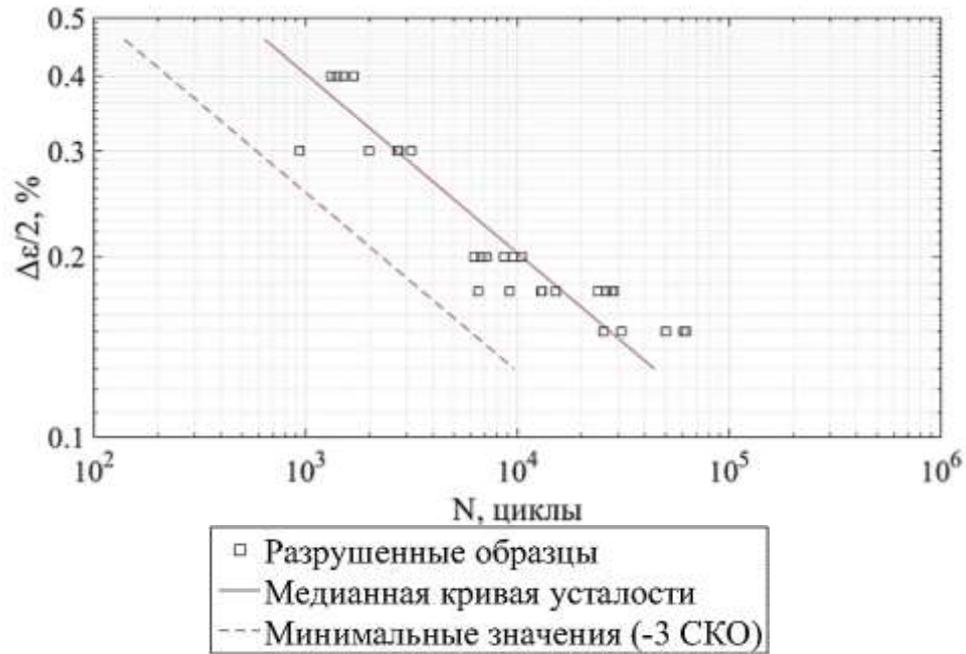


Рис. 2 – Кривые малоциклового усталости сплава системы Co–Cr–Ni–W–Ta при температуре: а) 600 °С, б) 800 °С, в) 900 °С, г) 1000 °С

Для определения средних и минимальных значений усталостной долговечности использовался традиционный подход, изложенный в РЦ-АП-33 [1]. Сущность данного метода заключается в том, что для определения значений характеристик конструкционной прочности при статистической обработке экспериментальных данных принимается справедливой гипотеза (подтверждённая многочисленными экспериментальными исследованиями институтов промышленности и других организаций) о нормальном (или логарифмически нормальном) законе распределения металлических материалов. Средние значения в данном случае соответствуют 50 % вероятности логнормального распределения, а минимальные – правилу «трёх сигм» логнормального распределения. На основании этого правила минимальные значения соответствуют вероятности разрушения приблизительно 0.27 % на выборочном уровне деформации. Определённые значения приведены в таблице 1.

Средние и минимальные значения усталостной долговечности сплава системы Co–Cr–Ni–W–Ta

Температура испытаний (°C)	Кол-во образцов n	Предел МЦУ на базе 10 <sup>4</sup> ц (Δε/2,%)		Коэф. уравнения регрессии $\lg N = a + b \lg \frac{\Delta \varepsilon}{2}$		Коэф. корреляции R <sup>2</sup>	Х-ки разброса lgN Дисперсия S <sub>1</sub> <sup>2</sup>
		средние	минимальные	a	b		
600	30	0.6	0.5	3.19	-4.59	0.92	0.056
800	15	0.35	-	1.87	-5.12	0.91	0.066
900	30	0.25	0.2	1.58	-4.39	0.92	0.041
1000	30	0.2	0.15	1.68	-3.34	0.91	0.049

Изменение амплитуды напряжений сплава системы Co–Cr–Ni–W–Ta при различных температурах испытания на исследуемых уровнях общей деформации представлено на рисунке 3.

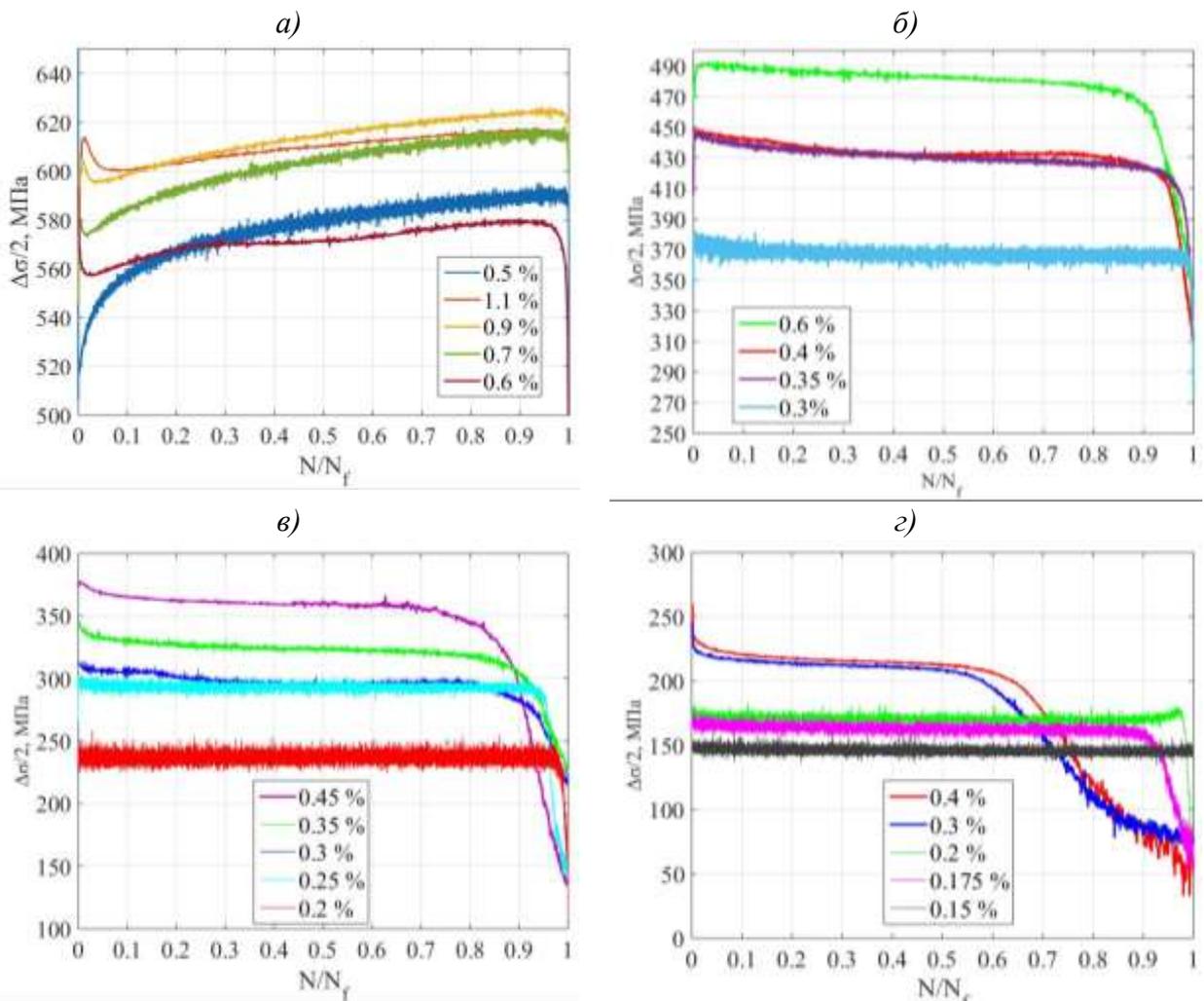


Рис. 3 – Изменения амплитуды напряжений сплава системы Co–Cr–Ni–W–Ta при температуре: а) 600 °C, б) 800 °C, в) 900 °C, г) 1000 °C

При 800, 900, 1000 °С на нижнем уровне деформации, характеризующим средние и минимальные значения предела выносливости на базе  $10^4$  циклов, амплитуда напряжений практически не меняется. При увеличении амплитуды деформации наблюдается более выраженная стадийность разрушения. При 600 °С на всех уровнях деформации наблюдается циклическое упрочнение. На нижнем уровне деформации, характеризующим минимальные значения предела выносливости на базе  $10^4$  циклов, амплитуда напряжений монотонно возрастает с 520 до 595 МПа, в то время как при увеличении амплитуды деформации наблюдается характерный пик с последующим возрастанием. Обобщение полученных данных показывает, что с увеличением температуры испытания с 600 до 1000 °С наблюдается снижение амплитуды напряжений с 572 до 163 МПа на уровнях деформации, соответствующих средним значениям предела МЦУ на базе  $1 \cdot 10^4$  циклов (рис.4, а). Подобное уменьшение амплитуды напряжений литого аналога системы Co–Cr–Ni–W–Ta сплава марки MAR M-509 наблюдалось авторами J. Reuchet, L. Remy в диапазоне 20–900 °С [6] (рис. 4, б). Следует отметить, что при 600 и 900 °С сплав системы Co–Cr–Ni–W–Ta, полученный методом СЛС, обладает повышенной прочностью по отношению к литому аналогу MAR M-509 на 192 и 93 МПа соответственно.

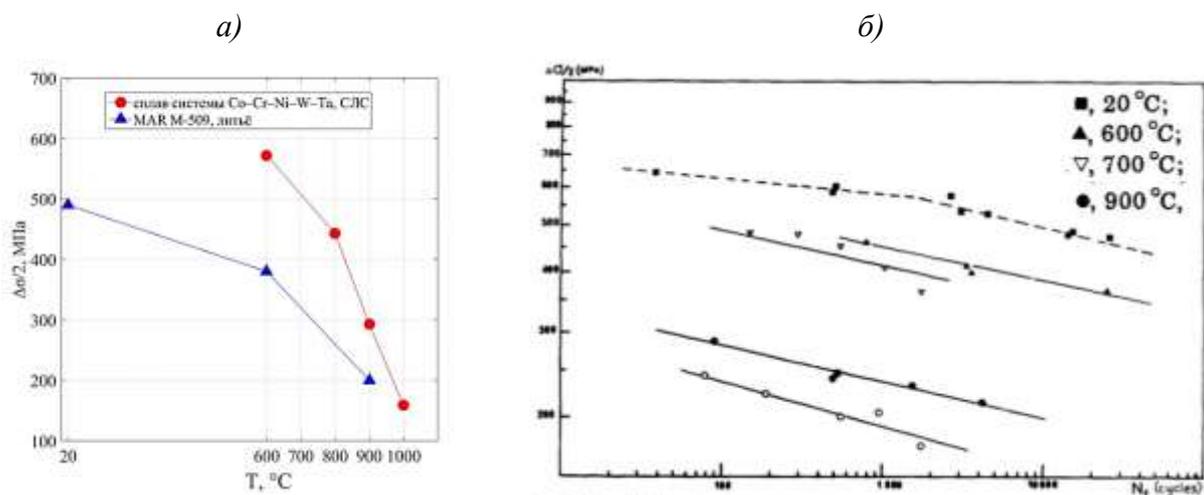


Рис. 4 – Изменения амплитуды напряжений с увеличением температуры испытания сплава: а) системы Co–Cr–Ni–W–Ta, б) MAR M-509

В процессе малоциклового нагружения происходит непрерывное изменение сопротивления материалов циклическому деформированию, от степени интенсивности которого и характера зависит скорость достижения предельного состояния и долговечность. Для рассматриваемого сплава ВЛК1 особенности упругопластического деформирования могут быть исследованы с помощью диаграмм циклического деформирования, позволяющие использовать характеристики ширины петли гистерезиса, степени упрочнения или разупрочнения материала, а также другие показатели, используемые при оценке напряженно-деформированного состояния в различных моделях материалов. В настоящее время к описанию диаграмм циклического деформирования известно наиболее распространенное функциональное соотношение Рэмберга-Осгуда [10, 14, 15], в котором полная деформация представлена упругой и пластической составляющими:

$$\frac{\Delta\varepsilon}{2} = \frac{\Delta\sigma}{2E} + \left( \frac{\Delta\sigma}{2K'} \right)^{1/n'} \quad (1)$$

где  $\Delta\varepsilon/2$  – амплитуда полной деформации,  $\Delta\sigma/2$  – амплитуда напряжений,  $E$  – модуль Юнга,  $K'$  – коэффициент циклической прочности,  $n'$  – коэффициент циклического упрочнения.

В результате анализа данных упругопластического деформирования для четырех температурных уровней определены коэффициент и экспонента упрочнения из соотношения (1) при циклическом нагружении (таблица 2). Значения амплитуды напряжений и пластической деформации принималось на стабильном участке долговечности, полученной в середине испытания –  $N_f/2$ .

Таблица 2

Результаты расчета параметров уравнения Рэмберга-Осгуда

Температура испытания, °С	$K'$ , МПа	$n'$	$R^2(\lg\sigma_a - \lg\varepsilon_{пл})$
600	760	0.042	0.77
800	930	0.115	0.97
900	645	0.111	0.75
1000	312	0.084	0.72

При испытаниях на малоцикловую усталость сплава системы Co–Cr–Ni–W–Ta при повышенных температурах факторами сдерживания развития пластических деформаций, определяющей поврежденность материала, являются как первичные карбидные фазы, которые выделились при ГИП-обработке, так и вторичные, образующиеся в процессе испытаний [16]. При циклическом нагружении для температуры 600 °С (рис. 5, а) в области преимущественно упругой деформации амплитуда напряжений ( $\Delta\sigma/2$ ) больше аналогичного силового параметра при однократном нагружении – напряжения ( $\sigma$ ). Материалы с таким взаимным расположением кривых статического и циклического деформирования относят к циклически упрочняющимся. Для температур 800 °С (рис.5, б) и 1000 °С (рис. 5, г) зависимость  $\Delta\sigma/2 - \Delta\varepsilon/2$  проявляется в смешанном виде. При указанных температурах смена тенденции в упрочнении зависит от уровня прикладываемых напряжений: в области низких амплитуд происходит разупрочнение, которое в области высоких амплитуд сменяется циклическим упрочнением. Для температуры 900 °С (рис.5, в) кривая циклического деформирования расположена заметно ниже кривой растяжения, поэтому исследуемый сплав при указанной температуре следует отнести к циклически разупрочняющимся материалам.

При жестком нагружении в связи с особенностями испытаний чаще всего используется деформационный подход, в котором предельное состояние материала может оцениваться амплитудными значениями полной деформации, её упругой и пластической составляющих. Аналитическая запись уравнения Басквина-Мэнсона-Коффина [10, 14, 15]:

$$\begin{aligned} \Delta\sigma / 2 &= \sigma'_f N_f^b; \\ \Delta\varepsilon_p / 2 &= \varepsilon'_f N_f^c; \\ \Delta\varepsilon / 2 &= \frac{\sigma'_f}{E} N_f^b + \varepsilon'_f N_f^c. \end{aligned} \tag{2}$$

где  $\Delta\varepsilon/2$  – амплитуда полной деформации,  $\sigma'_f$  – коэффициент усталостной прочности;  $b$  – экспонента усталостной прочности;  $\varepsilon'_f$  – коэффициент

усталостной пластичности;  $c$  – коэффициент усталостной пластичности;  $N_f$  – число циклов до разрушения.

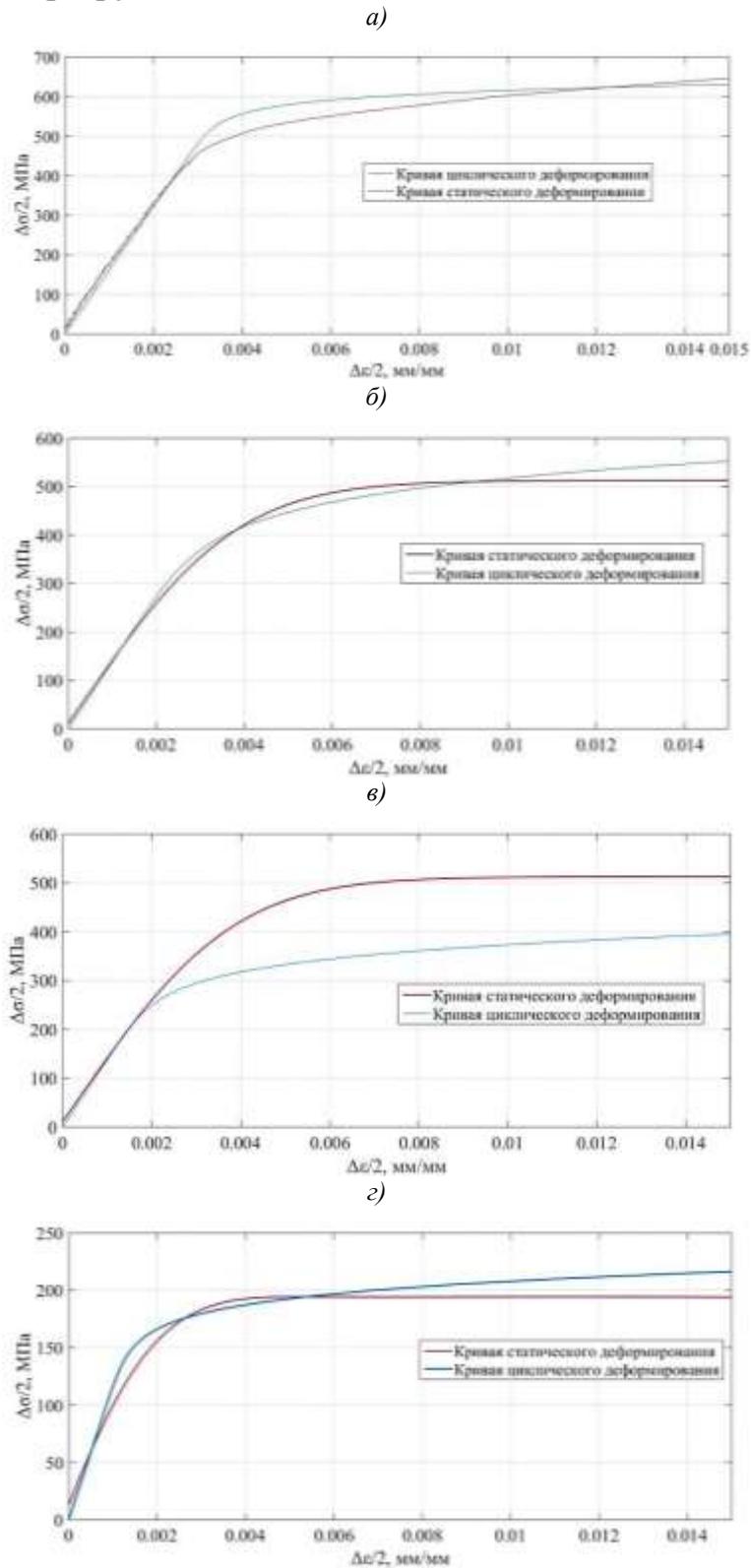


Рис. 5 – Зависимость «напряжение-деформация» для сплава системы Co–Cr–Ni–W–Ta при температуре: а) 600 °С, б) 800 °С, г) 900 °С, д) 1000 °С

Результаты статистической обработки уравнения Басквина-Мэнсона-Коффина для четырех температурных уровней приведены в таблице 3. В качестве зависимых переменных приняты амплитуда пластической деформации и амплитуда напряжений, а в качестве независимой – количество циклов до разрушения.

Таблица 3

Результаты расчета параметров уравнения Басквина-Мэнсона-Коффина

Температура испытания, °С	$\sigma_f$ , МПа	$b$	$R^2(\lg\sigma_a - \lg N)$	$\varepsilon_f$	$c$	$R^2(\lg\varepsilon_{a,pl} - \lg N)$
600	761	-0.028	0.73	0.096	-0.418	0.92
800	769	-0.068	0.9	0.124	-0.547	0.95
900	1110	-0.151	0.76	8.096	-1.051	0.74
1000	354	-0.083	0.88	0.321	-0.692	0.91

Изображенные деформационные кривые образцов сплава ВЛК1 при температуре 600 °С (рис.6, а), 800 °С (рис.6, б), 900 °С (рис.6, в), 1000 °С (рис.6, г) имеют точки пересечения 1547, 773, 2210, 2118 по оси абсцисс соответственно, которые разделяют характер деформации, влияющую на усталостную долговечность. Точка пересечения деформационных кривых упругой и пластической деформации носит название переходной долговечности ( $N_t$ ). Левее этой точки преобладают пластические деформации, правее – упругие. По расположению данной точки пересечения на оси долговечности можно оценивать материал по двум неразрывным свойствам – «прочность-пластичность». При стремлении  $N_t \rightarrow 1$  материал обладает высокой прочностью, но малой пластичностью, при  $N_t \rightarrow \infty$  материал обладает высокой пластичностью, но малой прочностью [14]. Таким образом, расположение переходной долговечности при температурах 600 °С и 800 °С указывает, что при циклическом нагружении в области МЦУ сплав системы Co–Cr–Ni–W–Ta обладает высокой прочностью, в то время как при температурах 900 °С и 1000 °С сплав более пластичен.

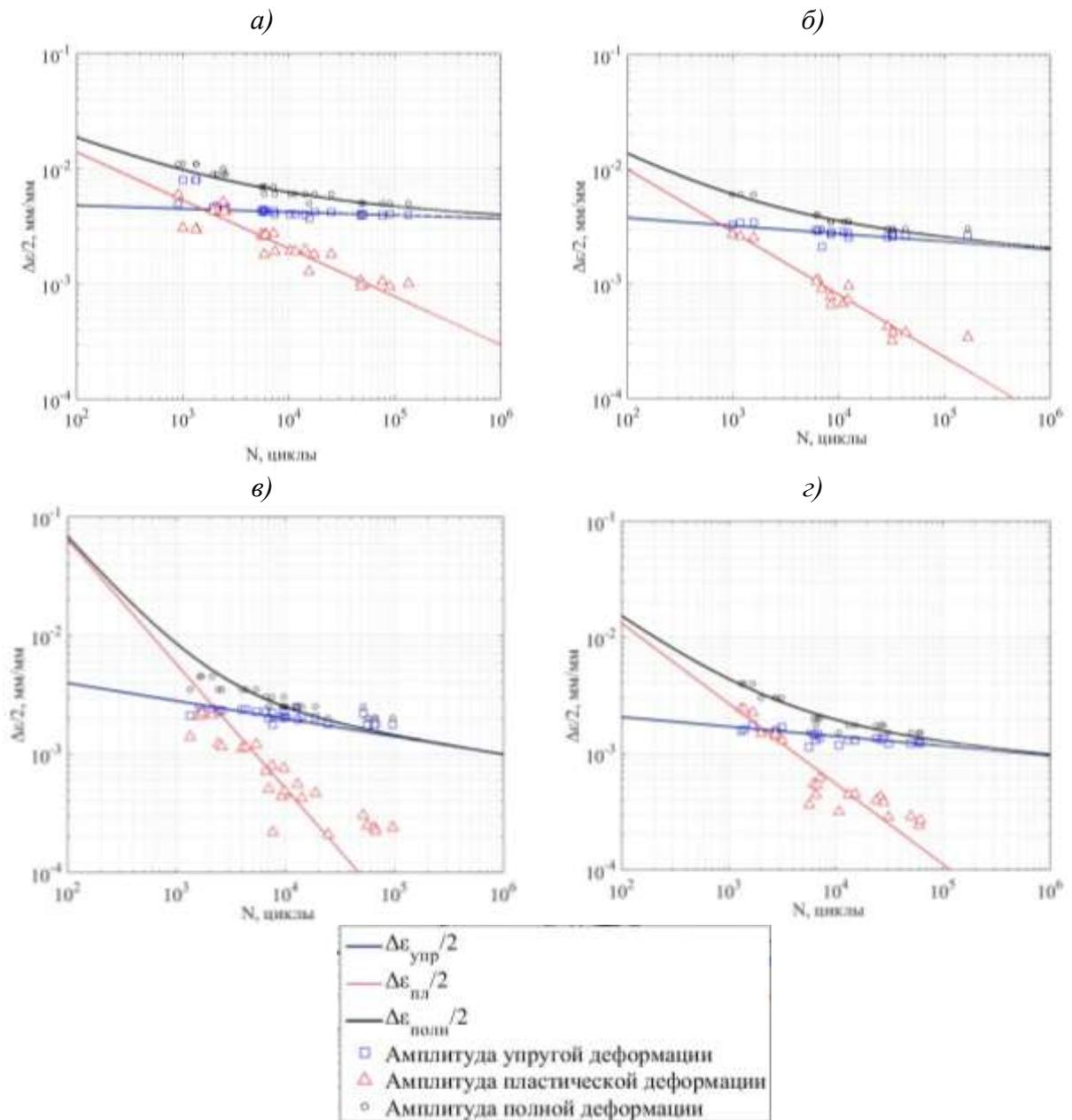


Рис. 6 – Деформационные кривые сплава системы Co–Cr–Ni–W–Ta при симметричном цикле деформации при температуре: а) 600 °С, б) 800 °С, в) 900 °С, д) 1000 °С

Резкое уменьшение переходной долговечности при температуре 700 °С наблюдалось авторами J. Reuchet, L. Remy при исследовании усталостной прочности литого аналога сплава марки MAR M-509 в диапазоне температур от 20 до 1100 °С [6]. В случае с исследуемым сплавом системы Co–Cr–Ni–W–Ta, полученным методом СЛС, также наблюдается резкое уменьшение переходной долговечности, но уже при 800°С. Возможное объяснение данного эффекта связано с падением пластичности при указанных

температурах. При указанных температурах инициирование мест зарождения трещин происходит в области окисления первичных карбидов, окружающих  $\gamma$ -фазу [6].

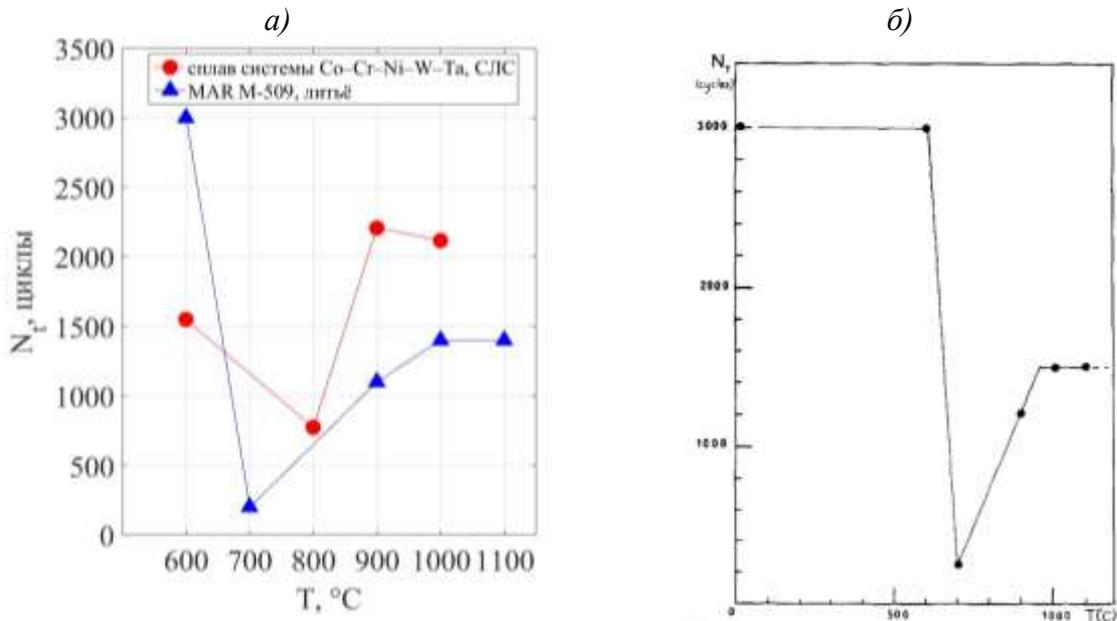


Рис. 7 – Переходная долговечность ( $N_t$ ) сплава: а) системы Co–Cr–Ni–W–Ta, б) MAR M-509.

Деформационные кривые позволяют оценить несущую способность материала по упругой компоненте и интенсивность протекания процесса пластического течения, состоящего из двух одновременно идущих процессов. Первый характеризуется генерацией, перемещением и взаимодействием дефектов, что создает деформационное упрочнение металла [17]. Второй способствует разупрочнению металла в результате специфического поведения дислокационной системы. По изображенным деформационным кривым (рис. 6) с увеличением температуры наблюдаются увеличение угла наклона упругой (показатель  $b$ ) и пластической составляющей (показатель  $c$ ). По этой причине с увеличением температуры дефекты среды (дислокации, фрагментация сплошности отдельных зерен) образуются гораздо интенсивней с комбинацией потери несущей способности материала. При расчете на прочность предполагают, что

материал в основном несет силовую нагрузку и деформируется в упругой области.

Испытания сплава системы Co–Cr–Ni–W–Ta на МНЦУ проведены при значениях температуры 20 °С и 800 °С, при каждом значении температуры испытаны образцы, сплавленные в вертикальной и горизонтальной плоскости построения, объем каждой партии образцов составлял 20 шт. Результаты испытаний отображены на рисунке 8.

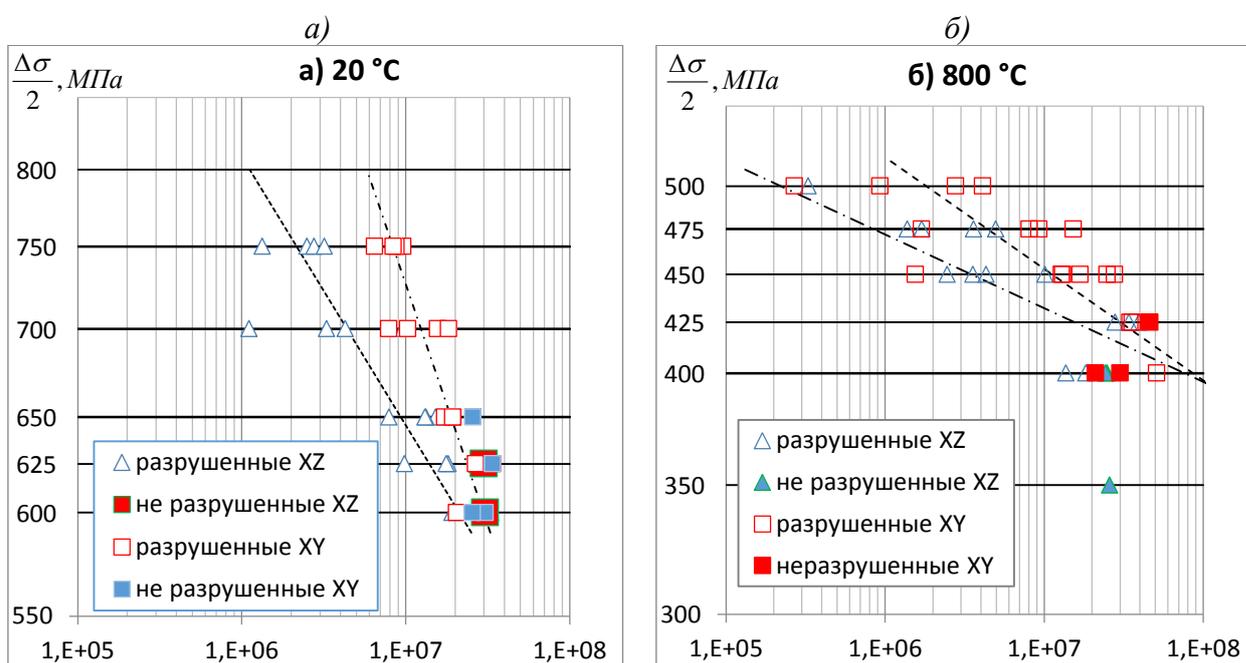


Рис. 8 – Кривые МНЦУ сплава системы Co–Cr–Ni–W–Ta: а) 20 °С, б) 800 °С

Учитывая факт рассеяния случайной величины (усталостной долговечности) при проведении испытаний на многоцикловую усталость сплава системы Co–Cr–Ni–W–Ta, синтезированного с применением технологии СЛС и последующего применения технологических процессов газостатической и термической обработки, нельзя выявить какие-либо различия между образцами, синтезированными в различных направлениях. Различие в 25 МПа, независимо от температуры испытания, между направлениями выращивания при базе испытания  $2 \cdot 10^7$  циклов позволяет утверждать об отсутствии выраженной анизотропии.

### 3. Выводы

В результате проведенных исследований на усталость образцов из жаропрочного сплава системы Co–Cr–Ni–W–Ta, полученного методом СЛС, установлены следующие особенности:

1. На основании деформационного подхода установлена долговечность, при которой происходит изменение характера деформации. Для рассмотренных температур 600, 800, 900, 1000 °С эта долговечность находится в области значений 1547, 773, 2210, 2118 циклов соответственно. Расположение переходной долговечности при температуре 800 °С показывает, что в области МЦУ наблюдается падение пластичности. С повышением температуры увеличивается наклон упругой и пластической составляющей в уравнении Мэнсона-Коффина, который характеризует несущую способность и поврежденность материала.

2. Сравнение априорной кривой усталости, построенной на основе результатов испытаний кратковременной прочности, с кривой усталости, построенной на основе экспериментальных значений долговечности, показало высокую сходимость с экспериментом при температуре 800, 900 и 1000 °С по методу четырехточечной корреляции.

3. По взаимному расположению кривой циклического нагружения и статического растяжения при температуре испытания 600 °С исследуемый сплав относится к циклически упрочняющимся материалам. При температуре 800, 1000 °С наблюдается смешанное поведение: в области низких амплитуд происходит разупрочнение, которое в области высоких амплитуд сменяется циклическим упрочнением. При температуре 900 °С исследуемый сплав относится к типу циклически разупрочняющихся материалов.

4. Выраженной анизотропии свойств при испытании на многоцикловую усталость не наблюдается. Различие в пределах выносливости при базе испытания  $2 \cdot 10^7$  циклов, независимо от температуры, составляет 25 МПа.

### Список использованных источников

1. Рекомендательный циркуляр № РЦ-АП-33.15-1 // Методические рекомендации по определению расчетных значений характеристик конструкционной прочности металлических материалов. Москва. ОАО «Авиаиздат». 2013.
2. Евгенов А.Г., Шуртаков С.В., Прагер С.М., Малинин Р.Ю. К вопросу о разработке универсальной расчетной методики оценки деградации оборотных металлических порошковых материалов в зависимости от цикличности использования в процессе селективного лазерного сплавления //Авиационные материалы и технологии, 2020. № 4. С. 3–11. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-3-11.
3. Луценко А.Н., Славин А.В., Ерасов В.С., Хвацкий К.К. Прочностные испытания и исследования авиационных материалов // Авиационные материалы и технологии, 2017. № S. С. 527–546 DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-527-546.
4. Bannantine J.A., Comer J.J., Handrock J.L. Fundamentals of metal fatigue analysis. Englewood Cliffs, New Jersey: Prentice Hall. 1990. P. 271.
5. M. J. Donachie, S. J. Donachie. Superalloys: A Technical Guide, 2nd Edition. ASM International. 2002. 439 p. ISBN: 978-0-87170-749-9.
6. J. Reuchet, L.Remy. High Temperature Low Cycle Fatigue of MAR-M 509 Superalloy I: The Influence of Temperature on the Low Cycle Fatigue Behaviour from 20 to 1100°C // Materials Science and Engineering. 1983. Vol. 58. P. 19–32.
7. Kablov E.N. New Generation Materials and Technologies for Their Digital Processing // Herald of the Russian Academy of Sciences. 2020. Vol. 90. No. 2. P. 225–228.
8. Каблов Е.Н., Подживотов Н.Ю., Луценко А.Н. О необходимости создания единого информационно-аналитического центра авиационных

материалов РФ // Проблемы машиностроения и автоматизации, 2019. № 3. С. 28–34.

9. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения - основа инноваций, технологического лидерства и национальной безопасности России. // Интеллект и технологии, 2016. № 2 (14). С. 16–21.

10. Ерасов В.С., Орешко Е.И. Испытания на усталость металлических материалов (обзор). Часть 2. Анализ уравнения Басквина-Мэнсона-Коффина. Методики испытаний и обработки результатов. // Авиационные материалы и технологии, 2021. № 1(62). С. 80–94. DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-80-94.

11. Ерасов В.С., Нужный Г.А., Гриневич А.В. Об оценке повреждаемости металлических материалов методами механических испытаний // Деформация и разрушение материалов. 2015. № 3. С. 42–47.

12. 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.

13. Горбовец М.А., Ходинев И.А., Рыжков П.В. Оборудование для проведения испытаний на малоцикловую усталость при «жестком» цикле нагружения // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2018. № 9. Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 03.11.2020). DOI: [dx.doi.org/10.18577/2307-6046-2018-0-9-51-60](https://doi.org/10.18577/2307-6046-2018-0-9-51-60).

14. Lee Y.-L., Barley M.E., Kang H.-T. Metal fatigue analysis handbook: practical problem-solving techniques for computer-aided engineering. Elsevier Inc. 2012. P.222–223. ISBN 978-0-12-385204-5.

15. Standard Practice for Strain-Controlled Fatigue Testing. ASTM E606 – 04. ASTM International. United States. 2004.

16. Мазалов И. С., Сухов Д. И., Неруш С. В., Сульянова Е. А. Особенности формирования микроструктуры сплавов системы Co–Cr–Ni–W–Ta и их механические свойства // Кристаллография. 2019. Т. 64. № 4. С. 544–549.
17. Егорушкин В.Е., Панин В.Е., Панин А.В. О физической природе пластичности. // Физическая мезомеханика. 2020. № 23(2). С. 5–14.
18. Meggiolaro, M. A. Statistical evaluation of strain-life fatigue crack initiation predictions // International Journal of Fatigue. 2004. № 26. P. 452–467.
19. Manson S.S. Fatigue: a Complex Subject - Some Simple Approximations // Experimental Mechanics - Journal of the Society for Experimental Stress Analysis. 1965. No. 5 (7). P. 193–226.
20. Muralidharan U, Manson SS. Modified Universal Slopes Equation for Estimation of Fatigue characteristics // Journal of Engineering Materials and Technology - Transactions of the American Society of Mechanical Engineers. 1988. No 110. P. 55–58.

УДК 620.169.1:620.187.3.02.

**Стохастическая бинаризация КГО – основной фактор, определяющий тонкую структуру трека и формирование текстуры в жаропрочных материалах, полученных методом СЛС**

Евгенов А.Г., к.т.н.; Петрушин Н.В., д.т.н.; Шуртаков С.В.;  
Медведев П.Н., к.ф.-м.н.; Зайцев Д.В.

admin@viam.ru

*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ)*

***Аннотация:***

*Проведена систематизация экспериментальных данных по исследованию микроструктур жаропрочных никелевых сплавов, полученных методом СЛС с различными условиями кристаллизации*

***Ключевые слова:***

*селективное лазерное сплавление, ячеистая структура, эпитаксия, ориентированное нарастание, транскристаллизация, бинаризация, КГО*

## Введение

Многие исследования, посвященные численному моделированию процесса формирования и кристаллизации трека при селективном лазерном сплавлении (СЛС), связывают его сложную структуру с проявлением эффекта термо-капиллярной конвекции (Эффекта Бенара–Марангони). В частности, в работе [1] разработана трехмерная модель формирования ванны расплава в порошковом слое на примере единичного трека. Результаты моделирования хорошо согласуются с фактическими данными, полученными при исследовании структур, сплавляемых в режиме «одного трека» – поддерживающих элементов толщиной около 150 мкм. При этом, из-за слишком большого числа факторов процесса, относительно адекватно можно описать гидродинамику расплава и формирование только единичного трека. Набор статистических данных по теплофизическим характеристикам сплавляемых материалов, реологии их расплавов позволяет вплотную перейти к моделированию формирования тонкой структуры трека. Однако, для полной адекватности такой модели необходимо понимание базовых принципов формирования тонкой структуры, текстуры и влияния на них параметров процесса синтеза.

В работе [2] формирование ячеистой (субзеренной) структуры в объеме трека и ячеистой структуры на его поверхности рассматривается авторами как два разных процесса. Морфология ячеек объясняется явлением нелинейной самоорганизации (нестабильностью Бенара) и описывается авторами посредством рассчитанного ими числа Марангони в вертикальном и горизонтальном направлении относительно оси лазерного луча. Однако, однозначно подтвержденное влияние тепловой гравитационной конвекции на структуру получаемого металла выявлено только в стационарных системах: например, при кристаллизации по методу Чохральского, выражающееся в полосчатой неоднородности кристаллов [3]. Однако известно [4], что возникновение конвективных ячеек при нагреве «сверху» (со свободной

поверхности) невозможно, как в случае СЛС и газопорошковой лазерной наплавки.

Рассмотрение формирования ячеистой структуры СЛС-металла, как некоего принципиально нового процесса, не имеет под собой оснований. По достигаемым скоростям охлаждения процесс СЛС является промежуточным между специальными методами литья (намораживанием, литьем в водоохлаждаемые медные и стальные кристаллизаторы) и такими «экзотическими» методами, как спиннингование расплава и лазерное «глазурование». Близким по скорости охлаждения процессом является атомизация расплава быстрым вращением электрода/гарнисажного тигля или газовым потоком. При этом изменение скорости охлаждения при уменьшении размера частиц приводит к формированию дендритной или ячеистой структуры, адекватно объяснимому с позиций классического металловедения. Наличие ячеистой структуры гранул, при этом, с эффектами термокапиллярной или гравитационной конвекции не связывают. При близких скоростях охлаждения ключевым отличием кристаллизации капли расплава от послойной кристаллизации при СЛС является наличие выраженного теплоотвода, а также сложность алгоритмов последовательного и послойного сплавления материала с частичным перекрытием треков.

Целью настоящего исследования является систематизация экспериментальных данных по исследованию микроструктур жаропрочных никелевых сплавов, полученных методом СЛС с различными условиями кристаллизации, и получение исходных данных для построения полноценной физической модели формирования тонкой структуры трека.

### **Материалы и методы исследований**

В качестве объектов исследования выбраны жаростойкий свариваемый сплав на никелевой основе ВЖ159 и литейные сплавы на никелевой основе ЖС32 и ВЖЛ12У. Химический состав сплавов по основным элементам приведен в таблице 1.

Образцы сплава ЖС32 изготавливали в соответствии со схемами, приведенными на рис. 1.

Таблица 1

Химический состав жаропрочных сплавов ЖС32, ВЖЛ12У и ВЖ159

Марка сплава	Массовая доля элементов, %											
	Ni	C	Cr	Ti	Al	Mo	W	Co	Re	Ta	Nb	V
ЖС32	Осн.	0,12-0,17	4,5-5,3	-	5,7-6,2	0,9-1,3	6,9-7,5	8,5-9,5	3,6-4,3	3,7-4,4	1,4-1,8	-
ВЖЛ12У	Осн	0,14-0,19	9,0-10,0	4,2-4,7	5,1-5,7	2,7-3,4	1,0-1,8	13,5-14,5	-	-	0,5-1,0	0,5-1,0
ВЖ159	Осн	0,05-0,09	26,0-28,0	-	1,25-1,55	7,0-8,0	-	-	-	-	2,5-3,5	-

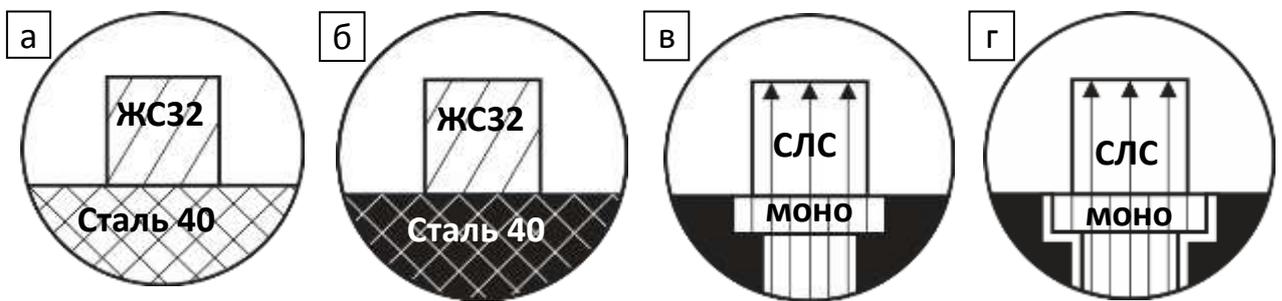


Рис. 1 – Схемы изготовления образцов сплава ЖС32 методом СЛС на платформе построения: без подогрева (а), с подогревом до 200°C (б), на литом закладном элементе с КГО <001> с подогревом до 200 °C(в), то же с применением теплоизоляции резиновой части и образующих (г)

Образцы сплава ВЖЛ12У изготавливали на предварительно синтезированных резьбовых закладных элементах из сплава ВЖ159 (рис. 2, а). Схема и внешний вид синтезированных образцов из сплава ВЖЛ12У на закладных элементах из сплава ВЖ159, интегрированных в плиту построения, представлены на рис. 2, б, в.



Рис. 2 – Внешний вид резьбовых закладных элементов, изготовленных методом СЛС из сплава ВЖ159 (а), синтезированных образцов из сплава ВЖЛ12У (б) и схема процесса (в)

Исследования дендритной (ячеистой) структуры выполняли на растровом электронном микроскопе (РЭМ) JSM 6480LV фирмы JEOL. Локальный элементный анализ проводили с применением просвечивающего электронного микроскопа Tescan G2 F20 S-TWIN TMP, оснащенного приставкой для энергодисперсионного микроанализа X-Max80T. Для анализа распределения легирующих элементов в объеме ветвей дендритов (ячеек) проводили усреднение данных по серии профилей поперечных сечений нескольких ячеек. Длину исходных профилей нормировали с учетом расстояния между границами ячеек таким образом, чтобы количество точек между ближайшими границами было идентично для всех профилей.

### *1. Трековая структура СЛС-металла. Формирование ячеек*

Формирующаяся в процессе СЛС геометрия трека (в поперечном сечении) обусловлена гауссовским распределением энергии лазерного луча. Заданный шаг смещения треков (межтрековое расстояние) при частичном подплавлении предыдущего трека и нижележащего слоя создает характерную структуру, часто именуемой в зарубежных источниках рыбьей чешуей (fishscale).

Структурные элементы трека – группы ячеек, объединенные одной кристаллографической ориентировкой. Особенностью трековой структуры является наследование ориентации ячеек (отдельных кристаллитов) между слоями, при этом преимущественное направление наследования ориентации совпадает с направлением нанесения слоев и теплоотвода [3, 6, 7].

Эксперименты по синтезу жаропрочного сплава ЖС32 с различными условиями кристаллизации позволяют однозначно подтвердить металлургическую природу происхождения ячеек в СЛС-металле. Без подогрева платформы построения ячейки имеют равноосную, несколько искаженную форму (рис. 3, а). При подогреве платформы построения до 200 °С наблюдается более четкая огранка ячеек (рис. 3,б). Воздушный зазор при синтезе на закладных элементах уменьшает температурный градиент,

что приводит к формированию ячеек в форме октетов с различными искажениями геометрии, а также крестообразных ячеек (рис. 3, в). При дальнейшем снижении температурного градиента за счет применения теплоизоляции закладных элементов обеспечивает формирование тонкодендритной структуры с выраженными осями второго порядка (рис. 3, д). Таким образом, исследование морфологии ячеек синтезированного металла показывает их полное соответствие классическим представлениям об эволюции ячеистой структуры [8]. Можно с уверенностью заключить, что причиной формирования ячеек в процессе СЛС являются не конвективные процессы, а концентрационное переохлаждение.

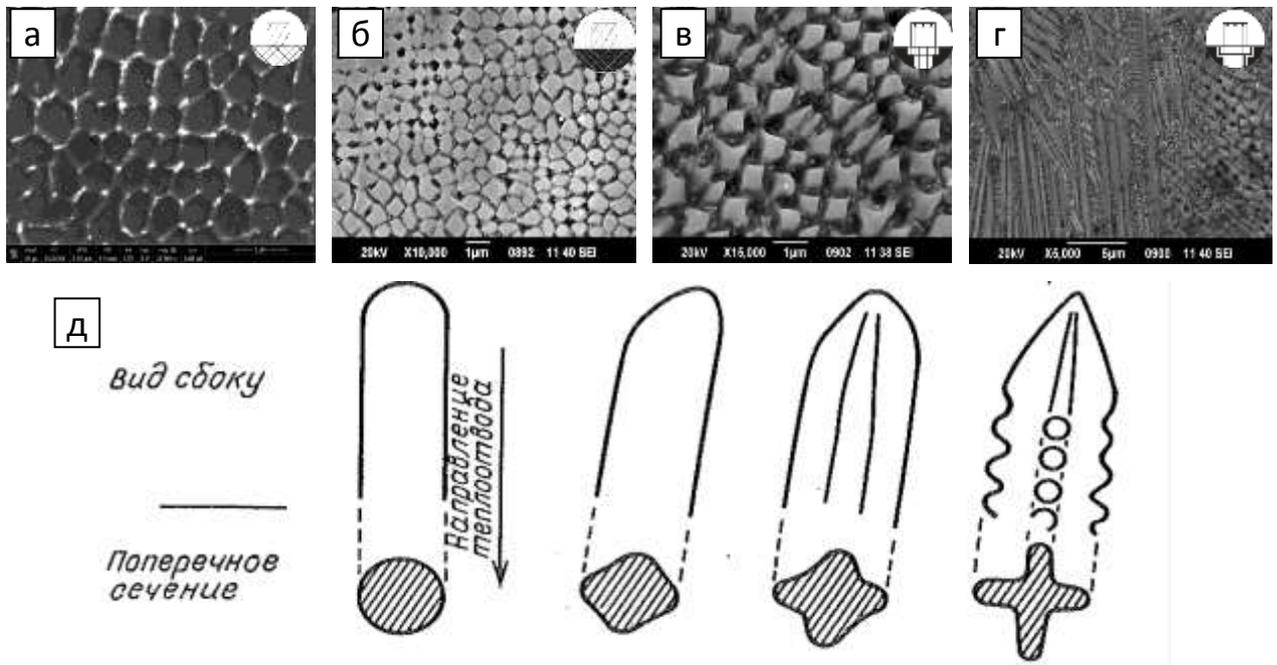


Рис. 3 – Фотографии микроструктур образцов сплава ЖС32, полученных методом СЛС непосредственно на стальной плите построения без подогрева (а), с подогревом до 200 °С (б), и на литых закладных элементах из сплава ЖС32 с подогревом до 200 °С без теплоизоляции (в) и с теплоизоляцией резьбовой части и образующих (г), в сравнении со схемой эволюции ячеистой структуры [8]

В случае послойного синтеза на массивной подложке, кристаллизация всегда происходит при направленном теплоотводе и высоком температурном градиенте. Соответственно, как и в классической металлургии (кристаллизация в медном или стальном водоохлаждаемом кокиле), энергетически более выгодным представляется формирование протяженных

ячеек (дендритов), ориентация которых обусловлена преимущественным направлением теплоотвода. Логично предположить, что все видимые в плоскости шлифа ячейки в той или иной степени относятся к столбчатым, а их морфология определяется только плоскостью среза (ориентацией кристаллитов относительно плоскости реза шлифа).

Преобладание эпитаксиального роста при кристаллизации трека наглядно демонстрируется при синтезе сплава ЖС32 на одноименной литой монокристаллической подложке с заданной КГО  $\langle 001 \rangle$  (рис. 5, а). В начальной стадии, на первых 4-6 слоях ячейки ориентированы строго в направлении  $\langle 001 \rangle$ , не смотря на значительный прогиб ванны расплава. При появлении флуктуаций, связанных с рельефом внешней части трека, начинается формирование «паразитных» кристаллитов, ориентированных отлично от заданной КГО. При этом изменению ориентации нарастания способствует ее передача не только осями первого, но и второго порядков или их зачатков (рис. 5, б).

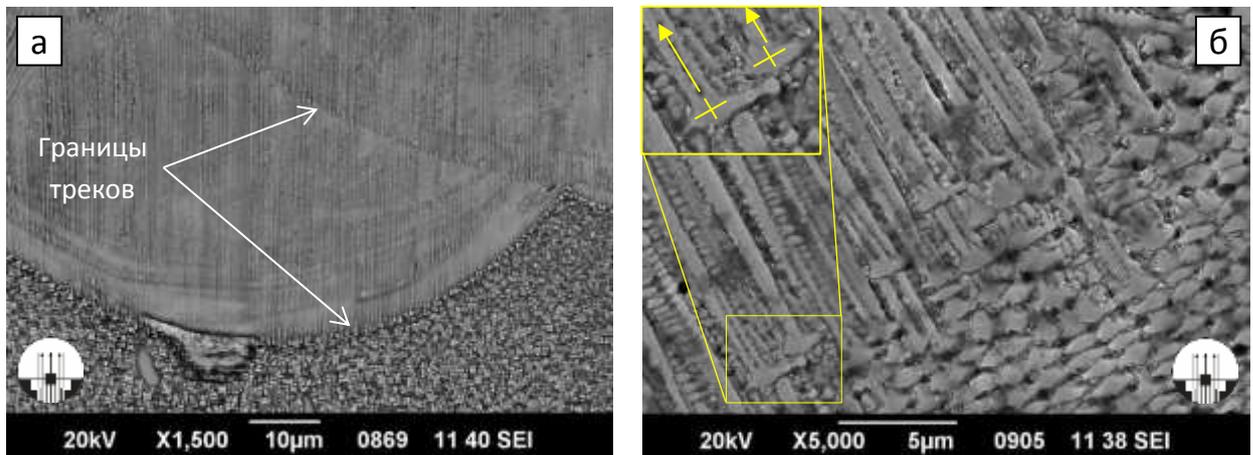


Рис. 5 – Микроструктура синтезированного материала ЖС32, полученного на подложке литого сплава ЖС32 с заданной КГО  $\langle 001 \rangle$

## *2. Конкуренстный рост*

Исследование тонкой структуры трека в периферийных областях (на границе, в верхней части трека) показывает, что появление разориентированных кристаллитов также связано с ориентированным нарастанием и благоприятным сочетанием преимущественной ориентации и радиального теплоотвода, т.е. не требует обязательного наличия каких-либо специфических центров кристаллизации. Основной причиной разориентировки кристаллитов является передача КГО осями второго порядка при благоприятном направлении теплоотвода. Подобные микроструктуры, подтверждающие передачу КГО осями второго порядка часто встречаются и в зарубежных публикациях [9–11], однако, данное явление не рассматривалось авторами как системное.

Механизм образования новых кристаллитов из фрагментов ранее сплавленного трека приведен на рис. 6. Каждый из оставшихся фрагментов служит источником двух основных КГО, одна из которых совпадает с предпочтительным радиальным направлением теплоотвода и реализуется в виде нового кристаллита с ориентировкой ячеек нормально к осям первого порядка фрагмента исходного. Более того, для всех структурных элементов, находящихся на границе переплава, в данном случае реализуется передача КГО от осей второго порядка.

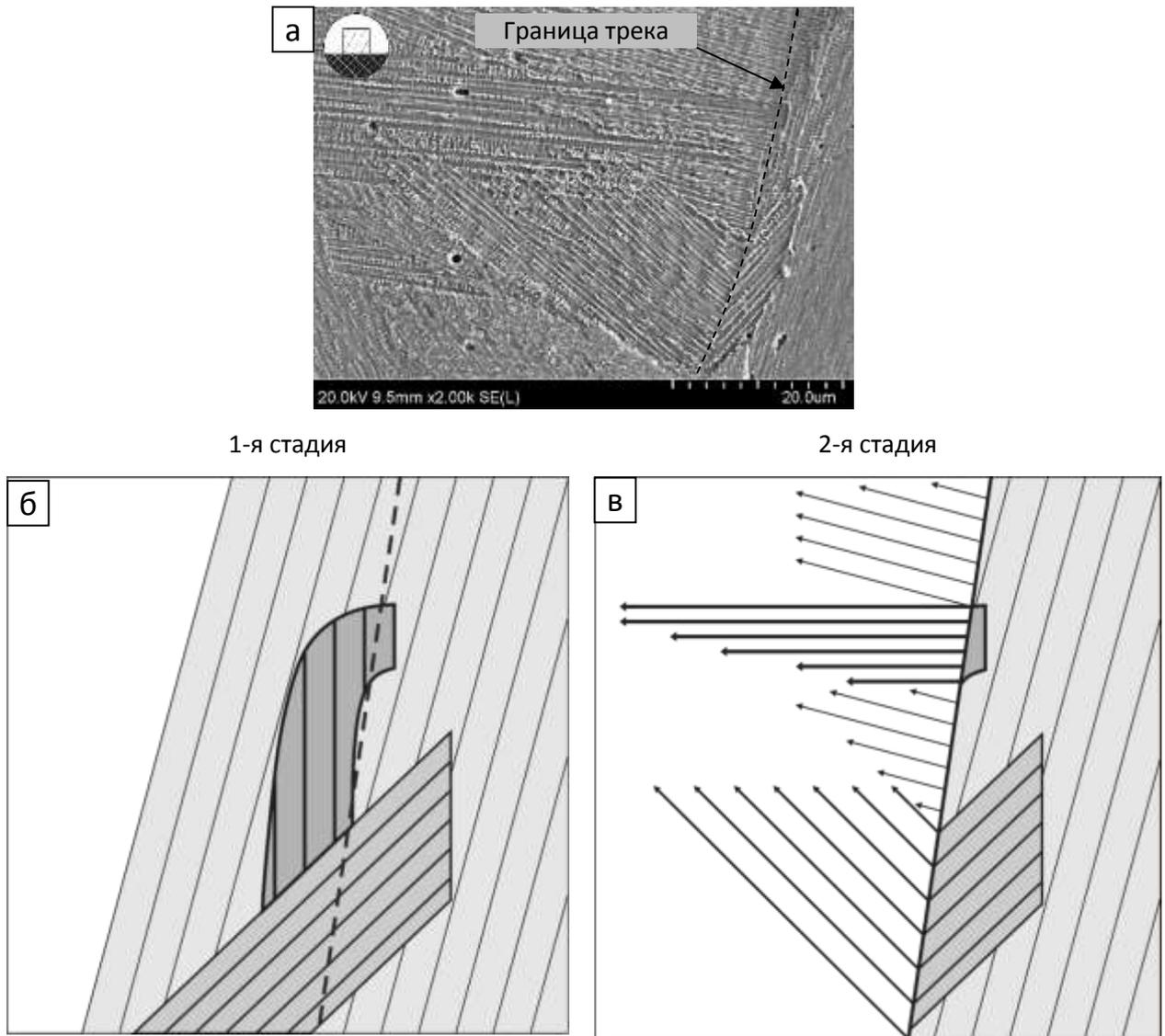


Рис. 6 – Микроструктура (а) и схема формирования разоритентированных кристаллитов (б)

Даже для литейных сплавов, при кристаллизации которых преобладает эпитакциальный рост ячеек в направлении  $\langle 001 \rangle$ , также реализуется передача КГО осями второго порядка преимущественно в периферийных областях трека (рис. 7).

Таким образом, можно сделать вывод, что фрагментированность и «хаотичная» ориентировка кристаллитов во многом определяется последовательным переплавом части кристаллизованного трека при экспонировании трека соседнего и сменой направления ориентированного

нарастания при передаче ориентации от осей первого и второго порядков при благоприятном направлении теплоотвода.

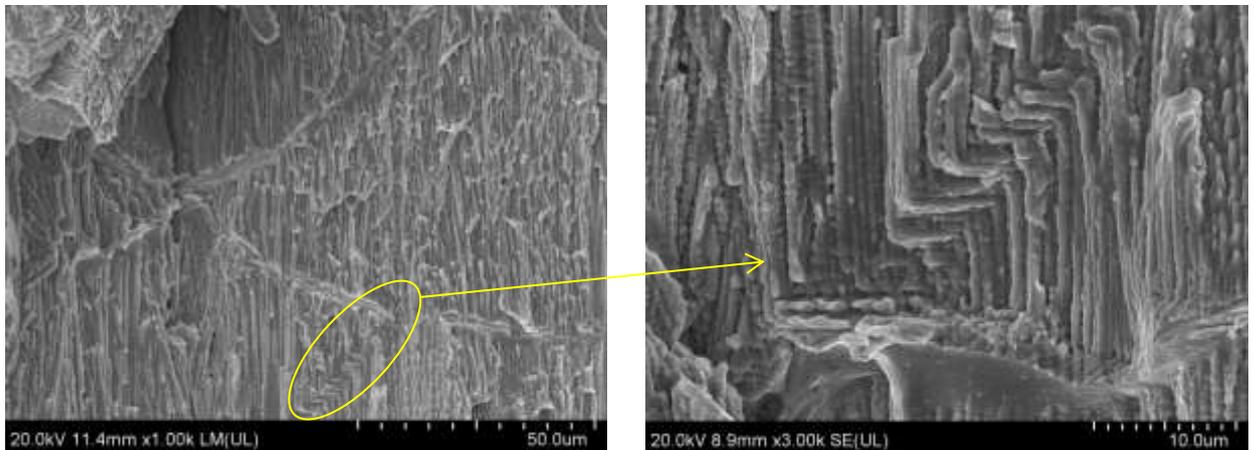


Рис. 7 – Микроструктура излома в приконтурной области (а) и периферия трека с передачей КГО осями второго порядка (б)

## Выводы

Показано, что при уменьшении градиента температур изменение морфологии ячеек от равноосной до октаэдрической и крестообразной соответствует классическим представлениям металлургии.

Доказано, что главную роль в формировании ячеистой структуры играет ориентированное нарастание, а не конвективные и адвективные течения в ванне расплава.

Установлено, что при подплавлении ячеек по всей поверхности трека в условиях высоких скоростей охлаждения ориентированное нарастание становится не только энергетически выгодным, но единственно возможным. При этом передача ориентации осуществляется осями не только первого, но и второго порядков, а конкретное направление реализуется при совпадении КГО кристаллита с радиальным направлением теплоотвода. Протяженность кристаллитов определяется их конкурентным ростом.

Частичный переплав металла текущего и предыдущего слоев со вскрытием фрагментов ячеек при условии ориентированного нарастания с использованием осей первого и второго порядков приводит к реализации

механизма стохастической бинаризации КГО, дополнительной фрагментации и усложнению тонкой структуры трека.

### **СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ**

1. Saad A. Khairallah, Andrew T. Anderson, Alexander Rubenchik, Wayne E. King. Laser powder-bed fusion additive manufacturing: physics of complex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter, and denudation zones // *Acta Materialia*. 2016. Vol. 108. P. 35–46.

2. Zhou X., Zhong Y., ShenZh., Liu W. The surface-tansion-driven Benard conventions 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>

3. Бессонов О.А., Полежаев В.И. Конвективные взаимодействия и устойчивость течений в гидродинамической модели метода Чохральского

4. Эдельман Е.Д. Конвективные ячейки: три приближения опытов Бенара // *Соросовский образовательный журнал*. 2000. Т.6. №5.

5. Marchese G., Basile G., Bassini E., Aversa A., Lombardi M., Ugues D., Fino P. Biamino S. Study of the Microstructure and Cracking Mechanisms of Hastelloy X Produced by Laser Powder Bed Fusion // *Materials*. 2018. #11. 106; doi:10.3390/ma11010106

6. 31. Marchese G., Lorusso, Parizi S., Bassini E., Lee J.-W., Calignano F., Manfredi D., Terner M., Hong H-U., Uguesa D., Lombardi M., Biamino S. Influence of heat treatments on microstructure evolution and mechanical properties of Inconel 625 processed by laser powder bed fusion // *Materials Science & Engineering*. 2018. #A 729. P. 64–75.

7. Kreitchberg A., Brailovski V., Turenne S. Elevated temperature mechanical behavior of IN625 alloy processed by laser powder-bed fusion // *Materials Science & Engineering*. 2017. #A 700. P. 540–553. [dx.doi.org/10.1016/j.msea.2017.06.045](https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.06.045).

8. Флеммингс М. Процессы затвердевания. М.: Мир. 1977. 423 с.
9. Zhang F., Levine L.E., Allen A.J., Campbell C.E., Lass E.A., Cheruvathur S., Stoudt M.R., Williams M.E., Idell Y. Homogenization kinetics of a nickel-based superalloy produced by powder bed fusion laser sintering // Scripta Materialia. 2017. #131. P. 98–102.
10. Marchese G., Colera X. G., Calignano F., Lorusso M., Biamino S., Minetola P., Manfredi D. Characterization and Comparison of Inconel 625 Processed by Selective Laser Melting and Laser Metal Deposition // ADVANCED ENGINEERING MATERIALS. 2016. P. 1-9. DOI: 10.1002/adem.201600635.
11. Marchese G., Lorusso, Parizi S., Bassini E., Lee J.-W., Calignano F., Manfredi D., Terner M., Hong H-U., Uguesa D., Lombardi M., Biamino S. Influence of heat treatments on microstructure evolution and mechanical properties of Inconel 625 processed by laser powder bed fusion // Materials Science & Engineering. 2018. #A 729. P. 64–75.

УДК 620.184.6:620.186

**Исследование характера разрушения образцов из сплава AlSi10Mg, полученных методом селективного лазерного сплавления**

Рожкова Ю.Н.; Федотов С.А., к.х.н.; Марков И.С.

mailbox75@vniia.ru

*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н. Л. Духова» (ФГУП ВНИИА им. Н. Л. Духова)*

***Аннотация:***

*Характер разрушения сплава зависит от его микроструктуры, которая непосредственно влияет на механические свойства материала. Сплавы, полученные методом селективного лазерного сплавления (СЛС), имеют характерную трековую структуру, которая не наблюдается у сплавов в литом состоянии. В работе проведен фрактографический и металлографический анализ образцов из сплава AlSi10Mg, полученных методом СЛС.*

***Ключевые слова:***

*селективное лазерное сплавление, алюминиевые сплавы, AlSi10Mg, фрактография*

## **Введение**

Изготовление деталей методами аддитивных технологий позволяет повысить технологичность производства и уменьшить временные затраты по сравнению с изготовлением изделий методом литья. Одним из перспективных методов аддитивного производства деталей из алюминиевых сплавов является СЛС [1, 2]. Суть процесса СЛС заключается в послойном синтезе детали на плите построения путем циклического процесса нанесения и сплавления слоев металлического порошка между собой.

Наиболее изученным литейным алюминиевым сплавом, применяемым для аддитивного производства, является силумин  $AlSi10Mg$ .

Силумины в литом состоянии обладают дендритной микроструктурой: зерна твердого раствора алюминия, окруженные эвтектической смесью алюминия и кремния. Силумины, полученные методом СЛС, имеют характерную трековую структуру с ультрадисперсными структурными составляющими. В виду способа получения синтезированного сплава происходит уменьшение размера структурных составляющих на несколько порядков, что может оказать влияние на характер разрушения материала.

В настоящей работе проведено исследование характера разрушения образцов из сплава  $AlSi10Mg$ , полученных методом СЛС, в различных направлениях синтеза.

## **Материалы и методы исследования**

Объектом исследования являются образцы силумина  $AlSi10Mg$  (система  $Al-Si-Mg$ ), полученные методом СЛС.

Образцы были ориентированы на плите построения несколькими способами: параллельно плите построения, перпендикулярно плите построения, под углом  $45^\circ$  к плите построения (рисунок 1).

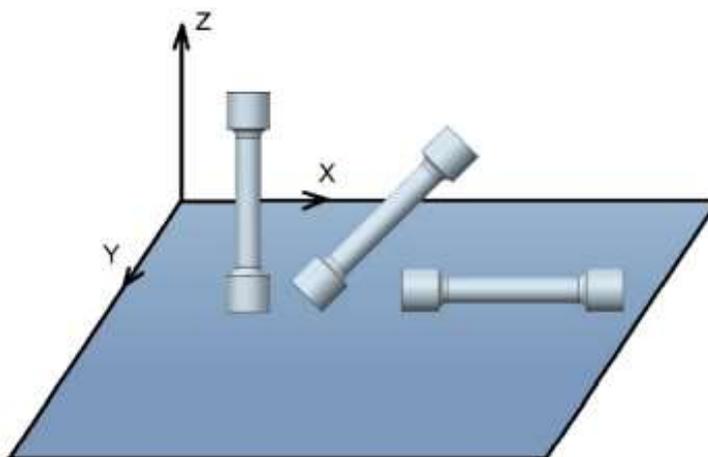


Рис. 1 – Схематичное расположение образцов на плате построения

По данным работы [3] в сплаве после изготовления присутствуют значительные остаточные напряжения, поэтому образцы были подвергнуты отжигу. Отжиг проводился по режиму:  $T = 240 \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$ , выдержка 6 ч.

Для исследования были использованы образцы после механических испытаний. Фрактографический анализ проводили на стереомикроскопе OLYMPUS SZ61 при увеличении  $12^{\times}$  и на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) Hitachi TM3000 при увеличении  $800\text{-}2000^{\times}$ .

Микрошлифы изготавливали на шлифовально-полировальном станке Tegamin-30.

Анализ микроструктуры проводили на металлографическом микроскопе OLYMPUS GX51 при увеличении  $25^{\times}\text{-}1500^{\times}$ .

### **Результаты и обсуждение**

По данным ранее проведенных исследований образцы из сплава AlSi10Mg, полученные методом СЛС, имеют характерную трековую структуру, полученную при сплавлении слоев металлопорошковой композиции между собой (рисунок 2). В плоскости, параллельной плате построения, треки имеют форму взаимно перпендикулярных полос (рисунок 2а), в плоскости, перпендикулярной плате построения, – форму полуокружностей (рисунок 2б). Треки имеют широкие границы. При больших увеличениях границы треков являются областями с более

крупными субзернами ячеистой структуры сплава (рисунок 2в). Таким образом, границы треков представляют собой закономерные области наложения нескольких зон термического влияния (ЗТВ), которые образуются в процессе синтеза материала.

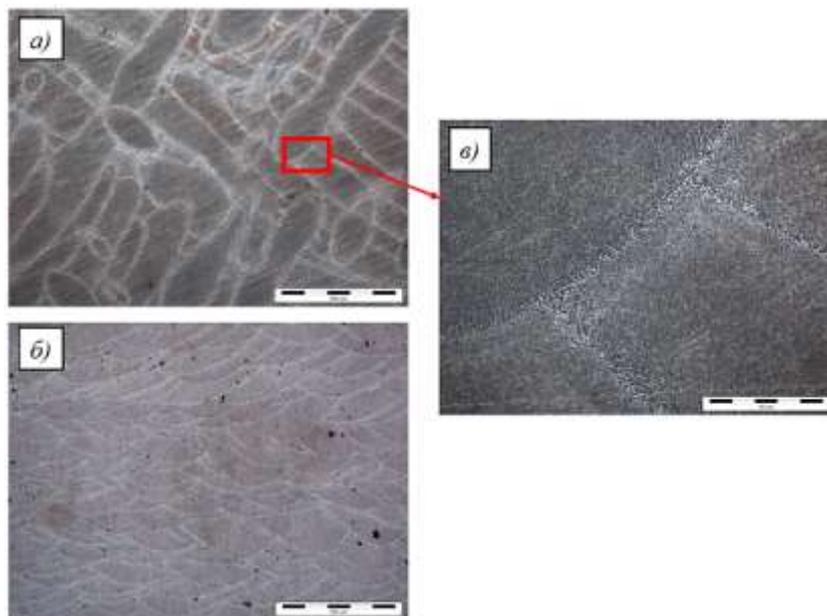


Рис. 2 – Структура сплава AlSi10Mg: а) плоскость, параллельная плите построения, б) плоскость, перпендикулярная плите построения, в) плоскость, параллельная плите построения

Синтезированный сплав имеет разные структурные составляющие на уровне макро и микроструктуры, что не характерно для классического литого силумина. На уровне макроструктуры синтезированный сплав AlSi10Mg имеет две структурные составляющие: треки и границы треков. Зеренная структура отсутствует, треки выполняют роль зерен. На уровне микроструктуры синтезированный сплав обладает ячеистой структурой с чередованием обширных зон мелких субзерен и узких зон крупных субзерен (ЗТВ).

Поскольку на уровне макроструктуры треки выполняют роль зерен, то их ориентация относительно оси образца может влиять на характер разрушения материала. Была исследована трековая структура образцов в трех взаимно перпендикулярных сечениях (рисунок 3, таблица 1).

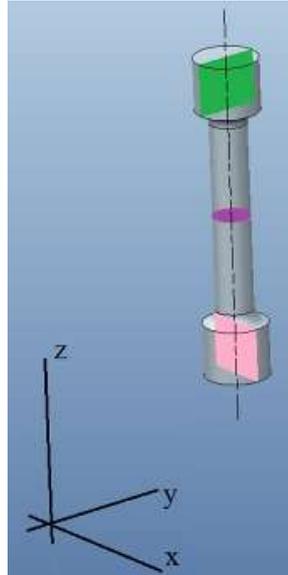


Рис. 3 – Три взаимно перпендикулярных сечения образца

Наибольший интерес представляет структура сплава в сечении, перпендикулярном оси образца, так как данное сечение используется для расчета прочностных характеристик материала [4]. Структура образца, синтезированного перпендикулярно плите построения, представляет собой несколько слоев взаимно перпендикулярных треков вытянутой формы. Образец, синтезированный параллельно плите построения, имеет трековую структуру в форме полуокружностей. У образца, синтезированного под углом  $45^\circ$  к плите построения, треки имеют форму полуovalов.

Проанализирована структура образцов в двух взаимно перпендикулярных сечениях, проходящих через ось образцов. Образец, синтезированный перпендикулярно плите построения, имеет трековую структуру в форме полуокружностей в исследуемых сечениях. Образец, синтезированный под углом  $45^\circ$  к плите построения, в одном сечении имеет трековую структуру в форме полуокружностей. Полуокружности наклонены под углом  $45^\circ$  к оси образца. Во втором сечении структура образца представляет собой треки в форме полуovalов. Образец, синтезированный параллельно плите построения, в одном сечении имеет трековую структуру в

форме полуокружностей, во втором сечении структура представляет собой несколько слоев взаимно перпендикулярных треков вытянутой формы.

Таблица 1

Структура образцов в трех взаимно перпендикулярных сечениях

	Образец, синтезированный перпендикулярно плите построения	Образец, синтезированный под углом 45° плите построения	Образец, синтезированный параллельно плите построения
Сечение, перпендикулярное оси образца			
Два взаимно перпендикулярных сечения, проходящих через ось образца			
			

У образцов, синтезированных в различных направлениях относительно плиты построения, треки в сечении, перпендикулярном оси образца, имеют разную ориентацию, что отразится на рельефе поверхности излома.

Для определения характера разрушения образцов проведен фрактографический анализ. Излом образца, синтезированного перпендикулярно плите построения, (рисунок 4) состоит только из радиальной зоны, что характерно для хрупкого разрушения. Шейка растяжения отсутствует. В рельефе поверхности излома прослеживается трековая структура (таблица 1). В рельефе поверхности излома присутствуют зоны скола, характеризующиеся гладким ступенчатым рельефом. При анализе на СЭМ выявлено, что излом имеет сотовый рельеф. Рельеф поверхности излома характеризуется фасетками квазискола и ступенями скола, присутствует небольшое количество ямок. Во всех исследуемых областях поверхности

излома обнаружены трещины. Излом носит преимущественно хрупкий характер.

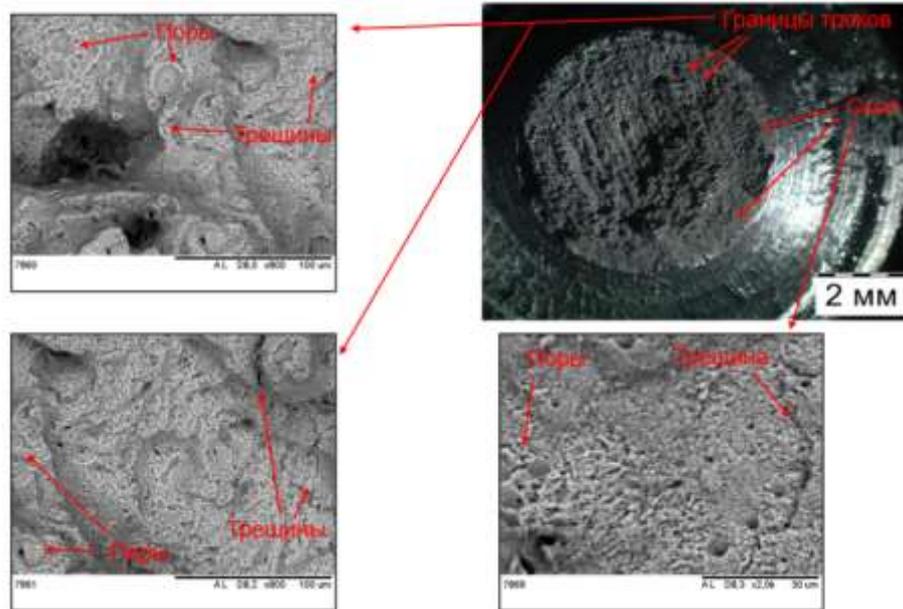


Рис. 4 – Излом образца, синтезированного перпендикулярно плите построения

Поверхность излома образца, синтезированного под углом  $45^\circ$  к плите построения, (рисунок 5) имеет смешанный характер: зона начала разрушения характеризуется наличием гребней отрыва, зона долома представляет собой срез. Рельеф поверхности излома повторяет направленность трековой структуры материала (таблица 1): гребни отрыва располагаются вдоль направления трековой структуры в одном из сечений вдоль оси образца, срез произошел под углом  $45^\circ$  к оси образца, что повторяет угол наклона трековой структуры в одном из сечений вдоль оси образца. Следы пластической деформации отсутствуют. При анализе на СЭМ выявлено, что в рельефе поверхности зоны начала разрушения преобладают ступени и фасетки скола, присутствуют мелкие ямки. Рельеф поверхности зоны долома преимущественно характеризуется крупными зонами скола, также присутствуют мелкие ступени скола. Во всех исследуемых областях поверхности излома обнаружены трещины. Излом носит смешанный характер.

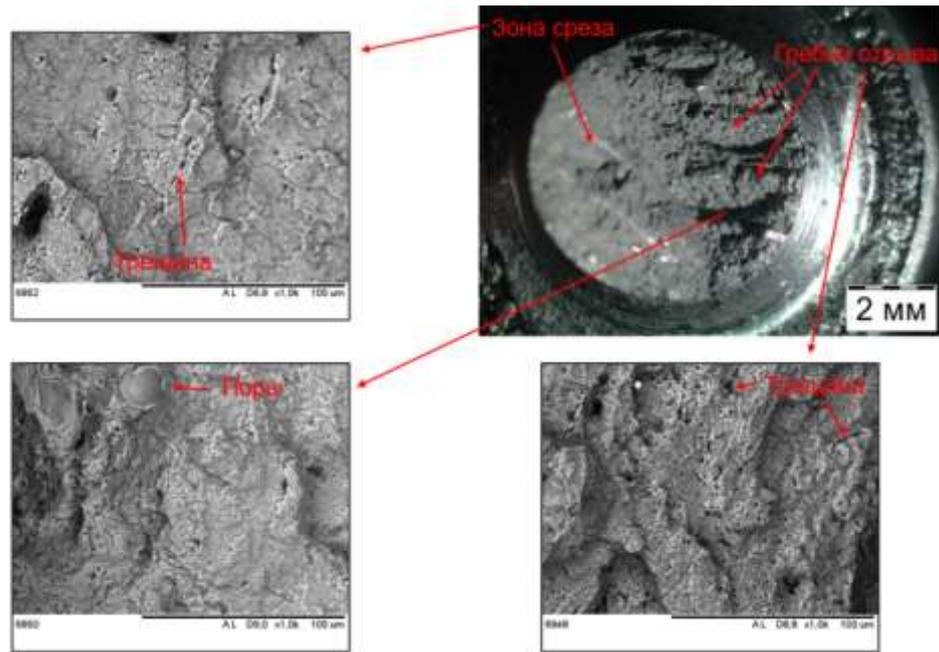


Рис. 5 – Излом образца, синтезированного под углом 45° к плите построения

В изломе образца, параллельного плите построения, (рисунок 6) наблюдается волокнистая зона излома и зона среза, что указывает на присутствие вязкого и хрупкого механизма разрушения соответственно. Трековая структура образца, синтезированного параллельно плите построения, (таблица 1) не прослеживается в рельефе поверхности излома. Следы пластической деформации отсутствуют. При анализе на СЭМ выявлено, что поверхность излома имеет сотовый рельеф. Обнаружено большое количество мелких ямок, в небольшом количестве присутствуют фасетки скола. В рельефе поверхности излома обнаружены поры и трещины. Излом носит смешанный характер.

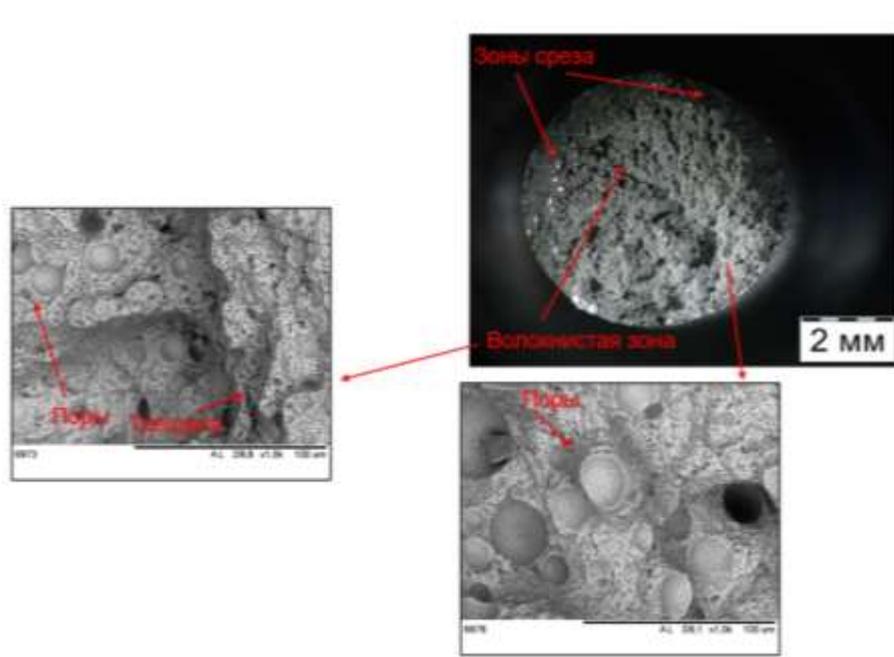


Рис. 6 – Излом образца, синтезированного параллельно плите построения

По результатам фрактографического анализа, можно сделать вывод, что образцы из сплава AlSi10Mg, полученные методом СЛС, имеют выраженные признаки хрупкого разрушения. В рельефе поверхности излома прослеживается ориентация трековой структуры материала, то есть происходит вырыв материала по трекам. В рельефе поверхности излома образцов присутствует большое количество трещин.

Для определения характера распространения трещин при разрушении материала проведен анализ микроструктуры поперечных сечений изломов образцов (рисунок 7а, 7б, 7в).

Преимущественно разрушение сплава происходит по ЗТВ, по границам ячеистых субзерен (рисунок 7г). В ЗТВ происходит локальное укрупнение ячеистой структуры материала в несколько раз из-за многократного переплава лазером в процессе изготовления. Увеличение размера субзерен является концентратором напряжений, а уменьшение протяженности границ субзерен уменьшает работу развития и распространения трещин. Следует отметить, что в виду увеличения размера ячеистых субзерен, ЗТВ обеднены упрочняющими легирующими элементами, что также приводит к локальному падению

прочностных характеристик материала. Следовательно, ЗТВ являются концентраторами напряжений, и преимущественно по ним будет происходить разрушение.

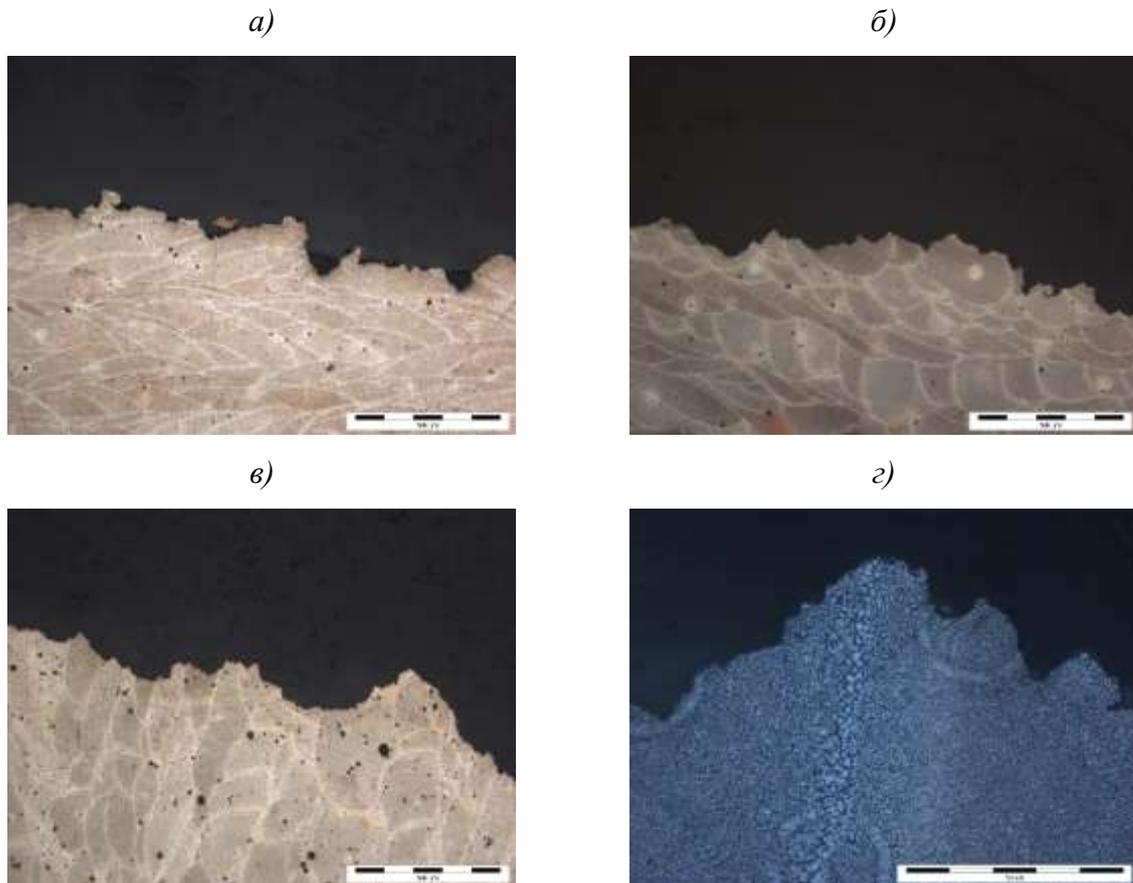


Рис. 7 – Микроструктура поперечного сечения изломов: а) образец, синтезированный перпендикулярно плите построения, б) образец, синтезированный под углом  $45^\circ$  к плите построения, в) образец, синтезированный параллельно плите построения, г) образец, синтезированный под углом  $45^\circ$  к плите построения

### Заключение

Особенности макро и микроструктуры сплава AlSi10Mg, полученного методом СЛС, влияют на характер разрушения материала. Различие в ориентации трековой структуры образцов, синтезированных в различных направлениях относительно плиты построения, влияет на рельеф поверхности излома. Вырыв материала происходит по трекам. Трековая структура сечения, перпендикулярного оси образца, прослеживается в рельефе поверхности излома. Разрушение материала носит межзеренный

характер: трещины распространяются по границам ячеистых субзерен в ЗТВ, которые образуются в процессе изготовления. Разрушение образцов из сплава AlSi10Mg носит хрупкий характер и не зависит от направления синтеза.

### **Список использованной литературы**

1. Gibson I., Rosen D.W., Stucker B. Additive manufacturing technologies. Rapid prototyping to direct digital manufacturing. – New York, USA: Springer, 2009. – 459 pp.
2. Антипов В. В., Клочкова Ю. Ю., Романенко В. А. Современные алюминиевые и алюминий-литиевые сплавы // Авиационные материалы и технологии. – 2017. – № 5. – С. 195–211.
3. Trevisan F. On the selective laser melting (SLM) of the AlSi10Mg alloy: process, micro-structure, and mechanical properties / F. Trevisan, F. Calignano, M. Lorusso, J. Pakkanen, A. Aversa, E. P. Ambrosio, M. Lombardi, P. Fino, D. Manfredi // Materials. – 2017. – №10 (1).
4. Золоторевский В. С. Механические свойства металлов: Учебник для вузов. 2-е изд. М.: Металлургия, 1983. – 352 с.

УДК 621.771.09

**Влияние электромеханической обработки на структуру, химический состав и физико-механические свойства плазменно-напыленного Ni-Nb покрытия**

Иванников А.Ю., к.т.н.

*ИМЕТ РАН*

***Аннотация:***

*Рассмотрен высокоскоростной термомеханический процесс повышения физико-механических свойств плазменных покрытий. Выявлено прохождение диффузионных процессов на границе между напылёнными частицами, что способствует повышению микротвердости, модуля упругости и электропроводности плазменно-напылённого покрытия.*

***Ключевые слова:***

*постобработка, покрытия, диффузия, структура*

## **Введение**

Современные методы напыления защитных покрытий в машиностроении основаны на аддитивных процессах формирования порошковых покрытий при распылении прутковых, проволочных и порошковых материалов. Расплавленные или пластифицированные частицы напыляемого материала переносятся газовым потоком и формируют на подложке защитное покрытие. В результате раздельного затвердевания напыляемых частиц скорости охлаждения достигают  $10^7$  К/с, что способствует фиксации в покрытиях быстрозакаленной структуры. Но процессы кристаллизации расплавленных частиц приводят к формированию в покрытии остаточных пор, что отрицательно сказывается на плотности покрытия и его физико-механических свойствах в сравнении с монолитными материалами. Поэтому для повышения плотности газотермических покрытий используются различные методы постобработки. В фундаментальной монографии проф. В.В. Кудинова представлена основная классификация методов постобработки газотермических покрытий [1]. Одним из перспективных методов постобработки электропроводящих покрытий определен метод поверхностного пластического деформирования с одновременным резистивным нагревом. В ИМЕТ РАН активно развивается метод поверхностного пластического деформирования с одновременным резистивным нагревом покрытий, получаемых методами плазменного, электродугового и холодного напыления [2–4]. В зарубежной литературе также описывается аналогичный способ для постобработки порошковых покрытий, полученных различными методами [5, 6]. Применение резистивного нагрева в процессе поверхностного пластического деформирования порошкового покрытия приводит к повышению плотности покрытия. Увеличению комплекса механических и эксплуатационных свойств. В указанных работах не рассмотрены процессы, происходящие на границе между напыленными частицами, а просто зафиксировано

повышение когезионной прочности и указывается, что математический анализ тепловых полей в процессе обработки свидетельствует о высоких скоростях охлаждения и отсутствии процессов плавления [7]. Поэтому актуальным становится изучение границы между напыленными частицами, что необходимо для построения феноменологической модели процесса высокоскоростной термомеханической постобработки порошковых покрытий. Кроме того, важной задачей, которая стоит при изучении процессов и явлений, происходящих при постобработке газотермических покрытий, является оценка изменения химического состава покрытия как в процессе напыления в атмосфере воздуха, так и в процессе постобработки. Необходимо отметить, что ключевой процесс в ходе постобработки – сварка в твердой фазе по границам напыленных частиц, поэтому для сравнения различных режимов постобработки целесообразно оценивать энергетические параметры, например, плотность погонной энергии, как важный энергетический параметр.

Целью данного исследования является анализ влияния электромеханической обработки на изменение структуры, химического состава и физико-механических свойств плазменно-напыленного Ni-Nb покрытия.

### **Материалы и методы**

Для формирования модельной смеси, требуемой для изучения процессов диффузии на границах между напыленными частицами, подготовили механическую смесь двух порошков. Был использован электролитический порошок никеля фракционного состава 32–71 мкм, имеющий иррегулярную форму (рисунок 1). Порошок ниобия, имел фракционный состав 45-71 мкм и осколочную форму, что свидетельствует о механическом размоле при получении порошка требуемой фракции (рисунок 1).

Для механического смешения использовали установку Турбула (Вибротек, Санкт-Петербург). Механическая смесь в пропорции 50/50 по массе смешивалась в течение 2 часов.

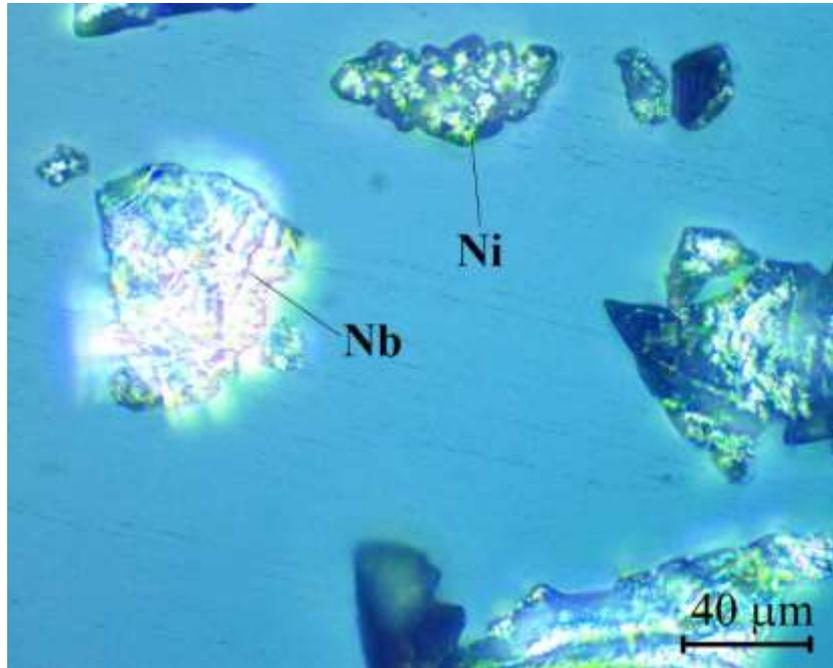


Рис. 1 – Механическая смесь порошков Ni и Nb для плазменного напыления

Плазменное напыление было выполнено на модифицированной установке УПУ-3Д с использованием плазмотрона ПП-25, дополненного насадкой, защищающей напыляемый поток расплавленных частиц от окисления кислородом воздуха [8]. Плазменное напыление осуществляли смесью газов аргона и азота. Для напыления использовали образец, вырезанный из проката круглого сечения нержавеющей стали AISI 420 диаметром 20 мм. Перед плазменным напылением поверхность образцов обрабатывали на пескоструйной установке электрокорундом марки F30 для повышения шероховатости и активирования поверхности.

После плазменного напыления на поверхности проката были сформированы плазменные покрытия толщиной 150–180 мкм.

Электромеханическая обработка (ЭМО) является разновидностью поверхностного пластического деформирования с одновременным резистивным нагревом. ЭМО выполнили в трехроликовом приспособлении

на токарном станке 1А616. Принципиальная схема и зона обработки представлена на рисунке 2. Образец с плазменно-напыленным покрытием устанавливался между центром шпинделя и задней бабки токарного станка. Скорость вращения образца с покрытием задавалась оборотами шпинделя токарного станка. Ролик 1 (рисунок 2, а) с шириной контактной поверхности 1 мм вдавливался в покрытие с усилием, которое создается пневмоцилиндром. Контровые ролики 2, 3 (рисунок 2, а) имеют ширину контактной поверхности 4 мм и также вдавливаются в покрытие с суммарным усилием прижатия, равным усилию на ролик 1. Усилие на ролики 2, 3 также задавалось пневмоцилиндром. Конструкция с пневмоцилиндрами и роликами смонтирована на суппорте резцедержателя токарного станка, который обеспечивал продольную подачу роликовой системы относительно круглого проката с порошковым покрытием. Вращение роликов холостое и определяется скоростью вращения образца. Отпечатки от роликов во время поперечной прокатки превращаются в пластически деформированную канавку, которая при обработке проката с продольной подачей представляет собой винтовую линию.

Для охлаждения зоны контакта роликов с покрытием использовали проточную воду с расходом 2–3 л/мин. Принимая во внимание, что резистивный нагрев с частотой 50 Гц приводит к неравномерному нагреву в процессе обработки с высокими скоростями, то в работе зафиксировали скорость обкатки 0.89 м/мин, позволяющую получать однородный нагрев обрабатываемого покрытия. Для оценки энергетического воздействия использовали параметр погонной энергии (ГОСТ Р ИСО 15614-1-2009. Технические требования и аттестация процедур сварки металлических материалов.), определяемый по формуле:  $E=I*U/v$ , где  $I$  – величина электрического тока в системе,  $U$  – напряжение,  $v$  – скорость обработки. Для эксперимента был выбран режим резистивного нагрева с погонной энергией

143.2 Дж/м. Нагрузка на рабочий инструмент с шириной контактной дорожки 1 мм был 100 кгс. Продольная подача роликов была 0.2 мм/об.

Анализ структуры в сечении покрытия после плазменного напыления и после постобработки провели на электронном микроскопе TESCAN 2 VEGA (Чехия) с приставкой Oxford Instruments для энергодисперсионного анализа.

Микротвердость и упругие свойства покрытий измерили на динамическом микротвердомере SHIMADZU DUN 211S при нагрузке на индентор 150 гс.

Для анализа содержания кислорода и азота в покрытии после напыления и электромеханической обработки были подготовлены порошковые пробы путем измельчения покрытий. Анализ на содержание кислорода и азота был выполнен на приборе Лесо ТС600 (США).

Рентгеноструктурные исследования порошковых образцов были выполнены на дифрактометре Ultima IV (Япония) Cu-K $\alpha$  излучение.

Для анализа остаточной пористости и шероховатости покрытия использовали программу ВидеоТест (Санкт-Петербург).

Исследование электропроводности покрытия выполнили с использованием четырехточечного зонда и прибора Микроомметр ТС-2. Перед измерением электропроводности поверхность образца дополнительно обрабатывалась наждачной бумагой для достижения одинаково шероховатости поверхности на образцах после плазменного-напыления и ЭМО.

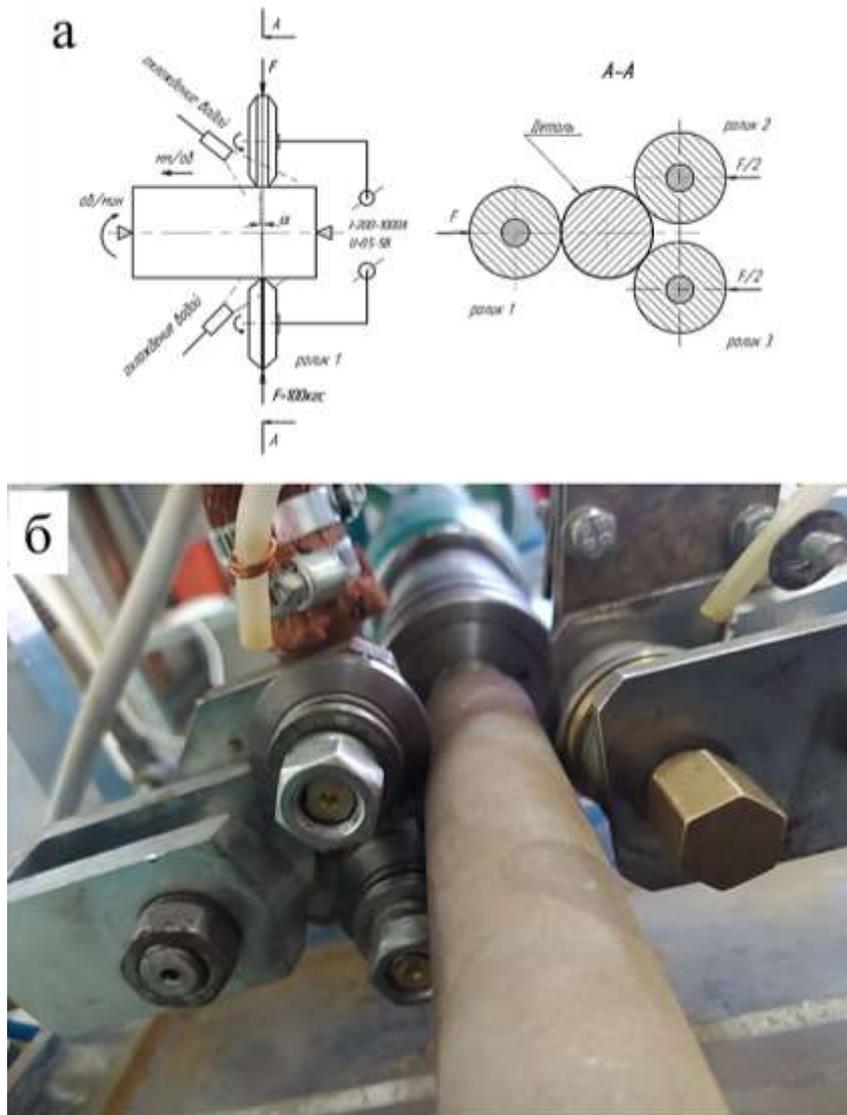


Рис. 2 – Принципиальная схема поверхностного пластического деформирования круглого проката с одновременным резистивным нагревом при продольно-винтовой прокатке (а), зона обработки (б)

### Экспериментальная часть

Анализ микроструктуры покрытия после плазменного напыления свидетельствует о наличии в покрытии пор, которые фиксируются как на стадии плазменного напыления, так и образуются в процессе резки образца для металлографии (рисунок 3, а). В процессе резки из покрытия “вываливаются” когезионно слабо сцепленные частицы. Остаточная пористость, подсчитанная по результатам микроскопических исследований шлифов поперечного сечения плазменно-напыленного покрытий,

свидетельствует о величине остаточных пор на уровне  $9.5 \pm 1.5\%$ . Шероховатость покрытий Rz после напыления находится на уровне  $40 \pm 5$  мкм. Микротвердость покрытия  $3000 \pm 500$  МПа, модуль упругости  $67 \pm 3$  ГПа, электропроводность  $0,9 \pm 0,3$  МСм/м. В таблице 1 представлены данные о фазовом составе покрытия после плазменного напыления. Выявлено, что после плазменного напыления в покрытии фиксируются оксидные и нитридные фазы. На рисунке 4 представлена дифрактограмма покрытия после напыления. Анализ интенсивности пиков исходного порошка и покрытия после напыления свидетельствует о снижении размеров кристаллитов в структуре покрытия, что подтверждает высокие скорости охлаждения в процессе напыления.

В ходе электромеханической обработки цилиндрических образцов реализуется процесс поперечно-винтовой прокатки с одновременным пропусканием электрического тока пониженного напряжения. В зоне очага деформации порошкового покрытия по закону Джоуля-Ленца происходит резистивный разогрев обрабатываемого материала. В данном эксперименте площадь контакта между одиночным роликом с шириной рабочей части 1 мм и круглым прокатом диаметром 20 мм была в диапазоне  $1.0-1.1$  мм<sup>2</sup>. На площадь зоны контакта влияет усилие прижатия ролика к поверхности образца, температура разогрева материала покрытия. В случае электроконтактного нагрева деформируемой области с частотой 50 Гц нагрев порошкового покрытия имеет периодический характер из-за изменения амплитуда (от нуля до максимального значения) пропускаемого через зону контакта электрического тока. Следовательно, изменение температуры деформируемого покрытия сказывается на деформационных характеристиках материала. Малая площадь контакта между обрабатывающим роликом и порошковым покрытием существенно влияет на объем разогреваемого материала в покрытии. Т.к. объем обрабатываемого проката существенно

больше, чем объем разогреваемой области, то скорости охлаждения достигают величины  $10^5$  К/с [7].

Высокие скорости охлаждения зоны резистивного нагрева из-за отвода тепла в основной материал проката в процессе винтовой прокатки с электроконтактным нагревом способствуют фиксации быстрозакаленной структуры, формируемой в процессе плазменного напыления [4]. На рисунке 4 показана дифрактограмма покрытия после электромеханической обработки, высота пиков после обработки сопоставима с высотой пиков после напыления, что свидетельствует о высоких значениях скорости охлаждения покрытия в ходе напыления и последующей постобработки. Анализ таблицы 1 свидетельствует о формировании интерметаллида  $Nb_{0,1}Ni_{0,9}$ . В покрытии после напыления данной фазы не обнаружено. Данный факт свидетельствует о прохождении диффузионных процессов на границе между напыленными частицами. Анализ на содержание кислорода и азота показывает, что в исходном порошке  $0,116 \pm 0,002$  масс.% и  $0,0056 \pm 0,0004$  масс.%, соответственно. В плазменно-напыленном покрытии из-за воздействия атмосферы содержание кислород и азот увеличивается до  $1,56 \pm 0,07$  масс.% и  $0,46 \pm 0,01$  масс.%, соответственно. А после электромеханической обработки содержание кислорода, азота  $1,43 \pm 0,08$  масс.% и  $0,42 \pm 0,01$  масс.%, соответственно. Снижение содержания кислорода и азота в покрытии после электромеханической обработки связано с термическим разложением оксидов.

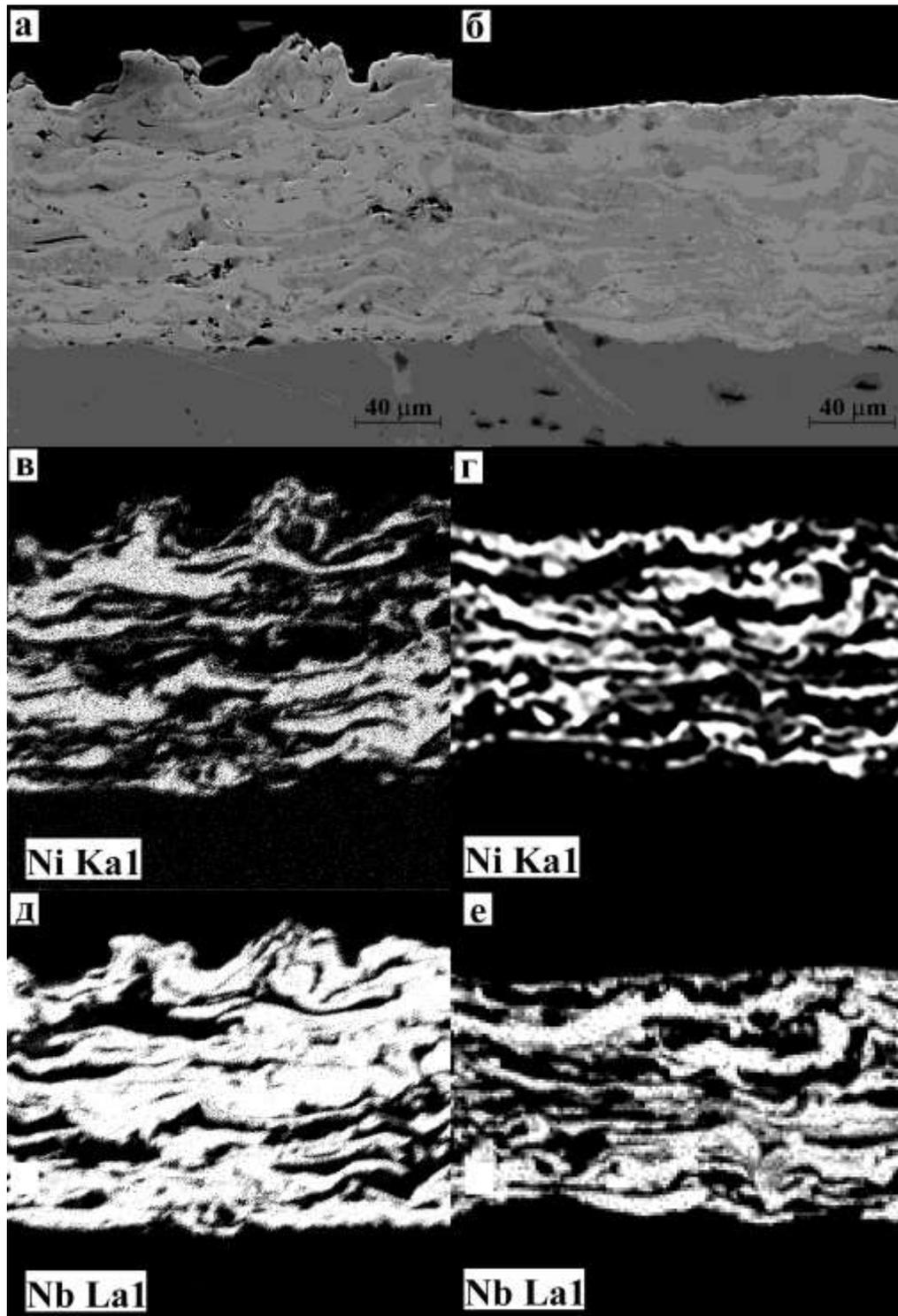


Рис. 3 – Структура и распределение химических элементов в поперечном сечении плазменно-напыленного покрытия и покрытия после ЭМО

После ЭМО микротвердость, модуль упругости и электропроводность:  $8500 \pm 300$  МПа,  $130 \pm 5$  ГПа,  $3,5 \pm 0,2$  МСм/м. Такое повышение физико-механических свойств определяется снижением остаточной пористости, прохождением диффузионных процессов по границам между напыленными частицами.

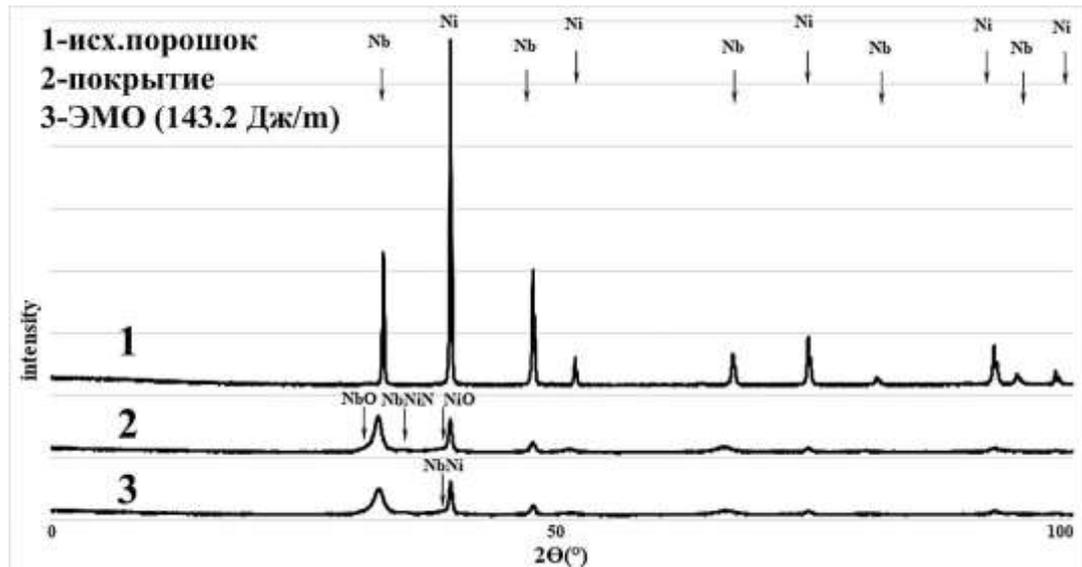


Рис. 4 – Дифрактограмма исходного порошка, плазменно-напыленного покрытия и покрытия после ЭМО

Таблица 1

Фазовый состав исходного порошка, покрытия после напыления и ЭМО

Тип материала	Ni	NiO	Nb	NbO	Nb <sub>4</sub> Ni <sub>2</sub> N	Nb <sub>0,1</sub> Ni <sub>0,9</sub>
Исходный порошок	+	-	+	-	-	-
Плазменно-напыленное покрытие	+	+	+	+	+	-
ЭМО (143.2 Дж/м)	+	+	+	+	+	+

В результате резистивного нагрева порошкового покрытия происходит повышение пластичности материала покрытия, поэтому в процессе поверхностного пластического деформирования интенсифицируется процесс уплотнения покрытия (рисунок 3). Величина остаточной пористости

снижается до уровня менее 1%. Из-за пластической деформации «выглаживания» шероховатой поверхности, зафиксированной на этапе плазменного напыления, происходит снижение шероховатости до уровня  $5 \pm 3$  мкм.

### **Выводы и рекомендации**

В результате термомеханического воздействия в процессе поверхностного пластического деформирования с одновременным резистивным нагревом порошкового покрытия происходит снижение шероховатости поверхности с  $40 \pm 5$  до  $5 \pm 3$  мкм, а также остаточной пористости с  $9.5 \pm 1.5\%$  до  $1 \pm 0.5\%$ .

Наличие охлаждающей жидкости в зоне электроконтактного нагрева защищает покрытие от окисления кислородом воздуха, а высокие температуры нагрева приводят к термическому разложению окислов никеля, что снижает общее содержание кислорода в покрытии после постобработки.

Высокоскоростной нагрев покрытия совместно с поверхностным пластическим деформированием приводит к прохождению диффузионных процессов по границам напыленных частиц, что подтверждается формированием интерметаллида  $Nb_{0.1}Ni_{0.9}$ .

Уплотнение покрытия, диффузионная сварка по границам напыленных частиц приводит к повышению микротвердости покрытия, увеличению его модуля упругости и повышению электропроводности.

Проведенный анализ химического состава, структуры, физико-механических свойств покрытия свидетельствует о перспективе применения технологии электромеханической обработки для постобработки электропроводных газотермических покрытий. Разрабатываемая технология отличается высокой производительностью и может быть адаптирована для применения в современных комплексах газотермического напыления, когда за циклом нанесения покрытия проводится операция постобработки с использованием электромеханической обработки. Возможность

цифровизации процесса электромеханической обработки, применения роботизированных систем при постобработке сложнопрофильных деталей и создание базы данных режимов для обработки различных по химическому составу электропроводных покрытий определяет перспективы для совершенствования современных методов обработки газотермических покрытий. Следовательно, разрабатываемый подход соответствует требованиям направления Н1 Стратегии научно технологического развития РФ.

*Работа выполнена по Государственному заданию № 075-00328-21-00.*

#### **Список использованных источников**

1. Кудинов В.В. Нанесение покрытий напылением. Теория, технология и оборудование. - Москва: Металлургия, 1992. - 184 с.
2. Bagmutov V.P., Zakharova E.B., Zakharov I.N., Kosogorov A.V., Kalita V.I., Komlev D.I., Ivannikov A.Y. Ultradisperse and nano structures in plasma coatings hardened by electromechanical treatment//Steel in Translation. 2013. T. 43. № 6. P. 351–355.
3. Komlev D.I., Kalita V.I., Menshikov G.A., Vlasenko A.N., Radyuk A.A., Ivannikov A.Yu. The effect of resistance spot welding on plasma sprayed coatings//Inorganic Materials: Applied Research. 2013. T. 4. № 3. С. 236–246.
4. Ivannikov A.Yu., Kalita V.I., Komlev D.I., Radyuk A.A., Bagmutov V.P., Zakharov I.N., Parshev S.N. The effect of electromechanical treatment on structure and properties of plasma sprayed Fe-6W-5Mo-4Cr-2V-C coating. - Surf. Coat. Technol., 335 (2018), pp. 327–333.
5. Yalin Wang, Shigen Zhu, Gu Weisheng, Xiaoben Qi. Contact strengthening to improve the bonding between WC-Co coating and 45# steel substrate.- J. Therm. Spray Technol., 19 (2010), pp. 1142–1146.
6. Mengkuo Xu, Shigen Zhu, H. Ding. Electrical contact strengthening of

induction-clad Ni-40% WC composite coatings on 40Cr substrates.-Surf. Coat. Technol., 279 (2015), pp. 32–38.

7. Багмутов В.П., Захаров И.Н., Иванников А.Ю., Поплавский Е.В. Компьютерное моделирование тепловых процессов при электромеханическом упрочнении плазменных покрытий//Вестник Воронежского государственного технического университета. 2007. Т. 3. № 8. С. 135–140.

8. Калита В.И., Комлев Д.И. Плазменные покрытия с нанокристаллической и аморфной структурой. -М.: Лидер М, 2008. -388 с.

УДК 620.186.5:620.181.4

**Исследование влияния температуры на структуру, твердость, термостабильность и фазовые переходы стали X16H4D4B, применяемой для изготовления деталей методом аддитивных технологий**

Свинцова Л.В.; Королева О.Н.; Колчина М.С.; Писарев М.С.; Гришин Ю.А.

mispisarev@vniitf.ru

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

**Аннотация:**

*Представлены полученные в ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ им. академ. Е.И. Забабахина» результаты исследований влияния температуры на структуру, твердость, термостабильность и фазовые переходы стали X16H4D4B, применяемой для изготовления деталей методом аддитивных технологий. Изменения твердости после высокотемпературной термической обработки незначительные и находятся в пределах погрешности метода измерения. Металлографическим анализом выявлено, что в исходном состоянии (после селективного лазерного спекания) микроструктура материала образцов имеет два типа структур: по краям образца – ячеистая структура, в центре образца – мартенситная структура. Микроструктура материала образцов после термической обработки однородна и представляет собой мартенситную структуру, характерную для стали марки X16H4D4B, полученной традиционной технологией. В результате ДСК-исследования установлено, что материал образцов термостабилен до температуры нагрева 486 °С. Нестабильное термическое поведение материала образцов вследствие структурных, фазовых и химических превращений наблюдается в диапазоне температур (486–662) °С и вблизи температур 800 °С и 1080 °С.*

**Ключевые слова:**

*аддитивные технологии, коррозионно-стойкие стали, твердость, металлографический анализ, дифференциальная сканирующая калориметрия*

## **Введение**

Метод селективного лазерного сплавления (СЛС) порошковых композиций является одним из наиболее перспективных способов в области аддитивных технологий для изготовления деталей в атомной, авиационной и других отраслях промышленности [1–2]. Материалы, получаемые методом СЛС отличны по физико-механическим свойствам от материалов, получаемых традиционными технологиями [3], в связи с этим необходимо проведение исследовательских работ по подтверждению данных свойств – заявленным требованиям.

Одним из наиболее значимых воздействий на любые материалы является – температурное воздействие, непосредственно влияющее на прочностные характеристики объекта, структуру материала и др. значимые свойства.

В данной работе рассмотрены вопросы влияния температуры на структуру, твердость, термостабильность и фазовые переходы коррозионно-стойкой стали Х16Н4Д4Б по ТУ 14-22-266-2016, применяемой в ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ им. академ. Е.И. Забабахина» для изготовления деталей методом аддитивных технологий.

Интересующие характеристики материала исследовались с применением методов дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) и металлографического анализа.

### **1. Методика исследований**

Исследования интересующих свойств материалов проводили на образцах изготовленных методом селективного лазерного спекания. Материал образцов – сталь Х16Н4Д4Б.

Исследование диапазона термостабильности, фазовых переходов материала проводили методом ДСК на приборе термического анализа. Погрешность измерения температуры составляла  $\pm 1,5$  %.

Образцы исследовали в инертной среде, в динамическом режиме нагрева со скоростью 10 °С/мин до 1000 °С (2 образца) и до 1100 °С (2 образца).

В результате эксперимента были получены кривые изменения теплового потока (ДСК) и кривые скорости изменения теплового потока (dДСК). Диапазоны термостабильности, фазовых переходов материала вычисляли по ДСК-кривым как среднее значение по четырем параллельным определениям.

Термическую обработку проводили в вакуумной печи. Режимы ТО образцов приведены в таблице 1.

Таблица 1

Режимы ТО образцов

Номер образца	Режим ТО
1	T=900 °С, 1 ч
2	T=900 °С, 4 ч
3	T=1040 °С, 1 ч
4	T=800 °С, 1 ч
5	T=800 °С, 4 ч

Микроструктуру материала исследовали на образцах в поперечном сечении в исходном состоянии и после ТО на оптическом микроскопе при увеличениях до 500<sup>x</sup>.

Твердость материала образцов определяли методом Виккерса при нагрузке 49,03 Н (HV5) на универсальном микротвердомере. Диапазон измерений твердости по шкале HV5 – от 50 до 1200. Предел допускаемой абсолютной погрешности измерения твердости составляет ± 21 HV – в интервале от 300 до 700 HV. При измерении твёрдости количество замеров составляло не менее пяти. За окончательный результат принимали среднее арифметическое значение результатов всех измерений.

## 2. Результаты исследований

Анализ материала на содержание химических элементов показал, что его можно отнести к стали типа X16N4D4.

Содержание углерода в материале составило при доверительной вероятности  $P=0,95 - (0,0269 \pm 0,0062) \%$ , что соответствует ТУ 14-22-266-2016.

### 2.1 Результаты исследования температурных диапазонов термостабильности и фазовых переходов материала образцов методом ДСК

ДСК – и dДСК – кривые исследуемых образцов представлены на рисунке 1.

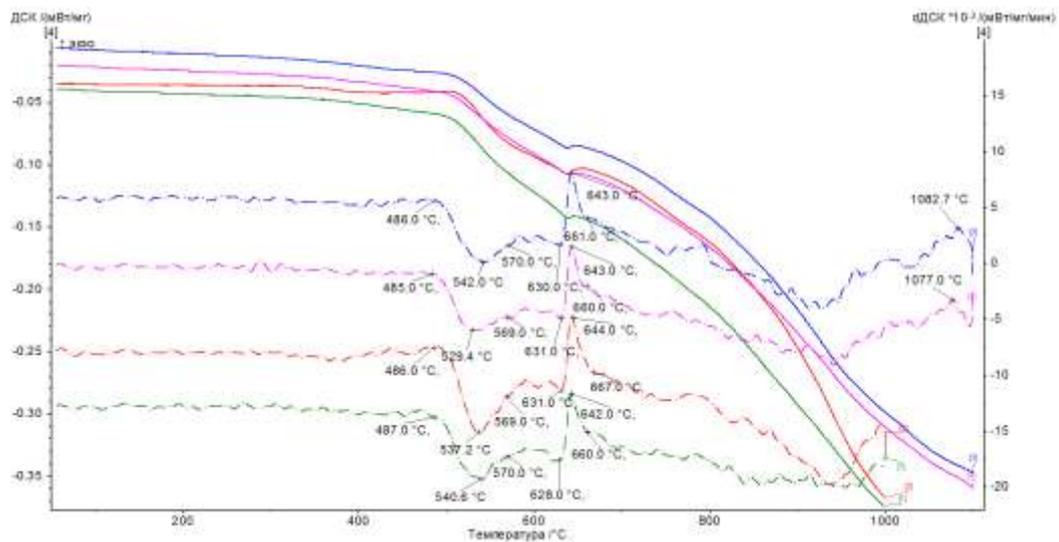


Рис. 1 – Кривые образцов (4 параллельных определения):

— кривые ДСК, - · - · - кривые dДСК

Результаты анализа кривых ДСК образцов представлены в таблице 2.

Результаты ДСК - анализа образцов

Номер образца	Диапазон термостабильности, °С	Диапазон экзоэффекта, °С	Температура пика экзоэффекта, °С	Диапазон эндоэффекта, °С	Температура пика эндоэффекта, °С
1	25 - 487	487 - 570	541	628 - 660	642
2	25 - 486	486 - 569	537	631 - 667	644
3	25 - 486	486 - 570	542	630 - 661	643
4	25 - 485	485 - 569	529	631 - 660	643
Среднее значение	25 - 486	486 - 570	537	630 - 662	643

В результате анализа кривых ДСК и dДСК установлено, что образцы термостабильны в температурном диапазоне (25 – 486) °С.

При нагреве в интервале (486–662) °С, а также вблизи температур 800 °С и 1080 °С зарегистрировано изменение теплового потока. При этом в области температур (486–570) °С происходило выделение тепла (экзоэффект с максимумом при 537 °С), в области температур (630–662) °С – поглощение тепла (эндоэффект с максимумом при 643 °С).

К наиболее вероятным процессам, происходящим в материале при нагревании, относятся структурные, фазовые и химические превращения (выделение вторичных фаз) [4].

Таким образом, в результате ДСК-исследования установлено, что материал образцов термостабилен до температуры нагрева 486 °С. Нестабильное термическое поведение материала образцов наблюдается в диапазоне температур (486 – 662) °С и вблизи температур 800 °С и 1080 °С.

### 2.1 Металлографический анализ

Результаты измерения твердости исследуемых образцов приведены в таблице 3.

Таблица 3

Значения твердости, HV5

Номер обр.	Режим ТО	Среднее значение твердости	
		исходное состояние	после ТО
1	T=900 °C, 1 ч	328	333
2	T=900 °C, 4 ч	358	344
3	T=1040 °C, 1 ч	347	344
4	T=800 °C, 1 ч	348	347
5	T=800 °C, 4 ч	349	329

Как видно из таблицы 3, изменения твердости после термических обработок незначительные и находятся в пределах погрешности метода измерения.

Металлографическим анализом выявлено, что в исходном состоянии образцы неоднородны и имеют два вида микроструктуры (рисунок 2).

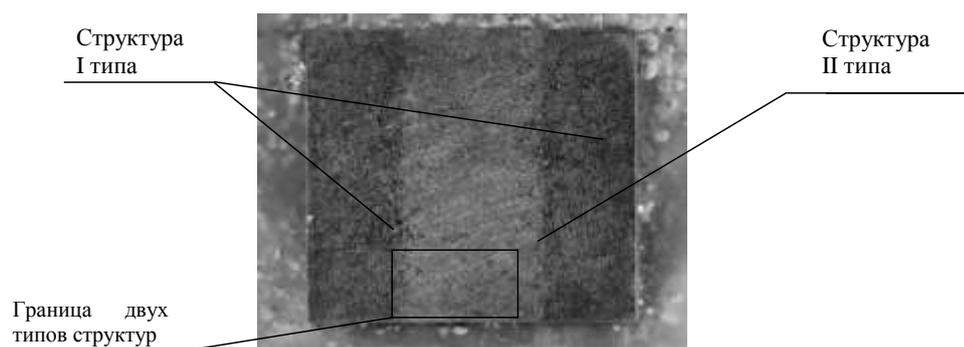


Рис. 2 – Внешний вид поперечного сечения образца в исходном состоянии, 16<sup>x</sup>

Микроструктура двух типов структур при большем увеличении представлена на рисунке 3.

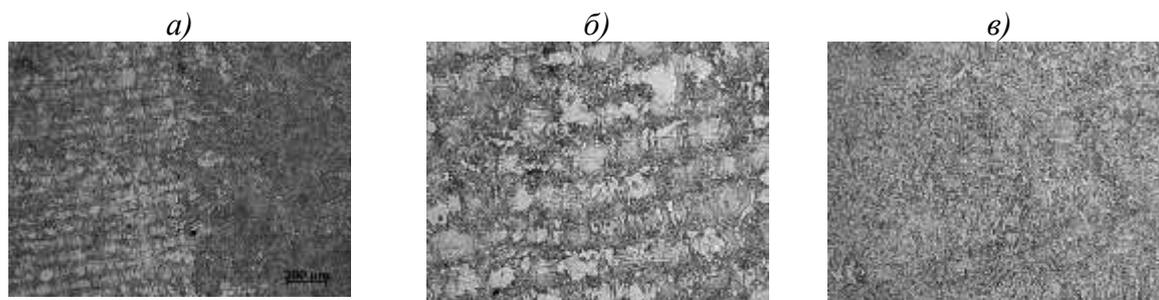


Рис. 3 – Микроструктура материала в поперечном сечении в исходном состоянии  
 а) – граница двух типов структур, 50<sup>x</sup>; б) – структура по краю образца, 100<sup>x</sup>;  
 в) – структура в центре образца, 100<sup>x</sup>

По краям образца микроструктура ячеистая, а в центральной части – мартенсит.

Микроструктура материала образцов после всех режимов ТО стала однородной и представляет собой мартенсит (рисунок 4).

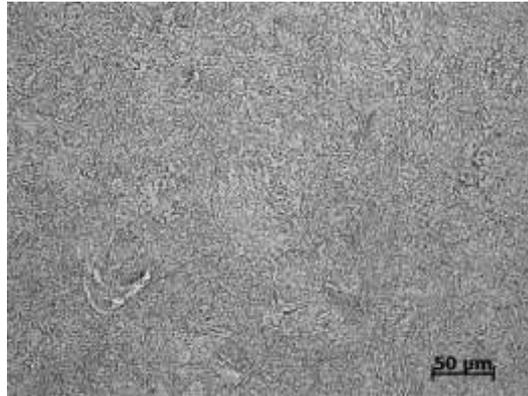


Рис. 4 – Характерная микроструктура материала образцов после ТО

Проанализирована микроструктура материала в трех направлениях. Схема приготовления микрошлифов представлена на рисунке 5, цифрами обозначены плоскости для исследования.

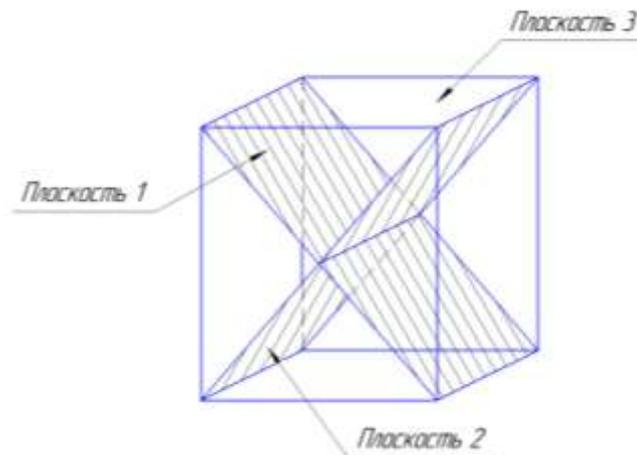


Рис. 5 – Схема приготовления микрошлифов

Типичная микроструктура материала образцов в трех плоскостях представлена на рисунке 6.

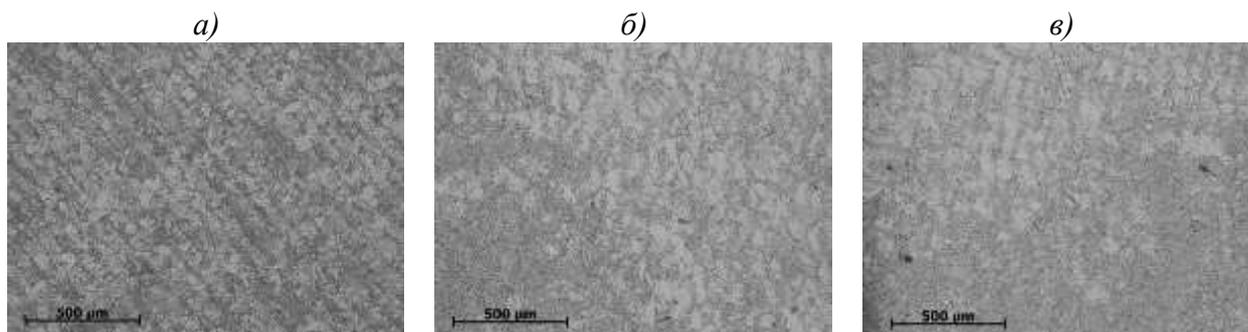


Рис. 6 – Микроструктура материала в трех направлениях  
а) - плоскость 1; б) - плоскость 2; в) - плоскость 3

Как видно из рисунка 6, микроструктура материала в трех направлениях идентична и имеет структуру двух типов: ячеистую и мартенсит.

### Заключение

1. По содержанию химических элементов исследуемый материал отнесен к стали типа X16N4Д4. Содержание углерода в материале образцов –  $(0,0269 \pm 0,0062)$  %, что соответствует ТУ 14-22-266-2016.

2. В результате ДСК-исследования установлено, что материал образцов термостабилен до температуры нагрева  $486\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Нестабильное термическое поведение материала образцов вследствие структурных, фазовых и химических превращений (выделения вторичных фаз) наблюдается в диапазоне температур  $(486\text{--}662)\text{ }^{\circ}\text{C}$  и вблизи температур  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$  и  $1080\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

3. Изменения твердости после высокотемпературной термической обработки  $(800\text{--}1040\text{ }^{\circ}\text{C})$  незначительные и находятся в пределах погрешности метода измерения.

4. Металлографическим анализом выявлено, что в исходном состоянии (после СЛС) микроструктура материала образцов имеет два типа структур: по краям образца – ячеистая структура, в центре образца – мартенситная структура. Микроструктура материала образцов после ТО однородна и представляет собой мартенситную структуру, характерную для стали марки X16N4Д4Б, полученной традиционной технологией.

5. Микроструктура материала в трех направлениях идентична и имеет структуру двух типов: ячеистую и мартенсит.

**Список использованных источников**

1. Лазерные аддитивные технологии в машиностроении: учебное пособие / Ред. А. Г. Григорьянц. - М.: МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2018. - 278 с.
2. Гибсон, Я. Технологии аддитивного производства: пер. с англ. / Я. Гибсон, Д. Розен, Б. Стакер. - М. : Техносфера, 2016. - 656 с.
3. Черепахин, А. А. Технологические процессы в машиностроении: учебное пособие / А. А. Черепахин, В. А. Кузнецов. - 2-е изд., испр. - СПб.: Лань, 2017. - 184 с.
4. Лахтин Ю.М., Леонтьева В.П. Материаловедение, М.: «Машиностроение», 1990, - 528 с.

УДК 669.24'71:548.4:539.374

**Теоретическое и экспериментальное исследование остаточных внутренних напряжений в образцах стали 09Г2С, полученных с помощью лазерного 3D-принтера**

Казанцева Н.В., д.ф.-м.н.; Исупова А.А.; Коэмец Ю.Н.;

Егорова Л.Ю., к.т.н.; Ничипурук А.П., д.т.н.

kazantseva@imp.uran.ru

y.koemets@imp.uran.ru

nichip@imp.uran.ru

egorova@imp.uran.ru

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

***Аннотация:***

*В докладе представлены результаты моделирования и экспериментального исследования внутренних остаточных напряжений в образцах стали 09Г2С, изготовленных с помощью лазерного 3D-принтера EOSINT M280 (EOS GmbH). Для аддитивной печати был использован российский порошок. Получено теоретическое распределение полей температур и остаточных напряжений в материале в литом состоянии и в полученном селективным лазерным сплавлением (СЛС). Проведен эксперимент по определению остаточных внутренних напряжений рентгенографическим методом и наноиндентированием в образцах стали 09Г2С в литом состоянии и СЛС.*

***Ключевые слова:***

*лазерная 3D-печать, 09Г2С, внутренние напряжения*

## **Введение**

Остаточные напряжения могут критически сочетаться с приложенными внешними напряжениями и опасно снижать рабочие характеристики изделия. Важно понимать причины возникновения остаточных напряжений, распознавать возможности устранения вредных или полезных остаточных напряжений, прогнозировать их развитие в процессе эксплуатации, понимать их влияние на процессы отказов.

Метод селективного лазерного сплавления (СЛС) относится к разряду неравновесной металлургии. В процессе изготовления изделия происходит расплавление порошка движущимся лазером, при этом возникает температурный градиент за счет неравномерного охлаждения локального расплавленного участка окружающим порошком. Такой характер плавления способствует возникновению неравновесного состояния в материале с присутствием остаточных упругих напряжений. Эти напряжения могут приводить к короблению и разрушению готовых металлических изделий. Снижение уровня остаточных упругих напряжений после лазерной 3D-печати является важной нерешенной проблемой, поскольку, как показывают исследования, в СЛС металлах режимы и виды термообработки должны подбираться индивидуально [1].

При аддитивном производстве металлических деталей локальная температура в месте источника тепла очень высока, и материал выдерживает быстрый цикл нагрева и охлаждения. Эти особенности усложняют прогнозирование остаточного напряжения в деталях, полученных аддитивным способом [2–3]. В областях с различной температурой происходит температурное расширение материала – так называемые температурные деформации. Вследствие неравномерного распределения этих деформаций и возникают напряжения, которые препятствуют этому процессу. В настоящее время не существует достаточно точных и эффективных способов экспериментального определения остаточных температурных

напряжений в процессе кристаллизации. Поэтому в решении этой проблемы, наряду с экспериментальными работами, большое значение имеет математическое моделирование процессов тепло- массопереноса при одновременном протекании фазовых превращений [4]. Из-за многообразия факторов, влияющих на возникновение температурных напряжений, и сложности их математического описания, многие аспекты прогнозирования и регулирования значений и знака напряжений остаются открытыми.

В докладе представлены результаты экспериментальных и теоретических исследований остаточных внутренних напряжений в образцах, полученных из российской стали 09Г2С и изготовленных с помощью лазерного 3D-принтера.

#### **Материалы и методы исследования**

Эксперименты проводились на литых образцах из конструкционной низколегированной стали 09Г2С заводского производства и образцах, полученных методом селективного лазерного сплавления (СЛС). Образцы из порошка стали 09Г2С были изготовлены в среде азота с помощью лазерного 3D-принтера EOSINT M 280. Размеры фракции исходного порошка российского производства составляли от 10 до 45 мкм. Мощность лазера – 200 Вт, длина волны 1075 нм. Площадь пятна лазера – 50 мкм. Платформу построения подогревали до 100 °С. После изготовления образцы отжигали для частичного снятия внутренних напряжений вместе с подложкой при температуре 350 °С в течение 3 часов. После отжига образцы отрезали от подложки на электроэрозионном станке при комнатной температуре. Часть образцов была подвергнута нормализующему отжигу при 980 °С – 30 минут с последующим охлаждением на воздухе. Химический состав порошка и полученного СЛС образца приведен в таблице 1.

Таблица 1

Химический состав порошка и СЛС образца стали 09Г2С, масс.%

Элемент	C	Si	Mn	Ni	S	P	Cr	Cu	As	Fe
порошок	0,15	0,79	1,75	0,42	0,36	0,21	0,39	0,44	0,55	осн
СЛС образец	0,24	1,05	1,84	0,69	0,55	0,53	0,58	0,44	0,18	осн

Структурные исследования проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа JSM 6490 с энергодисперсионным и волновым микроанализом Oxford Inca. Рентгеноструктурный анализ был выполнен на рентгеновском дифрактометре ДРОН-3 с использованием Cu K $\alpha$ -излучения. Нанотвердость была измерена на приборе Nanjtest. Поверхностные остаточные упругие напряжения были рассчитаны из результатов наноидентирования по следующим формулам [5]:

$$H_{\text{нап}} = H_i - H_{\text{эт}} \quad (4)$$

$$H_{\text{эт}} = \frac{F_{\text{max}}}{A_p}, \quad (5)$$

где  $H_{\text{эт}}$  – нанотвердость эталонного образца,  $H_i$  – нанотвердость измеряемого образца,  $F_{\text{max}}$  – максимальное значение силы, которая прикладывается к индентору,  $A_p$  – площадь поперечного сечения наконечника на расстоянии  $h_c$  от вершины.

$A_p$  для пирамиды Берковича:

$$A_p = 3\sqrt{3}h_c^2 \cdot \text{tg}^2\alpha, \quad (6)$$

где  $h_c$  – глубина погружения индентора в испытуемый материал при  $F_{\text{max}}$ .

Твердость  $H$  вычисляется путем деления максимальной приложенной нагрузки  $P_{\text{max}}$  на площадь контакта индентора с образцом  $A$ :

$$H = \frac{P_{\text{max}}}{A} \quad (7)$$

Модуль упругости образцов определяли по углу наклона кривой разгрузки индентора с помощью формул:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \cdot \frac{S}{\sqrt{A}} \quad (8)$$

$$E_s = \frac{1 - \nu_s^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}} \quad (9)$$

где  $S$  – измеренная жесткость,  $E_r$  – приведенный модуль упругости системы образец-индентор,  $E_s$  и  $E_i$ ,  $\nu_s$  и  $\nu_i$  – модули упругости и коэффициенты Пуассона образца и индентора соответственно. В качестве эталона был выбран литой образец после нормализованного отжига. Для расчёта упругих модулей был использован метод Оливера-Фарра (Oliver and Pharr's) [6]. Остаточные упругие напряжения первого рода (макронапряжения), приводящие к смещению рентгеновских дифракционных линий, были рассчитаны по формуле :

$$(\sigma_1 + \sigma_2) = -\frac{E \Delta d}{\mu d} \quad (10)$$

Соотношение  $\frac{\Delta d}{d} = \frac{\sin(\theta_0) - \sin(\theta)}{\sin(\theta_0)}$  определяли при съёмке рентгенограмм напряженного и ненапряженного (эталона) образцов.

Моделирование с помощью решения дифференциального уравнения теплопроводности для одномерной нестационарной задачи без внутренних источников теплоты и с учетом постоянства теплофизических параметров было выполнено в программном пакете MathCad 14. Использован метод конечных разностей.

В модели остаточные температурные напряжения в теле, нагретом до температуры  $T$ , были вычислены по следующей формуле [7]:

$$\sigma = -E \cdot a(T) \cdot (T_2 - T_1) \quad (13)$$

где  $E$  – модуль упругости материала,  $a(T)$  – коэффициент линейного расширения. Для корректной постановки задачи были взяты табличные теплофизические характеристики для стали марки 09Г2С:

Таблица 2

Теплофизические характеристики стали марки 09Г2С

$\rho$ , кг/м <sup>3</sup>	$\lambda$ , Вт/м · °С	$c$ , Дж/кг · °С	$\alpha$ , Вт/м <sup>2</sup> · °С	$a(T)$ , °С <sup>-1</sup>
7850	80	676	25	$12 \cdot 10^{-6}$

Для литого состояния начальная температура литого состояния равнялась температуре плавления стали – 1541 °С. Температура на границе равнялась комнатной температуре в 23 °С. В случае СЛС образца энергия лазера, привносимая в систему, была рассчитана по формуле [8]:

$$T(x, t = 0) = q = \frac{2 \cdot P_0}{\pi w^2} \cdot \exp\left(\frac{-2 \cdot r^2}{w^2}\right), \quad (14)$$

Температура поверхности стального порошка в некоторой дали от зоны воздействия лазера составила 100 градусов. Исходная мощность лазера 250 Вт, размер зоны воздействия (размер лазерного пятна) составил 2 см. Время кристаллизации 10 секунд. Для расчета СЛС образца, также как и в случае кристаллизации в водоохлаждаемой изложнице, был выбран одномерный вариант нестационарного процесса с одномерной тонкой пластинкой шириной 5 см. Шаг по длине составил 0.1 см, шаг по времени – 1 секунда.

## Результаты

### *Экспериментальные исследования*

На рис. 1 приведены микроскопический снимок и элементный спектр исходного порошка стали 09Г2С. Внутри порошинок была обнаружена дендритная структура, размер порошинок составлял 10–40 мкм.

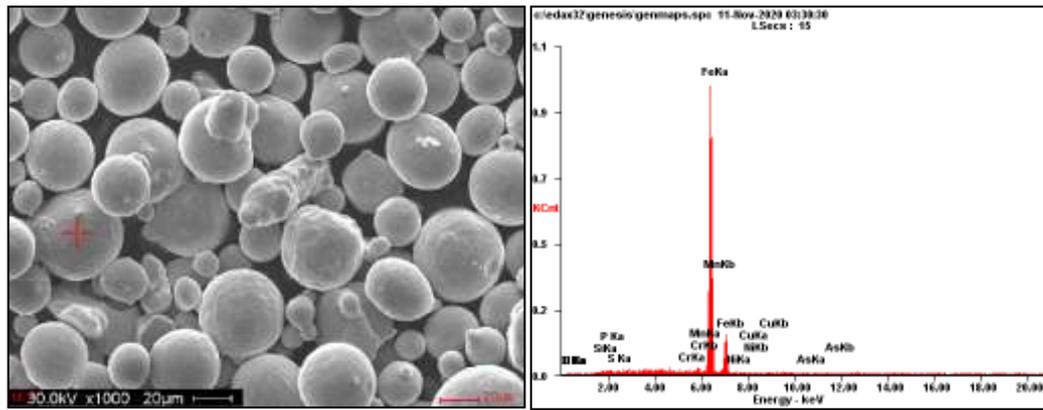


Рис. 1 – Микроструктура и энергетический спектр исходного порошка стали 09Г2С

Оценка плотности образцов в исходном состоянии была выполнена гидростатическим методом (методом Архимеда), в качестве эталона использовали справочные данные –  $7,85 \text{ г/см}^3$  [9]. Плотность литого образца составила  $7,83 \text{ г/см}^3$  (99,7 %),  $7,73 \text{ г/см}^3$  (98,47 %) – для СЛС образца.

В литом образце стали 09Г2С обнаружено большое количество усадочных пор, структура ячеисто-дендритная. Размер пор различен – от нескольких мкм до 30–40 мкм (Рис. 2а). В СЛС образце также присутствуют поры, однако их размер значительно меньше, чем в литом (Рис. 2в). Поры имеют округлую форму, размер составляет несколько микрометров. Структура 3Д-образца также ячеисто-дендритная, но более однородная, чем в литом образце. После нормализации в структуре образцов (как литого, так и СЛС) формируются зерна (Рис. 2б-г).

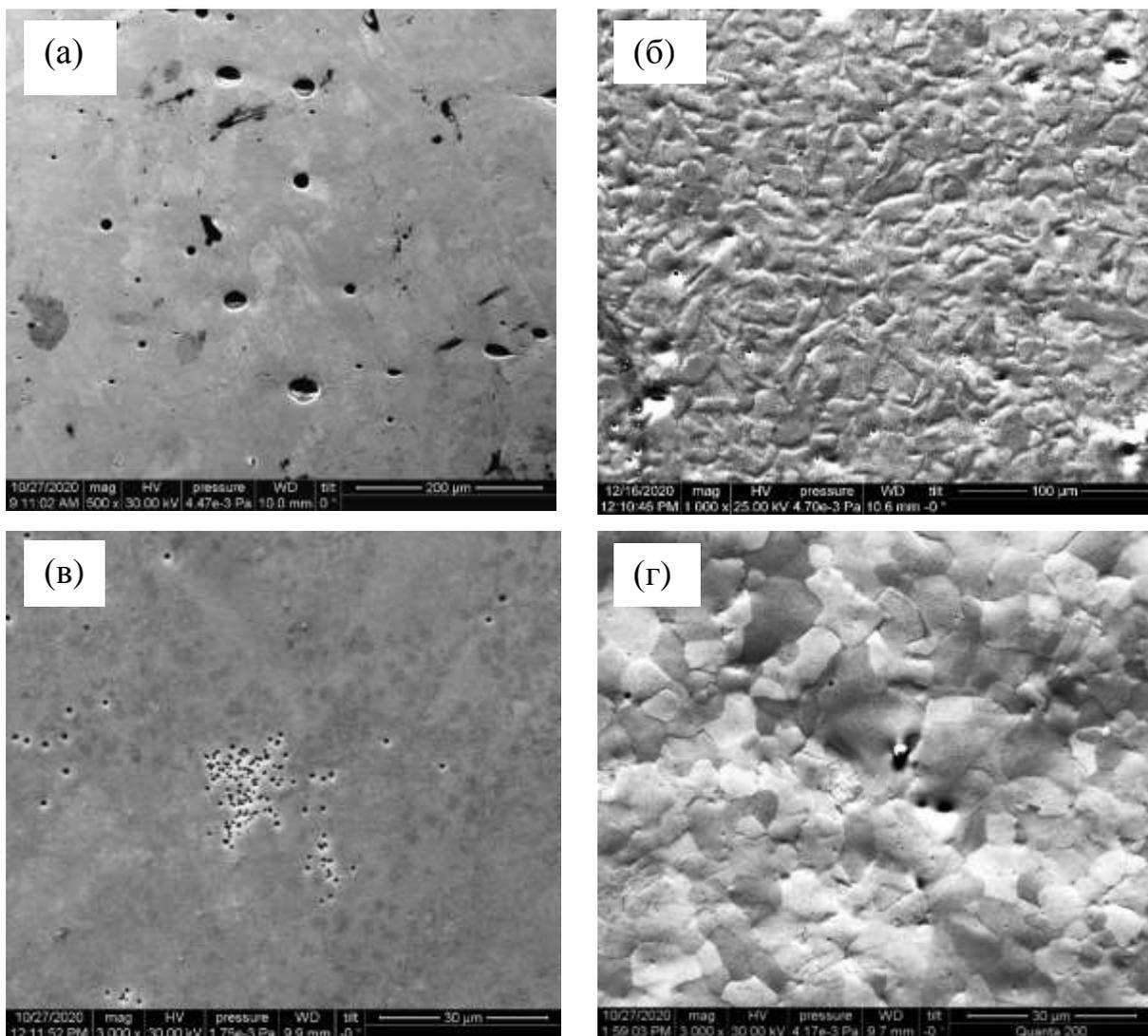


Рис. 2 – Микроструктура стали 09Г2С в различном состоянии:  
 (а) – литое; (б) – литое после нормализации при 950°С – 30 мин; (в) – 3Д после релаксационного отжига (350°С –3 часа); (г) – 3Д после релаксационного отжига при 350 °С – 3 часа и нормализации при 980 °С– 30 минут

По данным рентгеноструктурного анализа в структуре литого и СЛС сплавов присутствуют ОЦК фаза феррита и карбид  $Fe_3C$ .

Результаты рентгеноструктурного анализа и наноиентирования приведены в таблице 3.

Таблица 3

Результаты рентгеноструктурного анализа и наноидентирования исследованных образцов

Образцы	Литой	Литой+норм. (эталон)	СЛС, отжиг 350°С-1ч	СЛС+ норм.
Нанотвердость, ГПа	2,04	2,06	3,34	1,94
Упругий модуль, E <sub>s</sub> , ГПа	199	212	216	195
Поверхностные напряжения, МПа	20	-	-128	12
Микронапряжения, МПа	90	-	120	-64

Как можно видеть из Таблицы 3, в литом образце и в СЛС образце после нормализации присутствуют сжимающие остаточные упругие напряжения (знак плюс), в СЛС образце после 3-х часового отжига при 350 °С – растягивающие (знак минус). Это связано с тем, что в результате термического нормализационного отжига происходит релаксация внутренних упругих напряжений за счет диффузионных процессов, приводящих к выравниванию химического состава образца и однородной структуре.

#### *Моделирование*

На рисунке 3 приведены результаты численного моделирования, показывающие поля распределения температур в литом (а) и СЛС (б) образцах. Рисунок 4 представляет распределение полей напряжений в литом и СЛС образцах. Исходя из анализа полученного графика, в литом образце остаточные напряжения имеют сжимающий характер. В конечном итоге они приходят к значению, равному – 5,7 МПа, что не превышает предел упругости стали 09Г2С, равный 440 МПа, то есть при данном значении времени релаксации остаточные напряжения являются временными. В СЛС образце остаточные напряжения имеют знак минус, т.е. растягивающие и на порядок выше (-100 МПа), чем в литом (Рис. 4б).

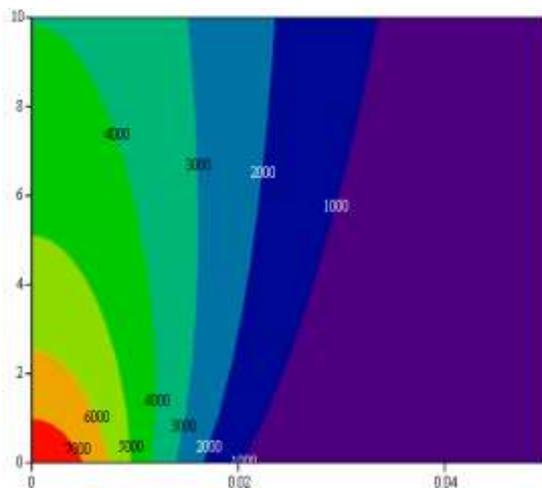
В работе [11] были предложены два различных механизма возникновения остаточных упругих напряжений в СЛС материалах при их кристаллизации:

1) Механизм температурного градиента объясняет возникновение остаточного напряжения на этапе нагрева. Остаточное напряжение в таком случае может возникать из-за различного теплового расширения горячих и холодных слоев.

2) Механизм охлаждения расплавленных верхних слоев объясняет возникновение остаточного напряжения, на этапе охлаждения. Растягивающее напряжение возникает в добавленном верхнем слое и сжимающее напряжение – в нижних слоях.

Полученные в нашей работе данные (экспериментальные и расчетные) соответствуют второму механизму. Ввиду больших упрощений математической модели при процессах кристаллизации образцов, полученных методом СЛС и литьем, итоговые значения получились меньше, чем они есть в действительности. При этом, даже введение максимальных упрощений в модель, позволяет получать качественную картину отличия физических процессов, протекающих при обычных процессах литья и в методе селективного лазерного сплавления.

а)



б)

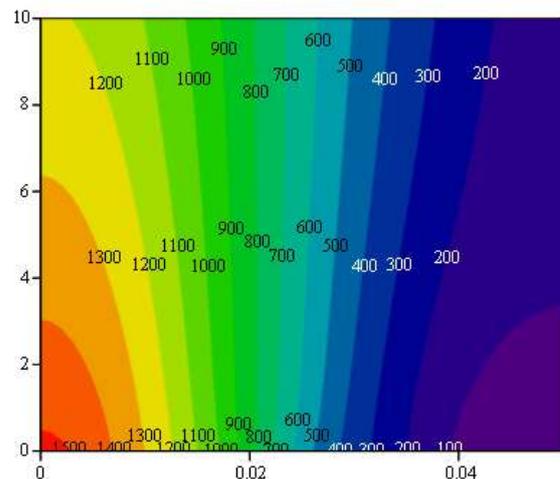
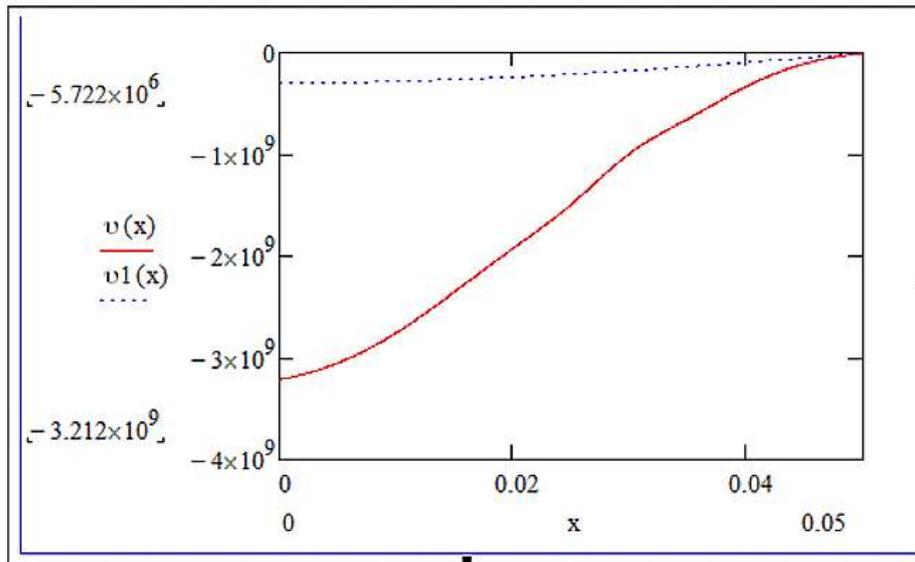


Рис. 3 – Распределение температурных полей в образцах чрез 10 сек:  
(а) – литой; (б) – СЛС

а)



б)

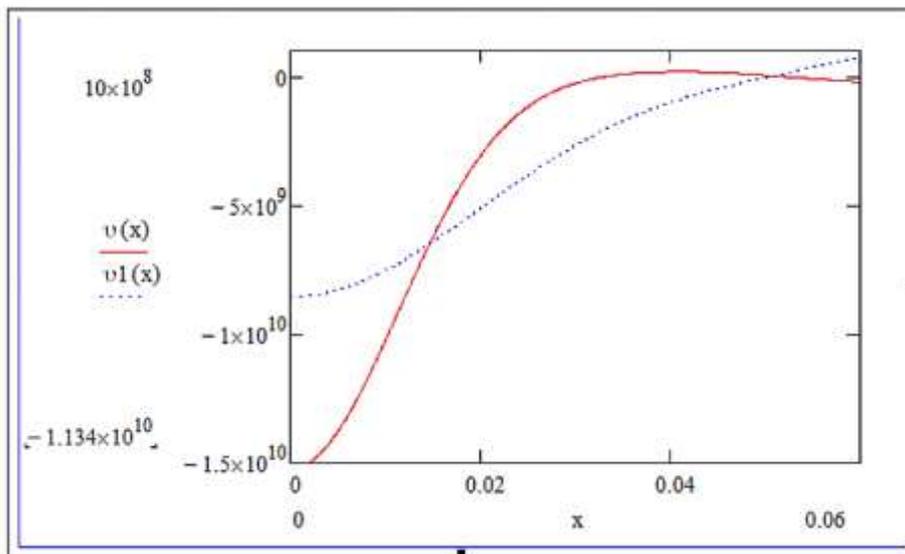


Рис.4 – Распределение полей напряжений в образцах чрез 10 сек:  
(а) – литой; (б) – СЛС

### Выводы

- В работе экспериментально и теоретически изучены термоупругие остаточные напряжения в образцах стали 09Г2С, полученных методом селективного лазерного плавления и дуговой плавки. Экспериментально показано, что при селективном лазерном сплавлении на поверхности образца присутствуют растягивающие остаточные напряжения.

- Проведено моделирование процесса кристаллизации стального образца (09Г2С) в различных состояниях (обычная кристаллизация и кристаллизация в методе селективного лазерного сплавления) путем решения нестационарной задачи теплопроводности без внутренних источников теплоты. Получено распределение поля температур и остаточных напряжений в исследуемом материале стали 09Г2С.

- Полученные данные могут способствовать рациональному выбору технологических параметров лазерного 3D-принтера (мощности лазера, пятна лазера), а также различных видов термической обработки для снятия остаточных внутренних напряжений в цифровых 3D-изделиях из стали 09Г2С.

*Работа выполнена в рамках государственного задания МИНОБРНАУКИ России (тема «Диагностика», №АААА-А18-118020690196-3) при финансовой поддержке РФФИ (проект №20-58-00015 Бел\_а). Структурные исследования были выполнены в Центре электронной микроскопии Испытательного центра нанотехнологий и перспективных материалов Института физики металлов Уральского отделения РАН.*

#### **Список использованных источников**

1. 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, P.P. 1–7.

2. Колдоба А.В., Повещенко Ю.А., Попов М.В., Гришаев Р.В., Мирзаде Ф.Х., Низьев В.Г. Модель, методика расчета и визуального представления остаточных напряжений при лазерном спекании металлических порошков // Научная визуализация. 2019. 11(5). С. 26–34.

3. Низьев В.Г., Мирзаде Ф.Х., Панченко В.Я., Чечеткин В.М., Устюгова Г.В. Тепло-массоперенос при лазерном плавлении порошковой смеси, Математическое моделирование. 2011. 23(8). С. 75–89.
4. Агаповичев А.В., Сотов А.В., Смелов В.Г. Математическое моделирование процесса селективного лазерного сплавления порошка титанового сплава ВТ6 // Вестник Самарского университета. Аэрокосмическая техника, технологии и машиностроение. 2020. 19(2). С. 53–62.
5. ГОСТ Р 57172-2016. Техническая диагностика. Определение поверхностных остаточных напряжений методом инструментального индентирования. Общие требования. – М.: Стандартинформ, 2016. – 12 с.
6. Oliver W.C. and Pharr G.M.: An improved technique for determining hardness and elastic modulus. 1992. – 12 с.
7. Биргер И.А. Остаточные напряжения. М.: Машгиз, 1963. – 232 с.
8. Молотков А.А., Третьякова О.Н. О возможных подходах к визуализации процесса селективного лазерного сплавления // Научная визуализация. 2019. 11(4). С. 1–12.
9. Стали и сплавы. Марочник: Справ. изд. / ред. В.Г. Сорокин, М.А. Гервасьев – М.: «Интермет Инжиниринг». 2001. – 608 с.
10. Withers P J. Residual stress and its role in failure. Reports on Progress in Physics. 2007. 70(12). P. 2211.

УДК 621.767

**Влияние технологических параметров на геометрию дорожек и глубину проплавления в технологии лазерного нанесения металла**

Завалов Ю.Н., к.ф.-м.н.; Дубров А.В., к.ф.-м.н.; Макарова Е.С.;  
Родин П.С.; Иванов И.М.; Дубров В.Д., к.ф.-м.н.

dubrov.av@mail.ru

*Институт проблем лазерных и информационных технологий РАН –  
филиал ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН  
140700, г. Шатура Московской области, ул. Святоозерская, д.1*

***Аннотация:***

*Экспериментально рассмотрена проблема влияния технологических параметров на геометрию дорожек и глубину проплавления в технологии лазерного нанесения металла (ЛНМ). Определены параметры масштабирования производительности процесса ЛНМ.*

***Ключевые слова:*** *прямое лазерное нанесение, производительность процесса, геометрия одиночной дорожки, глубина проплавления*

## Введение

Технология лазерного нанесения металла (ЛНМ) позволяет создавать детали сложной формы и конфигурации за один технологический этап без использования дополнительного оборудования. Такого рода аддитивные производства, снижающие загрязнение окружающей среды по сравнению с традиционными методами обработки металлов, востребованы в судостроении, самолетостроении, в энерго- и машиностроении и др., где необходимо изготавливать крупногабаритные и сложные изделия, имеющие длительный технологический цикл производства с использованием классических технологий [1]. В этой связи актуальна задача определения параметров масштабирования производительности процесса ЛНМ [2, 3]. В [4] получены полуэмпирические соотношения, связывающие параметры лазерного пучка, газопорошковой струи, тепловые потери с профилем дорожки для материала Ti-6Al-4V, в [5] проведена оптимизация параметров процесса ЛНМ для сплава AlSi10Mg, в [6] – для холодоустойчивой высокопрочной стали. В [7] был использован метод наименьших квадратов для уточнения зависимости высоты и ширины дорожки от удельной энергии на единицу освещенной поверхности и температуры подложки. В [8] методология параметризации использована для процесса лазерного переплава, применяемого поверх одиночных дорожек лазерного напыления металла. В данной работе получены параметрические зависимости высоты, ширины дорожки, сформированной по технологии ЛНМ, а также глубины области проплавления подложки для аустенитной стали.

## Методика исследования

Экспериментальная установка изготовления 3D-изделий по аддитивной технологии ЛНМ была ранее разработана в ИПЛИТ РАН [9]. В установке совместно с манипулятором Kuka KR10 900-2 использованы оптоволоконный лазер ЛК-400-В мощностью  $P=400$  Вт и лазерная головка с коаксиальным соплом Precitec UC52. Для подачи порошка аустенитной стали ПР-Х18Н9 с

гранулометрическим составом (40...100) мкм коаксиально с лазерным пучком был использован порошковый питатель GTV PF 2.1. Расход порошка  $G_0$  варьировался от 8,4 г/мин до 19,6 г/мин. Скорость сканирования  $V$  изменялась в пределах (350...1100) мм/мин. Расстояние от нижней плоскости сопла до плоскости максимальной концентрации газопорошковой смеси  $C_z$  составляло 10 мм. Были проведены эксперименты по формированию одиночных дорожек на подложке из стали AISI 304. Введем обозначения расстояния от нижней плоскости сопла до положения фокуса лазера (вынос фокуса луча)  $B_z$ , а до положения подложки –  $D_z$ . Эксперименты повторялись при разных значениях выноса фокуса лазера  $B_z$ : 1, 2, 4 и 6 мм,  $D_z$  составляло (11...13) мм. Всего было получено около 200 образцов при различных значениях технологических параметров.

С целью масштабирования производительности ЛНМ проведена параметризация исходных экспериментальных данных в пространстве обобщенных технологических параметров. Попытки параметризации модели ЛНМ были предприняты в работах [2–8]. Нами за основу была взята модель, описанная в [10]. В этой модели, описывающей распределение температуры на поверхности подложки при воздействии гауссова пучка лазерного излучения, показано, что для процесса теплового воздействия лазерного излучения на поверхность подложки, с учетом тепловых потерь, важен параметр масштабирования модели, зависящий от  $\omega$  и  $V$ . Ранее в [11] показано, что для модели, описанной в [10], квадратурные формулы и тригонометрическая функция могут быть заменены приближенными степенными зависимостями аргументов при ограничении  $0.3 < \frac{\omega V}{\chi} < 8$ , где  $\omega$  – размер пучка,  $\chi$  – температуропроводность материала. Характерный радиус пучка  $\omega$  на подложке может быть определен в зависимости от значений  $B_z$  и  $D_z$ , как:

$$\omega(B_z, D_z)^2 = \omega_0^2 + (BPP/\omega_0)^2 (D_z - B_z)^2 \quad (1),$$

где  $\omega_0$  – характерный радиус пучка в перетяжке,  $BPP$  – параметр качества лазерного пучка. В нашем случае:  $\omega_0 \approx 50$  мкм и  $BPP \approx 3,71$  мм·град и в описываемых нами экспериментах условие  $0.3 < \frac{\omega V}{\chi} < 8$  выполнено на всей области изменения технологических параметров.

### Экспериментальные результаты

В Табл.1 показаны изображения отдельных шлифов (масштаб 300  $\mu\text{m}$ ), а также приведены параметры положения фокуса и подложки при  $G_0 = 8,4$  г/мин и  $V = 500$  мм/мин. Как следует из Табл. 1 при тех же параметрах мощности и скорости сканирования в зависимости от размера луча на поверхности подложки формируются дорожки различной формы, а также существенно изменяется глубина проплавления подложки. Исследуем подробнее данные зависимости. На рис.1 (а) приведена зависимость экспериментальных значений ширины дорожки  $B$  от обобщенного технологического параметра  $\alpha \sim V \cdot \omega^{-0.4} \left[ \frac{\text{mm}^{0.6}}{\text{s}} \right]$  (при  $G_0 = \text{const}$ ). Введение параметра  $\alpha$  позволяет аппроксимировать данные ширины дорожки  $B$ , полученные при разных значениях  $V$ ,  $B_z$  и  $D_z$ , одной степенной зависимостью  $\alpha$ :

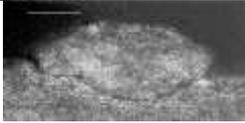
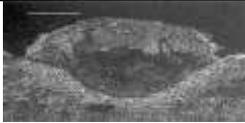
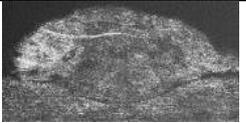
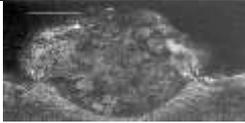
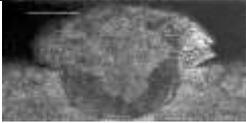
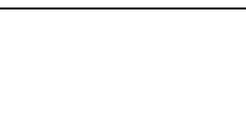
$$B \sim \alpha^{-0.433} \quad (2)$$

По полученному множеству зависимостей ширины дорожки для различных расходов  $G_0$  можно определить вклад последнего:

$$B \sim \alpha^{-0.433} G_0^{0.33} \quad (3)$$

Таблица 1

Экспериментальные результаты формирования отдельных дорожек в процессе ЛНМ с параметрами  $G_0 = 8,4$  г/мин и  $V=500$  мм/мин

$B_z$	$D_z$	$E_s$	$I_s$		$B_z$	$D_z$	$E_s$	$I_s$	
mm	mm	$J/mm^2$	$kW/cm^2$		mm	mm	$J/mm^2$	$kW/cm^2$	
1	12	13.5	19		1	11	14	23	
4	13	16.5	29		2	11	16.5	29	
4	12	18.5	36.6		6	11	29.5	93	

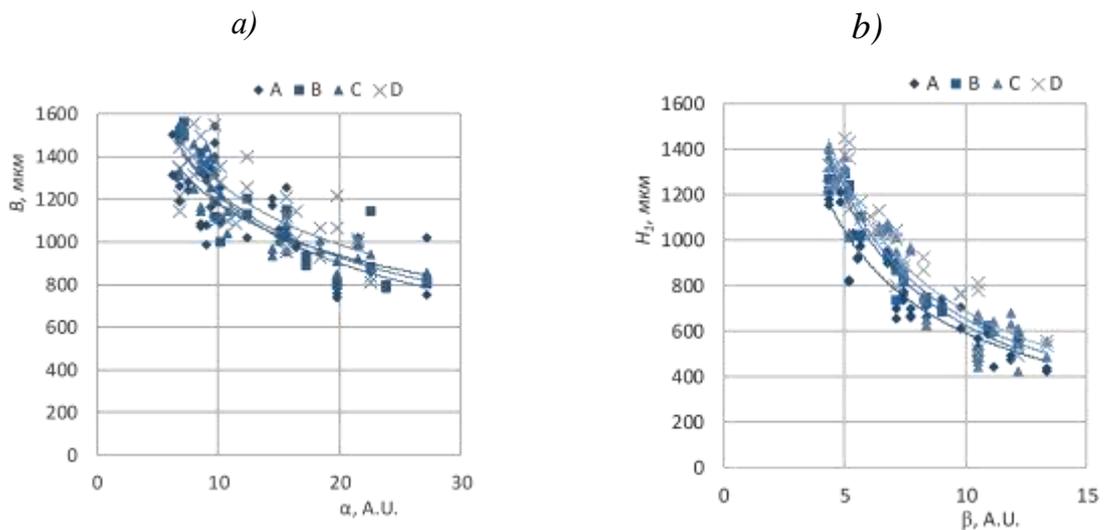


Рис. 1 – Зависимости ширины дорожки  $B(\alpha)$  и суммы высоты дорожки и глубины проплавления  $H_1(\beta)$  для разных значений расхода порошка  $G_0$ . Расход порошка  $G_0$ : А – 8.4 г/мин; В – 12.5 г/мин; С – 15.6 г/мин; D – 19.1 г/мин

На рис.1(b) показана зависимость экспериментальных значений величины  $H_1$  (сумма высоты дорожки и глубины проплавления) от параметра  $\beta \sim V \cdot \omega^{0.46}$ ,  $[\frac{mm^{1.46}}{s}]$ . Аналогично проводя параметризацию экспериментальных зависимостей  $H_1$ , получим:

$$H_1 \sim \beta^{-0.9} G_0^{0.4} \quad (4)$$

На рис. 2 приведены полученные зависимости глубины проплавления подложки  $h$  от  $E_S$ . Как следует из полученных результатов  $h$  снижается с ростом массового расхода, однако при расходе 19 г/мин и скорости 1100 мм/мин проплавление подложки отсутствует.

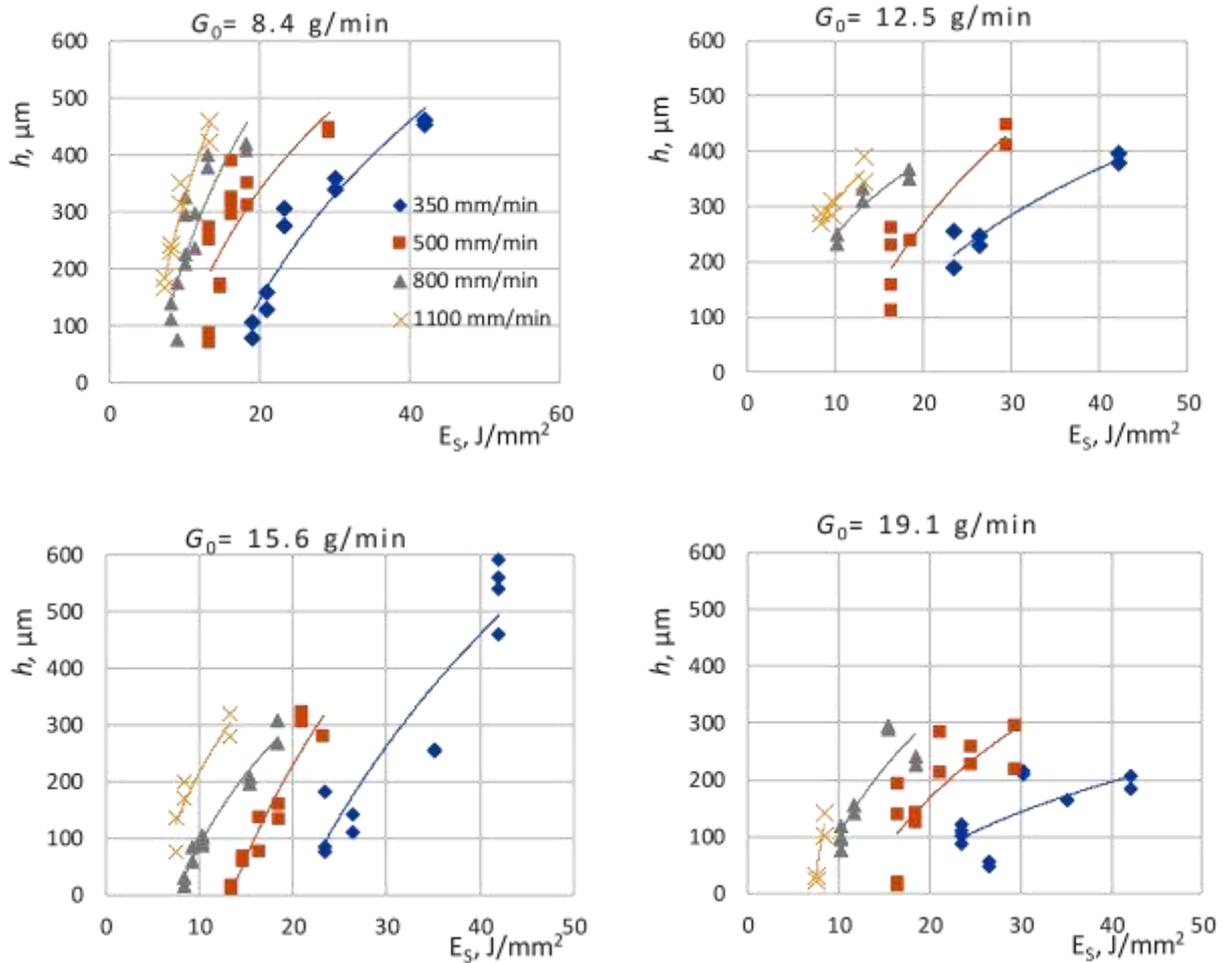


Рис. 2 – Зависимость глубины проплавления подложки  $h$  от параметра  $E_S$  при различных значениях расхода  $G_0$  и скорости сканирования  $V$

При скорости 350 мм/мин, параметре  $E_S$  более 40 Дж/мм<sup>2</sup> и массовом расходе 15,6 г/мин глубина  $h$  аномально возрастает по сравнению с другими полученными результатами, накопившееся в массе расплава тепло проплавляет подложку теплопроводностью, с характерной цилиндрической поверхностью фазовой границы. Как следует из данных эксперимента, ширина области проплавления подложки  $b$  слабо зависит от выноса фокуса и

скорости сканирования при массовом расходе 12,5 г/мин и менее. При массовом расходе более 12,5 г/мин величина  $b$  сужается с ростом скорости.

### Обработка данных эксперимента и обсуждение результатов

С учетом, что при  $h \ll H_1$ ,  $H$  производительность технологии ЛНМ:

$$G \sim BH_1V, \quad (5)$$

а также с учетом полученных зависимостей (3)-(4), можно записать:

$$G \sim \omega^{-0.25} V^{-0.333} G_0^{0.733} \quad (6).$$

Введем параметр  $E_S$  – усредненную по площади луча энергию на единицу поверхности подложки:

$$E_S = \frac{\varepsilon P}{2\omega V}, \quad (7),$$

где  $\varepsilon$  – эффективность теплового воздействия лазерного излучения.

Из (1)-(7) получаем выражения:

$$G \sim E_S^{0.23} V^{-0.08} G_0^{0.733} \quad (8),$$

$$B \sim E_S^{-0.17} V^{-0.58} G_0^{0.333} \quad (9),$$

$$H_1 \sim E_S^{0.4} V^{-0.5} G_0^{0.4} \quad (10).$$

Заметим, что выражение (8) экспериментально проверено нами только для значения  $\varepsilon$  использованных материала и длины волны, а также при условии  $P=400 \text{ Вт}$ . Как следует из (8), производительность технологии ЛНМ в диапазоне исследованных технологических параметров пропорциональна  $E_S$  в степени 0.23 и  $G_0$  в степени 0.733. В работе [3] у  $G_0$  установлен показатель степени 0.75. При этом, производительность почти не зависит от размера пучка, если с его изменением сохранять  $\omega \cdot V = \text{const}$ . В работе [2] в одной таблице сведены результаты использования методологии параметризации в других работах.

На рис. 3 приведены зависимости  $h$  от  $I_S$  при различных значениях  $G_0$  и  $V$ .

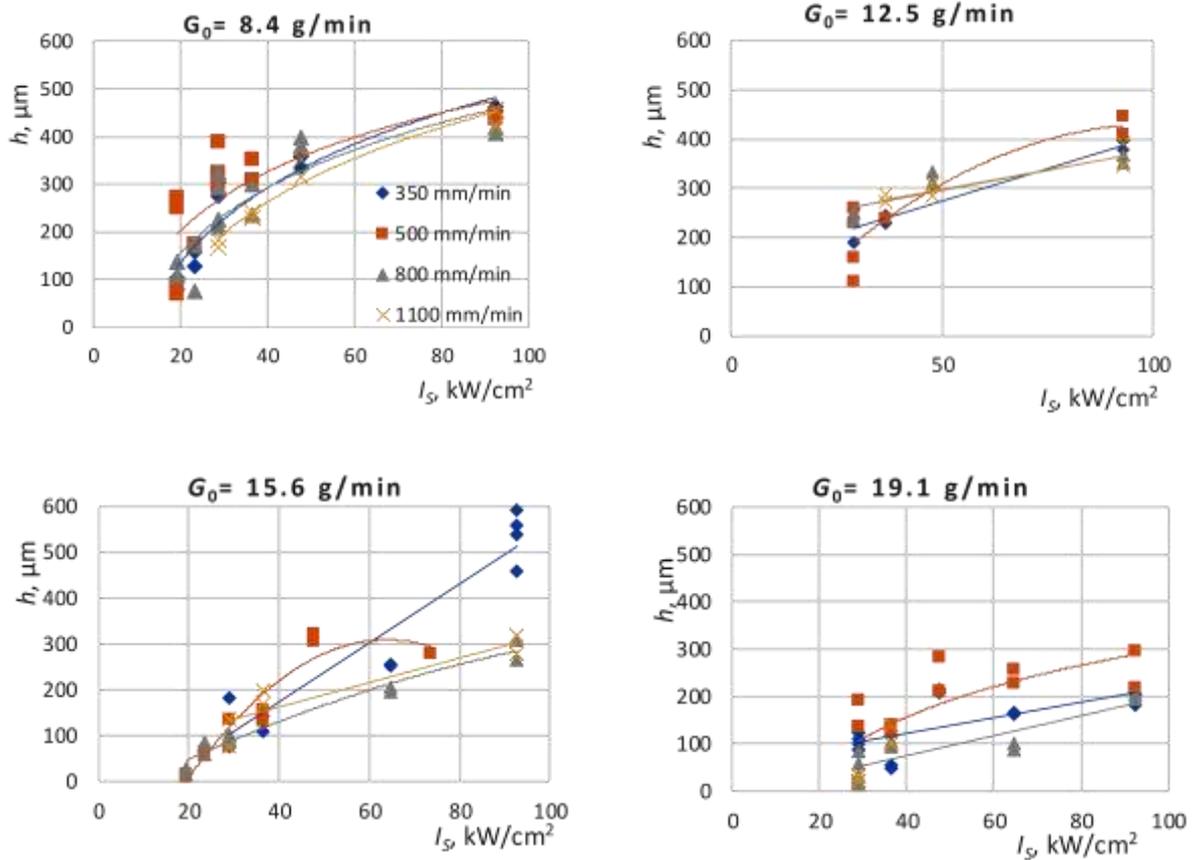


Рис. 3 – Зависимость  $h$  от  $I_s$  при различных значениях  $G_0$  и  $V$ . Обозначения для скорости  $V$ : 1 – 350 мм/мин; 2 – 500 мм/мин; 3 – 800 мм/мин; 4 – 1100 мм/мин

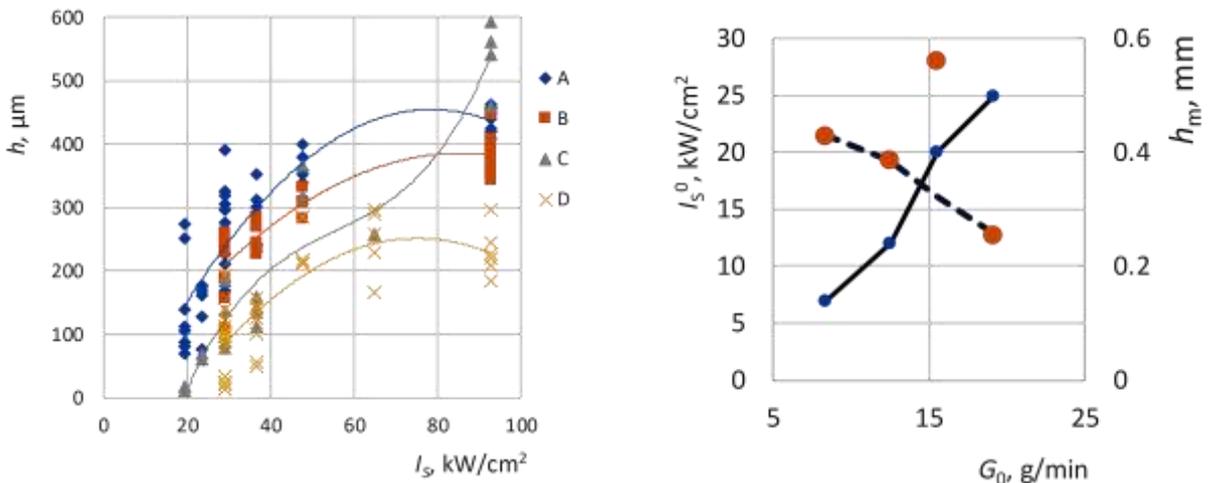


Рис. 4 – Зависимость  $h$  от  $I_s$  при различных значениях  $G_0$ : А – 8.4 г/мин; В – 12.5 г/мин; С – 15.6 г/мин; D – 19.1 г/мин

Рис. 5 – Зависимости  $I_s^0$  (сплошная линия) и максимальной глубины проплавления  $h_m$  от  $G_0$

Глубина проплавления возрастает с ростом интенсивности лазерного пучка, снижается с ростом массового расхода и слабо зависит от  $V$ . При расходе менее 15 г/мин глубина  $h$  слабо зависит от скорости сканирования, а

при расходе свыше 15 г/мин – снижается со скоростью при условии сохранения интенсивности излучения. Итоговые результаты параметризации глубины проплавления приведены на рис. 4–5. На рис. 4 приведена зависимость глубины проплавления подложки  $h$  от интенсивности излучения  $I_S$  при различных значениях  $G_0$ . Зависимости пороговой интенсивности  $I_S^0$  (сплошная линия), при которой происходит проплавление подложки, и максимальной глубины проплавления  $h_m$  от расхода порошка  $G_0$  показаны на рис. 5. При массовом расходе 15.6 г/мин и интенсивности свыше 90 кВт/см<sup>2</sup> наблюдалось аномально глубокое проплавление подложки.

### Выводы

Показано, что при использовании лазера мощностью 400 Вт с длиной волны 1,07 мкм  $\mu\text{m}$  в технологии ЛНМ ширина области проплавления слабо зависит от выноса фокуса и скорости сканирования при массовом расходе менее 12 г/мин. При массовом расходе выше 12 г/мин она сужается с ростом скорости. Глубина проплавления возрастает с ростом интенсивности лазерного пучка и снижается с ростом массового расхода. При расходе менее 15 г/мин она слабо зависит от скорости сканирования и снижается при расходе свыше 15 г/мин с ростом скорости сканирования при условии сохранения интенсивности излучения. Определены параметры масштабирования производительности процесса ЛНМ в диапазоне исследованных технологических параметров: она пропорциональна удельной энергии на единицу освещенной поверхности  $E_S$  в степени 0.333 и расходу порошка  $G_0$  в степени 0.733. При этом, производительность почти не зависит от размера пучка, если с его уменьшением повышать скорость  $V$ , так что  $\omega \cdot V = const$  при условии условия  $0.3 < \frac{\omega V}{\chi} < 8$ . Полученные результаты позволяют проводить оптимизацию технологических параметров процесса лазерного нанесения металла.

### **Благодарности**

*Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках Государственного задания ФГБУН “Кристаллография и фотоника” РАН в части постановки задачи и полученных результатов, а также при грантовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, грант № 18-29-03249, в части разработанной методики проведения экспериментов.*

### **Список использованных источников**

1. Mazumder, J. Laser-aided direct metal deposition of metals and alloys / J. Mazumder // Laser Additive Manufacturing. — M. Brandt: Ed. — Woodhead Publishing. — 2017. — p. 21–53.
2. Pinkerton A. J. Advances in the modeling of laser direct metal deposition //J. of laser applications. – 2015. – Т. 27. – №. S1. – С. S15001.
3. El Cheikh H. et al. Analysis and prediction of single laser tracks geometrical characteristics in coaxial laser cladding process //Optics and Lasers in Engineering. – 2012. – Т. 50. – №. 3. – С. 413–422.
4. Ahsan M. N., Pinkerton A. J. An analytical–numerical model of laser direct metal deposition track and microstructure formation //Modelling and simulation in materials sci. and eng. – 2011. – Т. 19. – №. 5. – С. 055003.
5. Liu Y. et al. Optimization of parameters in laser powder deposition AlSi10Mg alloy using Taguchi method //Optics & Laser Technology. – 2019. – Т. 111. – С. 470–480.
6. Zadykyan G. G. et al. Formation of Bead Shape, Structure and Mechanical Properties of Cold-Resistant High-Strength Steel Produced by Direct Laser Deposition Method //Solid State Phenomena. – Trans Tech Publications Ltd, 2020. – Т. 299. – С. 345–350.

7. Dill J., Soshi M., Yamazaki K. A study on the effect of directed energy deposition substrate energy on clad geometry //The Inter. J. of Advanced Manufacturing Technology. – 2020. – Т. 109. – №. 1. – С. 315–333.

8. Pôrto R. M., de Souza Pinto Pereira A., Pereira M. Parametrization methodology for laser remelting applied over laser metal deposition single tracks //J. of Laser Applications. – 2020. – Т. 32. – №. 2. – С. 022069.

9. Zavalov Y. N. et al. The peculiarities of surface cladding by laser metal deposition of AISI304 steel //J. of Phys.: Conf. Ser. – IOP Publishing, 2019. – Т. 1281. – №. 1. – С. 012095.

10. Allmen M. and Blatter A. Laser-Beam Interactions with Materials: Physical Principles and Applications 1995 (Springer-Verlag Berlin Heidelberg) p.43 doi: 10.1007/978-3-642-57813-7

11. Завалов Ю.Н., Дубров А.В., Родин П.С., Антонов А.Н. и др 2019 Материалы Vй Международной конференции «Аддитивные технологии: настоящее и будущее», 22 марта 2019, М.: ФГУП «ВИАМ», с.121-30 ISBN 978-5-905217-40-1

УДК 621.792.6; 62-762.63

## **Производство манжетных уплотнений поршня методами 3D- и 5D-печати**

Торубаров И.С.<sup>1,2</sup>; Дроботов А.В.<sup>1,2</sup>, к.т.н.; Гущин И.А.<sup>1,2</sup>;  
Плотников А.Л.<sup>2</sup>, д.т.н.; Авдеев А.Р.<sup>1</sup>

is.torubarov@gmail.com; alexey.drobotov@gmail.com  
ilyaalgushin@gmail.com; plotnikov.alexander1939@yandex.ru;  
avdeev@5dtech.pro

<sup>1</sup>ООО «Стереотек»

<sup>2</sup>Волгоградский государственный технический университет

### **Аннотация:**

*В работе исследована возможность производства манжетных уплотнений поршня с помощью аддитивной технологии послойного наплавления материала (FFF). В ходе работы изготовлен лабораторный стенд для испытания экспериментальных образцов манжет, подобран материал уплотнения, опытным путём установлены работоспособная форма и геометрические параметры манжеты и рациональный допуск на изготовление манжет данного типа методом пятиосевой печати, определены режимы печати гибкими филаментами и настройки оборудования, проведены производственные испытания. Результаты исследования могут быть применены для производства печатных аналогов уплотнительных элементов других видов и размеров.*

### **Ключевые слова:**

*аддитивное производство, 5D-печать, уплотнение, уплотнение поршня, манжетное уплотнение*

## Введение

Уплотнительные элементы из эластичных материалов широко используются в промышленности в гидравлических и пневматических системах для надёжной изоляции полостей с различной средой или давлением, герметизации как неподвижных, так и подвижных соединений. К последним предъявляются высокие требования по сохранению работоспособности в контакте с агрессивными средами (например, концентрированной кислотой), износостойкости, эластичности и другие. Один из типов уплотнений подвижных соединений – манжетные уплотнения, широко применяющиеся в соединениях с вращательным и возвратно-поступательным движением благодаря пониженным силам трения и большому ресурсу. В то же время из-за сложного напряжённого состояния манжет в процессе работы их проектирование и испытание зачастую может осуществляться лишь опытным путём [1]).

За период 2015–2021 гг. среди филаментов для FFF 3D-печати появился целый класс новых материалов – гибкие термопластики. Большая часть таких материалов содержит в названии слово «flex»; чаще всего основу «флексов» составляют термопластичный полиуретан (TPU) или термопластичные полиэфирные эластомеры (TPE). Встречаются и другие полимерные основы: например, у известного филамента Rubber от компании REC – полимер SEBS, благодаря которому получают изделия, очень схожие с вулканизированным каучуком. Заявленная сфера применения таких материалов – изготовление антивибрационных вкладок, ножек, чехлов, подставок, а также уплотнительных элементов для гидро- и пневмосистем.

Применительно к последнему виду изделий в основном известны единичные опыты энтузиастов по замене, например, манжетных уплотнений в гидроприводах сельскохозяйственной техники. Впрочем, за последний год изданы сразу три работы, так или иначе связанных с 3D печатью уплотнительных элементов. Компания «СИБУР» сообщает [1]) о печати

уплотнения для клапана, стоимость оригинала которого превышает 30 тыс. € (поставляется только в комплекте с клапаном в течение 22 недель). Компания InnovativQ [3]) выпустила 3D-принтер для производства гибких силиконовых изделий. Аналогичное решение разработано компанией Chromatic 3D Materials [4]), которая утверждает, что до 90 % стоимости оригинальных уплотнительных элементов, изготавливаемых массовым способом, обуславливается логистическими тратами. Интерес к печатным уплотнительным элементам существует и у региональных отечественных компаний из-за длительных сроков поставки и высоких цен оригинальных изделий.

Следует отметить, что технические решения компаний InnovativQ и Chromatic 3D Materials основаны на производстве уплотнений из жидкого терморезактивного материала, компоненты которого смешиваются непосредственно в экструдере, отверждение происходит на столе принтера либо самостоятельно по прошествии времени, либо под действием ультрафиолета. По сравнению с данными методами «жидкостной» 3D-печати технология FFF обеспечивает меньшую точность изготовления, но стоимость оборудования и материалов для неё ниже, что повышает её привлекательность для производства расходных элементов. По этой причине актуальным является исследование возможности использования FFF 3D печати для производства уплотнений.

#### **Данные о методике исследования, оборудовании, материалах**

Основой для данного исследования послужила автоматическая линия для розлива продуктов бытовой химии на волгоградском предприятии GRASS. На рис. 1 представлена принципиальная схема установки с внутренним названием «Титан», включающей 8 поршневых насосов для одновременного розлива по 8 бутылкам продукта, поступающего из единого резервуара. Установка используется для розлива как кислотных, так и щелочных продуктов с показателями рН от 2 до 12, что предъявляет особые

требования к материалу уплотнений. Давление в цилиндре при прямом ходе поршня составляет около 5 бар (0,5 МПа), скорость движения поршня – около 0,04 м/с.

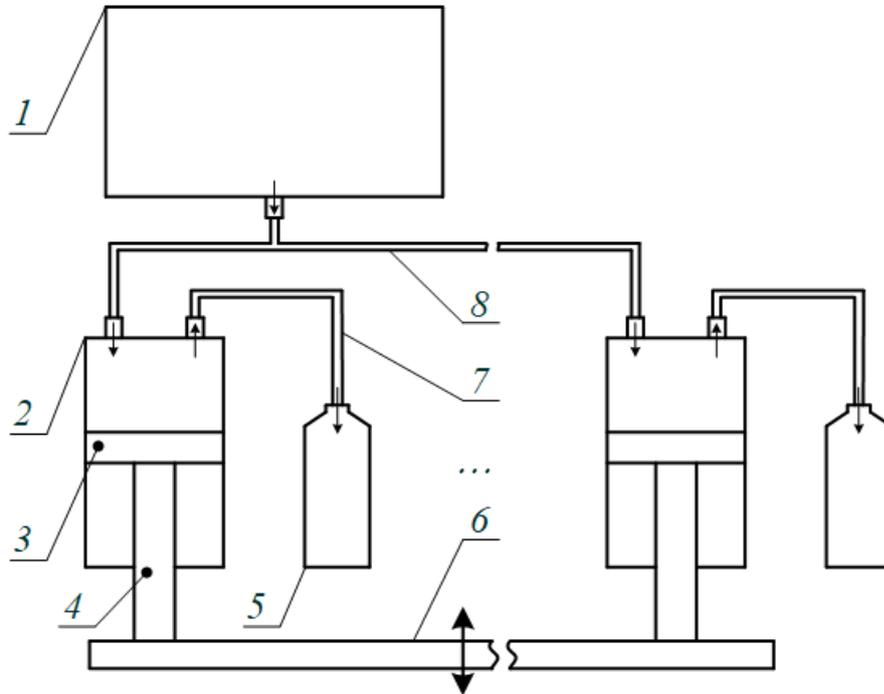


Рис. 1 – Установка «Титан», принципиальная схема:  
 1 – резервуар, 2 – цилиндр поршневого насоса, 3 – поршень, 4 – шток,  
 5 – бутылка, 6 – траверса для привода штоков, 7 – сливная магистраль насоса,  
 8 – общая всасывающая магистраль

Эскизы цилиндра 2 и поршня 3 установки «Титан» (рис. 1) с указанием основных размеров представлены на рис. 2.

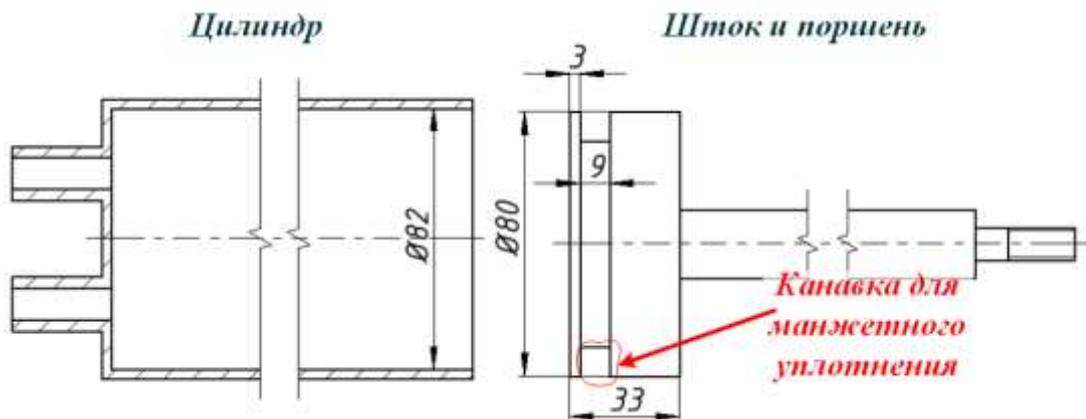


Рис. 2 – Пара возвратно-поступательного движения установки

Уплотнение подвижного соединения между поршнем 3 и внутренней поверхностью цилиндра 2 осуществляется одним манжетным уплотнением с К-образным сечением (рис. 3). Средняя продолжительность работы одного изделия на предприятии – около 336 ч.

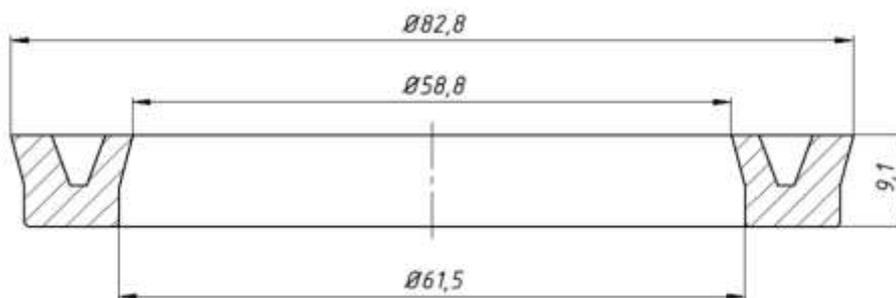


Рис. 3 – Манжетное уплотнение поршня с К-образным сечением

Совокупность спроектированных экспериментальных манжет с различной формой и размерами была изготовлена на FFF принтере Stereotech модели 520 Hybrid. Он предусматривает возможность замены плоского стола на наклонно-поворотный модуль для печати с применением пяти степеней свободы. Технология пятиосевой печати (5D-печати), устройство принтера Stereotech 520 и особенности его работы изложены в статье [5]). Процесс 5D-печати манжет кратко описан в экспериментальной части. Стандартная трёхосевая печать на столе осуществляется так же, как на любом другом FFF принтере.

Исследование особенностей работы манжетных уплотнений, проверка работоспособности экспериментальных моделей и срока их службы осуществлялись опытным путём. Для этого был изготовлен лабораторный стенд, представленный на рис. 4. Основной узел стенда – цилиндр и шток с поршнем – были предоставлены компанией GRASS. Давление в цилиндре при прямом ходе поршня составляет около 2,8 бар (0,2793 МПа), скорость движения поршня – 0,015 м/с.

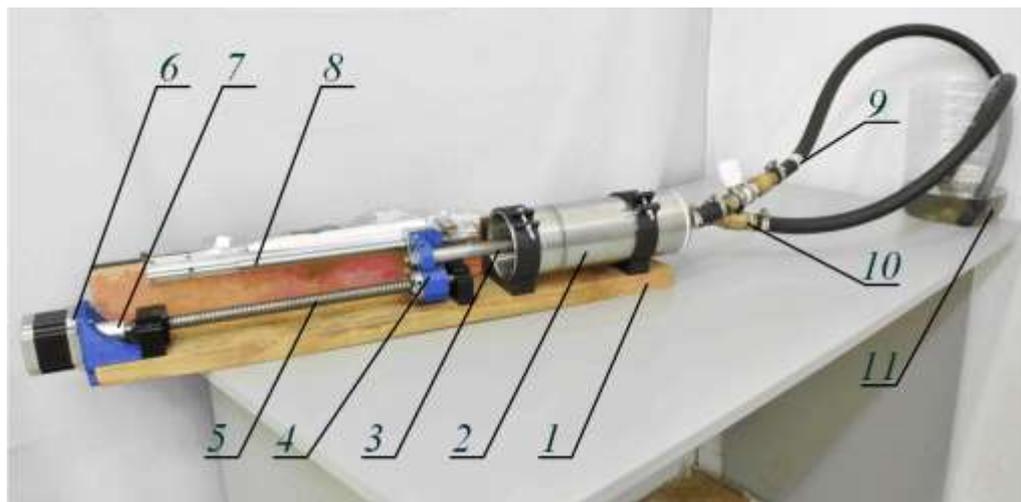


Рис. 4 – Лабораторный стенд для испытания манжетных уплотнений:  
 1 – основание, 2 – цилиндр поршневого насоса, 3 – шток с поршнем, 4 – переходник «шток-направляющая-ШВП», 5 – винт ШВП, 6 – приводной двигатель, 7 – муфта, 8 – направляющая, 9 – линия нагнетания (с обратным клапаном и вентилем), 10 – линия всасывания (с обратным клапаном), 11 – резервуар

Определяющее значение для любого уплотнительного элемента имеет материал. 3D-принтеры могут использовать только специально адаптированные для них материалы, номенклатура которых значительно уже той, что используется при производстве традиционными способами. На данный момент в литературе представлены лишь отдельные разрозненные сведения о работе с гибкими филаментами, так как ранее их применение носило преимущественно экспериментальный характер. Перечень использованных материалов и методика их отбора приведены в следующем разделе.

### **Выбор материалов для печати уплотнений**

В таблице 1 представлен список гибких материалов для FFF печати с обозначением их химической стойкости в различных средах – по данным производителя («+» – материал подходит для среды, «-» – не подходит), по справочным данным [6], [7] («[+]» – подходит, «[-]» – не подходит) и/или по опытным данным («{+}» – подходит, «{-}» – не подходит).

Таблица 1

Химическая стойкость гибких филаментов

Материал	TPE	SEBS	SBS	TPU A95	TPU A93/ A80	TPV A80/ A65
Разбавленная кислота	[-]	+	н/д	+	+	{+}
Концентрированная кислота	[-]	н/д	{-}	{+}	{+}	н/д
Разбавленная щёлочь	н/д	+	н/д	+	+	{+}
Концентрированная щёлочь	[-]	н/д	н/д	н/д	н/д	н/д
Спирты	н/д	+	н/д	н/д	н/д	н/д
Масла	{+}	-	н/д	+	+	{-}
Жиры	н/д	н/д	н/д	+	+	+
Бензин	н/д	-	н/д	+	-	+
Дизельное топливо	н/д	н/д	н/д	+	+	н/д
Сольвент	н/д	н/д	-	н/д	н/д	н/д
Ацетон	н/д	н/д	н/д	н/д	-	н/д

Второй определяющий критерий для подбора материала – его механические свойства (мягкость и эластичность), которые обеспечивали бы достаточно лёгкий монтаж уплотнения на поршень, а в процессе работы – «слежение» рабочей кромки за уплотняемой поверхностью (быстрое деформирование по высоте местных микронеровностей) [1]. В таблице 2 приведены показатели твёрдости и модуля упругости при сжатии для перечисленных материалов, а также некоторые качественные показатели, установленные по опыту эксплуатации данных филаментов: «Необходимость сушки», «Настройка подачи» («1» – настройка печати данным материалом мало отличается от любого жёсткого пластика; «2» – настройка затруднена; «3» – при испытаниях использовать данный материал не удалось) и «Цельность изделия» («1» – обеспечивается так же, как у любого жёсткого пластика; «2» – материал склонен к образованию пор и трещин на границах слоёв, которые устраняются настройкой подачи и температурных режимов; «3» – при испытаниях устранить пористость изделия не удалось).

Таблица 2

Механические и эксплуатационные свойства гибких филаментов

Материал	TPE	SEBS	SBS	TPU A95	TPU A93	TPU A80	TPV A80	TPV A65
Твёрдость (шк. Шора А)	88	94	н/д	95	93	80	80	65
Модуль упругости при сжатии, МПа	66	62,3	н/д	44	н/д	н/д	н/д	н/д
Необходимость сушки	-	-	-	+	+	+	-	-
Настройка подачи	1	2	1	1	2	2	2	3
Цельность изделия	1	1	1	1	2	3	2	н/д

По результатам анализа справочных данных (в т. ч. справочника [6] и каталога QUERS [8]) был определён диапазон твёрдости уплотнительных материалов, зачастую применяемых в соединениях с возвратно-поступательным движением при давлении до 50 бар (5 МПа): от 40 до 90 по шкале Шора А. Таким образом, по критериям химической стойкости, твёрдости и «обрабатываемости» отбракованы все материалы, кроме TPV A80 (термопластичный вулканизат, смесь синтетического каучука с полипропиленом с твёрдостью А80). Также исследовались манжеты из TPU A93 (термополиуретан с твёрдостью А93), которые при незначительных отличиях по твёрдости материала показали значительно большую эластичность, чем образцы из TPU A95 и SEBS (А94).

### 3D-печать манжетных уплотнений

При изготовлении манжет методом стандартной 3D-печати дискретный характер STL-моделей приводит к тому, что окружности, которые должна воспроизвести печатающая головка (в том числе при изготовлении рабочих кромок уплотнения) аппроксимируются в виде ломаных линий (рис. 5, а). На обычных моделях это незаметно глазу, но на уплотнениях подвижных соединений ломанная рабочая кромка не обеспечивает плотного контакта со стенками цилиндра. Этот недостаток может быть нивелирован сглаживанием

модели (увеличением количества треугольников на поверхности), однако достаточное сглаживание больших изделий (>150 мм) приводит к резкому увеличению объёма файлов и длительности их обработки. Кроме того, испытания манжет, полученных методом стандартной 3D-печати, показали их склонность к расслоению при трении в условиях возвратно-поступательного движения (рис. 5, б).

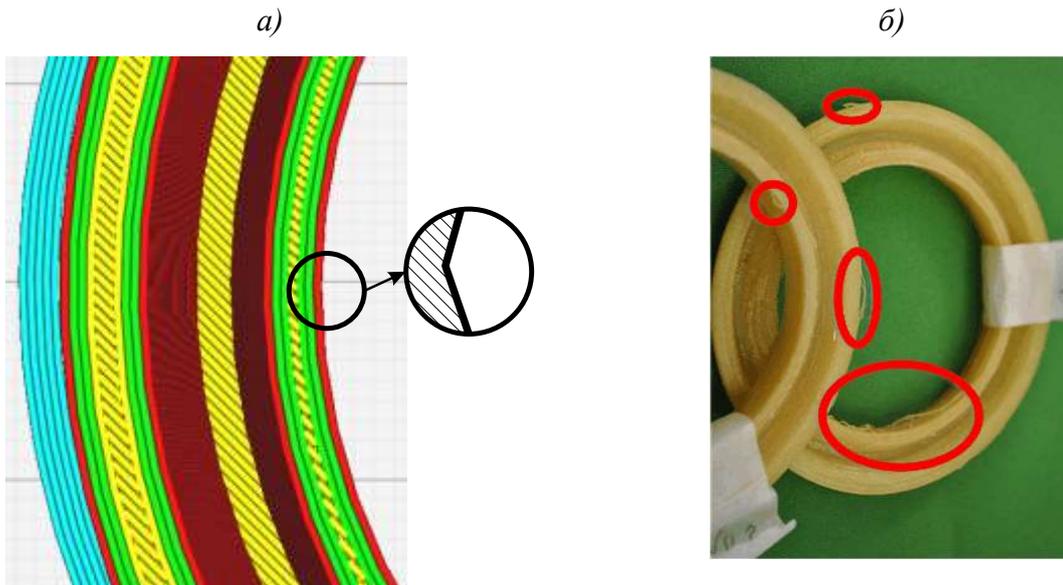


Рис. 5 – Дефекты при изготовлении 3D-печатных манжет:  
а – искажение круговой траектории; б – расслоение манжеты

### Изготовление манжет методом 5D-печати

Процесс 5D-печати манжетного уплотнения показан на рис. 6. В отличие от стандартной 3D-печати, при производстве изделия материал наносится не плоскими слоями, а по траекториям в виде пространственных кривых. Для автоматической подготовки программы производства изделия на 5D-принтере (g-code) по его 3D-модели разработано собственное программное обеспечение STE Slicer [5]). Изделие при 5D-печати может выстраиваться двумя способами: а) непосредственно от начальной поверхности, закреплённой в патроне 3; б) так как изготавливаемые манжеты существенно больше начальной поверхности, то в патрон 3 (рис. 6) устанавливается оснастка 5 цилиндрической формы и построение изделия начинается от неё.

Взаимное перемещение оснастки 5 и экструдера осуществляется движением печатающей головки 1 по координатам  $XU$  и наклонно-поворотного модуля 2 по координатам  $Z$  (вертикальное перемещение модуля),  $A$  (горизонтальный наклон патрона) и  $C$  (вращение патрона). Таким образом, выращивание манжеты 4 происходит в направлении нормали к поверхности рабочей кромки, а круговые траектории обеспечиваются простым вращением патрона 3.

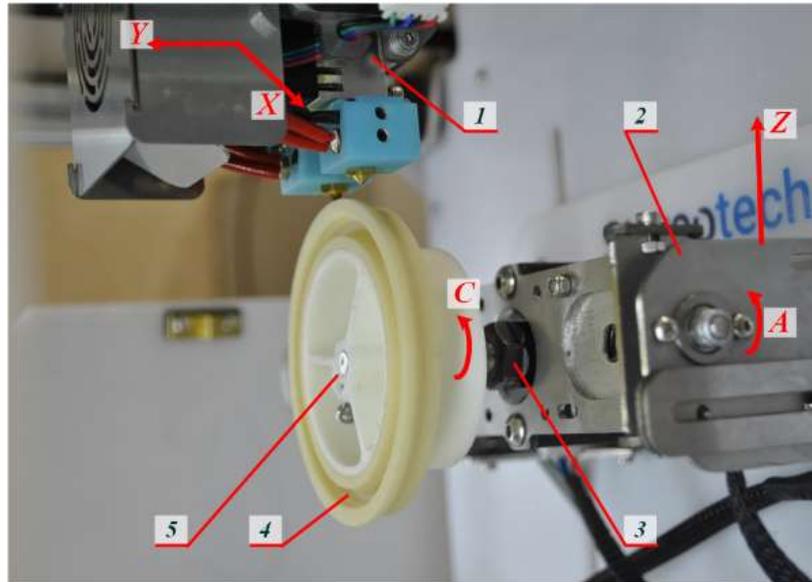


Рис. 6 – Процесс 5D-печати манжетного уплотнения

Благодаря такому способу образования рабочей кромки при возвратно-поступательном движении поршня она не отрывается, как показано на рис. 5, б, а равномерно истирается (рис. 7).



Рис. 7 – Износ рабочей кромки 5D-печатной манжеты

### Испытания 5D-печатных манжет

На рис. 8, а представлены несколько образцов, изготовленных из TPU A93 и испытанных при перекачивании воды и чистящего средства Gloss (pH 3, содержит смесь кислот в 5..15% от объёма – соответствующие манжеты окрашены).



Рис. 8 – Экспериментальные манжеты первой серии:  
а – TPU A93; б – TPV A80

Все испытанные образцы при этом либо не обеспечивали герметичности рабочей полости совсем, либо обеспечивали достаточную герметичность, чтобы жидкость всасывалась в цилиндр и выталкивалась из него, однако в этом случае происходила значительная утечка через зазор между уплотнением и внутренней поверхностью цилиндра.

Первые же образцы из TPV A80 (рис. 8, б), изготовленные по тем же моделям, показали полную герметизацию рабочего объёма цилиндра: на трёх разных образцах в течение 7 ч 25 мин, 4 ч 25 мин и 6 ч 2 мин работы утечек жидкости при прямом ходе поршня не наблюдалось. При обратном ходе поршня и создании разрежения в цилиндре происходило всасывание небольшого количества воздуха через зазор между уплотнением и внутренней поверхностью.

При длительных испытаниях отдельных образцов из этой серии в течение 48 и 240 ч. было обнаружено появление небольшой утечки через

мелкие поры и трещины в теле самой манжеты (рис. 8, б). Дефекты были устранены настройкой режимов печати (рис. 9): подбором температурного режима печати, коэффициента подачи, геометрических параметров манжеты. Новые манжеты испытывались в течение 168, 336 и 672 ч, что сопоставимо со сроком работы оригинального изделия (~336 ч).



Рис. 9 – Экспериментальные манжеты, TPV A80, вторая серия

Для обеспечения надёжной герметизации рабочего объёма как при прямом, так и при обратном движении поршня был установлен более жёсткий допуск на внешний диаметр манжет. При измерении изделие устанавливалось на оснастку, использовавшуюся при печати. Измерения производились в шести поперечных сечениях, все шесть измерений должны были укладываться в диапазон между 83,00 и 83,40 мм. Из 40 изготовленных уплотнений 16 (40 %) были отбракованы, оставшиеся 24 (рис. 10) испытывались на оригинальной установке компании GRASS.

### **Заключение**

Результаты испытаний однозначно указывают на то, что печатные уплотнительные элементы могут служить адекватной заменой оригинальным – по крайней мере, в области низких рабочих давлений (порядка десятков бар). Себестоимость каждого манжетного уплотнения составила с учётом брака около 100 руб., что в разы меньше закупочных цен на данные изделия.

Для конкретного изделия – манжетного уплотнения поршня с диаметром 80 мм – определена работоспособная форма и поправки на основные геометрические параметры (по сравнению с оригинальным изделием). Эти данные могут быть в дальнейшем использованы для адаптации уплотнений других видов.

Также было установлено, что пятиосевой способ печати пригоден для производства манжет гораздо больше трёхосевого, как из соображений точности воспроизведения формы изделия, так и по его прочности. Исследование погрешностей, дополнительно возникающих при 5D-печати, повышение качества 5D-печатных изделий и сокращение брака в дальнейшем будет предметом отдельного исследования.

Тем не менее, проведённые эксперименты показывают, что вопрос замены оригинального уплотнения на печатное не имеет прямого решения. Для распространения успехов данной работы на другие виды уплотнений (даже неподвижных соединений) и в особенности на установки с другими рабочими условиями (температурой, давлением, агрессивностью рабочей среды) необходимо использовать существующие наработки в области уплотнительной техники. Кроме того, обобщения требуют и те опытные данные, что относятся к процессу печати гибкими филаментами.

*Работа выполнена при финансовой поддержке государственного научного гранта Волгоградской области № 35/347-20 от 10.12.2020 г. (соглашение № 2 от 10.12.2020 г.).*

#### **Список использованных источников**

- 1) Аврущенко, Б. Х. Резиновые уплотнители / Б. Х. Аврущенко. – Ленинград, «Химия», 1978. – 136 с.
- 2) В 2020 году с помощью аддитивных технологий в СИБУРе изготовлено более 14 тысяч деталей [Электронный ресурс] // ПАО «СИБУР

Холдинг». – 2021. – URL: <https://www.sibur.ru/zapsibneftekhim/press-center/news/v-2020-godu-s-pomoshchyu-additivnykh-tekhnologiy-v-sibure-izgotovleno-bolee-14-tysyach-detaley/> (дата обращения: 16.07.2021).

3) Prior, M. Liquid Additive Manufacturing: A New Process for 3D Printing Silicone Seals and More. / M. Prior [Электронный ресурс] // 3D Natives. 2021. – URL: <https://www.3dnatives.com/en/liquid-additive-manufacturing-silicon-seals-020220214/#!> (дата обращения: 16.07.2021).

4) Sher, D. Exclusive: a new era of polyurethane 3D printing. / D. Sher [Электронный ресурс] // 3D Printing Media Network. 2020. – URL: <https://www.3dprintingmedia.network/exclusive-chromatic-3d-materials-presents-the-era-of-polyurethane-3d-printing/> (дата обращения: 16.07.2021).

5) Strength Increasing Additive Manufacturing Fused Filament Fabrication Technology, Based on Spiral Toolpath Material Deposition / A.P. Авдеев, А.А. Швец, И.А. Гуцин [и др.]. // Machines. – 2019. – № 7 (3). – 18 с. – URL : <https://www.mdpi.com/2075-1702/7/3/57> (дата обращения: 19.07.2021).

6) Уплотнения и уплотнительная техника : Справочник / Л. А. Кондаков [и др.]; под общ. ред. А. И. Голубева, Л. А. Кондакова. – Москва, Машиностроение, 1986. – 464 с.

7) Барвинский, И. А. Справочник по литьевым термопластичным материалам. / И. А. Барвинский, И. Е. Барвинская [Электронный ресурс] // Барвинский И.А., Барвинская И.Е. 2000-2020. – URL: <http://www.barvinsky.ru/guide/guide-materials.htm> (дата обращения: 21.07.2021).

8) Каталог РТИ Quers [Электронный ресурс] // QUERS. – 2021. – URL: <https://quers.ru/catalog/> (дата обращения: 21.07.2021).

УДК 669

**Получение композиционных изделий с металлической матрицей  
методом селективного лазерного плавления**

Колчанова А.В.<sup>1</sup>; Григорьянц А.Г.<sup>1</sup>; Колчанов Д.С.<sup>2</sup>

awkolchanova@gmail.com

<sup>1</sup>Московский государственный технический университет им. Н. Э. Баумана,  
Москва, Россия

<sup>2</sup>ООО «Московский центр лазерных технологий», Москва, Россия

***Аннотация:***

*В данной работе представлены результаты изготовления образцов с различным содержанием армирующих элементов. Выделена область режимов селективного лазерного плавления, при которой образуется практически сплошная структура с минимальным количеством дефектов. Проведены механические испытания выращенных образцов. Выявлено влияние концентрации TiC на механические свойства, а также на изменение массы образцов.*

***Ключевые слова:***

*аддитивные технологии, селективное лазерное плавление, композиционные материалы, металло-матричные композиты*

Технология селективного лазерного плавления (СЛП) относится к лазерным аддитивным процессам послойного изготовления изделий со сложной геометрией аддитивного производства. Это позволяет значительно сократить цикл производства, снизить трудоёмкость и затраты на механическую обработку, уменьшить цены и риски при разработке новых изделий [1]. В настоящее время технология СЛП всё больше охватывает самые различные отрасли производства [2]. В последние годы прочность и твердость традиционных сталей не могут удовлетворить некоторым требованиям изделий, несущих большую нагрузку с необходимостью высокой износостойкости. Металло-матричные композиты (ММК) имеют много преимуществ, сочетая свойства матрицы и армирующих элементов: теплопроводность, электропроводность, износостойкость, небольшой коэффициент теплового расширения, хорошее демпфирование. Они широко используются в авиации, космической промышленности, атомной энергетике и других областях [3]. В настоящее время большое количество смежных исследований показало, что механические свойства сталей и сплавов могут быть улучшены путем добавления керамических частиц [4]. Особый интерес представляет композиция со стальной матрицей, армированной карбидом титана.

Большинство работ, посвященных выращиванию методом селективного лазерного плавления композиционных изделий на основе стальной матрицы с армированием TiC, рассматривают одну определенную пропорцию составляющих, прослеживают влияние режимов, вводимой энергии и стратегий сканирования на механические и коррозионные свойства образцов. В данной работе представлены результаты изготовления образцов с различным содержанием армирующих элементов. Выделена область режимов селективного лазерного плавления, при которой образуется практически сплошная структура с минимальным количеством дефектов. Проведены механические испытания выращенных образцов. Выявлено

влияние концентрации TiC на механические свойства, а также на изменение массы образцов.

## **1. Подходы и оборудование**

### **1.1. Исследуемые материалы**

Для процесса СЛП использован порошок коррозионностойкой стали ПР-03Х17Н12М2 (АО «Полема») с размером частиц 20–45 мкм. В качестве армирующего компонента добавлены частицы TiC размером от 0,5 до 21 мкм. Порошковые композиции содержат 1 мас.% и 3 мас.% частиц TiC микронного размера. Смешивание двух материалов осуществлено с помощью смесителя С 2.0 "Турбула", предназначенного для смешивания до однородного состояния сухих сыпучих порошков (соотношение шарика к порошку: 1:2, скорость: 25 об/мин, время смешивания: 5 ч). По сравнению с параметрами, используемыми в шаровых мельницах, при смешивании в бочке вводится только низкая энергия. Поэтому способ смешивания порошка стали и частиц TiC называют низкоэнергетическим шаровым смешиванием.

### **1.2. Оборудование для выращивания**

Процесс выращивания образцов для исследования микроструктуры и механических испытаний проводился с использованием установки СЛП-250 (МГТУ им. Н.Э. Баумана, ООО «МЦЛТ», Россия) (Рисунок 1), оснащенной волоконным лазером мощностью 400 Вт. Размер лазерного пятна составляет 80 мкм. Селективное лазерное плавление проведено в условиях контролируемой инертной атмосферы, и содержание кислорода поддерживалось ниже 1000 ppm. В качестве инертного газа использован аргон высшего сорта (99,993 %) для защиты ванны расплава и нагретую область зоны обработки. Предварительная откачка позволяет очистить не только объем камеры, но и пространство между металлическими порошинками в бункере-питателе. Перемещение бункера выращивания и бункера подачи реализовано с помощью шарико-винтовой передачи с обратной связью (точность перемещения 1 мкм)



Рис. 2 – Внешний вид установки СЛП-250

Основные параметры установки представлены в таблице 1.

Таблица 1

Параметры установки СЛП-110

Технические данные	СЛП-250
Объем построения (ДхШхВ)	250 мм × 250 мм × 300 мм
Тип лазера	Иттербиевый волоконный лазер; 400 Вт
Оптика	Подвижный телескоп (3D-сканатор)
Скорость построения	До 30 см <sup>2</sup> /час (в зависимости от материала и режима построения)
Диаметр луча в фокусе	80–200 мкм
Толщина слоя	20–100 мкм, шаг 1 мкм
Среднее потребление газа	2 л/мин (Аргон)
Среднее потребление газа при очистке камеры	10 л/мин (Аргон)
Метод очистки камеры	Предварительное вакуумирование
Размер (ДхШхВ)	2450×1550×1930
Вес (без порошка/с порошком)	1200/1500

Оборудования для исследования микроструктуры и пористости

Исследование микроструктуры производилось на поперечных шлифах.

Для получения шлифов использовался комбинированный станок для

автоматической и ручной резки Struers Discotom-6. Горячая запрессовка полученных образцов проводилась с помощью автоматического электрогидравлического пресса Struers CitoPress – 20. Шлифовка и полировка образцов осуществлялись на автоматической шлифовально-полировальной системе Struers Tegramin-30.

Морфологический анализ смеси порошков и исследование микроструктуры проведено на металлургическом инвертированном микроскопе Olympus GX-51. Микроскоп оснащен цифровой камерой Altra 20 (разрешение 2 МП; глубина цвета 10 бит), обработка изображений проведена в системе автоматизированного анализа изображений «SIAMS Photolab».

Исследование пористости проведено с использованием метрологического компьютерного томографа GE v|tome|x m300 с двумя рентгеновскими трубками для контроля линейных размеров с точностью до 10 мкм.

### 1.3. Оборудование для механических испытаний

Испытания на микротвердость и растяжение были проведены для изучения механических свойств коррозионностойкой стали ПР-03X17Н12М2, а также композитов ПР-03X17Н12М2-1TiC и ПР-03X17Н12М2-3TiC. Микротвердость измеряли при давлении 500 г со временем выдержки 15 с. Для каждого образца было протестировано 15 углублений. Испытание на растяжение проводилось при комнатной температуре со скоростью деформации  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$  с использованием универсальной машины для испытания на растяжение Zwick/Roell Z100. Для каждого полученного типа микроструктуры было испытано 3 образца на растяжение.

## 2. Результаты исследований

### 2.1. Выращивание образцов

Для определения влияния основных параметров выращивания проведен полнофакторный эксперимент с варьированием мощности лазерного излучения, скорости перемещения лазерного луча по

обрабатываемой поверхности и шага штриховки лазерным излучением площади слоя. Высота слоя выбрана постоянной, и составила 30 мкм. Такая высота слоя обеспечивает оптимальное соотношение точности и производительности процесса выращивания. Значения технологических параметров, таких как скорость и мощность рассчитаны, в соответствии с методикой, описанной в [5].

Требуемое значение удельной энергии  $E$  [5], на используемом оборудовании для СЛП можно обеспечить через задание значений параметров процесса. Удельная энергия через параметры СЛП выражается в следующем виде [6]:

$$E = \frac{P}{L \cdot h \cdot v} , \quad (1)$$

где  $P$  [Вт]—мощность лазера,  $L$  [мм]—толщина слоя,  $h$  [мм]—расстояние штриховки (т.е. расстояние между центрами единичных дорожек расплава), а  $v$  (мм/сек)—скорость лазерного сканирования для лазеров, работающих в непрерывном режиме.

Шаг штриховки зависит от нескольких факторов. Форма ванны расплава и её размеры, и как следствие – форма и размеры единичной застывшей дорожки, определяются диаметром лазерного пятна на порошковом слое, значениями мощности лазерного излучения и скорости перемещения лазерного луча. Шаг штриховки должен обеспечить достаточное перекрытие соседних единичных дорожек, чтобы не возникало непроплава между ними, а также сплавление с предыдущим слоем или подложкой. В то же время, чрезмерное перекрытие или кинжальное проплавление приводит к повторному циклическому нагреву и охлаждению перекрывающихся зон, что снижает механические свойства материала, а также снижает производительность процесса. Для начальных экспериментов рекомендуется выбирать шаг штриховки в пределах от 0,7 до 1,5 диаметра пятна лазерного луча. Так как диаметр пятна в фокусе составляет 80 мкм, предельные значения шага составят 56 и 120 мкм соответственно. Высота

слоя будет постоянной и составит 30 мкм, так как это значение является оптимальным с точки зрения точности и производительности для используемой установки. Значения мощности установлены от 200 до 240 Вт. Варьируя удельную энергию от минимального значения к максимальному по формуле (1) была рассчитана недостающая скорость процесса. Все параметры процесса для каждого этапа экспериментов указаны в таблице 2.

Таблица 2

Режимы выращивания

№	Мощность P, Вт	Высота слоя L, мм	Шаг штриховки h, мм	Скорость $v$ , мм/сек	Удельная энергия E, Дж/мм <sup>3</sup>
1	200	0,03	0,056	1058	112,52
2	200	0,03	0,12	494	112,46
3	200	0,03	0,088	673	112,57
4	200	0,03	0,056	920	129,4
5	200	0,03	0,12	429	129,5
6	200	0,03	0,088	586	129,28
7	200	0,03	0,056	814	146,25
8	200	0,03	0,12	380	146,2
9	200	0,03	0,088	518	146,25
10	220	0,03	0,056	1245	105,18
11	220	0,03	0,12	581	105,18
12	220	0,03	0,088	792	105,22
13	220	0,03	0,056	1058	123,77
14	220	0,03	0,12	494	123,71
15	220	0,03	0,088	673	123,82
16	220	0,03	0,056	920	142,34
17	220	0,03	0,12	429	142,45
18	220	0,03	0,088	586	142,21
19	240	0,03	0,056	1245	114,74
20	240	0,03	0,12	581	114,74
21	240	0,03	0,088	792	114,78
22	240	0,03	0,056	1058	135,03
23	240	0,03	0,12	494	134,95
24	240	0,03	0,088	673	135,08

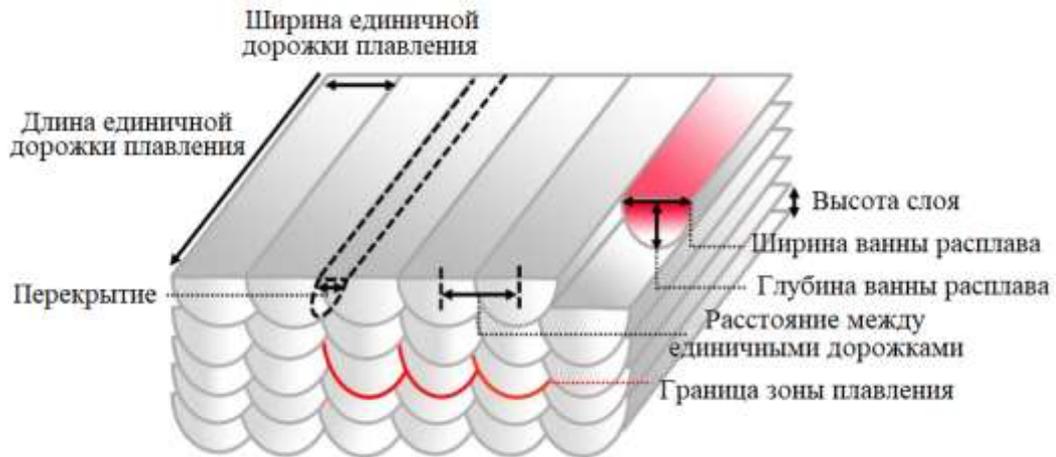


Рис. 3 – Схема процесса селективного лазерного плавления и основные параметры обработки

В данной работе не проводился анализ влияния стратегии сканирования на свойства образцов, так как этот вопрос хорошо изучен, а результаты представлены в большом количестве работ [7–10]. При изготовлении опытных образцов выбрана многонаправленная стратегия сканирования лазерным излучением с разбиением сечения на элементарные квадратные ячейки в шахматном порядке, обеспечивающая наилучшие свойства, наименьший уровень остаточных напряжений и снижение анизотропии свойств. Сканирование в рамках одного слоя осуществляется в два этапа, сначала последовательно все ячейки с параллельными векторами, затем последовательно оставшиеся ячейки. В следующем слое сетка разбивки на ячейки смещается по двум осям на величину равную половине размера одной элементарной ячейки и поворачивается на угол в  $67^\circ$  против (рисунок 4).

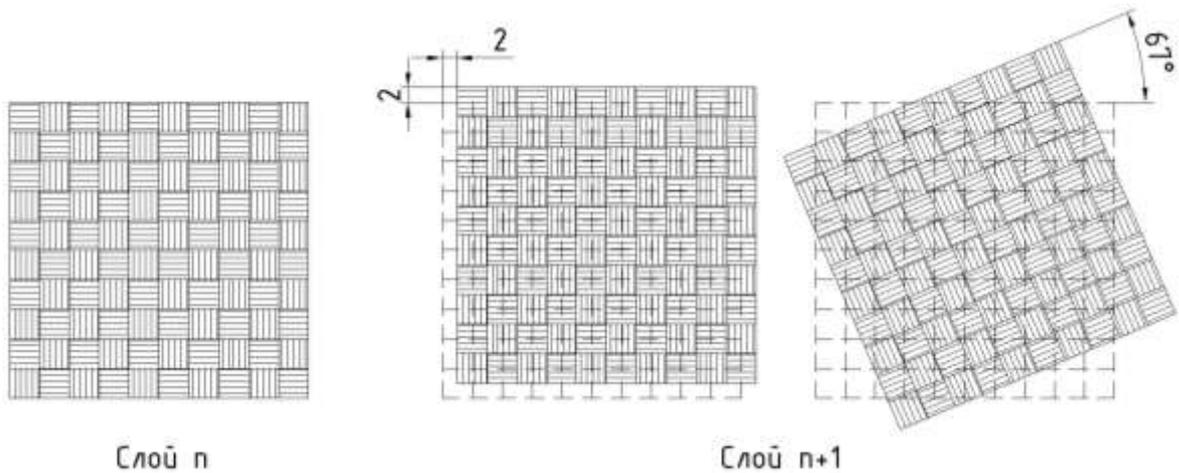


Рис. 4 – Многонаправленная стратегия сканирования

Анализ полученных результатов показывает, что при низких значениях погонной энергии (высокая скорость, низкая мощность, большой шаг штриховки) пористость выше, так как энергии недостаточно для переплавления объёма порошкового материала (рисунок 5а). Увеличение мощности, снижение скорости и уменьшение шага штриховки приводит к увеличению удельной энергии и, как следствие, снижению пористости. Однако большие значения удельной энергии приводят к возникновению др и непроплавов, вызванных выплесками перегретого жидкого металла. После первой серии экспериментов было сужено окно параметров по минимальному наличию пор. После дополнительной серии экспериментов выбран режим, обеспечивший наименьшее значение пористости – 0,18 % (Рисунок 5б).

Таблица 3

Оптимальный режимы выращивания

№	Мощность P, Вт	Высота слоя L, мм	Шаг штриховки h, мм	Скорость v, мм/сек
1	220	0,03	0,088	850

На оптимальном режиме произведено выращивание контрольных образцов из стали и образцов из композиционных смесей.

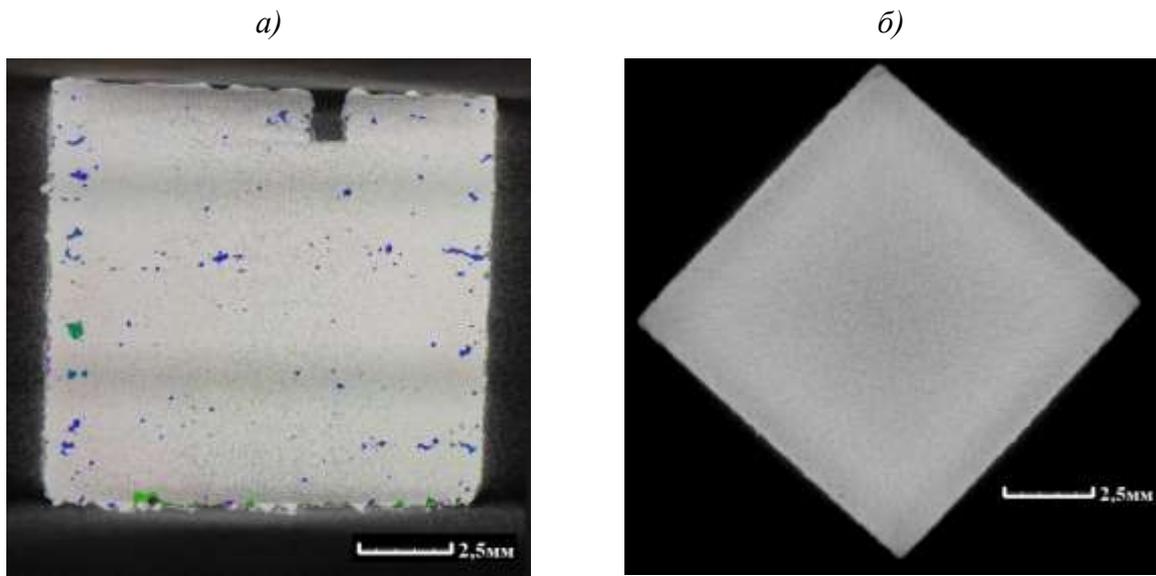


Рис.. 5 – Томограммы сечений образцов на а) неоптимальном режиме с пористостью 2,35% и б) с оптимальным значением технологических параметров с пористостью 0,18%

## 2.2. Исследование микроструктуры

Относительная плотность выращенных образцов чистой стали, стали с добавлением 1 % TiC и 3 % TiC составила 99,82 %, 99,6 % и 99,5 % соответственно. Высокие значения относительной плотности ( $\geq 99,5\%$ ) указывают на то, что наличие пор и иных дефектов сплошности материала были минимальны. На поперечных шлифах выращенных кубических образцов не наблюдалось крупных пор или отсутствия плавления, как показано на рис. 6 (а-в). По фотографиям не просто отличить пору от частицы TiC, однако при наблюдении вживую через микроскоп это возможно. Это наблюдение согласуется с результатами измерения относительной плотности.



Рис. 6 – Оптические микрофотографии, показывающие микроструктуры (а) чистой стали; (б) сталь+1 % TiC; и (в) Сталь+3 % TiC

На изображениях микрошлифов можно наблюдать, что частицы TiC равномерно распределены в стальной матрице.

### 2.3. Механические свойства

Микротвердость чистой стали составляет  $233 \pm 10$  HV. С добавлением 1 % массовой доли частиц TiC микротвердость была увеличена до  $265 \pm 15$  HV. После добавления 3 % массовой доли частиц TiC микротвердость была дополнительно увеличена до  $331 \pm 16$  HV. Можно заключить, что добавление TiC может значительно повысить микротвердость стали.

Прочностные свойства выращенных образцов были измерены с помощью испытаний на одноосное растяжение при комнатной температуре. Количественные результаты обобщены в таблице 2. Можно сделать вывод, что 316L значительно укрепляется с добавлением частиц TiC.

При добавлении 1 % TiC предел текучести был увеличен на 10 % с 526 МПа до 579 МПа, а временный предел прочности был увеличен на 13 % с 625 МПа до 705 МПа. Примечательно, что удлинение с 1 % TiC (32 %) немного превышает удлинение чистой стали (29 %), что означает, что добавление 1 % частиц TiC может повысить прочность без снижения пластичности.

Таблица 2

Результаты механических испытаний

Материал	ПР-03X17H12M2	ПР-03X17H12M2-1TiC	ПР-03X17H12M2-3TiC
Предел текучести (МПа)	$526 \pm 16$	$579 \pm 9$	$731 \pm 14$
Временный предел прочности (МПа)	$625 \pm 20$	$705 \pm 7$	$849 \pm 15$
Относительное удлинение (%)	$32 \pm 2.6$	$29 \pm 2.4$	$21 \pm 2.9$



Рис.. 7 – Томограммы образцов на растяжение: а) чистой стали б) с добавлением 3 % TiC (карбиды титана выглядят как более светлые точки на изображении)

В материаловедении общеизвестно, что упрочнение материалов обычно достигается за счет пластичности. Единственным исключением из этого правила является упрочнение за счет измельчения зерна. Мелкие зерна приводят к увеличению прочностных свойств за счет упрочнения границ зерен и могут способствовать повышению пластичности за счет обеспечения большего количества зерен плоскостями скольжения и направлениями скольжения в направлении максимального напряжения сдвига во время испытаний на растяжение. Хорошая пластичность, сохраняемая при более высокой прочности для стали с добавлением – 1 % TiC, может быть объяснена измельчением зерна

С добавлением 3 % TiC предел текучести был увеличен на 39 % с 526 МПа до 731 МПа, а временный предел прочности был увеличен на 36 % с 625 МПа до 849 МПа, но относительное удлинение было уменьшено с 32 % до 21 %. Несмотря на снижение относительного удлинения, пластичность композита на самом деле все еще очень высока, учитывая ее высокие значения прочности.

## Основные результаты

В результате экспериментальной части работы была разработана технология выращивания изделий из композиционного материала на основе стали и карбида титана методом селективного лазерного плавления. Было достигнуто упрочнения коррозионностойкой стали ПР-03Х17Н12М2 путем добавления 1 мас.% и 3 мас.% микронных частиц TiC с использованием низкоэнергетического шарового смешивания для подготовки порошковой композиции с последующей обработкой методом селективного лазерного плавления. При систематической характеристике микроструктуры и испытаниях на растяжение можно сделать следующие выводы:

1. Порошковая композиция подготавливается простым низкоэнергетическим методом шарового смешивания. Этот метод не изменяет морфологию порошка матрицы и армирующих частиц. Установлено, что частицы TiC равномерно распределены и хорошо связаны со стальной матрицей после процесса селективного лазерного плавления;

2. Добавление армирующих частиц TiC приводит к уменьшению размера зерна матрицы, что положительно сказывается на механических свойствах матрицы;

3. Микротвердость увеличивается с добавлением частиц TiC в стальную матрицу. Значения микротвердости чистой стали ( $233 \pm 10$  HV), стали с добавлением 1 %TiC ( $265 \pm 15$  HV) и стали с добавлением 3 %TiC ( $331 \pm 16$  HV), что может положительно сказаться на износостойкость материала.

4. Предел текучести, предел прочности и относительное удлинение чистой стали (526 МПа, 625 МПа и 32 %), стали с добавлением 1 %TiC (579 МПа, 605 МПа и 29 %) и стали с добавлением 3 %TiC (731 МПа, 849 МПа и 21 %) показывают, что добавление частиц TiC может значительно повысить механические характеристики стали при сохранении хорошей

пластичности. Повышение прочности объясняется измельчением зерна и хорошо связанными частицами TiC.

*Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-31-27001*

#### **Список использованных источников**

1. Лазерные аддитивные технологии в машиностроении: учебное пособие/ А.Г. Григорьянц, И.Н. Шиганов, А.И. Мисюров, Р.С. Третьяков – М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана. 2018. – 280 с.

2. Zhao, Z.; Bai, P.; Guan, R.; Murugadoss, V.; Liu, H.; Wang, X.; Guo, Z. Microstructural evolution and mechanical strengthening mechanism of Mg-3Sn-1Mn-1La alloy after heat treatments. Mater. Sci. Eng. A 2018, 734, 200–209.

3. Zhao, Z.; Li, L.; Bai, P.; Jin, Y.; Wu, L.; Li, J.; Guan, R. The heat treatment influence on the microstructure and hardness of TC4 titanium alloy manufactured by SLM technology. Materials 2018, 11, 13181–131812.

4. Almangour, B.; Grzesiak, D.; Yang, J. Nanocrystalline TiC-reinforced H13 steel matrix nanocomposites fabricated by selective laser melting. Mater. Des. 2016, 96, 150–161.

5. W. Yan, S. Lin, O.L. Kafka, Y. Lian, C. Yu, Z. Liu, J. Yan, S. Wolff, H. Wu, E. Ndip-Agbor, et al., Data-driven multi-scale multi-physics models to derive process–structure–property relationships for additive manufacturing, Comput. Mech. 61 (5) (2018) 521–541.

6. Bassoli, E.; Sola, A.; Celesti, M.; Calcagnile, S.; Cavallini, C. Development of Laser-Based Powder Bed Fusion Process Parameters and Scanning Strategy for New Metal Alloy Grades: A Holistic Method Formulation. Materials 2018, 11, 2356.

7. А. Г. Григорьянц и др. Технологические особенности выращивания камеры сгорания жидкостного ракетного двигателя методом селективного

лазерного плавления из стали AISI 316L. Журнал "Сварочное производство" 20201, №4.

8. Jia, H., Sun, H., Wang, H. et al. Scanning strategy in selective laser melting (SLM): a review. *Int J Adv Manuf Technol* 113, 2413–2435 (2021).

9. R. Rashid, S.H. Masood, D. Ruan, S. Palanisamy, R.A. Rahman Rashid, M. Brandt, Effect of scan strategy on density and metallurgical properties of 17-4PH parts printed by Selective Laser Melting (SLM), *Journal of Materials Processing Technology*, Volume 249, 2017, Pages 502-511.

10. Bandar AlMangour, Dariusz Grzesiak, Jenn-Ming Yang, Scanning strategies for texture and anisotropy tailoring during selective laser melting of TiC/316L stainless steel nanocomposites, *Journal of Alloys and Compounds*, Volume 728, 2017, Pages 424-435.

УДК 621.762

## **Перспективы применения аддитивных технологий для получения керамических материалов**

Качаев А.А.; Чайникова А.С., к.т.н.; Воронов В.А., к.х.н.; Мазалов П.Б.;  
Лебедева Ю.Е., к.т.н.

lab13@viam.ru  
admin@viam.ru

*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов»  
Национального исследовательского центра «Курчатовский институт»  
(НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ)*

### ***Аннотация:***

*Рассмотрены виды аддитивных технологий и перспективы применения их для получения изделий из керамических материалов. Наиболее востребованными для получения деталей сложных конфигураций являются такие аддитивные технологии, как стереолитография, фотоотверждение, струйная печать, двухфотонная полимеризация, послойная 3D-печать путём экструзии «чернил», трехмерная печать, селективное лазерное спекание, селективное лазерное плавление, метод ламинирования, метод послойного наплавления.*

### ***Ключевые слова:***

*аддитивные технологии, керамические материалы, стереолитография, фотоотверждение, струйная печать, селективное лазерное спекание*

Особую роль в модернизации существующих технологий промышленности играют аддитивные технологии (АТ). Аддитивные технологии в настоящее время являются одними из наиболее динамично развивающихся перспективных производственных процессов.

Применение аддитивных технологий во многих случаях обеспечивает большую свободу в выборе конфигурации изделия, что позволяет оптимизировать массовые и функциональные параметры детали за счёт использования сложных конструкций, уменьшения толщины стенок, а также объединения нескольких деталей и изготовления их как единое целое. Немаловажным является существенное уменьшение сроков изготовления первых образцов деталей (на этапе исследований и разработки новых изделий), а также экономия материала.

Интерес к аддитивным технологиям, «непосредственному выращиванию» изделий, в качестве альтернативы традиционным технологическим методам для производства товарной продукции возник в авиации, космической индустрии и энергетическом машиностроении. Мотивацией являлась экономическая целесообразность. Аддитивные технологии в ряде случаев оказываются менее дорогостоящими, чем традиционные технологии, а также предлагают новые возможности при производстве изделий. Например, возможно изготовление деталей или пресс-форм сложной формы, с каналами охлаждения произвольной конфигурации, что невозможно сделать при обычных методах механообработки.

Преимущества аддитивных технологий при получении изделий из керамических материалов:

- отсутствие дополнительной оснастки;
- сокращение в 3–5 раз сроков изготовления деталей;
- сокращение себестоимости изготовления деталей до 25 %;
- снижение трудоемкости процесса изготовления деталей до 30 %;
- сокращение цикла изготовления деталей и процента брака;

- отсутствие необходимости механической обработки керамических изделий;

- изготовление деталей и целых функциональных узлов;

- увеличение коэффициента использования материала до 98 %.

Аддитивные технологии имеют некоторые ограничения и недостатки:

- ограниченная на текущий момент номенклатура материалов;

- необходимость, в ряде случаев, создания поддерживающих конструкций и последующее их удаление у готового изделия;

- размер изготавливаемого изделия ограничен размерами рабочей камеры конкретной установки.

В наши дни удобство аддитивных технологий является подтвержденным фактом. Кроме меньшей цены изготовления изделия, аддитивные технологии позволяют существенно сократить время получения готового продукта. Производство может быть начато сразу же, как только будет завершён этап проектирования. Отпадает необходимость в изготовлении оснасток. Таким образом, время с момента проектирования изделия до получения готовой детали может быть сокращено с нескольких недель до нескольких дней.

Наряду с обширными исследованиями в области трехмерной (3D) печати полимеров и металлов, 3D-печать керамики теперь является последней тенденцией, которая находится в центре внимания. Возможность изготовления керамических компонентов произвольной сложной формы без 3D-печати была чрезвычайно сложной задачей. Получение керамических изделий с геометрической формой, максимально приближенной к финальному изделию, является важным шагом для снижения стоимости таких деталей, так как механическая обработка керамики является дорогостоящим и трудозатратным процессом, зачастую требующим использование алмазных и твердосплавных инструментов. Во многих случаях механическая обработка может составлять до 80 % процентов от

общей стоимости изготовления керамических деталей. Трудности достижения хорошего качества поверхности и точности размеров твёрдых керамических материалов обусловлены не только сильным износом режущего инструмента, но и, возникающими в керамических деталях дефектами, такими как трещины и сколы.

В настоящее время для получения плотных монолитных керамических изделий используется ограниченное количество аддитивных технологий, что связано с большим количеством трудностей, возникающих и при получения изделий из керамики.

В зависимости от вида исходного сырья для печати АТ можно разделить на методы на основе суспензии, порошка и объёмного материала (Таблица 1). Технологии на основе суспензии используют керамические/полимерные смеси, как с различными значениями вязкости в зависимости от содержания керамики – от 30 до 60 об.%).

Таблица 1

3D-технологии получения керамических материалов

Вид исходного сырья	Вид АТ	Сокращенное название АТ
Суспензия	Лазерная стереолитография	СЛА
	Цифровая обработка светом	ЦОС
	Струйное нанесение связующего	СНС
	Робокастинг (послойная 3D-печать путём экструзии «чернил»)	DIW
Порошок	Струйная трехмерная печать	3DP
	Селективное лазерное спекание	SLS
	Селективное лазерное сплавление	СЛС
Твердые материалы	Метод ламинирования	LOM
	Послойное наплавление материала (экструзия полимерной нити)	ЭПН

В качестве исходных материалов для получения керамических изделий могут использоваться порошки, а также возможно использования прекерамических полимеров. Преимущество технологий, использующих прекерамические полимеры, состоит в относительной простоте процесса, что позволяет получать изделия из керамических материалов по технологиям, предназначенным для полимерных материалов. Однако существуют

некоторые технологические сложности, связанные с пиролизом полимерных структур в керамику. Наиболее критичной является большая усадка во время пиролиза прекерамических полимеров, что является следствием образования большого количества газообразных продуктов. Кроме того, большинство прекерамических полимеров позволяют получать керамические материалы только на основе кремния.

Аддитивные технологии для получения керамических изделий можно условно разделить на две группы: прямые и косвенные. В прямых методах исходное сырьё наносится слой за слоем для образования объёмной детали, которая затем обычно проходит стадии выжигания связующего и спекания. Косвенные методы используются для построения форм и шаблонов для литья керамической суспензии.

Рассмотрим технологии, использующие в качестве исходных материалов порошки. Слой порошкового материала наносится на подложку и затем обрабатывается в соответствии с сечением детали путем локального соединения частиц порошка. Затем наносится новый слой порошка и происходит его обработка в соответствии с информацией о следующем сечении детали. В конце полученное изделие находится в толще порошка, из которого оно должно быть извлечено и очищено. Метод, с помощью которого осуществляется соединение частиц в слое, зависит от конкретной используемой технологии. Наиболее распространенным является метод струйного нанесения связующего (Binder Jetting). В данном методе используется сопловая печатающая головка которая наносит связующий жидкий материал на порошковый слой в места, которые соответствуют сечению детали. В некоторых случаях используется стабилизация порошкового слоя путем его орошения водой. Также возможно использование нескольких печатающих головок с целью увеличения скорости печати. В данной технологии также возможно применение прекерамических полимерных порошков. В этом случае возможно получение

«зеленых» изделий с высокой относительной плотностью (около 80 % от теоретической), так как наносимое жидкое связующее вещество частично растворяет прекерамический полимер и связывает частицы порошка друг с другом, заполняя пустоты между ними. Получаемая керамическая деталь после термической обработки все равно имеет остаточную пористость, так как не происходит спекания материала во время процесса изготовления изделия. Технология струйного нанесения связующего, является перспективной для изготовления изделий из керамики, так как она не накладывает ограничений на форму деталей (за исключением закрытой пористости) и их размеры, однако для получения изделий с высокой плотностью необходима последующая обработка заготовки в виде выжигания связующего и спекания.

Возможность использования технологии струйного нанесения связующего для получения изделий сложной формы была продемонстрирована на примере изготовления сопловых лопаток и сектора соплового аппарата газотурбинного двигателя из карбида кремния, упрочненного волокнами SiC (рисунок 1).



Рис. 1 – Сопловые лопатки и сектор соплового аппарата газотурбинного двигателя из карбида кремния с упрочняющими волокнами SiC, полученные с помощью технологии струйного нанесения связующего

Ещё одной из аддитивных технологий для получения керамических изделий является селективное лазерное спекание (Selective Laser Sintering)

порошков. Данная технология по своему принципу похожа на технологию струйного нанесения связующего с отличием в том, что слой порошка в соответствии с сечением детали обрабатывается с помощью лазерного луча. Получение плотной структуры из керамических порошков возможно путем их спекания с помощью лазера либо путем смешивания порошков со связующим веществом (неорганическим либо полимерным), который расплавляется при взаимодействии с лазерным излучением.

Получение плотной структуры путем лазерного спекания керамики затруднено, так как керамические материалы склонны к образованию трещин при резких локальных изменениях температуры. Кроме того, быстрое время взаимодействия лазерного излучения с порошком ограничивает диффузию материала и затрудняет спекание. Связующие вещества, смешанные с порошком, при термическом взаимодействии могут использоваться для придания формы пористым керамическим изделиям.

Ещё одним из способов получения керамических изделий с помощью аддитивных технологий также является лазерная стереолитография. Лазерная стереолитография основана на отверждении жидкого фотополимера с керамическими частицами слой за слоем. Обычно состав суспензии включает в себя раствор мономеров, фотоинициатор и добавки дисперсных керамических порошковых частиц содержанием 40–60 об. %.

В отличие от технологий, использующих порошки, в лазерной стереолитографии материал, окружающий деталь, является жидким и не может выполнять роль поддержек. В связи с этим поддерживающие структуры изготавливаются вместе с изделием и требуют последующего удаления. В связи с тем, что получаемые заготовки имеют высокую плотность и используются мелкодисперсные керамические порошки, с помощью лазерной стереолитографии возможно получение керамических изделий с высокой относительной плотностью после спекания. На рынке

существуют различные технические решения в области получения керамических изделий с помощью лазерной стереолитографии.

Стереолитография также используется для получения пористых керамических изделий для различных применений, в частности, для получения тонкостенных элементов, пользуясь тем, что данная технология обладает высокой точностью построения. С помощью лазерной стереолитографии возможно получение плотных монолитных керамических изделий. Керамические суспензии имеют важное значение: они должны обладать соответствующими реологическими свойствами, включая долгую стабильность и необходимую вязкость, керамические частицы должны быть однородно диспергированы в фотополимеризуемой среде и оставаться стабильными без сильной сегрегации частиц в течение требуемого периода времени (от часов до дней). Нестабильные суспензии с быстрой сегрегацией могут привести к неоднородности материала в изготовленных деталях. Скорость полимеризации снижается с увеличением отношения индексов в результате рассеяния и поглощения света, что хуже для частиц большего размера. Это приводит к тому, что лазерная стереолитография  $\text{SiO}_2$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$  протекает легче, чем для  $\text{ZrO}_2$  и  $\text{SiC}$ . Следовательно, для стереолитографии предпочтительны керамические частицы меньшего размера с лучшими светорассеивающими свойствами.

К прямым аддитивным технологиям для получения керамических изделий относят следующие: прямая струйная печать (Direct inkjet Printing), экструзия строжней и волокон, включающая робокастинг (Robocasting, Direct Ink Writing) и послойное наплавление материала или экструзия полимерной нити (Fused Deposition Modelling, FDM).

В прямой струйной печати используется керамическая суспензия, которая в виде отдельных капель наносится с помощью печатной головки. Керамическая суспензия состоит из керамических частиц (около 30%), находящихся в жидкости, в которой содержатся различные добавки для

стабилизации суспензии, оптимизации вязкости и поверхностного натяжения. Для того, чтобы частицы керамики могли проходить через форсунки печатающей головки, их размер обычно находится в субмикронном диапазоне с узким распределением по размеру. С помощью технологии прямой струйной печати возможно получение сложных структур с высокой плотностью из различных оксидных и безоксидных керамик. Недостатком является необходимость приготовления суспензии и ограничения по размерам изготавливаемых деталей. Получение монолитных изделий с помощью данных технологий имеет ряд сложностей. В частности, в случае использования исходных компонентов с большим количеством полимерного связующего (например, в FDM), его удаление может быть затруднено.

Научно-технический задел НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ в области разработки керамических изделий с применением аддитивных технологий:

– экспериментальные исследования по разработке оксидных и бескислородных керамических порошков, фотоотверждаемых полимерных связующих и высокореактивных керамических паст на их основе, для изготовления керамических изделий методом стереолитографии (СЛА);

– экспериментальные исследования по разработке филаментов с содержанием керамического наполнителя не менее 50 масс. % для изготовления керамических изделий методом наплавления (ЭПН);

– экспериментальные исследования по разработке состава исходных порошков для изготовления «зеленых» заготовок методом лазерного спекания с последующей инфльтрацией предкерамическими полимерами и пиролизом для изготовления плотных керамических изделий.

Для развития аддитивных технологий получения керамических материалов в России необходимы:

- разработка отечественных полимерных связующих для керамических суспензий и паст;
- разработка отечественных керамических порошков, удовлетворяющих требованиям аддитивных технологий по гранулометрическому составу, морфологии частиц и фазовому составу;
- разработка суспензий и паст на основе отечественных порошков и полимерных связующих;
- разработка отечественного оборудования для изготовления керамики с применением АТ, не уступающего по технологическим параметрам зарубежным аналогам;
- разработка технологий получения изделий сложной формы из керамических материалов методом АТ.

#### **Список использованных источников**

1. Scheithauer U., Schwarzer E., Richter H.-J., Moritz T. Thermoplastic 3D Printing—An Additive Manufacturing Method for Producing Dense Ceramics // *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 2014. P. 1–6.
2. Zhangwei Chen, Ziyong Li, Junjie Li, Chengbo Liu, Changshi Lao, Yuelong Fu, Changyong Liu, Yang Li, Pei Wang, Yi He / 3D printing of ceramics: A review // *Journal of the European Ceramic Society*, 2019, V.39, p. 661–687.
3. Deckers J., Vleugels J., Kruth J.-P. Additive Manufacturing of Ceramics: A Review // *Journal of Ceramic Science Technology*. 2014. № 05. Vol. 04. P. 245–260.
4. Li Yang, Hadi Miyanaji Ceramic additive manufacturing: a review of current status and challenges.
5. Uriondo A., Esperon-Miguez M., Perinpanayagam S. The present and future of additive manufacturing in the aerospace sector: A review of important aspects // *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part G: Journal of Aerospace Engineering*. 2015. Vol. 229. №. 11. P. 2132-2147.

6. Seifi H. et al. Design optimization and additive manufacturing of nodes in gridshell structures //Engineering Structures. 2018. Vol. 160. P. 161–170.

7. Caputo D. et al. The role of materials and products characterization in the additive manufacturing industry //Research and Technologies for Society and Industry (RTSI). IEEE 3rd International Forum on. 2017. С. 1–5.

8. Frazier W.E. Metal Additive Manufacturing: A Review // Journal of Materials Engineering and Performance. 2014. 23(6). P. 1917–1928.

9. Zocca, A., Colombo, P., Gomes, C. M., & Günster, J. Additive manufacturing of ceramics: issues, potentialities, and opportunities // Journal of the American Ceramic Society. 2015. № 98. Vol. 7. P. 1983–2001.

УДК 621.791.9

**Влияние реологических свойств частично-кристаллических полимеров на качество их печати способом FDM**

Кондрашов С.В., д.т.н.; Ларионов С.А.; Гуров Д.С.; Мельников А.А., к.т.н.;  
Гусева М.А., к.х.н.

admin@viam.ru

*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов»  
Национального исследовательского центра «Курчатовский институт»  
(НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ)*

***Аннотация:***

*Представлены результаты исследования влияния реологических свойств расплава полиэтилена на формоустойчивость детали, полученной способом послойного наплавления.*

***Ключевые слова:***

*FDM, полиэтилен высокого давления, Nafen*

## Введение

Полимерные материалы широко применяются в различных отраслях машиностроения, в том числе в авиационной, космической технике, автомобиле- и судостроении, атомной энергетике и медицине, благодаря уникальному сочетанию эксплуатационных и технологических свойств [1–4], возможности придания им различных функциональных свойств [5–7].

В настоящее время при производстве новых изделий в авиастроении, машино- и приборостроении наряду с традиционными методами переработки термопластов, такими как литье под давлением и экструзия, быстрыми темпами развиваются аддитивные технологии (АТ) переработки, обеспечивающие сокращение продолжительности технологической подготовки производства [9–12].

Одним из наиболее распространенных методов аддитивной переработки термопластичных материалов является послойная укладка расплавленной полимерной нити (fused deposition modeling – FDM) [11–13]. Схема процесса FDM приведена на рис. 1.

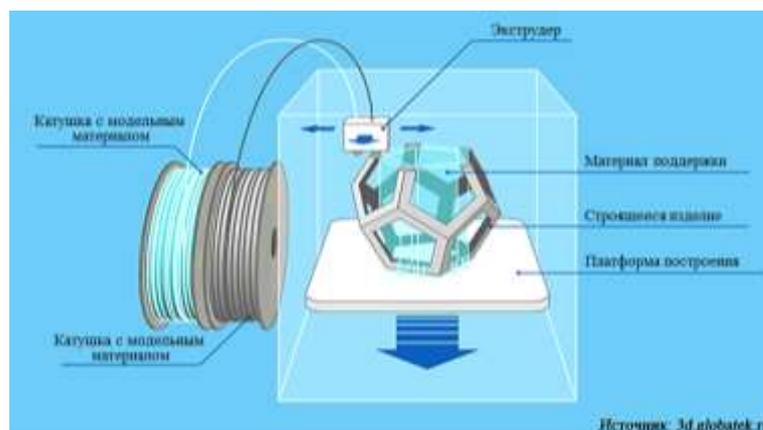


Рис. 1 – Схема процесса послойной укладки расплавленной полимерной нити (FDM)

Термопластичная полимерная нить (филамент (filament)) подается в экструзионную головку 3D-принтера, в которой нагревается до текучего состояния и выдавливается через сопло, которое движется по заданной

траектории, на неподвижное основание. После завершения укладки слоя, стол опускается и процесс начинается вновь. При этом послойную ориентацию укладки расплавленной полимерной нити (нить расплава (raster)) можно изменять в соответствии с выбранным алгоритмом, регулируя анизотропию свойств в конечном изделии или прототипе. Благодаря низкой стоимости и высокому уровню функциональных возможностей FDM-принтеры и расходные материалы для них в настоящее время являются наиболее востребованными на рынке аддитивных технологий.

Если 7–10 лет назад FDM-печать рассматривалась как способ для прототипирования конструкций или изготовления жертвенной оснастки, то в настоящее время общемировой тенденцией становится увеличение доли конечных изделий из пластмасс, изготовленных по данной технологии.

Фактором, который сдерживает широкое промышленное применение данного способа и ограничивает тип используемой полимерной матрицы, является коробление изделия и изменение его геометрических размеров в ходе FDM-процесса [14].

Одной из причин, вызывающей коробление деталей являются термоупругие напряжения, которые возникают при охлаждении дорожки расплава от температуры стеклования до температуры рабочей камеры 3D-принтера. Источником этих напряжений являются неравномерное остывание внешних и внутренних слоёв расплава [15], а также градиент температур между наносимым и нижележащими слоями [16, 17]. При этом считается, что напряжения, возникающие при остывании расплава от температуры экструзии до температуры стеклования пренебрежимо малы [18]. Данное предположение с достаточной точностью описывает коробление деталей из аморфных термопластов АБС [18] и позволяет объяснить основные закономерности влияния технологических параметров печати на формоустойчивость [19]. Однако, термообработка напечатанных полиолефинов при температурах, обеспечивающих протекание

релаксационных процессов, практически не влияет на величину коробления [20], что показывает наличие других механизмов, вызывающих усадку полиэтилена.

В случае использования для FDM-печати частично-кристаллических полимеров изменение объема при кристаллизации служит важным фактором, вызывающим изменение формы напечатанного образца [21, 22]. В ходе неизотермической кристаллизации при остывании расплава степень кристалличности зависит от температурных условий формирования полимерной матрицы [23]. При синтезе детали способом FDM-печати температура формирования слоев различается по высоте образца, что ведет к изменению степени кристалличности, а, следовательно, и усадки выше и ниже лежащих слоёв.

Для корректного расчёта коробления деталей, изготовленных способом FDM во внимание также должны быть приняты теплофизические и вязкоупругие свойства полимерной матрицы [24].

Связь между вязкоупругими свойствами материала и его усадкой в ходе его печати способом FDM была подчеркнута в работе [25]. Авторы работы [26] считают реологические свойства ключевыми для обеспечения высокого качества FDM-печати.

Данная работа посвящена исследованию влияния реологических свойств расплава полиэтилена на формоустойчивость детали, полученной способом послойного наплавления. Актуальность этой задачи связана с предварительной оценкой возможности переработки полимерного материала данным способом на основе анализа его реологических свойств.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 10. «Энергоэффективные, ресурсосберегающие и аддитивные технологии получения деталей, полуфабрикатов и конструкций» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [27].

## Материалы и методы исследований

В качестве исходных материалов был выбран полиэтилен высокого давления ПВД 158 03-020 и сополимер этилена/гексен-1.

Для модификации полимерной матрицы использовали нативные и функционализированные олеиновой кислотой нанокристаллические волокна оксида алюминия марки «Nafen». Микроскопический анализ показал (рис. 2) что волокна агрегированы в нити, ширина которых лежит в интервале от 0,5 до 8 мм (рис. 2а). Нити легко расщепляются с образованием агрегатов нановолокон с продольными трещинами между ними (рис. 2а). В агрегатах волокна изгибаются и переплетаются (рис. 2 б, в, г). Толщина отдельных волокон оксида алюминия и их агрегатов лежит в диапазоне от 10,8 до 40,6 нм (рис. 1 в, г).

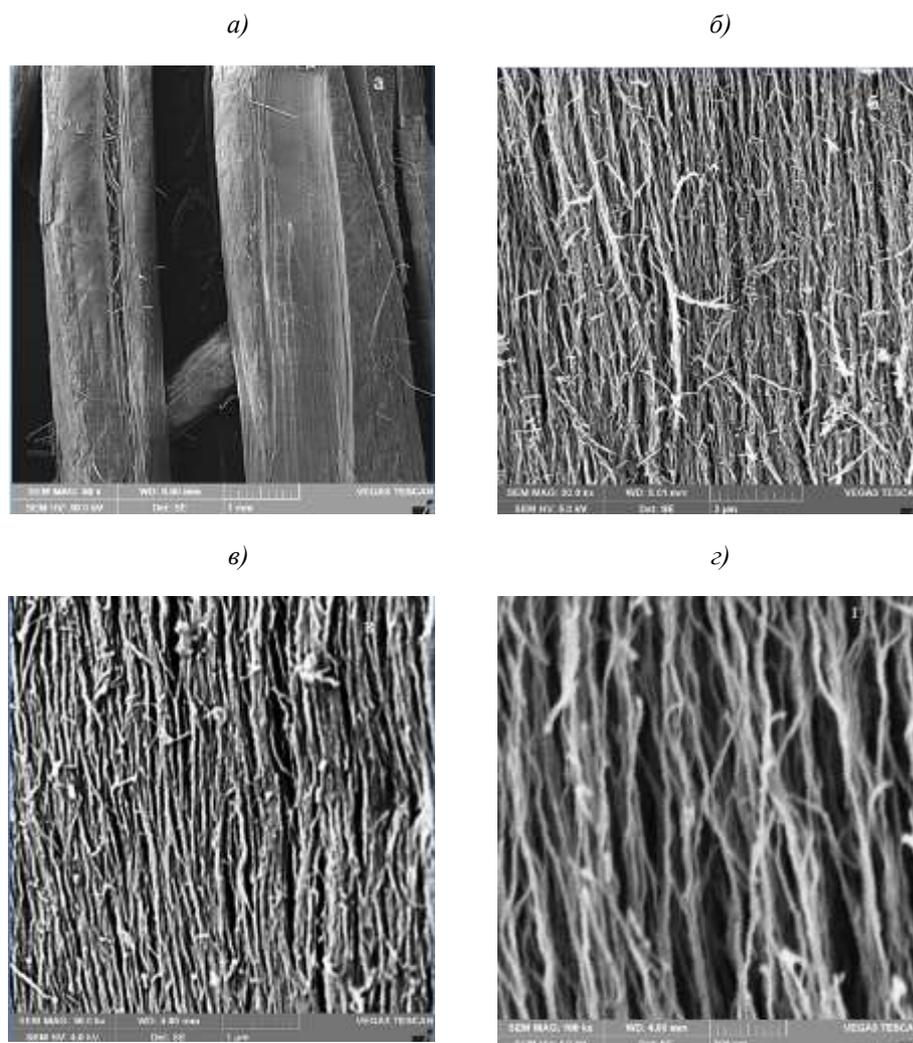


Рис. 2 – Микроструктура поверхностей нитей (а) и нано кристаллических волокон (б, в, г) Nafen ( $Al_2O_3$ ) с различным увеличением.: а)  $\times 50$ ; б)  $\times 30.000$ ; в)  $\times 50.000$ ; г)  $\times 100.000$

Для приготовления нанокompозитов были использован ряд способов.

В первом варианте модификацию полимерной матрицы проводили «*insitu*», путем сополимеризации этилена и гексена-1 на каталитической системе «*rac*-Et (2-MeInd)<sub>2</sub>ZrMe<sub>2</sub> + изобутилалюмоксан» в присутствии аппретированных нановолокон Nafen(γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) в виде дисперсий. Функционализация поверхности наночастиц с помощью аппретов, в частности органосиланов, позволяет обеспечить агрегативную устойчивость нанодисперсий и совместимость неорганического наполнителя с полимерной матрицей, как это происходит в «классических» полимерных композиционных материалах. В качестве аппретов использовали триэтоксипропилсилан (OS) и алилсиланом (AllylS). Подробно метод синтеза и свойства нанокompозитов описаны в [28]. Филамент экструдировали с использованием микрокомпаундера «НААКЕ Minilab».

По второму способу функционализацию нановолокна осуществляли путем смешения оксида алюминия с поверхностно-активным веществом (ПАВ), в котором присутствовали функциональные группы олеиновой кислоты. В качестве ПАВ использовали стабилизированный раствор олеата калия (ОК). Ион калия удалялся с помощью промывки суспензии 70 % раствором уксусной кислоты (рис. 3).

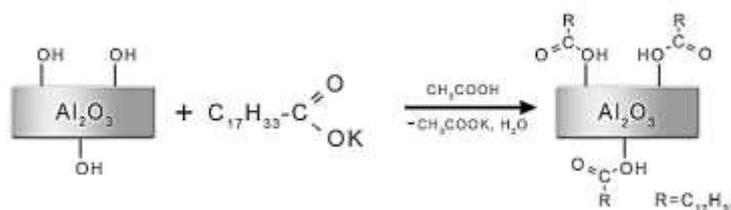


Рис. 3 – Схема функционализации волокон Nafen олеиновой кислотой

Для функционализации волокон, их диспергировали в водном растворе олеата калия с использованием погружного УЗ диспергатора, после добавления в полученную суспензию 70 % уксусной кислоты и повторного диспергирования гидрофобизированные частицы нановолокна были отфильтрованы при помощи воронки Бюхнера с бумажным фильтром, затем

просушены в сушильном шкафу Binder FD-115 в течение 4 ч при температуре  $(80 \pm 10) ^\circ\text{C}$  до постоянного веса.

Наконец модификацию ПВД 15803-020 проводили с использованием предварительно измельченного волокна Nafen.

Смешение гранулированного ПВД 15803-020 и нановолокна Nafen (функционализированного и нативного) проводилось в двухшнековом экструдере Rheoskam (Scamex, Франция) при температуре  $190\text{--}210 ^\circ\text{C}$ . Полученный экструдат композиционного материала подвергались грануляции на приемно-гранулирующем устройстве. Гранулированная смесь исходных компонентов повторно перерабатывалась в двухшнековом экструдере в филамент толщиной  $1,7 \pm 0,1$  мм при температуре  $190\text{--}210 ^\circ\text{C}$ .

Образцы для исследований были изготовлены в виде лопаток (ГОСТ 33693-2015) на 3D-принтере MagnumCreative 2 SW (Magnum, Россия) при температурах сопла экструдера  $200$  и  $260 ^\circ\text{C}$ . Температура рабочего стола  $40 ^\circ\text{C}$ . Использовали сопло  $0,6$  мм, скорость печати составляла  $15$  мм/с. Ориентация нитей расплава  $\pm 45^\circ$ . Состав и режимы изготовления исследуемых образцов приведены в таблице 1.

Таблица 1

Состав и режимы изготовления образцов

№	Матрица	Аппрет волокна Nafen	Концентрация волокон, % масс.	Температура сопла принтера, $^\circ\text{C}$
1	ПВД 15803-020	-	-	200
2	ПВД 15803-020	-	-	260
3	ПВД 15803-020	-	15	260
4	ПВД 15803-020	OK	15	260
5	Этилен/ гексен-1	OS	0,76	260
6	Этилен/ гексен-1	AllylS	0,76	260

Прочность напечатанных образцов при растяжении и их относительную деформацию определяли по ГОСТ Р 56800–2015 на разрывной машине ИР 5040-5. Скорость растяжения составляла 20 мм/мин.

Температурные режимы изготовления полимерных деталей методом аддитивных технологий АТ (послойное наплавление полимерной матрицы способом FDM или SLS) и способом литья под давлением существенно отличаются. Если во втором случае после впрыска в форму расплава следует его охлаждение с контролируемой скоростью, то в случае 3D-печати после быстрого охлаждения расплава, уже остывшая часть детали подвергается ряду повторных нагревов выше температуры плавления при наплавлении последующих слоев. Так как, режим повторных циклов нагрев-охлаждение отличается как от первоначального цикла нанесения матрицы из сопла, так и друг от друга, то естественно ожидать, что степень кристалличности как и реологические свойства будут различаться по толщине детали. Исходя из этого, в работе исследовали термофизические и структурные характеристики тонких однослойных пленок, экструдированных из сопла 3D-принтера на «холодный» рабочий стол ( $T=40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), полученных в условиях минимального дополнительного теплового воздействия.

Степень кристалличности образцов из полиэтилена исследовали методом рентгеноструктурного анализа. Регистрация дифрактограмм выполнена с применением дифрактометра Empyrean в монохроматическом  $\text{CuK}_{\alpha}$ -излучении (на длине волны 0,15418 нм), в диапазоне углов  $2\theta = 15\text{--}100$  градусов с шагом  $\Delta 2\theta = 0,016$  градусов и выдержкой 50 с. Расшифровка дифрактограмм проведена с применением специализированной программы High Score и базы данных PDF-2. Количественное содержание фаз и периоды решетки определены с применением полнопрофильного метода Ритвельда.

Реологические исследования расплавов нанокompозита проводили с использованием реометра AR 2000 ex в осциляционном режиме измерений. Измерения модулей накопления и потерь ( $G'$ ,  $G''$ ), а также тангенса угла механических потерь ( $\text{tg}\delta$ ) проводили при динамическом нагреве образцов с постоянной скоростью  $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{мин}$  в диапазоне температур от 100 до  $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Зависимости реологических характеристик от частоты получали в условиях испытаний при частотах от 0,1 до 100 рад/с и температурах от 80 до 180 °С.

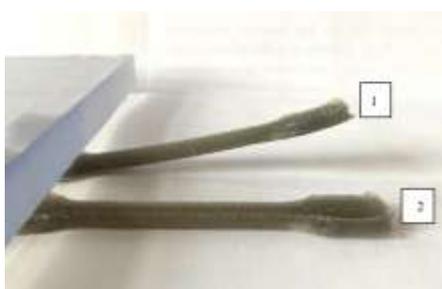
ДСК анализ образцов проводили с использованием прибора Metler Toledo DSC-1. Образцы прогревали на воздухе со скоростью нагрева 10 °С/мин до температуры 200 °С, затем охлаждали их, и вновь подвергали нагреву по аналогичному режиму.

### Экспериментальные результаты и обсуждение

На рис. 4 приведены фотографии изготовленных образцов. В экспериментах у напечатанных образцов наблюдались два типа дефектов: коробление и искажение формы контура детали. Коробление (h) характеризовали максимальной величиной отклонения нижней плоскости детали от плоскости рабочего стола. Формоустойчивость оценивали визуально по трехбалльной шкале (1 – максимальное искажение контура).



Образец 1



Сравнение коробления образцов № 1 и № 2



Образец №3



Образец № 4



Образец № 5



Образец № 6

Рис. 4 – Фотографии полученных образцов.

Полученные результаты приведены в таблице 2.

Свойства напечатанных образцов

Образец №	Коробление h, (мм)	Искажение формы, (балл)	Прочность, МПа	Относительное удлинение, %
1	1,9±0,81	1	9,3±1,12	165±24,5
2	0,26±0,08	1	8,6± 1,52	202±31,7
3	0,24±0,06	2	6,33±0,86	52±7,2
4	0,15±0,03	3	8,2±0,45	198±18,1
5	1,4±0,75	3	19,75±1,76	482±30,1
6	0,09±0,04	2	5,12±1,32	86,9±19,44

Как видно из представленных результатов состав образцов и температура сопла принтера оказывают существенное влияние на качество печати и физико-механические характеристики образцов.

Ожидается, что наиболее высокое коробление и искажение формы наблюдается для образцов исходного (не модифицированного) полиэтилена напечатанного при температуре сопла принтера 200 °С. Повышение температуры сопла до 260 °С приводит к существенному уменьшению коробления с 1,9 до 0,26 мм. Следует отметить, что повышение температуры экструзии нити расплава приводит к повышению относительного удлинения на 20% при практически неизменной прочности. Однако, формоустойчивость образца остается практически неизменной. Добавление нативного волокна Nafen в расплав позволяет уменьшить эффект искажения контура детали, но при этом наблюдается существенное снижение физико-механических характеристик, что вероятно связано с образованием агрегатов из нановолокна, играющих роль концентратора напряжений. Наконец, использование в качестве модификатора нановолокна, аппретированного олеиновой кислотой, позволяет печатать детали из модифицированного полиэтилена с высоким качеством печати, повысить относительное

удлинение на 20 % по сравнению с исходным материалом без уменьшения прочности.

Существенного увеличения физико-механических характеристик напечатанных образцов можно достигнуть, используя нанокompозиты сополимера этилена с гексен-1. При этом, вероятно, крайне важным становится выбор аппарата для нановолокна.

На рис. 5 и в таблице 3 приведены результаты теплофизических исследований образцов №№ 1–4.

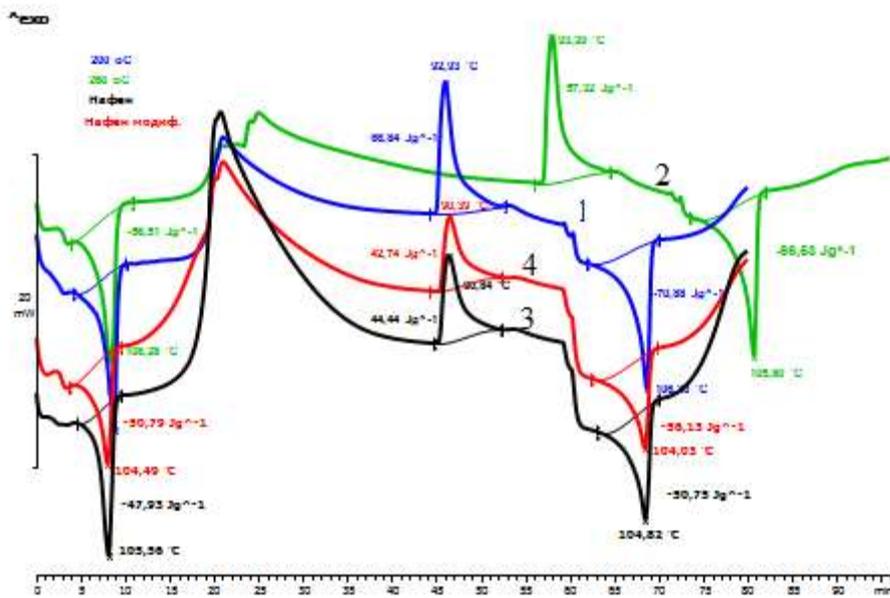


Рис. 5 – ДСК кривые циклов нагрев-охлаждение нагрев для образцов №№ 1–4

Таблица 3

Теплофизические характеристики образцов

Образец. №	$T_{пл\ 1}, ^\circ C^1$	$H_1, Дж/г^2$	$T_{кр}, ^\circ C^3$	$T_{пл\ 2}, ^\circ C^4$	$H_2, Дж/г^5$
1	112,36	62,67	92,93	106,3	71,46
2	108,28	47,89	93,2	105,8	65,4
3	105,5	47,93	90,84	104,82	50,75
4	104,5	50,79	90,39	104,03	56,13

1,4 температуры плавления в первом и втором цикле нагрева, 3-температура кристаллизации, 2,5 тепловой эффект плавления в первом и втором цикле нагрева

Как видно из приведенных данных увеличение температуры экструзии ПЭ с 200 до 260 °С приводит к уменьшению температуры пиков плавления для первого нагрева со 112 до 108 °С. Еще большее снижение температуры плавления (до уровня 104–105 °С) происходит в нанокompозитах полиэтилен/Nafen, что говорит о дефектности кристаллитов, образовавшихся в этих условиях [29]. При повторном нагреве температуры плавления у всех исследованных образцов практически сравниваются.

Повышение температуры сопла, как и модификация полиэтилена нановолокнами, приводит к уменьшению теплового эффекта плавления по сравнению с образцом, напечатанном при температуре 200 °С на 19–24 %, что должно свидетельствовать о снижении их степени кристалличности. Однако, по данным РСА в образцах №№ 1–4 степень кристалличности составляет: 56,85, 60,54, 57,59, 56,28 %.

На всех исследованных образцах перед основным пиком плавления на кривой тепловыделения наблюдаются локальные максимумы, что вероятно связано с протеканием процесса «холодной кристаллизации» [29]. Кроме того, величина тепловыделения при плавлении в ходе повторного нагрева оказывается больше по сравнению с первым циклом. Наблюдаемые эффекты естественно связать с высокой скоростью охлаждения напечатанных плёнок. В этом случае процесс кристаллизации не успевает полностью завершиться до момента возникновения ограничений подвижности макромолекул.

На рис. 6 представлены температурные зависимости вязкости при нагреве напечатанных пленок.

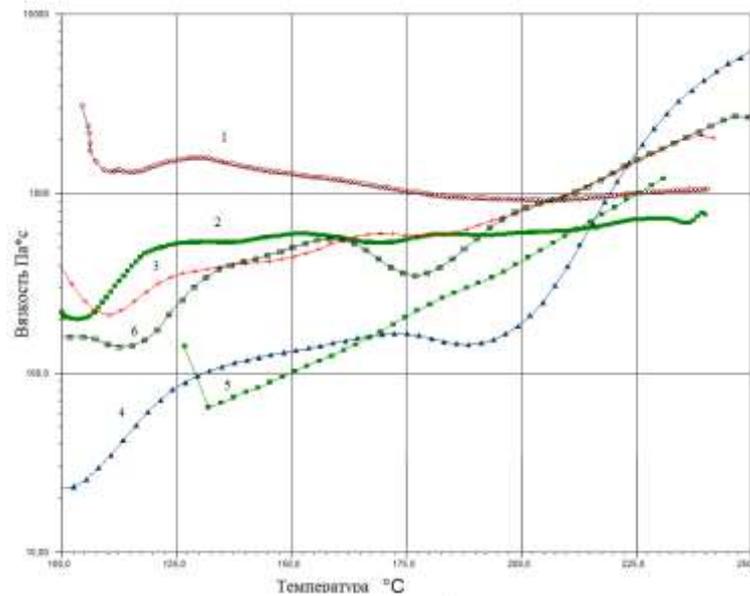


Рис. 6 – Температурные зависимости вязкости для образцов №№ 1–6 при нагреве

Крайне неожиданным является факт возрастания вязкости при увеличении температуры для образцов №№ 2–6. Наиболее вероятное объяснение наблюдаемого эффекта связано с различием времен релаксации исследуемых образцов. Если время охлаждения  $t_{\text{cold}}$  оказывается меньше чем время вязкоупругой релаксации  $\tau_{\text{rel}}$ , то система «замораживается» в состоянии, которое достигнуто к моменту времени  $t_{\text{cold}}$ .

Исходя из данного предположения полиэтилен, модифицированный функционализированными нановолокнами (образец № 4) имеет наибольшее время релаксации. При истекании из сопла происходит ориентация макромолекул, что приводит к уменьшению количества узлов сетки физических зацеплений, а следовательно к уменьшению вязкости. Так как полимерная матрица не успевает релаксировать, то быстрое охлаждение фиксирует это состояние, что объясняет минимальную вязкость системы в начале нагрева. С увеличением температуры происходит релаксация, в ходе которой происходит увеличение количества узлов физической сетки зацеплений и связанное с этим нарастание вязкости. Если после нагрева вновь охладить образец с малой скоростью, то температурная зависимость становится обычной и вязкость увеличивается с понижением температуры

при этом ход температурных зависимостей при нагреве и охлаждении будет различным.

Увеличение относительного удлинения образцов ПВД, модифицированных нановолокном, которое функционализировано олеиновой кислотой, по видимому, связано с возникновением сжимающих напряжений, возникших при «замораживании» ориентированного состояния макромолекул ПВД. При этом предложенный способ модификации и выбранный режим печати («холодный» стол) позволяет избежать коробления образца, что ранее считалось невозможным [20].

Естественно предположить, что образование дефектов связано с усадочными явлениями, возникающими в ходе релаксационных процессов при повторном нагреве застывшей нити расплава. В этом случае цикл нагрев-охлаждение приводит к изменению объёма нити из-за того, что в ходе релаксации изменяется её структура: степень кристалличности, количество узлов сетки зацеплений. При этом, если искажение формы детали связано с абсолютной величиной усадки, то её коробление определяется неравномерностью усадки по толщине детали, которая связана с различием в температуре формирования слоев.

Основной вклад в уменьшение объёма расплава вносит уменьшение свободного объёма при его остывании [29]. Согласно формуле Бачинского [25] величина свободного объёма  $v_{free}$  обратно пропорциональна вязкости полимерной матрицы  $\eta$ .

$$v_{free} = 1/\eta$$

Тогда необратимое повышение вязкости напечатанной дорожки расплава в ходе наплавления последующего слоя будет приводить к необратимому уменьшению её объёма (усадке) и деформации вышележащего слоя.

Если предположить, что искажение контура детали связано с усадкой такого рода, то высокая вязкость расплава обеспечит меньшую усадку и

более высокую стабильность формы образца, полученного в ходе FDM-печати. Это объясняет минимальное искажение формы образцов №№ 4и5.

В рамках предложенного подхода коробление образца определяется зависимостью вязкости от температуры формирующегося слоя. На рис. 7 приведены зависимости обратной вязкости при охлаждении расплава от температуры.

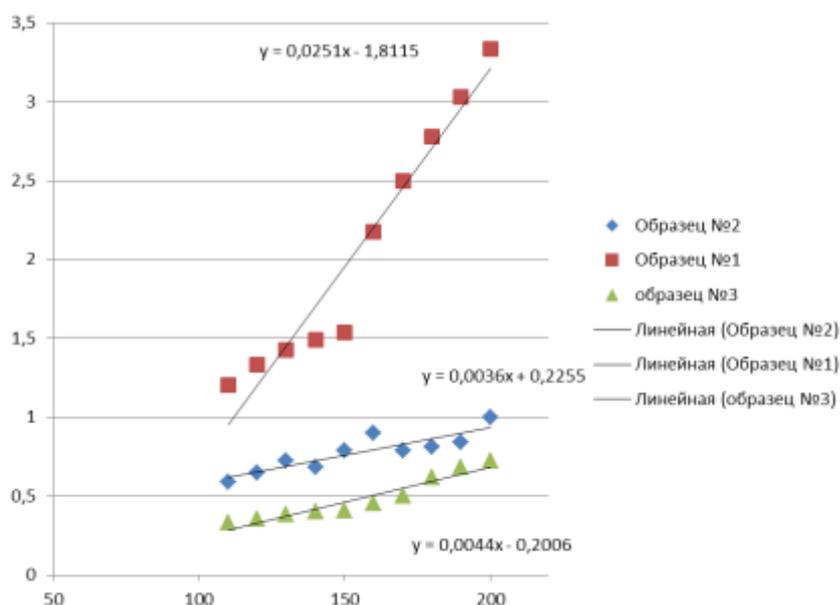


Рис.7 – Зависимость обратной вязкости при охлаждении расплава от температуры

Как видно из приведенного графика, наиболее сильно свободный объем изменяется от температуры для образца № 1, который имеет наиболее сильное коробление.

Из фотографии, представленной на рис. 4, видно, что форма образца №5 не искажается. Величина прогиба составляет 1,4 мм, что сопоставимо с изгибом не модифицированного образца. Однако в этом случае коробление является обратимым и исчезает при термообработке при температуре 90 °С. Это свидетельствует о термоупругой природе напряжений, приводящих к короблению. Стоит отметить, что прочность синтезированного сополимера ( $\sigma=19,75\pm 1,76$ ,  $\epsilon=482\pm 30,1$ ) оказывается существенно выше и приближается к

физико-механическим характеристикам полипропилена, полученного способом FDM печати.

Напротив, качество печати образца № 6 является неудовлетворительным. В детали присутствуют крупные поры, поверхность неровная. В 3,8 раза уменьшается прочность ( $\sigma=5,12\pm 1,32$ ), в 5,6 раз падает удлинение ( $\epsilon=86,9\pm 19,44$ ). Возможной причиной является возрастание вязкости расплава при экструзии из сопла за счет протекания реакций сшивания [28]. Это приводит к отсутствию растекания расплава и как следствие уменьшению адгезии между слоями.

### Выводы

1. Установлено, что экструзия ПВД из сопла принтера на «холодный» стол позволяет получить полимерные матрицы в метастабильном частично ориентированном состоянии. Возможная причина – «замораживание» ориентированного состояния экструдированного материала при условии  $\tau_{rel} > t_{cold}$ , где  $\tau_{rel}$  и  $t_{cold}$  время структурной релаксации материала и время охлаждения расплава.

2. Показано, что аппретирование нановолокон Nafen олеиновой кислотой позволяет напечатать FDM-способом на «холодном» столе качественные образцы с высоким уровнем механических свойств при концентрации наполнителя 15 % вес. Это возможно связано с возникновением сжимающих напряжений, возникших при «замораживании» ориентированного состояния макромолекул ПВД. При этом предложенный способ модификации и выбранный режим печати («холодный» стол) позволяет избежать коробления образца, что ранее считалось невозможным.

3. Исходя из формулы Бачинского об обратной пропорциональности вязкости и свободного объёма полимерной матрицы, сделан вывод о возможности прогнозирования величины усадки на основе исследования реологических характеристик расплава.

4. Показано, что метод *in situ* полимеризации сополимера с аппретированием волокна позволяет получать напечатанные детали с высоким уровнем физико-механических свойств (предел прочности на растяжение и относительные деформации в два раза выше по сравнению с образцами ПВД) и высоким качеством печати при концентрации волокна Nafen на уровне 0,5 % вес. Предлагаемый метод обеспечивает как оптимальное распределение наноразмерного армирующего наполнителя в полимерной матрице так и взаимодействие (нано)наполнитель-матрица. Данный подход перспективен для создания нанокompозитов, обладающих низкой степенью термической усадки, пригодных для переработки методом FDM печати.

*Работа поддержана грантом РФФИ №18-29-03253.*

#### **Список использованных источников**

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., Семенова Л.В., Петрова Г.Н. и др. Полимерные композиционные материалы на термопластичной матрице// Известия высших учебных заведений. Сер.: Химия и химическая технология. 2016. Т. 59. №10. С. 61–71.
3. Каблов Е.Н., Яковлев Н.О., Харитонов Г.М., Мекалина И.В. Особенности релаксационного поведения полимерных стекол на основе полиметилметакрилата и их учет при прочностном расчете авиационного остекления // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2016. №9. С. 2–9.
4. Каблов Е.Н. Тенденции и ориентиры инновационного развития России: сб. науч.-информац. материалов. 3-е изд. М.: ВИАМ, 2015. 720 с.

5. Петрова Г.Н., Ларионов С.А., Платонов М.М., Перфилова Д.Н. Термопластичные материалы нового поколения для авиации // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. № 5. С. 420–436. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-420-436.
6. Кондрашов С.В., Шашкеев К.А., Петрова Г.Н., Мекалина И.В. Полимерные композиционные материалы конструкционного назначения с функциональными свойствами // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. № 5. С. 405–419. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-405-419.
7. Павлюк Б.Ф. Основные направления в области разработки полимерных функциональных материалов // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. № 5. С. 388–392. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-388-392.
8. Бузник В.М. Сверхгидрофобные материалы на основе фторполимеров // *Авиационные материалы и технологии*. 2013. №1. С. 29–34.
9. Huang S.H., Liu P., Mokasdar A., Hou L. Additive manufacturing and its societal impact: a literature review // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2013. Vol. 67. P. 1191–1203. DOI: 10.1007/s00170-012-4558-5.
10. Bikas H., Stavropoulos P., Chryssolouris G. Additive manufacturing methods and modeling approaches: a critical review // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2016. Vol. 83. P. 389–405. DOI: 10.1007/s00170-015-7576-2.
11. 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. Сер.: Химия и химическая технология*. 2017. Т. 60. № 1. С. 87–94.
12. Петрова Г.Н., Ларионов С.А., Сорокин А.Е., Сапего Ю.А. Современные способы переработки термопластов // *Труды ВИАМ: электрон.*

науч.-технич. журн. 2017. № 11 (59). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 14.09.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-11-7-7.

13. Hill N., Naghi M. Deposition direction-dependent failure criteria for fused deposition modeling polycarbonate // Rapid Prototyping Journal. 2014. Vol. 20 (3). P. 221–227. DOI: 10.1108/RPJ-04-2013-0039.

14. Mohamed O. A., Masood S. H., Bhowmik J. L. Optimization of fused deposition modeling process parameters: a review of current research and future prospects //Advances in Manufacturing. 2015. Vol. 3. No. 1. P. 42-53

15. Bähr F., Westkämper E. Correlations between influencing parameters and quality properties of components produced by fused deposition modeling //Procedia Cirp. – 2018. – Т. 72. – С. 1214-1219.

16. Ji L. B., Zhou T. R. Finite element simulation of temperature field in fused deposition modeling //Advanced Materials Research. – Trans Tech Publications Ltd, 2010. – Т. 97. – С. 2585–2588.

17. Armillotta A., Bellotti M., Cavallaro M. Warpage of FDM parts: Experimental tests and analytic model //Robotics and Computer-Integrated Manufacturing – 2018. – Т. 50. – С. 140–152.

18. Wang T. M., Xi J. T., Jin Y. A A model research for prototype warp deformation in the FDM process //The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. – 2007. – Т. 33. – №. 11. – С. 1087–109.

19. Wang T. M., Xi J. T., Jin Y. A A model research for prototype warp deformation in the FDM process //The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. – 2007. – Т. 33. – №. 11. – С. 1087-109.

20. Кондрашов С. В. и др. Влияние режимов получения на структуру и свойства образцов полиэтилена, изготовленных способом FDM-печати // Все материалы. Энциклопедический справочник. – 2021. – №. 2. – С. 30–36.

21. Spoerk M., Holzer C., Gonzalez-Gutierrez J. Material extrusion-based additive manufacturing of polypropylene: A review on how to improve

dimensional inaccuracy and warpage //Journal of Applied Polymer Science. – 2020. – Т. 137. – №. 12. – С. 48545.

22. Vaes D., Van Puyvelde P. Semi-crystalline feedstock for filament-based 3D printing of polymers //Progress in Polymer Science. – 2021. – С. 101411

23. Xu H., Bellehumeur C. T. Thermal residual stress development for semi-crystalline polymers in rotational molding //Polymer Engineering & Science. – 2008. – Т. 48. – №. 2. – С. 283–291.

24. Samy A. A. et al. Prediction of part distortion in Fused Deposition Modelling (FDM) of semi-crystalline polymers via COMSOL: Effect of printing conditions //CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology. – 2021. – Т. 33. – С. 443–453.

25. Fitzharris E. R. et al. Effects of material properties on warpage in fused deposition modeling parts //The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. – 2018. – Т. 95. – №. 5. – С. 2059–2070

26. Bertolino M., Battezzore D., Arrigo R., et al. Designing 3D printable polypropylene: Material and process optimization through reology //Additive Manufacturing. 2021. Vol. 40. P. 101944.

27. 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.

28. Кондрашов С.В., Пыхтин А.А., Мельников А.А., Антюфеева Н.В., Гусева М.А., и др. Синтез и исследование сополимеров этилена с гексен-1, модифицированных аппретированными нановолокнами Nafen  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с повышенной стойкостью к термоокислительной деструкции // Авиационные материалы и технологии (в печати).

29. Справочник химика 21.chem21.info дата обращения 15.09.2021.

30. [http://genphys.phys.msu.ru/rus/lab/mol/Lab208\(2018\).pdf](http://genphys.phys.msu.ru/rus/lab/mol/Lab208(2018).pdf) дата обращения 30.05.2021.

УДК 621.371.399

## **Применение 3D-печати при разработке конструкций, обладающих радиопрозрачными свойствами**

Балашов А.Ю.; Гюльмагомедов Н. Х.; Ермилов А.С.

ABalashov@vpk.npomash.ru; 940@vpk.npomash.ru; 528@vpk.npomash.ru

*АО «ВПК «НПО машиностроения»*

### ***Аннотация:***

*Применяемые для печати ABS пластики обладают достаточно малыми потерями, с возможностью получения варьируемой зависимости диэлектрической проницаемости, делают актуальным развитие технологического направления, связанного с СВЧ техникой, с перспективой создания специализированных принтеров для изготовления СВЧ устройств, антенн и композитных материалов с различными электрическими характеристиками.*

*В работе проведены исследования по измерению диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь образцов ABS пластика при разных значениях степени заполнения. Полученные результаты исследований показали, что ABS пластик может использоваться для производства радиопрозрачных элементов конструкции и антенных систем. Создание диэлектрических структур с переменным показателем диэлектрической проницаемости с помощью 3D-печати может позволить создавать законченные высокотехнологичные изделия СВЧ-диапазона в едином технологическом цикле.*

### ***Ключевые слова:***

*СВЧ диэлектрики, радиопрозрачные материалы, 3D-печать, диэлектрические параметры, степень заполнения*

## 1. Введение

Последние годы характеризуются интенсивным развитием техники сверхвысоких частот и дальнейшим внедрением ее в народное хозяйство, космическую, авиационную и ракетную технику. Эксплуатационные характеристики СВЧ устройств во многом предопределяются свойствами выбранных материалов. Все материалы, используемые при конструировании СВЧ устройств, можно разделить на две группы:

- 1) конструкционные материалы, не имеющие при эксплуатации устройства - взаимодействия с электромагнитным полем,
- 2) материалы, взаимодействующие с электромагнитным полем. Если к материалам первой группы не предъявляются требования в отношении их свойств на СВЧ, то для материалов второй группы эти требования оказываются обязательными.

В обширной группе СВЧ материалов особое место занимают твердые диэлектрики, которые являются одновременно и конструкционными материалами, выполняющими роль механического носителя конструкции, и СВЧ материалами, работающими в электромагнитных полях. Характерным примером могут служить материалы, образующие радиопрозрачные элементы конструкции (радиопрозрачные обтекатели и радиопрозрачные окна), которые являются для антенных систем защитной оболочкой, или материалы, применяемые при изготовлении самих антенных систем.

Распространение СВЧ устройств стало массовым не только в аппаратуре для специальных применений, но и в бытовой радиоэлектронной аппаратуре. В [1] приведены основные области использования СВЧ диэлектриков в современных наиболее распространенных СВЧ устройствах. Отсюда возникла потребность удешевления устройств, в том числе, за счёт использования новых для СВЧ-техники технологий. Например, штамповка антенн, вместо традиционной технологии печатных плат.

В современной литературе все чаще встречаются предложения по использованию технологии 3D-печати при изготовлении СВЧ антенн или радиопрозрачных обтекателей и окон [2]. Проводятся исследования по определению диэлектрических параметров различных типов полимеров, используемых при 3D-печати.

Под диэлектрическими понимаются такие параметры, которыми обладает сам материал как вещество. Для диэлектриков основными параметрами являются тангенс угла диэлектрических потерь  $tg\delta$ , диэлектрическая проницаемость  $\epsilon$  и пробивное напряжение  $U_m$ . Данные параметры оказывают влияние на целевые характеристики СВЧ антенн или радиопрозрачных обтекателей и окон.

В данной статье проведены исследования по определению связи степени заполнения при 3D-печати с диэлектрическими параметрами полимерного материала.

## **2. Применение 3D-печати при изготовлении СВЧ устройств**

Аддитивное производство с использованием 3D-печати включает в себя технологии по созданию объектов за счет нанесения последовательных слоев материала, воссоздающих очертание модели на основе цифрового 3D-образца. Существует масса способов создания объектов аддитивного производства, отличающихся как принципами нанесения, так и материалами формирования объектов. Основные методы представлены в таблице 1 [3].

Таблица 1

Методы и технологии 3D-печати

Метод	Технология	Используемые материалы
Экструзионный	Моделирование методом послойного наплавления (FDM или FFF)	Термопластики (такие как полилактид (PLA), акрилонитрилбутадиенстирол (ABS) и др.)
Проволочный	Производство произвольных форм электронно-лучевой плавкой (EBF3)	Практически любые металлические сплавы
Порошковый	Прямое лазерное спекание металлов (DMLS)	Практически любые металлические сплавы
	Электронно-лучевая плавка (EBM)	Титановые сплавы
	Выборочная лазерная плавка (SLM)	Титановые сплавы, кобальт-хромовые сплавы, нержавеющая сталь, алюминий
	Выборочное тепловое спекание (SHS)	Порошковые термопластики
	Выборочное лазерное спекание (SLS)	Термопластики, металлические порошки, керамические порошки
Струйный	Струйная трехмерная печать(3DP)	Гипс, пластики, металлические порошки, песчаные смеси
Ламинирование	Изготовление объектов методом ламинирования (LOM)	Бумага, металлическая фольга, пластиковая пленка
Полимеризация	Стереолитография (SLA)	Фотополимеры
	Цифровая светодиодная проекция (DLP)	Фотополимеры

Наиболее распространённой и доступной технологией 3D-печати является FDM (англ. Fused deposition modeling) – моделирование послойного наплавления термопластичными материалами. Процесс создания начинается с обработки цифровой 3D-модели, программа делит модель на слои и при необходимости генерирует поддерживающие структуры. Далее изделие формируется путем выдавливания («экструзией») расплавленного термопластика или других композитных материалов из последовательных слоев, застывающих сразу после экструдирования. Пластиковая нить разматывается с катушки и подается в экструдер – устройство, оснащенное механическим приводом для подачи нити, нагревательным элементом для плавки материала и соплом, через которое осуществляется непосредственно

экструзия [4]. Нагревательный элемент служит для нагревания сопла, которое в свою очередь плавит пластиковую нить и подает расплавленный материал на строящуюся модель. Как правило, верхняя часть сопла наоборот охлаждается с помощью вентилятора для создания резкого градиента температур, необходимого для обеспечения плавной подачи материала.

Ассортимент материалов для FDM-печати является самым широким среди других доступных технологий. Для печати используют, как правило, термопластики, либо композитные материалы, содержащие различные добавки. Самыми распространенными являются ABS и PLA пластики. Для проведения исследований был выбран пластик ABS. Характеристики данного материала представлены в [4].

В промышленности пластик уже имеет широкое применение, из него изготавливают детали автомобилей, корпуса крупной бытовой техники, радио- и телеаппаратуры. ABS пластик пригоден для нанесения гальванического покрытия и даже металлизации (некоторые марки), а также для пайки контактов. Стоек к спиртам, воде, растворам солей, маслам, кислотам, не подвержен влиянию микроорганизмов и грибкам.

Применяемые для печати ABS пластики обладают достаточно малыми потерями, с возможностью получения варьируемой зависимости диэлектрической проницаемости, делают актуальным развитие технологического направления, связанного с СВЧ техникой, с перспективой создания специализированных принтеров для изготовления СВЧ устройств, антенн и композитных материалов с различными электрическими характеристиками.

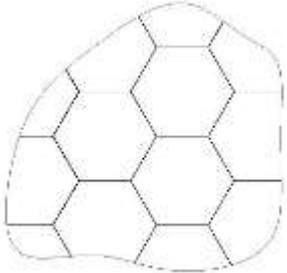
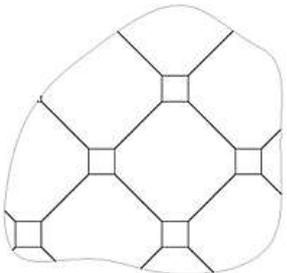
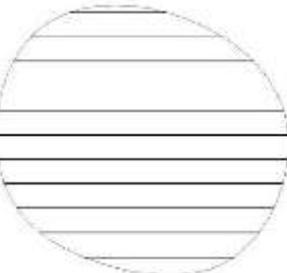
### **3. Измерение диэлектрических параметров ABS пластика**

Для определения зависимости диэлектрических параметров от степени заполнения при 3D-печати проведены исследования по измерению диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь образцов ABS пластика при разных значениях степени заполнения. В

таблице 2 приведены характеристики, принципы и формы наполнения образцов ABS пластика. Образцы представляют собой цилиндр диаметром  $49.7 \pm 0.2$  мм и высотой 9.6 мм.

Таблица 2

Параметры образцов ABS пластика

Принцип нанесения	Форма заполнения	№ образца	Степень заполнения
Сотовый		1	10
		2	17
		3	25
		4	50
Гексагональный		1	10
		2	17
		3	25
		4	50
Линейный		1	10
		2	17
		3	25
		4	50

Существует множество методов измерения диэлектрических параметров, которые варьируются в зависимости от форм и принципов построения измерительных систем, частотных диапазонов измерения. Наиболее точными методами измерения диэлектрических параметров является измерение резонансными методами [5].

Резонансные методы измерения применяются в дециметровом и сантиметровом диапазонах длин волн. Как правило, в дециметровом диапазоне используются коаксиально-полосковые, реже микрополосковые резонаторы, имеющие в этом диапазоне приемлемые габариты и

добротность, а на более коротких волнах – объёмные резонаторы (цилиндрические или прямоугольные). В резонаторах осуществляется более сильное взаимодействие между электромагнитным полем и исследуемым веществом, чем в волноводах, что позволяет повысить чувствительность аппаратуры и измерять параметры материалов с малыми потерями (тангенс угла диэлектрических потерь  $tg \delta$  от  $10^{-2}$  до  $5 \cdot 10^{-5}$ ) [6].

Определение относительной диэлектрической проницаемости  $\epsilon$  заключается в измерении резонансной частоты колебания, возбуждаемого в металлодиэлектрическом резонаторе. Определение тангенса угла диэлектрических потерь  $tg \delta$  заключается в измерении собственной добротности резонатора, и добротности резонатора с образцом.

Измерения проводились на объёмном цилиндрическом резонаторе согласно ГОСТ Р 8.623 «Относительная диэлектрическая проницаемость и тангенс угла диэлектрических потерь твердых диэлектриков. Методики измерений в диапазоне сверхвысоких частот» двумя методами: а) при фиксированной резонансной частоте, б) при фиксированной резонансной длине. Схема измерений представлена на рисунке 1. Цифрами 1-6 на рисунке обозначены: 1 – подвижный поршень резонатора, 2 – исследуемый образец материала, 3 – загрузочное окно резонатора, 4 – полость объёмного резонатора, 5, 6 – фазостабильные кабели, 7 – анализатор спектра.

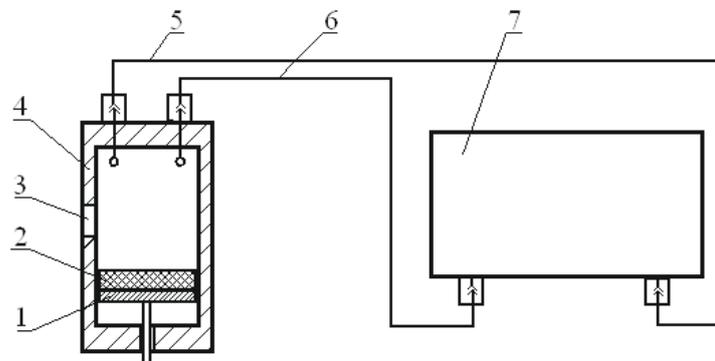


Рис. 1. Схема стенда для измерения диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь

Результаты измерения относительной диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь представлены в таблице 3.

Таблица 3

Диэлектрические параметры образцов ABS пластика

Принцип нанесения	№ образца	Относительная диэлектрическая проницаемость $\epsilon$	Тангенс угла диэлектрических потерь $tg \delta$
Сотовый	1	1,49	0,0023
	2	1,50	0,0021
	3	1,53	0,0024
	4	2,06	0,0035
Гексагональный	1	1,51	0,0023
	2	1,52	0,0022
	3	1,65	0,0025
	4	1,98	0,0030
Линейный	1	1,47	0,0021
	2	1,46	0,0023
	3	1,51	0,0025
	4	1,93	0,0031

По результатам измерений построены зависимости диэлектрической проницаемости от степени заполнения (рисунок 2) и тангенса угла диэлектрических потерь (рисунок 3) от степени заполнения.

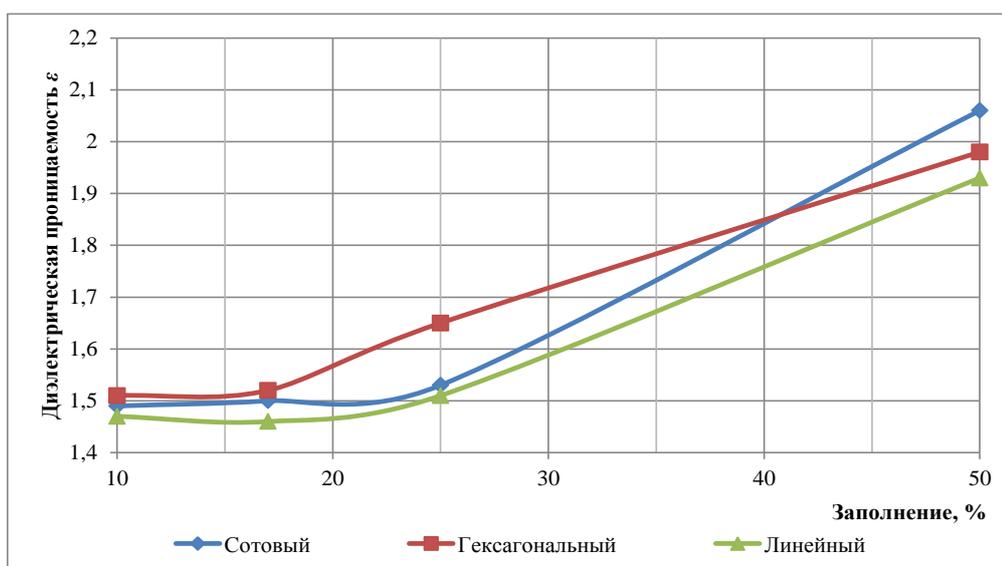


Рис. 2 – Зависимость диэлектрической проницаемости от степени заполнения

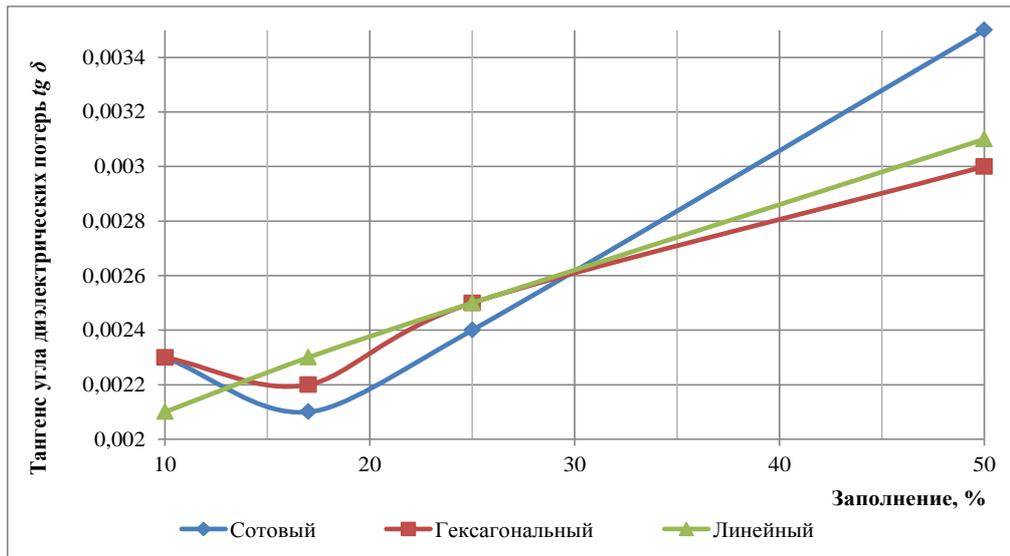


Рис. 3 – Зависимость тангенса угла диэлектрических потерь от степени заполнения

#### 4. Выводы

В ходе исследований для образцов ABS пластика были получены значения диэлектрической проницаемости, которые представлены в таблице 2. Установлено, что степень заполнения и диэлектрические параметры связаны между собой. С увеличением степени заполнения от 10 % до 50% диэлектрическая проницаемость увеличилась от  $\epsilon 1,48$  до  $\epsilon 2,1$ . Тангенс угла диэлектрических потерь при этом увеличился от  $\tan \delta 0,002$  до  $\tan \delta 0,003$ . Существенных изменений диэлектрических характеристик от формы заполнения ABS пластика и принципа нанесения не наблюдается.

#### 5. Заключение

В работе проведены исследования по измерению диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь образцов ABS пластика при разных значениях степени заполнения. Полученные результаты исследований показали, что ABS пластик может использоваться для производства радиопрозрачных элементов конструкции и антенных систем. Создание диэлектрических структур с переменным показателем диэлектрической проницаемости и малыми потерями с помощью 3D-печати

может позволить создавать законченные высокотехнологичные изделия СВЧ-диапазона в едином технологическом цикле.

### **Список использованных источников**

1. Воронин М.Я., Карманов И.Н., Кошелев А.В., Носков М.Ф., Лесных И.В., Миценко И.Д., Ушаков О.К. Физика нагрева СВЧ-диэлектриков летательных аппаратов и их защита: монография. Новосибирск: СГГА, 2008, 156 с.
2. Демиденко Е.В., Кузьмин С.В., Кирик Д.И.. 3D печать антенно-фидерных устройств с использованием полимерных материалов. Сборник статей VII Всероссийской конференции. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2018, с. 491–495.
3. [http://3dtoday.ru/wiki/3D\\_print\\_technology/](http://3dtoday.ru/wiki/3D_print_technology/) (дата обращения 10.02.2020).
4. Куликов Г.Г., Кружков В.Н., Дронь Е.А., Колесников А.А., Кружков О. Н., Шарипова А. М. Введение в информационные системы цифрового моделирования: учеб. пособие: РИК УГАТУ, 2016. 184 с.
5. Хиппель, А.Р. Диэлектрики и волны. М.: ИЛ, Ред. литературы по вопросам техники, 1960, 439 с.
6. Е.А. Воробьев, В.Ф. Михайлов, А.А. Харитонов. СВЧ диэлектрики в условиях высоких температур. Москва, «Советское радио», 1977, 208 с.

УДК 621

**Исследование динамических характеристик конструкций  
изготовленных с использованием аддитивных технологий методом  
послойного наплавления из различных материалов**

Беланович Е.А.; Логуненко М.Ю.; Куклин В.Е.; Ермилов А.С.

15596@personal.npomash.dom; 15613@personal.npomash.dom;  
16002@personal.npomash.dom; 13586@personal.npomash.dom

*АО «ВПК «НПО машиностроения»*

***Аннотация:***

*В работе рассматриваются проблемы математического описания расчета динамической прочности пластмассовых образцов простых форм (балок и пластин), изготовленных методом FDM. А именно влияние уменьшения массы и жесткости между расчетной моделью и реально напечатанным образцом. При решении задачи на инженерном уровне, предполагающем использование разных пакетов программ (коммерческих или свободных), решение данных проблем сводится к рациональному выбору параметров модели материала. С использованием САПР ANSYS выполнена серия расчетов упруго-динамических характеристик (далее УДХ) модели балок и пластины.*

*В работе проведены модальные испытания для исследования УДХ изготовленных конструкций, создание и верификация расчетных конечно-элементных моделей.*

***Ключевые слова:***

*3D-печать, ABS, PLA, метод FDM, КЭ модель, резонансные испытания, АЧХ, коэффициент демпфирования, собственная форма колебаний, балка, пластина*

## 1. Введение

Еще несколько лет назад 3D-печать изделий применялась только для быстрого прототипирования макетов, но уже сейчас широко применяется в серийном производстве в крупных авиационно-космических компаниях. Яркими примерами являются:

– Boeing (в совокупности суда воздушного флота Boeing Commercial Airplanes содержат 25 000 напечатанных на 3D-принтере деталей, а военные самолеты F-15 и F/A-18 – порядка 40 000 [1]);

– Airbus (с 2015 года на самолетах компании было установлено более 1000 пластиковых и металлических напечатанных деталей; на самолетах Airbus F320 установлены напечатанные разделительные панели багажного отсека [2]);

– Lockheed Martin (компания распечатала на 3D-принтере крепежные скобы космического аппарата «Юнона» [3]);

– Relativity Space (компания полностью напечатала вторую ступень ракеты-носителя Terran 1 [4]).

Можно выразить следующие преимущества 3D-печати перед традиционными технологиями производства [5] (литье, фрезеровка, штаповка, резка и т.д.):

– Скорость производства (затраченное время, от моделирования и до постобработки деталей);

– Стоимость производства (финансовые затраты на производство каждой конкретной детали);

– Качество продукции (точность производства относительно её соответствия итоговому продукту до постобработки);

– Точность копий (уровень идентичности производимых копий одного и того же изделия);

– Гибкость производства (затраты времени и финансов на переход к изготовлению нового продукта или внесение изменений в дизайн, уже запущенного в производство);

– Доступность (необходимость в финансовых затратах для приобретения производственных мощностей разного уровня сложности).

На данный момент существует различные методы печати: экструзионный, проволочный, порошковый, струйный, ламинирование, полимеризация. В данном исследовании использовались образцы, изготовленные экструзионным методом (FDM) [6]. Схема печати методом FDM приведена на рисунке 1.

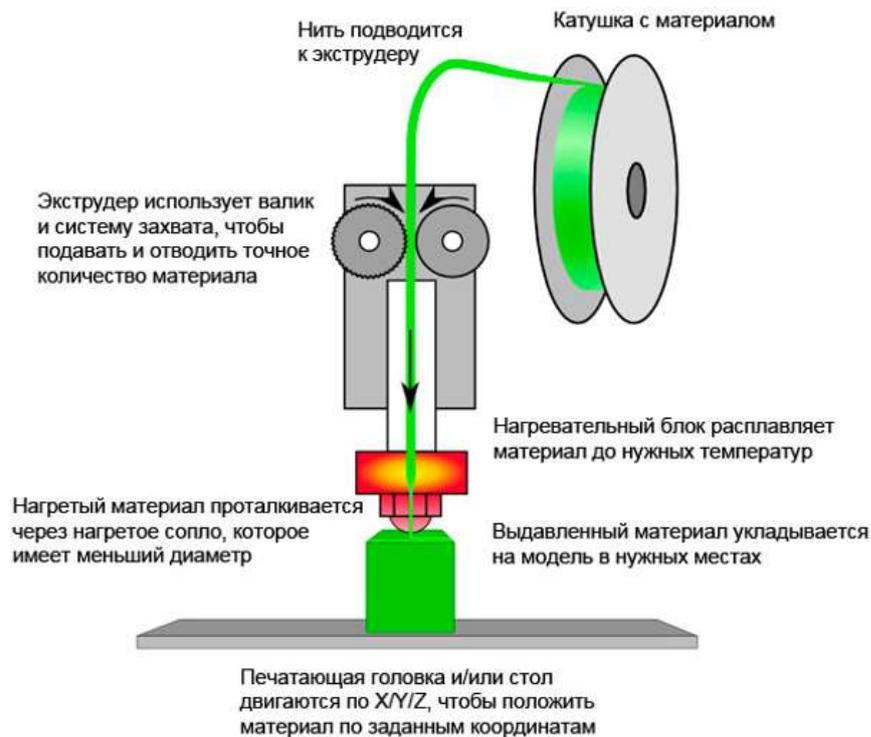


Рис. 1 – Схема печати методом FDM

Нанесение последовательных слоев материала при использовании метода послойного наплавления ведет к образованию многоуровневой физической структуры материала детали. Пример такой структуры приведен на рисунке 2.

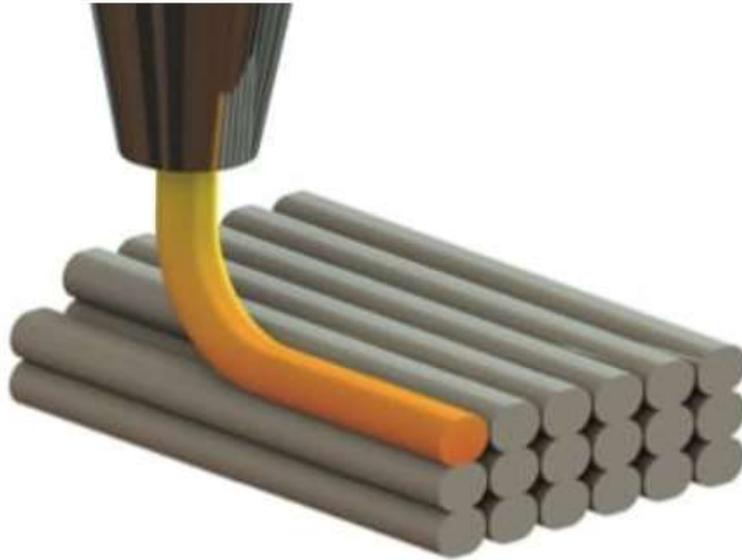


Рис. 2 – Структура материала при печати методом FDM

Вследствие этого при создании математической модели материала необходимо учесть следующие факторы [7]:

- Анизотропия свойств. Деталь имеет различные механические свойства в разных направлениях;

- Направление движения инструмента. Неравномерность свойств в рамках каждого наращиваемого слоя, вызванная особенностями траектории инструмента. Неравномерность свойств определяется толщиной нити укладываемого материала, расстоянием между нитями, углами укладки материала;

- Толщина слоя. Толщина слоя в детали может варьироваться в пределах от 120 до 330 микрон;

- Дефекты. Можно выделить два вида дефектов – поверхностные и внутренние. Поверхностные дефекты обычно вызваны технологией процесса и возникают на границе двух слоев или особенностями геометрии – недостаточно гладким описанием геометрии, на основе которого производится 3D-печать. Внутренние дефекты представляют собой полости и раковины, возникающие вследствие соотношения кривизны укладки и толщины нитей исходного материала.

Сейчас все чаще встречаются статьи с экспериментами для определения влияния этих факторов как на статическую прочность [8], так и вибропрочность [9].

## 2. Цель проведения исследований

Целью проведения исследований является оценка возможности использования метода конечных элементов для анализа динамических характеристик образцов, изготовленных с использованием аддитивных технологий.

На рисунке 3 показана блок-схема проведения исследования. При проектировании модели на основе полученных данных о физико-механических свойствах материала от изготовителя и внешних нагрузок (полученных в процессе эксплуатации в соответствии с назначением детали) создается КЭ модель с применёнными к ней свойствами материала, граничными условиями и нагрузками.

После этого проводятся необходимые расчеты (статический расчет прочности, модальный, гармонический анализ и т.д.). На основе расчетов создается САД модель, а следом САМ модель для 3D-печати. После печати деталь проходит процесс верификации (взвешивание, проведение замеров, контроль дефектов) и передается для проведения испытаний с нагрузками идентичными расчетным. В конце проводится сравнение реальных и расчетных динамических характеристик конструкции.



Рис. 3 – Блок-схема проведения исследований

### 3. Исследование балок

В основе расчетов был принят упрощенный способ моделирования – материал описан как изотропный с использованием механических свойств, полученных путем их экспериментального измерения в различных направлениях производителем филамента. Для каждой балки было проведено по два расчета (с идеальными и реальными геометрическими, массовыми и механическими характеристиками).

В первом исследовании были рассмотрены 3 балки из PLA. Геометрические и массовые характеристики балки, используемые в расчете, представлены в таблице 1.

Таблица 1

Расчетные геометрические и массовые характеристики балочных моделей

Образец	Высота, мм	Ширина, мм	Длина, мм	Масса, г
Балка 5x20	5	20	250	31,25
Балка 7.5x20	7.5	20	250	46,875
Балка 10x20	10	20	250	62,5
Балка 20x10	20	10	250	62,5

Балки сечением 20×10 мм испытывалась путем поворота балки сечением 10×20 на 90 градусов. Модуль упругости на изгиб и плотность материала была выбрана на основании данных полученных от производителя филамента [10], представлены в таблице 2. Для идеальных расчетных моделей были приняты данные характеристики материала.

Таблица 2

Расчетные характеристики материала для идеальных моделей

Материал PLA	Плотность, кг/м <sup>3</sup>	Модуль упругости, МПа
	1200	3040

Вследствие не идеальности процесса изготовления, у напечатанных образцов были обнаружены отклонения от расчетных размеров. После чего были проведены измерение габаритных размеров и взвешивание каждого образца, результаты приведены в таблице 3.

Таблица 3

Реальные геометрические и массовые характеристики образцов

Образец	Высота, мм	Ширина, мм	Длина, мм	Масса, г
Балка 5x20	5,5	20	248,1	22
Балка 7.5x20	7.8	20	247,9	35
Балка 10x20	10,5	20	247,8	46
Балка 20x10	20	10,5	247,8	46

На основании данных характеристик, были определены реальные плотности образцов, приведены в таблице 7. Приняв данные геометрические и массовые характеристики и на основании данных полученных из испытаний был подобран модуль упругости, наиболее подходящий по первой собственной частоте и максимальному виброперемещению. Для всех расчетных моделей коэффициент Пуассона был принят равным 0,4. Относительный коэффициент демпфирования был принят равным 0,01.

Резонансные испытания проводились на консольно закрепленной балке. Датчик был установлен на максимально удаленном от места заделки краю. Резонансные испытания проводились со скоростью 1 окт/мин при величине вынуждающей нагрузки 0,5g. Реальный образец и расчетная КЭ модель представлена на рисунке 3.

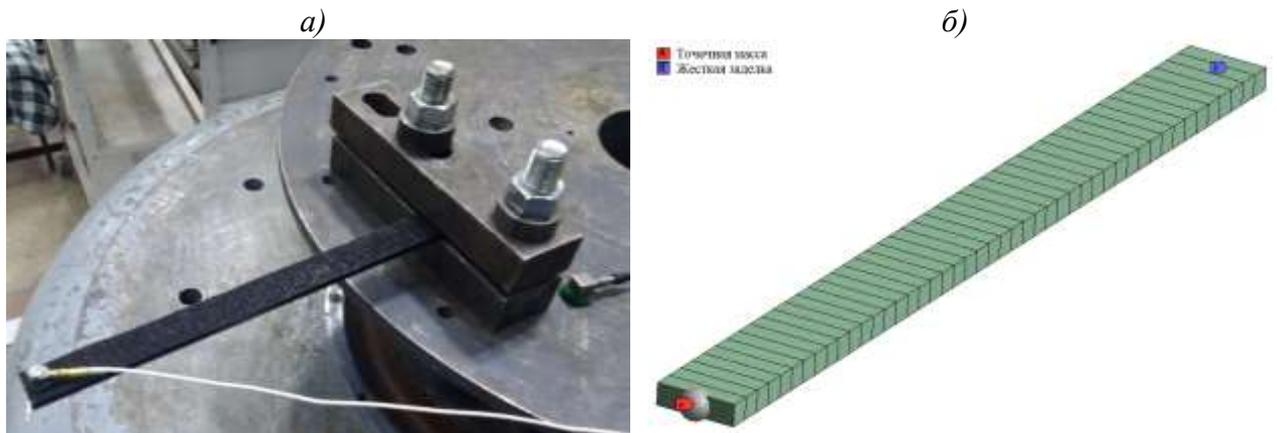


Рис. 3 – Объекты исследования: а – реальный образец, закрепленный на вибростенде; б – расчетная КЭ модель

Результаты испытаний и расчетов представлены в виде АЧХ перемещений свободного края балки, приведены на рисунках 4–7.

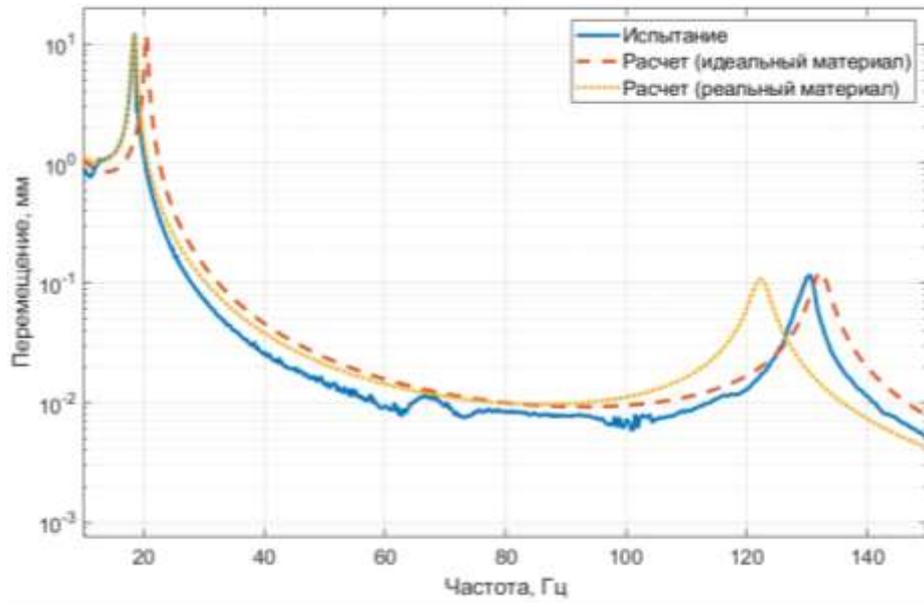


Рис. 4 – АЧХ перемещений балки с сечением 5x20

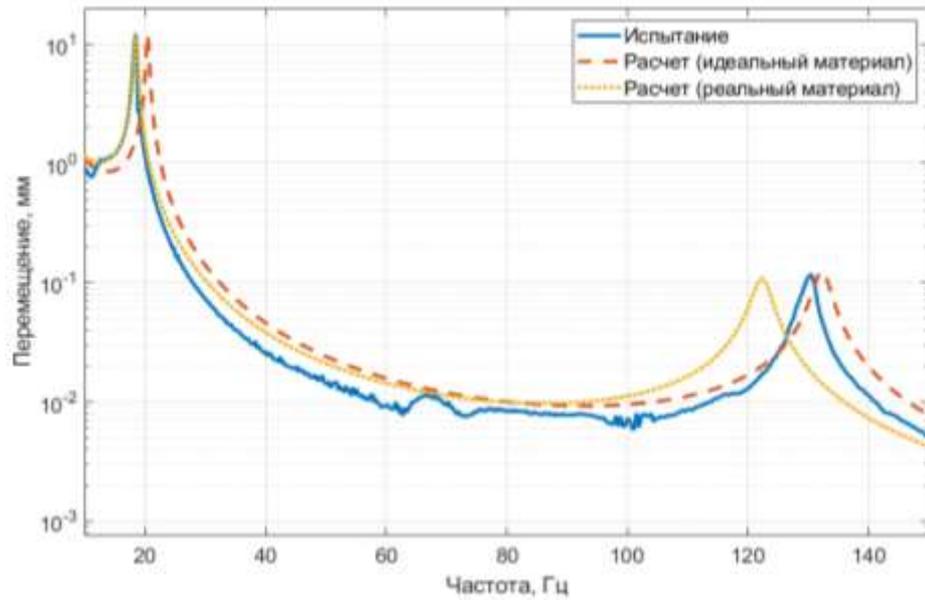


Рис. 5 – АЧХ перемещений балки с сечением 7.5x20

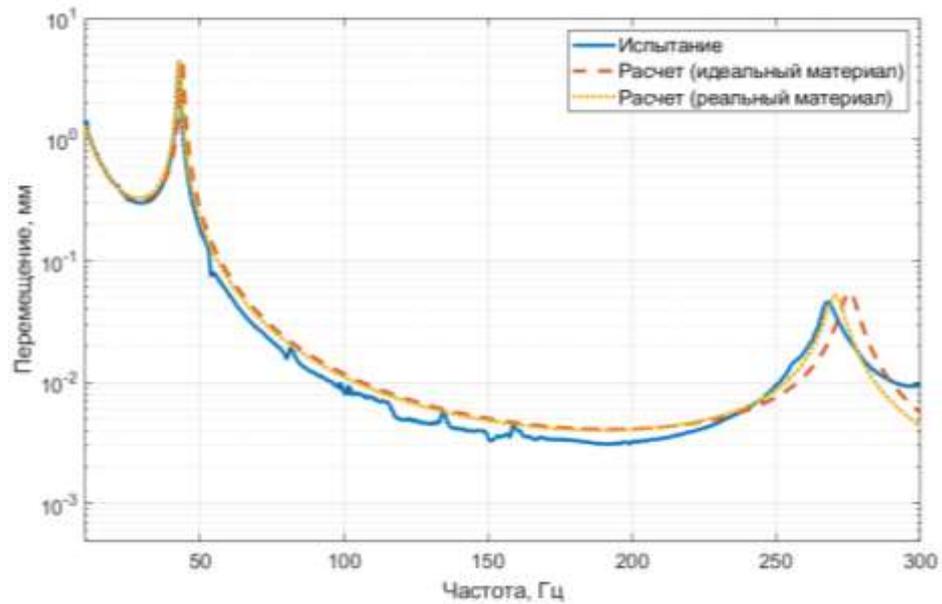


Рис. 6 – АЧХ перемещений балки с сечением 10x20

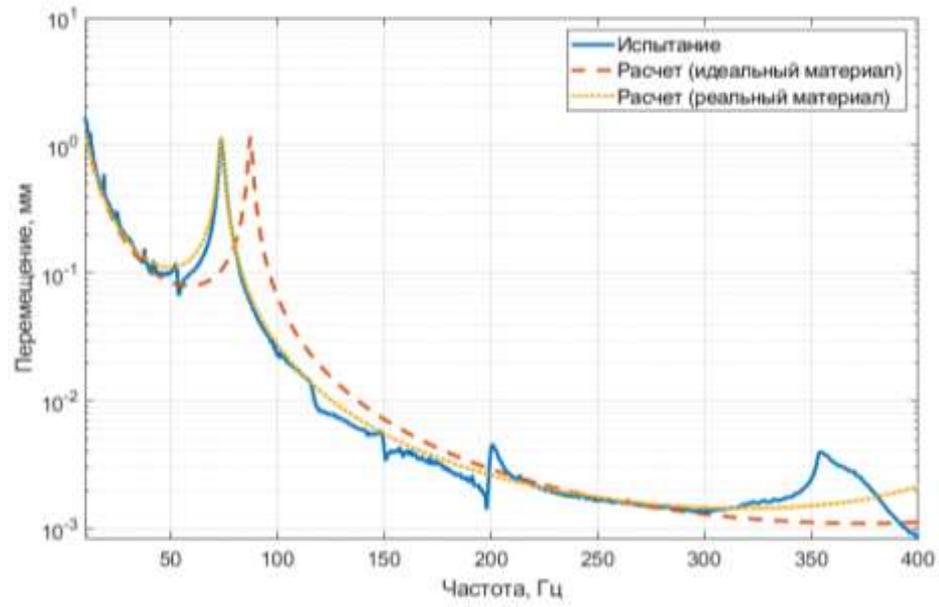


Рис. 7 – АЧХ перемещений балки с сечением 20x10

Численные результаты расчетов и испытаний собственных частот и амплитуд представлены в таблице 4 и 5 соответственно.

Таблица 4

Расчётные собственные частоты и амплитуды балок

Образец	Первая собственная частота $f_1$ , Гц	Вторая собственная частота $f_2$ , Гц	Амплитуда на частоте $f_1$ , мм	Амплитуда на частоте $f_2$ , мм
5x20	18,5	130,4	11,99	0,118
7.5x20	32,14	203,8	5,28	0,06
10x20	44	275	4,575	0,06
20x10	87,5	-	1,189	-

Таблица 5

Собственные частоты и амплитуды балок, полученные из испытаний

Образец	Первая собственная частота $f_1$ , Гц	Вторая собственная частота $f_2$ , Гц	Амплитуда на частоте $f_1$ , мм	Амплитуда на частоте $f_1$ , мм
5x20	20,5	132	12,57	0,128
7.5x20	31,98	209,8	5,77	0,04
10x20	42,81	267,5	4,482	0,046
20x10	73,65	-	1,157	-

Сравнение относительных погрешностей собственных частот и амплитуд представлено в таблице 6.

Таблица 6

Погрешности между расчетом и испытанием

Образец	Первая собственная частота $f_1$ , Гц	Вторая собственная частота $f_2$ , Гц	Перемещение на частоте $f_1$ , мм	Перемещение на частоте $f_2$ , мм
5x20	11%	1%	5%	8%
7.5x20	0%	3%	9%	33%
10x20	3%	3%	2%	23%
20x10	16%	-	3%	-

На основании данных, полученных из испытаний можно сравнить физические свойства материалов каждого образца, приведены в таблице 7 с изначальными расчетными характеристиками, приведены в таблице 2. Данное сравнение приведено на рисунке 8.

Таблица 7

Реальные физические свойства материалов каждого образца

Образец	Плотность, кг/м <sup>3</sup>	Модуль упругости, МПа
Балка 5x20	806	1430
Балка 7.5x20	905	2080
Балка 10x20	884	1890
Балка 20x10	884	1555

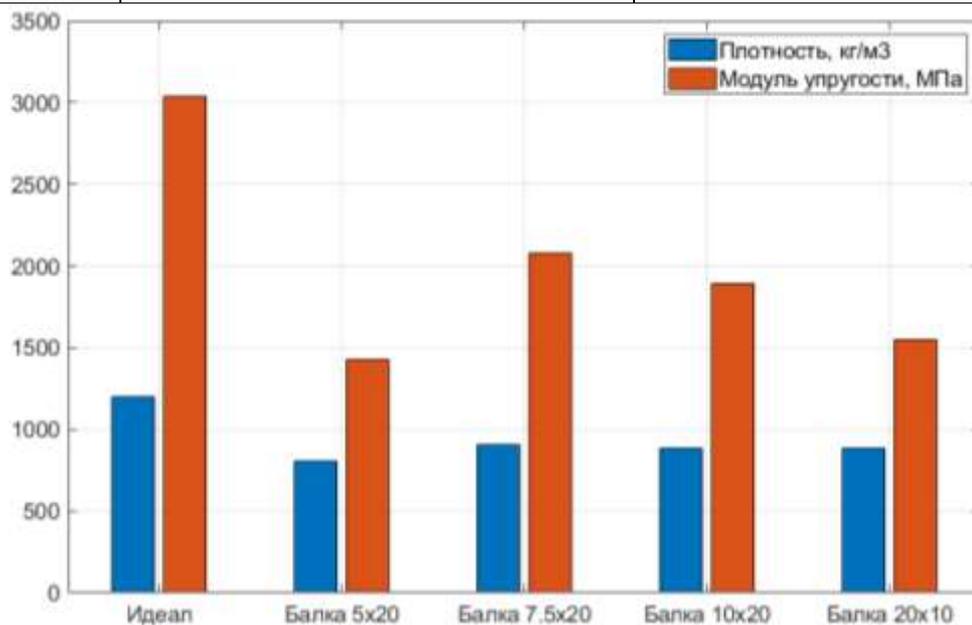


Рис. 8 – Сравнение реальных характеристик материала каждого образца

Сравнение относительных погрешностей физических свойств материала каждого образца приведено в таблице 8.

Таблица 8

Погрешности физических свойств материала между расчетом и испытанием

Образец	Плотность, кг/м <sup>3</sup>	Модуль упругости, МПа
Балка 5x20	33%	53%
Балка 7.5x20	25%	32%
Балка 10x20	26%	38%
Балка 20x10	26%	49%

#### 4. Исследование пластины

Во втором исследовании была рассмотрена пластина из ABS. Расчетные и реальные (измеренные после печати) геометрические и массовые характеристики представлены в таблице 9.

Таблица 9

Расчетные и реальные геометрические и массовые характеристики моделей

Образец	Толщина, мм	Ширина, мм	Длина, мм	Масса, г
Расчетный	3	200	200	126
Реальный	3,4	198,5	198,5	115,8

При составлении математической модели были использованы характеристики ABS пластика, полученные от производителя филамента. Коэффициент Пуассона принят равным 0,4. Относительный коэффициент демпфирования был принят равным 0,01.

Таблица 10

Расчетные и реальные характеристики материала модели.

Материал ABS	Плотность, кг/м <sup>3</sup>	Модуль упругости, МПа
Расчетный	1050	2140
Реальный	864	1000
Погрешность	18%	53%

Резонансные испытания проводились на консольно закрепленной пластине. Датчики был установлен на максимально удаленном от места

заделки краю. Резонансные испытания проводились со скоростью 1 окт/мин при величине вынуждающей нагрузки 0,5g. Реальный образец и расчетная КЭ модель представлены на рисунке 9.

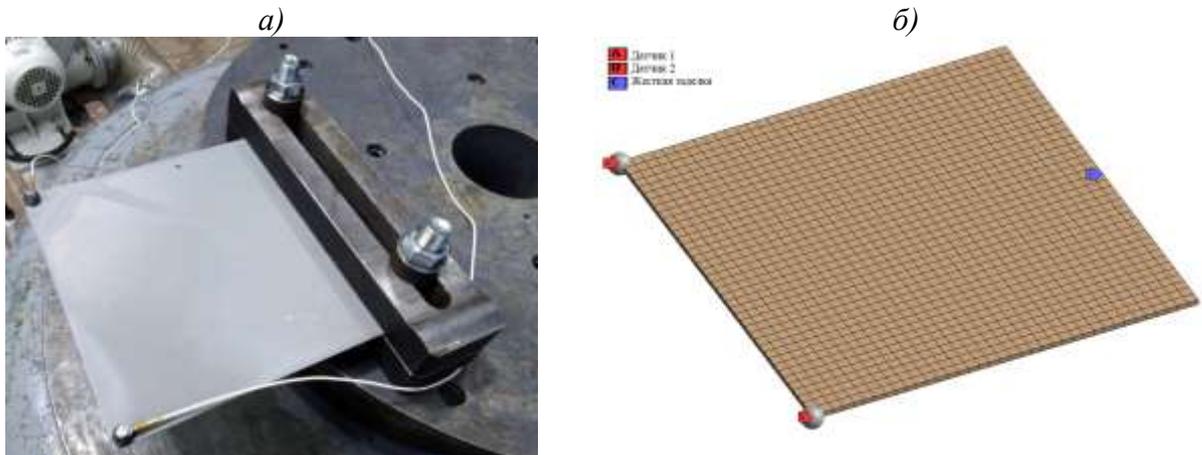


Рис. 9 – Объекты исследования: а – реальный образец, закрепленный на вибростенде; б – расчетная КЭ модель

Результаты испытаний приведены в виде АЧХ перемещений края пластины, и представлены на рисунке 10.

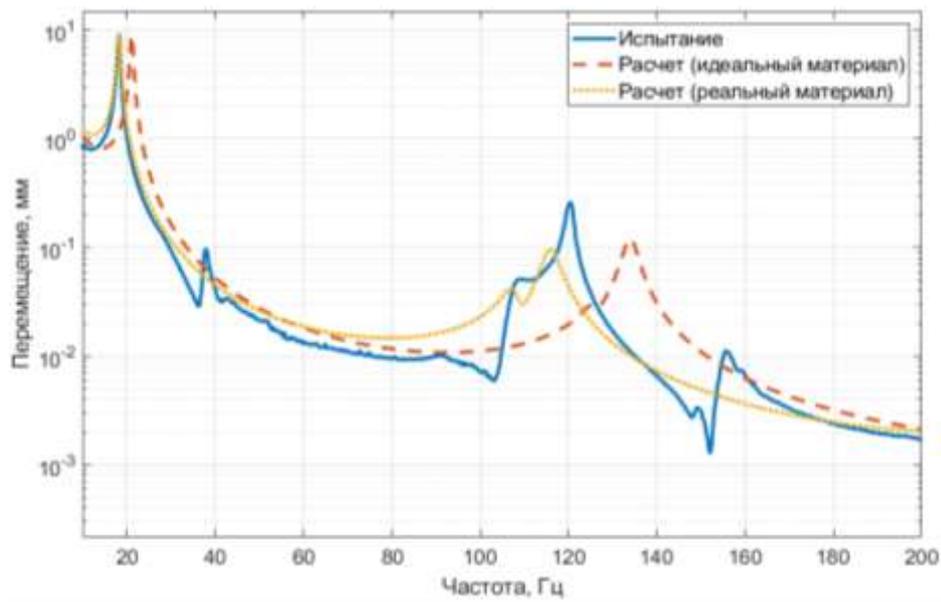


Рис. 10 – АЧХ перемещений пластины с сечением 3 мм

Результаты расчетов и испытаний собственных частот и амплитуд представлены в таблице 10.

Расчётные собственные частоты и амплитуды балок

Образец	Первая собственная частота $f_1$ , Гц	Вторая собственная частота $f_2$ , Гц	Третья собственная частота $f_3$ , Гц	Амплитуда на частоте $f_1$ , мм	Амплитуда на частоте $f_2$ , мм	Амплитуда на частоте $f_3$ , мм
Расчетный	21,14	125,6	134	8,97	0,029	0,12
Реальный	18,28	108,7	120,3	9,11	0,045	0,26
Погрешность	15,5%	15,5%	11,2%	10%	46%	56%

## 5. Вывод

В ходе исследований для образцов балок и пластин из PLA и ABS пластиков были получены значения собственных частот и амплитуд. Выявлено соответствие между реальными и расчетными первой собственной частотой (относительная погрешность не превышает 16 %) и максимальными виброперемещениями (относительная погрешность не превышает 10 %). Установлено, что плотность и жесткость реальной конструкции меньше расчетной. Жесткость конструкций сохраняет линейный характер. Относительный коэффициент демпфирования ABS и PLA имеет значения близкие к 0,01.

## 6. Заключение

В работе проведены модальные испытания для исследования УДХ изготовленных конструкций, создание и верификация расчетных конечно-элементных моделей. Полученные результаты исследований показали, что использование традиционного МКЭ при учете материала как изотропного недостаточно для точного описания деталей, напечатанных методом FDM и подходит только для первичной оценки вибропрочности. Создание деталей методом FDM приводит к уменьшению массы и как следствие жесткости конструкции.

### **Список использованных источников**

1. <http://additive-tech.ru/publications/3d-pechat-v-aviastroenii-rasskaz-inzhenera-boeing.html> (дата обращения 25.03.2020).
2. <http://3dmag.org/ru/blog/3d-printing/3125.html> (дата обращения 25.03.2020).
3. <http://3dpulse.ru/news/kosmos/lockheed-martin-ispolzuet-3d-pechat-dlya-kosmicheskikh-issledovaniy> (дата обращения 25.03.2020).
4. <https://habr.com/ru/amp/post/548884/> (дата обращения 25.03.2020).
5. <https://top3dshop.ru/blog/3D-printers-pro-e-contra-view.html> (дата обращения 25.03.2020).
6. <https://3d-diy.ru/wiki/3d-printery/raznovidnosti-kinematik-fdm-3d-printerov/> (дата обращения 25.03.2020).
7. <https://multiphysics.ru/stati/blog/inzhenernye-raschety-prochnosti-detalei-izgotovlennykh-na-3d-printere.htm> (дата обращения 25.03.2020).
8. S. Krishna Chaitanya, Dr. K. Madhava Reddy, Sai Naga Sri Harsha. Vibration Properties of 3D printed/rapid prototype parts. IJRSET; 2015. (дата обращения 25.03.2020).
9. Камоничкина Н.В., Кочешков И.В. Исследование прочностных характеристик модельного материала, получаемого методом FDM-печати. Аддитивные технологии/3; 2018. (дата обращения 25.03.2020).
10. <https://rec3d.ru/rec-wiki/sravnenie-vsekh-materialov-rec-dlya-professionalov/> (дата обращения 25.03.2020).

УДК 666.3.03

**Применение аддитивных технологий при получении керамических изделий сложной формы с геометрией трижды периодических поверхностей минимальной энергии (ТПМЭ)**

Балабанов С.В.<sup>1</sup>; Перевислов С.Н.<sup>1</sup>; Сычев М.М.<sup>1,2</sup>

sergeybalabanov@yahoo.com

<sup>1</sup> *Institute of Silicate Chemistry RAS*

<sup>2</sup> *Saint-Petersburg State Institute of Technology*

***Аннотация:***

*Изготовление керамических изделий сложной формы – сложная технологическая задача. В данной работе предложена технология получения керамических изделий сложной формы методом горячего шликерного литья с применением 3D-печати. Детали изготавливали из материала «Идеал» – композиционный материал алмаз-карбид кремния.*

***Ключевые слова:***

*аддитивные технологии, шликерное литье, алмаз, трижды периодическая поверхность минимальной энергии, керамика*

## Введение

Изделия с геометрией ТППМЭ состоят из повторяющихся элементов с минимально возможной площадью. Они сочетают в себе поверхности с положительной и отрицательной кривизной [1]. ТППМЭ – это бесконечные структуры с периодичностью в направлении трех осей (Рисунок 1).

Формирующая поверхность описывается строгим математическим уравнением, для «примитива Шварца» (Рисунок 1) [2]:

$$\cos(x) + \cos(y) + \cos(z) = t \quad (1)$$

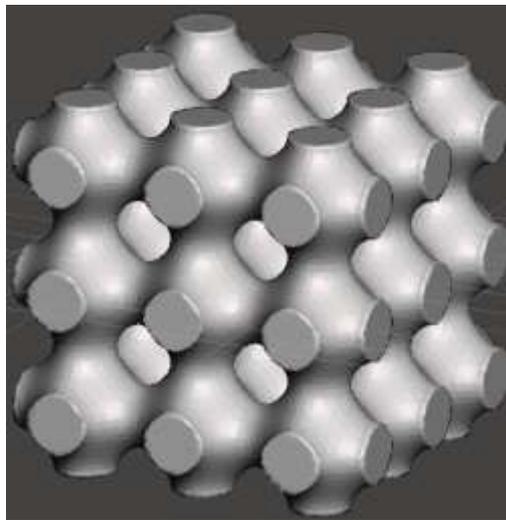


Рис. 1 – Рендер 3D-модели образца с геометрией ТППМЭ «примитив Шварца»

Благодаря уникальной структуре материалы с геометрией ТППМЭ представляют собой композиционный материал из двух взаимно пересекающихся фаз, в данном случае одной из фаз является воздух. Такие объекты обладают рядом уникальных свойств, в том числе повышенным уровнем механических характеристик [3]. Например, материалы с геометрией ТППМЭ способны эффективно рассеивать механическую энергию [4]. Таким образом, эти материалы могут использоваться как элементы энергопоглощающих ударов и взрывов, в составе броневой защиты. В работе [5] изучали механические характеристики изделий с

топологией ТППМЭ, было установлено, что они обладают высокой удельной прочностью.

Материалом для изделия с геометрией ТППМЭ является керамический материал на основе алмазных порошков (85 % по объему алмазных частиц) – композит «Идеал».

Алмаз – наилучший материал для создания композита, обладающий максимальными механическими характеристиками, что позволяет использовать его при экстремальных условиях эксплуатации.

Все алмазные частицы, используемые для производства композиционных материалов, имеют высокую степень огранки, что способствует их плотной упаковке и образует высокопрочный каркас. При пропитке таких заготовок расплавленным кремнием образуется материал, обладающий повышенным комплексом механических и эксплуатационных характеристик.

#### **Методика исследования**

В работе получены керамические модели сложной формы с геометрией трижды периодической поверхности минимальной энергии (ТППМЭ), а именно с геометрией «примитив Шварца».

Получение изделий сложной формы с топологией ТППМЭ осуществляли методом горячего шликерного литья керамической массы в полимерную форму, изготовленную методом 3D-печати. 3D-модель создана с помощью программного пакета Rinceros 6 (рис. 1а). Затем модель напечатана на FDM 3D-принтере.

Далее в полученные формы заливали шликер (алмазные частицы + парафин). Шликер наполнен алмазным порошком двух фракций 250:200 мкм и 28:20 мкм. После сушки образцы подвергали дополнительной термообработке в муфельной печи при этом основная часть пластиковой формы размягчается и стекает на пористую подложку. Финальный этап производства изделия соответствует классической керамической технологии

с инфильтрацией жидким кремнием. Проводится пропитка образцов жидким кремнием при температуре 1500–1600 °С. На стадии «силицирования» алмазный каркас скрепляется синтезированным карбидом кремния, формируется структура плотного композиционного материала.

Для анализа физико-механических характеристик композита алмаз - карбид кремния, полученного методом горячего шликерного литья с последующим силицированием, изготовлены образцы в виде балочек и таблеток (рисунок 2).



Рис. 2 – Образцы для механических испытаний

### **Экспериментальная часть**

Для геометрического моделирования 3D-моделей использовался параметрический подход, как наиболее простой и доступный для использования. 3D-модели созданы с использованием методов параметрического моделирования в САПР Rhinoceros 6 с плагином Grasshopper и сохранены в формате STL, данный формат совместим с 3D-принтерами. В программе Autodesk Netfabb были исправлены ошибки в сетке моделей STL. 3D-печать проводили на 3D-принтере «Artillery Sidewinder X1». 3D-принтер «Artillery Sidewinder X1» работает по FDM-технологии.

Технология FDM – один из методов аддитивного производства, в котором расплавленный материал послойно наносится, формируя конечное изделие. Условия печати: материал печати - полилактид, температура экструдера 210 °С, температура стола 60 °С, высота слоя 0,2 мм, диаметр сопла 0,4 мм.

Полученные полимерные формы использовали для заполнения керамическим шликером на основе парафина. Состав пластифицирующего материала для создания пластичной керамической массы следующий: 94 % мас. парафин + 4 % мас. воск + 2 % мас. олеиновая кислота. Общее содержание органического связующего в смеси составляет 15% мас. При нагревании пластичная смесь (шликер) была приготовлена с подогревом, в т.ч. 85 % мас. алмазных частиц и 15 % мас.

Изделия из керамики с геометрией «примитив Шварца» изготавливали следующим образом:

- 1) Перемешивание алмазных порошков в аналогичном соотношении компонентов;
- 2) Пластифицирование шихты;
- 3) Получение заготовок образцов горячим шликерным литьем;
- 4) Сушка образцов в сушильном шкафу в засыпке электрокорунда;
- 5) Очистка образцов от электрокорунда и дополнительная термообработка в муфельной печи при температуре 280 °С.

При этом основная часть пластикового каркаса размягчается и стекает на пластиковую подложку;

- 6) Пропитка образцов расплавом кремния;
- 7) Пескоструйная обработка.

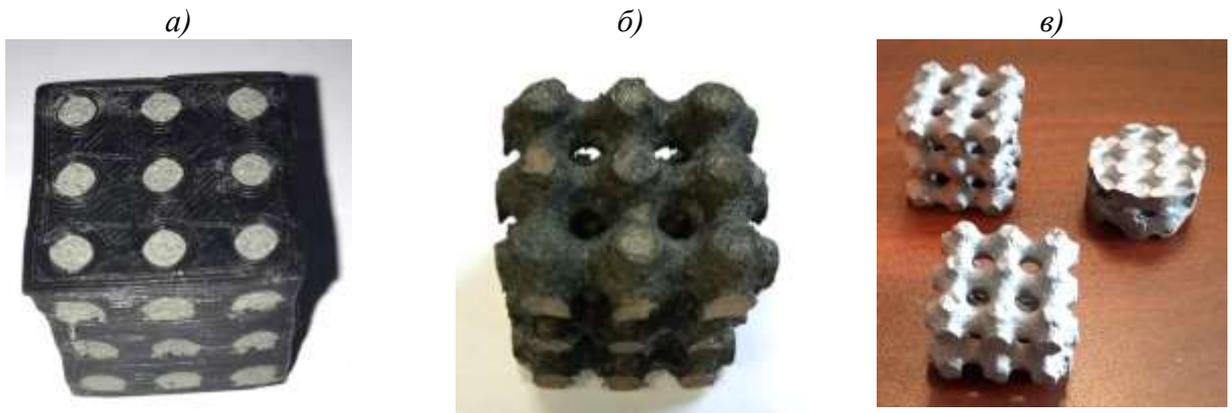


Рис. 3 – Стадии горячего шликерного литья сложнопрофильного изделия с геометрией «примитив Шварца»: а) обратная пластиковая форма с геометрией «Примитив Шварца» с залитым шликером; б) заготовка «примитив Шварца», после дополнительной термообработки (удаления основного количества пластика) в) Спеченные и силицированные образцы с геометрией ТППМЭ («примитив Шварца»)

Для анализа физико-механических характеристик композита алмаз - карбид кремния, полученного методом горячего шликерного литья с последующим силицированием, изготовлены образцы в виде балочек и таблеток. Определены следующие физико-механические характеристики: плотность  $\rho$ , пористость  $P$ , модуль упругости  $E$ , скорость звука  $\upsilon$ , коэффициент трещиностойкости  $K_{IC}$ , твёрдость по Виккерсу  $HV$ . Свойства композита алмаз-карбид кремния представлены в таблице 1.

Из таблицы 1 видно, что композит алмаз-карбид кремния, полученный горячим шликерным литьем с последующей пропиткой жидким кремнием, по механическим характеристикам практически не уступает композиционному материалу алмаз-карбид кремния, полученному по классической керамической технологии. Однако методом горячего шликерного литья можно получать изделия сложной геометрической формы (рисунок 3в). Данной технологией можно получать лопатки газотурбинного двигателя, роторы турбин, сопла, фильеры, теплоотводы и другие сложнопрофильные изделия.

Таблица 1

Физико-механические характеристики композита алмаз-карбид кремния

Материал	Метод формования	$\rho$ , г/см <sup>3</sup>	$\Pi$ , %	$E$ , ГПа	$\nu$ , м/с	$K_{IC}$ , МПа·м <sup>1/2</sup>	$HV$ , ГПа
Алмаз-карбид кремния	прессование	3,37-3,40	0	730-780	14600-15000	4,0-4,3	62,0-68,0
	горячее шликерное литье	3,35	0	685	14400	4,0	58,0

Таким образом, выполнение вспомогательных функций методами аддитивных технологий с использованием традиционных технологий формования (горячего шликерного литья) значительно расширяет доступную геометрию изделий, позволяя создавать полностью неразрывную «жертвенную» форму, которую можно удалить растворением или обжигом, характеристики получаемых изделий в данном случае зависят только от параметров процесса формования.

### Выводы

1. С использованием аддитивных технологий (FDM 3D-печать) были изготовлены образцы с геометрией «примитив Шварца» из керамического композита алмаз-карбид кремния («Идеал»).
2. Предлагаемая технология позволяет получать керамические детали сложной геометрии при невысокой стоимости конечного продукта.
3. Физико-механические характеристики полученных образцов достаточно высоки и практически не уступают свойствам материала алмаз-карбид кремния, полученного по классической керамической технологии.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда. Технология получения керамики сложной формы разработана в рамках выполнения проекта РФФ № 20-13-00054. Технология моделирования форм для литья и 3D печать выполнена в рамках выполнения проекта РФФ № 20-73-10171.*

**Список использованных источников**

1. Lord E.A., Mackey A.L., Rantagan S.: *New Geometry for New Materials*. Cambridge University Press, Cambridge (2006).
2. H. A. Schwarz, *Gesammelte Mathematische Abhandlungen*, Springer, Berlin, 1933.
3. Qu Jingyuan Muamer, Kadic Naber, Andreas Wegener Martin // *Scientific Reports*. 2016. Vol. 7. N 10. P. 1038.
4. Sychov M., Lebedev L., Dyachenko S.V., Nefedova L.A. // *Acta Astronautica*. 2018. Vol. 150. P. 81–84.
5. Arsentev, M.Y., Balabanov, S.V., Makogon, A.I. // *Glass Phys Chem* 2019 Vol. 45, P. 599–602

УДК 666.3.022:542.65:546.831-31:532.831

**Реология и кинетика полимеризации суспензий на основе  
ZrO<sub>2</sub> и YAG для 3D-печати**

Ермакова Л.В.<sup>1,2</sup>; Смыслова В.Г.<sup>1</sup>; Кузнецова Д.Е.<sup>1</sup>, к.х.н.; Карпюк П.В.<sup>1</sup>;  
Соколов П.С.<sup>1</sup>, к.х.н.

ermakova.lydia@gmail.com;  
sokolov.petr@gmail.com

<sup>1</sup>НИЦ «Курчатовский институт» – ИРЕА, Москва, Россия

<sup>2</sup>Российский химико-технологический университет имени Д. И. Менделеева,  
Москва, Россия

**Аннотация:**

*Исследовано влияние природы акрилатных мономеров и диспергирующих добавок на свойства суспензий на основе коммерчески доступных порошков диоксида циркония и синтезированных порошков иттрий-алюминиевого граната. Показано, что применение дисперсанта ВУК w9010 концентрацией 3,5 мг/м<sup>2</sup> в системах с полиэтиленгликоль диакрилатом позволяет получить высоконаполненные (до 41 об.%) суспензии с низкой вязкостью (<1,5 Па·с при 30 с<sup>-1</sup>).*

**Ключевые слова:**

*диоксид циркония, иттрий-алюминиевый гранат, 3D-печать, стереолитография, керамика*

## **Введение**

Керамические изделия на основе стабилизированного диоксида циркония находят широкое применение в различных областях промышленности – от атомной отрасли до медицины, от аэрокосмической техники до ювелирного дела. Большой интерес вызван такими его свойствами, как высокая прочность и трещиностойкость [1], низкая теплопроводность, биосовместимость и ионная проводимость [2, 3]. Другим интересным керамическим конструкционным материалом для аэрокосмической техники и прочих применений является иттрий-алюминиевый гранат благодаря его выдающимся диэлектрическим характеристикам [4], а также высокому сопротивлению ползучести при высоких температурах при малом содержании примесей [5, 6]. Кроме того, монокристаллы и функциональная керамика на основе иттрий-алюминиевого граната являются известными лазерными и сцинтилляционными материалами [7, 8].

Создание любой керамики, вне зависимости от области применения или состава, включает в себя следующие технологические стадии: смешивание исходных компонентов тем или иным образом с образованием пасты (шликера), формование образцов, удаление временной связки по специальном режиме и высокотемпературное спекание. Среди существующих способов формования в последние годы всё чаще применяются аддитивные технологии, предполагающие получение трехмерных объектов путем дозированного добавления необходимого материала согласно заранее подготовленной компьютерной модели. Одним из таких методов является 3D-печать, а именно стереолитография, позволяющая получать керамические изделия со сложной геометрией и высоким качеством поверхности. Метод основан на контролируемом послойном отверждении наполненной керамическими частицами фоточувствительной смолы (суспензии) на 3D-принтере под воздействием

УФ-излучения. Таким образом получается композитный материал полимер-керамический порошок, который сам по себе может работать как функциональное изделие, например, отражатель [9]. Последующий отжиг такого композита в муфельных печах позволяет получать керамическое изделие сложной архитектуры [10].

В стереолитографии для создания керамики применяют суспензии, основной компонент которых – порошок, который в определенных соотношениях смешивают с акрилатным мономером (смесью мономеров), дисперсантом и фотоинициатором. Кроме того, суспензии могут содержать инертные растворители, пластификаторы и прочие добавки. Важным фактором, позволяющим получать плотную и качественную керамику без дефектов, является высокое наполнение суспензии керамическим порошком. Однако большое количество твердых частиц увеличивает вязкость, которая не должна превышать 3–5 Па·с для повторного натекания суспензий и образования свежего слоя при печати [10]. Из этого вытекает необходимость применения различных диспергирующих добавок (разжижителей) или предварительной обработки ими поверхности частиц порошка и тщательный подбор их оптимальных количеств.

В связи с этим целью данной работы было проведение систематического исследования влияния природы и количеств различных коммерческих дисперсантов и акрилатных мономеров на свойства суспензий на основе стабилизированного диоксида циркония и иттрий-алюминиевого граната.

### **Экспериментальная часть**

В представленной работе исходные порошки иттрий-алюминиевого граната были получены в нашей лаборатории методом совместного осаждения водных растворов высокочистых солей алюминия и иттрия, после чего проводился помол в планетарной мельнице, сушка и термообработка при температурах 1000, 1100, 1200 и 1300 °С в течение 2 часов. На

поверхность части порошков граната при помоле были нанесены коммерческие дисперсанты фирмы ВУК.

Порошок диоксида циркония был выбран коммерческий, марки TZ-3YS-E (Tosoh, Япония). В качестве образца сравнения использовали порошок того же производителя, близкого состава, но зуботехнической марки Zrex (содержит органическое связующее в количестве ~4 масс.%). Основные характеристики порошков приведены в таблице 1.

Таблица 1

Характеристики порошков иттрий-алюминиевого граната, обожжённых при температуре от 1000 до 1300 °С и коммерческого диоксида циркония (значение площади удельной поверхности было указано производителем)

Индекс	Температура обжига, °С	Площадь удельной поверхности по БЭТ, м <sup>2</sup> /г
YAG	1000	39
	1100	31
	1200	20
	1300	16
TZ-3YS-E	-	6,7
Zrex		~12

В качестве органического связующего применялся ряд акрилатных мономеров (табл. 2). HDDA типичный мономер приемлемой вязкости и хорошей кинетики отверждения, который часто используется как модельный во многих работах. Из его недостатков можно отметить высокую усадку при отверждении до 14 % и повышенную хрупкость его полимера. PEGDA-250 по своим характеристикам близок к HDDA, при этом имеет заметно более низкую усадку и более гибкий в отвержденном состоянии. Смесь ИВОА+ТМРТА имеет минимальную усадку в размере единицы процентов при приемлемой вязкости.

Таблица 2

Основные свойства акрилатных мономеров при 20 °С

Название	Индекс	$\rho$ , г/см <sup>3</sup>	Вязкость, мПа·с
1,6-гександиол диакрилат	HDDA	1,01	5–8
Полиэтиленгликоль диакрилат	PEGDA-250	1,11	10–12
Триметилпропан триакрилат	ТМРТА	1,1	80–110
Изоборнил акрилат	ИВОА	0,986	5–15

В работе также применялась коммерчески доступная диспергирующая добавка ВУК w9010 (ВУК, Германия), которая представляет собой сополимер с кислотными группами и содержит фосфор в количестве ~4 масс.%. В качестве фотоинициатора использовали этил (2,4,6-триметилбензоил) фенилфосфинат, жидкий при нормальных условиях.

Суспензии для 3D-печати были приготовлены следующим образом: в полипропиленовую емкость были последовательно добавлены и смешаны в лабораторной УЗ-ванне акрилатный мономер, диспергирующая добавка и фотоинициатор (1 масс.% от массы мономера). Затем порошок небольшими порциями был добавлен в смесь в достаточном для достижения необходимого объемного наполнения количестве. Для гомогенизации и дегазации смеси применяли миксер SpeedMixer DAC 400.2 VAC-P (Hauschild, Германия).

Реологические свойства суспензий изучались с применением реометра Physica MCR 52 (Anton Paar) в интервале скоростей сдвига от 1 до 200 с<sup>-1</sup>. Измерение проводилось в геометрии «плоскость-плоскость» (диаметр диска 25 мм, ширина зазора – 0,5 мм) при постоянной температуре 20,0 °С.

### **Основные результаты**

Анализ коммерческих порошков диоксида циркония показал, что они обладают высокой насыпной плотностью после утряски (до 1,5 г/см<sup>3</sup>), что может позволить получить суспензии с высоким наполнением твердыми частицами. Кроме того, они отлично спекаются до плотности около 100% уже при умеренных температурах (1500 °С). По данным растровой электронной микроскопии порошки Zrex и TZ-3YS-E представляют собой сферические гранулы размером ~60 мкм, состоящие из равномерных частиц величиной около 100 нм.

На рис. 1 приведены кривые вязкости и текучести суспензий на основе порошка TZ-3YS-E с PEGDA-250 в качестве акрилатного мономера и с дисперсионной добавкой ВУК w9010. При наполнениях от 35 до 38 об.%

суспензии проявляют поведение, близкое к ньютоновскому, имея относительно постоянное значение вязкости на практически всем интервале скоростей сдвига. Это объясняется высокой текучестью исходного порошка вследствие его грануляции и подтверждает хорошие разжижающие свойства дисперсанта ВУК w9010 при концентрации  $3,5 \text{ мг/м}^2$ . В то же время суспензии с более высоким наполнением (39–41 об.%) проявляют поведение, заметно отличное от ньютоновского.

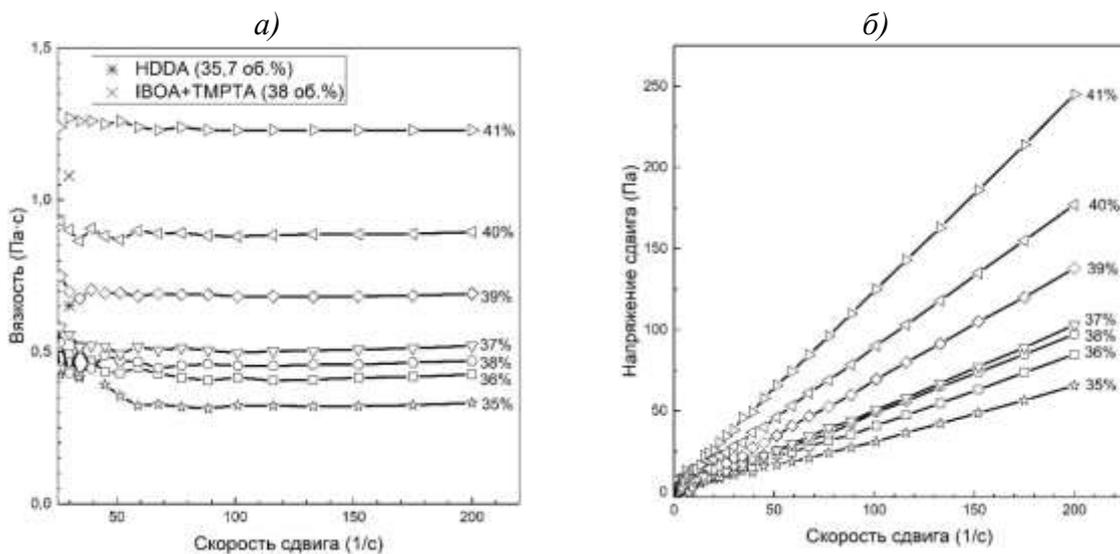


Рис. 1 – Кривые вязкости (а) и текучести (б) суспензий TZ-3YS-E PEGDA-250 с ВУК w9010 концентрацией  $3,5 \text{ мг/м}^2$  с наполнением от 35 до 41 об.%(полые символы). Для сравнения приведена вязкость с тем же порошком и дисперсантом, но иными мономерами.

Кроме суспензий на основе PEGDA-250 были исследованы системы TZ-3YS-E/HDDA/ВУК w9010 и TZ-3YS-E/ИБОА+ТМРТА/ВУК w9010 и соответствующие им зависимости вязкости от скорости сдвига. Были получены следующие значения вязкости при скорости сдвига  $30 \text{ с}^{-1}$ , которые составили  $0,558 \text{ Па}\cdot\text{с}$  (PEGDA-250, 38 об.%),  $0,652 \text{ Па}\cdot\text{с}$  (HDDA, 36 об.%) и  $1,08 \text{ Па}\cdot\text{с}$  (ИБОА+ ТМРТА, 38 об.%) . Таким образом можно утверждать, что PEGDA-250 является наиболее оптимальным выбором среди представленных мономеров, поскольку суспензии на его основе обладают наименьшей вязкостью при схожем наполнении (38 об.%), что позволяет достичь

относительно высоких (40–41 об.%) наполнений без критичного для процесса печати увеличения вязкости.

Зависимость относительной вязкости суспензий от величины наполнения твердыми частицами (рис. 2) описывается уравнением Кригера-Догерти (Krieger-Dougherty) [11]:

$$\eta_{\text{отн}} = \left(1 - \frac{\Phi}{\Phi_{\text{max}}}\right)^{-[\eta]\Phi_{\text{max}}},$$

где  $\eta_{\text{отн}}$  – относительная вязкость,  $\Phi$  – объем дисперсной фазы (наполнение),  $\Phi_{\text{max}}$  – максимальный объем дисперсной фазы,  $[\eta]$  – внутренняя вязкость.

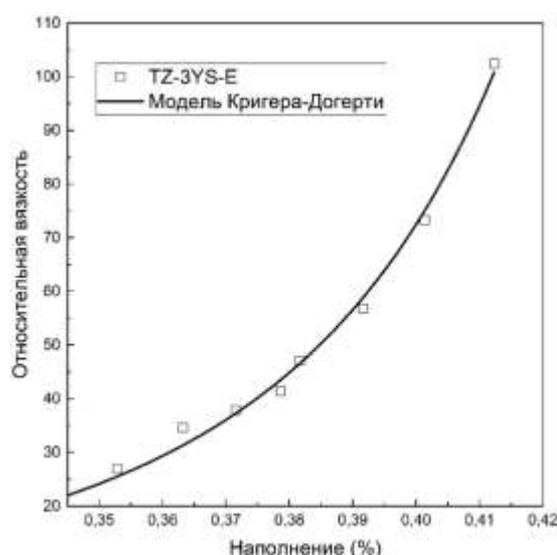


Рис. 2 – Концентрационная кривая суспензий TZ-3YS-E/PEGDA-250 с ВУК w9010 концентрацией 3,5 мг/м<sup>2</sup> с наполнением от 35 до 41 об.%

Значение коэффициента детерминации  $R^2$  составило 0,99, что говорит о достаточно высокой точности описания полученной зависимости данной моделью. В результате аппроксимации экспериментальных данных было рассчитано значение максимального наполнения для этой системы ( $\sim 54 \pm 1$  об.%), при котором вязкость стремится к бесконечности. Величина внутренней вязкости составила 3,672 ( $\pm 0,13$ ).

На примере порошка Zrex было изучено влияние включенного в его состав органического связующего на вязкость суспензий. В системе Zrex/HDDA без добавления дисперсанта оно оказало положительный эффект по сравнению с порошком, из которого этот компонент был предварительно

выжжен, позволив получить наполнение 18 об.% с вязкостью 1,35 Па·с при скорости сдвига  $30 \text{ с}^{-1}$ , в то время как в системе Zrех/HDDA/ВУК w9010 наличие связующего вызвало снижение достигаемого наполнения с 35 до 32 об.%, вызвав значительное увеличение вязкости.

Сравнение систем YAG/HDDA и YAG/PEGDA-250 показало, что с иттрий-алюминиевым гранатом HDDA позволяет достичь меньшей величины вязкости (0,634 против 2,05 Па·с у PEGDA-250), поэтому для дальнейшей работы был выбран именно этот акрилатный мономер. По результатам исследования реологии суспензий YAG/HDDA с диспергирующей добавкой ВУК w9010 видно, что они проявляют нелинейное пластичное поведение (рис. 3).

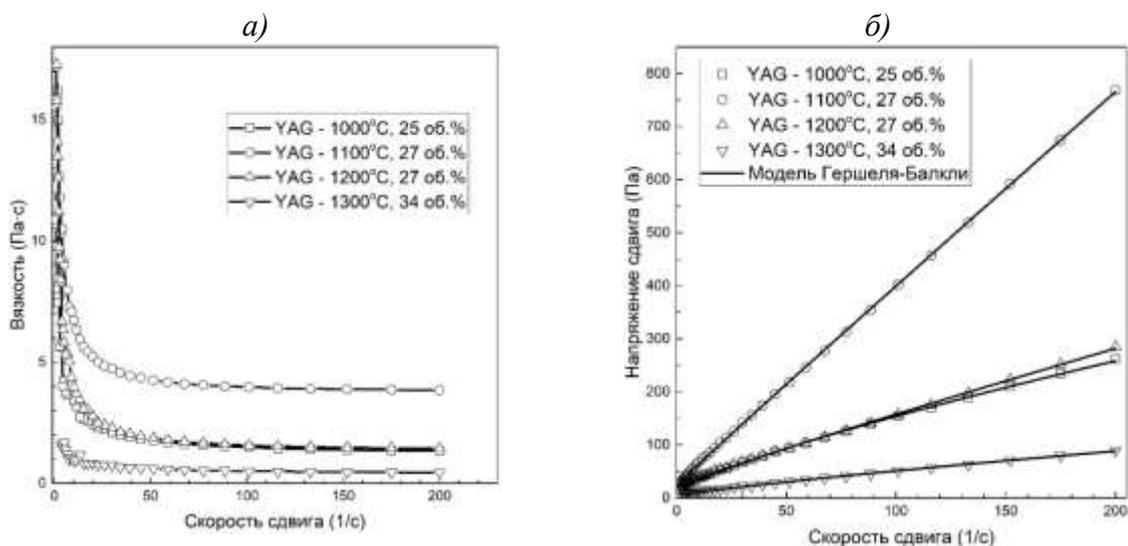


Рис. 3. Кривые вязкости (а) и текучести (б) суспензий YAG/HDDA/ВУК w9010 с порошками после термообработки при температуре от 1000 до 1300 °С

Такую зависимость напряжения сдвига от скорости сдвига можно описать уравнением Гершеля-Балкли (Herschel–Bulkley) [12]:

$$\tau = \tau_0 + K\gamma^n,$$

где  $K$  – показатель консистенции,  $n$  – индекс текучести,  $\tau_0$  – предельное напряжение сдвига. Значение коэффициента детерминации  $R^2$  (табл.3) весьма близко к 1, что указывает на достаточно точное описание полученных кривых этой моделью.

Величина индекса текучести  $n$  всех четырех суспензий меньше 1, а предельное напряжение сдвига  $\tau_0$  больше 0, что подтверждает их нелинейное пластичное поведение. Кроме того, наименьшее значение  $\tau_0$  и  $K$  (чем меньше  $K$ , тем меньше вязкость) у суспензии с порошком, обожженном при 1300 °С, при наибольшем из всех наполнении (34 об.%) говорит о том, что такая температура термообработки является наиболее оптимальной.

Таблица 3

Влияние температуры обжига порошков иттрий-алюминиевого граната на параметры модели Гершеля-Балкли (Herschel–Bulkley)

Индекс	$\tau_0$	$K$	$n$	$R^2$
YAG-1000°C	9,27±1,27	3,92±0,29	0,78±0,01	0,99
YAG-1100°C	24,96±0,90	4,03±0,11	0,98±0,05	0,99
YAG-1200°C	22,54±0,82	1,79±0,12	0,94±0,01	0,99
YAG-1300°C	3,25±0,57	1,03±0,11	0,83±0,02	0,99

Было также изучено влияние способа применения диспергирующей добавки – путем добавления её непосредственно в суспензию или нанесения на поверхность порошка при помолё, но существенной разницы выявить не удалось.

На 3D-принтере Autodesk Ember была исследована кинетика полимеризации – зависимость толщины слоя отвержденной суспензии от дозы УФ-излучения. Она подчиняется уравнению Джейкоба (Jacob) [13], позволяющему рассчитать величину глубины проникновения ( $D_p$ ) и критическую (минимальную) величину энергии воздействия лазера, необходимую для полимеризации мономера ( $E_c$ ) по полученным экспериментально глубине отверждения ( $C_p$ ) и максимальной энергии воздействия лазера ( $E_{max}$ ):

$$C_d = D_p \ln \left( E_{max} / E_c \right).$$

На рисунке 4 представлены кривые полимеризации систем TZ-3YS-E/PEGDA-250 при наполнениях 35, 38, 41% и YAG/HDDA с порошками после термообработки при температуре от 1000 до 1300 °С.

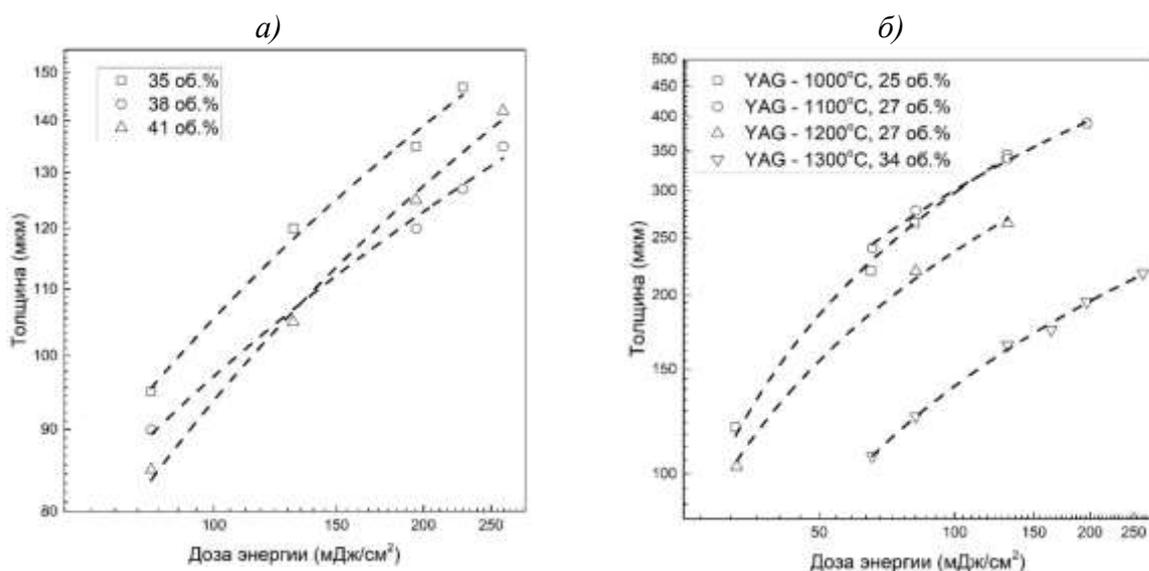


Рис. 4 – Кинетика полимеризации суспензий TZ-3YS-E/PEGDA-250 с различным наполнением (а) и YAG/HDDA с порошками после термообработки при температуре от 1000 до 1300 °С (б)

По полученным зависимостям были подобраны оптимальные условия печати. Время засветки обычно берется с некоторым избытком для лучшей адгезии слоев между собой. Например, чтобы получить слой отвержденной суспензии TZ-3YS-E/PEGDA-250/35 об.% толщиной 50 мкм достаточно дозы энергии 81,5 мДж/см<sup>2</sup>, что соответствует 5 секундам воздействия УФ-излучения. Для системы YAG/HDDA/34 об.% по тому же принципу было подобрано время воздействия УФ-света 131,2 мДж/см<sup>2</sup> для получения слоя в 100 мкм.

Далее при выбранных условиях проводилась 3D-печать сырцов. Из них впоследствии было выжжено органическое связующее и в результате высокотемпературного спекания получена плотная керамика практически без дефектов (рис.5). На образцах керамики в оптический микроскоп иногда наблюдаются межслоевые трещины видимо в силу не совсем оптимальных условий печати и усадки мономера при отверждении, что является ключевой проблемой метода стереолитографии [14, 15].

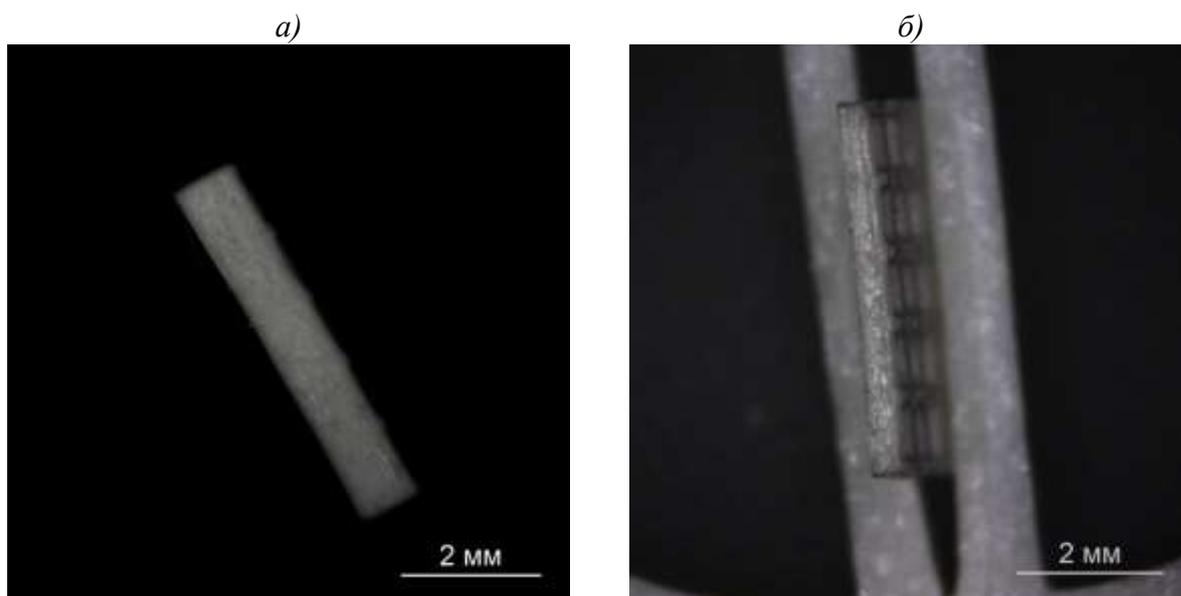


Рис. 5 – Спеченная керамика YAG (а) и TZ-3YZ-E (б)

### Заключение

На основе различных акрилатных мономеров были получены суспензии с порошками диоксида циркония и иттрий-алюминиевого граната с высоким (до 41 об.%) наполнением твердыми частицами, обладающие подходящими для метода стереолитографии реологией и кинетикой полимеризации. Напечатанные на 3D-принтере образцы были спечены в керамику, на которой не были выявлены критичные искажения или дефекты.

### Благодарности

*Авторы признательны своим коллегам из НИЦ «Курчатовский институт» – ИРЕА П.А. Волкову, С.К. Белусь и Д.С. Поплевину за техническую помощь на отдельных этапах работы. Работа выполнена с использованием научного оборудования ЦКП НИЦ «Курчатовский институт» – ИРЕА при финансовой поддержке проекта Российской Федерацией в лице Минобрнауки России, Соглашение № 075-11-2021-070 от 19.08.2021.*

**Список использованных источников**

1. Chevalier J., Liens A., Reveron H. et al. Forty years after the promise of «ceramic steel?»: Zirconia-based composites with a metal-like mechanical behavior // *J. Am. Ceram. Soc.* — 2020. — V. 103. — P. 1482–1513.
2. Zakaria Z., Kamarudin S. K. Advanced modification of scandia-stabilized zirconia electrolytes for solid oxide fuel cells application—A review // *Int. J. Energy Res.* — 2021. — V. 45. — №. 4. — P. 4871–4887.
3. Zhigachev A. O., Rodaev V. V., Zhigacheva D.V. et al. Doping of scandia-stabilized zirconia electrolytes for intermediate-temperature solid oxide fuel cell: A review // *Ceram. Int.* — 2021. In press.
4. Kagomiya I., Matsuda Y., Kakimoto K. et al. Microwave Dielectric Properties of YAG Ceramics // *Ferroelectrics* — 2009. — V. 387. — P. 1–6.
5. G.S. Corman, Creep of oxide single crystal, Tech. Rep. No. WRDC-TR-90-4059, Contract Nos. F33615-87-C-5345, Materials Laboratory; Wright Research and Development Center, Wright-Patterson Air Force Base, Ohio, 98 pp. (1990).
6. Pullar R.C., Taylor M.D., Bhattacharya A.K. Effect of sodium on the creep resistance of yttrium aluminium garnet (YAG) fibres // *J. Eur. Ceram. Soc.* — 2006. — V. 26. — P. 1577–1583.
7. Rostokina E. Y., Plekhovich A. D., Kut'in A. M. et al. Kinetic effects of substitution  $\text{Er}^{3+}$  for  $\text{Y}^{3+}$  in  $(\text{Y}_{1-x}\text{Er}_x)_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$  garnet // *J. Eur. Ceram. Soc.* — 2021. — V. 41. — №. 10. — P. 5324–5330.
8. Dosovitskiy G., Dubov V., Karpuyuk P. et al. Activator segregation and micro-luminescence properties in GAGG: Ce ceramics // *J. Lumin.* — 2021. — V. 236. — P. 118140.
9. Sokolov P. S., Komissarenko D.A., Belus S.K. et al. 3D printing of composite reflectors for enhanced light collection in scintillation detectors // *Opt. Mater.* — 2020. — V. 108. — P. 110393.

10. Komissarenko D. A., Sokolov P.S., Evstigneeva A.D. et al. DLP 3D printing of scandia-stabilized zirconia ceramics // J. Eur. Ceram. Soc. – 2021. – V. 41. – №. 1. – P. 684–690.
11. Krieger I. M., Dougherty T. J. A mechanism for non-Newtonian flow in suspensions of rigid spheres //Trans. Soc. Rheol. – 1959. – V. 3. – №. 1. – P. 137–152.
12. Hershell W. H., Bulkey R. Konsistenzmessungen von Gummi-Benzollosungen //Kolloid Zeitschrift. – 1926. – V. 39. – P. 291.
13. Jacobs P. F. Rapid prototyping & manufacturing: fundamentals of stereolithography. – Society of Manufacturing Engineers, 1992.
14. Hsiang H. I., Lee C.Y., Chen C.C. et al. Polycrystalline alumina ceramic fabrication using digital stereolithographic light process // Ceram. Int. – 2021. In press.
15. Marsico C., Øilo, M., Kutsch, J. et al. Vat polymerization-printed partially stabilized zirconia: Mechanical properties, reliability and structural defects //Addit. Manuf. – 2020. – V. 36. – P. 101450.

УДК 539.21; 539.25; 621.7; 669 53.043, 53.096

**Фемтосекундные и наносекундные импульсы для аддитивных лазерных технологий: спекание, плавление и ударные волны, влияние на структуру и механические свойства**

Иногамов Н.А.<sup>3,2,1</sup>, чл.-корр. РАН; Ашитков С.И.<sup>1</sup>, к.ф.-м.н.;

Жаховский В.В.<sup>2</sup>, к.ф.-м.н.; Колобов Ю.Р.<sup>4</sup>, д.ф.-м.н.;

Манохин С.С.<sup>4</sup>, к.т.н.; Неласов И.В.<sup>4</sup>; Перов Е.А.<sup>1</sup>;

Петров Ю.В.<sup>3,5</sup>, д.ф.-м.н.; Ситников Д.С.<sup>1</sup>, к.ф.-м.н.;

Фортова С.В.<sup>6</sup>, д.ф.-м.н.; Хохлов В.А.<sup>3</sup>, к.ф.-м.н.;

Шепелев В.В.<sup>6</sup>, к.ф.-м.н.

nailinogamov@gmail.com, ashitkov11@yandex.ru, basi1z@gmail.com, kolobov@icp.ac.ru, manohin@bk.ru, nelasov@icp.ac.ru, eugenie051296@mail.ru, uvp49@mail.ru, sitnik.ds@gmail.com, sfortova@mail.ru, v\_a\_kh@mail.ru, vadim.aries@gmail.com

<sup>1</sup> *Объединенный институт высоких температур РАН*

<sup>2</sup> *Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н.Л. Духова*

<sup>3</sup> *Институт теоретической физики им. Л.Д. Ландау РАН*

<sup>4</sup> *Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка, Россия*

<sup>5</sup> *Московский физико-технический институт*

<sup>6</sup> *Институт автоматизации проектирования РАН*

**Аннотация:**

*В основе многих современных промышленных методов получения и модификации поверхностей материалов лежат лазерные технологии. В работе рассмотрены вопросы 3D-печати и особенности импульсных фемтосекундных и наносекундных лазерных воздействий.*

**Ключевые слова:**

*диффузионные процессы, поверхностное натяжение, плавление, ударная волна, кристаллизация, фемтосекундные импульсы, наносекундные импульсы, жаропрочные сплавы, аддитивные технологии, структура, фазовый состав*

## **Введение**

Материалы, получаемые с использованием аддитивных технологий (АТ), в настоящее время находят широкое применение в различных областях техники, медицины и других. АТ технологии используются для производства трехмерных металлических изделий сложной формы в соответствии с заданной компьютерной моделью путем послойного нанесения порошкового материала в зону спекания и последующего, либо одновременного воздействия лазерного облучения.

Чрезвычайно активно развиваются комплексные научные исследования однородности химического и фазового составов, структуры, механических и физико-химических свойств образцов и изделий из материалов, получаемых с применением рассматриваемых технологий. Имеются литературные данные о сопоставимых по величине или даже более высоких прочностных характеристиках металлических материалов при испытаниях на растяжение и сжатие при комнатной и повышенных температур синтезированных с использованием АТ высокопрочных и жаропрочных сплавов по сравнению с литыми и деформируемыми (подвергаемыми после литья механико-термической обработке) сплавами [1]. Проявление улучшенных механических свойств связано, в частности, с возможностью прецизионного контроля направления выращивания и формы элементов структуры сплавов [2].

При наличии многих явных преимуществ методов АТ, на сегодняшний день они не способны полностью заменить собой традиционные металлургические технологии, ввиду наличия макро- и мезо-дефектов структуры, таких как поры и зоны неполного спекания [3].

Наличие внутренних дефектов отрицательно сказывается на прочности рассматриваемых материалов, особенно при циклическом нагружении, поскольку облегчает зарождение и распространение магистральной трещины. В работе [4] обнаружено, что неоднородность формирующейся структуры, а

именно вытянутость зерен вдоль направления выращивания, и присутствие остаточных напряжений, возникающих из-за большого градиента температур в процессе спекания, заметно уменьшают сопротивление многоциклового усталости. Тем не менее, в некоторых работах приводятся сравнимые значения механических характеристик АТ-сплавов при многоциклового усталости с соответствующими для деформируемых сплавов [5]. Даже при малоцикловых испытаниях, в соответствии с [4], наличие пористости в структуре рассматриваемых материалов приводит к тому, что предел выносливости АТ-сплава по сравнению с деформируемым сплавом-аналогом уменьшается с увеличением амплитуды напряжений.

Известно, что для большинства известных АТ сплавов имеет место резкое снижение прочностных характеристик с повышением температуры. Вместе с тем, в работе [6] на примере образцов сплава Inconel 718, полученного методом прямого лазерного выращивания, при испытаниях на сжатие в интервале температур от 940 до 1060 °С показано, что пределы текучести для сплавов, полученных с использованием АТ и методами традиционной металлургии, близки по величине. К сожалению, данные по усталостным свойствам и сопротивлению высокотемпературной ползучести в цитируемой работе, как и в большинстве других опубликованных работ, отсутствуют.

На лазерных технологиях основано много современных промышленных методов получения и модификации поверхностей материалов. В данной работе остановимся на 3Д печати (как правило используются лазеры непрерывного действия), а также на характеристиках импульсных фемтосекундных и наносекундных лазерных воздействий.

3Д-печать постепенно становится одним из важнейших направлений производства изделий сложной геометрии (внутренние полости, соединяющие каналы, сетчатые структуры и т.п.). Применение гальваносканирования лазером непрерывного действия, управляемого

компьютерной программой, лежит в основе печати [1-3]. Сложное изделие трехмерной геометрии воссоздается по памяти компьютера, в которую заложено огромное количество плоских срезов изделия. Подход с 3Д-печатью заменяет длинные, трудоемкие цепочки технологических процессов с серией отливок и с соединением отливок в конечное изделие.

Имеется множество проблем научно-физического характера на пути оптимизации 3Д-печати. Чтобы охарактеризовать научную значимость соответствующих явлений и то внимание, которое им уделяется, достаточно упомянуть журнал «АТ – Additive Technologies», специально посвященный работам по тематике 3Д-печати.

Важную роль играют следующие процессы.

1. Поглощение лазерной энергии неровной поверхностью, составленной из частиц порошка; обычно размеры частиц составляют десятки микрон, применимо приближение геометрической оптики.

2. Передача поглощенной энергии посредством электронной теплопроводности внутри частиц от освещенной поверхности к объему частицы.

3. Передача тепла от одной частицы к другой через точки контакта.

4. Начало плавления. Плавление слоев насыпки частиц. Ситуации с плавлением одного слоя насыпки и с плавлением нескольких слоев насыпки за один проход лазерного пучка.

5. Формирование составной капли расплава, в которую входит жидкая фаза большого числа расплавленных частиц (десятки и более). С одной стороны, по мере перемещения лазерного пучка по поверхности насыпки, в каплю поступают новые и новые твердые частицы из насыпки частиц. С другой стороны (кильватерная сторона капли и по низу капли), каплю пересекает фронт кристаллизации, в котором происходит затвердевание расплава и присоединение вещества к сплошной твердой фазе корпуса формируемого изделия.

6. При облучении насыпки в атмосфере (обычно тот или иной инертный газ, исключение кислорода для предотвращения окисления и горения) существенную роль могут играть явления, связанные с нагревом газа и движением расширяющегося при нагревании газа.

7. При сильных нагревах значительны эффекты, которые связаны с испарением частиц порошка и динамическим влиянием давления паров на кинематику частиц порошка.

8. Под действием ряда эффектов (движение газа, реактивные силы со стороны насыщенных паров, втягивание частиц в каплю расплава, конвекция, эффект Марангони) имеет место движение расплава внутри капли. Инерционные силы, связанные с этим внутренним движением, приводят к дроблению капли, отрыву и левитации мелких капель.

9. Вследствие неоднородности температуры внутри капли (охлаждение поверхности под действием испарения) происходит внутреннее кипение металла капли. С этим связано образование пузырьков пара внутри капли. Пузырьки могут застывать внутри твердой матрицы при быстрой кристаллизации расплава.

Указанный перечень явлений выявляется с помощью, например, рентгеновской радиографии [4] (open access). Ниже обрисовано соответствующее течение. Далее приведены результаты расчетов спекания нанопорошков методом молекулярной динамики.

Новые направления 3Д-печати связаны с применением ультракоротких воздействий с большой частотой повторений [5]. В связи с этим в следующих разделах анализируются и сопоставляются лазерные воздействия фемтосекундной и наносекундной длительности.

### **1. Плавление порошков при 3Д-печати**

На рис. 1 приведена схема процессов при 3Д-печати. Лазерный пучок диаметром  $d$  бежит по поверхности насыпки слева направо со скоростью  $v$ . Перемещение пучка по поверхности управляется гальваносканером. На рис. 1

показана ситуация, пожалуй, наиболее интересная для приложений, когда размер капли и диаметр пучка  $d$  существенно больше среднего размера  $\varphi$  частицы порошка, см. пример наблюдений в работе [4]. Красная часть кривой «melting front» показывает границу, которая разделяет твердую и жидкую фазы. Снизу и сзади по ходу лазерного луча имеется фронт кристаллизации (синяя часть кривой, ограничивающая жидкую каплю, solidification front). При численном моделировании обычно ограничиваются относительно простой ситуацией плавления одного слоя частиц, когда  $d \sim \varphi$ .

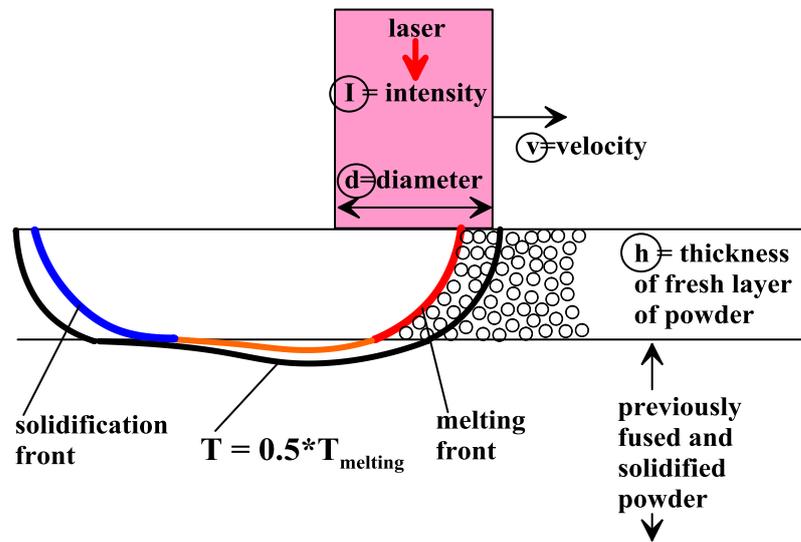


Рис. 1 – Схема основных процессов при 3Д-печати. См. текст

Фронты плавления и кристаллизации смещаются со временем слева направо, следуя за лазерным пучком, см. рис. 1. Разумеется, скорость смещения  $v$ , интенсивность лазерного излучения  $I$ , диаметр пучка  $d$ , размеры частиц  $\varphi$ , их теплопроводность, скрытая теплота плавления тесно связаны. Т.е. по параметрам насыпки необходимо подобрать оптимальные параметры лазерного воздействия. Например, если пучок смещается слишком быстро, то не удастся сформировать каплю, охватывающую в глубину необходимое число слоев насыпки частиц порошка.

Пусть отношение  $d/\varphi$  задано. Пусть  $v^*$  оптимальная скорость. Тогда, если скорость  $v$  несколько больше  $v^*$ , то между монолитом ранее сформированной части изделия и каплей останется слой твердых частиц. То

есть слой плавления и затвердевания, созданный каплей, будет тоньше слоя насыпки над ранее созданным монолитом. Разумеется, это неприемлемо, поскольку нарушится сплошность создаваемой конструкции. На рис. 1 слой насыпки над монолитом обозначен буквой  $h$ , а сам монолит выделен стрелками и надписью: *previously fused and solidified powder*. В обратном случае, когда скорость  $v$  меньше скорости  $v^*$ , лазер будет снова расплавлять монолит, созданный при предыдущих проходах. Такая ситуация, очевидно, не является оптимальной по затратам энергии. Хотя, с другой стороны, повторное плавление и затвердевание монолита будет способствовать устранению дефектов в виде полостей, оставшихся в матрице монолита.

За счет электронной теплопроводности металла происходит нагрев частиц порошка перед фронтом плавления, сравните положения кривых фронт плавления (красная часть кривой «melting front») и изотерму с температурой, равной половине от температуры плавления (« $T=0.5 \cdot T_{\text{melting}}$ »), справа от капли расплава на рис. 1. Теплопроводностное охлаждение через уже затвердевшую часть выращиваемой конструкции формирует границу затвердевания (синяя часть кривой на рис. 1). Под лазерным лучом мишень (насыпка твердых частиц и затвердевшая часть) сильно нагревается. Должны быть обеспечены средства оттока тепла через охлаждающие контакты с внешними радиаторами.

## **2. Спекание наночастиц. Анализ средствами молекулярной динамики**

Прежде, чем представить материал по спеканию, обсудим вопрос об ударноволновом воздействии на насыпку шариков. В работах [6,7] детально рассмотрен этот вопрос. В [6] исследуется случай затопленного порошка – твердые частицы находятся в жидкости; доля объема, занятая шариками, велика. Через эту суспензию проходит ударная волна (например, индуцированная лазерным воздействием). В [7] порошок находится в вакууме (вакуум между частицами порошка в механическом контакте).

При численном моделировании применялся метод сглаженных частиц (SPH – smoothed particles hydrodynamics). В [7] разработан новый код, который сочетает SPH гидродинамику с разбиением на домены по Вороному. Каждый домен обслуживается одним процессором. Это позволяет на несколько порядков увеличить число SPH частиц (до десятков и сотен миллионов) с помощью применения многопроцессорных суперкомпьютеров и соответствующих алгоритмов. В гидродинамическом приближении нет ограничений на размеры моделируемой области. В этом заключается преимущество перед методикой молекулярно-динамического моделирования, когда предельный размер изучаемой системы не может превышать объема порядка одного кубического микрона. В [6,7] рассмотрено воздействие сильных ударных волн на насыпку частиц (порошок). Такое воздействие приводит к сильным деформациям частиц и даже к их плавлению. Интерес к ударноволновым течениям в порошках связан с проектами, в которых вместо лазера непрерывного действия (CW лазеры) используется сканирование повторяющимися импульсами фемтосекундного лазера [5].

Далее рассмотрим базовую одномерную модель спекания порошков, в которой твердые шарики, выстроенные в бесконечную цепочку, находятся в механическом контакте – прикасаются друг к другу в точке соприкосновения. Предполагается, что центры шариков зафиксированы. Поверхностная энергия атомов в месте контакта минимальна, и поэтому поверхностная диффузия переносит атомы к контакту. Коэффициент такой диффузии при комнатной температуре очень мал, но при нагреве растет экспоненциально и становится максимальным при температуре плавления. С течением времени точечный контакт между шариками расширяется и превращается в шейку, которая механически достаточно прочно соединяет шарики вместе.

Для атомистического моделирования описанного выше процесса спекания твердых шариков мы разработали новый межатомный потенциал

меди в форме потенциала погруженного атома (EAM – Embedded Atom Model). Был использован метод подгонки по механическим напряжениям, разработанный в работе [8]. Полученный потенциал хорошо подходит для МД моделирования спекания твердых медных шариков при различных температурах. В таблице 1 приведено сравнение нового потенциала с известным EAM потенциалом Мишина [9]. Видно, что хотя механические свойства потенциалов близки, новый потенциал лучше воспроизводит экспериментальную поверхностную энергию и температуру плавления. Рисунок 2 демонстрирует уменьшение расчетной температуры плавления медного шарика с уменьшением его радиуса при использовании обоих потенциалов. Видно, что падение температуры плавления становится значительным для шариков с радиусами менее 5 нм.

Таблица 1

Экспериментальные и расчетные свойства меди

	Experimental data	Mishin EAM potential	New EAM potential
Lattice constant $a_0$ (нм) at $T=0$	0.36	0.3599	0.3595
Cohesion energy $E_0$ (kJ/mol)	336.73	336.704	333.253
Bulk modulus $B_0$ (GPa)	142.03	138.39	143.07 2
Vacancy formation $E_{vf}$ (kJ/mol)	100.34 - 126.4	122.73	126.324
(111) surface energy $\gamma_s$ (J/m <sup>2</sup> )	~1.79	1.239	1.3882
(100) surface energy $\gamma_s$ (J/m <sup>2</sup> )	~1.79	1.345	1.4679
(110) surface energy $\gamma_s$ (J/m <sup>2</sup> )	~1.79	1.475	1.6305
Melting temperature $T_m$ (kK)	1.35777	1.311	1.36

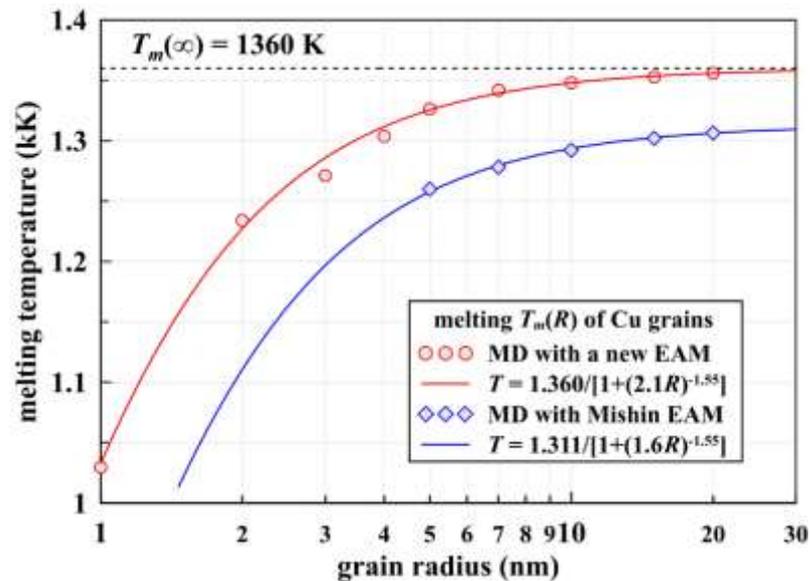


Рис. 2 – Температура плавления медных шариков в зависимости от радиуса. Красная линия показывает МД результаты, полученные с новым ЕАМ потенциалом, а синяя – с использованием ЕАМ потенциала Мишина

Приведенные свойства потенциалов существенно влияют на точность результатов моделирования спекания. Благодаря более низкой температуре плавления и меньшей поверхностной энергии потенциал Мишина заметно переоценивает коэффициент поверхностной диффузии и скорость роста шейки. Было проведено молекулярно-динамическое моделирование цепочки медных шариков с радиусом  $R=10$  нм, помещенных в периодические граничные условия вдоль оси цепочки. Фактически моделировался один шарик с периодом  $2R$ , в котором его левая полусфера контактировала с правой полусферой, как это показано на вставке на Рис. 3. Такая постановка гарантирует неподвижность шарика, в отличие от реальной цепочки шариков. В начальный момент между атомами шариков был зазор 0.1 нм в «точке» контакта, т.е. атомарное взаимодействие шариков было, но шейка отсутствовала.

МД моделирование демонстрирует, что поверхностная диффузия идет медленнее с новым ЕАМ потенциалом – рост сечения шейки со временем показан на рис. 3. Это является результатом меньшей поверхностной энергии

и температуры плавления (примерно на 50 К) у потенциала Мишина, чем у нового потенциала.

### 3. Ультракороткие воздействия

Представим порошок эффективной однородной средой. Это возможно, если усреднение идет по размерам большим, чем размер  $\square$  отдельных частиц. Ультракороткое воздействие качественным образом различается от воздействия лазерного импульса с большой длительностью (наносекундный лазер). В новейших приложениях предлагается применять фемтосекундные импульсы в процессах селективной лазерной плавки [5]. С такого рода импульсами связаны существенные механические эффекты (генерация и распространение сильных ударных волн) кроме тепловых эффектов (плавление, кристаллизация, образование монолита из порошка), которыми обычно ограничиваются при описании физики 3Д печати. Об ударных волнах в гетерогенной среде говорилось в разделе 2, ссылки [6,7]. Здесь приведем дополнительные сведения.

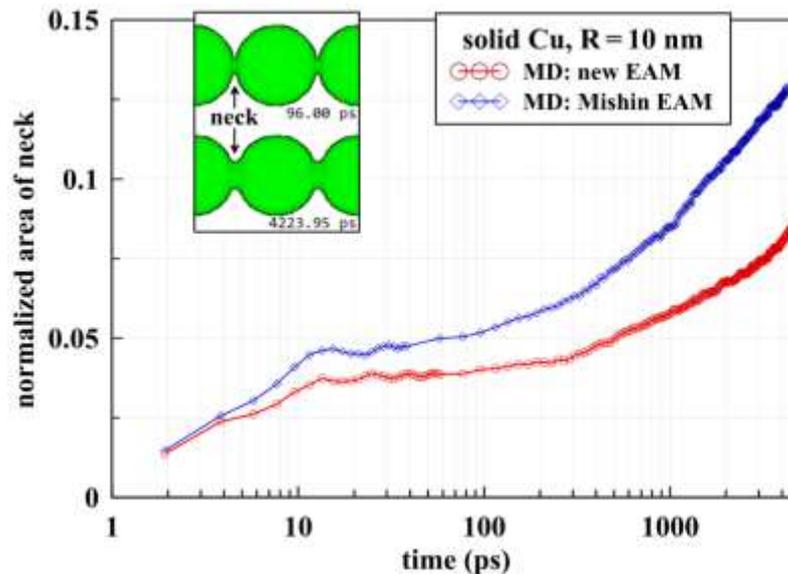


Рис. 3 – Площадь сечения шейки, нормализованная на площадь сечения шарика в зависимости от времени в МД моделировании. Вставка показывает вид сбоку спекающихся шариков. Наблюдаются две стадии спекания: на ранней стадии до 15 пс происходит быстрое формирование шейки, а затем идет стадия ее роста

Эти сведения касаются влияния трехмерных геометрических эффектов. В работе [10] рассматривалась генерация ударных волн в системах с толстой диэлектрической подложкой и тонкой пленкой, напыленной поверх подложки. Запрос на такой анализ поступил от сотрудников, проводящих опыты в интересах формирования метаповерхностей для оптоэлектроники [11, 12]. Остросфокусированным (дифракционный предел) лазерным пучком создаются отверстия на поверхности пленки [11-13]. Изучена зависимость размеров отверстия от энергии лазерного импульса.

Оказалось, что рост размера отверстия в пленке обусловлен не крыльями распределения интенсивности пучка по формуле Гаусса (тогда зависимость находится по методу Liu, 1982, см. [10]), а определяется динамикой распространения ударной волны под пленкой. Ударная волна генерируется в пятне воздействия при резком расширении сильно нагретой лазером пленки в сторону вакуума и в сторону подложки. Расширение пленки в сторону подложки создает ударную волну внутри подложки. Эта ударная волна действует на пленку со стороны подложки в направлении вакуума. Указанное действие придает импульс пленке по нормали к поверхности пленки в сторону вакуума. В результате пленка отрывается, если значение переданного импульса превышает пороговое значение.

По методу Liu, 1982 (см. [10]) размер отверстия медленно (логарифмически) растет с увеличением поглощенной в мишени энергии лазера. Такое положение обусловлено быстрым (экспоненциальным) ослаблением интенсивности в крыльях распределения Гаусса. В нашей ситуации с подповерхностной объемной ударной волной давление в ударной волне также затухает при удалении от пятна лазерного воздействия. Но затухание это степенное, а не экспоненциальное, как в случае функции Гаусса. Поэтому при сильных воздействиях разработанный нами механизм расширения отверстия всегда доминирует над методом Liu, 1982.

Большой интерес представляет также распространение лазерных ударных волн в объемных мишенях (без покрытия мишени пленкой). Обычно исследователи ограничиваются одномерной аппроксимацией. В этой аппроксимации имеется только одна пространственная координата. Это координата  $x$  по нормали к поверхности мишени. Выбор такой аппроксимации оправдывается тем, что радиус пятна воздействия  $R_L$  намного превышает глубину  $d_T$  прогрева мишени фемтосекундным лазерным импульсом;  $d_T \sim 0.1$  мкм, а  $R_L$  обычно  $\sim 1-100$  мкм и до 1 мм в зависимости от назначения лазера. Как видим, отношение  $R_L/d_T$  меняется в широких пределах от величины порядка 10 (для пучков на дифракционном пределе) до величин порядка  $10^3$  и даже  $10^4$  для лазеров с сильной энергетикой и большим размером пятна освещения.

Разумеется, при распространении ударная волна затухает. В нашей работе показано, что имеются два режима затухания. В первом режиме волна остается примерно одномерной – т.е. течение зависит только от одной пространственной координаты  $x$ , введенной выше. При этом темп затухания с пройденным расстоянием  $x$  медленный. Данный режим соблюдается, пока путь  $x$  волны мал в сравнении с радиусом пятна  $R_L$ .

В другом режиме затухание амплитуды ударной волны с пройденным путем  $x$  гораздо более быстрое [14]. Этот режим распространения начинается, когда пройденный путь  $x$  становится порядка радиуса  $R_L$ . В результате даже существенно наращивая поглощенные энергии и, следовательно, начальную амплитуду ударных волн, нельзя добиться того, чтобы ударная волна оставалась сильной на расстояниях, которые гораздо больше радиуса  $R_L$ .

Наличие ударных волн имеет существенное значения для структурно-фазового состояния приповерхностных слоев материала. Например, методами молекулярной динамики, с использованием хорошо апробированных потенциалов межатомного взаимодействия для титана [15],

был исследован процесс фазового альфа (ГПУ) – омега ( $C_{32}$ ) перехода возникающего при высокоскоростной деформации сопровождающей процессы лазерного пиннинга (лазернойковки). Процесс фазового перехода вблизи приповерхностного слоя титана при фемтосекундном лазерном облучении экспериментально наблюдался в работе [16]. Сопоставление полученных результатов молекулярно-динамического моделирования выполненных в рамках модифицированного метода погруженного атома с расчётами, проведёнными в рамках функционала электронной плотности (DFT) показывают недостаточность последнего метода для описания фазовых переходов при ударных деформациях. Эффект обусловлен увеличением числа атомов в моделируемой системе. Исследование путей альфа–омега деформации, рассмотренных при DFT моделировании в работе Trinkle и др. [17], методами молекулярной динамики показало, что с увеличением размера моделируемой системы при температурах выше 300К для малых атомных систем (800 атомов) реализуются только пути перехода с ориентационными соотношениями между исходной и конечной фазами  $(0001)_\alpha || (11\ 20)_\omega, [11\ 20]_\alpha || [0001]_\omega$ . С увеличением размера моделируемой системы до 50000 атомов и более фазовый переход реализуется только между полосами деформации в области, где развитие деформации за счет скольжения дислокаций затруднено [18]. Эффект образования метастабильной при нормальном давлении омега фазы может отвечать за измельчение зернёной структуры в подповерхностном слое титана при лазерной обработке.

#### 4. Наносекундные воздействия

Рассматривается лазерное освещение через вакуум или через прозрачную жидкость. В случае фемтосекундных воздействий наличие среды с ненулевым акустическим импедансом за границей облучаемой непрозрачной мишени мало сказывается на формируемой ударной волне в мишени. В случае наносекундных импульсов ситуация другая. Амплитуда

волны существенно усиливается при расширении нагретого вещества поглощающей мишени в окружающую прозрачную среду с ненулевым акустическим импедансом [19, 20, 21]. Поэтому для усиления воздействия наносекундное облучение проводят через жидкость.

В связи с этим обстоятельством мы исследовали физику наносекундного облучения через жидкость. На рис. 4 представлены четыре временные зависимости давления на контактной границе золото-вода. Для случая с длительностью импульса 0.5 нс вместе с давлением на контакте показано, как затухает ударная волна в воде. Закон затухания этой волны примерно  $p_{sw}(t) \sim 1/\sqrt{t}$ . Давления на контакте ниже и убывают существенно быстрее.

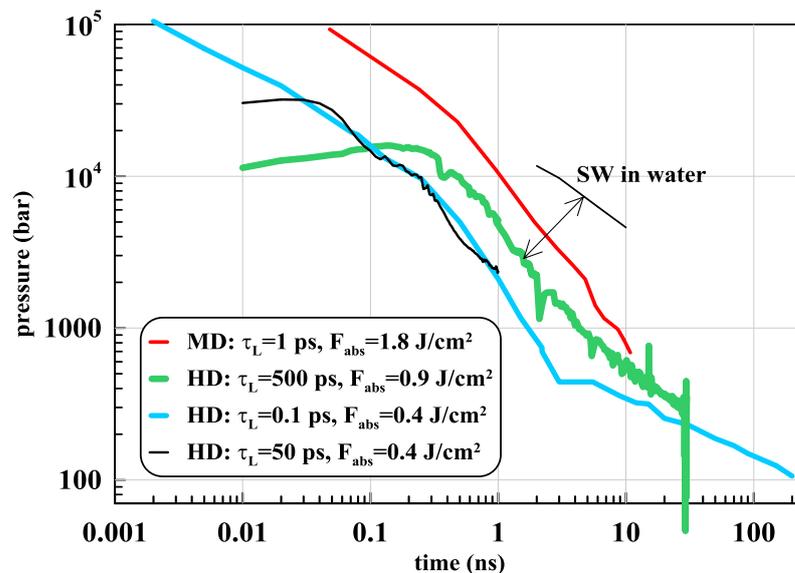


Рис. 4 – Падение давления на контакте с течением времени. Для воздействия с длительностью импульса 0.5 нс вместе с давлением на контакте приведена зависимость от времени на ударной волне в воде. Эти зависимости соединены двусторонней стрелкой.

MD – расчет молекулярной динамикой, HD – гидродинамический расчет. Указаны длительности импульсов и поглощенная мишенью энергия. Кривые выстроены по убыванию поглощенной энергии. См. текст

Как видно из рис. 4, имеются три характерных участка уменьшения давления на контакте. Первый участок примерно постоянного давления (полочка) связан с длительностью импульса. После прекращения действия лазерного импульса, начинается достаточно резкое падение контактного

давления. Снижение давления обусловлено торможением контакта за счет сопротивления воды (инерция воды). Слом зависимостей начинается на давлениях порядка критического давления воды (220 атм). Достаточно удивительным представляется факт примерно одинакового хода давления при равных вложенных энергиях и длительностях импульса, которые отличаются в 50 раз – голубая и черная кривые на рис. 4. Т.е. в случае золота с большой толщиной прогрева мишени динамика расширения в воду слабо чувствует увеличение длительности импульса вплоть до десятков пикосекунд.

#### **5. Влияние обработки лазерными импульсами наносекундной и фемтосекундной длительности на микроструктуру и механические свойства субмикроструктурного технически чистого титана**

Одним из перспективных направлений в области создания новых технологий обработки металлических материалов технического и медицинского применения является поверхностная модификация с использованием концентрированных потоков энергии, наиболее перспективным из которых является лазерное облучение [16, 22, 23]. Подавляющее большинство широко применяющихся в производственной практике способов модификации поверхностей материалов связаны со значительным разогревом их приповерхностных слоев или всего объема материала. В значительной степени избежать этого позволяет активно развиваемый в последнее десятилетие перспективный метод обработки поверхностей металлических материалов лазерными импульсами короткой (пико-, нано- и субнаносекундной) и ультракороткой (субпико- и фемтосекундной) длительности [16, 22, 23]. Развивающиеся при таком воздействии процессы, связанные с изменением рельефа поверхности и фазово-структурными превращениями в тонких приповерхностных (толщиной 1-5 мкм) слоях, позволяют формировать уникальный комплекс физико-химических и механических свойств указанных областей материалов.

Такие области, как известно, оказывают значительное влияние на прочностные характеристики листовых образцов и изделий из металлов и сплавов. Варьируя параметры лазерного облучения, можно контролируемым образом изменять рельеф поверхности от макро- до наноуровня, в том числе создавая многомодальную шероховатость, с которой связано проявление супергидрофобных или супергидрофильных свойств поверхности. Известно, что переход от режима абляции материала поверхности к режиму ударно-волновой обработки (лазерная ковка, в англоязычной литературе – reening) позволяет улучшать механические характеристики, как подповерхностных, так и приповерхностных слоев материалов до глубины от одного до нескольких сотен микрометров [16,24]. Однако вопрос о влиянии наносекундного лазерного облучения на механические свойства при циклическом нагружении титановых сплавов на сегодняшний день мало изучен. В работе [25], на примере технически чистого титана (сплав ВТ1-0) в исходном субмикроструктурном состоянии с размером зерен  $190 \pm 10$  нм [26], полученном воздействием пластической деформацией, проведено исследование влияния наносекундного лазерного облучения на сопротивление усталости указанного материала, а также изучение особенностей изменения структуры приповерхностного слоя исследуемого сплава в процессе наносекундного лазерного облучения и последующих испытаний на усталость. В цитируемой работе [25] лазерное облучение образцов проводили под слоем воды толщиной порядка 2 мм на установке «Минимаркер-2» со следующими параметрами облучения: длина волны  $\lambda = 1064$  нм, длительность импульса  $\tau \sim 100$  нс, энергия в импульсе  $E \approx 2 \cdot 10^{-3}$  Дж, частота следования импульсов  $\nu = 50000$  Гц, скорость сканирования лазерного пучка  $v = 1500$  мм/с, плотность мощности энергии излучения  $F = 2$  ГВт/см<sup>2</sup>. При указанной скорости сканирования на поверхности материала (под слоем воды) наблюдались как отдельные, так и перекрывающиеся кратеры. Приготовление тонких фольг (ламелей) из приповерхностного слоя

исследуемого материала проводили известным методом “cross-section” [27] непосредственно в камере растрового электронно-ионного микроскопа, что позволило исследовать детали структуры материала. Ламели вырезались сфокусированным ионным пучком из середины отдельно расположенных кратеров в виде расплывшейся капли расплава, образовавшихся при воздействии одиночного импульса. По периферии таких кратеров отчетливо наблюдается выпуклый валик с овальными краями, дополнительно свидетельствующий о локальном плавлении. Тонкая фольга (ламель) готовилась в сечении, нормаль к которому перпендикулярна к направлению прокатки и перпендикулярна к поверхности вырезанного образца в форме тонкого параллелепипеда.

Из рисунка 5 в видно, что вблизи поверхности (в выделенном штриховой линией тонком подповерхностном слое толщиной порядка 2 мкм) после лазерного воздействия сформировалась микроструктура в виде кристаллитов удлиненной пластинчатой формы, шириной порядка 100 нм и длиной 0,5–1 мкм.

Кристаллиты вытянуты преимущественно в направлении перпендикулярно поверхности образца и имеют малоугловую (углы взаимной разориентации составляют несколько градусов), как это и должно быть при кристаллизации с теплоотводом в указанном направлении. Расположение рефлексов не соответствует двойниковой разориентации [28].

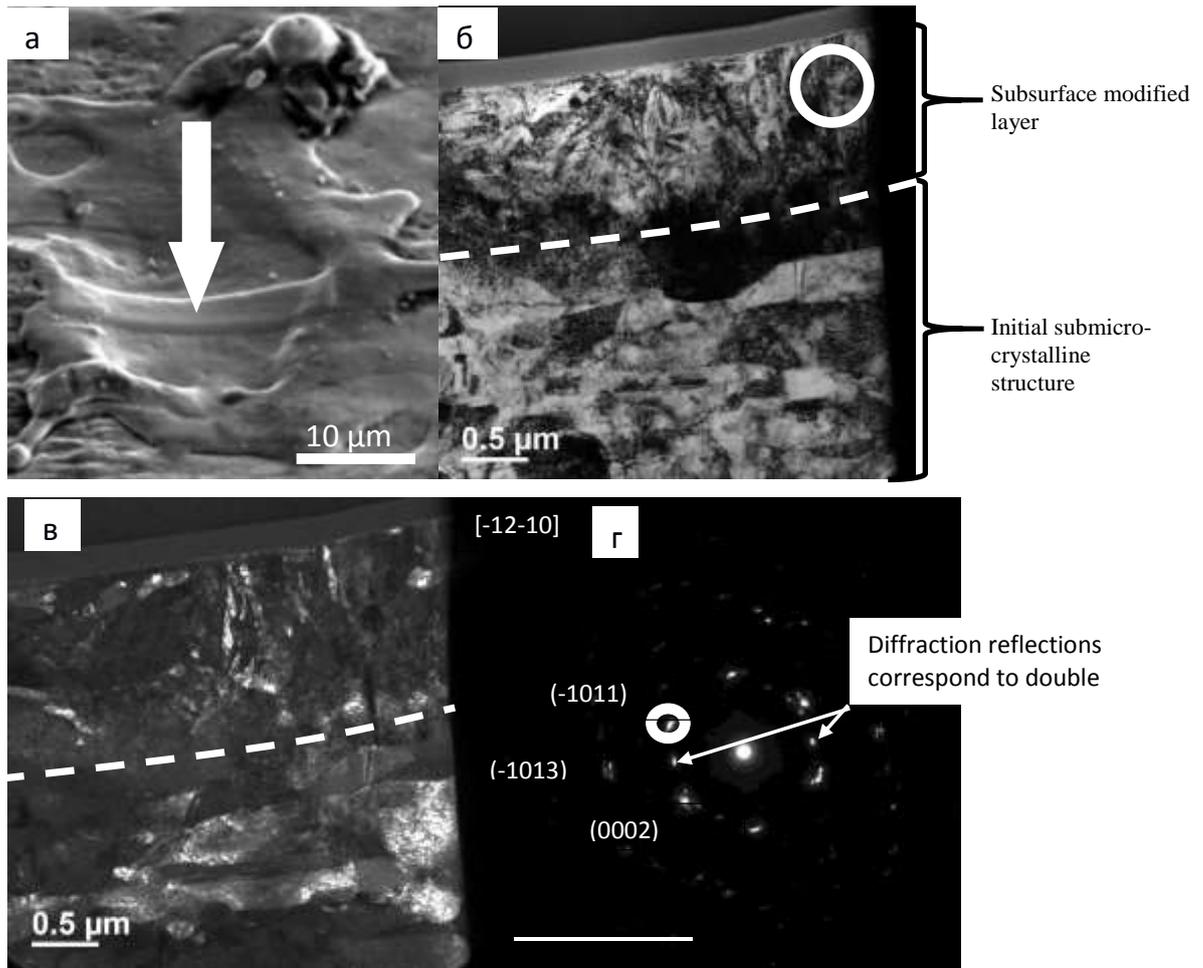


Рис. 5 – Структура поверхности образца сплава VT1-0 в области кратера (РЭМ), из середины которого (показано стрелкой) вырезана тонкая фольга (ламелла) а); б) микроструктура подповерхностного слоя в поперечном сечении (ПЭМ). Кольцом обозначена область получения микродифракционной картины, в) – темнопольное изображение того же участка ламели, г) – микродифракция с указанием индексов Миллера. Кругом отмечен рефлекс (-1011), в котором получено темнопольное изображение (ПЭМ) [25]

Можно предположить, что малоугловая взаимная разориентация кристаллитов связана с их зарождением из расплава на кристаллической подложке СМК-титана с отчетливо выраженной кристаллографической текстурой, характерной для полученного прокаткой СМК титана. Таким образом, кристаллическая подложка, на которой кристаллизуются и растут вытянутые монокристаллические структурные элементы (кристаллиты), задает кристалло-структурное соответствие с подложкой наблюдаемых блоков с малоугловой взаимной разориентировкой. Такое обычно и

наблюдается при росте блочных монокристаллов из жидкой фазы на твердофазной кристаллической подложке.

Можно предположить, что в зависимости от текстуры прокатки, задающей преимущественно тип кристаллографической плоскости (на которой будет формироваться зародыш кристаллизации) можно получать те или иные кристаллические структуры с заданной кристаллографической ориентировкой. Диффузное размытие рефлексов на картине микродифракции свидетельствует о наличии микронапряжений в кристаллической решетке элементов микроструктуры.

Микроструктура приповерхностного слоя образца на глубине более 2 мкм (область, расположенная ниже подповерхностного слоя (под штриховой линией) на рис. 5 б, в представляет вытянутые вдоль направления прокатки (на стадии формирования СМК структуры) параллельно поверхности фольги элементы исходной (до лазерного облучения) зеренно-субзеренной структуры. Ортогональное расположение направлений вытянутости образовавшихся в процессе лазерного воздействия элементов микроструктуры в тонком подповерхностном слое и расположенных на больших глубинах (на всю толщину образцов) элементов исходной СМК структуры позволяет сделать однозначное заключение о глубине качественного изменения микроструктуры, т.е. о глубине расплавленного и вновь закристаллизовавшегося слоя.

Полученные данные могут быть использованы как методический прием при определении толщин тонких модифицированных, в том числе расплавленных и вновь закристаллизовавшихся (в том числе с формированием нанокристаллического состояния), лазерной обработкой подповерхностных слоев металлов и сплавов в исходном субмикроструктурном или другом постдеформационном состоянии. Экспериментально измеренные значения толщин расплавленных воздействием лазерных импульсов подповерхностных слоев могут быть

сопоставлены с их теоретическими оценками. Это дает возможность корректировки таких оценок, необходимых для разработки методов модификации тонких приповерхностных слоев для улучшения комплекса механических и других свойств листового проката металлов и сплавов.

Для обработки больших внешних поверхностей изделий или экспериментальных образцов, как известно, используют сканирование лазерного луча по поверхности или перемещение предметного столика с образцами или изделиями под пучком. Например, в работе [29] при выбранной скорости сканирования лазерного луча по поверхности материала (под слоем воды) в микроскопе наблюдали, как отдельные, так и перекрывающиеся кратеры. При этом удается достичь занятой кратерами доли общей площади поверхности до 80 % и более.

Обработанные таким способом экспериментальные образцы (размером  $40 \times 3 \times 1$  мм) испытывали на усталость и сравнивали ее характеристики с соответствующими для необработанных лазерным пучком образцов. Для определения предела выносливости образцов указанной выше пластинчатой формы (толщина пластин порядка 1 мм) по результатам экспериментов были построены (рис. 6) зависимости максимального напряжения в цикле от числа циклов до разрушения (диаграмма Вёллера) для образцов субмикроструктурного титана ВТ1-0 в исходном состоянии и после предварительной обработки поверхности лазером. Как видно из рис. 6, для всей области задаваемых внешних напряжений образцы после обработки наносекундным лазерным облучением в среднем выдерживают значительно большее напряжение при одинаковом количестве циклов до разрушения, чем в исходном состоянии. Таким образом, модификация приповерхностного слоя исследуемых образцов наносекундным лазерным облучением, приводит к значительному повышению сопротивления усталостному разрушению.

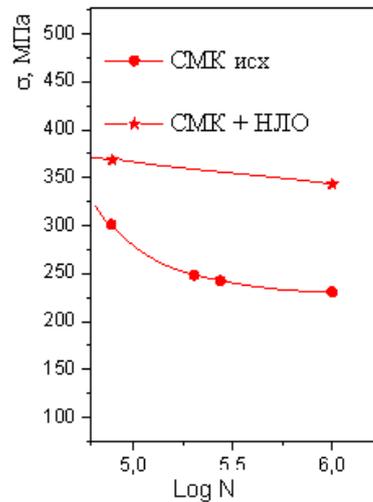


Рис. 6 – Кривые усталости для образцов сплава ВТ1-0 в субмикроструктурном состоянии: (отмечены на графике кружочком) и после обработки лазерными импульсами наносекундной длительности (отмечены на графике звездочкой) в воде (с плотностью мощности одиночного импульса  $\sim 10^9$  ГВт/см<sup>2</sup>)

В работе [30] на поверхности образцов из титанового сплава ВТ6 с использованием фемтосекундного лазера ( $\lambda=790$  нм,  $\tau=30$  фс) формировали лазерным пучком рисунок в виде нанорешетки с периодом порядка 500 нм. Такое микроstructuring поверхности вызывает значительное (более чем в два раза) уменьшение коэффициента трения. В работе [31] на примере алмазоподобных пленок (на технически чистом титане) показана возможность значительного улучшения трибологических свойств материала с использованием структурирования поверхности методом фемтосекундной лазерной обработки. Существенное влияние обработки лазерными импульсами фемтосекундной длительности обнаружено также на трибологические характеристики кремния [32,33].

В литературе опубликованы лишь единичные работы, в которых исследуется влияние фемтосекундной лазерной обработки на прочностные, в том числе усталостные свойства металлических и других материалов. Так, в работе [34] для обработки СМК титана ВТ1-0 использовали ИК фемтосекундный лазер ( $\lambda=744$  нм,  $\tau=100$  фс). Многоимпульсную обработку осуществляли на воздухе при плотности энергии одиночного импульса  $F=0.3$

Дж/см<sup>2</sup>. При такой обработке на поверхности титана формировалась квазипериодическая поверхностная структура с околотоволновым периодом. Было показано, что обработка поверхности образцов СМК титана ВТ1-0 в форме пластин толщиной 0.6 мм лазерным излучением фемтосекундной длительности приводит к повышению условного предела выносливости (при базе испытаний 10<sup>6</sup> циклов). При испытаниях на растяжение пластин СМК титана ВТ1-0 толщиной 0.5 и 0.2 мм было установлено, что лазерная обработка практически не меняет измеряемые величины пределов текучести и прочности, но существенно увеличивает величину деформации до разрушения исследованных тонких пластинчатых образцов.

#### **Финансирование работы**

*Работа авторов СИА, ЕАП, ДСС выполнена в рамках Госзадания ОИВТ РАН № 075-00460-21-00. Работа НАИ, ЮВП, ВАХ выполнена в рамках Госзадания ИТФ им. Л.Д. Ландау РАН № 0033-2019-0007. Работа авторов ЮРК, ССМ, ИВН выполнена при финансовой поддержке Государственного задания ИПХФ РАН, № госрегистрации АААА-А19-119100800130-0. Работа авторов СВФ и ВВШ выполнена в рамках Госзадания ИАП РАН.*

#### **Список использованных источников**

1. DebRoy T., Wei H.L., Zuback J.S., Mukherjee T. et al. Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties // Prog. Mater. Sci.– 2018. – Vol. 92.– P. 112–224.
2. Wu M.W., Lai P.H., Chen J.K. Anisotropy in the impact toughness of selective laser melted Ti–6Al–4V alloy // Mater. Sci. Eng. A. – 2016. – Vol. 650. – P. 295–299.
3. Sean Gribbin, Jonathan Bicknell, Luke Jorgensen, Igor Tsukrov, Marko Knezevic. Low cycle fatigue behavior of direct metal laser sintered Inconel alloy 718 // Int. J. Fatigue.– 2016.– Vol. 93.– P. 156–167

4. Wu M. W., Lai P. H. The positive effect of hot isostatic pressing on improving the anisotropies of bending and impact properties in selective laser melted Ti-6Al-4V alloy // Mater. Sci. Eng. A.– 2016. – Vol. 658. – P. 429–438.

5. Konecna R., Nicoletto G., Kunz L. et al. Microstructure and directional fatigue behavior of Inconel 718 produced by selective laser melting // Procedia Structural Integrity.– 2016.– Vol. 2.– P. 2381–2388.

6. Aydinöz M.E., Brenne F., Schaper M., Schaak C., et al. On the microstructural and mechanical properties of post-treated additively manufactured Inconel718 superalloy under quasi-static and cyclic loading // Mater. Sci. Eng. A.– 2016.– Vol. 669.– P. 246–258.

7. Egorova M.S., Dyachkov S.A., Parshikov A.N., Zhakhovsky V.V. Parallel SPH modeling using dynamic domain decomposition and load balancing displacement of Voronoi subdomains // Comput. Phys. Commun.– 2019.– Vol. 234.– P. 112–125.

8. Zhakhovskii V.V., Inogamov N.A., Petrov Y.V., Ashitkov S.I., Nishihara K. Molecular dynamics simulation of femtosecond ablation and spallation with different interatomic potentials // Appl. Surf. Sci.– 2009.– Vol. 255, № 24.– P. 9592–9596.

9. Mishin Y., Mehl M.J., Papaconstantopoulos D.A., Voter A.F., Kress J.D. Structural stability and lattice defects in copper: Ab initio , tight-binding, and embedded-atom calculations // Phys. Rev. B.– 2001.– Vol. 63, № 22.– P. 224106.

10. Shepelev V. V, Inogamov N.A., Danilov P.A., Kudryashov S.I., Kuchmizhak A.A., Vitrik O.B. Ultrashort pulse action onto thin film on substrate: Qualitative model of shock propagation in substrate explaining phenomenon of fast growth of a hole with increase of absorbed energy // J. Phys. Conf. Ser.– 2019.– Vol. 1147.– P. 012065.

11. Wang X.W., Kuchmizhak A.A., Li X., Juodkazis S., et al. Laser-Induced Translative Hydrodynamic Mass Snapshots: Noninvasive Characterization and

Predictive Modeling via Mapping at Nanoscale // *Phys. Rev. Appl.*– 2017.– Vol. 8, № 4.– P. 044016.

12. Kuchmizhak A., Vitrik O., Kulchin Y., Storozhenko D., et al. Laser printing of resonant plasmonic nanovoids // *Nanoscale.*– 2016.– Vol. 8, № 24.– P. 12352–12361.

13. Danilov P.A., Zayarny D.A., Ionin A.A., Kudryashov S.I., et al. Redistribution of a material at femtosecond laser ablation of a thin silver film // *JETP Lett.*– 2016.– Vol. 104, № 11.– P. 759–765.

14. Shepelev V. V, Inogamov N.A., Fortova S. V. The role of geometry in the generation of a shock wave by a femtosecond laser pulse // *J. Phys. Conf. Ser.*– 2021.– Vol. 1787, № 1.– P. 012023.

15. Kartamyshev, A. I., Lipnitskii, A. G., Saveliev, V. N., Maksimenko, V. N., Nelasov, I. V., & Poletaev, D. O. Development of an interatomic potential for titanium with high predictive accuracy of thermal properties up to melting point // *Comput. Mater. Sci.*– 2019.– Vol. 160. – P. 30-41.

16. Kolobov Y.R. Regularities and mechanisms of formation of submicro-, nano-, and ultrafine-grained structures and mechanical properties of metals and alloys under different treatments // *Russ. Phys. J.*– 2018.– Vol. 61.– P. 611–623.

17. Trinkle D. R. et al. New mechanism for the  $\alpha$  to  $\omega$  martensitic transformation in pure titanium // *Phys. Rev. Lett.*– 2003.– Vol. 91, № 2.– P. 025701.

18. Nelasov, I. V., Kartamyshev, A. I., Boev, A. O., Lipnitskii, A. G., Kolobov, Y. R., Nguyen, T. K. Molecular dynamics simulation of the behavior of titanium under high-speed deformation // *Modell. Simul. Mater. Sci. Eng.*– 2021.– Vol. 29, № 6.– P. 065007.

19. Inogamov N.A., Khokhlov V.A., Petrov Y. V., Zhakhovsky V. V. Hydrodynamic and molecular-dynamics modeling of laser ablation in liquid: from surface melting till bubble formation // *Opt. Quantum Electron.*– 2020.– Vol. 52, № 2.– P. 63.

20. Petrov Y.V., Inogamov N.A., Zhakhovsky V.V., Khokhlov V.A. Condensation of laser-produced gold plasma during expansion and cooling in a water environment // *Contrib. to Plasma Phys.*– 2019.– Vol. 59, № 6.– P. e201800180.

21. Inogamov N.A., Khokhlov V.A., Petrov Y. V., Zhakhovsky V. V. Hydrodynamic and molecular-dynamics modeling of laser ablation in liquid: from surface melting till bubble formation // *Opt. Quantum Electron.*– 2020.– Vol. 52, № 2.– P. 63.

22. Veiko V. P., Karlagina Y. Y., Egorova E. E., Zernitskaya E. A., Kuznetsova D. S., Elagin V. V., Odintsova G. V. *J. Phys. Conf. Ser.*– 2020.– Vol. 1571, № 1.– P. 012010.

23. Ionin A. A., Kudryashov S. I., Samokhin A. A. Material surface ablation produced by ultrashort laser pulses // *Phys. Usp.*– 2017.– Vol. 60, № 2.– P. 149.

24. Jia W., Hong Q., Zhao H., Li L., Han D. Effect of laser shock peening on the mechanical properties of a near- $\alpha$  titanium alloy // *Mater. Sci. Eng.*– 2014.– Vol. 606.– P. 354-359.

25. Колобов Ю.Р., Манохин С.С., Одинцова Г.В., Бетехтин В.И., Кадомцев А.Г., Нарыкова М.В. Исследование влияния обработки лазерными импульсами наносекундной длительности на структуру субмикроструктурного титана // *Письма в ЖТФ.*– 2021. – Т. 47, – №. 14.– С. 21.

26. Y. R. Kolobov, Regularities and Mechanisms of Formation of Submicro-, Nano-, and Ultrafine-Grained Structures and Mechanical Properties of Metals and Alloys Under Different Treatments // *Russ. Phys. J.*– 2018.– Vol. 61, № 4.– P. 611.

27. Ivanov M. B., Kolobov Y. R., Manokhin S. S., Golosov E. V. Studies of structural-phase state of medical titanium alloys by contemporary methods of analytical electron microscopy // *Inorg. Mater.*– 2013.– Vol. 49, № 15.– P. 1320-1330.

28. Guo Y. F., Xu S., Tang X. Z., Wang Y. S., Yip S. Twinnability of hcp metals at the nanoscale // J. Appl. Phys.– 2014.– Vol. 115, № 22.– P. 224902.

29. Отчет (итоговый) НИУ «БелГУ» по госзаданию (№ госрегистрации АААА-А17-117030650013-5 (научн. рук. Колобов Ю.Р.)– Белгород, 2019. – 109 с.

30. Bonse, J., Koter, R., Hartelt, M., Spaltmann, D., Pentzien, S., Höhm, S., Krüger, J. Femtosecond laser-induced periodic surface structures on steel and titanium alloy for tribological applications // Appl. Phys. A.– 2014.– Vol. 117, № 1.– P. 103–110.

31. Yasumaru, N., Miyazaki, K., & Kiuchi, J. Control of tribological properties of diamond-like carbon films with femtosecond-laser-induced nanostructuring // Appl. Surf. Sci.– 2008.– Vol. 254, № 8.– P. 2364–2368.

32. Chung C J, Wu B H, Li W L, Chien C W, Wu P H and Cheng C W 2012 Microstructure and lubricating // Laser Phys. Lett.– 2020. No.17. P. 016003 6.

33. Derrien T Y, Torres R, Sarnet T, Sentis M and Itina T E Formation of femtosecond laser induced surface structures on silicon: insights from numerical modeling and single pulse experiments // Appl. Surf. Sci.– 2012. № 258.– P. 9487–90.

34. Колобов Ю.Р., Корнеева Е.А., Кузьменко И.Н., Скоморохов А.Н., Кудряшов С.И., Ионин А.А., Макаров С.В., Колобова А.Ю., Манохин С.С., Бетехтин В.И., Кадомцев А.Г. Влияние поверхностной обработки фемтосекундным импульсным лазерным излучением на механические свойства субмикрористаллического титана // ЖТФ.– 2018.– Т. 88, № 3. – С. 396.

УДК 661.687:666.32/36:66.085.1

**Особенности получения реакционносвязанного нитрида кремния с использованием послойной экструзии термопластичного шликера**

Михайлов И.Г.; Зайцев В.С.

per20sec@ya.ru

*АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина», г. Обнинск, Россия*

***Аннотация:***

*Аддитивным методом экструзии материала с использованием термопластичного шликера кремния получена керамика на основе реакционносвязанного нитрида кремния. Отработаны различные параметры процесса и выбраны оптимальные. Изучен предел прочности материала при статическом изгибе при комнатной температуре. Демонстрируется возможность формования крупногабаритных изделий сложной формы.*

***Ключевые слова:***

*аддитивные технологии, экструзия материала, термопластичный шликер, реакционносвязанный нитрид кремния*

## Введение

По мере развития науки и техники решаются всё более сложные задачи. Одной из таких являются полёты на гиперзвуковых скоростях, превышающих 8 махов. В процессе длительного полёта ввиду трения о набегающие потоки воздуха элементы обтекателей гиперзвуковых летательных аппаратов (ГЛА) могут разогреваться до температур, превышающих 1600 °С. Выдерживать нагрузки в этих условиях способны лишь керамические материалы, одним из которых является реакционносвязанный нитрид кремния. Этот материал обладает рядом преимуществ, таких как высокая температура эксплуатации (более 10 часов при температуре 1600 °С), стойкость к воздействию окислительной среды воздуха и паров топлива, высокий предел прочности при статическом изгибе (200–250 МПа) и микротвёрдостью на уровне 12 ГПа. Особенностью технологии его изготовления является безусловность заготовки в процессе обжига, что позволяет снизить необходимость механической обработки. Существующие методы изготовления заготовок, такие как инжекционное формование и прессование, накладывают существенные ограничения на формы получаемых заготовок. Этими методами практически невозможно сформировать сложнопрофильные заготовки с поверхностью двойной кривизны, острыми кромками или внутренними каналами охлаждения, что весьма перспективно в применении к обтекаемым элементам ГЛА.

Решить проблему формования сложнопрофильных керамических заготовок могут современные аддитивные технологии (АТ) [1-3]. В их основе лежит идея о послойной выкладке материала заготовки с последующим его отверждением. Такой подход позволяет выращивать изделия практически с любой формой. Среди классов методов, применяемых в аддитивных технологиях, одним из перспективных для формования керамических заготовок является метод «экструзии материала». В этом методе жидкая фаза материала на основе водного или термопластичного органического

связующего экструдировается через сопло. Этот процесс схож с традиционным инъекционным формованием керамических заготовок, что позволяет быстро адаптировать сырьё и технологический процесс к изготовлению заготовок аддитивным методом экструзии материала.

Для изготовления изделий из реакционносвязанного нитрида кремния используется термопластичный шликер. При его экструзии необходимо поддерживать постоянную заданную температуру и давление. Современные коммерчески доступные аддитивные установки экструзии материала работают с использованием филамента или холодной водной суспензии твёрдых частиц, что приводит к потребности в создании специализированной установки послойной экструзии материала, которая могла бы обеспечить однородное и равномерное истечение термопластичного шликера. В настоящей работе излагаются результаты освоения и адаптации аддитивного метода экструзии материала к изготовлению сложнопрофильных изделий на основе реакционносвязанного нитрида кремния.

1. Существующие технические решения по послойной экструзии материалов на основе нитрида кремния

В течение последних 20 лет аддитивный метод экструзии материала активно развивался в промышленных масштабах в направлении изготовления изделий из самых разных пластиков и восковых моделей. В коммерчески доступных установках в качестве исходного сырья используется пластиковая нить – филамент. Для формования изделий из керамик с использованием коммерчески доступного оборудования необходимо подготовить филамент, наполненный керамическими частицами и термопластичным связующим. Так, группа учёных М.К. Agarwala, А. Vandyopadhyay и др. из Ратгерского университета в США в 1995 опубликовали результаты своих исследований по формованию изделий из *спечённого* нитрида кремния  $Si_3N_4$  методом послойного нанесения расплава керамического сырья (Fused Deposition Ceramics, FDC) [4]. Отличительной особенностью работы было изготовление

специального филамента на основе порошка нитрида кремния и термопластичного связующего. В экспериментах использовался порошок нитрида кремния марки «GS-44», производимый компанией «Allied Signal», а в качестве связующего наилучшим образом по ряду параметров подошла литейная система «RU 1». К этим параметрам относится динамическая вязкость расплавляемого сырья, межслойная адгезия треков, оптимальная температура экструзии и другие параметры. Из этого сырья филамент изготавливался с применением капиллярного вискозиметра, что очень удобно, поскольку параллельно измеряется и вязкость расплава. Стоит отметить, что авторы упоминают и о такой проблеме, как хрупкость филамента, ввиду чего удавалось получать лишь нить длиной 20-30 см. Для печати изделий необходимо было регулярно заправлять новую нить филамента. Реологию шликера необходимо было изучить, поскольку при изменении скорости сдвига, вязкость расплава может существенно меняться. Данные по измерению вязкости расплава филамента со связкой «RU 1» при различной температуре приводятся на рисунке 1.

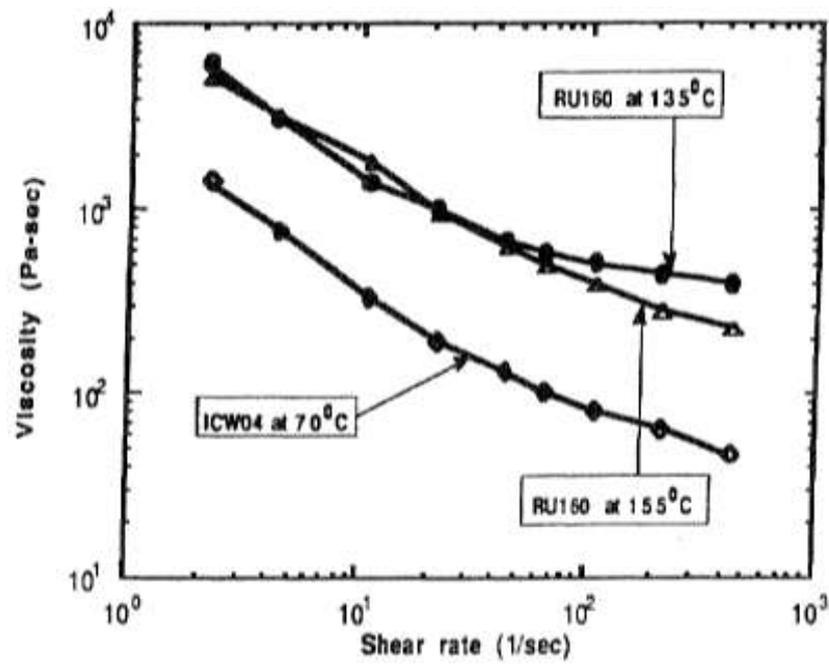


Рис. 1 – Реология термопластичного шликера нитрида кремния на основе связки «RU 1» при различной температуре

В процессе формования заготовок отрабатывалось множество различных параметров, таких как толщина наносимого слоя, скорость нанесения, плотность заполнения формуемого слоя, объём подаваемого шликера и другие. В результате удалось получить керамические заготовки с максимальной объёмной долей твёрдой фракции на уровне 60 %. При этом, после удаления связующего и спекания, керамика имела максимальную плотность на уровне 95 % теоретической. Авторы отмечают такие проблемы при формовании, как наличие закрытых пор заполненных воздухом, а так же наличие коробления и усадок в процессе формования. Несмотря на существовавшие трудности, удалось изготовить ряд образцов, в том числе и со сложной геометрией. Полученные образцы представлены на рисунке 2.

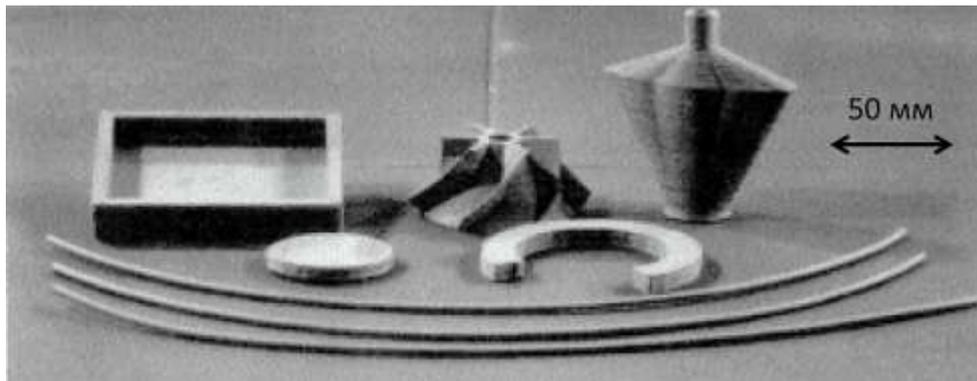


Рис. 2 – Образцы из нитрида кремния, полученные методом послойного нанесения керамического сырья

В 2008 году этот же коллектив авторов совместно с коллегами [5] продолжили разработку метода и опубликовали новые результаты, включающие механические свойства материала. За основу взят аналогичный порошок, при этом связку заменили другую – «ICW» (коммерчески доступный воск для литья по выплавляемым моделям). Из особенностей процесса можно выделить диаметр используемого сопла и размер толщины наносимого слоя, составившие 250 мкм. Образец качества наносимых слоёв представлен на рисунке 3.

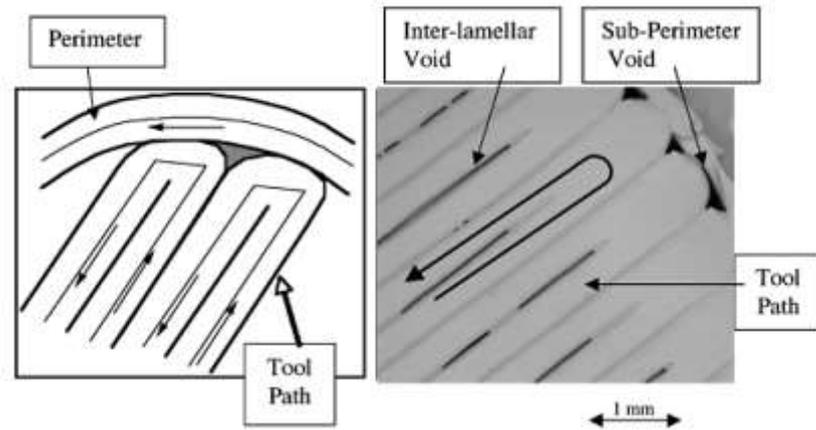


Рис. 3 – Образец наносимого слоя с соплом диаметром 250 мкм

Для построения изделий использовались различные значения углов ( $0^\circ$ ,  $90^\circ$  и  $\pm 45^\circ$ ) между “дорожками” (треками) и горизонтальной осью изделия в чередующихся слоях. В первых двух случаях ( $0^\circ$ ,  $90^\circ$ ), были обнаружены значительные искривления в образцах. Однако, использование векторных углов  $+45^\circ$  и  $-45^\circ$  не приводило к искривлениям. После удаления связующего обнаружена  $\sim 1\%$  усадка. Основная усадка ( $16\text{--}18\%$ ) происходила во время спекания. Механические свойства изучались для двух видов образцов, в одном из них слои располагались перпендикулярно оси  $Z$ , а в другом параллельно оси  $Z$ . Получается, что при изучении предела прочности при статическом изгибе для образцов в первом случае плоскость распространения трещины будет находиться перпендикулярно плоскостям слоёв, а во втором случае – параллельно. Исходя из соображений о геометрии образцов предполагается, что свойства прочности такого материала будут обладать анизотропией, и для образцов со слоями параллельными оси  $Z$ , предел прочности будет несколько меньше. На практике, изучение свойства предела прочности образцов с такими конструкциями подтвердило анизотропию. Для образцов, со слоями, перпендикулярными оси  $Z$  предел прочности составил  $908 \pm 90$  МПа, а для образцов со слоями параллельными оси  $Z$  -  $888 \pm 68$  МПа. Можно заключить, что анизотропия незначительная, с учётом количества образцов и коэффициента вариации значения находятся примерно на одном

уровне. Микротвёрдость  $K_1C$  составила порядка  $8 \text{ МПа} \times \text{м}^{0.5}$ . По данным авторов механические свойства спечённого нитрида кремния полученного методом послойной экструзии материала находятся на уровне значений аналогичного материала, получаемого традиционным способом с применением изостатического прессования. Авторы отмечают такой результат, как одно из преимуществ аддитивного метода послойной экструзии материала, в частности связанное с тем, что технология формования и спекания заготовки, за исключением принципа самой экструзии, полностью соответствует традиционной.

В качестве выводов по приведённому литературному обзору следует отметить, что:

1) Аддитивный метод послойной экструзии материала позволяет получать керамические изделия сложной формы с высоким уровнем свойств.

2) Для формования заготовок применяется термопластичный шликер или водная суспензия керамических частиц, используемые в традиционном производстве керамики. Как результат – можно использовать известное сырьё и технологию изготовления керамики и как следствие получать высокие свойства материала.

3) Коммерческое оборудование, работающее по аддитивному методу экструзии материала, традиционно используется для формования изделий из пластика и в качестве исходного сырья использует пластиковый пруток. В случае применения прутка с высокой концентрацией керамических частиц и термопластичного связующего пруток часто ломается, вызывая пропуски экструзии. Необходима иная модификация сырья или оборудования.

4) Аддитивный метод экструзии материала очень чувствителен к используемому сырью и требует тщательной отработки всех основных параметров процесса и их коррекции в применении к построению заготовок.

## 2. Изучение реологии термопластичного шликера кремния

Для получения изделий с высоким качеством материала аддитивным методом экструзии материала необходимо использовать сырьё со стабильными литейными свойствами. К этим свойствам относятся однородность и низкая зависимость вязкости от скорости сдвига. В традиционном производстве реакционносвязанный нитрид кремния получают с использованием термопластичного шликера кремния. Этот шликер содержит высокую концентрацию твёрдой фракции частиц кремния (на уровне 60–65 % объёма) и термопластичное связующее – литейную систему на основе парафина и воска. С целью проверки пригодности данного шликера к применению в методе послойной экструзии материала необходимо изучить его реологию и проверить существование диапазона скоростей сдвига, при котором вязкость меняется незначительно. Температура процесса как правило составляет 75 °С и поддерживается неизменной. Измерения проводились при этой температуре методом ротационной вискозиметрии. В этом методе используется идея вращения коаксиальных цилиндров, между стенками которых располагается изучаемая среда. Центральный цилиндр вращается с заданной скоростью, формируя сдвиговый поток в среде, при этом внешний цилиндр покоится и подогревается до нужной температуры. В зависимости от диаметра внутреннего цилиндра и вязкости среды меняется крутящий момент, поэтому для измерения вязкости в оптимальном диапазоне скоростей сдвига необходим подбор диаметра внутреннего цилиндра. Сам же термопластичный шликер кремния должен быть максимально однородным. Степень его однородности проверялась напрямую на вискозиметре. Перемешивание производилось в течение 15 минут, и измерялась вязкость. Затем в течение последующих 15 минут снова производилось перемешивание, и вязкость измерялась повторно. Далее процесс повторялся, и было установлено, что перемешивание в течение часа достаточное, и

вязкость измеряемой пробы не меняется при фиксированной скорости сдвига. Измерение проводились спустя 3 минуты после установления необходимой скорости сдвига, при наступлении релаксации сдвигового процесса и сохранения значения исследуемой вязкости. Полученные данные по реологии термопластично шликера кремния в широком диапазоне скоростей сдвига представлены на рисунке 4. Данные усреднялись по 5 независимым экспериментам.

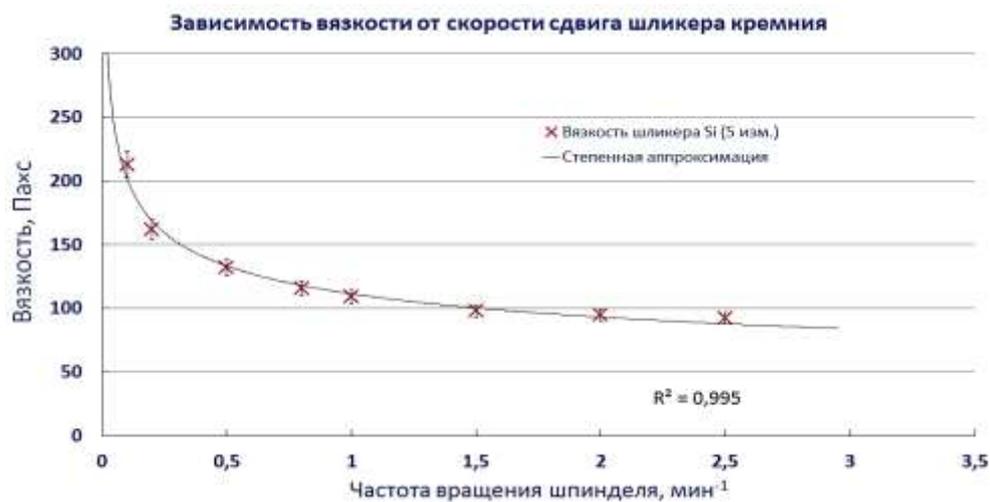


Рис. 4 – Зависимость вязкости от скорости сдвига термопластичного кремния, используемого в традиционном производстве реакционносвязанного нитрида кремния

По полученным данным можно заключить, что характер вязкости кремниевого шликера на термопластичной связке в системе воск-парафин – псевдопластичный. При этом зависимость вязкости от скорости вращения шпинделя носит степенной характер, а само значение вязкости убывает достаточно медленно при оборотах шпинделя на уровне 1,5 и более в минуту. Такой результат позволяет утверждать, что данная литейная система может быть использована на аддитивной установке послойной экструзии материала, а сами параметры процесса можно гибко варьировать, не существенно меняя при этом характер экструзии.

### 3. Отработка параметров послойной экструзии материала

В настоящей работе использовалась специализированная установка, представляющая собой 3-ёх координатный станок с ЧПУ, дополненный системой экструзии термопластичного шликера. Система состоит из термостатированного блока со шнеком, выдавливающего шликер через термостатированное сопло заданного диаметра. Для формирования однородных образцов без дефектов необходима отработка параметров послойной экструзии. Основным параметром служит скорость истечения шликера, регулируемая частотой вращения шнека. При формировании «дорожки» (трека) экструзии при заданной толщине слоя, диаметре и скорости перемещения сопла в единицу времени истекает заданный объём, согласованный с геометрией трека. В результате, в зависимости от толщины слоя, диаметра сопла экструдера и скорости его перемещения частота вращения шнека может существенно меняться. На практике, в применяемой установке скорость вращения шнека составляла от 10 до 30 оборотов в минуту. С учётом геометрических параметров шпинделя вискозиметра и шнека установки скорость сдвига шликера в установке находится на уровне 5-15 оборотов в минуту шпинделя. В этой области, исходя из полученных данных, вязкость меняется малозначительно, не более чем на 10 %. Это позволяет применять шликер кремния в установке послойной экструзии материала с незначительной коррекцией параметров.

При варьировании основных параметров процесса уделялось внимание плотности получаемых заготовок. С целью подбора оптимальных параметров выращивались образцы пластин размерами 70×70×10 мм. Заполнение пластин в специализированном ПО (слайсер) устанавливалось максимальным. В результате удалось подобрать параметры, при которых пластины имеют максимальную плотность и однородность. Образец микроструктуры слоя, полученный с применением оптического микроскопа, изображён на рисунке 5. Слева на изображении сетчатая структура образца

сырца, а справа – керамики на основе реакционносвязанного нитрида кремния. Диаметр сопла экструдера составил 0,6 мм. Размеры треков на изображении отличаются, поскольку представлены два разных образца полученные при различных режимах формования. Усадка материала при реакционном спекании не более 0,1 %.

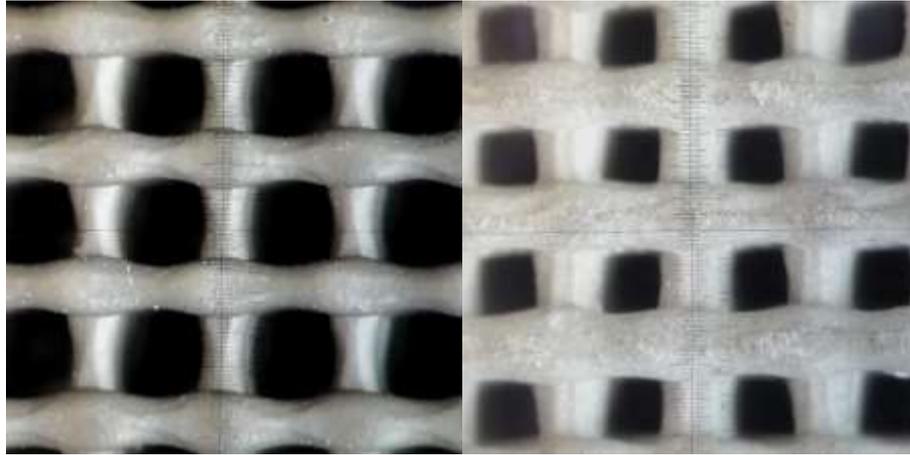


Рис. 5 – Микроструктура сырца (слева, Si) и керамики (справа, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>)

Для изучения предела прочности материала изготовлены образцы балок размерами 7×7×60 мм. Количество образцов – 30. Среднее значение предела прочности при трёхточечном статическом изгибе составило 198 МПа, а коэффициент вариации  $\gamma$  составил 12 %. Испытания проводились при комнатной температуре, а направление изгиба выбиралось вдоль треков (раскрытие трещины поперёк слоёв). Для демонстрации возможностей метода выращена заготовка вставки сложной формы для высокотемпературных задач металлургической отрасли (рисунок 6). Диаметр вставки составил 200 мм. Время формования – 8 ч.



Рис. 6 – Заготовка вставки из шликера кремния для высокотемпературных задач металлургической отрасли, полученная аддитивным методом экструзии материала

#### **Список использованных источников**

1. Deckers J.: Additive Manufacturing of Ceramics: A Review, *J. Ceram. Sci. Tech.*, 05 [04], 245-260, 2014.
2. Gibson I.: *Additive Manufacturing Technologies: 3D Printing, Rapid Prototyping, and Direct Digital Manufacturing*. Second Edition, Springer New York, Heidelberg Dordrecht London, 2015.
3. Bandyopadhyay A., Bose S.: *Additive manufacturing*, Taylor & Francis Group, 2016.
4. Agarwala M.K., van Weeren R., Vaidyanathan R., Bandyopadhyay A. et. al. *Structural Ceramics by Fused Deposition of Ceramics // Proceedings of the Solid Freeform Fabrication Symposium .- Vol. 1995 .- The University of Texas at Austin, Austin, Texas.*
5. Iyer S., McIntosh J., Bandyopadhyay A. et. al., *Microstructural Characterization and Mechanical Properties of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Formed by Fused Deposition of Ceramics // Int. J. Appl. Ceram. Technol.- 5 [2] 127–137 .-2008.*

УДК 778.64

**Производство металлического порошка для 3D-печати  
в ООО «Гранком»**

Демченко А.И., к.т.н.; Андрейко А.И.; Максимов А.А.

a.demchenko@grankom.com

ООО «Гранком», г. Кулебаки, Россия, ул. Восстания 1/14, 607018,

***Аннотация:***

*Приведены оборудование и технологическая схема производства металлического порошка для 3D-печати и производства изделий методом газостатического прессования (ГИП) в ООО «Гранком». Показано, что получаемый порошок по своим техническим характеристикам соответствует требованиям, выдвигаемым к порошкам производителями 3D-принтеров. Приведены примеры производства деталей методами 3D-печати и ГИП. Показано, что возможно достижения уровня механические свойств на деталях, полученных этими способами.*

***Ключевые слова:***

*газовая атомизация, порошки для 3D-печати, газовое изостатическое прессование, служебные характеристики*

## **Введение**

Технический прогресс требует создания новых способов производства изделий из сталей и жаропрочных сплавов с высокими функциональными свойствами, не уступающим свойствам деталей, изготовленным традиционными способами. При этом, обычные металлургические технологии, базирующиеся на литье и горячей деформации, в значительной мере себя исчерпали. Одним из новых направлений производства деталей сложной конфигурации, позволяющим реализовать преимущества по времени производства готового изделия, при этом снизив его массу, является 3D-печать [1, 2]. Входящим ресурсом для такой технологии является металлический порошок определенной крупности из жаропрочных и нержавеющей сталей. Кроме того, металлический порошок применяется также и при производстве инструментальных заготовок, а также деталей методом газостатического прессования (ГИП). С целью обеспечения российской промышленности качественным металлическим порошком, в 2013 году было образовано предприятие ООО «Гранком», которое является дочерним предприятием ПАО «Русполимет». На сегодня штат сотрудников составляет 107 человек, в том числе 1 профессор, доктор технических наук, 3 кандидата технических наук. Предприятие производит порошки и гранулы с целью импортозамещения и обеспечения авиационной промышленности, топливно-энергетического комплекса, атомного и общего машиностроения металлопродукцией из современных материалов. Основными клиентами являются предприятия структуры ОДК. В 2018 году было начато строительство комплекса порошковой металлургии, в 2019 получена первая партия металлического порошка для 3D-печати.

## **Состояние вопроса**

Производственный комплекс включает три технологические линии: первая линия представлена оборудованием для получения порошка различных марок сталей, в том числе быстрорежущих и нержавеющей;

вторая линия – оборудованием для получения порошка жаропрочных сплавов методом газовой атомизации; третья линия – оборудованием для получения титанового порошка методом центробежного распыления. Производственные мощности нашей компании дают возможность проведения полного предельного цикла с получением готовой продукции на всех этапах. На этапе выплавки и последующего распыления получается фракция металлического порошка, широко применяемого в различных областях промышленности, в том числе, в аддитивном производстве, литье под давлением порошковых материалов (технологиях МПМ, РПМ) и адиабатического прессования, для лазерной наплавки, для применения в атомной энергетике, авиаракетостроении, нефтяной и газовой промышленности и машиностроении. Далее возможно капсулирование порошка, вакуумирование капсулы и спекание ее в прессе горячего изостатического прессования. Для этого на предприятии имеются уникальные агрегаты, позволяющие проводить одновременно прессование и термическую обработку изделия – газостаты. Один из них, крупнейший в России (диаметр садки 1180 мм, высота 2150 мм), позволяет проводить обработку крупных фасонных отливок из стали и сплавов, обеспечивает повышение плотности металла за счет устранения внутренних дефектов (пор, раковин). Также имеется газостат меньшего размера, но позволяющий обрабатывать детали при давлении 200 МПа и температуре 2000 градусов. После процесса газостатирования возможна деформация на прессах открытой ковки радиально-ковочной машины и в завершение второго этапа – получение готовой продукции виде прутка либо полосы. На третьем этапе возможно изготовление отдельных изделий из порошка.

Номенклатурный перечень освоенных для производства порошка марок сталей и сплавов достаточно широк, основные из них это: Инко-718, ЭП-648, ВЖ-159, Инко-625, ЭИ-826, Х15Н5Д4Б, 08-12Х18Н10Т, AISI 316L, AISI 304L, Co-Cr-Mo (F75), Co-Cr-W.

## Экспериментальная часть

Технологическая схема производства порошка для 3D-печати показана на рисунке 1:



Рис. 1 – Технологическая схема производства порошка для 3D-печати в ООО «Гранком»

Как видно из рисунка 1, комплекс для производства порошка включает самое современное оборудование, предназначенное для достижения заявленных потребителем свойств.

В таблице 1 приведены данные о параметрах порошков для 3D-печати, полученных в ООО «Гранком».

Таблица 1

Параметры порошков для 3D-печати, полученных в ООО «Гранком»

№ п/п	Материал	Фракция, мкм	Текучность, с	Насыпная плотность, г/см <sup>3</sup>	D50, мкм	Пористые частицы на 100 шт.
1	ЭП-648	10-63	13,3	4,15	36,87	2
2	Инко-718	20-63	14,8	4,26	37,20	2
3	КХМ	20-45	15,6	4,45	31,41	1
4	X15H5Д4Б	20-63	14,9	4,10	35,10	2

Как видно из данных таблицы 1, параметры полученных порошков полностью соответствуют требованиям, выдвигаемым к порошку, ведущими производителями 3D-принтеров.

Совместно со специалистами АО «НПО «ЦНИИТМАШ», на установке прямого лазерного выращивания, впервые в России был изготовлен опытный образец сепарационного элемента для энергетических установок серийных атомных ледоколов методом прямого выращивания с применением порошка ООО «Гранком». Внешний вид изделия показан на рисунке 2.

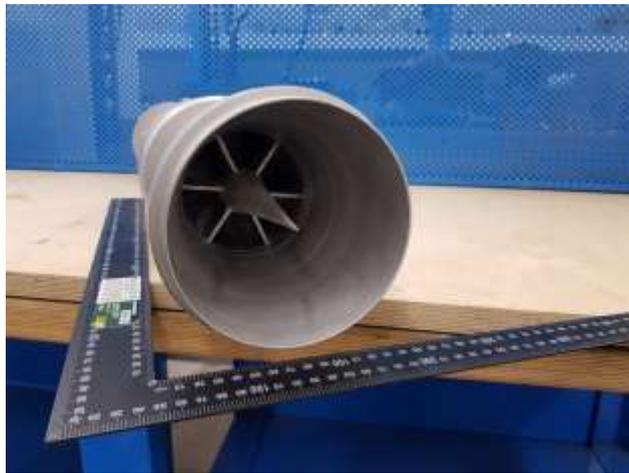


Рис. 2 – Внешний вид образца сепарационного элемента

Кроме того, совместно с Санкт-Петербургским Государственным Морским Техническим Университетом на аналогичной установке прямого лазерного выращивания по технологии печати DED P (Powder Direct Energy Deposition) была изготовлена заготовка из жаропрочного сплава ВЖ-159, показанная на рисунке 3. Механические свойства, достигнутые на заготовке, показаны в таблице 2.



Рис. 3 – Общий вид изделия из сплава ВЖ-159  
а) после выращивания, б) после отрезки темплетов

Таблица 2

Механические свойства образца сплава ВЖ-159,  
выращенного по технологии печати DED P

Механические свойства при 25 °С					
Прочность $\sigma_b$ , МПа	Текучность $\sigma_{0.2}$ , МПа	Удлинение $\delta$ , %	Сужение $\psi$ , %	Удар КСУ Дж/см <sup>2</sup>	Время до разрушения, ч
Изделие ВЖ159-ИД после выращивания и термообработки					
1000	716	25	32	50	51
Нормы по СТО 78721433-048-2014					
960	590	19	30	49	50

### Обсуждение результатов

Как видно из данных таблицы 2, механические свойства изделия, выращенного по технологии печати DED P, удовлетворяют требованиям СТО 78721433-048-2014.

Как альтернатива технологии 3D-печати может выступать технология производства деталей методом порошковой металлургии с последующим ГИП. Так, в 2020 году была изготовлена деталь типа «Камера», внешний вид которой представлен на рисунке 4. Механические свойства, достигнутые на заготовке, показаны в таблице 3.



Рис. 4 – Общий вид изделия «Камера»

Таблица 3

Механические свойства детали «Камера»

	Механические свойства при 25 °С				
	Прочность $\sigma_b$ , МПа	Текучесть $\sigma_{0.2}$ , МПа	Удлинение $\delta$ , %	Сужение $\psi$ , %	Удар КСЧ Дж/см <sup>2</sup>
Готовое изделие	677	363	50	58	115
Нормы по ГОСТ 977-88	441	216	25	30	59

Как видно из данных таблицы 3, механические свойства изделия «Камера» удовлетворяют требованиям ГОСТ 977-88.

### Выводы

1. На предприятии ООО «Гранком» реализован проект «Порошковая металлургия», в рамках которого установлено самое современное оборудование для получения порошка для 3D-печати и для изготовления изделий методом ГИП.

2. Технологическая схема, реализованная на предприятии, позволила получать качественные порошковые материалы для 3D-печати.

3. Механические свойства деталей, изготовленных из порошка производства ООО «Гранком» методами 3D-печати и методом ГИП, удовлетворяют требованиям НД на готовую продукцию.

**Список использованных источников**

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 666.3

## **Плазменная сфероидизация композиционных гранул на основе интерметаллида никеля**

Бобровский А.П.<sup>1</sup>, к.т.н.; Самохин А.В.<sup>2</sup>; Ефимочкин И.Ю.<sup>1</sup>; Купцов Р.С.<sup>1</sup>

admin@viam.ru  
aiam.mcm@mail.ru

<sup>1</sup>*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ)*

<sup>2</sup>*Институт металлургии и материаловедения им. А. А. Байкова РАН*

### ***Аннотация:***

*В данной статье рассматривается процесс плазменной сфероидизации композиционных гранул на основе интерметаллида никеля. В результате проведения работы установлены зависимости влияния энтальпии плазменной струи и расхода дисперсного сырья на качество сфероидизированных гранул, исследовано изменение фракционного состава композиционных гранул после проведения процесса сфероидизации.*

### ***Ключевые слова:***

*интерметаллид никеля, плазменная сфероидизация, армирование частицами тугоплавких соединений, аддитивные технологии*

## Введение

Одними из наиболее перспективных материалов для изготовления деталей и узлов изделий авиационной техники являются интерметаллидные материалы на основе  $Ni_3Al$ , обладающие по сравнению с жаропрочными никелевыми сплавами более высокой рабочей температурой (до 1250 °С), в сочетании с высокой жаропрочностью и низкой плотностью.

Наиболее перспективное направление для повышения эксплуатационных характеристик этих материалов – введение в качестве армирующих наполнителей посредством механического легирования частиц тугоплавких оксидов [1], обеспечивающих повышение сопротивления высокотемпературной ползучести, повышение рабочей температуры, снижение плотности.

Одним из перспективных путей создания подобного класса материалов является разработка дисперсно-упрочненных композиционных материалов системы  $Ni_3Al-Ni$  с оксидным упрочнением, поскольку композиционные материалы с упрочнением оксидами характеризуются наибольшей термодинамической стабильностью фаз внедрения по отношению к сплавам системы никель-алюминий.

На сегодняшний день композиционные материалы на основе алюминида никеля, упрочненного частицами оксидов алюминия, скандия, иттрия, лантана и других РЗМ, являются наиболее перспективными для работы при температурах выше температуры плавления современных никелевых жаропрочных сплавов. Например, при оптимальном содержании упрочняющей фазы и обеспечении направленной структуры, композиционный материал на основе алюминида никеля с добавлением  $Y_2O_3$ , обеспечивает высокие жаропрочные свойства при температурах вплоть до 1500 °С и превосходит по прочности все жаропрочные сплавы на основе никеля при температурах 1200 °С и выше. Одним из современных и наиболее перспективных технологических методов изготовления деталей и изделий

является аддитивное производство [2]. Использование аддитивных технологий для изготовления изделий наряду с существенным повышением показателей ресурсо- и энергосбережения позволяет обеспечивать и их высокие физико-механические свойства, в частности – прочность, износостойкость, устойчивость к окислению при высоких температурах и др.

Стоит отметить, что ни один из методов аддитивного производства не может быть успешно разработан и реализован при отсутствии необходимых порошковых материалов. В настоящее время в промышленных масштабах реализованы технологии получения сферических порошков металлов и сплавов на основе металлов группы железа, алюминия, титана, меди с заданным распределением частиц по размерам. В основе этих производств лежат процессы распыления струи расплавленного металла газовым потоком или дробления струи за счет воздействия центробежных сил.

Значительное повышение свойств материалов, полученных методами аддитивных технологий, может быть достигнуто при переходе от металлов и сплавов к соответствующим металломатричным композитам с использованием в качестве упрочняющей фазы микрочастиц и особенно наночастиц тугоплавких соединений [3].

При использовании в аддитивном производстве частиц, полученных методом гомогенизации элементарных порошков с упрочнением наночастицами тугоплавких соединений в планетарных мельницах, под действием лазерного излучения на их поверхности, т. е. в слое керамических частиц, будут происходить процессы спекания, приводящие к росту этих наночастиц. Указанный эффект должен отрицательно сказываться на структуре формирующего материала и препятствовать получению металломатричного композита. Для предотвращения возникновения данного эффекта исходным порошком при создании металломатричного композита методами аддитивного производства должны являться предварительно

полученные сферические частицы используемого металла или сплава с равномерно распределенными в них керамическими наночастицами.

Получение сферических гранул таких соединений «традиционными» методами распыления струи расплавленного металла газовым потоком или дробления струи за счет воздействия центробежных сил является нереализуемым по причине невозможности получения расплава таких материалов из-за разности содержания в них частиц тугоплавких соединений. Одним из методов, позволяющих получить гранулы сферической формы, имеющих в своей основе металлическую матрицу и упрочненных частицами тугоплавких соединений, является синтез в потоке термической плазмы, генерируемой в электрическом разряде. Плазменные процессы обеспечивают возможность получения и обработки в высокотемпературных потоках с различным окислительно-восстановительным потенциалом порошков различных металлов и сплавов, соединений металлов – оксидов, карбидов, нитридов, карбонитридов и др., а также многокомпонентных композиций [4–6].

Данная работа направлена на исследование процесса сфероидизации гранул дисперсно-упрочненного композиционного материала на основе интерметаллидной матрицы в потоке термической плазмы электродугового разряда.

Целью данной работы является установление зависимости влияния параметров сфероидизации на качество сфероидизации и дисперсный состав полученных сфероидизированных порошков.

### **Материалы и методы**

Композиционные гранулы на основе интерметаллида никеля получали путем выплавки шихтовой заготовки из исходных компонентов в плавильных печах с последующим распылением полученных слитков в потоке аргона на установке HERMIGA 10/100 VI фирмы PSI. Затем в установке высокоэнергетического смешивания проводили механохимический синтез, добавляя к матричным гранулам армирующие наночастицы тройной оксидной композиции. Концентрация армирующих

наночастиц выбиралась оптимальной для объёмного внедрения керамических наночастиц с созданием небольшого слоя из наночастиц на поверхности обрабатываемых гранул.

Исследование процесса сфероидизации гранул дисперсно-упрочненного композиционного материала на основе интерметаллидной матрицы в потоке термической плазмы электродугового разряда проводилось на частицах трёх ситовых фракций различного дисперсного состава: 10–40, 40–75 и 75–150 мкм. Разделение на фракции гранул после механохимического синтеза проводилось на просеивающей машине HAVER EML 200 при использовании комплекта сит с различными размерами ячеек.

Для получения сфероидизированных композиционных гранул на основе интерметаллида никеля использовали унифицированную конструкцию лабораторной плазменной установки получения целевых нанопорошков на базе реактора с ограниченным струйным течением, разработанную в Институте металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН. Схема установки представлена на рисунке 1.

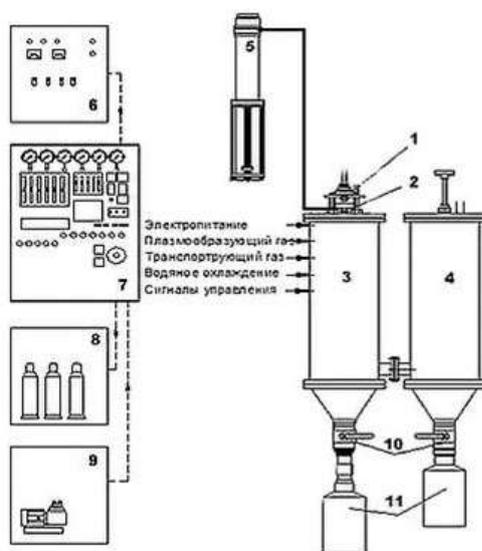


Рис. 1 – Схема установки сфероидизации порошков в плазме (1 – электродуговой плазматрон, стабилизация разряда – вихревая; 2 – камера смешения исходного сырья с плазменной струей; 3 – реактор; 4 – фильтр; 5 – порошковый питатель; 6 – источник питания плазматрона постоянного тока, 25 кВт; 7 – стенд КИП; 8 – система газообеспечения; 9 – система водообеспечения; 10 – кран выгрузки; 11 – сборник продукта)

Сфероидизация гранул порошковых композиций в плазменной установке ИМЕТ РАН основана на интенсивном нагреве исходных частиц, подаваемых в плазменный поток транспортирующим газом, их плавлении и приобретении каплями расплава сферической формы за счет сил поверхностного натяжения.

В качестве рабочего (плазмообразующего газа) использовали, аргон, водород и их смеси. Транспортирующим газом для подачи исходного дисперсного сырья в плазменную струю являлся аргон.

В процессе проведения работ был исследован средний размер и гранулометрический состав исходных гранул и гранул после сфероидизации. Исследование проводили методом лазерной дифракции. Для проведения исследований морфологии и размера исходных и сфероидизованных композиционных гранул применялись методы оптической световой и сканирующей электронной микроскопии.

### Экспериментальная часть

Перед проведением обработки в плазме электродугового разряда были проведены исследования исходных гранул, а именно исследование фракционного состава (таблица 1) и морфологии (рисунок 2).

Таблица 1

Результаты фракционного анализа исходных композиционных гранул на основе интерметаллида никеля с различными размерами

Исходная фракция	Основные характеристики гранулометрического состава								
	Содержание частиц менее указанного размера (мкм), масс.%				Параметры распределения частиц по размеру				
	10	40	75	150	D <sub>ср</sub>	D <sub>10</sub>	D <sub>50</sub>	D <sub>90</sub>	Диапазон присутствия частиц, мкм
10-40 мкм	0,4	57,7	99,5	100	38,6	22,7	37,4	56,3	7 ÷ 83
40-75 мкм	0	3,8	54,6	99,4	75,9	46,5	72,0	111,0	29 ÷ 172
75-150 мкм	0	0	4,1	91,3	92,1	69,4	90,4	117,6	61 ÷ 204

Образцы исходного сырья для плазменной сфероидизации состоят из частиц неправильной оскольчатой формы (рисунок 2), характерной для механического процесса их получения. Исследование морфологии показывает, что все

частицы порошковой композиции обогащены на поверхности и в объёме гранул армирующими наночастицами (рисунок 2), необходимыми для создания дисперсно-упрочнённого композиционного материала.

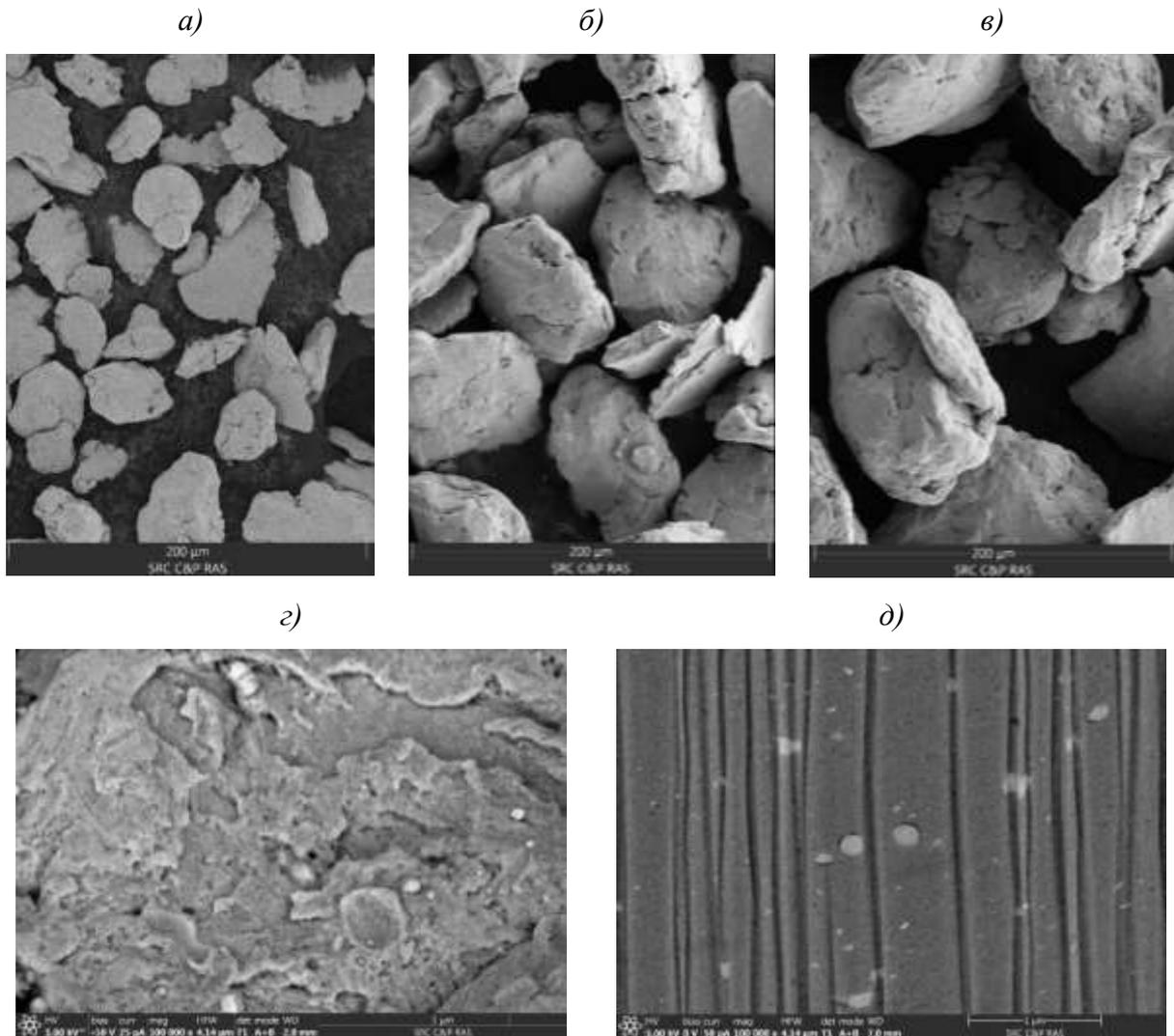


Рис. 2 – Микрофотографии исходных композиционных гранул на основе интерметаллида никеля, армированных наночастицами тройной оксидной композиции: а-в – различные фракции исходного сырья (10-40, 40-75 и 75-150 мкм соответственно), г – морфология поверхности частиц, д – распределение армирующих наночастиц в разрезе гранулы.

За счёт неправильной формы частиц параметры гранулометрического состава искажены (таблица 1) для представленных фракций. Реальное содержание частиц в диапазоне указанных фракций 10–40, 40–75 и 75–150 мкм соответствует значениям 57, 50 и 87 масс.%, что определяет качество ситовой классификации частиц неправильной формы.

На основании проведенных исследований можно сделать вывод, что исходные композиционные гранулы на основе интерметаллида никеля имеют крайне неоднородный и широкий дисперсный состав преимущественно с частицами неправильной оскольчатой формы. Среди частиц композиции достаточно однородно распределены армирующие наночастицы в объёме и в том числе на поверхности гранул.

В качестве вариативных параметров при исследовании процесса плазменной сфероидизации композиционных гранул на основе интерметаллида никеля были выбраны энтальпия плазмы и расход дисперсного сырья. Основным критерием качества сфероидизации был выбран количественный параметр степени сфероидизации частиц, определяемый на основании полученных изображений с оптического микроскопа.

При плазменной обработке материалов важным критерием является максимально возможная степень термообработки в плазме при минимальном количестве испарённого материала, поскольку большое количество испарённых частиц в плазменном реакторе будет приводить к тому, что будет появляться много свободных наночастиц, присутствие которых в конечном материале будет уменьшать текучесть материала, увеличивать его склонность к окислению и добавлять трудности при дальнейшем спекании такого материала.

По результатам проведенных исследований было установлено, что при использовании мелкодисперсного исходного сырья в процессе плазменной сфероидизации происходит образование мелких частиц, связанных с образованием переконденсации испарённого материала. В частности, было установлено присутствие испарённого материала при использовании исходного сырья фракций 10–40 и 40–75 мкм. С увеличением значения энтальпии плазменной струи увеличивается среднемассовая температура и доля испарённого материала (рисунок 3). Также было установлено, что с

увеличением расхода дисперсного сырья увеличивается доля испаренного материала (рисунок 4). Данный факт может быть связан с улучшением качества смешения дисперсного сырья с плазменным потоком. Для фракции 10–40 мкм доля испарений достигает 4,5 масс.%, для фракции 40–75 мкм – 0,7 масс.% соответственно, для фракции 75-150 мкм испарения материала замечено не было. Следует отметить важность данного параметра ввиду значительного влияния доли мелких частиц на текучесть и насыпную плотность порошка. Было установлено, что для порошков с долей испарения более 2,0 масс.% значительно ухудшается текучесть и насыпная плотность, практическое использование таких порошков возможно лишь после использования дополнительной стадии промывки порошка от мелких частиц в жидкости и последующей сушки материала.

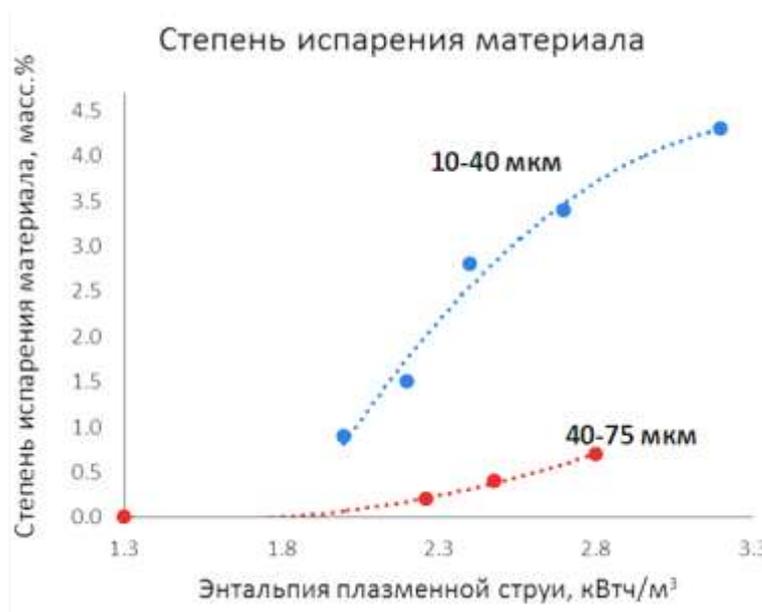


Рис. 3 – График зависимости количества испаряемого материала от энтальпии плазменной струи для различных фракций исходного сырья (10–40 и 40–75 мкм)

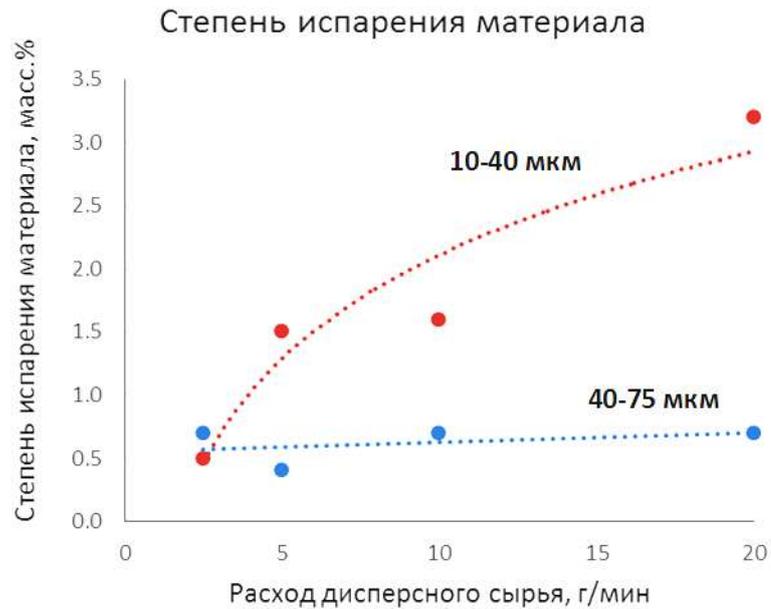


Рис. 4 – График зависимости количества испаряемого материала от расхода дисперсного сырья для различных фракций исходного сырья (10–40 и 40–75 мкм)

При сфероидизации частиц неправильной формы происходит уменьшение их среднего размера. Зависимость уменьшения среднего размера частиц (рисунок 5) при увеличении энтальпии плазменной струи характерно при использовании всех трёх фракций исходного сырья – для фракции 10–40 мкм от 39 до 26 мкм, для фракции 40–75 мкм от 76 до 55 мкм, для фракции 75–150 мкм от 92 до 89 мкм.

При изменении расхода дисперсного сырья график изменения диаметра частиц имеет минимум для расхода 5–10 г/мин, который обеспечивает наилучшее смешение с плазменным потоком, чего не достигается при малых и больших расходах (2 и 20 г/мин) (рисунок 6).

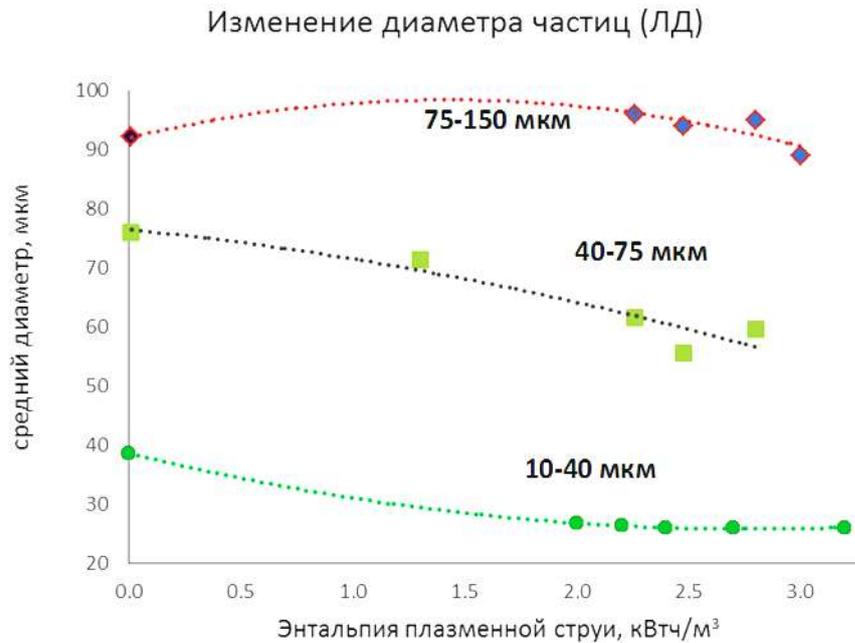


Рис. 5 – График зависимости среднего диаметра частиц (измерение ЛД) от энтальпии плазменной струи для различных фракций исходного сырья (10–40, 40–75 и 75–150 мкм).

С увеличением энтальпии плазменной струи увеличивается степень сфероидизации (рисунок 7). Однако при больших значениях энтальпии наступает переломный момент, при котором нестабильность плазменного потока приводит к ухудшению смешения и наступает технологический порог мощности для существующей установки.

Зависимость степени сфероидизации от расхода дисперсного сырья (рисунок 8) имеет максимум для значения в 5–10 г/мин. Использование малых и больших расходов (2 и 20 г/мин) не обеспечивают хорошего смешения с плазменной струей.

Оптимальные режимы плазменного процесса позволяют достигать степени сфероидизации в 90–95 кол.% для фракций 10–40 и 40–75 мкм и около 80 кол.% для фракции 75–150 мкм.

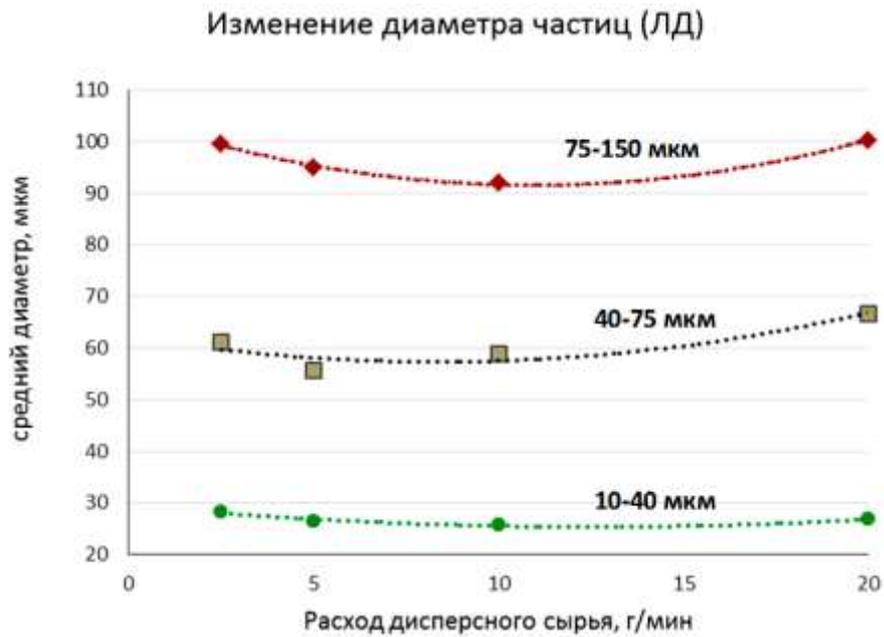


Рис. 6 – График зависимости среднего диаметра частиц (измерение ЛД) от расхода дисперсного сырья для различных фракций исходного сырья (10–40, 40–75 и 75–150 мкм)

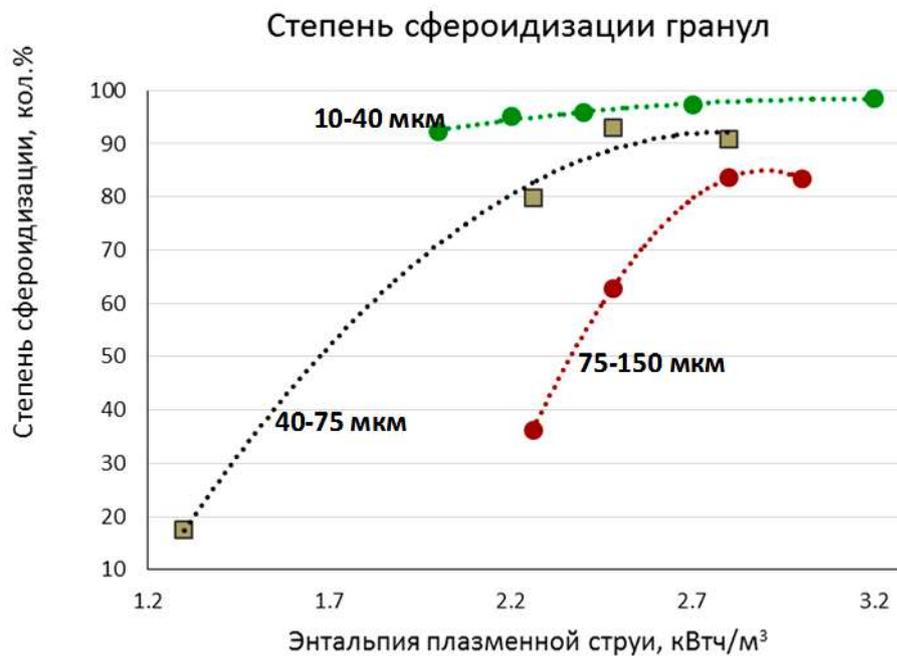


Рис. 7 – График зависимости степени сфероидизации частиц от энтальпии плазменной струи для различных фракций исходного сырья (10–40, 40–75 и 75–150 мкм)

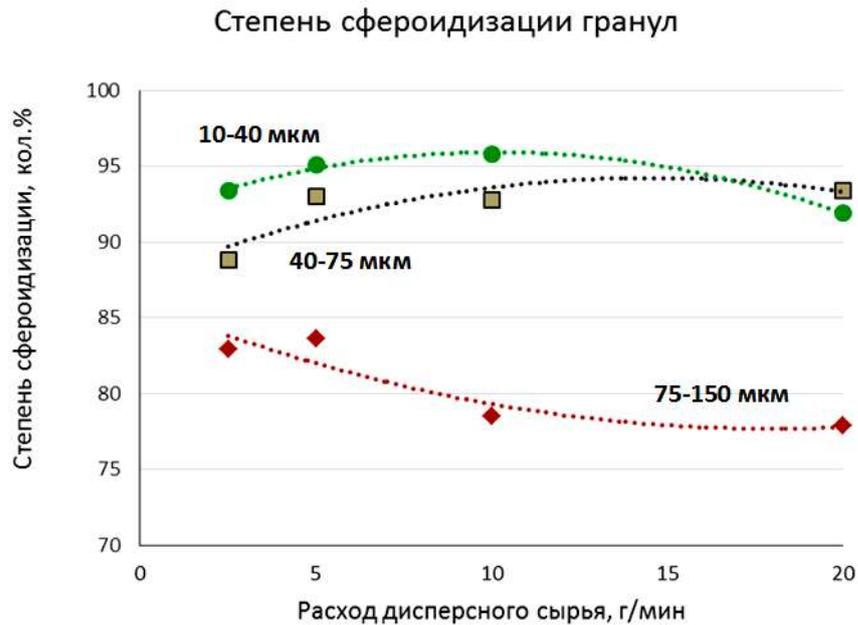


Рис. 8 – Графики зависимости степени сфероидизации частиц от расхода дисперсного сырья для различных фракций исходного сырья (10–40, 40–75 и 75–150 мкм)

После проведения процесса плазменной сфероидизации композиционных гранул на основе интерметаллида никеля были проведены исследования их фракционного состава (таблица 2) и морфологии (рисунки 9 и 10).

Таблица 2

Результаты фракционного анализа сфероидизированных композиционных гранул на основе интерметаллида никеля с различными размерами

Образец	Основные характеристики гранулометрического состава								
	Содержание частиц менее указанного размера (мкм), масс.%				Параметры распределения частиц по размеру				
	10	40	75	150	$D_{cp}$	$D_{10}$	$D_{50}$	$D_{90}$	Диапазон присутствия частиц, мкм
10-40 мкм	0,2	90,5			25,8	14,7	23,9	39,5	9 ÷ 71
40-75 мкм		2,1	72,2		66,7	47,2	64,7	88,7	29 ÷ 131
75-150 мкм			21,1	99,9	91,9	67,9	89,9	118,7	52 ÷ 161

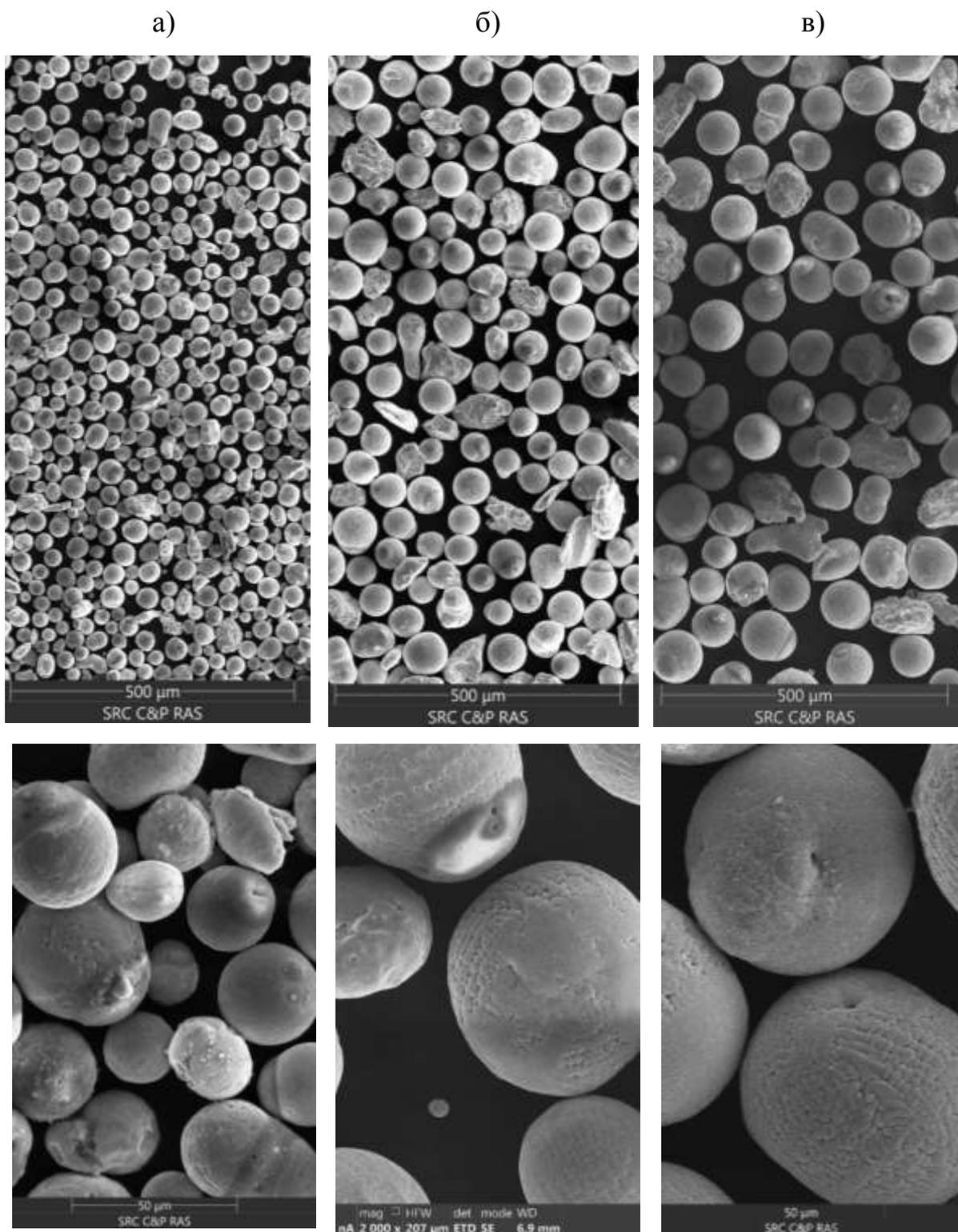


Рис. 9 – Микрофотографии характерной сферической формы частиц для сфероидизированных гранул при использовании различных фракций исходного сырья: а – 10–40 мкм, б – 40–75 мкм и в – 75–100 мкм.

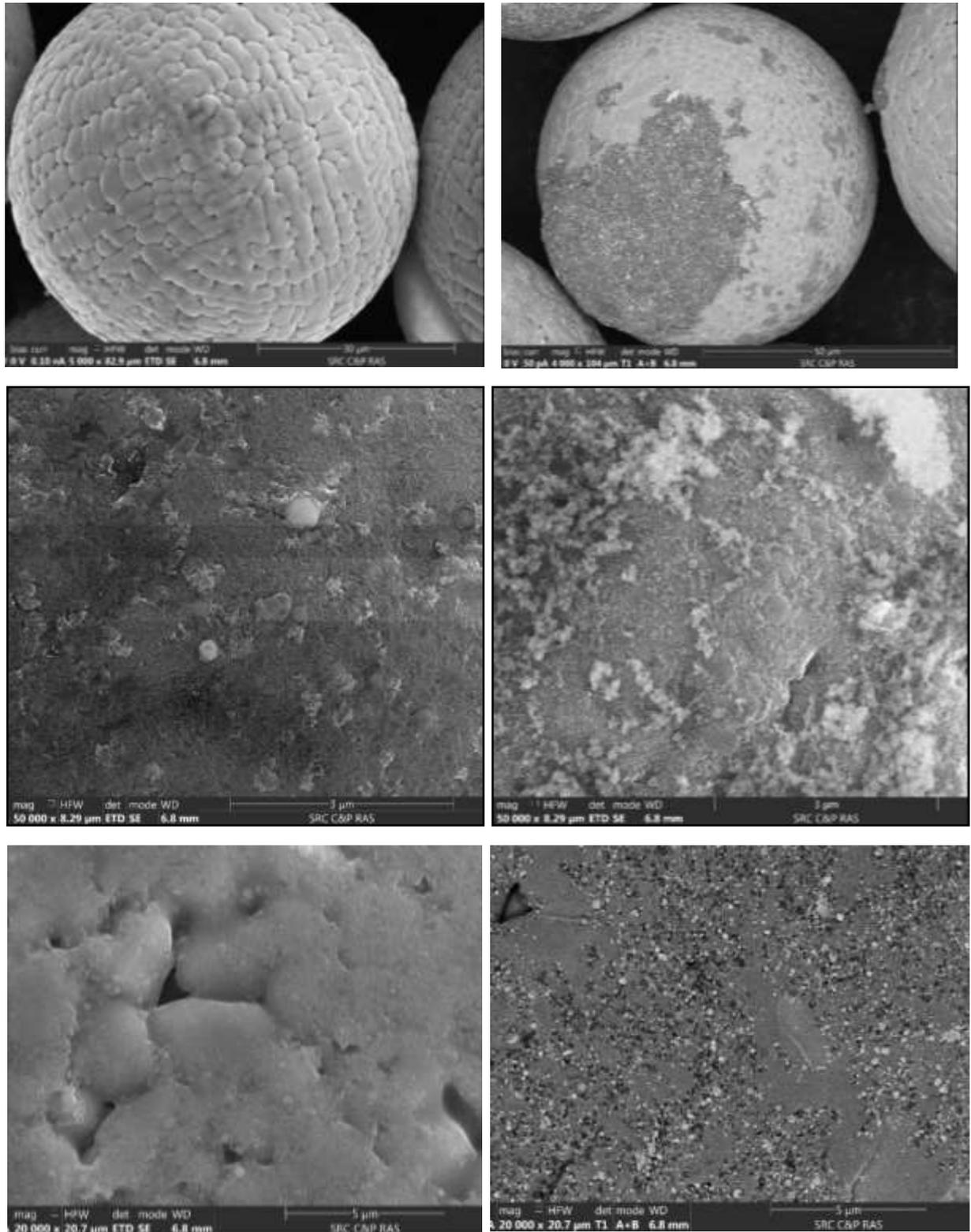


Рис. 10 – Микрофотографии с растрового электронного микроскопа с изображениями характерной поверхности частиц для сфероидизированных гранул

На основании проведенных исследований было установлено, что дисперсный состав сфероидизированных композиционных гранул на основе интерметаллида никеля характеризуется, как правило одномодальным распределением частиц по размеру с уменьшением размеров частиц относительно исходного сырья.

Тем не менее некоторые режимы плазменной сфероидизации приводят к появлению мелких частиц вследствие испарения материала (это проявляется только при использовании мелкой фракции 10–40 мкм исходного сырья), а также появлению удлинённых частиц с большими размерами по сравнению с исходным сырьём (их появление характерно для более крупных частиц с большей массой и импульсом вследствие неравномерного смешения газодисперсной струи сырья с плазменным потоком). Характерные фото мелких и крупных частиц представлены на рисунках 11 и 12.

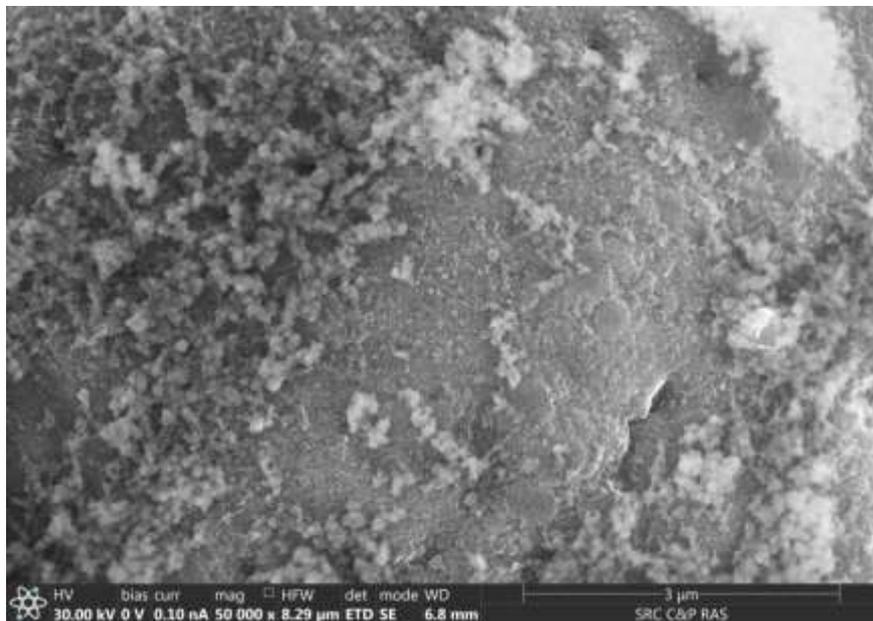


Рис. 11 – Микрофотографии с изображениями мелких наночастиц, образованных вследствие испарения исходного материала в плазме

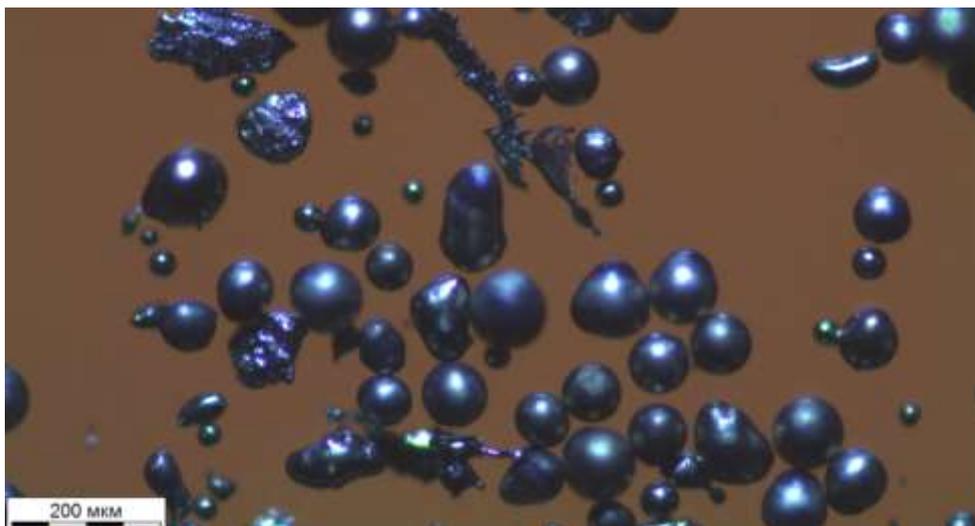


Рис. 12 – Микрофотографии с изображениями крупных частиц неправильной формы, образующихся при неравномерном перемешивании газодисперсной струи сырья с плазменным потоком

Результаты, полученные после исследований сфероидизированных композиционных гранул на основе интерметаллида никеля с помощью растровой сканирующей электронной микроскопии, указывают на то, что:

1) большинство частиц имеют округлую и сферическую форму. Присутствуют также в небольшом количестве частицы неправильной формы, близкие по виду к частицам исходного сырья;

2) сферические частицы порошка имеют шероховатую поверхность с различной морфологией, характеризующей разные условия кристаллизации частиц. На поверхности сферических частиц встречаются следы испарения материала, а также армирующие наночастицы оксидной композиции.

### **Выводы**

В ходе проведения исследований установлено, что с увеличением значения энтальпии плазменной струи увеличивается доля испарённого материала. Было обнаружено, что для порошков с долей испарения более 2,0 масс.% значительно ухудшается текучесть и насыпная плотность, что значительно затрудняет практическое использование таких порошков.

Выявлена закономерность увеличения степени сфероидизации и уменьшения среднего размер частиц с увеличением энтальпии плазменной струи.

Определено, что изменение расхода дисперсного сырья приводит к возникновению оптимального экстремума для степени сфероидизации и среднего размера частиц для значений 5–10 г/мин. Использование малых и больших расходов (2 и 20 г/мин) не обеспечивают хорошего смешения с плазменной струей.

Установлено, что большинство частиц после сфероидизации имеют округлую и сферическую форму. Присутствуют также в небольшом количестве частицы неправильной формы, близкие по виду к частицам исходного сырья. Сферические частицы порошка имеют шероховатую поверхность с различной морфологией, характеризующей разные условия кристаллизации частиц. На поверхности сферических частиц встречаются следы испарения материала, а также армирующие наночастицы оксидной композиции.

Обнаружено, что применение метода плазменной сфероидизации композиционных гранул позволяет получить порошок с более узким одномодальным распределением частиц по размеру относительно дисперсного состава исходной фракции и приводит к уменьшению среднего размера частиц от 39 до 26 мкм, от 76 до 55 мкм и от 92 до 89 мкм – при использовании фракции исходного сырья 10–40, 40–75 и 75–150 мкм соответственно.

#### **Список использованных источников**

1. JaeHoonL EE. «Development of oxide dispersion strengthened ferritic steels with and without aluminum», Front. Energy 2012, 6(1): 29–34.
2. Qualification of new commercial ODS alloys // 26th Annual Conference on Foss Energy Materials April 17-19, 2012, Pittsburgh PA.

3. Kumar S., Kruth J.-P. Composites by rapid prototyping technology. *Materials and Design*, 2010, 31, 850–856.

4. Низкотемпературная плазма: Т.17. Электродуговые генераторы термической плазмы, (Отв. ред. М. Ф. Жуков). Новосибирск: Наука, 712 с., 1999.

5. Цветков Ю.В., Панфилов С.А. Низкотемпературная плазма в процессах восстановления. М., Наука, 1980. 360 с.

6. Tsvetkov Yu.V. Plasma metallurgy. Current state, problems and prospects. *Pure and Applied Chemistry*, Vol.71, No.10, pp.1853-1862, 1999.

УДК 678

**Разработка композитных материалов для изготовления прочных и термостойких изделий сложной формы методом аддитивных технологий**

Богдановская М.В.<sup>1,2</sup>; Александрова Д.С.<sup>1,2</sup>; Егоров А.С.<sup>1,2</sup>, к.х.н.; Выгодский Я.С.<sup>3</sup>, д.х.н.; Иванов В.С.<sup>1,2</sup>; Иванов Е.В.<sup>1,2</sup>

egorov@irea.org.ru

<sup>1</sup>ФГУП «Институт химических реактивов и особо чистых химических веществ НИЦ «Курчатовский институт», Богородский вал 3, Москва, Россия

<sup>2</sup>НИЦ «Курчатовский институт», пл. Академика Курчатова 1, Москва, Россия

<sup>3</sup>ИНЭОС им. А. Н. Несмеянова РАН, Москва, Россия

**Аннотация:**

*В работе рассмотрен процесс создания композитных материалов, предназначенных для переработки методами аддитивных технологий в изделия, изготовление которых классическими методами сопряжено с рядом технологических трудностей.*

**Ключевые слова:**

*3D-печать, препрег, полимерно-керамические материалы, углеродное волокно*

## Введение

Стремительный рост требований к эксплуатационным свойствам материалов приводит к непрерывному поиску новых решений для создания ответственных изделий. Большое количество проектов, предполагающих работу в экстремальных температурных условиях (аэрокосмическая промышленность, машиностроение, энергетика и пр.) делают термостойкость используемых исходных веществ обязательным условием для разрабатываемых материалов. Одновременно растут требования к различным видам прочности изделий. Подход к решению этой проблемы, наряду с использованием принципиально новых веществ может заключаться в поиске способов переработки уже известных материалов в изделия, так как некоторые перспективные материалы сложны в переработке, что тормозит их использование, не смотря на их превосходные свойства.

Классическим примером такого материала является керамика, обладающая исключительной термостойкостью [1], химической устойчивостью и изоляционными свойствами. Изделия из керамики различных составов могли бы с успехом применяться для решения множества задач в высокотехнологичных отраслях, однако сложность процесса изготовления изделий из керамических материалов существенно ограничивает геометрию готовых деталей и повышает их стоимость.

В качестве другого примера можно привести углепластики – материалы на основе непрерывного углеродного волокна и полимерной матрицы, способные по прочности составить конкуренцию некоторым металлам и сплавам [2, 3]. Имея множество преимуществ [4], такие материалы, тем не менее достаточно ограничены в применении в силу сложностей изготовления изделий, а также контроля качества готовой продукции.

Добиться автоматизации и повышения технологичности процесса производства керамических или армированных непрерывным волокном

изделий материалов можно, адаптировав эти материалы для использования в 3D-печати. Формование изделий путем экструзии исходного состава с автоматической выкладкой в соответствии с заданной моделью поможет не только ускорить производственный процесс, но и позволит получать существенно более сложную геометрию, а также сократит расход исходного материала.

В данном исследовании была выполнена разработка материалов для использования в 3D-печати, позволяющих получать армированные композитные изделия или изделия из керамики с высокими эксплуатационными характеристиками. Работа представляет из себя две независимых части, в одной из которых разрабатывалась методика и составы для получения пропитанного полимером непрерывного углеродного волокна – т. н. препрега для 3D-печати. Во второй части работы были исследованы пре-керамические составы на основе кремнийорганических полимеров и неорганических наполнителей для получения филаментов для 3D-печати.

### **Методологическая часть**

#### **Исходные реактивы**

Для получения синтеза полиимидных аппретирующих композиций были использованы следующие мономеры:

Диангидриды карбоновых кислот: диангидрид 3,3', 4,4'-бензофенонтетракарбоновой кислоты (БФДА), пиромеллитовый диангидрид (ПМДА) и 4,4'- (Гексафторизопропилиден)дифталевый диангидрид (6-FDA) прокаливали перед использованием в вакууме в течение 8 часов при температурах 220 °С, 215 °С и 150 °С соответственно.

4,4'-оксидианилин (ОДА), толуилендиизоцианат (ТДИ),  $\gamma$ -изоцианопропил-триметилсилан и (3-аминопропил)триэтоксисилан использовались без дополнительной очистки и подготовки.

9,9-бис-(4'-аминофенил)флуорен, использованный для синтеза полиимидных термопластичных связующих, получали конденсацией

анилина с 9-флуореном как описано в работе [5].

Остальные коммерчески доступные компоненты использовали без дополнительной очистки.

#### Оборудование

Для проведения измерений краевого угла методом сидячей капли использовали установку KRUSS DSA30E (Германия) с автоматической системой дозирования жидкостей.

Измерение термостойкости проводили методом ТГА при помощи совмещенного термоанализатора STDQ 600. Фотографии методом сканирующей электронной микроскопии были получены малогабаритном сканирующем электронном микроскопе Hitachi SU1510.

Для смешения компонентов и получения полимерно-керамической стренги использовали двухшнековый смеситель с двумя зонами нагрева.

Для проведения стадий предварительного отжига и керамизации использовали муфельную печь Nabertherm LHT 04/17.

#### Экспериментальная часть

Получение высокотемпературного препрега на основе углеродного волокна

Основной проблемой получения препрегов из углеволокна является его низкая поверхностная энергия, что приводит к плохой пропитываемости и слабой адгезии на границе раздела волокно-полимер. Для решения этой проблемы, а также для улучшения других технологических характеристик волокна, его покрывают специальным составом – аппретом. Поскольку адгезия зависит, в том числе, от природы полимерного связующего, необходимо подбирать аппретирующую композицию в соответствии с используемым полимером. На первом этапе данной работы был осуществлен синтез различных аппретирующих составов и протестирована их совместимость с высокотемпературными связующими на примере модельного полиэфиримида (ПЭИ) Ultem-1000. В ходе работ были

протестированы полиимидные аппреты олигомерной и полимерной природы, а также некоторые индивидуальные соединения (таблица 1).

Таблица 1

Протестированные аппретирующие композиции

Состав №	Аппретирующий агент	Растворитель	Протестированные концентрации, % (масс.)
1	$\gamma$ -изоцианопропил-триметилсилан	$\text{CHCl}_3$	5, 2, 1
2	(3-аминопропил) триэтоксисилан	$\text{CHCl}_3$	5
3	БФДА + ТДИ (олигомеры)	ДМАА	5, 2.5, 1.25, 0.6
4	ПМДА + ТДИ (олигомеры)	ДМАА	5, 2.5, 1.25, 0.6, 0.3
5	6-FDA + ОДА (олигомеры)	ТГФ	4.4, 2.2, 1, 0.5, 0.25, 0.125
6	ПАК: ПМДА+ОДА	ДМФА	1.5, 1.0, 0.5, 0.25, 0.125
7	6-FDA + ОДА (полимер)	$\text{CHCl}_3$	5, 2.5, 1.25, 0.75, 0.55, 0.2

Составы полиимидных аппретов были выбраны исходя из требования к их термостойкости. Синтез аппретирующих композиций проводили, смешивая мономеры в соответствующем растворителе. Были протестированы как готовые полиимиды, так и их предшественник полиамидокислота, которая переходит в полиимид при нагревании. Олигомерные аппреты использовались с целью получить менее вязкие, чем растворы полимеров аппретирующие композиции.

Аппретирующие композиции наносили путём протяжки предварительно обожженного (для снятия заводского аппрета) волокна через ванну с аппретирующим составом, с последующей протяжкой через трубчатую печь для удаления растворителя. Концентрацию аппретирующего раствора подбирали опытным путём, ориентируясь на органолептические свойства волокна после аппретирования (рисунок 1).

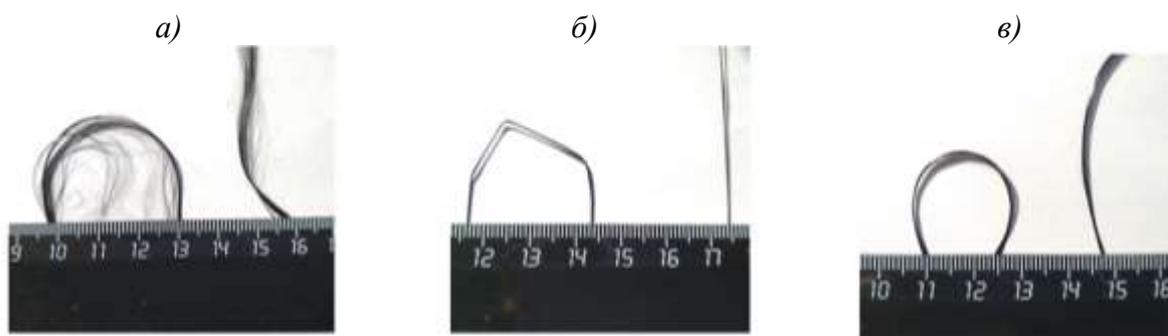


Рис. 1 – Углеродное волокно с недостаточным (а), избыточным (б) и нормальным (в) содержанием аппрета на поверхности

Аппретированное волокно пропитывали 20 % раствором Ultem-1000 в хлороформе, протягивая его через две пропиточные ванны и, затем, высушивая в трубчатой печи. Полученные образцы препрегов на основе волокна с различными аппретами изучены методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) для определения равномерности пропитки волокна раствором ПЭИ.

На основании проведённых испытаний оказалось, что наилучшие технологические свойства, а также равномерная пропитываемость волокна достигается при использовании олигомерных аппретов, в то время, как полимерные аппреты с высокой молекулярной массой приводят к чрезмерной жесткости волокна, а использование силанов в качестве аппретов приводит к получению волокна с неудовлетворительными технологическими характеристиками. При этом, эффективность пропитки, согласно данным эксперимента, повышается в ряду ПМДА→БФДА→6-FDA.

Для пропитки волокна и использования в качестве высокотемпературного термопластичного связующего в ходе работ был синтезирован ряд полиимидных матриц различного состава. Синтез полиимидов проводили по методике, описанной в работе [6]. Для варьирования технологических и эксплуатационных свойств, были получены полиимиды на основе различных матриц. Полученные структуры приведены

на рисунке 2 (а, б). В качестве образца сравнения для пропитки так же использовали раствор полиамидокислоты на основе ПМДА/ОДА (рисунок 2в) Методом термогравиметрии для всех синтезированных матриц была определена термостойкость.

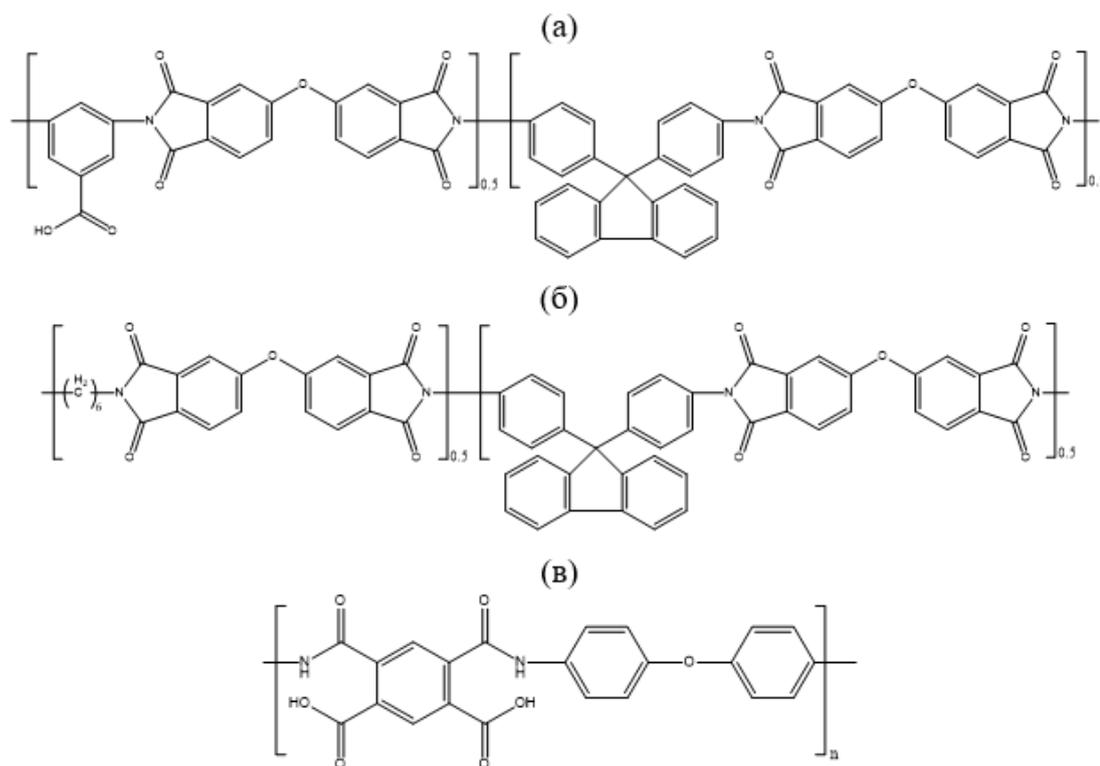


Рис. 2 – Образцы полиимидных связующих, использованные для пропитки волокна

Для определения совместимости с углеродным волокном, удельная свободная поверхностная энергия синтезированных полимеров была рассчитана по методу Оуэнса-Вендта-Кабли. Для этого из разработанных полимеров получали плёнки, путём растворения их в м-крезоле с последующим нанесением на стеклянную подложку и высушиванием в вакуумном сушильном шкафу до постоянной массы. Полученные плёнки использовали для проведения измерений краевого угла смачивания методом сидячей капли на двух тестовых жидкостях: деминерализованной воде и этиленгликоле. На основании значений угла смачивания была рассчитана удельная свободная поверхностная энергия всех представленных образцов полимеров. Полученные данные позволили выбрать наиболее перспективные

матрицы для проведения дальнейших испытаний.

Выбранные в ходе исследования аппретирующая композиция и полимерные матрицы были использованы для изготовления образцов препрегов для проведения печати тестового изделия на 3D-принтере методом послойного наплавления.

Дальнейшее развитие данной работы предполагает получение из разработанных полимеров филамента для 3D-печати, а также наработку экспериментальных образцов препрегов и изготовление тестовых изделий из созданных материалов для определения физико-механических свойств.

Разработка прекерамических смесей для получения изделий из полимерной керамики методом послойного наплавления

Проблема формования изделий из керамических материалов заключается в высокой вязкости исходных прекерамических смесей, которые, тем не менее не способны удерживать заданную форму в процессе отверждения и керамизации без дополнительного армирования. И, хотя появление полимерной керамики на основе кремнийорганических полимеров улучшило реологические свойства и технологичность процесса производства керамических изделий, геометрия таких деталей остаётся существенно ограниченной. Новым подходом к созданию керамических изделий сложной формы, возникшем в ходе активного развития технологий аддитивного производства, является использование 3D-печати для формования изделий, которые затем подвергаются спеканию. При этом, в зависимости от выбранного метода, необходима «адаптация» исходных прекерамических смесей к соответствующей технологии.

В данной работе была проведена разработка прекерамических прекурсоров для изготовления изделия методом послойного наплавления. Идея работы заключалась в получении филамента с постоянным диаметром, содержащего кремнийорганический полимер и большое количество неорганического наполнителя. В качестве кремниевого полимера в работе

был использован коммерчески доступный полиметилсиселскиоксан марки Silres МК (рисунок 3), имеющий высокий керамический выход.

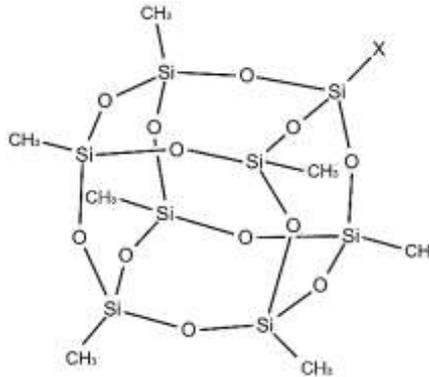


Рис. 3 – Структура полиметилсиселскиоксана

Для наполнения материала был выбран микроразмерный  $\alpha$ -оксид алюминия. Поскольку смесь Silres МК с оксидом алюминия представляла собой жесткий и хрупкий материал, из которого невозможно было получить филамент для 3D-печати, для этапа формования изделия в смесь был добавлен термопластичный полимер – этиленвинилацетат (ЭВА). Введение ЭВА позволило переработать прекерамическую смесь в экструдере и получить стренгу, из которой в дальнейшем можно будет изготовить филамент с постоянным диаметром.

Для получения стренги исходные компоненты, предварительно высушенные в вакуумном сушильном шкафу, загружали в двухшнековый смеситель экструзионного типа. Полученную стренгу измельчали и повторно загружали в смеситель для достижения равномерного распределения неорганического наполнителя по всему составу стренги. В ходе работ были получены составы (таблица 2) с разным содержанием неорганического наполнителя. Одновременно с увеличением наполнителя снижали количество термопластичного полимера для уменьшения степени усадки и пористости конечного изделия после спекания.

Таблица 2

Состав прекерамических стренг, полученных в ходе работ

№	Массовое содержание исходных компонентов, %		
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Silres	ЭВА
1	35	17	48
2	45	21	34
3	50	23	27
4	55	26	19

После стадии смешения образцы полученных стренг спекали в высокотемпературной печи в атмосфере воздуха. Спекание проводилось в несколько этапов. На первом этапе производился медленный нагрев образцов до 600 °С для термического разложения органических компонентов: выгорания термопластичного связующего и отщепления органических радикалов кремнийсодержащего полимера. После этого производился быстрый нагрев образцов до 1000 °С для уплотнения и спекания оставшихся частиц и, затем, финальная керамизация при 1500 °С.

Фотографии образцов стренг с различным содержанием оксида алюминия после спекания при 1000 °С показаны на рисунке 4, а на рисунке 5 представлены образцы с наполнением 55 % (масс.) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, полученные после разного количества циклов смешения на этапе получения стренги.

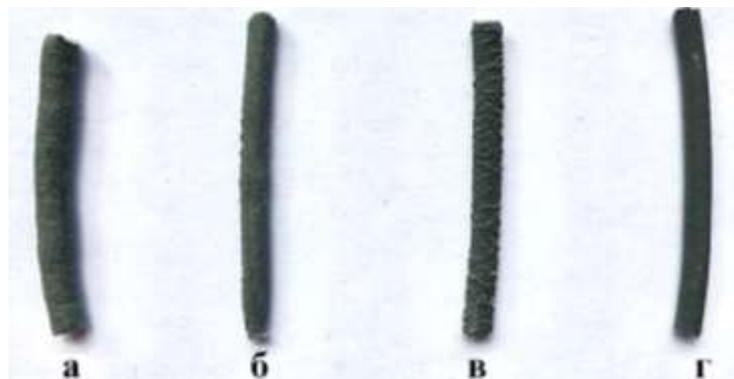


Рис. 4 – Образцы стренги после спекания при 1000 °С с 35 % (а), 45 % (б), 50 % (в) и 55 % (г) содержанием оксида алюминия



Рис. 5 – Образцы стренги с 55 % содержанием  $\text{Al}_2\text{O}_3$  после керамизации при  $1500\text{ }^\circ\text{C}$ , полученные после одного (а), двух (б) и трёх (в) циклов смешения в экструдере

На рисунках видно, что на плотность и однородность изделия после температурной обработки влияет как содержание наполнителя, так и число циклов смешения. Образцы, содержащие 35 % и 45 %  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , после спекания оказались рыхлыми и хрупкими, некоторые из них рассыпались при попытке взять их в руки. Вместе с тем, даже образцы в которых содержание наполнителя превышало 50 %, оказывались ломкими, вследствие неоднородного распределения компонентов. Напротив, образец с содержанием наполнителя 55 %, полученный после трех циклов смешения (рисунок 5в) оказался плотным и твердым, с гладкой поверхностью и не содержал крупных пор по результатам анализа методом СЭМ (рисунок 6).

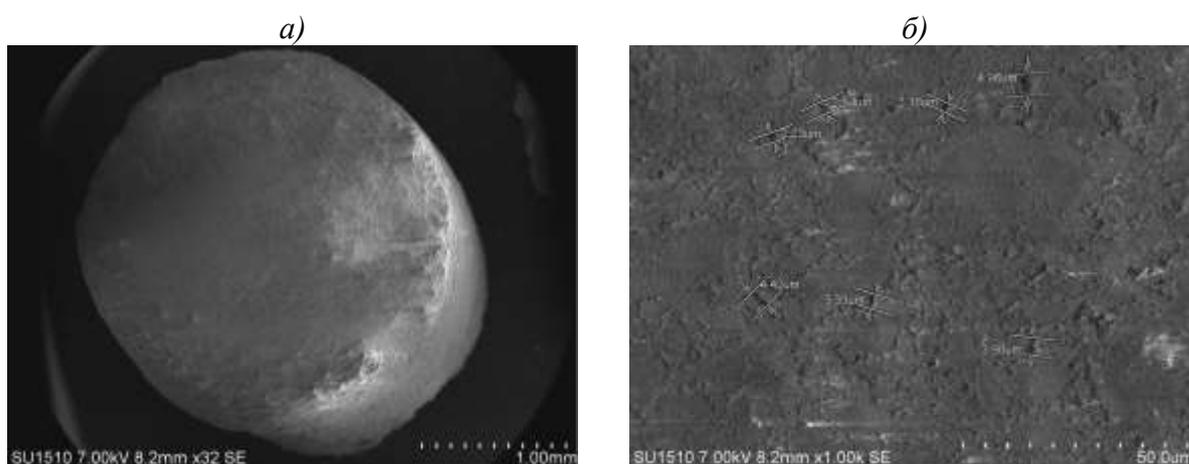


Рис. 6 – Микрофотографии среза поверхности образца с наполнением  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , после отжига при температуре  $1500\text{ }^\circ\text{C}$

## **Выводы**

Выполненные работы позволили установить зависимость между структурой аппретирующего агента и эффективностью пропитки углеродного волокна раствором высокотемпературного термопласта, а также выявить влияние природы аппрета и концентрации рабочего раствора на технологические свойства углеродного волокна.

Были синтезированы полиимиды, потенциально применимые в качестве высокотемпературного полимерного связующего при изготовлении изделий методом послойного наплавления. Изучены свойства полученных полимеров и получены образцы препрегов на их основе. Полученные препреги испытаны на реальном 3D-принтере.

Также в ходе работ были предложены составы для получения изделий из полимерной керамики методом послойного наплавления. Протестированы смеси с различным содержанием керамического наполнителя, изучен процесс их спекания и керамизации.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках Договора № 18-29-18087\20 о предоставлении гранта победителю конкурса и реализации научного проекта. Работа выполнена с использованием научного оборудования ЦКП НИЦ «Курчатовский институт» – ИРЕА.

## **Список использованных источников**

1. Z.-C. Wang, F.Aldinger, R. Riedel. «Silicon–Boron–Carbon–Nitrogen Materials Thermally Stable up to 2200 °C» Journal of the American Ceramic Society, 2001, Vol. 84. No. 10, 2179–2183.
2. Parandoush P., Zhou C., Lin D. // Adv. Eng. Mater. 2019, V. 21 No 2, P. 1800622.
3. Goh G.D., Dikshit V., Nagalingam A.P., Goh G.L., Agarwala S., Sing S.L., Wei J., Yeong W.Y. Characterization of mechanical properties and fracture

mode of additively manufactured carbon fiber and glass fiber reinforced thermoplastics // Mater. Des. 2018, V. 137, P. 79.

4. Wu G. M., Schultz J. M. // Polym. Compos. 2000, V. 21, No 2, P. 223;

5. Харьков С.Н., Гречушникова Л.П., Чеголя А.С., Краснов Е.П., Преображенский К.К., Грибов Р.Н., Воробьев Е.А. // Высокомогл. соединения. Сер. А 1972, том XIV, №4, с. 817.

6. Vinogradova S.V., Vasnev V.A., Vygodskii Y.S. // Russ.Chem. Revs. 1996. V. 65. No 3. P. 249.

УДК 621.791.927.053.96:699.058

## **Оборудование ТЭТА для электронно-лучевых аддитивных технологий**

Осипов И.В., к.ф.-м.н.; Рау А.Г.; Семенов Г.В.

info@tetacom.ru

*ООО «Научно-производственная компания Томские электронные технологии»*

### ***Аннотация:***

*Представлен опыт промышленного производства и эксплуатации установок аддитивного производства металлических изделий методом электронно-лучевой наплавки проволоки в вакууме.*

### ***Ключевые слова:***

*Аддитивное производство, электронная пушка, электронно-лучевая наплавка.*

## Вводная часть

Идеи электронно-лучевой наплавки проволоки возникли в начале 2000 годов в NASA Langley Research Center.

Суть технологии заключается в следующем: электронный луч формирует на поверхности наплавляемого изделия жидкометаллическую ванну расплавленного металла (рис. 1). В эту ванну подается наплавляемый материал в виде порошка или проволоки. Использование проволоки позволяет значительно повысить производительность процесса и коэффициент использования материала. При перемещении луча по поверхности изделия перемещается ванна расплава. Подаваемый материал расплавляется и почти мгновенно кристаллизуется. Формируется наплавленный слой. С каждым новым проходом растет объем наплавленного материала. Объем и форма наплавленного материала зависят от формы ванны расплава, скорости ее перемещения, скорости подачи материала. Управлять формой и размерами ванны можно изменяя фокусировку и развертку электронного луча. Следует отметить, что процесс наплавки происходит в вакууме. Это обеспечивает наиболее эффективную защиту наплавляемого металла.



Рис. 1 – Вид процесса электронно-лучевой наплавки

Промышленную реализацию этой технологии впервые осуществила компания Sciaky (США). Она и сегодня остается мировым лидером в производстве оборудования для такой технологии. В России промышленного производства подобного оборудования практически нет. Известна одна установка, созданная Институтом физики прочности и материаловедения СО РАН, которая в настоящее время используется на Чебоксарском предприятии «Сеспель». Компания ТЭТА, имеющая огромный опыт промышленного производства установок электронно-лучевой сварки различных конфигураций и уровня сложности, применила этот опыт для организации производства установок аддитивного производства металлических изделий методом электронно-лучевой наплавки проволоки в вакууме.

### **Оборудование**

Производство установок электронно-лучевой наплавки проволоки в вакууме ТЭТА 30E1500-3D было организовано ООО «НПК ТЭТА». Была разработана конструкторская и технологическая документация, создано специализированное программное обеспечение, организовано не только производство, но и система гарантийного и послегарантийного обслуживания произведенного и поставленного оборудования. Основными конструктивными элементами установки являются: вакуумная камера с откачными средствами, система перемещения луча и изделия, система подачи проволоки и система управления технологическим процессом (рис. 2).



Рис. 2 - Вакуумная камера

Вакуумная камера имеет внутренние размеры 2500×2500×2500 мм. Электронная пушка размещена на пятиосевом (три координаты X, Y, Z и два угла наклона) портале, изделие выращивается на манипуляторе, который обеспечивает вращение с изменяемой наклоном оси. Такое сочетание портала и манипулятора позволяет выращивать изделия практически любой формы. Подача проволоки осуществляется через стенку вакуумной камеры с внешним размещением бобин с проволокой. В установке предусмотрено два независимых податчика проволоки.

Таблица 1

Основные технические характеристики установки ТЭТА 30E1500-3D

<b>Вакуумная камера</b>	
Внутренние размеры вакуумной камеры, мм,	2500×2500×2500
Область построения деталей ДхШхВ, мм	1500×1200×1400
Рабочее давление в камере, Па	$1,3 \times 10^{-2}$
Время достижения рабочего давления в сварочной камере, не более, мин	20
<b>Электронно-лучевая аппаратура</b>	
Максимальная мощность луча, кВт	30
Ускоряющее напряжение, кВ	20-60
Электронная пушка	внутрикамерная с термокатодом косвенного накала
<b>Механическая система</b>	
<b>Система перемещения пушки</b>	
Перемещение по оси X (вдоль камеры), мм	1000
Перемещение по оси Y (поперек камеры), мм	600
Перемещение по оси Z (вертикальное), мм	600
Максимальная скорость перемещения, мм/с	50
Точность позиционирования, мм	±0,05
Поворот в плоскости X-Z, градус	от -90 до +90
Поворот в плоскости Y-Z, градус	от -45 до +45
<b>Вращатель</b>	
Диаметр планшайбы, мм	800
Максимальная скорость вращения планшайбы, об/мин	5
Точность позиционирования планшайбы, градус	0,1
Угол наклона оси вращения, градус	±90
<b>Система подачи проволоки</b>	
Диаметр проволоки, мм	0,8-3
Скорость подачи проволоки регулируемая, м/мин	0-20

Управление установкой и технологическим процессом выполняется программой TetaCEW, разработки ТЭТА.

Основные возможности программного обеспечения:

- Загрузка 3D модели в популярном формате STL;
- Визуализация, позиционирование, масштабирование и вращение модели при подготовке к печати;
- Гибкие настройки слайсера - алгоритма разбиения модели на слои, построения траектории движения и подачи материала. Скорости различных участков, толщины, плотность и алгоритм заполнения;
- Возможность использования внешних слайсеров различных производителей;
- Применение всех возможностей электронного луча: ток, фокусировка, развертка;
- Визуализация будущей печати: возможность посмотреть укладку материала на любом участке и, если нужно, изменить параметры слайсинга;
- Визуализация процесса печати с оценкой оставшегося времени;
- Прерывание, приостановка и возобновление длительного процесса печати;
- Изменение основных параметров в процессе печати.

Процесс выращивания начинается с подготовки 3D-модели изделия (формат STL). Файл с построенной моделью загружается в управляющую программу TetaCEW, где происходит ее слайсинг: разбиение на слои, создание алгоритма заполнения слоев проволочным материалом (задаются алгоритмы работы приводов портала, манипулятора и механизма подачи проволоки), а также встраиваются команды управления электронным пучком. Далее происходит процесс наплавки. На рисунке 3 показан внешний вид окна управления установкой при вводе модели и слайсинге.



Рис. 3 - Внешний вид окна управления

### Опыт эксплуатации

В настоящее время изготовлены две установки такого типа. Одна из них поставлена в ООО «РусАТ» (Росатом), вторая в АО «РКЦ «Прогресс» (Роскосмос). Наибольший опыт эксплуатации к моменту написания доклада накоплен в АО «РКЦ «Прогресс».

На АО «РКЦ «Прогресс» производятся шар-баллоны из титанового сплава ВТ6. В традиционном производстве используются штампованные заготовки в форме полусферы с толщиной стенки 25 мм. Эти заготовки обрабатываются до необходимых размеров. После обработки полусферы свариваются. Механическая обработка штампованных заготовок оказывается длительным, трудозатратным процессом. При этом большая часть материала уходит в стружку.

Поиски альтернативных решений привели к электронно-лучевой наплавке проволокой. Эта технология как нельзя лучше подходит для производства титановых шар-баллонов. Прежде всего это связано с тем, что металлургические процессы происходят в вакууме. Вакуум – лучшая защитная среда. При производстве изделий из титановых сплавов это становится решающим фактором. Наиболее эффективным источником нагрева в вакууме является электронный луч. Применение электронного луча

при больших мощностях позволяет наиболее эффективно преобразовывать электрическую энергию в тепловую. Энергия, форма, пространственное положение луча легко и точно управляются. В совокупности с цифровыми методами управления электронно-лучевая наплавка позволяет производить изделия сложной формы с заданной точностью и высокой повторяемостью.

Для изготовления шар-баллона выращиваются заготовки двух полусфер, затем они обрабатываются до необходимых размеров и свариваются между собой. Сварка осуществляется тем же электронным лучом, в той же вакуумной камере, которая использовалась для выращивания полусфер. При этом качество сварного соединения, выполненного электронным лучом, значительно выше по сравнению с дуговой сваркой.

Для выращивания заготовок шар-баллона была использована проволока диаметром 2 мм из сплава ВТ6 (Grade 5). В процессе отработки режимов были опробованы разные варианты подачи проволоки в расплавленную ванну – в том же направлении, что и вращение заготовки, и навстречу вращению. Скорость подачи проволоки, мощность и фокусировка луча подбирались опытным путем так, чтобы проволока была всегда погружена в ванну, плавилась равномерно, не отрывалась от ванны. Основными критериями при выборе режима были равномерность выращиваемого слоя и максимальная скорость роста. В итоге было выработано решение подавать проволоку одновременно с двух подающих устройств. Такой подход позволил практически в два раза увеличить скорость роста при сохранении необходимых требований к качеству выращивания. Опытным путем был подобран режим при котором за один проход равномерно наплавляется слой толщиной 0.6 мм и шириной 15 мм. Следует понимать, что это только первые результаты. Возможно, что в дальнейшем будут найдены более эффективные решения.



Рис. 4 – Выращенная полусфера

В процессе выращивания полусферы угол наклона оси вращения изделия изменялся таким образом, что расплавленная ванна всегда оставалась постоянной. Скорость вращения по мере роста радиуса выращиваемой полусферы изменялась так, чтобы линейная скорость перемещения ванны по поверхности изделия оставалась постоянной. Все эти процессы регулировались автоматически.

### **Заключение**

В этом докладе мы хотим показать пример реализации известной технологии на отечественном предприятии с использованием отечественного оборудования. Слово «отечественный» является ключевым. Очень важно не допустить технологического отставания страны. Принципиально, чтобы новые технологии были реализованы в промышленном производстве и хорошо, когда эта реализация осуществляется с помощью промышленного оборудования, произведенного в нашей стране. При переходе от субтрактивного производства к аддитивному планируется значительный экономический эффект. Его предварительный анализ показывает целесообразность применения таких технологий в серийном производстве.

Так же необходимо учесть, что технологический процесс электроннолучевого выращивания легко перестраивается. Достаточно выполнить компьютерное моделирование нового изделия и создать программу нового технологического процесса. Это позволяет гибко и оперативно решать производственные задачи. Отпадает необходимость в формировании склада заготовок различного размера. Достаточно иметь запас проволоки, из которой можно изготовить изделия любых размеров и форм. В условиях существующей системы планирования и осуществления закупок это фактор имеет существенное значение. В век быстрых изменений аддитивное производство позволяет быстро и относительно дешево решать вопросы, связанные с разработкой новых моделей и видов продукции, организацией гибких систем производства. Аддитивные технологии дают возможность оперативно реагировать на новые конструкторские решения, выполнять специфические задачи, организовывать производство эксклюзивных изделий со сложной геометрией малыми сериями.

УДК 621.791

**Компьютерное моделирование процесса аддитивного плазменно-  
дугового выращивания**

Королев С.А., к.т.н.; Коберник Н.В., д.т.н.; Панкратов А.С., к.т.н.;  
Брайловский Т.Ю.

korolevsa@bmstu.ru, koberniknv@bmstu.ru, bnut-qwerty@mail.ru

*ФГБОУ ВО «МГТУ им. Н.Э. Баумана» (НИУ)*

***Аннотация:***

*В работе рассмотрено компьютерное моделирование процесса аддитивного плазменно-дугового выращивания. Основное внимание уделено получению модели для расчетов тепловых процессов: построению геометрической модели и сетки конечных элементов, учету температурной зависимости теплофизических свойств, параметрам источника нагрева и его верификации на основе экспериментальных данных.*

***Ключевые слова:***

*аддитивное производство, наплавка, плазменные процессы, компьютерная модель*

## **Введение**

Процесс аддитивного плазменно-дугового выращивания широко используется для получения изделий сложной формы, изготовление которых с помощью других технологических процессов связано с низким коэффициентом использования материалов, длительным циклом производства и высокой себестоимостью.

Отработка технологии данного процесса является сложной и длительной задачей. Современным подходом для сокращения финансовых и временных затрат в процессе технологической подготовки производства является использование цифровых двойников объектов, учитывающих все протекающие в них физические и металлургические процессы. Для исследуемого способа важным является процесс нагрева и распространения тепла. Именно этот процесс определяет интенсивность и характер протекания механических процессов (образование временных и остаточных напряжений и деформаций), фазовых и структурных превращений. В связи с этим, к точности и достоверности моделей, описывающих тепловые процессы, предъявляются высокие требования. Лучшим подтверждением корректности этих моделей может быть их верификация на основе экспериментальных данных.

## **Объект моделирования**

В качестве способа выращивания был выбран плазменно-дуговой метод. Данный метод формирует наплавку за счет расплавления присадочного прутка плазменной дугой. К сожалению, в доступной литературе отсутствуют качественно и подробно описанные математические модели источника нагрева для данного способа. Это связано со сложным распределением мощности в факеле плазмы, влиянием плазмообразующего и защитного газа, диаметра и места ввода присадочной проволоки и т.д. В данной работе ставилась задача по определению параметров источника

нагрева. При этом исходили из того, что характеристика источника нагрева должна иметь простое математическое описание.

### **Верификация модели**

Для проведения эксперимента использовалось серийное оборудование, выпускаемое фирмой Castolin: источник тока GАР3002 АС/DC, ручная сварочная горелка уголкового типа GАР E15P (с жидкостным охлаждением), штатный механизм подачи проволоки, механизм перемещения сварочной горелки.

Верификация модели источника нагрева проводилась на основе экспериментальных термических циклов. Схема закрепления термопар представлена на рисунке 1. Термопары закреплялись на разном расстоянии от оси выполнения наплавки: 10, 15, 20, 25, 30 и 35 мм. Наплавка выполнялась на пластине размерами 200×95 мм толщиной 4 мм. Материал пластины – аустенитная хромо-никелевая сталь 12Х18Н10Т.

На первом этапе подбирался режим наплавки, обеспечивающий качественное формирование валика. В результате подбора ток составил 105 А, напряжение 27,4 В, а скорость перемещения горелки (наплавки) 25 м/ч. При этом формировался валик размерами примерно 5×4 мм.

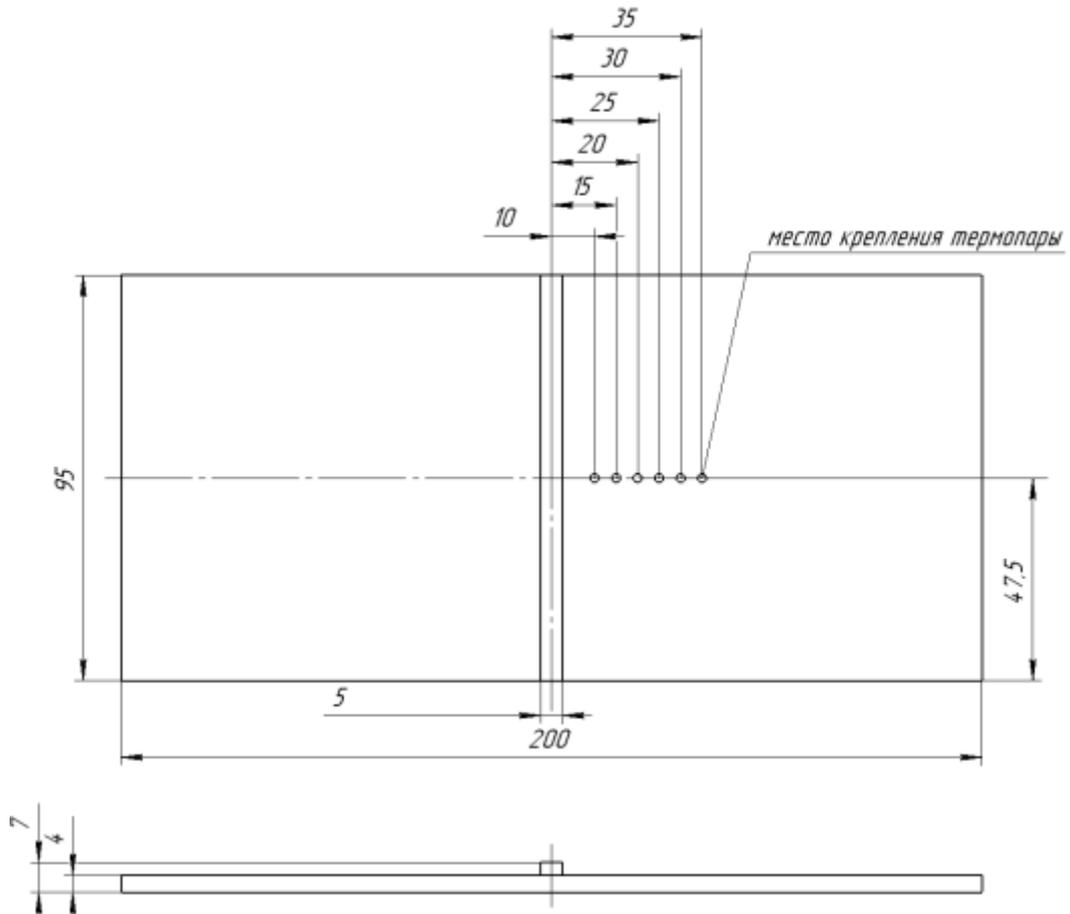


Рис. 1 – Схема расположения термопар

Для повышения достоверности модели необходимо использование объективных свойств. На рисунке 2 приведены основные теплофизические свойства (теплопроводность и теплоемкость) в зависимости от температуры.

Задача упрощалась благодаря тому, что данная сталь при нагреве и охлаждении не претерпевает структурных превращений. Поэтому имеет место монотонное изменение свойств. Коэффициент конвекции составлял  $25 \text{ Вт/м}^2\cdot\text{К}$ . Теплоотвод в элементы оснастки и сварочный стол не учитывались.

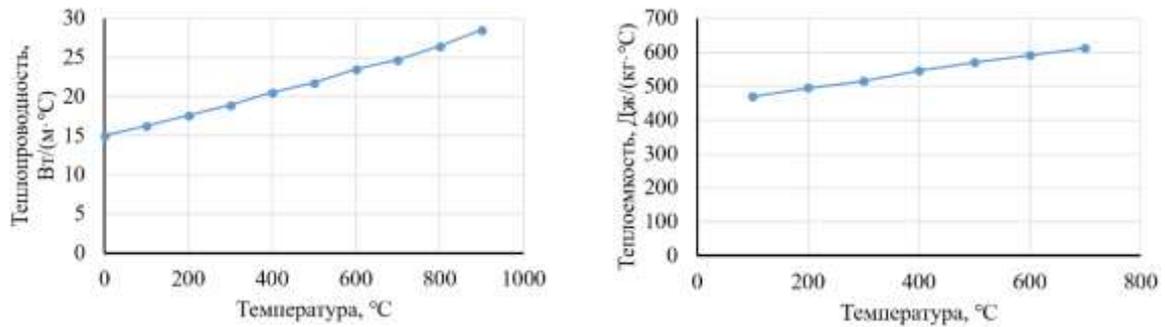


Рис. 2 – Основные теплофизические свойства стали 12X18H10T, применяемые при моделировании

Моделирование выполнялось в программном комплексе ANSYS [1] в нестационарной постановке с учетом переходных процессов.

На первом этапе моделирования строилась геометрическая модель в объемной постановке (рисунок 3). Для исследуемого случая было целесообразно решение в симметричной постановке. Это сокращает время проведения расчетов, не снижая их точность. Объемная модель строилась из нескольких блоков: основной металл, зона термического влияния, наплавляемый валик.

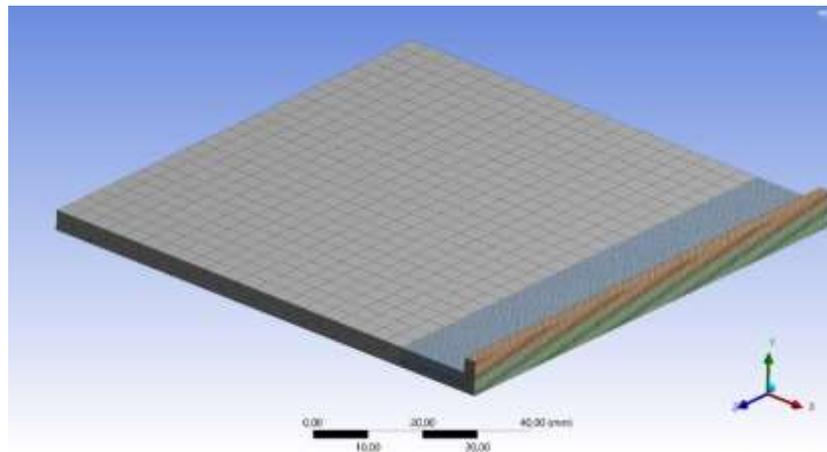


Рис. 3 – Геометрическая модель и ее разбиение на конечные элементы

Разбиение тела на разные блоки позволяет упростить получение сетки конечных элементов с необходимыми характеристиками. В нашем случае строилась градиентная сетка (неравномерная). В зоне предполагаемых

высоких градиентов температур (выращиваемый валик и зона термического влияния) строилась сетка с элементами малых размеров (0,5×0,5×0,5 мм). В основном металле размеры элемента сетки были выбраны равными толщине пластины. Это допустимо, так как в этой зоне имеет место плоское температурное поле, то есть имеет место незначительное изменение температуры по толщине. Такой подход также позволяет значительно сократить время расчета и требования к мощностям вычислительных ресурсов. Из тех же соображений были выбраны объемные (solid) конечные элементы линейного типа. На рисунке 4 приведен пример температурного поля на завершающем этапе наплавки.

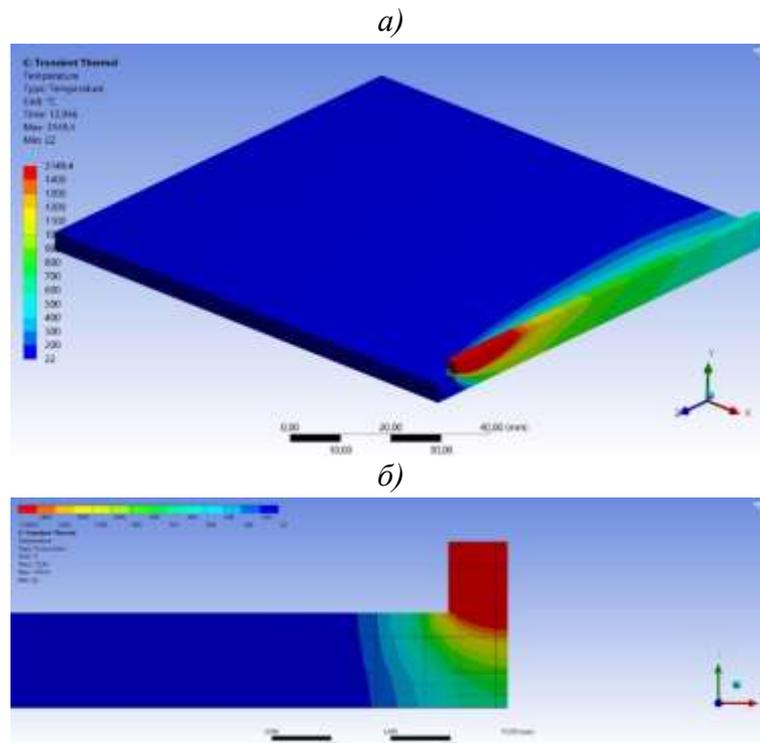


Рис. 4 – Температурные поля в процессе плазменно-дугового выращивания:  
 а – на завершающей стадии выполнения валика; б – в поперечном сечении

При моделировании учитывалось появление наплавленного валика одновременно с перемещением источника нагрева. Это было реализовано при помощи технологии «рождение и смерть» элементов.

После настройки модели был проведен оптимизационный поиск параметров режима выращивания. Критерий оптимальности – совпадение

расчетных термических циклов с экспериментальными с отклонением до 5%. В результате работы было установлено, что требуемое совпадение термических циклов обеспечивается при КПД равным 0,5.

Таким образом, мощность источника нагрева [2], определяемая по формуле (1) должна составлять 1438,5 Вт.

$$q = \eta \cdot U \cdot I \quad (1)$$

где:  $q$  – мощность источника нагрева, Вт;  $\eta$  – эффективный КПД нагрева изделия сварочной дугой,  $U$  – напряжение на дуге, В;  $I$  – значение сварочного тока, А

При этом распределение объемного тепловложения было равномерным по объему. Сопоставление расчетных и экспериментальных термических циклов приведено на рисунке 5.

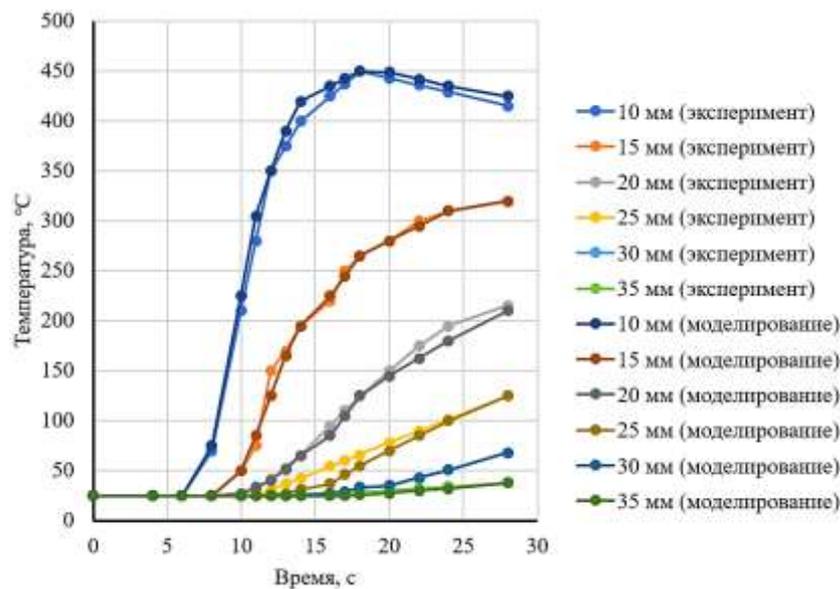


Рис. 5 – Сопоставление расчетных и экспериментальных термических циклов

### Заключение

В результате проведенной работы получена компьютерная численная модель численная процесса аддитивного плазменно-дугового выращивания изделий из стали 12X18H10T, которая может быть использована при

создании цифровых двойников технологических процессов. Достоверность полученной модели подтверждается ее верификацией на основе экспериментальных термических циклов.

#### **Список использованных источников**

1. Программный комплекс ANSYS. URL: <http://www.ansys.com> (дата обращения: 01.10.2021).
2. Теория сварочных процессов: учебник для вузов / Неровный В. М., Коновалов А. В., Якушин Б. Ф. [и др.] ; ред. Неровный В. М. - 2-е изд., перераб. и доп. - М. : Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2016. - 702 с. : ил. - Библиогр.: с. 646-647. - ISBN 978-5-7038-4543-1.

УДК 536.24

## **Математическая модель плазменной сфероидизации порошковых частиц**

Мельников А.С.; Цивильский И.В., к.т.н.

asmelnikov@kai.ru  
ivtsivilskiy@kai.ru

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

### ***Аннотация:***

*разработана численная модель плавления, сфероидизации и испарения частиц порошка при их движении в конденсационной камере плазменного реактора. Рассматривается формирование морфологии и внутренней структуры частицы, а также коагуляция группы частиц.*

### ***Ключевые слова:***

*математическое моделирование, порошковые материалы, сфероидизация частиц, индуктивно-связанная плазма*

## Введение

Метод плазменной обработки порошковых материалов обеспечивает высокую производительность и требуемое качество частиц (фракционный состав, внутренняя структура, сферическая форма, отсутствие дефектов). Подходы численного моделирования позволяют относительно быстро и с меньшими затратами исследовать физические процессы, происходящие с обрабатываемыми частицами. Основными элементами плазменного реактора являются высокочастотный индуктор и конденсационная камера, в которой происходят основные фазовые переходы и формирование частиц с требуемыми свойствами. Важнейшая задача технологии плазменной обработки состоит в определении необходимых параметров реактора и может быть решена путем разработки соответствующей математической модели, чему и посвящена данная работа.

## Решаемые уравнения

Основным уравнением движения бинарной смеси расплавленного металла и газа (плазмы) является система уравнений Навье – Стокса [1]:

$$\begin{cases} \frac{\partial \vec{u}}{\partial t} + (\vec{u} \cdot \nabla) \vec{u} = -\frac{1}{\rho} \nabla p + \nu \Delta \vec{u} + \vec{f}, \\ \nabla \cdot \vec{u} = 0, \end{cases} \quad (1)$$

где  $\vec{u} = (u; v)$  – векторное поле скорости,  $\rho$  – плотность смеси,  $p$  – динамическое давление,  $\nu$  – кинематическая вязкость смеси,  $\vec{f}$  – источниковое слагаемое, которое для учета многофазности должно учитывать гравитацию, поверхностное натяжение и термофорическую силу.

Сила поверхностного натяжения в общем случае выражается как

$$\vec{F}_{st} = \sigma \kappa \vec{n}, \quad (2)$$

где  $\sigma$  – коэффициент поверхностного натяжения,  $\kappa$  – кривизна поверхности,  $\vec{n}$  – нормаль к поверхности.

Учет гравитации выполняется согласно приближению Буссинеска, когда вводится относительная плотность смеси для того, чтобы не вносить

нестабильности в течения [2]. Таким образом выражение для относительного ускорения выглядит следующим образом:

$$\vec{g}_r = \vec{g} \cdot \frac{\rho - \rho_0}{\rho}, \quad (3)$$

где  $\vec{g}$  – ускорение свободного падения,  $\rho_0$  – плотность ключевого компонента смеси.

Эффект, аналогичный проявлению термофореза, для непрерывной среды вызывается неоднородностью температурного поля и влияет на структуру течения смеси. Изменение объема смеси приводит к пропорциональному изменению давления. Давление исходя из уравнения состояния зависит от температуры:

$$p_{th} = p_0 \cdot \alpha T, \quad (4)$$

где  $p_0$  – давление при комнатной температуре,  $T$  – температура смеси,  $\alpha$  – коэффициент теплового расширения. Таким образом, вклад в уравнение (1) за счет градиента давления, вызванного тепловым расширением, выразится ускорением:

$$\vec{a}_{th} = -\frac{\nabla p_{th}}{\rho} = -\frac{\nabla(p_0 \cdot \alpha \cdot T)}{\rho} = -\frac{p_0 \cdot \alpha}{\rho} \nabla T. \quad (5)$$

Конвективное ускорение дает ненулевой вклад при отличии локальной температуры смеси  $T$  от комнатной  $T_0$ :

$$\vec{a}_{conv} = -\vec{g} \cdot \alpha \cdot (T - T_0). \quad (6)$$

Таким образом, источниковое слагаемое в уравнении (1) складывается из ускорений (3; 5; 6), а также ускорения, вызванного силой (2):

$$\vec{f} = \vec{g}_r + \vec{a}_{th} + \vec{a}_{conv} + \vec{a}_{st}. \quad (7)$$

### Физические свойства материалов

Плотность, коэффициент теплопроводности, удельная теплоемкость и кинематическая вязкость материалов порошка и газа задаются линейной комбинацией в зависимости от безразмерного параметра фазы  $\varphi$ :

$$\begin{cases} \rho = \rho_m(1-\varphi) + \rho_g\varphi, \\ k = k_m(1-\varphi) + k_g\varphi, \\ c_p = c_{pm}(1-\varphi) + c_{pg}\varphi, \\ v = v_m(1-\varphi) + v_g\varphi. \end{cases} \quad (8)$$

Указанные свойства задаются представляются кусочно-заданными функциями в зависимости от температуры.

### Аппроксимация силы поверхностного натяжения

Согласно формуле (2) требуется определить границу раздела фаз и ее кривизну. Согласно Менгеру в двумерном случае кривизна может быть представлена величиной, обратной радиусу окружности, проходящей через точки соседних точек границы раздела. Задать уравнение кривой, определяющей границу раздела фаз, в каждой точке сетки можно сделать методом шагающих кубов. Алгоритм вычисления силы поверхностного натяжения заключается в нахождении 8 ближайших точек для каждого узла расчетной сетки (рис. 1). Радиус-вектор силы усредняется по этим соседним точкам с учетом того, что в материале частицы  $\varphi = 1$ , в газе  $\varphi = 0$ :

$$\vec{r} = \frac{\sum_{i=1}^8 \vec{r}_i \cdot \varphi(\vec{r}_i)}{\sum_{i=1}^8 \varphi(\vec{r}_i)}. \quad (9)$$

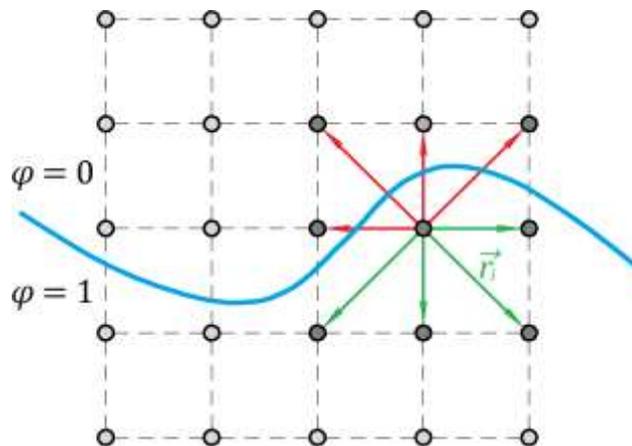


Рис. 1 – Иллюстрация к алгоритму определения силы поверхностного натяжения. Синяя линия соответствует границе раздела фаз

Затем рассчитывается сила поверхностного натяжения, направление которой будет совпадать с направлением вектора  $\vec{r}$

$$\vec{f}_{st} = \sigma \vec{r},$$

а вызванное ей ускорение:

$$\vec{a}_{st} = \frac{\vec{f}_{st}}{\rho V}, \quad (10)$$

где  $V = h_x h_y h_z$  – объем ячейки сетки.

### Программная реализация и результаты моделирования

Моделирование сфероидизации частиц выполнено на языке Python с использованием самописного решателя дифференциальных уравнений методом конечных разностей. Дискретизация выполнена по неявной схеме с методом Гаусса – Зейделя. На рис. 1 представлены результаты моделирования испарения и сфероидизации отдельной частицы условно неправильной формы (квадрат стороной 50 мкм). Материал частицы – никель. Тепловые граничные условия следующие: на боковых и верхней гранях поддерживается постоянная температура 3000 К, соответствующая значениям в верхней горловине конденсационной камеры плазменного реактора; на нижней грани задано условие Неймана, имитирующий локальное охлаждение потока плазмы за счет присутствия холодной частицы.

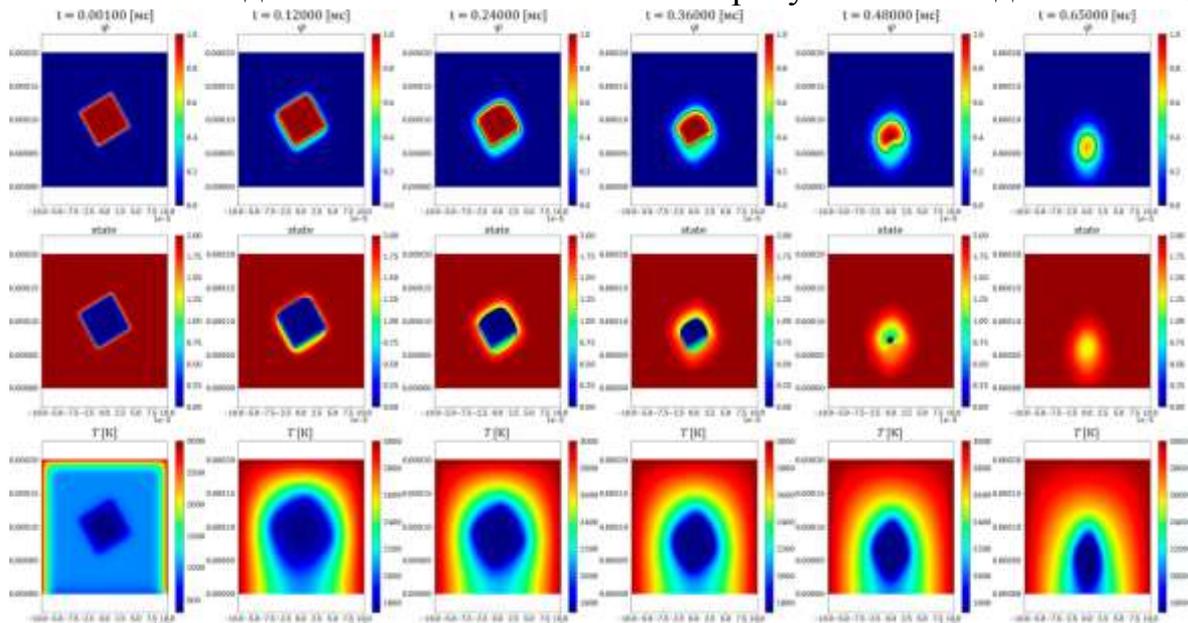


Рис. 2 – Поля фазы, агрегатного состояния и температуры в разные моменты времени для сфероидизации отдельной квадратной частицы

Для имитации режима обтекания частицы в нисходящем потоке горячего газа (плазмы) каждая точка ее объема в твердом состоянии жестко фиксируется в пространстве, когда точки материала частицы в жидком и газообразном состояниях. Частица приобретает эллиптическую форму из-за движения в неоднородном газовом потоке. Верхняя часть оплавляется быстрее, так как условия температуры на границах расчетной области неодинаковы (возникает градиент).

На рис. 2 показаны результаты моделирования плавления и взаимного притяжения двух частиц. Движущая силы вызывается градиентов давления, которое прямо пропорционально температуре. Таким образом частицы слипаются, а затем начинают сфероидизироваться.

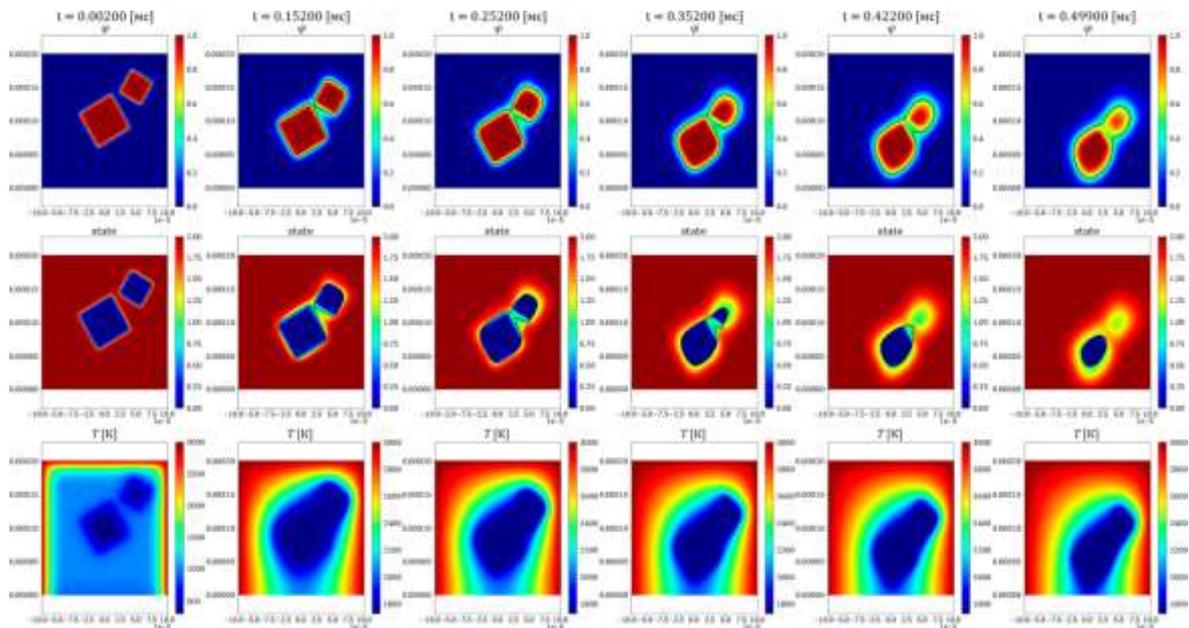


Рис. 3 – Поля фазы, агрегатного состояния и температуры в разные моменты времени для сфероидизации и коагуляции двух частиц

### Заключение

В работе предложена математическая модель физических процессов, связанных с обработкой металлических частиц в индуктивно-связанной плазме. Наблюдаются явления сфероидизации частиц за счет силы поверхностного натяжения и коагуляции группы частиц за счет термодиффузии.

Применив в качестве граничных условий физические параметры газа (плазмы) вокруг частицы вдоль ее траектории движения в конденсационной камере плазменного реактора можно исследовать характер фазовых переходов и сфероидизации, а также микроструктуру частиц. Подобный подход может иметь преимущества перед экспериментальными исследованиями для подбора оптимальных режимов плазменной обработки порошковых материалов.

*Научные исследования проведены при финансовой поддержке РФФИ (грант 18-42-160015) и Минобрнауки России в рамках исполнения обязательств по Соглашению номер 075-03-2020-051 (номер темы fzsu-2020-0020).*

#### **Список использованных источников**

1. Темам Р. Уравнения Навье – Стокса. Теория и численный анализ // Под ред. Б. Г. Кузнецова, Н. Н. Яненко. – М.: Мир, 1981. – 408 с.
2. Gray D. D., Giorgini A. The validity of the Boussinesq approximation for liquids and gases // Internat. J. Heat and Mass Transfer. – 1976. V. 19. № 5. P. 545–551.

**Системные требования:** Intel Pentium; 1,3 ГГц и выше; Windows 7/10; Adobe Reader 6.0 и выше; дисковод CD-ROM.

**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:** 5 Мб.

Тираж 100 экз.

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Государственный научный центр Российской Федерации (НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ)

Изд-во НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ

admin@viam.ru